

See discussions, stats, and author profiles for this publication at: <https://www.researchgate.net/publication/297731086>

# DISEÑO, PROCESADO Y CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES CON POROSIDAD RADIAL CONTROLADA PARA APLICACIONES NUCLEARES

Conference Paper · March 2015

CITATIONS

0

READS

84

7 authors, including:



**José A. Rodríguez-Ortiz**  
Universidad de Sevilla

86 PUBLICATIONS 825 CITATIONS

[SEE PROFILE](#)



**Cecilia E. Arévalo**  
Universidad de Buenos Aires

34 PUBLICATIONS 263 CITATIONS

[SEE PROFILE](#)



**Joaquin Cobos**  
Estación Biológica de Doñana

87 PUBLICATIONS 673 CITATIONS

[SEE PROFILE](#)



**Juan Jose Pavon Palacio**  
University of Antioquia

58 PUBLICATIONS 578 CITATIONS

[SEE PROFILE](#)

Some of the authors of this publication are also working on these related projects:



Design and thermo-mechanical characterisation of cemented carbides / cermet laminates [View project](#)



METALS Special issue [View project](#)

## DISEÑO, PROCESADO Y CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES CON POROSIDAD RADIAL CONTROLADA PARA APLICACIONES NUCLEARES

C. García-Ostos<sup>a</sup>, J.A. Rodríguez-Ortiz<sup>a</sup>, C. Arévalo, J. Cobos<sup>b</sup>, F.J. Gotor<sup>c</sup>, J.J. Pavón<sup>d</sup>, Y. Torres<sup>a\*</sup>

<sup>a</sup>Departamento de Ingeniería y Ciencia de los Materiales y del Transporte, Escuela Técnica Superior de Ingeniería, Universidad de Sevilla, Sevilla, España;

<sup>b</sup>CIEMAT, Avenida Complutense, 40, Madrid, España;

<sup>c</sup>Instituto de Ciencia de Materiales de Sevilla (CSIC-US), Av. Américo Vespucio, 49, 41092 Sevilla, España

\*Correo-e: [ytorres@us.es](mailto:ytorres@us.es)

<sup>d</sup>Group of Advanced Biomaterials and Regenerative Medicine, BAMR, Bioengineering Program, University of Antioquia, Medellin, Colombia

### RESUMEN

Las pastillas de combustible irradiado presentan un gradiente de porosidad radial como consecuencia de la presencia de gas He y otros productos de fisión que modifican su microestructura. El óxido de Cerio, CeO<sub>2</sub>, ha mostrado ser un material de características similares a los óxidos utilizados como combustible en los reactores nucleares. El objetivo de este trabajo es la implementación de un dispositivo de compactación novedoso para obtener pastillas de CeO<sub>2</sub> con una porosidad radial controlada. Se emplean presiones de compactación de 460 y 700 MPa y contenidos de cera Ethylene-Bis-Stearamide (EBS) de 0.5, 3 and 7.5% vol., para obtener tres zonas diferentes en la pastilla. Finalmente, todo el conjunto es sometido al mismo protocolo de eliminación de EBS (una tasa de calentamiento de 5°C/min manteniendo la pastilla 4 horas a 500°C) y de sinterización (1700°C, 4h, aire). La caracterización microestructural incluye la porosidad y el tamaño de grano, caracterizadas en las tres zonas. Las propiedades tribo-mecánicas incluyen la microfractura por indentación ( $K_{Ic}$ ) y la resistencia al rayado (carga constante).

### ABSTRACT

Irradiated fuel pellet present a radial gradient porosity as a result of the occurrence of He gas and other fission products that modify its nuclear fuel microstructure. Cerium Oxide, CeO<sub>2</sub>, has been shown as a surrogate material to understand irradiated Mixed Oxide (MOX) based matrix fuel for nuclear power plants due to its similar characteristics. The aim of this work is the implementation of a novel compaction device to produce CeO<sub>2</sub> pellets with a radial controlled porosity. Compaction Pressures of 460 and 700 MPa have been employed and binder contents, Ethylene-Bis-Stearamide (EBS), of 0.5, 3 and 7.5% vol. in order to obtain three different areas in the pellet. Finally, the whole pellet is subjected to the same protocol in order to eliminate EBS (heating rate of 5°C/min up to 4h at 500°C) and a sinterization process at 1700°C for 4 hours in air. Microstructure characterization includes grain size and porosity, being characterized in the three areas. Tribo-mechanical properties such as scratch resistance (constant load), dynamic Young's modulus, hardness and indentation microfracture ( $K_{Ic}$ ) have also been determined.

**PALABRAS CLAVE:** Fabricación, Productos de fisión, Pastillas de combustible irradiado, Porosidad gradiente, Propiedades mecánicas

### 1. INTRODUCCIÓN

La generación de energía en las centrales nucleares de fisión requiere el bombardeo con haces de neutrones de los elementos combustibles, consistentes en pequeñas pastillas cilíndricas de dióxido de Uranio (UO<sub>2</sub>). El impacto de estos neutrones con los núcleos de Uranio provoca, o bien la fisión de los mismos (Isótopos U-235, fisibles), o bien la absorción de un neutrón (Isótopos U-238, fértiles), convirtiéndose en U-239 que de forma natural degradará en isótopos Pu-239 del Plutonio. Estas transformaciones provocan la aparición de dislocaciones en la estructura cristalina del UO<sub>2</sub>, las cuales conllevan la aparición de poros en la misma. Estos poros aparecerán en mayor concentración en la zona más externa, pues los átomos allí situados son los que reciben de manera directa el haz de neutrones. Con el aumento del grado de quemado en el elemento

combustible, los poros aumentan tanto en cantidad como en tamaño y son capaces de albergar en su interior algunos productos de fisión, como el Helio o el Xenón, cuya presencia colabora aún más en el desarrollo de los poros. Así, la porosidad de las pastillas presenta una distribución radial gradiente, variando desde valores relativamente bajos (~6%) en el núcleo, en torno al 12,5% en el anillo central y llegando a cotas de hasta el 25% en la periferia [1-7].

Cuando la cantidad de isótopos fisibles en los elementos combustibles no es suficiente para mantener las reacciones en cadena necesarias para la obtención de energía, éstos deben ser reemplazados por otros. Los elementos sustituidos irradiados, contienen aún átomos fisibles de Uranio y Plutonio, productos de fisión y otros elementos radiactivos; es así de interés el desarrollo de procesos de separación y transmutación,

mediante los cuales se separan estos isótopos fisibles para obtener nuevos elementos combustibles reciclados a partir de los gastados.

En este marco de ideas, resulta necesario llevar a cabo un estudio del combustible irradiado para realizar una optimización de los procesos de separación y transmutación, así como de su almacenamiento. Debido a su toxicidad, la manipulación del Uranio en investigación es limitada. Además, el empleo del dióxido de Cerio ( $\text{CeO}_2$ ) ha mostrado ser la mejor opción para la simulación del  $\text{UO}_2$  [8-10], considerando la similitud de sus propiedades térmicas y microestructurales. En este trabajo se pretende fabricar y caracterizar, tanto microestructural como mecánicamente, compactos de  $\text{CeO}_2$  con gradiente radial de porosidad similar al del combustible irradiado.

## 2. MATERIALES Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

El empleo de rutas pulvimetalúrgicas para obtener pastillas de  $\text{CeO}_2$  con porosidad homogénea ha sido abordado con éxito por la comunidad científica [11-17] y recientemente por los autores de este trabajo [18]. En este último se ha evaluado en detalle la influencia de los diferentes parámetros de procesamiento (contenido de cera, presión de compactación, temperatura y tiempo de sinterización) en las características microestructurales y mecánicas de las pastillas de  $\text{CeO}_2$ . A partir de estos resultados, se propone una combinación de parámetros que permita reproducir las cuotas de porosidad en cada zona de la pastilla, acordes a la distribución de porosidad presente en una pastilla de combustible nuclear gastado (ver Tabla 1). A continuación, para acometer la fabricación de las pastillas con porosidad gradiente radial, en este trabajo se ha implementado un dispositivo novedoso de compactación desarrollado previamente por los autores para aplicaciones biomédicas [19].

**Tabla 1.** Parámetros de procesamiento asociados a la ruta pulvimetalúrgica implementada para la obtención de compactos con porosidad radial gradiente.

	Núcleo	Anillo Intermedio	Anillo Exterior
% EBS	0,5	3,0	7,5
Presión de compactación (MPa)	700	700	460
Temperatura de Sinterizado ( $^{\circ}\text{C}$ )	1700		
Tiempo de Sinterizado (h)	4		

El polvo de  $\text{CeO}_2$  y la cera Ethylene-Bis-Stearamida (EBS) utilizados son suministrados por ALFA AESAR y por CLARIANT, respectivamente. La distribución de tamaño de las partículas del polvo de óxido de cerio,

medida a partir de difracción láser, muestra una distribución gaussiana, con valores  $d_{10}=6,1\mu\text{m}$ ,  $d_{50}=26,9\mu\text{m}$  y  $d_{90}=64,2\mu\text{m}$ . Tras el mezclado, se observa que la presencia de la cera no induce cambios morfológicos en el polvo, permaneciendo prácticamente invariable el tamaño medio de partícula. Las mezclas se homogeneizan en una Turbula ®T2C Shaker-Mixer durante 20 minutos. Las masas de las mezclas necesarias en cada zona del gradiente, se han estimado considerando el volumen de cada zona y las correspondientes curvas de compresibilidad de las mezclas. La etapa de prensado se realiza con un dispositivo que consta de un sistema de matrices, troqueles y punzones que permiten fabricar la pastilla de forma escalonada y concéntrica: primero el núcleo, después el anillo intermedio y por último el anillo exterior; pudiéndose aplicar distintas presiones de compactación en cada una de las regiones. La velocidad de compactación, la extracción de los compactos y la eliminación de la cera se deben considerar como etapas críticas, en términos de garantizar la integridad estructural de los compactos (colapso de la estructura, delaminación de las intercaras y/o presencia de un agrietamiento excesivo), recomendándose a priori velocidades de compactación muy bajas, rampas de eliminación de la cera EBS muy suaves y escalonadas, así como minimizar la manipulación de los compactos en verde. En este contexto, se han evaluado distintas velocidades de compactación y extracción de los compactos en verde (40-10 y 60-30 N/s, respetivamente; usando una prensa MALICET ET BLIN U-30 y un tiempo de mantenimiento de 2min en todos los casos). Por su parte, se estudiaron tres tipos de rampas (temperatura y tiempo) para eliminar el EBS. Finalmente, todo el compacto en verde se sinteriza en un horno de tubo cerámico abierto (IGM1360 No. RTH-180-50-1H, AGNI), calentando a  $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$  y en aire hasta  $1700^{\circ}\text{C}$  y manteniendo la temperatura máxima durante 4h.

La optimización del proceso de fabricación de la pastilla tiene un claro carácter retroalimentador, usando como unidad de medida, el grado de integridad estructural y repetibilidad obtenida tras realizar una inspección visual macroscópica en cada una de las etapas. La caracterización física y microestructural de los compactos incluye la densidad y la porosidad total medidas por Arquímedes (Norma ASTM C373-13), así como la porosidad total y el tamaño de grano asociado a cada una de las tres zonas del gradiente radial, evaluada en este caso mediante Análisis de Imagen (Microscopía Óptica, MO, Nikon Epiphot; Microscopía Electrónica de Barrido, SEM, Hitachi S4800). Para realizar la caracterización microestructural, la superficie de la muestra debe ser pulida (alúmina  $1\mu\text{m}$ ) y atacada térmicamente ( $1530^{\circ}\text{C}$  durante 4h) para revelar los bordes de los granos. El tamaño de grano medio se evalúa mediante el método de intercepción lineal ASTM E112, y se realiza sobre micrografías obtenidas por MO y SEM.

Por su parte, la caracterización del comportamiento tribo-mecánico incluye las medidas, en cada zona del gradiente, de la microdureza *Vickers* (2kgf, durómetro ZWICK 3212, Norma ASTM E92), la tenacidad de fractura (microfractura por indentación, se utiliza la ecuación de Anstis [20,21]) y la resistencia al rayado (indentador Rockwell de diamante y 200µm de diámetro, se aplica una carga constante de 2N, a 0.5mm/min, durante 8mm de recorrido; ASTM C1624-05 [22]). Estos dos últimos ensayos también permiten evaluar la relajación elástica que ocurre en las diferentes zonas del gradiente.

Finalmente, los resultados se comparan con los obtenidos para compactos con porosidad homogénea fabricados con las mismas condiciones de procesamiento.

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

El objetivo central de este trabajo es evaluar la eficacia del sistema de compactación propuesto para fabricar compactos CeO<sub>2</sub> con un gradiente de porosidad radial controlado, en términos de la reproducibilidad del proceso (repetitividad), la capacidad de replicar los diseños de porosidad diseñados previamente, el coste, así como la integridad estructural y la adherencia de las intercaras en las distintas etapa del proceso (prensado, eliminación de la EBS y sinterizado).

En la Fig. 1 se recogen imágenes macroscópicas de las pastillas tras algunos de los estadios de la optimización más críticos y representativos del proceso de fabricación de las mismas. En la primera imagen se puede apreciar la presencia de desconche asociado a una velocidad inadecuada durante la compactación y la extracción de la pastilla en verde. En la segunda, el daño observado (perdida excesiva de material) revela una aún inapropiada rampa de eliminación del EBS. Se concluye además extremar las precauciones durante la manipulación de los compactos en verde (minimizando la misma), así como ajustar las proporciones de las mezclas en cada zona del gradiente y evitar pérdidas durante la etapa de llenado de la matriz, hechos que eviten la aparición de escalones en las intercaras del gradiente radial en verde.

Finalmente, la dos últimas imágenes muestran los compactos en verde y sinterizados optimizados, obtenidos usando una velocidad de compactación y extracción de 10 y 30 N/s, respectivamente, así como una rampa de eliminación de la cera EBS muy suave y escalonada [tres etapas: 100°C(2h), 300°C(4h) y 500°C(4h), con tasas de calentamiento de 5°C/min]. En la Fig. 1 se aprecia, para la pastilla sinterizada, intercaras y tonalidades de las zonas del gradiente más acentuadas (ver detalle en figura 3, salto entre los dos anillos), hecho que se atribuye a las diferencias de

contracción térmica durante la sinterización y al cambio de valencia del óxido de cerio.

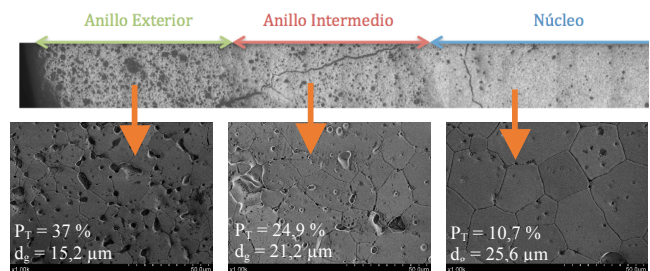


**Fig. 1.** Proceso de optimización de las pastillas con gradiente radial de porosidad.

#### 3.1. Caracterización microestructural

La caracterización microestructural de los compactos se realiza mediante el método de Arquímedes, MO y SEM, y su objetivo es determinar la densidad, la porosidad y el tamaño medio de grano de cada región y estudiar las transiciones entre ellas.

En la Fig. 2 se muestra un collage de todo el diámetro de la pastilla de CeO<sub>2</sub>. En esta misma figura se incorporan imágenes obtenidas con electrones secundarios realizadas mediante SEM a más magnificación de las tres zonas del gradiente diseñado (ver el cambio de la porosidad y del tamaño de grano). Como se puede observar, con el dispositivo usado se puede fabricar una pastilla con porosidad radial, controlando las variables del proceso (contenido de EBS, presión de compactación, temperatura y tiempo de sinterización) y garantizando además la excelente calidad de las intercaras (adherencia y transición relativamente suave de la microestructura, ver detalles en la Fig. 3).



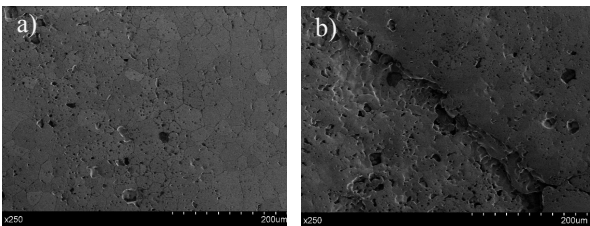
**Fig. 2:** Imágenes de MO (10X) y SEM-SE (x1000) de las distintas secciones de los compactos con gradiente radial de porosidad.

En este contexto, se debe destacar además: **1)** la presencia de un entramado de grietas muy finas en toda la pastilla, y **2)** que las cotas de porosidad alcanzadas en las tres zonas del gradiente son mayores que los valores estimados a partir de los resultados obtenidos con pastillas con porosidad homogénea (ver Tabla 2). Sin embargo, la presencia de estas grietas, a priori perjudiciales, pueden replicar aún más si cabe el estado final del combustible nuclear gastado (presencia de grietas y un gradiente radial de porosidad, asociado a la mayor proliferación de dislocaciones en la parte

periférica de las pastillas durante su servicio [1-7]), mejorando su adecuación para predecir el comportamiento mecánico y de disolución de la pastilla. Por otro lado, las discrepancias entre las porosidades de las tres zonas del gradiente radial y sus correspondientes monolíticos se atribuyen a la mayor dificultad propiamente asociada al proceso de fabricación (llenado del molde, etapa de prensado, eliminación de la EBS y sinterización) y al estado tensional (efecto del constreñimiento, particularmente importante en el anillo intermedio). Estas diferencias pueden ser solventadas ajustando los parámetros del proceso de fabricación. En este marco de ideas, es necesario remarcar las potencialidades del dispositivo de compactación usado, el cual permite obtener compactos con diseños de porosidad “a la carta”: gradiente creciente, decreciente y simétricos, así como usar diferentes materiales, presiones de compactación (uniaxial en una y dos direcciones), contenidos, tamaños y tipos de EBS, en las distintas zonas del gradiente de la pastilla.

El análisis SEM-SE permite distinguir las diferencias entre las tres regiones de los compactos. A medida que avanzamos desde el núcleo hasta el exterior de la pastilla, se incrementa la porosidad, el tamaño y la irregularidad de los contornos de los poros, en cambio disminuye el tamaño de grano (ver tabla 2). En el núcleo se aprecia la presencia de poros esféricos, pequeños, homogéneamente distribuidos en los límites de granos y en el interior de los mismos. Mientras que en los anillos, los poros son más grandes e irregulares. En las tres zonas del gradiente se obtienen granos equiaxiales homogéneamente distribuidos.

En la Fig. 3 se muestran imágenes SEM-SE de las dos intercaras, a una mayor magnificación. La transición desde el núcleo de la pastilla hasta el anillo intermedio es muy suave, observándose una franja con una porosidad mayor y un tamaño de grano más heterogéneo, siendo el tamaño de grano en esta franja la media de los tamaños de las dos zonas contiguas. En cambio, la unión entre los dos anillos es más abrupta, hecho que se atribuye a que en este caso hay una diferencia de contenido de EBS (porosidad final) y presión de compactación mayor entre las zonas del gradiente.



**Fig. 3.** Imágenes SEM-SE de las zonas de transición entre regiones en los compactos con gradiente radial de porosidad: **a)** Núcleo- Anillo intermedio y **b)** Anillo Intermedio y exterior.

3.2. Caracterización tribo-mecánica

En la tabla 2 se recogen los parámetros que caracterizan la microestructura y las propiedades mecánicas de las tres zonas del gradiente, así como, los valores correspondientes a las pastillas con porosidad homogénea. Como cabría suponer, en todos los casos se observa una relación directa entre el Módulo de Young dinámico y la porosidad total. En el análisis de los resultados de microdureza y tenacidad de fractura, se debe considerar el papel combinado de la porosidad y el tamaño de grano, teóricamente se espera que un aumento de la porosidad y/o del tamaño de grano implique una disminución de la dureza y un aumento de  $K_{Ic}$  en materiales cerámicos. En nuestros materiales, la influencia de la porosidad en el comportamiento mecánico es más determinante, observándose incluso incrementos de la tenacidad de fractura y menor dureza, al disminuir el tamaño de grano.

**Tabla 2.** Caracterización microestructural y mecánica.

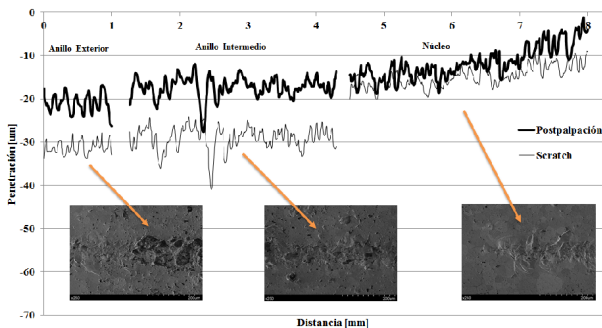
		Microestructural		Mecánica		
		$P_T$ (%)	$d_g$ ( $\mu m$ )	HV (GPa)	$K_{Ic}$ (MPa $\sqrt{m}$ )	$E_d$ (GPa)
Monolíticos	0.5 % EBS 700 MPa	6,2	24,7	4,9	*	*
	3% EBS 700 MPa	13,2	22,8	3,8	1,0	109
	7.5% EBS 460 MPa	28,3	17,2	3,1	0,9	102
Gradiente radial	Núcleo	10,7	25,6	4,3	*	140
	Anillo Intermedio	24,9	21,2	2,9	1,4	116
	Anillo Exterior	37,0	15,2	1,7	2,0	88

\*Dificultad para implementar medidas de ultrasonidos y para discernir el tamaño de grieta (presencia de desconche)  
 \*\*Estimados a partir  $E_d$  vs  $P_T$  [18]

Finalmente, en la figura 4 se representa la resistencia al rayado (profundidad de penetración) asociada a las tres zonas del gradiente de la pastilla, para las condiciones de carga constante impuestas. En esta figura se incluye la curva de post-palpación. La misma permite evaluar: **1)** la rugosidad del surco asociado al rayado (grado de daño: grietas, desconche, etc.), y **2)** la recuperación elástica del material (diferencia de profundidad con respecto al ensayo de rayado *insitu*). Además, en la

figura 4 se anexan imágenes SEM-SE del daño asociado al rayado realizado en las tres zonas del gradiente.

El análisis de los resultados permite constatar: 1) un suave aumento de la resistencia al rayado, desde el anillo exterior hasta el núcleo, siendo aproximadamente constante en cada zona de la pastilla, 2) se muestra una relación directa entre la dureza y la resistencia al rayado (inversa con la porosidad de cada zona), 3) en la zona del anillo exterior el ancho del surco resultante del rayado es más ancho y “menos rugoso”, indicando un posible aplastamiento al colapsar la matriz porosa. Sin embargo, a medida que nos movemos hacia el interior de la pastilla, la dureza aumenta y con ello la presencia de desconche, típico de materiales más frágiles. Este efecto, es muy significativo en la zona de transición entre los dos anillos, y es debido a la mayor diferencia de características microestructurales y propiedades mecánicas entre las zonas de la pastilla, y 4) se observa una clara recuperación elástica, de tal manera que dicha respuesta es mayor en el anillo central y exterior, con respecto al núcleo. Esta diferencia está claramente relacionada con el diferente nivel de porosidad y agrietamiento entre capas, por lo que se espera que los anillos intermedio y exterior tengan mayor recuperación elástica, como efectivamente se aprecia en la Fig. 4.



**Fig. 4.** Resistencia al rayado y relajación elástica asociada a las tres zonas del gradiente de la pastilla.

#### 4. CONCLUSIONES

1) Es posible obtener pastillas de óxido de cerio con porosidad radial controlada, utilizando el dispositivo de compactación uniaxial propuesto. El proceso de fabricación es repetitivo, económico y muy versátil (tipo de material, rango, tamaños y diseños de porosidad diferentes, etc.). El mismo ha sido empleado por los autores para obtener gradientes de porosidad en Titanio C.P. para aplicaciones biomédicas.

2) Las pastillas de óxido de cerio fabricadas, presentan un gradiente radial de porosidad y tamaño de grano, así como intercaras con una integridad estructural aceptable. A pesar que las cotas de porosidad en cada zona de la pastilla superan los valores estimados (pastillas de  $\text{UO}_2$  irradiado), hecho que se atribuye a la dificultad inherente al proceso de fabricación (tensiones entre los anillos, dificultad de eliminación de la cera,

etc.), es posible solventar este desajuste variando los parámetros del proceso (contenido de EBS, presión de compactación, temperatura y tiempo de sinterización).

c) Las propiedades tribo-mecánicas (dureza,  $K_{Ic}$  y resistencia al rayado) y la recuperación elástica de las distintas zonas de la pastilla presentan una relación coherente con las características microestructurales y la familia de los materiales cerámicos, destacando en este sentido el papel predominante de la porosidad.

#### AGRADECIMIENTOS

Los autores de este trabajo desean agradecer a los estudiantes Sara Borjas y Eduardo Velasco por su ayuda en la fabricación de las pastillas, la caracterización microestructural y los ensayos tribo-mecánicos.

#### REFERENCIAS

- [1] A. Soba, M. Lemes, M.E. González, A. Denis, L. Romero, *Annals of Nuclear Energy* **70**, 147-156, 2014.
- [2] K. Yamada, S. Yamanaka, M. Katsura, *Journal of Alloys and Compounds* **271-273**, 697-701, 1998.
- [3] J. Spino, D. Papaioannou, *Journal of Nuclear Materials* **281**, 146-162, 2000.
- [4] H.J. Matzke, J. Spino, *Journal of Nuclear Materials* **248**, 170-179, 1997.
- [5] M.S. El-Koliel, A.A. Abou-Zaid, A.A. El-Kafas, *Nuclear Engineering and Design* **229**, 113-119, 2004.
- [6] J. Spino, K. Vennix, M. Coquerelle, *Journal of Nuclear Materials* **231**, 179-190, 1996.
- [7] J. Spino, D. Baron, M. Coquerelle, A.D. Stalios, *Journal of Nuclear Materials* **256**, 189-196, 1998.
- [8] H.S. Kim, C.Y. Joung, B.H. Lee, J.Y. Oh, Y.H. Koo, P. Heimgartner, *Journal of Nuclear Materials* **378**, 98-104, 2008.
- [9] M.C. Stennett, C.L. Corkhill, L.A. Marshall, N.C. Hyatt, *Journal of Nuclear Materials* **432**, 182-188, 2013.
- [10] K. Choi, W. Tong, R. Maiani, D.E. Burkes, Z.A. Munir, *Journal of Nuclear Materials* **404**, 210-216, 2010.
- [11] H.H. Hausner, *Modern Developments in Powder Metallurgy* **5**, 311-338, 1995.
- [12] F. Lebreton, D. Prieur, A. Jankowiak, M. Tribet, C. Leorier, T. Delahaye, L. Donnet, P. Dehaut, *Journal of Nuclear Materials* **420**, 213-217, 2012.

- [13] Z. Shao, W. Zhou, Z. Zhu, *Progress in Materials Science* **57**, 804-874, 2012.
- [14] Y. Zhou, R.J. Phillips, J.A. Switzer, *Journal of American Ceramic Society* **78** [4], 981- 985, 1995.
- [15] S. Basu, P. Sujatha Devi, H.S. Maiti, *Journal of Materials Research* **19** [11], 3162-3171, 2004.
- [16] C. Sun, H. Li, L. Chen, *Energy and Environmental Science* **5**, 8475-8505, 2012.
- [17] S. Gangopadhyay, D.D. Frolov, A.E. Masunov, S. Seal, *Journal of Alloys and Compounds*. **584**, 199–208, 2014.
- [18] S. Borjas, J.A. Rodríguez-Ortiz, J. Cobos, C. Arévalo, F.J. Gotor, Y. Torres, Fabrication and characterization of CeO<sub>2</sub> pellets for simulation of irradiated nuclear fuel, *To be published in Journal of Nuclear Science and Technology*.
- [19] Y. Torres, P. Trueba, J.J. Pavón, J.A. Rodríguez-Ortiz, Titanium for Biomedical Application with Radial Graded Porosity: Development of a Novel Compaction Device, *8<sup>th</sup> Pan American Health Care Exchanges Conference 2013 Proceedings*.
- [20] G.R. Anstis, P. Chantikul, B.R. Lawn, D.B. Marshall, *Journal of American Ceramic Society* **64** [9], 533-538, 1981.
- [21] F. Sergejev, M. Antonov, *Proc. Estonian Acad. Sci. Eng.* **12**(4), 388-398, 2006.
- [22] ASTM C-1624-05(10), ASTM International.