

Effect of MoO₃ and TiO₂ partial size on dysprosium titanate pellets phase composition and density

Chernov I.A.¹, Belash M.M.¹, Romankov V.O.¹, Slabospitskaya O.O.¹, Kolodiy I.V.², Kalchenko A.S.²

¹“Nuclear Fuel Cycle” Science and Technology Establishment, National Science Center “Kharkov Institute of Physics and Technology”, Kharkov, Ukraine

²Institute of Solid State Physics, Materials Science and Technologies National Science Center “Kharkov Institute of Physics and Technology”, Kharkov, Ukraine

The industrial production of dysprosium titanate powder - neutron-absorbing material of the VVER-1000 reactor, is carried out by high-temperature sintering of briquetted oxide mixtures or by induction melting of oxide mixtures in a cold crucible followed by crushing and sieving of powders into fractions.

Basic requirements for powder:

- no unreacted starting oxides;

- the main phase - a structure such as fluorite, pyrochlor or hexagonal-type.

The high density of pellets > 6.6 g/cm³ at the stage of synthesis of dysprosium titanate provides a powder with a high bulk density, which allows to achieve the required density in absorption element.

Цель работы: проведение сравнительных исследований синтеза титаната диспрозия двух композиционных составов, основанных на одинаковом содержании оксида диспрозия с наличием либо отсутствием легирующего элемента MoO₃, а также исследование влияния размера частиц порошка TiO₂ на фазовый состав и плотность таблеток.

81,2%Dy₂O₃+ 18,8%TiO₂ (I)

81,2%Dy₂O₃+ 15,8%TiO₂+3,0%MoO₃ (II)

Исходные материалы:

TiO₂ (99.9%, ОСЧ 7-3, ТУ 6-09-3811-79), **30 mkm**

Nano TiO₂ (99.95%, China Rare Metal Material), **25 nm**

Dy₂O₃(99.5%, China Rare Metal Material),

MoO₃ (99.9%, чда, ТУ 6094471-77).

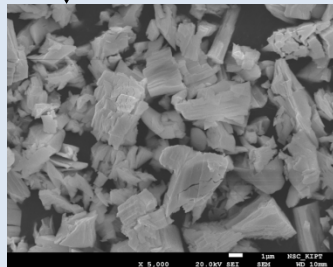
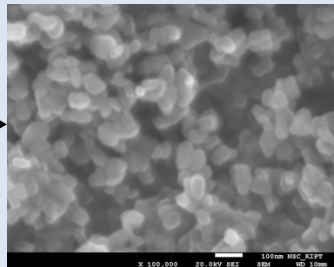
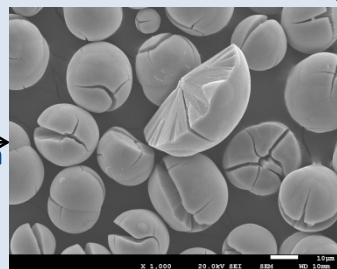


Схема изготовления таблеток титаната диспрозия:

Смешивание в дистиллированной воде в мельнице «Pulverisette 6» (Fritch) , введение пластификатора - полиэтиленгликоля (ПЭГ-100), прессование таблеток Ø10мм при 200 МПа, спекание на воздухе при температурах: 1450 °С и 1650 °С в течение 3 и 6 часов в печи (НТ 16/17 P470 Naberterm).

Temp/ time	ρ, г/см ³	Phase (wt., %)
(I), TiO₂ (ОСЧ 7-3)		
1450/3	5,84	Dy ₂ O ₃ (17,3); Dy ₂ Ti ₂ O ₇ -p (35,1); Dy ₂ TiO ₅ -h (15,7); Dy ₂ TiO ₅ -p(31,9)
1650/3	-	Dy ₂ O ₃ (10,1) ; Dy ₂ Ti ₂ O ₇ -p(24,4); Dy ₂ TiO ₅ -h(14,8); Dy ₂ TiO ₅ -f(23,5); Dy ₂ TiO ₅ -p(27,2)
1650/6	6,53	Dy ₂ O ₃ (4,7); Dy ₂ Ti ₂ O ₇ -p (18,7); Dy ₂ TiO ₅ -h(13,6); Dy ₂ TiO ₅ -f(26,7); Dy ₂ TiO ₅ -p(36,3)
(II), TiO₂ (ОСЧ 7-3)		
1450/3	5,86	Dy ₂ TiO ₅ -p (78,2); Dy ₂ TiO ₅ -h (15,1); Dy ₂ Ti ₂ O ₇ -p (6,7)
1650/3	-	Dy ₂ TiO ₅ -p (100)
1650/6	6,8	Dy ₂ TiO ₅ -p (100)
(I), Nano TiO₂ (CRMM)		
1450/3	5,44	Dy ₂ O ₃ (5,6); Dy ₂ Ti ₂ O ₇ -p (26,4); Dy ₂ TiO ₅ -h(54,6); Dy ₂ TiO ₅ -p(13,4)
1650/3	-	Dy ₂ TiO ₅ -h (100)
1650/6	6,91	Dy ₂ TiO ₅ -h (100)
(II), Nano TiO₂ (CRMM)		
1450/3	6,37	Dy ₂ TiO ₅ -p (87,7); Dy ₂ TiO ₅ -h (10,2); Dy ₂ Ti ₂ O ₇ -p (2,1)
1650/3	-	Dy ₂ TiO ₅ -p (100)
1650/6	7,1	Dy ₂ TiO ₅ -p (100)

Закключение:

1. Показана возможность варьирования характеристик таблеток титаната диспрозия с достижением требуемых значений плотности и фазового состава при использовании различных типов (марок) исходного TiO₂ и легирующего элемента MoO₃.

2. Введение MoO₃ способствует интенсификации процесса спекания и повышению плотности таблеток до 6,8 г/см³ и формированию монофазной кубической структуры типа пирохлора независимо от типа исходного TiO₂.

3. Использование наноразмерного порошка TiO₂ в нелегированной композиции приводит к повышению плотности спеченных таблеток титаната диспрозия до 6,9г/см³ и формированию равновесной монофазной гексагональной структуры.

4. Использование наноразмерного порошка TiO₂ совместно с MoO₃ приводит к повышению плотности спеченных таблеток титаната диспрозия до 7,1 г/см³ и формированию монофазной структуры типа пирохлора.