

## Scrap 첨가와 소결분위기에 따른 $UO_2+5wt\%CeO_2$ 압분체의 소결성 변화

### Variation of Sinterability in $UO_2+5wt\%CeO_2$ Compacts with Scrap Addition and Sintering Atmosphere

정창용, 이수철, 김시형, 김한수, 나상호, 이영우

한국원자력연구소

대전광역시 유성구 덕진동 150번지

#### 요 약

$UO_2+5wt\%CeO_2$  분말에 scrap 분말을 첨가하여 분말처리방법에 따라서 준비한 각각의 압분체를 다른 소결분위기에서 TMA, TGA 및 tube 소결로를 이용하여 소결실험을 수행하였다. 소결이 진행되는 과정에서의 수축율과 소결체의 무게변화를 비교 분석하였고 또한 소결체의 소결밀도와 미세구조를 분석하였다.  $MO_2$  압분체를 Ar 분위기에서 수축실험한 결과  $CO_2$  분위기에서와 유사한 수축율 경향을 나타내었고, 약  $1000^{\circ}C-1300^{\circ}C$  부근에서 수축이 완만하게 진행되는 구간이 나타났다.  $MO_2$  분말에 scrap 30wt% 첨가한 압분체를 Ar와  $CO_2$  분위기에서 열중량 실험한 결과 무게감소(환원)가 진행되기 시작하는 온도는 약  $1050^{\circ}C$  이었고,  $H_2$  분위기에서는 약  $430^{\circ}C$ 에서 환원이 급속하게 시작되었다.  $N_2$  분위기에서 소결된 소결체의 미세조직은 조대한 기공이 많이 존재하는 것으로 나타났다.

#### Abstract

Scrap powder was added to  $UO_2+5wt\%CeO_2$  powder mixtures which had been prepared by different powder treatment methods. Each powder was pressed into compacts and sintered in different sintering atmospheres in TMA, TGA and tube furnace. Shrinkage rate and weight variation were observed during sintering in different atmospheres and sintered density and microstructure were analyzed. In the case of  $MO_2$  compact, the result of shrinkage test in Ar atmosphere was similar to that in  $CO_2$  atmosphere and progressed slowly shrinkage at about  $1000^{\circ}C-1300^{\circ}C$ . In the case of  $MO_2$  compact added with 30wt% scrap powder, weight loss(reduction) in Ar and  $CO_2$  atmosphere was started at about  $1050^{\circ}C$  and then slowly progressed and that in  $H_2$  atmosphere was abruptly started at about  $430^{\circ}C$ . Microstructure of pellets sintered in  $N_2$  atmosphere showed existence of large pores.

## 1. 서론

핵연료 소결체의 특성인 소결밀도, 기공크기 및 결정립크기 등은 상용원자로 내에서 조사되는 동안 고밀화(densification), 팽윤(swelling), 핵분열물질의 이동, 소결체-피복관 상호반응 등과 직접적인 관계가 있으며, 핵연료 소결체제조에서 가장 기본적으로 요구되어 지는 특성들이다[1][2]. 핵연료소결체 제조과정에서는 이러한 특성을 제어하기 위한 방법으로 기공형성제와 소결촉진제와 같은 첨가제를 사용하거나, 소결체 제조과정에서 발생되는 불량 소결체를 scrap 분말로 만들어 재사용하며 또한, 소결 분위기를 이용하여 소결하기도 한다[3]. 혼합핵연료 소결체는  $UO_2$  분말에 소결성이 떨어지는  $PuO_2$  분말을 첨가하여 소결을 하기 때문에  $UO_2$ 와는 다른 소결특성을 나타낸다[4]. 그러나 혼합핵연료 소결체는  $UO_2$  소결체에서 요구하는 특성을 만족해야 할뿐만 아니라 Pu-rich particle의 크기와 균질도가 중요하므로 분말을 처리하게 되는데, 이와 같이  $PuO_2$ 의 균질도와 결정립크기를 증가시키기 위하여 과도한 분말처리를 할 경우 경수로 핵연료의 시방에서 요구하는 약 5%의 기공을 가지는 소결체 제조가 거의 불가능하다[5][6]. 그러나 핵연료 소결체 제조과정 중에서 발생하는 scrap 분말을 산화시켜  $M_3O_{8-y}$  상의 분말로 만들어 사용할 경우  $M_3O_{8-y}$  상은 orthorhombic 구조이며, matrix인  $UO_2$ 는 fcc 구조로서 소결과 과정에서  $M_3O_{8-y}$ 가  $MO_2$ 로 환원되면, 약 30% 체적감소가 따르기 때문에 기공형성제로 사용할 수 있다[7][8]. 또한 상용 로에서 사용되고 있는 산화성, 불활성 및 환원성의 여러 가지 가스를 활용 할 경우 기공과 결정립의 크기 및 분포를 제어할 수 있을 뿐만 아니라 보다 우수한 소결체 제조가 가능하며, scrap 첨가량과 소결분위기를 적절히 조합하여 사용할 경우 효과적인 소결공정개발이 가능할 것으로 사료된다.

본 연구에서는 scrap 회수기술을 개발하기 위한 실험으로  $PuO_2$ 의 대체물질로서  $CeO_2$  분말을 사용하여 분말처리, scrap 첨가 및 소결분위기가 혼합핵연료소결체의 특성에 미치는 영향을 분석하기 Thermo-mechanical analyzer(TMA)와 Thermogravimetric analyzer(TGA)를 이용하여 가열에 따른 수축을 실험과 열중량 실험을 수행하였고, tube 소결로를 이용하여 소결거동에 따른 확인실험을 수행하였다.

## 2. 실험방법

### 2-1 분말 및 시료준비

본 실험에서는 IDR(Integrated Dry Route) 공정에 의해 제조된  $UO_2$  분말을 사용하였고 분말의 평균입자크기는  $2.24\mu m$ , 비표면적은  $2.27m^2/g$ 이며, 분말의 O/U 비는 2.13 이다. 이 분말은 IDR 공정의 특성 때문에 유동도가 매우 나쁘고 겉보기밀도와 탭밀도가 매우 낮다.  $CeO_2$  분말은 Aldrich 회사에서 제조된 것으로서 평균입자크기가  $6.66\mu m$ 이고, 순도는 99.9%이다. Scrap( $M_3O_{8-y}$ ) 분말은  $1500^\circ C$ 의  $H_2$  분위기에서 환원소결공정에 의해 제조

된  $\text{UO}_2+5\text{wt}\%\text{CeO}_2$  소결체를  $400^\circ\text{C}$  공기 분위기에서 8 시간 동안 산화시켜 분말화한 다음, 이 분말을 0.2mm sieve에 통과시켜 일정한 크기 이하의  $\text{M}_3\text{O}_{8-y}$  scrap 분말을 준비하였다. Scrap 첨가실험에 사용된 분말은  $\text{UO}_2+5\text{wt}\%\text{CeO}_2(\text{MO}_2)$  분말에  $\text{M}_3\text{O}_{8-y}$  scrap 분말을 조건에 따라서 각각 첨가하여 혼합방법(MIX)과 분쇄방법(CAM)으로 분말을 준비하였다. 분말처리방법에서 혼합방법(MIX)은  $\text{MO}_2$  원료분말을 Turbula mixer로써 2 시간 동안 혼합하고, 연속형 attrition mill에서 2분씩 10회 분쇄한  $\text{MO}_2$  원료분말에 첨가량에 따른 scrap 분말을 첨가하여 Turbula mixer로써 2 시간 동안 혼합하였다. 연속형 attrition milling 방법(CAM)은  $\text{MO}_2$  분말에 첨가량에 따른 scrap 분말을 첨가하여 Turbula mixer에서 2 시간 동안 혼합하고 연속형 attrition mill에서 2분씩 10회 분쇄하여 분말처리를 하였다. 시료의 압분체는 Zinc stearate를 금형벽에 도포하고 건조시킨 다음 약 4g의 조건별 분말을 금형에 장입하여 유압프레스로써 300Mpa의 압력을 가하여 준비하였다.

## 2-2 TMA, TGA 및 소결실험

TMA(setaram TMA 92) 실험은 소결과정에 따른 시료의 수축율을 측정하기 위해서 압분체를 TMA에 장입하고, 각 소결분위기(Ar,  $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2$ )에서 분당  $3^\circ\text{C}$ 로  $1500^\circ\text{C}$  또는  $1700^\circ\text{C}$  까지 가열하여 4 시간 동안 유지한 후 동일한 조건으로 냉각하여 수행하였고, TMA에서 사용된 시료조성에 따른 밀도특성을 Table. 1에 나타내었다. 그리고 TGA(Chan 171) 실험은 소결과정에서 시료의 무게변화를 측정하기 위해서 압분체를 TGA에 장입하고 앞에서의 TMA 실험과 동일한 조건으로  $1500^\circ\text{C}$  까지 가열하여 2시간 동안 유지하여 실험을 수행하였다. 이와 같이 소결이 진행되는 과정에서 얻은 수축율과 무게변화 과정곡선을 비교 분석하였다. 그리고 Tube 소결로를 이용한 소결성 확인실험에서는 소결분위기가 scrap 첨가에 미치는 영향을 분석하기 위해서 불활성분위기( $\text{N}_2$ ) 및 환원성분위기( $\text{H}_2$  및  $\text{N}_2+8\%\text{H}_2$ ) 소결은 분위기 가스량을 조절하여  $1700^\circ\text{C}$ 에서 4시간 동안 소결하였고, 산화성분위기( $\text{CO}_2$ ) 소결은 분위기 가스량을 조절하여  $1500^\circ\text{C}$ 에서 4 시간 동안 소결한 다음  $\text{N}_2+8\%\text{H}_2$  분위기로 같은 온도에서 1 시간 동안 환원 처리하여 소결 하였다. 소결체의 소결밀도는 침적법(water immersion method)에 의해 측정하였고, 연마된 소결체 시료를 thermal etching하여 결정립을 관찰하고, linear intercept 방법으로 평균 결정립 크기를 측정하였다.

## 3. 실험결과

소결분위기에서 가열에 따른 소결 구동실험을 수행하기 위해서  $\text{UO}_2$ ,  $\text{CeO}_2$ , 혼합(MIX) 또는 분쇄(CAM) 처리한  $\text{MO}_2$  분말과  $\text{MO}_2$  분말에 scrap 30wt% 첨가하여 분쇄(CAM) 처리한 분말들을 가지고 만든 압분체 대한 수축실험 결과를 Fig. 1에 나타내었다. Fig. 1 (a)의 경우 Ar 분위기에서 가열에 따른 수축율곡선은  $\text{UO}_2$  압분체의 경우 약  $300^\circ\text{C}$  부

근에서부터 열팽창을 시작하여 약 650°C에서 수축이 시작되었고, 1350°C에서 끝나는 것으로 나타났다. 그리고 CeO<sub>2</sub> 시료의 경우 UO<sub>2</sub>보다는 열팽창이 완만하였고 UO<sub>2</sub>와 유사한 온도 부근에서 수축이 일어나기 시작하였으나, 1700°C 부근에서도 수축이 계속 일어나는 것으로 나타났으며 1250°C부터 1600°C 부근까지 수축이 완만해지는 구간이 관찰되었다. UO<sub>2</sub> 분말에 CeO<sub>2</sub> 분말을 5wt% 첨가하여 혼합(MIX)한 MO<sub>2</sub> 시료의 경우 수축율곡선은 가열초기에는 열팽창과 수축이 UO<sub>2</sub>와 유사하게 진행되었으나, 수축되면서 수축율곡선 기울기가 UO<sub>2</sub> 보다 완만하게 진행되다가 1050°C부터 1250°C 부근에 수축이 완만해지는 step이 나타난 후 다시 진행되었으며, 분쇄(CAM)한 MO<sub>2</sub> 시료에서는 분쇄로 인한 비표면적 증가에 의한 소결구동력증가로 혼합(MIX)한 시료보다 낮은 온도구간에서 step이 나타났고 수축이 적게 일어났다. 혼합 및 분쇄에 의해 분말처리된 MO<sub>2</sub> 시료의 수축율곡선에서 가열 중 수축이 완만해지는 구간 나타나는데 이러한 것은 앞의 UO<sub>2</sub>와 CeO<sub>2</sub> 시료의 수축율 차에 기인한 것으로 사료된다. MO<sub>2</sub> 분말에 scrap 을 30wt% 첨가하여 분쇄(CAM)한 시료에서는 가열초기에 약간 수축이 일어난 다음 약 1000°C에서부터 급속한 수축을 시작하여 1350°C 부근까지 진행하였는데, 이러한 것은 MO<sub>2</sub> 분말에 scrap 분말을 첨가하면 소결구동력을 많이 감소시키기 때문에 나타나는 것으로 사료된다. Fig. 1 (b)의 경우 CO<sub>2</sub> 분위기에서 가열에 따른 수축율곡선을 타나낸 것으로서 Fig. 1(a)의 Ar 분위기에서와 거의 유사한 경향을 나타내었으나, UO<sub>2</sub> 시료의 경우 초기에 열팽창이 많이 일어났고, 수축은 혼합한 MO<sub>2</sub> 시료보다 늦어졌다. Fig. 1 (c)의 경우 H<sub>2</sub> 분위기에서 가열에 따른 수축율곡선은 UO<sub>2</sub> 압분체의 경우 약 200°C 부근에서부터 열팽창이 시작되고 약 450°C에서 팽창이 멈추었으며 약 800°C에서부터 수축이 시작되어 1700°C 부근까지 진행하는 것으로 나타났다. 그리고 CeO<sub>2</sub> 시료의 경우에는 앞의 Ar과 CO<sub>2</sub> 분위기에서 보다 낮은 온도인 약 800°C에서 수축이 일어나기 시작해서 수축율의 기울기 또한 높게 나타났으며, 수축율은 약 9%까지 수축이 일어났다. 혼합(MIX)과 분쇄(CAM)한 MO<sub>2</sub> 시료의 경우 수축율곡선은 가열초기에는 열팽창과 수축이 UO<sub>2</sub>와 유사하게 진행되었으나, 혼합(MIX)과 분쇄(CAM)한 MO<sub>2</sub> 시료 모두 수축이 약 1000°C부터 시작하여 유사하게 진행되었고, 수축은 압분밀도가 높았던 관계로 분쇄시료에서 적게 나타났다.

분위기에 따라 TMA에서 수축율실험하여 소결된 시료의 소결밀도 변화를 Fig. 2에 나타내었다. 분위기에 따른 반응정도는 UO<sub>2</sub>와 CeO<sub>2</sub>의 경우 Ar과 CeO<sub>2</sub> 분위기에서 거의 같은 밀도를 나타내었으나 H<sub>2</sub> 분위기에서는 감소하는 것으로 나타났다. 그리고 분쇄(CAM) MO<sub>2</sub> 소결체는 Ar 보다 CO<sub>2</sub> 분위기에서 소결된 소결체의 밀도가 높게 나타났으나 H<sub>2</sub> 분위기에서 가장 밀도가 높게 나타났다고, 혼합(MIX) MO<sub>2</sub> 소결체는 Ar과 CO<sub>2</sub> 분위기에서는 분쇄(CAM)처리한 MO<sub>2</sub> 소결체와 유사하였으나 H<sub>2</sub> 분위기에서는 약간 낮게 나타났다. 또한 MO<sub>2</sub> 분말에 scrap 30wt% 첨가한 소결체에서 H<sub>2</sub> 분위기에서 소결된 소

결체의 소결밀도는  $10.40\text{g/cm}^3$ 으로  $\text{MO}_2$  시료에 비하여 낮게 나타났다.

혼합(MIX) 및 분쇄(CAM) 방법으로 준비한  $\text{MO}_2$  시료와  $\text{MO}_2$  분말에 scrap 30wt%를 첨가한 시료 각각의 압분체를 Ar,  $\text{CO}_2$  및  $\text{H}_2$  분위기에서 열분해 실험한 결과를 Fig. 3에 나타내었다. Ar와  $\text{CO}_2$  분위기에서 혼합(MIX) 처리한  $\text{MO}_2$  시료의 열분해실험결과는 가열 초기에 무게 감소가 일어난 후 소결이 진행되는 동안 무게변화가 거의 없는 것으로 나타났다. 그러나 Ar 분위기에서 분쇄(CAM) 처리한  $\text{MO}_2$  시료의 경우 무게감소는  $1050^\circ\text{C}$ 부터  $\text{CO}_2$  분위기에서 보다 더 많이 일났으며,  $\text{MO}_2$  분말에 scrap 30wt% 첨가한 시료에서도 이 구간에서 급속하게 무게감소가 진행되었다.  $\text{H}_2$  분위기에서는 Ar과  $\text{CO}_2$  분위기에서의 무게감소와 다르게 가열 초기부터 약  $400^\circ\text{C}$ 까지 혼합(MIX)와 분쇄(CAM) 처리한  $\text{MO}_2$  시료의 무게가 급속하게 감소하였으나,  $\text{MO}_2$  분말에 scrap 30wt% 첨가한 시료에서는 급속한 무게감소 구간이 약  $430^\circ\text{C}$ 까지 연장되는 것으로 나타났다. 이러한 결과를 볼 때 산화성 분위기로 소결이 완전히 진행되지 않은 구간에서 소결하여  $\text{H}_2$  분위기로 환원 처리 할 경우 급속한 상(phase) 변태로 인해서 소결체가 파쇄 될 수도 있을 것이다.

$\text{MO}_2$  분말에 Scrap을 0-30wt% 첨가하여 분말처리에 따라서 준비된 압분체를  $1700^\circ\text{C}$   $\text{H}_2$ ,  $\text{N}_2+8\%\text{H}_2$  및  $\text{N}_2$  분위기에서 소결된 소결체의 밀도변화를 Fig. 4에 나타내었다. Fig. 4(a)는  $\text{H}_2$ 와  $\text{N}_2+8\%\text{H}_2$  분위기에서 소결된 소결체의 소결밀도 변화를 나타낸 것으로  $\text{H}_2$ 의 flow rate가  $37.6\text{ml/min}$ 와  $200\text{ml/min}$ 인 경우 scrap 첨가량에 따른 밀도변화는 크지 않았다. 그리고  $\text{N}_2(500\text{ml/min})/\text{H}_2(27.6\text{ml/min})$  분위기의 경우 scrap 첨가량이 증가함에 따라 혼합(MIX) 및 분쇄(CAM)로 분말처리한 소결체의 소결밀도는 scrap 첨가량이 10-30wt% 시료에서 밀도 감소 기울기가 일정하게 나타났으나, 0-10wt% 이하인 경우 일정하게 증가하는 것으로 나타났다. Fig. 4(b)는 scrap 첨가량에 따라  $\text{N}_2$ 와  $\text{N}_2+8\%\text{H}_2$  분위기에서 소결된 소결체의 소결밀도 변화를 나타낸 것으로  $\text{N}_2$ 의 flow rate가  $250\text{ml/min}$ 인 경우  $\text{N}_2(250\text{ml/min})/\text{H}_2(18.8\text{ml/min})$  분위기의 경우에서보다 소결밀도가 약 10%T.D. 감소하는 것으로 나타났다. 이와 같은  $\text{N}_2$  분위기의 특성을 핵연료제조공정에 활용할 경우 핵연료 소결체에서 필수적인 소결밀도를 자유롭게 제어할 수 있을 것으로 사료된다.

$\text{MO}_2$  분말에 scrap 분말을 30wt% 첨가하여  $\text{H}_2$ ,  $\text{H}_2/\text{N}_2$ ,  $\text{CO}_2$  및  $\text{N}_2$  분위기에서 소결된 소결체의 미세조직을 Fig. 5에 나타내었다. Fig. 5 (a)  $\text{H}_2$  분위기와 Fig. 5 (b)  $\text{H}_2/\text{N}_2$  분위기에서 각각 소결된 결정립 미세조직으로서 두 조직 다 기공과 결정립의 분포와 크기가 유사한 경향을 나타내었다. 그리고 Fig. 5 (c)는  $\text{CO}_2$  분위기에의 소결체 미세조직을 나타낸 것으로서  $\text{H}_2$ 와  $\text{H}_2/\text{N}_2$  분위기에서 소결된 소결체의 경우보다 기공이 많이 존재하고, 산화소결의 특성상 결정립크기가 약 2배 이상 크게 나타났다. Fig. 5 (d)는  $\text{N}_2$  분위기에서 소결체 미세조직으로  $\text{CO}_2$  분위기에서 소결된 소결체의 경우보다 결정립크기는 작으나 조대한 기공이 많이 존재하는 것으로 나타났다.

#### 4. 결론

Scrap 분말을  $UO_2+5wt\%CeO_2$ 에 첨가하여 분말처리방법에 따라 제조한 압분체를 각각의 소결분위기에 따라서 수축율실험, 열중량실험 및 소결실험을 수행하여 다음과 같은 결과를 얻었다.

1.  $MO_2$  압분체를 Ar와  $CO_2$  분위기에서 가열한 경우 수축율은 분말처리와 관계가 없이 약  $1000^{\circ}C-1300^{\circ}C$  부근에서 수축이 완만하게 진행되는 step 구간이 나타났으나,  $H_2$  분위기에서는 step 구간을 찾아 볼 수가 없었다. Ar와  $CO_2$  분위기에서 이러한 step 구간의 발생원인은 주 상인  $UO_2$  분말에 소결성이 떨어지는  $CeO_2$  분말이 첨가되어 수축이 지연되는 것으로 추정해볼 수 있다.
2.  $MO_2$  분말에 scrap 30wt% 첨가한 압분체를 TGA를 이용하여 Ar와  $CO_2$  분위기에서 가열한 경우 약  $1050^{\circ}C$ 에서 환원이(무게 감소) 시작되었으나,  $H_2$  분위기에서는 약  $430^{\circ}C$ 에서 급속하게 환원이 시작되었다.
3.  $H_2$ 와  $N_2+8\%H_2$  분위기에서 소결된 소결체의 소결밀도 변화를 나타낸 것으로  $H_2$ 의 flow rate가 37.6ml/min과 200ml/min인 경우 scrap 첨가량에 따른 밀도변화는 크지 않았으나,  $N_2(500ml/min)/H_2(27.6ml/min)$  분위기의 경우 소결밀도는 scrap 첨가량이 10wt%에서 30wt%로 증가함에 따라서 밀도가 크게 감소하였다.

#### Acknowledgement

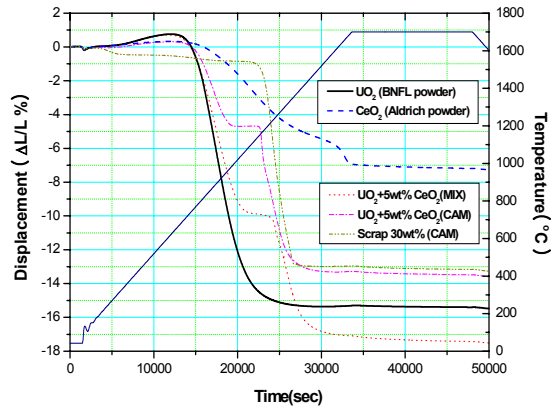
본 연구는 과학기술부의 원자력연구 개발사업의 일환으로 수행되었음.

#### 참고문헌

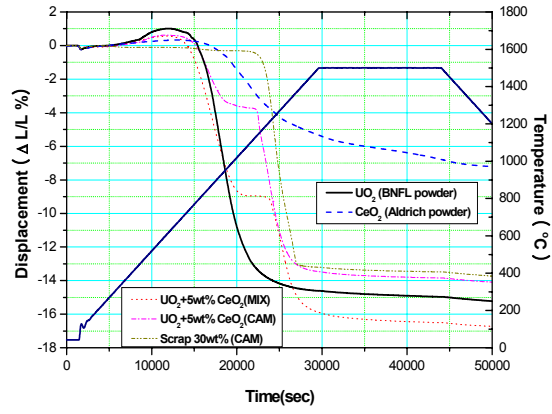
- [1] H.Assman, H.Stehle, Nucl. Eng. Des., 48(1978) 49-67
- [2] N. Terumura et al., PNCT831-79-02 (1979) 5
- [3] H. Assmann, W. Doerr and M. Peehs, J. Nucl. Mater., 140(1986) 1-6
- [4] 정창용 외, 한국원자력학회, '00 춘계학술대회.
- [5] R. Goldner and H. Schmidt J. Nucl. Mater. 178(1991)152-157
- [6] C. T. Walker et al., J. Nucl. Mater., 245(1997)169
- [7] P.A. Tempest, P.M. Tucker and J.W. Tyler J. Nucl. Mater. 151(1988)251-268
- [8] W.D. Kingery and B. Francois J. Am. Ceram. Soc., 48(1965)546-547

Table 1. Properties of samples used in TMA test.

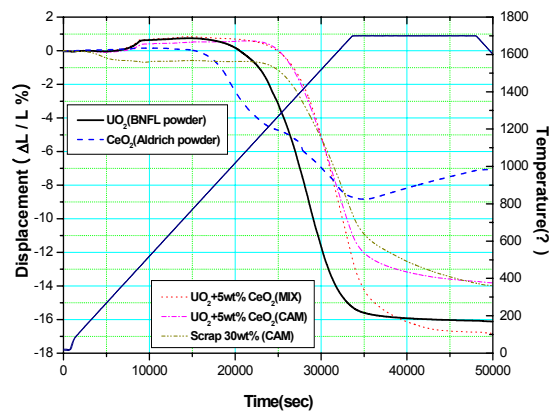
Sample	Compositions	Density(g/cm <sup>3</sup> )			Atmo- sphere
		Green	Geometry	Sintered	
TMA-1	UO <sub>2</sub> (as-received powder)	5.81	10.66	<b>10.93</b>	Ar
TMA-2	CeO <sub>2</sub> (as-received powder)	4.90	6.61	<b>6.65</b>	
TMA-3	MO <sub>2</sub> (MIX)	5.74	10.00	<b>10.21</b>	
TMA-4	MO <sub>2</sub> (CAM)	6.19	10.40	<b>10.46</b>	
TMA-5	MO <sub>2</sub> +30wt%M <sub>3</sub> O <sub>8</sub> (CAM)	6.24	10.24	<b>10.38</b>	
TMA-6	UO <sub>2</sub> (as-received powder)	5.81	10.78	<b>10.94</b>	CO <sub>2</sub>
TMA-7	CeO <sub>2</sub> (as-received powder)	4.91	6.63	<b>6.65</b>	
TMA-8	MO <sub>2</sub> (MIX)	5.73	10.11	<b>10.31</b>	
TMA-9	MO <sub>2</sub> (CAM)	6.21	10.35	<b>10.56</b>	
TMA-10	MO <sub>2</sub> +30wt%M <sub>3</sub> O <sub>8</sub> (CAM)	6.28	10.33	<b>10.51</b>	
TMA-11	UO <sub>2</sub> (as-received powder)	5.83	10.64	<b>10.74</b>	H <sub>2</sub>
TMA-12	CeO <sub>2</sub> (as-received powder)	4.92	6.47	<b>6.5</b>	
TMA-13	MO <sub>2</sub> (MIX)	5.74	10.14	<b>10.55</b>	
TMA-14	MO <sub>2</sub> (CAM)	6.21	10.26	<b>10.54</b>	
TMA-15	MO <sub>2</sub> +30wt%M <sub>3</sub> O <sub>8</sub> (CAM)	6.26	10.02	<b>10.40</b>	



(a) Ar atmosphere



(b)  $CO_2$  atmosphere



(c)  $H_2$  atmosphere

Fig. 1 TMA results of sample compact of different composition in Ar(a),  $CO_2$ (b) and  $H_2$ (c) atmosphere.



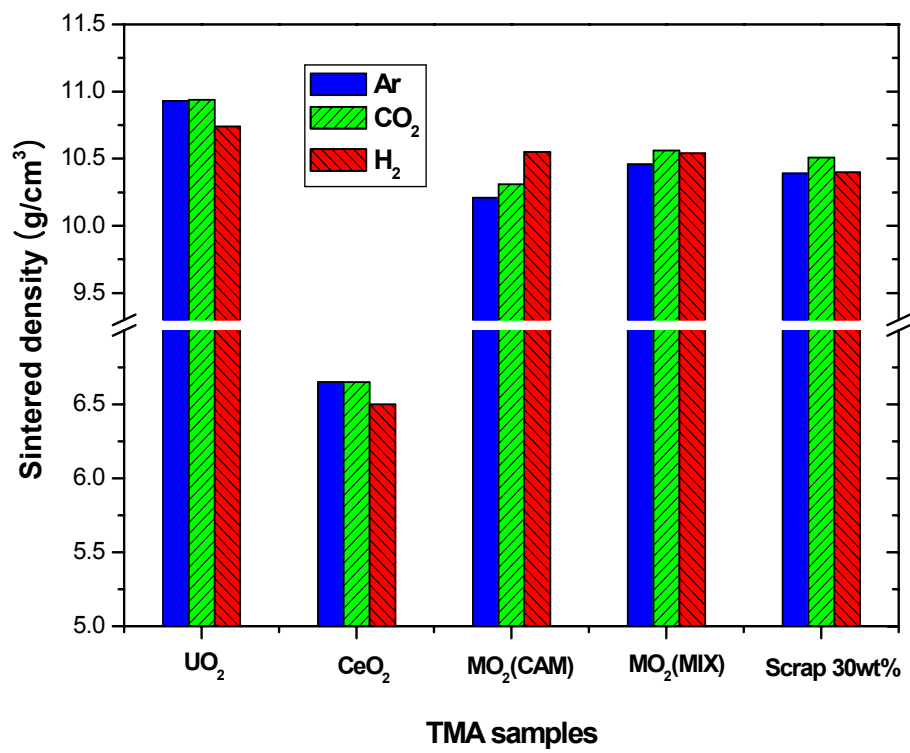


Fig. 2 Density variation of pellets sintered with different sintering atmosphere in TMA.

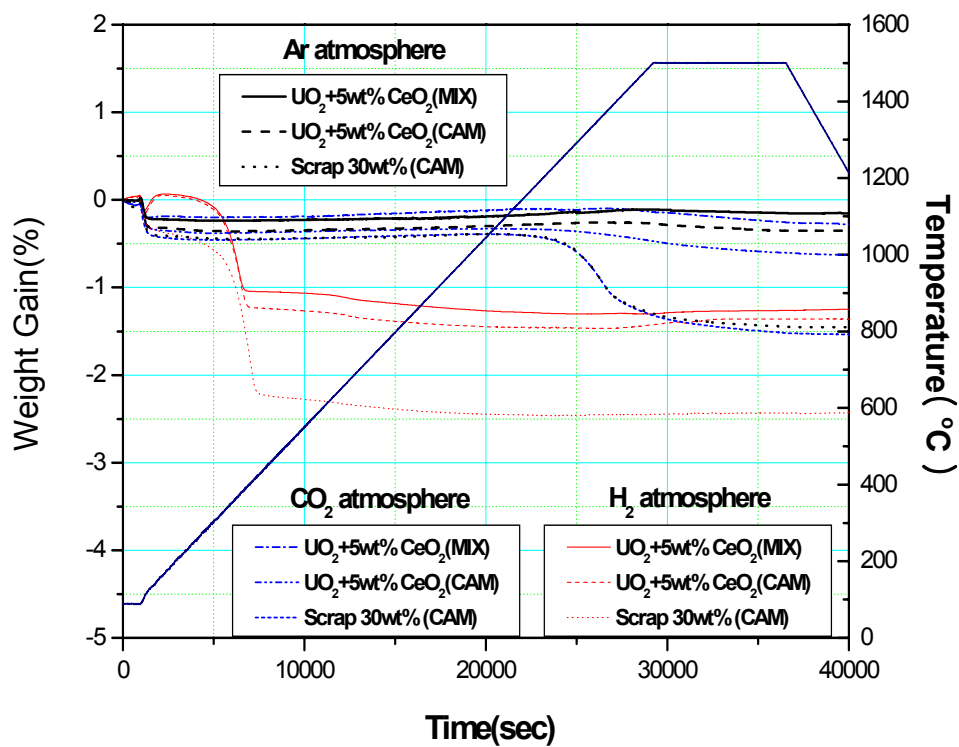
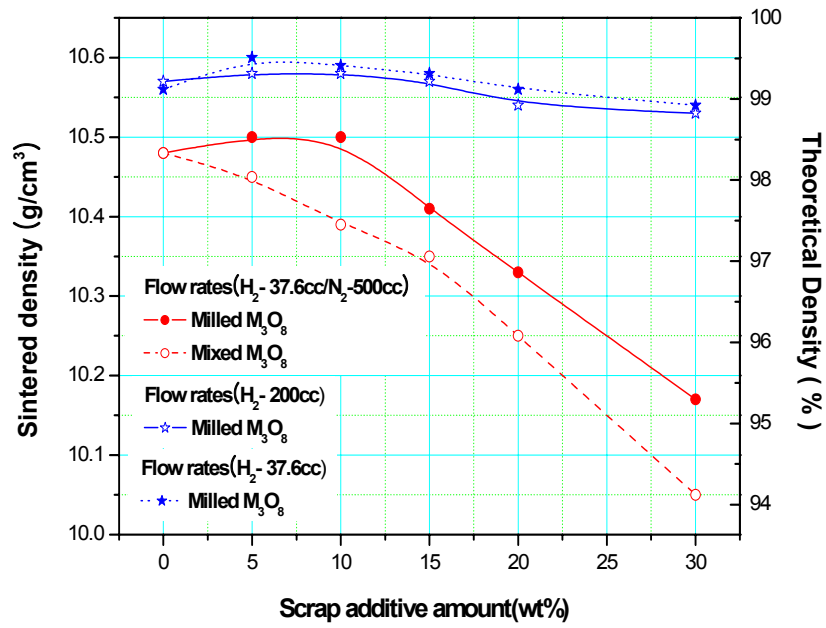
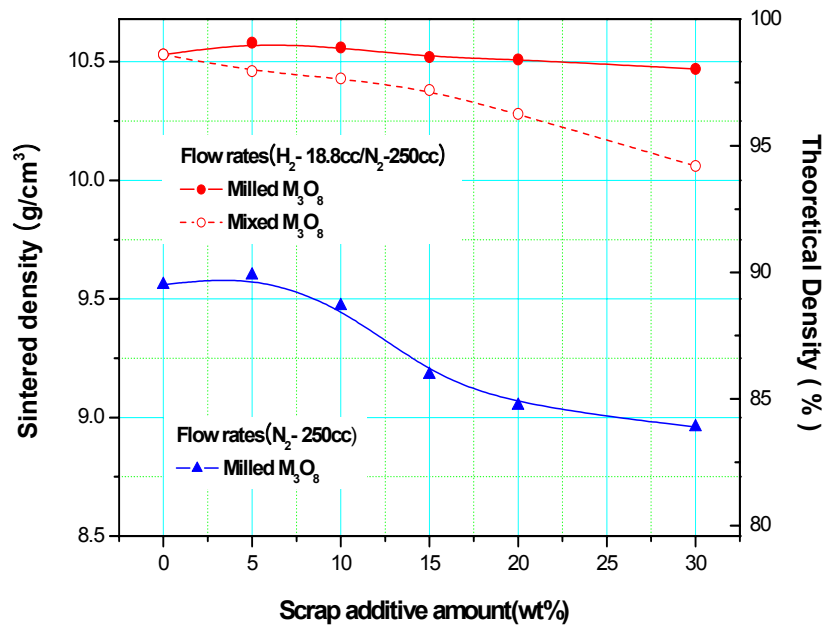


Fig. 3 TGA results of sample compact of different composition in Ar, CO<sub>2</sub> and H<sub>2</sub> atmosphere.



(a)  $\text{H}_2$  and  $\text{H}_2/\text{N}_2$  atmosphere



(b)  $\text{N}_2$  and  $\text{H}_2/\text{N}_2$  atmosphere

Fig. 4 Density variation of  $\text{UO}_2 + 5\text{wt}\%\text{CeO}_2$  pellets sintered with different sintering atmosphere.

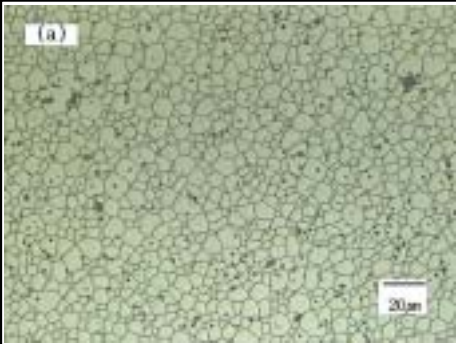

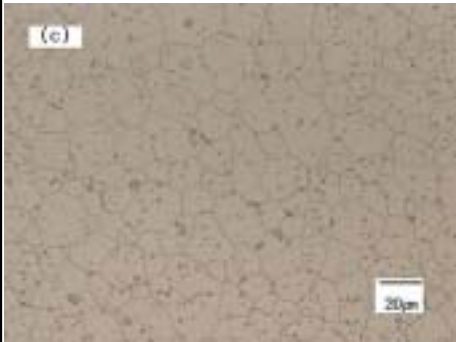
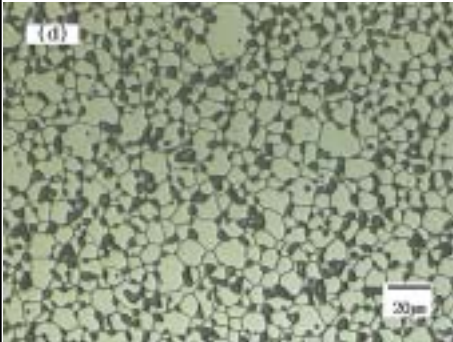
H <sub>2</sub> (37.6ml)		H <sub>2</sub> (9.8ml) + N <sub>2</sub> (125ml)	
MO <sub>2</sub> + 30wt% M <sub>3</sub> O <sub>8</sub> (CAM)		MO <sub>2</sub> + 30wt% M <sub>3</sub> O <sub>8</sub> (CAM)	
CO <sub>2</sub> (125ml)		N <sub>2</sub> (250ml)	
MO <sub>2</sub> + 30wt% M <sub>3</sub> O <sub>8</sub> (CAM)		MO <sub>2</sub> + 30wt% M <sub>3</sub> O <sub>8</sub> (CAM)	

Fig 5. Microstructure of UO<sub>2</sub>+5wt%CeO<sub>2</sub> pellets sintered in different sintering atmosphere..