

Secretaría de Ciencia, Técnica y Posgrado
Universidad Nacional de Cuyo

Informe Final
(Período 1/05/2007 hasta 1/06/2009)

Datos del Proyecto

1. Denominación del proyecto:

06/C247

Vidrios y fibras mediante gelificación o fundición y sinterización.

‘Glasses and fibres through gelation or melting and sintering’

2. Director: González Oliver, Carlos J. R.

3. Breve Descripción del proyecto

Se trata de (i) vidrios de fosfato de hierro con contenidos (medidos según EDS-SEM) de pentóxido de fósforo entre 45 y 65% peso, de óxido férrico entre el 18 y 42%, 2% de óxidos de sodio, magnesio y aluminio, y agregados de UO_2 entre el 6 y 18% peso. En particular se trata la cristalización de AR5 [$46.2\text{P}_2\text{O}_5, 35.4\text{Fe}_2\text{O}_3, 2.3\text{Na}_2\text{O}, 1.7\text{Al}_2\text{O}_3, 1.8\text{MgO}, 12.5\text{UO}_2$]; composición que exhibe cristalización interna de, aparentemente, la fase FePO_4 , la cual es del tipo esferulítica/dendrítica; tales muestras pulidas finamente exhiben diagramas EBSD (electron back scattered diffraction) bien definidos. De los vidrios (en forma masiva) en la Tabla 1: AR1, AR6 y AR7 son los mas estables a la cristalización, mientras que AR2, AR4 y AR5 cristalizan fuertemente, en acuerdo con las exotermas DTA obtenidas para polvos de tales vidrios.

Se reportan resultados de (ii) ablandamiento y sinterización de polvos coladores (materiales usados para coladas continuas de aceros), (iii) la tendencia al pegado de espiras en bobinas de chapas de acero laminadas en frío (LAMF), y, (iv) otras investigaciones relacionadas a materiales funcionales gradientes, MMC (metal matrix composites) y densificaciones de superconductores cerámicos.

4. Equipo de trabajo:

- Especificar modificaciones:
 1. Fecha de bajas.
 2. En caso de altas completar: nombre, función, cantidad de horas dedicadas al proyecto y fecha a partir de la cual se incorpora.
- Si el equipo cuenta con integrantes externos, indicar la Institución a la que pertenecen.
- El Director del proyecto deberá evaluar el desempeño de cada integrante del proyecto, otorgándole el concepto de : Satisfactorio - No Satisfactorio

Apellido y Nombre	Categoría de docente – invest.	Cargo y Dedic.Doc.	Dedicación al Proyecto (hs. Semanales)	Evaluación (*)
Russo, Diego O.	A7-CNEA		Estancia OIEA	Satisfactorio
Zolotucho, Héctor A.	Personal de Apoyo CONICET		20hr	Satisfactorio
Rodriguez, Diego S.	A10-CNEA	Exp.I/IB	5hr	Satisfactorio

Dificultades Encontradas

Demoras en concretar ciertas compras , como elementos calefactores de carburo de silicio para montaje de hornos específicos para (a) fundir vidrios y (b) poder efectuar tratamientos térmicos (TT) de fibras bajo atmósfera reductora a altas temperaturas.

Transferencia Realizada

(Tener en cuenta: trabajos publicados, en prensa, presentados en reuniones científicas relevantes, aceptados para su publicación y toda otra forma de difusión de resultados)

Publicaciones:

- (1) Thermal properties and crystallization of iron phosphate glasses containing up to 25wt% additions of Si-, Al-, Na- and U- oxides; D.O. Russo, D.S. Rodríguez , J.Ma. Rincón L., M. Romero and C. J. R. González-Oliver (CGO); J. Non-Crystalline Solids, 354 (2008) 1541-1548.
- (2) Electrical and elastic properties of Cu-W graded material produced by vibro compaction; D. Jankovic Ilic, J. Fiscina, CGO, N. Ilic and F. Mücklich J. Mater. Sci., **43**, pp. 6777–6783.
- (3) Self Formed Cu-W Functionally Graded Material Produced Via Powder Segregation; Dragana Jankovic´ Ilic´, Jorge Fiscina, C.G.O., Nenad Ilic´ and Frank Mücklich; Advanced Engineering Materials, **9** (7), (2007), 542-546.
- (4) Characterization of mould powders used in continuous casting; Elena Brandaleze, Alejandro Martín, Edgardo Benavidez, Diego Russo, Diego Rodríguez and C.G.O.; STEEL GRIPS, **5** (2), (2007), 131-134.

Conferencias:

- (5) Spray coatings de silicatos, fosfatos y boratos sobre chapas de acero laminadas e frío; CGO, E. Bossi, C. Cezanne y A. Caneiro; Conamet / Sam 2008, Santiago de Chile, 28-31/10/2008; 8 páginas.
- (6) Spray coatings of silicates, phosphates and borates on cold-rolled steel strips; CGO, E. Bossi, C. Cezanne and A. Caneiro; 17th IAS Rolling Conference, 10-13th Nov. 2008, Rosario, Argentina, pp. 217-225.
- (7) Influencia de la adición de CeO₂ y BaCO₃ en la etapa de sinterización de un polvo colador comercial; E. Brandaleze, E. Benavidez, L. Santini, A. Martín y CGO; Conamet / Sam 2008, Santiago de Chile, 28-31/10/2008; 8 páginas.
- (8) Hot pressing de compuestos de matriz Al-4.5%Cy reforzados con 5% de fibras Saffil; M.F. Moreno y CGO; SAM / CONAMET / 2007 (4-7/09/2007, Univ.Nac. Tecnológica, San Nicolás),[ISBN: 978-950-42-0094-9 ; CD] 2007, pp.1908-1913.

- (9) Expansión térmica (a), Tg y TSOFT. de vidrios de fosfato de hierro con agregados de hasta 25% de óxidos de Si, Al, Na y U; CGO, D.O. Russo, D.S. Rodriguez, M. Romero y J.Ma. Rincón L.; SAM / CONAMET / 2007 (4-7/09/2007, Univ.Nac. Tecnológica, San Nicolás),[ISBN: 978-950-42-0094-9 ; CD] 2007, pp.980-985.
- (10) Sintering behaviour of self formed tungsten graded preform suitable for Cu-W FGM fabrication; D. Janjovic Ilic, J. Fiscina, CGO and F. Mücklich; SAM / CONAMET / 2007 (4-7/09/2007, Univ.Nac. Tecnológica, San Nicolás),[ISBN: 978-950-42-0094-9 ; CD] 2007, pp.1192-1197.
- (11) Densificación de cerámicos YBa₂Cu₃O₇-y y YBa_{1.6}Sr_{0.4} Cu₃O₇-z a velocidades de calentamiento entre 1 y 10°C/min bajo flujo de O₂; E.A. Oliber y CGO; SAM / CONAMET / 2007 (4-7/09/2007, Univ.Nac. Tecnológica, San Nicolás),[ISBN: 978-950-42-0094-9 ; CD] 2007, pp.1460-1465.
- (12) Influencia de la plata en películas gruesas de Y-Ba-Cu-O; E.R. Benavidez y CGO; SAM / CONAMET / 2007 (4-7/09/2007, Univ.Nac. Tecnológica, San Nicolás),[ISBN: 978-950-42-0094-9 ; CD] 2007, pp.1476-1481.

Otros:

– Demanda de patente "Recubrimientos sobre chapas de acero al carbono laminadas en frío que evitan el pegado a altas temperaturas y facilitan deposiciones pasivantes ulteriores". Ministerio de Economía y Obras y Servicios Públicos , Secretaría de Industria y Comercio, INPI, R.Argentina; Acta N°: P070103196: con fecha 18 de julio de 2007; CGO; Propietarios eventuales: Fundación J.A. Balseiro y Siderar S.A.

Se presenta solo la 1ra. Página pues es un documento (reservado) que en la actualidad está bajo examinación del INPI (Instituto Nacional de la Propiedad Industrial).

- Presentation of poster 'Vidrios y fibras mediante gelificación o fundición y sinterización', 06/C247: 'Comportamiento térmico de nuevas composiciones vítreas de fosfatos de Fe con agregados de óxidos de Na, Al, Mg y U' (CGO, Zolotucho, H.A., Rodriguez, D.S., Russo, D.O. y Rincón, L., J.Ma) en XXI Jornadas de Investigación y III de Posgrado de la Universidad Nacional de Cuyo, 1-3/10/2008, Mendoza, Argentina.

Formación de Recursos Humanos (becarios, pasantes, tesistas)

- Continuo apoyando los trabajos y eventuales redacciones de tesis doctorales (Instituto Balseiro; Univ.Nac. de Cuyo) de:

- (i) Lic. Diego O. Russo (agente C.N.E.A.; ahora en estancia en OIEA, Viena, Austria); "Inmovilización de residuos nucleares con alto contenido de uranio, a través de enlaces con iones de red vítrea o vitrocerámica de matrices basadas en fosfatos conteniendo óxido de hierro".
- (ii) Lic. Edgardo Antonio Oliber (becario CNEA en otro tema); "Formación, densificación y estabilidad de fases en cerámicos del sistema cuaternario Y-Ba-Sr-Cu-O".
- (iii) Durante mediados de 2007 y final de 2008 el Ing.Mario Moreno completó conmigo la redacción de su tesis doctoral. La misma se concretó el 09/03/2009 según lo siguiente y su nota de examen fue 10 (diez):

TESIS CARRERA DE DOCTORADO EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA
 'SINTERIZACIÓN E INYECCIÓN METÁLICA EN COMPUESTOS DE MATRIZ METÁLICA (MMC) DE Al, Al-Cu Y Al-Si: SÍNTESIS Y COMPORTAMIENTO TÉRMICO Y MECÁNICO'

Mario F. Moreno Gomez - Doctorando
 Carlos J. R. González Oliver – Director; Alberto Caneiro - Co-Director
 Marzo 2009 / Centro Atómico Bariloche - Instituto Balseiro - Universidad Nacional de Cuyo - Comisión Nacional de Energía Atómica – Argentina.

- Continuo cooperando en la Cátedra (a cargo del Dr.H.Salva hasta finales de 2008) Física Experimental III (IB: Instituto Balseiro, Univ.Nac. de Cuyo y C.N.E.A.: Comisión Nacional de Energía Atómica)
- Dicto los cursos especiales y de Magister (1) Vidrios y (2) Cerámicos en el IB.

Resultados

(i) Nuevos vidrios de fosfato de hierro con agregados de UO₂.

En lo siguiente nos referimos a propiedades térmicas de [siguiendo los trabajos (1) y (9)] de nuevos vidrios (ver Tabla 1) de fosfato de hierro conteniendo UO₂. En esta investigación se fundieron los vidrios en crisoles de Al₂O₃-MgO que gentilmente ofreció/donó el Dr.Jesús Ma. Rincón (Instituto de Ciencias de la Construcción Eduardo Torroja, Madrid)*. Ver Inf Avance UNCuyo 26508-b.doc (presentado el 26 de Mayo de 2008).

* Estancia (organizada por el Lic.D.O. Russo y por mi persona) de dos semanas del Dr. Jesús Ma. Rincón López en el CAB:

FILE REF: IAEA Technical Co-operation Project ARG/0/010-18

Project: Human Resource Development an Nuclear Technology Support

Task 18: Investigation of New Glassy and Ceramic Matrices for the Immobilization of Nuclear Wastes

Duty Station: Bariloche, ARG

Duty Dates: 11-21 December 2006 (excluding travel days).

The IAEA is pleased to inform you that the expert Mr. Jesús Ma. RINCÓN from Spain [Instituto E. Torroja; Madrid] is available to undertake the above assignment from 11-21 December 2006 (excluding travel days).

Tabla 1 - Composiciones nominales y reales luego de análisis EDS y estimaciones de expansiones térmicas ($\times 10^{-7}$), temp. de transición vítrea (T_g) y de ablandamiento TSOFT: datos para 3er. calentamiento a 2°C/min en O₂.

Code	P2O5	Fe2O3	Na2O	Al2O3	MgO	UO2	α (1/°C)	T _g (°C)	T _{SOFT}
AR1 N:	53.682 56	27.005 28	2.292 2	2.137	1.939	12.945 14	31.5 48-440°C	496	539.3
AR2 N:	54.254 56	33.080 35	2.256 2	2.345	1.902	6.163 7	54.6 90-480	493.5	526
AR4 N:	45.791 46.92	42.214 44.12	2.310 1.96	1.948	1.566	6.170 7	72 100-470°C	504	531.3
AR5 N:	46.252 46.92	35.412 37.12	2.270 1.96	1.758	1.798	12.510 14	103 400-495°C	503.5	532.5
AR6 N:	57.278 58.82	18.407 19.61	2.332 1.96	1.710	2.064	18.209 19.60	32.9 386-515°C	538.7	589.5
AR7 N:	65.035 69.61	19.00 18.63	2.116 1.96	2.61	2.117	9.124 9.80	49 325-515°C	538.6	587

En la Fig.1 se muestran mediciones muy recientes del comportamiento de expansión térmica de estos vidrios, incluyendo los eventos T_g y T_{SOFT} , tales que en todos los casos se midieron los vidrios inicialmente (1a.subida) a velocidad de calentamiento (hr) de 5°C min^{-1} , luego se enfrió en el dilatómetro la muestra a 1°C min^{-1} , y se la recalentó (2a.su) a 1°C min^{-1} , y luego fue enfriada a 2°C min^{-1} , y finalmente se la TT a 2°C min^{-1} (3a.su), hasta la temperatura de T_{SOFT} .

Notamos en esta serie de mediciones dilatométricas que los 4 vidrios exhiben muy buena reversibilidad en los valores de T_g en función de (hr), tal que el recocido in-situ de cada composición sigue feacientemente las velocidades (hr) con las que fueron tratados: es decir, para las menores velocidades de calentamiento se obtienen los menores valores de T_g .

Se analizará en un futuro cercano si podemos correlacionar las expansiones térmicas obtenidas (tanto para $T < T_g$ como para $T > T_g$) con las composiciones químicas finales estimadas mediante análisis EDS-SEM, siguiendo los lineamientos en (1) y (9).

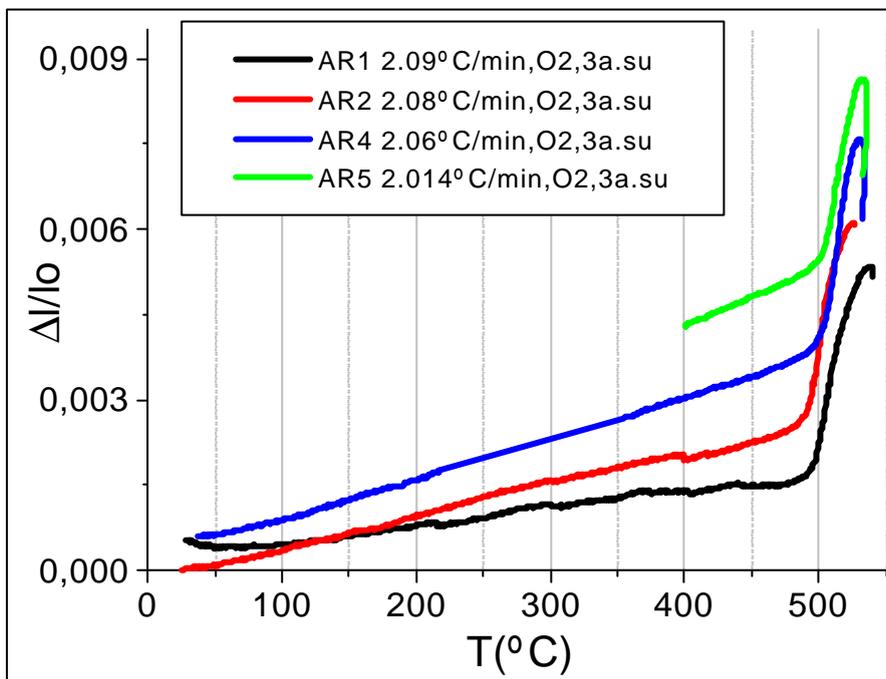


Fig.1 – Expansión térmica luego de recocidos subsucesivos al de la Fig. 1, a 1°C/min y a 2°C/min , y recalentada a 2°C/min : 3a. subida a $\approx 2^\circ\text{C/min}$., O2.

Notamos (ver Figs.2 y 3) que estos vidrios exhiben comportamientos exotérmicos de cristalización (curvas DTA) muy dependientes de su composición química, y, que los productos de cristalización (Fig.3) son de evidente complejidad, y, varían de acuerdo a la composición química. La estabilidad frente a la cristalización de estos vidrios con óxido de U indicará el eventual uso de algunas de estas composiciones como matriz encapsulante de residuos ricos en óxido de U derivado de combustibles nucleares usados.

También se perciben en las curvas DTA picos endotérmicos precediendo los anteriores picos exotérmicos; dichas endotermas pueden asociarse al rango de transición vítrea (T_g) de cada composición estudiada (ver Tabla 1).

De interés quasi-termodinámico son los picos de fusión que exhiben algunas de estas composiciones, detectados a temperaturas mayores a las exotermas de cristalización previas.

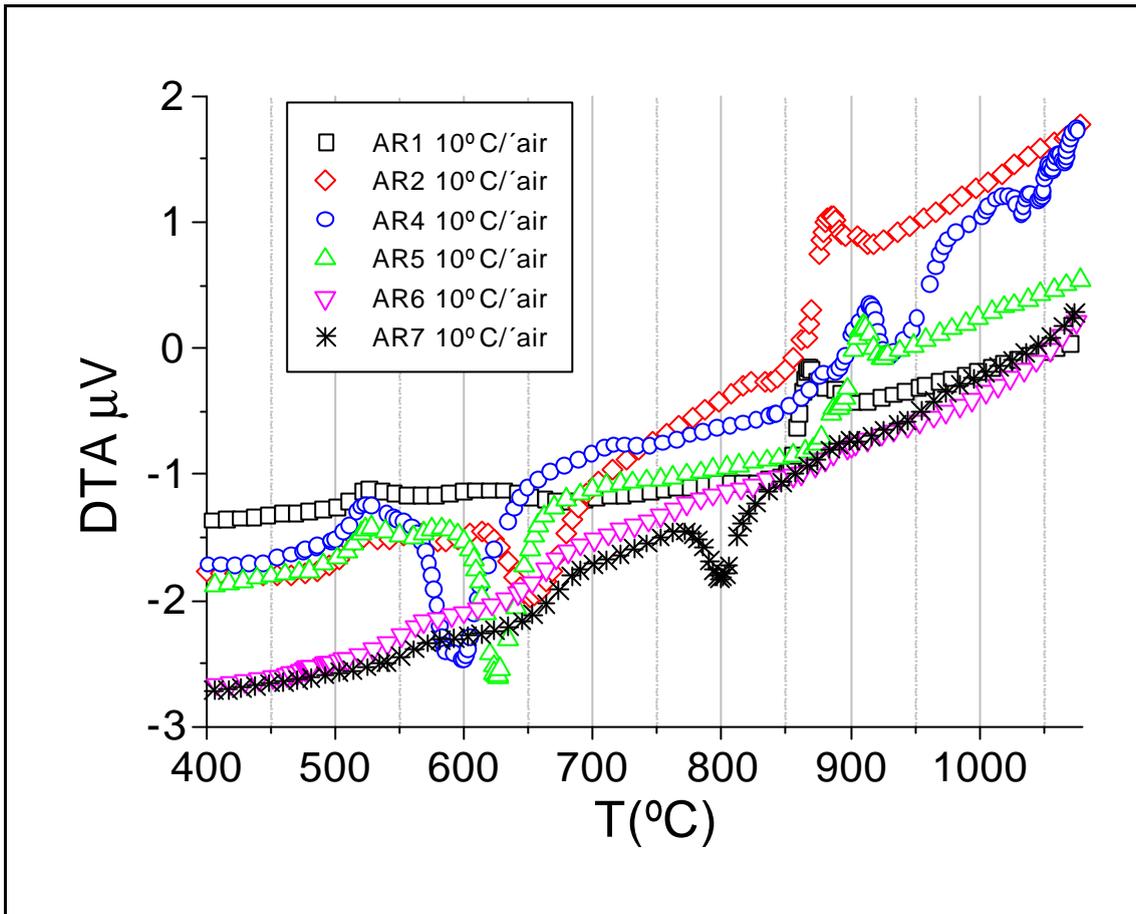


Fig.2 - Curvas de DTA sobre polvos molidos de cada composición vítrea a 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ de velocidad de calentamiento bajo aire estático.

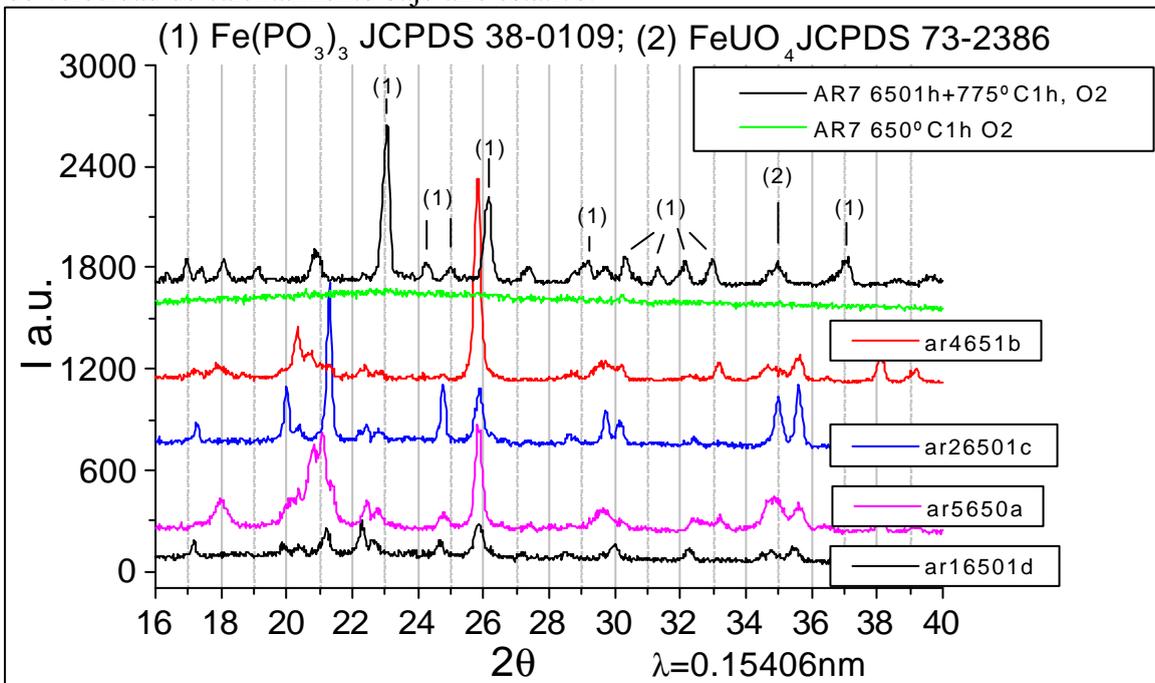


Fig.3 - Diagramas de difracción de rayos X (XRD) de polvos de AR1,2,4,5 y 7 calentados a 650 $^{\circ}\text{C}$,1h en oxígeno.

En las Figs.4 y 5, se muestran micrografías ópticas (OM) de AR5 [46.2P₂O₅, 35.4Fe₂O₃, 2.3Na₂O, 1.7Al₂O₃, 1.8MgO, 12.5UO₂] calentadas hasta 585 y 622°C y se nota una cristalización interna bien definida y del tipo esferulítico. También exhiben este tipo de nucleación interna los vidrios AR2 y AR4, y, en conjunto los tres vidrios pueden ser relevantes a estudios avanzados de nucleación interna y crecimiento cristalino.

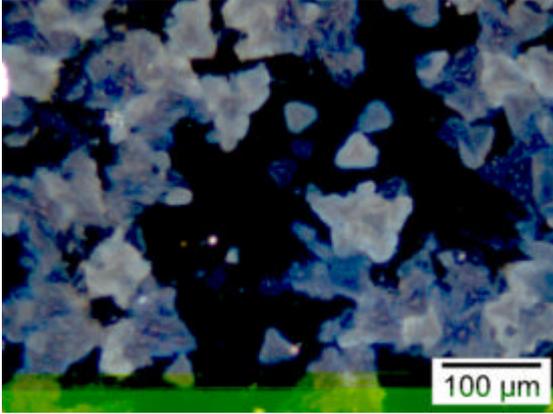


Fig.4 – (OM)AR5,585°C,4h,O2

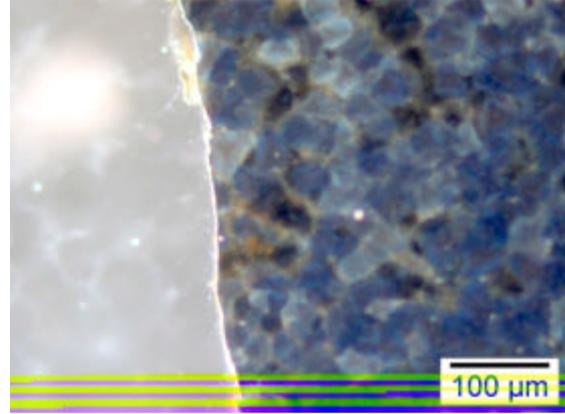
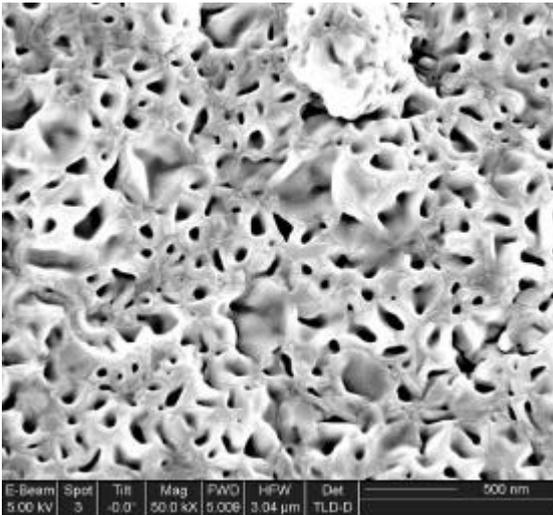


Fig.5–(OM)AR5,585°C,4h,O2,+3min a 622°C



Figs.6(izq.) y 7(dcha.) – (FIB-SEM) de fractura de AR5,585,4h,O2 + 0.5°C/min hasta 650°C.

En cooperación con el Dr.-Ing. Flavio Soldara, EUSMAT General Manager, Department of Materials Science, Saarland University (66123 Saarbrücken, Germany) se están analizando estos vidrios cristalizados mediante la técnica FIB (focused ion beam microscopy y SEM electrónico) dotada de análisis EBSD (electron back scattered diffraction). En las Figs. 6 y 7 se muestran micrografías de superficies de fractura del interior de AR5 calentada hasta 585 y 650°C, y se nota una porosidad ultrafina rodeada de matriz completamente cristalizada, con grandes crecimientos cristalinos en algunas zonas (Fig.7). Se están realizando cortes pulidos con iones de Ga con el fin de detectar dichos cristales de eventual vidrio remanente. Aparentemente, tales muestras no exhiben diagramas EBSD debido a la inherente rugosidad superficial. Por el contrario, para muestras similares pero pulidas (Fig.8) muy finamente con coloides ultrafinos (0.05μm) es posible obtener difracción electrónica de zonas prácticamente mono cristalinas, y de orientación cristalina respecto a la superficie muy definida, según se muestra por

primera vez en la Fig.9. Dicho diagrama EBSD se interpreta tentativamente con líneas de Kikuchi correspondiente a la fase FePO_4 en la Fig.10. Estudios básicos de este tipo pueden resultar de gran relevancia para esclarecer el proceso de cristalización operante en estos complejos vidrios, basados en fosfatos de hierro, y conteniendo óxido de U.

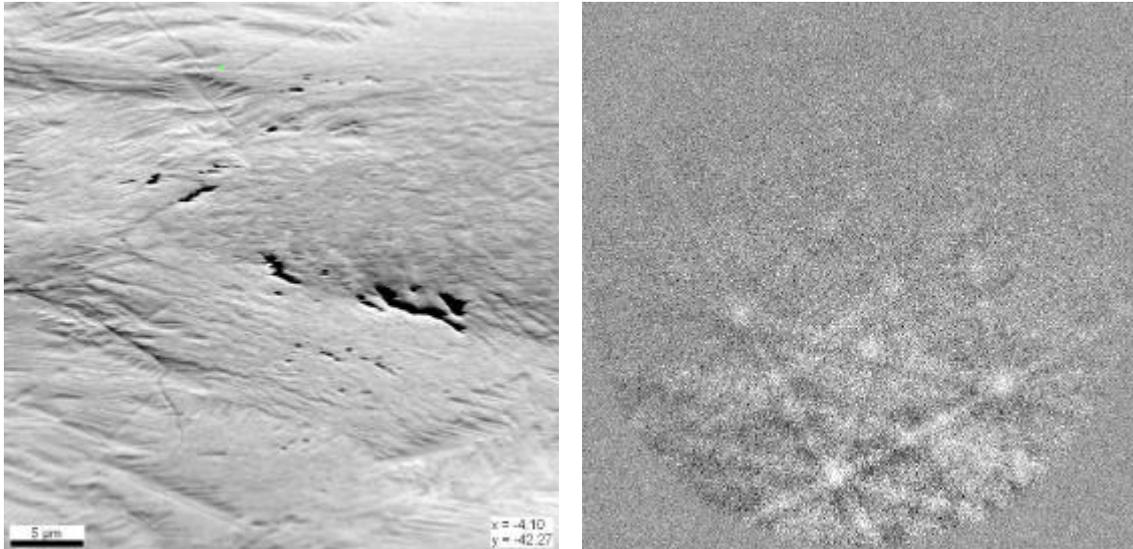


Fig.8 - (izq.) FIB-SEM de AR5,585,4h,O2 + 0.5°C/min hasta 650°C, y, Fig.9 (dcha.) FIB-EBSD de la misma muestra en la zona de la dendrita arriba a la izquierda.

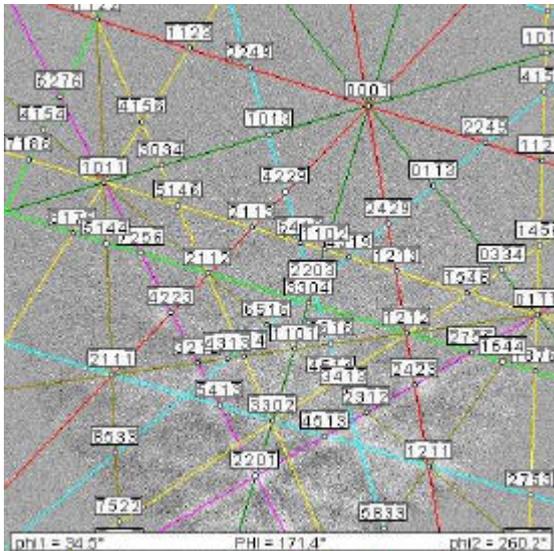


Fig.10 – indexado del diagrama EBSD de la Fig.9 usando la fase FePO_4 .

(ii) Polvos coladores (PC).

Ver también el Inf Avance UNCuyo 26508-b.doc (presentado el 26 de Mayo de 2008).

Este trabajo, en cooperación con los Drs. Elena Brandaleze y Edgardo R. Benavidez (UTN, Univ. Nac. Tecnológica de San Nicolás, Prov. de Buenos Aires), es sobre polvos coladores usados durante la colada continua de aceros.

Nos referimos a los trabajos publicados (4) y (7) antes mencionados. Se analizan, en (4), las propiedades de fluidez (plano inclinado) y de T_{θ} , temperatura para ángulo de contacto = 30° (‘digital image hot stage microscope’; Dr. D.S. Rodriguez, Centro Atómico Bariloche), de cuatro (PC) polvos coladores (para colada continua de aceros) y datos de variabilidad de temperatura durante la solidificación de aceros de diferentes contenidos de carbono, con el objetivo de seleccionar industrialmente el tipo de PC para cada acero a ser fundido/solidificado. Se analizan la fluidez y T_{θ} para PC A (26.7% CaO) y D (41.1% CaO) dando por ej. T_{θ} de 1065°C (A) y 1140°C (D), indicando un muy fuerte efecto composicional en estas propiedades y otras no discutidas aquí (pero importantes en la transferencia térmica a través de la capa PC) que inciden fuertemente en la velocidad de solidificación del acero y del tipo de defectos (‘sticking faults’) generados durante la colada continua. En (7) se obtienen y analizan curvas de densificación dilatométrica de un PC muy parecido a A, pero bajo flujo de argón, y, además se midieron las densificaciones para A + 3 o 8 o 11% BaCO_3 y para A + 3 o 8 o 11% CeO_2 . Se obtuvo que adiciones de BaCO_3 promueven la sinterización, y formación de fases líquidas (en atmósfera de Ar), a claramente menores temperaturas, y que agregados de CeO_2 tienen efectos contrarios. En la actualidad se trabaja en la interpretación de datos parciales, existentes para estas composiciones, sobre DTA en argón o aire e incluso de XRD (difracción de rayos X); ver la Figura 11.

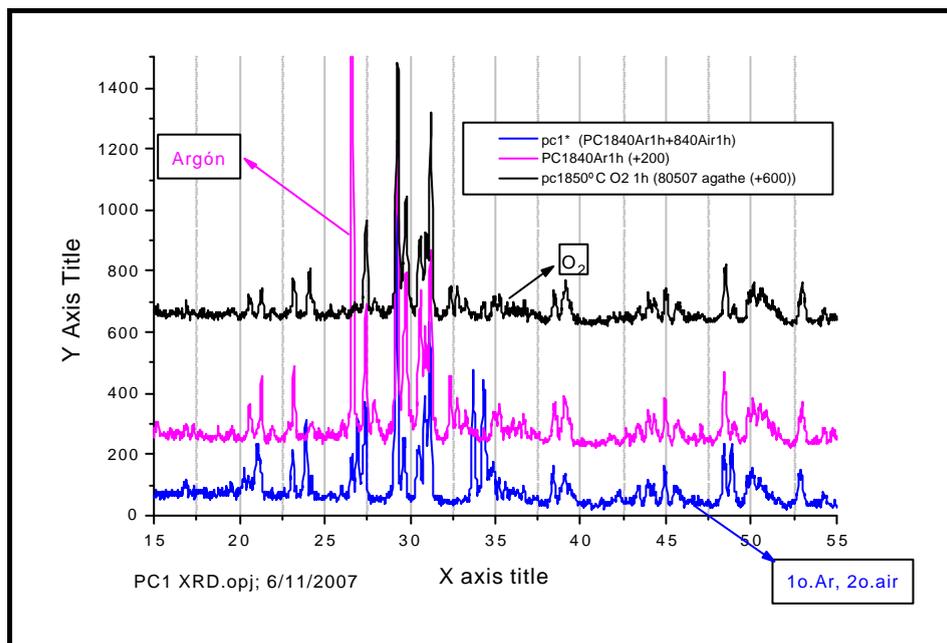


Fig.11- XRD de PC A a $840\text{-}850^{\circ}\text{C}$ bajo atmósferas de O_2 o Ar.

(iii) Modificación de superficies de chapas laminadas en frío.

Se evalúa [referencias (5) y (6)] la tendencia al pegado de espiras en bobinas de chapas laminadas en frío (LAMF) durante recocidos hasta $\sim 750^{\circ}\text{C}$ en atmósfera reductora* mediante experimentación sobre pares de chapas [de composición química cercana a

0.09%C, 0.02%Si, 0.4%Mn, 0.01%P, 0.01%S, 0.2%Al y resto Fe] comprimidas y sometidas a recocidos*. La interfase de contacto del par de chapas comprimido posee del lado de una chapa (con residuos (^) de LAMF: grasas, aditivos especiales y finos de Fe) un recubrimiento mediante atomización de soluciones óxidos en base alcohólica (usando alcóxidos) o bien acuosa (usando sales o coloides). La otra chapa solo contiene residuos (^). Las capas se depositan (est) sobre la chapa fría (a ~ 20°C) o bien (h-p) sobre chapa caliente (80-100°C). Se estudian chapas EDA (Siderar, Ensenada) y SN (Siderar, San Nicolás). Las soluciones alcohólicas se formulan a dar aglomeraciones de SiO_2 (S2P) o $75\%\text{SiO}_2\cdot 25\%\text{Al}_2\text{O}_3$ (S15P / S15o). Las soluciones acuosas corresponden a óxidos en los sistemas $\text{SiO}_2\text{-P}_2\text{O}_5$ y $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-B}_2\text{O}_3$.

Las cargas de despegue decrecen aumentando el tiempo de deposición, son muy dependientes de la composición seleccionada, dependen de la temperatura de la chapa (durante la atomización) y del tipo de residuos (^), y, para varias composiciones dichas cargas son bastante menores que las cargas de despegue para los pares testigos.

Las composiciones químicas de residuos (^) luego de recocidos* sobre chapas EDA son diferentes a aquellas para chapas SN.

Las morfologías estructurales resultantes (fisuras, centros de pegado, aglomeraciones de grasas / recubrimientos y otros) son cercanas a aquellas para las chapas testigos, pero exhibiendo diferencias en función del tipo de composición.

Algunos recubrimientos no alteran la fosfatización de la chapa luego de recocidos*. Para ciertos pares de chapas con recubrimientos se midió el comportamiento de emisión acústica (AE) durante el despegue, y, se obtiene una AE dependiente del tiempo de atomización.

Para recubrimientos (est; S2P, S15P y S15o) en base alcohólica y usando alcóxidos de los metales, se nota que aumentando el tiempo (hasta 45 segundos) de deposición baja monótonamente la carga de despegue, lo que se asocia a la mayor cantidad de óxidos equivalentes depositados. Para atomizaciones (est) acuosas de composición $40\%\text{B}_2\text{O}_3\cdot 60\%\text{Al}_2\text{O}_3$, por 10s, se obtuvieron para chapas EDA o SN (ensayadas en el mismo paquete y tratamiento de recocido*) casi las *mismas* cargas de despegue, de ~ 15kgf, claramente inferiores a sus testigos 39.51kgf (EDA) y 30.38kgf (SN), indicando una especie de saturación similar sobre ambas chapas. En ese caso la composición de residuos sobre las chapas tuvo menor influencia que la composición química del coating.

(iv) Otras investigaciones.

Con referencia a los trabajos publicados (2), (3) y (10) (Materiales funcionales gradientes), (8) (MMC; 'metal matrix composites') y (11) y (12) (Cerámicos superconductores) antes mencionados, reportamos a continuación, brevemente, sobre Materiales funcionales gradientes [(2), (3) y (10)]:

En estos trabajos se describen la síntesis de materiales funcionales gradientes basados en W-Cu y se miden algunas de sus propiedades físicas como módulo elástico y conductividad eléctrica. También se analizan la formación previa de cuerpos porosos, con gradientes espaciales en el tamaño de los poros, mediante la fuerte vibración (electromagnetic shaker Tira VIB 52120) de una mezcla de aglomerados de $200\mu\text{m}$ (parte de abajo del molde) y aglomerados de $50\mu\text{m}$; los aglomerados pequeños y grandes fueron fabricados usando polvos de W de $1\mu\text{m}$ y de $45\mu\text{m}$ respectivamente y polyvinyl butyrate (PVB). Los modos de mezclado (migración de partículas grandes hacia arriba en la configuración anterior) fueron estudiados midiendo la altura de los

compactos en función del tiempo, y analizados mediante modelos de compactación dinámica, característicos de fenómenos fuera del equilibrio, para las etapas quasi sucesivas de (a) percolación, (b) difusión y (c) de estado estacionario fuera del equilibrio. Los materiales luego de su vibrado fueron prensados axialmente con bajas presiones, y luego sinterizados sea en un dilatómetro, sea en hornos separados, bajo flujo de hidrógeno. Una vez logrados los cuerpos porosos con gradientes espaciales de la porosidad, los mismos fueron impregnados con Cu fundido y luego de la solidificación del mismo se obtienen materiales de matriz metálica de cobre con un alto porcentaje de tungsteno (W).

El W se distribuye de un lado al otro de la muestra en forma de gradiente, variando quasi linealmente en algunas muestras, entre el 70 y 100% de tungsteno. Finalmente se estudian las cinéticas de sinterización / densificación de aglomerados monomodales (I), bimodales (homogéneos; II) y bimodales que entregan GM (‘gradient materials’); los últimos corresponden a cuerpos porosos luego de la sinterización caracterizados por poseer un gradiente espacial en la distribución del tamaño de los poros. Tanto para mezclas (I) o (II) se obtiene que los aglomerados, luego de la vibración, densifican inicialmente debido a una etapa de acomodado (en este caso con energía de activación $50-80\text{kJmole}^{-1}$), parecida a la ‘rearrangement stage’ in liquid phase sintering. Luego, dichos aglomerados (I o II) densifican según la primera etapa, GBD, de difusión mediante bordes de granos en densificación en estado sólido, la cual se detecta mediante la obtención de una energía de activación de 384kJmole^{-1} (característica de la difusión por bordes de granos en W policristalino), o cercana a la misma. Finalmente, se obtiene, para materiales GM, que la densificación principal es debida sólo al mecanismo GBD, tal vez con alguna contribución del tipo de difusión superficial. Es decir, no se detecta ninguna densificación debida a efectos de acomodado, debido a la estructura particular GM luego de las vibraciones. En parte, este trabajo corresponde a la tesis Doctoral de la Ing. Dragana Jankovic, la cual fue co-dirigida por el Dr. Jorge E. Fiscina, que en esa época trabajaba en el Grupo de Functional Materials, dirigido por el Prof. Franck Mücklich de la Saarland University (Saarbrücken; Alemania).

Nota 1: Sobre los trabajos (8), (11) y (12) comentamos que corresponden a trabajos de tesis doctorales.

Nota 2: Sobre ‘‘Síntesis de materiales cerámicos fibrilares a partir de soluciones sol-gel orgánicas; Conversión de fibras naturales en fibras cerámicas’’ solo se dispone de lo reportado en: Inf Avance UNCuyo 26508-b.doc (26/05/08; informe del Ing. H.A. Zolotucho).

Resumiendo este proyecto, se ha avanzado considerablemente en la investigación de vidrios de fosfato de hierro con contenidos (medidos según EDS-SEM) de pentóxido de fósforo entre 45 y 65% peso, de óxido férrico entre el 18 y 42%, 2% de óxidos de sodio, magnesio y aluminio, y agregados de UO_2 entre el 6 y 18% peso (tema (i)). En el informe de avance de 2008 se presentaron estas nuevas composiciones y se reportaron datos de expansión térmica y de DTA/XRD. En el presente informe se complementa dicho estudio mediante el análisis del proceso de cristalización en estas composiciones vítreas. En particular se trata la cristalización de AR5 [$46.2\text{P}_2\text{O}_5, 35.4\text{Fe}_2\text{O}_3, 2.3\text{Na}_2\text{O}, 1.7\text{Al}_2\text{O}_3, 1.8\text{MgO}, 12.5\text{UO}_2$]; composición que exhibe cristalización interna de, aparentemente, la fase FePO_4 , la cual es del tipo esferulítica/dendrítica; tales muestras pulidas finamente exhiben diagramas EBSD (electron back scattered diffraction; cooperación con Saarland University) bien definidos. De los vidrios (en forma masiva) en la Tabla 1: AR1, AR6 y AR7 son los más estables a la cristalización, mientras que AR2, AR4 y AR5 cristalizan fuertemente, en acuerdo con las exotermas DTA obtenidas para polvos de tales vidrios.

Se reportan resultados de (ii) ablandamiento y sinterización de polvos coladores (materiales usados para coladas continuas de aceros; cooperación con la Univ. Nac. Tecnológica de San Nicolás), (iii) la tendencia al pegado de espiras en bobinas de chapas de acero laminadas en frío (LAMF; trabajo para Ternium Siderar), y, (iv) otras investigaciones relacionadas a materiales funcionales gradientes, MMC (metal matrix composites) y densificaciones de superconductores cerámicos.

Para investigaciones futuras pensamos/proponemos continuar examinando estos vidrios en base fosfato de hierro, en particular midiendo la viscosidad (cerca de la temperatura de transición vítrea) de los vidrios y avanzando los estudios sobre la tendencia a la cristalización de este tipo de composiciones vítreas. Se continuarán los análisis de polvos coladores, y se propone incursionar en el área de MMC en base Fe o Ni reforzados con carburos o nanotubos de C.

PRESENTACIÓN: En la sede de la Secretaría de Ciencia, Técnica y Posgrado – Rectorado hasta las 17:00 del Lunes 01/06/2009: M.Galván.IB

FORMA DE PRESENTACIÓN: un original, y una copia de probanzas