

298522

PATENTE DE INVENCION

Your ref: Pats/24/2012/22.



*Memoria Descriptiva*

*sobre:*

"Procedimiento para el tratamiento tèrmico de -  
acero austenitico inoxidable"

*Solicitante:* UNITED KINGDOM ATOMIC ENERGY AUTHORITY, entidad -  
inglesa, residente en 11-12, Charles II Street, -  
Londres, S.W.1, Inglaterra.

-----

Este invento se refiere al tratamiento  
de metales, y se relaciona especialmente con el -  
tratamiento de aceros austenilicos inoxidables.

El acero inoxidable tiene una gran re-  
5. sistencia a la corrosiòn, y se ha propuesto em-

298522



- plear este material en los reactores nucleares, especialmente en los que funcionan a elevadas - temperaturas, por ejemplo el reactor denominado AGR, o que utiliza un refrigerante corrosivo, -
5. tal como vapor recalentado o sodio líquido, por ejemplo los reactores llamados SGHW y PFR.

- Además de poseer una elevada resistencia a la corrosión, el acero inoxidable es un metal relativamente dúctil, siendo esta ductilidad
10. una propiedad especialmente útil si el acero ha de utilizarse para los recipientes del combustible de un reactor nuclear, que han de verse sometidos a esfuerzos por la presión interna o externa, por la dilatación del combustible o por su -
15. aumento de volumen, Este estirado de los recipientes del combustible, produce la deformación a causa de los esfuerzos según distintos ejes.

- Se ha comprobado que, después de la - irradiación, los aceros inoxidables al cromo-níquel pierden parte de su ductilidad a temperaturas elevadas, o sea, superiores a unos 500°C. Dado que esta pérdida de ductilidad es predominante en la parte no uniforme de la elongación total a la rotura, es evidente que el comportamiento del
20. acero ante la deformación, por los esfuerzos de - acuerdo con distintos ejes, se afecta de modo perjudicial. Los reactores para los cuales se recomienda el empleo de acero inoxidable, están destinados a funcionar a temperaturas superiores a
25. 500°C y, por tanto, este efecto de la irradiación
- 30.

298522



sobre la ductilidad del acero, es indeseable.

Constituye el objeto de este invento el proporcionar un método para mejorar la resistencia a la irradiación de los aceros austeníticos inoxidables.

5.

De acuerdo con este invento, se proporciona un método para mejorar la resistencia de los aceros austeníticos inoxidables, a la elevada temperatura de irradiación, método que comprende el trabajar el metal y luego el recocerlo o revenirlo, a baja temperatura, durante un período suficiente para permitir el engrosamiento, o la formación y el engrosamiento, de un precipitado de todo el material insoluble a la temperatura del recocido o revenido y que de otra forma formaría un precipitado fino en las condiciones de irradiación.

10.

15.

La temperatura del recocido o revenido, no ha de exceder de 900°C y puede ser, convenientemente del orden de 800-900°C. Se comprenderá que el tiempo necesario para el recocido o revenido, dependerá de la temperatura de esta operación, y se considera que la zona óptima de temperaturas puede ser tan elevada como 850-900°C; esta zona combina parcialmente las ventajas de un recocido o revenido a baja temperatura para producir un precipitado basto, y un recocido o revenido a temperatura elevada, que precisa un tiempo relativamente corto para esta operación.

20.

25.

30.

El examen de un acero inoxidable que se



298522

- ha trabajado y luego se ha recocido o revenido del modo convencional, o sea, a una temperatura de unos 1050°C, muestra que después de la irradiación se forma un precipitado fino en los contornos del grano. Se cree que la producción de este precipitado fino es lo que da lugar a la reducción observada en la ductilidad del acero después de la irradiación.
- 5.
- El tratamiento térmico de este invento, da por resultado la inducción y el engrosamiento de un precipitado del material que, de otro modo, se precipitaría en forma fina por irradiación del metal. Se ha observado la conveniencia de realizar el recocido o revenido más de una vez, por ejemplo, el acero puede someterse a esta operación, una vez, entre las dos últimas etapas de trabajo y, luego, al terminar el trabajo del metal. Convenientemente, el primer revenido o recocido puede ser corto, y el final puede durar algo más. El examen del acero, después del primer recocido o revenido corto, muestra que la precipitación se ha realizado en los contornos del grano y que el tamaño de éste es más fino que antes del tratamiento. Después del segundo recocido o revenido, el precipitado es mucho más basto y ya no está situado en dichos contornos, el tamaño del grano ha decrecido más, para producir un grano muy fino, debido al trabajo y al revenido o recocido. Es también posible realizar una etapa final de trabajo en frío, después de un recocido o revenido prolongado
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

298522



5. a baja temperatura. Después de la irradiación - del acero especialmente tratado, el exámen de-- muestra que se produce muy poco precipitado fino; la ductilidad del acero a elevada temperatura que da sólo muy ligeramente afectada por la irradiación.

10. Con objeto de que este invento pueda - comprenderse perfectamente, se hará en lo siguiente referencia a los ejemplos siguientes, que muestran los efectos del revenido o recocido a elevada temperatura, sobre las propiedades del acero.

EJEMPLO 1

15. El acero usado en este ejemplo era un acero 20/25 Nb fundido en vacío, y por análisis - se demostrò que tenía la composición ponderal siguiente, siendo el resto hierro.

	Carbono	0.02%
	Manganeso	0.78%
	Silicio	0.44%
20.	Cromo	21.2 %
	Niquel	25.3 %
	Niobio	0.65%
	Nitrogeno	0.011%

25. El acero se tratò para convertirlo en tiras o flejes de 0,02" de espesor, por laminado en frío. El acero se sometió a 1 recocido o revenido durante 4 horas a 800°C antes de la última - etapa del trabajo en frío del mismo; o sea cuando su espesor era de 0,028". Después de la etapa final de laminado en frío, el acero se sometió al -

30.

298522 APR



recocido o revenido a 800°C durante otro periodo de unas 2,5 horas.

Una muestra del acero tratado se colocò a continuaciòn en un reactor nuclear y se expuso a una dosis de irradiaciòn de aproximadamente  $6 \times 10^{18}$  neutrones tèrmicos/cm<sup>2</sup>, siendo la temperatura en el reactor de unos 40°C.

Las muestras de acero de la misma composiciòn, se laminaron en frio y se recocieron del modo convencional, siendo las temperaturas de los dos revenidos 1.050°C; el tratamiento, por lo demàs era el mismo que el de acero especialmente tratado. Una mezcla de este acero convencionalmente tratado, se irradiò en un reactor nuclear, siendo la dosis de  $6 \times 10^{18}$  neutrones de fisiòn/cm<sup>2</sup> aproximadamente.

A continuaciòn se realizaron ensayos de tensiòn en las dos muestras irradiadas, y en las muestras correspondientes sin irradiar, y la elongaciòn a la rotura observada fuè de un esfuerzo de  $2 \times 10^{-4}$  segundos<sup>-1</sup>. Los resultados figuran en la Tabla I.

TABLA I

Elongaciòn a 750°C	Muestra recocida a 850°C	Muestra recocida a 1.050°C
Sin irradiar	48.7%	44.6%
Irradiado	48.5%	29.8%



298522

PR 1964

- Asi, resulta evidente que el procedimiento de revenir a 850°C aumenta considerablemente la resistencia del acero a la irradiación. Se observará también que el recocido a baja temperatura ha dado por resultado una elongación ligeramente aumentada (o sea una ductilidad aumentada) en el acero sin irradiar, en comparación con la elongación del acero al recocerse a 1.050°C.
- 5.
10. Se cree que la pérdida de ductilidad por irradiación, se debe a la precipitación de carburo de cromo o de niobio y posiblemente nitruro de cromo o niobio. El empleo de una temperatura de recocido de unos 850°C da por resultado el que
15. la mayor parte de este material se precipite durante el recocido, en forma basta. Una temperatura de revenido de 1050°C, no produce esta precipitación, y el material puede entonces precipitarse en forma fina por irradiación con una pérdida
20. consiguiente de ductividad. Se observará que el recocido a temperatura reducida, es eficaz para impedir una reducción en la ductilidad por irradiación, solamente si se realiza durante un tiempo suficiente para dar lugar a la precipitación de
25. la mayor parte, sino de todos los materiales que en otras condiciones se precipitan cuando el acero se somete a la irradiación.

#### EJEMPLO 2

- Otras muestras de acero 20/25 Nb con
30. aproximadamente el mismo análisis del Ejemplo 1,

298522



se ensayaron para la ductilidad tensil a 750°C - sometidos a unos esfuerzos de  $2 \times 10^{-4}$  segundos<sup>-1</sup> después de la irradiación a 40°C, y los resultados se indican en la Tabla II.

TABLA II

Temperatura de recocido °C	Dosis térmica n/cm <sup>2</sup>	Elongación %
800	Ninguna	66.1
1050	Ninguna	56.7
800	$1.2 \times 10^{19}$	71.8
1050	$1.2 \times 10^{19}$	43.3
800	$7 \times 10^{19}$	74.5
1050	$7 \times 10^{19}$	47.5

5. EJEMPLO 3

Se repitió el experimento del Ejemplo 2, realizándose el ensayo de tensión a 650°C y con unos esfuerzos de  $5 \times 10^{-5}$  segundos<sup>-1</sup>. Los resultados se indican en la Tabla III.

TABLA III

Temperatura de recocido °C	Dosis térmica n/cm <sup>2</sup>	Elongación %
800	Ninguna	59.8
1050	Ninguna	46.0
800	$7 \times 10^{19}$	56.8
1050	$7 \times 10^{19}$	34.3

2 98522



EJEMPLO 4

Se han ensayado también las facilidades de plastodeformación de aceros tratados de acuerdo con este invento, con respecto a aceros 20/25 Nb irradiados con una dosis de  $1,2 \times 10^{19}$  n/cm<sup>2</sup> térmica, con los resultados indicados en la tabla IV.

TABLA IV

Temperatura de recocido °C	Esfuerzos/libras/pulgada 2	Estiramiento mínimo (horas <sup>-1</sup> )	Esfuerzo total
800	25,000	$3.2 \times 10^{-3}$	66.4
1050	25,000	$2.9 \times 10^{-3}$	21.4
800	18,000	$6.1 \times 10^{-4}$	66.4
1050	18,000	$1.5 \times 10^{-4}$	8.2
800	15,000	$2.3 \times 10^{-4}$	32.2
1050	15,000	$2.4 \times 10^{-5}$	5.7

EJEMPLO 5

La medición de la ductilidad tensil - en aire a 750°C con un esfuerzo de  $2 \times 10^{-4}$  segundos<sup>-1</sup> después de la irradiación a 80°C con una dosis de  $1,5 \times 10^{20}$  n/cm<sup>2</sup> térmica, se ha realizado en un acero inoxidable tipo 316 de la composición ponderal siguiente, siendo el resto hierro:

298522



	Carbono	0.18%
	Cromo	16.8%
	Niquel	13,85%
	Molibdeno	2.64%
5.	Manganeso	0.49%
	Azufre	0.014%
	Fosforo	0.013%
	Silicio	0.46%
	Nitrògeno	0.0135%
10.	Cobalto	0.003%
	Boro	0.0002%

Este acero se lamino en frio desde - 0,13" a 0,02", por reducciones al 30% con recocidos a 800°C. Parte se dejò en la condiciòn de -  
15. trabajado en frio despues de la reducciòn final, y parte se recogiò durante 8 horas a 800°C. Los resultados se indican en la Tabla V.

TABLA V

Condiciòn	Dosis ter- mal n/cm2.	Elongaciòn %
Trabajado en frio.	Ninguna	52.7
Recocido	Ninguna	74.5
Trabajado en frio	$1.5 \times 10^{20}$	30.7
Recocido	$1.5 \times 10^{20}$	47.5



292522

EJEMPLO 6

La sensibilidad del acero para la irradiación, depende también en gran parte de su contenido de boro y, específicamente, del contenido de boro-10. Así, a una muestra de acero 20/20/Ti, que inicialmente contenía 1,4 partes por millón de boro, se le aumentó el contenido de boro y se ensayó para su ductilidad tensil a 750°C, sometida a esfuerzos de  $2 \times 10^{-4}$  segundos<sup>-1</sup>. Los resultados figuran en la Tabla VI.

TABLA VI

Tratamiento previo recocido a una temperatura de °C.	Contenido de boro, partes por millón			Dosis n/cm2.	Elongación %
	10 <sub>B</sub>	11 <sub>B</sub>	Total		
	1.0	39.0	40.0	Ninguna	39.6
	36.4	3.6	40.0	Ninguna	37.3
	0.3	1.1	1.4	Ninguna	30.2
	1.0	39.0	40.0	$5.5 \times 10^{17}$	29.7
	36.4	3.6	40.0	$5.5 \times 10^{17}$	20.0
	0.3	1.1	1.4	$5.5 \times 10^{17}$	20.3
800	1.0	39.0	40.0	Ninguna	66.9
800	36.4	3.6	40.0	Ninguna	69.4
800	1.0	39.0	40.0	$5.5 \times 10^{17}$	64.5
800	36.4	3.6	40.0	$5.5 \times 10^{17}$	48.5

298522



- En general la reducción de ductividad por irradiación, depende de las reacciones totales  $^{10}\text{B}(n, \alpha)\text{Li}^7$ , pero el tratamiento de acuerdo con este invento reduce el efecto total. El
5. acero normal contiene alrededor de 5 partes por millón de boro natural, y es evidente que una reducción en esta cifra o una reducción en el contenido de boro-10, resultaría ventajoso. La absorción de neutrones para este contenido de boro es
10. despreciable.

#### EJEMPLO 7

- En este ejemplo, una muestra de 20/25/Nb se laminó en caliente a 0,1" se recoció y se laminó en frío a 0,077". Luego se dividió en dos
15. partidas y ambas se laminaron en frío a 0,02" utilizando reducciones del 28% con recocidos entre las pasadas. Para la primera partida todos los recocidos se realizaron a 1000°C y, para la
20. segunda partida los recocidos fueron, por orden; 30 minutos a 900°C, 90 minutos a 800°C, 4 horas a 800°C y 24 horas a 800°C. Las muestras de los productos trabajados en frío se obtuvieron y sometieron a recocidos finales de 30 minutos a 1000°C y de 63 horas a 800°C, respectivamente. Las mues-
25. tras trabajadas en frío y recocidas de cada una de las partidas, se irradiaron a 650°C con una dosis de  $6 \times 10^{20}$  n/cm<sup>2</sup>. (tèrmica). Las mediciones de ductividad se realizaron a continuación y se comprobó que, a 750°C en aire bajo un esfuerzo de  $2 \times 10^{-4}$  segundos<sup>-1</sup>, no existía diferencia exencial en
- 30.



298522

5. las ductividades de las muestras tratadas en -  
frio y recocidas. Sin embargo, las muestras de  
la primera partida, tenían una elongación a la  
rotura de solamente 6,4%, mientras que para la  
segunda partida la elongación era de 15,8%.

N O T A

- Descrita suficientemente la naturale-  
za del invento, así como la manera de realizarlo  
en la práctica, debe hacerse constar que las dis-  
posiciones anteriormente indicadas son suscepti-  
bles de modificaciones de detalle en cuanto no -  
alteren su principio fundamental. También se hace  
constar que el invento se refiere a una solici-  
tud de patente presentada en Inglaterra, con fe-  
cha 10 de Abril de 1963, bajo el número 14352/63,  
acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que -  
conceden los Convenios Internacionales en vigor y  
siendo lo que constituye la esencia del referido  
invento y por lo que se solicita Patente de In-  
vención por 20 años, en España sobre: "PROCEDI-  
MIENTO PARA EL TRATAMIENTO TERMICO DE ACERO AUS-  
TENITICOS INOXIDABLE"; caracterizándose por lo -  
siguiente:

- 1º.- "Procedimiento para el tratamien-  
to térmico de acero austenítico inoxidable", ca-  
racterizado porque comprende el trabajar el metal  
y luego recocerlo a una temperatura reducida du-  
rante un tiempo suficiente para permitir el engro-  
samiento o la formación y engrosamiento de un pre-  
cipitado de todo el material, insoluble a la tempe-



298522

- ratura del recocido y que, en otras condiciones formaría un precipitado fino en las condiciones de irradiación, por cuyo medio la formación de dicho precipitado fino se impide prácticamente y se reduce la tendencia del acero a experimentar una reducción en la ductilidad a temperatura elevada, después de reducir la irradiación.
- 5.
- 2ª.- Procedimiento según reivindicación 1ª, caracterizado además porque la temperatura de recocido es del orden de 800 a 900°C.
- 10.
- 3ª.- Procedimiento según reivindicación 1ª ó 2ª, caracterizado además porque las etapas de trabajo y de recocido a baja temperatura, se repitan y el segundo recocido es más prolongado que el primero.
- 15.
- 4ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado además por aplicarse una etapa final de trabajo en frío.
- 20.
- 5ª.- Procedimiento según reivindicaciones 1ª, 2ª, ó 3ª, caracterizado porque el contenido de boro-10 es inferior al correspondiente a un contenido total de boro natural, de 5 partes por millón.
- 25.
- 6ª.- "Procedimiento para el tratamiento térmico de acero austenítico inoxidable"; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.



298522

Esta Memoria consta de QUINCE hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

10 ABR. 1964

UNITED KINGDOM ATOMIC ENERGY AUTHORITY

A. GOMEZ ACEBO Y NIÑO