

1	leca
	IONES
	AÑO
	1982

INFORMA SOBRE FABRICACION DE BARRAS COMBUSTIBLES TIPO
MZFR CON PASTILLAS DE OXIDOS MIXTOS DE URANIO Y PLUTO-
NIO.

Jorge De Pino, Horacio Osuna, Osvaldo Cristallini, Miguel Audero('), Juan Spigardi (*), José Fioretti.

Departamento Combustibles Nucleares - Proyecto Tecnología del Plutonio

(') Departamento de Investigación Aplicada - División Cerámicos Industriales - Centro Atómico Bariloche'

(*) INVAP. S.E.

RESUMEN

* Fabricación de barras combustibles de óxidos mixtos de U y Pu tipo MZFR. Detalles de la puesta a punto de la línea de fabricación; diseño de la matriz de compactado de acuerdo al tipo de polvo a utilizar; acondicionamiento del polvo mezcla; presión de compactado; ciclos térmicos utilizados de acuerdo a la densidad final a alcanzar y a la eliminación del ligante; puesta a punto del rectificado sin centro en vía seca; lavado de pastillas rectificadas; armado de columnas; carga y soldadura de barras. Ensayos de estanqueidad, controles sobre polvos, pastillas compactadas y sinterizadas. Material de Zry-4 y gases utilizados.

INTRODUCCION

La fabricación de barras combustibles tipo "MZFR" con pastillas de óxidos mixtos de uranio y plutonio fue encarada por el Proyecto Tecno-Pu como actividad principal dentro del desarrollo de la tecnología de combustibles nucleares con plutonio.

Aunque en la puesta a punto de la línea de fabricación, hecha con óxido de uranio, se utilizaron óxidos de distinta procedencia, en las barras combustibles se utilizó polvo de procedencia "Nukem".

Los objetivos de la tarea de fabricación de estas barras prototipos son:

- (A) Manejo en la caracterización de los polvos utilizados.

- (B) Evaluación de los parámetros de mezcla, prensado y sinterizado.
- (C) Adquisición de experiencia en el manejo y puesta a punto de equipos convencionales tales como: Prensa pastilladora, horno de alta temperatura, mezcladora de polvos, etc.
- (D) Desarrollo, puesta en marcha y puesta a punto de equipos no convencionales tales como: rectificadora sin centro en vía seca, soldadora de tapones, etc.
- (E) Manejo de una línea de fabricación de pastillas de óxidos mixtos en caja de guantes.
- (F) Desarrollo de técnicas de control dentro de cajas de guantes.

CARACTERÍSTICAS DE LAS BARRAS FABRICADAS Y DEL MATERIAL UTILIZADO

Las barras fabricadas son del tipo MZFR; tienen 1800 mm de longitud y cada una carga aproximadamente 150 pastillas.

Las pastillas son de óxidos mixtos de uranio y plutonio. El enriquecimiento se calcula como:

$$E(\%) = \left(\frac{\text{Peso U 235} + \text{Peso Pu Fisionable}}{\text{Peso U} + \text{Peso Pu}} \right) * 100 \quad (1)$$

El contenido de plutonio fisionable se toma como la suma de los isótopos 239 y 241. La dispersión aceptada es 0,01%.

Se trabajó con un enriquecimiento en plutonio del orden de los 7,5 mgr por gramo de pastilla.

En lo que se refiere a impurezas, algunas se midieron en nuestro laboratorio, pero en su mayor parte se confió en datos de fabricante.

CONSIDERACIONES SOBRE LAS DISTINTAS ETAPAS DEL PROCESO DE FABRICACION

Las características de los polvos utilizados, sobre todo las del óxido mayoritario, tales como distribución de tamaño de partícula, área específica, densidad aparente, fluidez y estequiometría tienen gran influencia sobre el producto final, estos factores están inti-

mamente ligados entre sí. Un polvo con área específica baja tendrá un tamaño medio de partícula grande, su densidad aparente será alta, pero tendrá poca fluidez. Esto traerá como consecuencia un llenado dificultoso de la matriz de compactado, inconvenientes con la densidad de las pastillas prensadas y una baja densificación después del sinterizado debido a la poca reactividad del polvo (baja área específica implica baja reactividad).

Dadas las características que presenta el polvo de óxido de uranio, es necesario usar lubricantes en su compactado. Esto permite obtener una buena distribución de presiones, un mejor empaquetamiento de partículas y protege la matriz contra desgaste por abrasión. Para alcanzar las densidades requeridas por las especificaciones, es necesario someter a las pastillas verdes a un proceso de sinterizado, durante la primera parte de la puesta a punto se utilizaba un ciclo previo de eliminación de lubricante (Presinter.) separado del proceso de sintering, pero utilizando la misma atmósfera. Esto fue eliminado mediante una modificación en el ciclo de sintering.

Las dos variables claves en el proceso de sintering son: Área específica del polvo original y estequiometría del mismo. En nuestro caso el óxido de plutonio agregado actúa también como formador de poros al no entrar en solución sólida con el óxido de uranio. Esto da como resultado una densidad algo inferior con respecto a las obtenidas con óxido de uranio puro.

TRABAJOS REALIZADOS

Para buscar el punto óptimo de operación se hicieron ensayos con el siguiente esquema de trabajo:

(A) MEZCLA DE POLVOS

Se encaró primero la macrohomogeneidad de la mezcla. Para ello se utilizó alúmina como óxido minoritario y un mezclador tipo pantalón para la obtención de las condiciones óptimas de mezclado. Los porcentajes de óxido minoritario estudiados varían entre el 0,5 y el 3. Una vez que las muestras dieron homogéneas, se repitió el mismo proceso en la mezcladora a ser utilizada, no hubo necesidad de hacer correcciones, lo único a respetar es la cantidad de polvo a mezclar; ésta no debe superar los 2.600 grs. pues sino el mezclador se hace ineficiente.

Conseguida la macrohomogeneidad de la mezcla, se pasó al estudio de la microhomogeneidad de la misma y a conseguir que los aglomerados del óxido minoritario no supere los 90 micrones (Ver 'Norma para la determinación de microhomogeneidad de pastillas sinterizadas de óxidos mixtos de uranio y plutonio').

Todos estos estudios se hicieron con óxido de uranio y alúmina o toria como óxidos minoritarios. Antes de comenzar con la fabricación de pastillas con óxido de plutonio, se hicieron cuatro corridas de confirmación de las condiciones de mezclado, los datos obtenidos se ven en el cuadro número 1.

El error del método de determinación del contenido de Pu (coulombimetría) en la mezcla o pastillas verdes es del 0,2%.

(B) PRENSADO

El lubricante utilizado en las pruebas de prensado fue estearato de Zn, se utilizó un 0,5% en peso durante los primeros ensayos, cuando se cambió la matriz por una con inserto de metal duro, el contenido de estearato se pudo bajar al 0,3% en peso.

Se hicieron ensayos con matriz autolubricada, los procesos de prensado y sintering no experimentaron diferencias apreciables, se dejó su puesta en marcha para más adelante.

Por otra parte, las diferencias microestructurales entre las pastillas obtenidas con lubricante y las obtenidas con matriz autolubricada no eran significativas. El agregado de lubricante al polvo no aumenta la porosidad, no crea poros interconectados ni baja la densidad final. La cantidad de impurezas que puede introducir tales como carbono y zinc están dentro de los límites permitidos por las especificaciones MZFR y muy cerca de los límites de determinación de los equipos utilizados.

La etapa de prensado fue acompañada por la de los ciclos térmicos para poder obtener datos a fin de calcular la matriz a utilizar en la fabricación. Originalmente se utilizó una matriz de acero templado de 12,65 mm de diámetro colocada sobre una prensa hidráulica con posibilidad de utilizar matriz flotante y corte por presión. Las matrices utilizadas poseían una conicidad en su parte superior aproximadamente igual a la expansión que sufre la pastilla en su extracción; eso evita el

laminado que ocurre cuando se utiliza matriz recta. Las pastillas se extraen con acompañamiento del punzon superior.

Los polvos utilizados no presentaron problemas en el llenado de matriz. Por otra parte, del cuadro N° 1 se puede ver que no existieron problemas de segregación por vibración de la zapata de carga. Dicha zapata carga aproximadamente unos 1200 grs. de polvo mezcla con un volumen constante que permite fabricar unas 100 pastillas sin volver a llenar y sin producir variaciones dimensionales de las mismas.

A las pastillas verdes se les media altura, diámetro, peso y con esos datos se calculaba su densidad verde.

(C) PRESINTERIZADO Y SINTERIZADO

Las pastillas verdes se presinterizaban siguiendo un ciclo de calentamiento de 300 C/H hasta 800 C en atmosfera de Argón-8% Hidrógeno. Esto permitía la eliminación del lubricante. Posteriormente este ciclo fue cambiado de acuerdo a información recibida sobre descomposición del estearato de zinc (350 C) y eliminación del óxido de zinc (750 C) en atmosfera de Argón - 8% Hidrógeno.

Aunque la eliminación se producía satisfactoriamente, las pastillas después del presinterizado quedaban reducidas pero sin cerrar porosidad; esto hacía que al cambiárselas al horno de sinterizado se oxidaran externamente (calentamiento con cambio de coloración). Se comprobó que la estequiometría de la cascara exterior era superior a la interior, esto hacía que durante el sintering no densificaran correctamente y su microestructura fuera poco recomendable.

Por último se eliminó el proceso de presintering por separado variándose las condiciones del ciclo de sinterizado. El ciclo de sinterizado original era el siguiente: 400 C/H hasta 1750 C; 2 horas a 1750 C; 600 C/H en bajada hasta temperatura ambiente. La atmosfera Argón-8% Hidrógeno. Se eliminó el ciclo de presinterizado, quedo en la siguiente forma: 200 C/H hasta 100 C; 2 horas a 100C (eliminación de humedad); 200 C/H hasta 350 C; 2 horas a 350 C (descomposición del estearato de zinc); 200 C/H hasta 800 C; 400 C/H hasta 1750 C; 2 horas a 1750 C; 600 C/H en bajada. La atmosfera Argón-8%Hidrógeno. Se mejoro el lavado haciendo una entrada superior de gases que

barre directamente sobre las bandejas portapastillas.

A las pastillas sinterizadas se les determinó altura, diámetro y densidad. Con estos datos se trazó la curva de densidad sinterizada v. presión de compactado. Otros datos a procesar son: contracción en altura y diámetro y evolución del volumen dishing entre pastilla verde y pastilla sinterizada.

Con todos estos datos se procedió al cálculo de la matriz definitiva con inserto de metal duro, el resultado fué una matriz de 12,39 mm de diámetro con conicidad.

(D) RECTIFICADO

Las pastillas sinterizadas son sometidas a un rectificando para satisfacer las especificaciones en cuanto a diámetro: (10,40 0,01 mm). Se utilizó una rectificadora sin centro en vía seca, se usa muela de carburo de silicio de granulometría 120 y con una velocidad de rotación de 3000 rpm, el ancho de esta muela es de 50 mm. La rueda de arrastre es de "Liga de goma" y su velocidad de rotación varía entre 30 y 120 rpm. El ángulo de inclinación entre las ruedas es de 1.

El desbaste por pasada es de 0,1 mm aproximadamente. Esto se logra ajustando las condiciones que regulan el diámetro de las pastillas sinterizadas (diámetro de matriz, presión de contacto y ciclo de sinterizado).

Debido al poco ancho de las muelas, se hizo dificultosa la elección del perfil para las mismas como así también el ángulo debido de incidencia de las pastillas sinterizadas, se tuvo que reducir al mínimo la zona cónica de descarga para poder llevar al máximo la zona plana y evitar así efectos de conicidad sobre las pastillas terminadas.

(E) LIMPIEZA, INSPECCION Y CONTROL

Debido a que el rectificando se efectuó en vía seca gran cantidad de polvo queda depositado sobre las pastillas ya pasadas; inicialmente se intento un lavado con ultrasonido y agua desmineralizada. El polvo desprendido quedaba en suspensión en el agua de lavado y se volvía a depositar sobre las pasti-

llas. Esto hacia que un contenido de C menor a 100 ppm, inmediatamente después del sinterizado, se pasara a 300 ppm a más. Se modificó el sistema de limpieza efectuandose los siguientes pasos:

- 1) Lavado con agua a presión
- 2) Limpieza con papel especial en columnas de 20 pastillas.
- 3) Lavado en ultrasonido con agua desmineralizada (10 min).
- 4) Lavado con agua a presión.

El secado se hace en estufa de vacio durante 2 horas a 100 C. Luego se les vuelve a medir contenido de C y humedad.

La inspección visual y control dimensional se hace sobre el 100% de las pastillas, algunas de ellas (5) se les hace control de rugosidad superficial.

De cada lote procesado, diez pastillas rectificadas se dejan como testigo.

CONDICIONES ESTABLECIDAS PARA FABRICACION

Una vez obtenida la matriz definitiva a utilizar, la zapata de carga colocada y el ciclo térmico decidido, se probó la línea de fabricación con varias corridas de óxido de uranio (Nukem) y las cuatro últimas con mezcla mixta de óxido de uranio y óxido de plutonio. Las condiciones de trabajo fijadas son:

- Tipo de mezcla: 25 minutos con tambor fijo
- Porcentaje de lubricante: 0,5% en peso
- Presión de compactado: 6800 kgr/cm
- Ciclo de compactado: Automático
- Movimiento de matriz: Flotante
- Extracción de pastilla: Con acompañamiento de punzón superior.
- Llenado de matriz: 5 golpes de zapata con succión.
- Tiempo de permanencia: 3 segundos
- Diámetro medio en verde: (12,55 0,02)mm
- Altura media en verde: (14,0 0,5)mm
- Volumen dishing verde: 25 mm
- Ciclo térmico de sinterizado:
- Atmosfera de sinterizado: Argón-8%Hidrógeno
- caudal: 60 pies cúbicos/hora (entrada inferior); 90 pies cúbicos/hora (entrada superior).

- Densidad media sinterizada: (10,50 0,02)gr/cm
- Diámetro sinterizado: (10,47 0,02)mm
- Volumen dishing sinter.: 17.0 mm
- Altura media sinter.: 11,3 mm
- Diámetro medio rectificado: (10,40 0,005)mm

El volumen del dishing se calcula en base a la medición de la diferencia de altura entre el hombro de la pastilla y el centro de la misma; la tabla II muestra los promedios obtenidos sobre las corridas de puesta a punto.

Midiendo esta diferencia en la pastilla sinterizada y rectificada es como se determina el volumen del dishing.

La puesta a punto y condiciones de trabajo para la soldadura de tapones pueden verse en "calificación de un proceso de soldadura".

Una vez soldadas, las barras son sometidas a control de pérdida de He y a rayos X del cordón.

FABRICACION DE 11 BARRAS COMBUSTIBLES

Objetivo: La fabricación de 11 barras combustibles tipo "MZFR" siguiendo las especificaciones dadas para la construcción del prototipo "MZFR-CNEA III" tiene como meta el desarrollo de una tecnología capaz de manejar óxido de plutonio y el uso de dicho óxido como componente minoritario de los futuros combustibles nucleares. Las características de los polvos utilizados se pueden ver en la Tabla I. Si bien no se pudo hacer una caracterización completa del polvo de óxido de plutonio, los datos que figuran en tabla fueron obtenidos en nuestro laboratorio.

(A) MEZCLA

El óxido de plutonio se encuentra dividido en lotes de aproximadamente 13 grs. El enriquecimiento teórico se calcula de acuerdo a la expresión (1).

El óxido de uranio es tamizado junto con el lubricante (Estearato de Zinc) en el exterior de la facilidad alfa. Se pesa la cantidad necesaria de acuerdo al enriquecimiento requerido y luego se lo pasa al interior de la caja de guantes destinada al acondicio-

namiento de polvos. El número de lotes procesados fué 25. En el cuadro N°2 puede verse el contenido de Pu teórico y el experimental (promediado sobre todas las muestras de cada lote a lo largo de todo el proceso). Una vez que se mezclan los polvos, se sacan tres muestras de distintas zonas del recipiente de mezclado. Se les analiza contenido de Pu; este análisis da información sobre la microhomogeneidad de la mezcla y sobre el enriquecimiento total. Si el contenido de Pu es inhomogeneo, o sea el E(%) 0,01, se repite el proceso de mezcla y análisis. Si el contenido de Pu es homogéneo pero mayor que el esperado, se diluye con óxido de uranio repitiéndose el proceso de mezcla y análisis; si el contenido de Pu es inferior al esperado, se agrega óxido de plutonio y se repite el proceso de mezcla y análisis. Solo si hay coincidencia entre los valores teóricos y experimentales, el polvo mezcla pasa a caja prensa.

(B) PRENSADO

El ciclo de prensado es automático, la carga de matriz se hace con zapata. Cada lote de polvo rinde como para hacer 130 pastillas verdes. Se controla el diámetro de pastillas verdes y su altura mayor a medida que se prensan (se toma 1 de cada 10). El diámetro medio de las pastillas verdes debe estar en 12,56 mm y su altura media en 15 mm. Una vez terminado el prensado, tres pastillas verdes de distintas etapas del mismo (inicio, medio y fin) son tomadas para análisis del contenido de Pu. Esto da información sobre segregación del óxido de plutonio (por vibración de zapata) y confirma los análisis realizados sobre el polvo mezcla. Si los resultados son satisfactorios las pastillas se pasan a sinterizado; de lo contrario se rechaza el lote y va a recuperación.

(C) SINTERIZADO

Inconvenientes en esta etapa son suficientes para el rechazo del lote.

(D) ANÁLISIS POSTERIORES AL SINTERIZADO

Terminado el ciclo térmico, las pastillas son sometidas a análisis para determinar contenido de C, relación oxígeno metal, contenido de Pu, densidad, porosidad, tamaño de grano, microhomogeneidad y resintering. En el cuadro N°3 se dan los valores promedio de los distintos análisis.

La variación de densidad después del resintering (24 horas 1750 C en atmosfera de Argón-8% Hidrógeno) se mantuvo en todos los casos en el orden de 0,0a gr/cm.

La microdistribución de Pu en las pastillas sinterizadas se utiliza alfa-autorradiografía. Los aglomerados máximos (islas) están entre 75 y 85 micrones. La distribución se puede considerar homogénea.

Para los mismos lotes (8-20-39/40) y las mismas muestras, se vio una porosidad homogénea tanto en el centro como en los bordes de pastilla. Los poros son de forma irregular y aislados. No se ven poros interconectados.

Aunque estos tres análisis lo sufrieron la totalidad de los lotes fabricados, aquí se tomaron tres lotes al azar y tres nuevas muestras de las pastillas guardadas como testigos.

Desde el punto de vista microestructural, el proceso utilizado en la fabricación de pastillas es repetitivo y se ajusta a las especificaciones MZFR-CNEA III.

Si el lote cumple las especificaciones en cuanto a contenido de C (< 100 ppm), relación O/M (2,00 0,01), enriquecimiento y densidad como así también sobre microestructura, las pastillas son pasadas al rectificado; caso contrario se rechaza el lote y va a recuperación.

(E) RECTIFICADO, LAVADO Y SECADO

El rectificado de las pastillas sinterizadas se realizó en vía seca y en una sola pasada. Con esto se consigue llevar el diámetro de las mis

mas de 10,50 mm a 10,40 mm. La dispersión de la medida dentro del mismo lote es menor 0,01 mm. De los histogramas sobre diámetros rectificadas para los lotes a cargar se desprende que la dispersión está en 0,005mm.

Una vez rectificadas las pastillas son lavadas y se las pasa a estufa de vacío donde se las calienta a 100 C durante 2 horas para eliminar humedad.

(F) INSPECCION FINAL Y ARMADO DE COLUMNA

Una vez que las pastillas están limpias y secas se les efectúa control de humedad (2 muestras), análisis del contenido de carbono, rugosidad, inspección visual y control dimensional. El cuadro N°4 muestra los datos de contenido de agua y carbón de los lotes utilizados en fabricación.

El control de rugosidad se hace sobre cinco (5) pastillas de cada lote.

La inspección visual y el control dimensional se hace sobre el 100% de las pastillas. En control dimensional se mide: tres diámetros (Dishing-medio-cara plana), lo cual permite ver efectos de concavidad; dos alturas máximas en distintas posiciones (se ve falta de perpendicularidad entre base y generatriz); altura mínima (centro del dishing). Con la diferencia de alturas se estima el volumen del dishing. Al calcularlo como

$$VD = \pi \cdot \Delta H^2 \cdot \left(R - \frac{\Delta H}{3} \right)$$

donde R es el radio de la concavidad del punzón superior.

El valor de delta H nos da información sobre el volumen de la concavidad.

Una vez hechos todos los controles y descartadas las pastillas que no cumplen las especificaciones, se procede al armado de la columna. Sobre una "V" metálica en la que están marcadas las distintas longitudes de los diferentes tipos de barras combustibles (y sus tolerancias) se van colocando las pastillas de óxidos mixtos de uranio y

plutonio. La longitud final se ajusta con pastillas de óxido de uranio. Una vez terminado esto, las pastillas se cargan en bandejas y se vuelven a pasar por estufa. Luego van a la cámara de carga. En dicha cámara se llenan las vainas y se suelda el segundo tapón.

(G) CARGA Y SOLDADURA DE BARRAS COMBUSTIBLES

La cámara de carga es una caja de guantes dividida en dos; en la mitad alejada de la soldadora se realiza la carga de pastillas; en la mitad en contacto con la cámara de soldadura se realiza la decontaminación de los bordes de la vaina. Una vez cargada y decontaminada, se pasa la vaina a la cámara de soldadura donde se efectúa el llenado con helio y la soldadura del último tapón.

Las vainas, tapones, casquillos y arandelas utilizados para armar una barra combustible y su correspondiente testigo sufren un proceso de lavado previo. Este fue ajustado hasta conseguir que el contenido de C de los citados bajase de las 100 ppm.

Cada soldadura tiene su correspondiente testigo.

Las barras terminadas se someten a detección de fugas de helio y análisis del cordón de soldadura por rayos X.

Los testigos se guardan para posibles ensayos de penetración, explosión, corrosión y tracción si fuera necesario

CONCLUSIONES

Se utilizaron en la construcción de las 11 barras combustibles, 25 lotes de óxido de plutonio. De dichos lotes, tres de ellos fueron rechazados; dos por ser la dispersión en el enriquecimiento mayor del 0,01% (lotes N°22 y 32) y el tercero por inconvenientes sufridos durante el sinterizado (lote N°10)

Cada lote de óxido de plutonio generará en promedio unas 132 pastillas. O sea que se fabricaron 3600 pastillas. De ellas 1650 están cargadas en barras combustibles, 265 se rechazaron con los tres lo-

tes desechados y 200 están almacenadas para ser utilizadas. Hay que tener en cuenta que cada lote utiliza cerca de 10 pastillas para controles destructivos y otras diez quedan como testigos. El total de pastillas útiles es de 2400. Esto da un rechazo del 35%. El mayor factor de rechazo lo introduce el rectificado. Las pérdidas por baja densidad o por mala densificación fueron nulas.

El proceso es repetitivo y dentro de determinados límites es posible controlar algunos parámetros del mismo. O sea que es posible fabricar barras combustibles de óxidos mixtos por lo menos a escala prototipo, cumpliendo con la mayor parte de las especificaciones.

T A B L A I

POLVO	UO ₂ (NUKEM)	PuO ₂
Tamaño de partic.	10,5	37
Area específica	(5,2±0,2)m ² /gr	----
O/U	(2,31±0,01)	----
%U ²³⁵	(0,72±0,01)	----
% Pu en PuO ₂	----	84.55
% Pu fis. en Pu	----	84,62
Cont. Humedad(%)	0,5 en peso	4 en peso

C U A D R O N ° 1

LOTE N°	ENR. TEOR. (%)	ENR. MEZCLA (%)	ENR. PAST. VERDES (%)
1	1,385	(1,386±0,002)	(1,385±0,001)
2	1,385	-----	(1,385±0,001)
25	1,394	(1,395±0,003)	(1,394±0,002)
30	1,210	(1,214±0,001)	(1,219±0,001)

T A B L A I I

PRESION Kg/cm ²	DIF. ALT. VERDE (mm)	VOL. DISH. VERDE (mm ³)	DIF. ALT. SINT. (mm)	VOL. DISH. SINT. (mm ³)
6000	0,681	24,9±1	0,542	15,8±1
7000	0,687	25,3±1	0,553	16,4±1
7500	0,695	25,9±1	0,568	17,3±1

CUADRO NRO.2

NRO. LOTE	CONT. TEOR. PU (mgr/gr)	CONT. EXP. PU (mgr/gr)
3/4	7.56	7.60 +0.01
5	7.55	7.60 +0.01
6	7.55	7.63 +0.01
7	7.55	7.60 +0.01
8	7.55	7.61 +0.03
11	7.55	7.60 +0.02
12	7.55	7.61 +0.04
14	7.55	7.61 +0.02
15	7.55	7.63 +0.04
19	7.55	7.65 +0.04
20	7.55	7.59 +0.03
22	7.50	7.57 +0.14
23	7.50	7.58 +0.04
24	7.50	7.62 +0.08
26	7.50	7.57 +0.06
27	7.50	7.56 +0.09
31	7.50	7.59 +0.03
32	7.50	7.63 +0.13
33	7.50	7.61 +0.03
39/40	7.50	7.51 +0.05
34	7.50	7.56 +0.02
36	7.50	7.51 +0.02
37	7.50	7.61 +0.02
38	7.50	7.56 +0.02
10	7.50	7.53 +0.07

CUADRO NRO.3

NRO. LOTE	CONT. C (PPM)	RELACION O/M	CONT. EXP. PU (mgr/gr)	DENS. MEDIA (g/cm)
3/4	53	1.990	7.63	10.58
5	90	1.990	7.63	10.54
6	98	1.983	7.65	10.53
7	73	1.990	7.63	10.52
8	38	1.982	7.63	10.52
11	56	1.989	7.64	10.51
12	38	1.997	7.60	10.50
14	51	1.996	7.64	10.50
15	30	1.982	7.63	10.49
19	50	1.985	7.64	10.52
20	78	1.997	7.60	10.50
22	93	2.000	7.56	10.55
23	61	1.997	7.63	10.54
24	76	1.996	7.61	10.54
26	34	2.002	7.60	10.53
27	75	2.004	7.59	10.54
31	17	2.000	7.60	10.54
32	64	1.987	7.60	10.52
33	38	1.989	7.64	10.53
10	39	1.988	7.57	10.52
39/40	56	2.001	7.54	10.55
34	14	2.002	7.57	10.54
36	40	1.988	7.53	10.56
37	50	2.001	7.65	10.51
38	38	2.001	7.63	10.50

CUADRO NRO.4

NRO. LOTE	CONT. CARBONO (PPM)	CONTEN. HUMEDAD (PPM)
3/4	22	1
5	40	4
6	37	4
7	33	3
8	39	3
11	10	1
12	12	1
14	50	4
15	50	4
19	16	1
20	45	1
22	38	3
23	29	4
24	26	1
26	35	4
27	22	1
31	39	1
32	55	1
33	26	3
10	20	1
39/40	43	1
34	11	1
36	33	3
37	36	1
38	50	4