



PATENTE DE INVENCION

=====

B. 1254-3.

312863

Memoria Descriptiva
sobre

" PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE RECINTOS AL VACIO."

Solicitante: COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE, entidad francesa,
residente en: 29, rue de la Fédération, PARIS XVeme,
Francia.

=====

La presente invención se refiere a un procedimiento de fabricación de recintos al vacío, particularmente de paredes de acero, que permiten estar exentos en una medida muy grande de los inconvenientes que habitualmente presenta la desgasificación residual de estas paredes.

5.

312863⁻²⁻



Tiene como finalidad en estas condiciones el permitir la obtención de vacíos muy acentuados en recintos de grandes dimensiones, mediante bombas relativamente pequeñas y sin que sea indispensable efectuar un estufado prolongado de estos recintos a alta temperatura.

5.

Es sabido que, para obtener en un recinto cerrado a la temperatura ambiente un vacío límite del orden de 10^{-10} torr, es necesario someter previamente a este recinto a un estufado de una duración del orden de 10 horas a una temperatura próxima a $400/450^{\circ}\text{C}$, cuidando además de excluir el empleo de toda sustancia orgánica en la realización de las diversas partes de este recinto.

10.

Gracias a tal estufado, se reduce el grado de desorción residual a un valor suficientemente débil para

15.

permitir la realización de muy bajas presiones mediante bombas de dimensiones modestas. No obstante, para obtener una presión límite de 10^{-10} torr, en un recinto cuyo volumen es del orden de 10 m^3 , se estima que el flujo específico de desorción residual no debe sobrepasar 10^{-13}

20.

torr/l/seg. cm^2 , lo que generalmente no es realizable hasta después de un estufado extremadamente prolongado de todo el recinto. Resultan de ello numerosos inconvenientes, debidos particularmente a la necesidad de utilización de cuerpos de caldeo de un volumen importante, a

25.

la dificultad de obtener una temperatura uniforme en un recinto de grandes dimensiones, dificultad creciente con la temperatura de estufado y con las dimensiones de este recinto, y a una limitación en la determinación de materiales empleados según sus características particulares

30.

relativas a su fusión, su recristalización, su fluidez,



312863

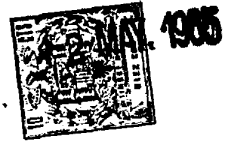
etc... Además es difícil obviar los inconvenientes que presenta el empleo de juntas estancas susceptibles de soportar los ciclos térmicos necesarios, así como por las dilataciones de las diversas piezas constitutivas del recinto.

- 5.
- El presente invento tiene por objeto un procedimiento de fabricación de recinto al vacío, que presenta entre otras ventajas la de permitir la obtención de presiones residuales del orden de 10^{-10} torr. en recintos de grandes dimensiones sin estufado, o después de estufado a temperatura moderada de 200 a 300°C durante un tiempo corto del orden de algunas horas tan solo. Por otra parte, este procedimiento permite realizar presiones residuales notablemente inferiores a 10^{-10} torr. después de un estufado convencional del orden de 10 a 20 horas a 450°C.
- 10.
- 15.

- A este efecto, el procedimiento en cuestión se caracteriza por el hecho de que consiste en efectuar sucesivamente una fabricación y una conformación de las paredes del recinto seguidas de una limpieza, un pulimentado por procedimiento electrolítico, químico o mecánico y de un lavado, y después un tratamiento de superficie de estas paredes por acción química de un cuerpo que reacciona con el metal de las paredes, montándose seguidamente en posición dichas paredes.
- 20.
- 25.

- Sabido es, en efecto que el flujo de gas residual procedente de las paredes de un recinto y que limita el vacío realizable en éste, proviene esencialmente de dos fuentes distintas, constituidas por una parte por el gas absorbido ligado a la superficie de las paredes y, por
- 30.

312863



otra parte por el gas disuelto u ocluido contenido en el interior del material sólido que constituye estas últimas. Para eliminar el gas superficial, basta calentar las paredes del recinto a aproximadamente 200° efectuando un bombeado continuo y después enfriarlas. Pero sucede que la eliminación del gas contenido en el material sólido es más difícil de realizar, sobre todo en las aleaciones industriales.

Un método aplicable a pequeñas muestras, consiste en calentarlas a muy alta temperatura al vacío; los gases se difunden en el sólido y abandonan su superficie a la que no pueden adherirse. Este método resulta, sin embargo, prohibitivo cuando se trata de piezas grandes y, de todos modos, no se aplica bien a los metales y aleaciones que se evaporan fácilmente al vacío y que están sujetos a fluidez a estas temperaturas. Por ejemplo, se puede desgasificar una pieza de tungsteno al vacío calentándola aproximadamente a 2000°C, sin producir una fuerte evaporación. Por el contrario, desde los 900°C, el cromo y el níquel se evaporan rápidamente de una pieza en acero inoxidable, en tanto que a esta temperatura serían necesarias numerosas horas de tratamiento, para eliminar los gases contenidos en una pieza de algunos milímetros de grueso.

El procedimiento según la invención permite desde ahora liberarse de todos los inconvenientes precedentes, asegurando la realización de una barrera superficial duradera sobre la superficie de las paredes que impide que los gases salgan del sólido.

De preferencia, el tratamiento de superficie está

312863



5. constituido por una oxidación de las paredes realizada por un calentamiento bajo presión y temperatura conveniente durante un tiempo dado al aire ambiente o bajo oxígeno puro, o en una mezcla de gas capaz de producir una oxidación superficial.

10. Además, es de hacer notar que la preparación del estado de superficie de las paredes por limpieza, pulimentación y lavado, no debe conducir necesariamente a la obtención de una superficie ópticamente lisa, sino que debe bastar para dejar estas paredes limpias de toda contaminación, con la excepción de pequeñas cantidades de óxido y de vapor de agua superficial normalmente inevitables. Además, y en el caso más particularmente considerado en el que las paredes del recinto son de acero, el caldeo durante la fase de oxidación está comprendido entre 430 y 550°C a presión atmosférica, pudiendo variar la duración de este caldeo de algunos minutos a algunas horas. A título de ejemplo, un caldeo de dos horas a aproximadamente 450°C al aire, permite formar una capa superficial de óxido del orden de 1000 Å de grueso sobre una pieza en acero del llamado inoxidable, de tipo "NS-22S", pulimentada electrolíticamente.

15. Las ventajas que presenta tal barrera superficial son numerosas. Entre ellas, conviene insistir más particularmente en la que resulta de la fuerte disminución del grado de desorción específica, que ya no depende en este caso del grueso de la pared sólida subyacente. La obtención de tal barrera puede además realizarse muy fácilmente, gracias a tratamientos de oxidación sencillos, aplicables sin dificultad particular a grandes

20.

25.

30.

312863



- piezas, cualesquiera que sean sus formas y sus dimensiones. Diremos finalmente que el efecto de la capa de óxido es duradero, ya que los gases ocluidos en las paredes no reaccionan sobre la barrera así formada; incluso
5. después de una exposición al aire ambiente del orden de 30 días, una muestra de acero recubierto de una capa superficial conserva su factor de mejora desde el punto de vista desorción residual con relación al mismo acero no tratado. Además, conviene recordar que una superficie
10. oxidada conserva, de una manera general, mucho menos gas absorbido que una superficie limpia, lo cual constituye igualmente otra ventaja.

- A título de ilustración, se ofrecen a continuación dos ejemplos particulares de tratamiento de superficies de acero, con arreglo al procedimiento del invento.
- 15.

EJEMPLO 1

- Con un acero inoxidable de tipo 188, NS-225 basta con un estufado del orden de 1 hora a 300°C con una
20. velocidad de bombeo del orden de 0,2 l/seg. para una superficie de pared de 800 cm² para alcanzar un flujo específico residual de desorción del orden de 4 x 10⁻¹⁴ torr l/seg. cm², con un recinto en acero oxidado al aire ambiente durante dos horas a 500°C. Este flujo sería igual
25. a 1,5 10⁻¹¹ torr l/seg. cm² solamente para un recinto semejante no oxidado.

EJEMPLO 2

- Para un recinto en acero inoxidable al titanio de tipo DIN x 10 Cr Niti 189 sobre una muestra que presenta la forma de un cilindro hueco cuya pared presenta
- 30.

312863



un grueso de 1 mm por una longitud de 20 mm y un diámetro exterior de 20,5 mm se realiza una confección al torno, seguida de una limpieza y de un pulimentado electrolítico con una solución a 60 % de H_3PO_4 concentrado y a 40 % de H_2SO_4 concentrado, a una temperatura de 45°C bajo una intensidad de 1 A/cm² durante 5 a 10 minutos.

Se efectúa a continuación, después de lavar con agua desionizada, una oxidación por un caldeo al aire ambiente a 540°C durante dos horas y media. Se completa el tratamiento por estufado durante 5 horas a 300°C en una rampa de ultravacío.

El flujo específico de desorción residual de este acero así tratado, medido en el curso de varias experiencias, es del orden de 10^{-14} torr l/seg. cm² a temperatura ambiente. Por el contrario, una muestra de acero idéntico, que no posea capa de óxido superficial pero que haya sufrido por lo demás los mismos tratamientos exactamente, da un flujo específico de gas residual y particularmente de hidrógeno ocluido de 2×10^{-11} torr l/seg. cm² a temperatura ambiente.

La ganancia realizada se multiplica, pues, por un factor de aproximadamente 2000 a favor del acero oxidado.

Quede bien entendido que el invento no se limita exactamente a los ejemplos que se han considerado más especialmente en cuanto antecede. En particular, el efecto de las barreras de desorción no se limita necesariamente a las capas de óxido ni a los aceros inoxidables, constituyendo igualmente una capa superficial suficientemente estable, gruesa y uniforme de un nitruro, carburo, o hi-

312863



druro en la superficie de un metal dado, una barrera eficaz para ciertos gases en condiciones de utilización, particulares.

N O T A

5. Descrita suficientemente la naturaleza del in
vento, así como la manera de realizarlo en la practica,
debe hacerse constar que las disposiciones anteriormen-
te indicadas son susceptibles a modificaciones de deta-
lle en cuento no alteren su principio fundamental; tam-
bien se hace constar que el invento corresponde a una
10. Solicitud de Patente presentada en Francia nº PV. 974.212
de fecha 12 de mayo de 1964, acogiéndose por lo tanto a
los beneficios que conceden los Convenios Internaciona-
les en vigor, siendo lo que constituye la esencia del
15. referido invento y por lo que se solicita Patente de In
vención por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO DE FABRI-
CACION DE RECINTOS AL VACIO"; caracterizándose por lo
siguiente:
- 1º.- Procedimiento de fabricación de recintos
20. al vacío, caracterizado por el hecho de consistir en
efectuar sucesivamente, una fabricación y una conforma-
ción de las paredes del recinto, seguida de una limpie-
za, de una pulimentación por procedimiento electrolíti-
co, químico o mecánico y de un lavado y después un tra-
25. tamiento de superficie de estas paredes por acción qui-
mica de un cuerpo que reacciona con el metal de las pa-
redes, y finalmente la ensambladura de estas paredes.
- 2º.- Procedimiento de fabricación de recintos
30. al vacío según la reivindicación 1, caracterizado por el
hecho de que el tratamiento de superficie está constituí

- 9 -
312863



do por una oxidación de las paredes realizada por un caldeo bajo presión y temperatura convenientes durante un tiempo dado, al aire ambiente o bajo oxígeno puro o en una mezcla de gas capaz de producir una oxidación superficial.

5.

3º.- Procedimiento de fabricación de recintos al vacío de paredes de acero, según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado por el hecho de que el caldeo durante la fase de oxidación está comprendido entre 430 y 550°C a presión atmosférica, estando comprendida la duración del caldeo entre algunos minutos y algunas horas.

10.

4º.- Procedimiento de fabricación de recintos al vacío, según la reivindicación 2, caracterizado por el hecho de que la oxidación es seguida de un estufado a temperatura moderada durante un tiempo relativamente reducido.

15.

5º.- Procedimiento de fabricación de recintos al vacío, según la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que el tratamiento de superficie está constituido por una nitruración, una carburación, o una hidruración.

20.

6º.- Procedimiento de fabricación de recintos al vacío, tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria.

25.

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

Madrid, 12 MAY. 1965

COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE

A. GOMEZ ACEBO Y MODEI