

3 0 2 4 6 3

P - 27.073

WE - 34.475



MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de WESTINGHOUSE ELECTRIC CORPORATION, entidad norteamericana, establecida en Pittsburgh, Pensilvania, Estados Unidos de América, por:

"UN METODO DE PREPARAR ALEACION A BASE DE NIOBIO FACILMENTE TRABAJABLE EN FRIO".

Este invento se refiere a la preparación de alambre de aleación de base niobio particularmente útil para aplicaciones superconductoras.

5 Para muchas aplicaciones se desean aleaciones superconductoras de alambre fino en longitudes sustanciales. Un material superconductor satisfactorio es la aleación de niobio-circonio, pero es extremadamente difícil producir longitudes sustanciales de alambre de esta aleación. Una de las razones para ésto es que en muchas de las etapas de
10 la preparación de la aleación pueden añadirse impurezas que

28 JUL



afectan inversamente a la deformabilidad. En segundo lugar, la microestructura de las aleaciones de niobio-circonio las hace extremadamente susceptibles de agrietamiento intergranular. Bajo estos inconvenientes no pueden obtenerse fácilmente largas longitudes de alambre.

El principal objeto del presente invento es proporcionar un método mediante el cual pueda producirse alambre de aleación de base niobio, cuyo método pueda llevarse a la práctica fácilmente con pericia y aparatos sencillos de abtener, y mediante el cual pueda producirse aleaciones de niobio-circonio que tengan una microestructura que permita la preparación de largas longitudes de alambre de ellas.

El invento reside en un método de preparar aleación de base niobio fácilmente trabajable en frío, que comprende el trabajado en frío de una barra de dicha aleación que tenga una microestructura en bandas hasta un mínimo de alrededor del 40 por ciento de trabajo en frío, calentarla luego hasta una temperatura superior a su temperatura de recristalización durante un periodo suficiente para convertirla en una microestructura equiaxiada.

Con este método, pueden obtenerse longitudes sustanciales de alambre de aleación de base niobio. Las etapas de trabajado y tratamiento térmico aplicadas desarrollan una microestructura en la aleación que puede ser trabajada en frío fácilmente, mediante estampado o estirado, a alambre fino de larga longitud. En este procedimiento, la aleación se trabaja primero en caliente a una temperatura elevada en la que es sustancialmente dúctil. Entre los tratamientos de trabajado y recocido, en algunos casos al menos se practica un tratamiento superficial para asegurar que no

302463

28 JUL



5 tiene lugar una adición incontrolada de impurezas. De esta forma general, hemos sido capaces de proporcionar varilla y barra de aleación de base niobio que puede conformarse fácilmente en largas longitudes de alambre mediante trabajado en frío sin necesidad de recoídos intermedios y sin dar lugar a agrietamientos o similares.

10 Una utilización particular que se pretende para el alambre de aleación de base niobio de este invento es la de las aplicaciones superconductoras. Para esta utilización en particular, es deseable controlar cuidadosamente la introducción de impurezas en la aleación. De acuerdo con esto, la aleación, por ejemplo del 10 al 65 por ciento en peso, o preferiblemente del 15 al 50 por ciento, de circonio y el resto de niobio, se hace a partir de metales de pureza comercial.

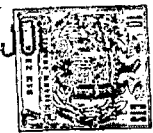
15 En forma adecuada, las barras o varillas de estos materiales se desmenuzan a un tamaño de partícula pequeño; luego se combinan las partículas en las proporciones deseadas y se comprimen a una forma que pueda utilizarse como electrodo.

20 Pueden utilizarse presiones del orden de 7 a 28 Kg/mm². Si se desea, el electrodo puede sinterizarse para proporcionar una mayor resistencia. En forma alternativa, puede obtenerse un electrodo adecuado formando un conjunto de tiras alternadas de circonio y niobio. Después el electrodo consumible, en cualquier forma en que esté formado, se funde al arco para formar un lingote, de diámetro comprendido entre 25 a 150 mm. La fusión al arco se lleva a cabo en un horno en vacío o en una atmósfera de un gas inerte, tal como argon o similar.

25 Pueden llevarse a cabo sucesivas fusiones para mejorar la homogeneidad del lingote. El lingote de esta aleación tiene una microestructura columnar típica que caracteriza los ma-

30

302463



teriales fundidos al arco, y el objeto de las etapas sucesivas del presente invento es reducir el lingote a un tamaño trabajable y convertir simultáneamente su microestructura a una estructura equiaxiada que pueda ser fácilmente trabajada en frío.

5 Con estas finalidades, primero se reduce en caliente el lingote, por ejemplo mediante extrusión, a forma de barra de alrededor de 150 a 1.000 mm² de área de sección transversal. La extrusión puede dar lugar también a desgaraduras en caliente a lo largo de la superficie. De acuerdo con esto, puede ser útil proteger las superficies durante esta reducción en caliente, envasando el lingote en un material refractario, por ejemplo molibdeno, tántalo, tungsteno o similar. Al efectuar el envasado, la pared lateral puede montarse mediante ajuste deslizante sobre el lingote y las paredes extremas pueden remacharse en su sitio. La extrusión u otro trabajado en caliente se lleva a cabo por encima de la temperatura de recristalización de la aleación, y en forma adecuada a una temperatura del orden de los 1.200º a 10 1.700º C. La microestructura de la barra después de la extrusión es una estructura en banda, semi-equiaxiada. Luego es trabajada en frío, mediante forja o estampación, hasta un mínimo de alrededor del 40 por ciento de trabajo en frío y preferentemente del 45 al 65 por ciento. Si se hubiera utilizado un procedimiento de envasado, se quita el envase antes del trabajado en frío. En este punto la microestructura está todavía en bandas. Después de la etapa de trabajado en frío, se quita un mínimo de alrededor de 0,25 mm., mediante mecanizado, de cada superficie de la pieza.

15 20 25 30 La microestructura en bandas se convierte sustancial-

28 JUL 1954

mente en una microestructura equiaxiada colocándola en un
horno, en el vacío o en una atmósfera inerte de argon o
similar, a una temperatura alrededor de 1.000°C a 1.400°C
durante un periodo de tiempo que puede ser de alrededor de
5 10 minutos a una hora. Este es un tratamiento térmico de re-
cristalización. Después de este tratamiento térmico, la ba-
rra puede ser trabajada en frío ahora mediante estirado,
laminado ú otro procedimiento a cualquier tamaño y forma
deseada final, por ejemplo en forma de alambre fino del or-
den de 0,025 mm., tira o lámina.

El invento será descrito con más detalle en conexión
con el siguiente ejemplo específico en el que los detalles se
dan a modo de ilustración y no a modo de limitación.

Se combinan en forma alternada tiras de circonio y
15 niobio, ambos de una pureza de alrededor del 99 por ciento
en peso, en una relación de pesos de una parte de circonio
por cada tres partes de niobio para formar un electrodo. Se
coloca el electrodo en un horno de arco y, después de hacer
un vacío de alrededor de 10^{-3} mm. Hg. se funde en un lingo-
20 te de 70 mm. de diámetro. El lingote se funde de nuevo y
se vuelve a moldear para aumentar la homogeneidad. Se cubre
con un envase de molibdeno de un espesor de 6,35 mm. Enton-
ces, se calienta el lingote envasado a 1.600°C y se extru-
ye en caliente a través de una hilera a una barra de alam-
25 bre de 28,5 mm. de diámetro. Se enfría la barra a la tempe-
ratura ambiente y se quita el envase de molibdeno. Se estam-
pa en frío el lingote hasta que su diámetro se reduzca a 19
mm. Las superficies de la barra resultante se limpian mecani-
zando 0,0025 mm. de cada superficie. La muestra limpia se
30 calienta luego en un horno de vacío a una presión de 10^{-4}
mm. de Hg. a 1.300°C durante treinta minutos para producir
recristalización. Después del enfriamiento a la temperatura

302463

28 JUL



ambiente, se estampa en frío la barra hasta un alambre de un diámetro de 3,2 mm. Esto se lleva a cabo sin rotura o agrietamiento y sin utilizar recocidos intermedios entre los pasos a través de la hilera. Luego se reduce más por
5 estiramiento hasta un diámetro de 0,076 mm.

De la discusión y descripción anteriores, será evidente que este invento comprende un procedimiento inusitadamente sencillo y efectivo mediante el cual puede producirse fácilmente alambre de aleación de base niobio en largas
10 longitudes. Las mayores longitudes se obtienen porque la forma de la aleación, en virtud de la sucesión de trabajos y calentamientos, tiene una microestructura que permite cualquier grado de trabajo en frío sin agrietamiento o rotura. El alambre obtenido puede utilizarse en la misma forma
15 que se utiliza en la actualidad el alambre similar. Se cree que su mejor utilización es en aplicaciones criógenas, por ejemplo, como devanado para un solenoide superconductor.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América el 29 de Julio de 1963, bajo
20 el Nº 298.443, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

N O T A

25

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

30 1º. - Un método de preparar aleación de base de niobio fácilmente trabajable en frío que comprende el trabajado

28 JUL.



en frío de una barra de dicha aleación que tiene una microestructura esencialmente en banda hasta un mínimo de alrededor del 40 por ciento de trabajo en frío, calentándola luego hasta una temperatura por encima de su temperatura de
5 recristalización durante un periodo suficiente para convertirla en una microestructura equiaxiada.

2º. - Un método de acuerdo con el punto 1 en el que la aleación comprende del 10 al 65 por ciento en peso de circonio y el resto niobio.

10 3º. - Un método de acuerdo con el punto 2, en el que dicha barra de aleación que tiene una microestructura esencialmente en bandas se obtiene fundiendo un electrodo consumible de circonio y niobio que contiene alrededor del
15 10 al 65 por ciento en peso de circonio y el resto de niobio para producir un lingote de pequeño diámetro, extruyendo en caliente barra de alambre de dicho lingote para reducir su microestructura columnar a una microestructura en bandas semi-equiaxiada.

20 4º. - Un método de acuerdo con el punto 3, en el que el lingote obtenido por la fusión del electrodo consumible se cubre con un metal refractario, y en el que el envase se quita después de la citada etapa de trabajo en caliente y antes del trabajo en frío sucesivo.

25 5º. - Un método de acuerdo con el punto 4 en el que las superficies de la barra trabajada en frío se limpian antes de ser calentadas para recristalización.

6º. - Un método de acuerdo con cualquiera de los puntos precedentes en el que la barra trabajada en frío se trata térmicamente entre 1.000º a 1.400ºC.

30 7º. - Un método de acuerdo con cualquiera de los

28 JUL



puntos precedentes en el que la etapa de tratamiento térmico se lleva a cabo en el vacío.

8ª. - Un método de acuerdo con cualquiera de los puntos 1 á 6, en el que la etapa de tratamiento térmico se lleva a cabo en una atmósfera controlada.

9ª. - Un método de acuerdo con cualquiera de los puntos precedentes en el que el tratamiento térmico de la barra comprende el trabajo en caliente a una temperatura dentro del margen de 1.200º a 1.700ºC. y la recristalización sucesiva entre 1.000º a 1.400ºC.

10ª. - Un método de preparar aleación a base de niobio fácilmente trabajable en frío.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

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

Madrid,

28 JUL. 1964

P. A.

Liberto de Elizaburu
Por Poder.

3 2463