

364950

MP/.

## memoria descriptiva

CLASE DE  
REGISTRO

una Patente de Invención, por veinte años en España,

NOMBRE Y  
NACIONA-  
LIDAD DEL  
SOLICITANTE

General Electric Company  
(sociedad USA)

RESIDENCIA  
Y DOMICILIO

NEW YORK, N.Y. 10016 (USA)  
159 Madison Avenue

OBJETO

"PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR TUBOS DE CIRCONIO Y DE ALEA-  
CION DE CIRCONIO PARA USO COMO REVESTIMIENTO PARA MATE-  
RIAL DE COMBUSTIBLE DE REACTOR NUCLEAR".

INVENTOR:

Charles Richard Konecny, de nacionalidad norteamericana.

PRIORIDAD:

Solicitud Patente USA No. 714.441 del día 20 de Marzo de  
1968.

1

Las reacciones nucleares de fisión en cadena y los reactores, en que tienen lugar, son ahora bien conocidos. Un reactor nuclear típico incluye un conjunto o núcleo de reacción en cadena, compuesto de material de combustible fisible, contenido en elementos de combustible. El material de combustible está incluido en una carcasa o revestimiento resistente a la corrosión, conductor de calor. Frecuentemente el revestimiento está en forma de un tubo largo y estrecho. Cuando este tubo está relleno de material de combustible y los extremos del tubo están taponados, el elemento de combustible montado es generalmente conocido como una "barra de combustible".

5

10

15

20

El núcleo del reactor, compuesto de una pluralidad de estas barras de combustible, en relación paralela espaciada, está encerrado en un recipiente, a través del cual fluye el refrigerante del reactor. Cuando el refrigerante pasa entre los elementos de combustible espaciados, es calentado por energía térmica liberada en el material de combustible durante la reacción de fisión. El refrigerante calentado entonces abandona el núcleo del reactor, la energía térmica es usada para realizar trabajo útil y el refrigerante, ahora enfriado, es devuelto al ciclo del núcleo del reactor.

25

30

La selección de material para el revestimiento del combustible está severamente limitado por varios requisitos estrictos. El revestimiento tiene que tener una baja sección transversal de captura de neutrones y bajas tenden-

1  
2  
3  
4  
5  
6  
7  
8  
9  
10  
11  
12  
13  
14  
15  
16  
17  
18  
19  
20  
21  
22  
23  
24  
25  
26  
27  
28  
29  
30

cias formadoras de tóxico, puesto que cualesquiera de estas características desperdicia neutrones y combustible. Tiene que tener resistencia adecuada bajo las adversas condiciones de temperatura, irradiación y carga externa. Tiene que resistir corrosión por materiales, refrigerantes y atmósferas, en la vecindad. Estabilidad, tanto dimensionalmente, como respecto a propiedades mecánicas bajo condiciones de funcionamiento es muy importante. Deberá poseer buenas propiedades de transferencia de calor, tales como una alta conductibilidad térmica. De los muchos materiales, que se han evaluado para el uso en revestimientos de combustible, se ha encontrado que las aleaciones de circonio tienen la combinación más adecuada de las propiedades arriba citadas. Generalmente pequeñas cantidades de hierro, cromo, níquel y/o estaño se introducen en aleación con circonio para procurar resistencia incrementada.

Bajo condiciones ideales estas aleaciones de circonio tienen excelentes características de corrosión. Sin embargo, la presencia de cantidades muy pequeñas de ciertas impurezas pueden afectar muy adversamente a la resistencia de corrosión de la aleación de circonio. Se ha encontrado que puede disminuirse la ulterior corrosión grandemente, si se forma una delgada película uniforme de óxido negro de circonio sobre una superficie muy limpia de aleación de circonio. Aparentemente esta película muy uniforme de óxido resiste la penetración por oxígeno y otros agentes, que pudieran causar corrosión adversa.

1 También es importante mantener alejado el hidrógeno  
no de la superficie de circonio, puesto que, incluso muy  
pequeñas cantidades de hidrógeno en el metal, forman un hi-  
5 druro frágil, que se precipita durante el enfriamiento desde  
600°F en la forma de placas delgadas. Típicamente una con-  
taminación con sólo alrededor de 60 ppm de hidrógeno puede  
disminuir la resistencia al impacto de la aleación de circo-  
nio por 75 - 90%. La delgada capa uniforme de óxido negro  
10 de circonio, arriba descrita, es también útil para impedir  
que el hidrógeno alcance la superficie de circonio. Grietas  
en la película de óxido en presencia de hidrógeno pueden per-  
mitir grave hidruración local, que entonces puede dar por  
resultado rendijas o grietas en el revestimiento. Los gases  
15 radiactivos producidos en el combustible durante la fusión  
formarán fuga a través de tales grietas y contaminarán el  
refrigerante del reactor.

Por lo tanto, es muy importante que se forme sobre el  
revestimiento una película de óxido negro de circonio, apre-  
20 tadamente adherente, antes de la fabricación de barras de  
combustible. Se ha encontrado que la superficie de circonio  
debe ser muy limpia para permitir que se forme la deseada  
película de óxido. Generalmente, la superficie ha sido lim-  
piada y atacada por una mezcla de los ácidos fluorhídrico y  
25 nítrico para eliminar la superficie trabajada en frío y ob-  
tener las dimensiones requeridas del tubo. Después la su-  
perficie fué lavada con agua y oxidada con vapor a altas  
temperaturas. Generalmente se ha formado por este procedi-  
miento una película de óxido negro de circonio de buena ca-

1  
calidad. Sin embargo, existe una tendencia a que la película  
la sea irregular en la presencia de contaminantes de superfi  
cie y de que se forme una película de óxido blanco flojamen  
te adherente. Estas películas no tienen la resistencia,  
5 altamente deseable, a grave corrosión e hidruración, que  
procura la película uniforme de óxido negro de circonio.

Así existe una necesidad continua de mejoras en  
la preparación de superficies de circonio para exposición  
a ambientes hostiles, corrosivos, como en reactores nucleares.

10 Por lo tanto, es un objeto del presente invento pro  
curar un procedimiento para tratar superficies de aleación  
de circonio, que resuelva los problemas arriba mencionados.

15 Los objetos arriba citados y otros más se consi-  
guen de acuerdo con este invento fundamentalmente, tratando  
superficies de aleación de circonio contaminadas con una  
solución acuosa concentrada de hidróxido de metal de álcali  
para alejar contaminantes residuales, tales como fluoruros  
residuales, que interfieren con la formación de una deseable  
película de óxido negro de circonio sobre las superficies.

20 Un proceso general preferido incluye el ataque de  
la superficie de aleación de circonio con una solución com-  
prendiendo los ácidos fluorhídrico y nítrico, tratando la  
superficie con la solución de hidróxido de metal de álcali,  
25 lavando con agua y reoxidando la superficie.

Cualquier aleación adecuada, comprendiendo predom-  
nantemente circonio, puede descontaminarse ventajosamente  
por el procedimiento de este invento. Típicamente el cir-

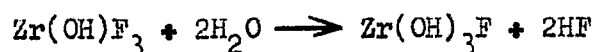
1

conio es aleado con pequeñas cantidades de níquel, cromo, hierro, tantalio, niobio, estaño, etc. para mejorar la resistencia, ductilidad y resistencia a la corrosión.

5

Se piensa que las especies de fluoruro residual dejadas sobre las superficies de circonio se descomponen a una temperatura de alrededor de 600°F liberando fluoruro de hidrógeno, evitando la formación de la deseada película uniforme de óxido negro. Se piensa que esta reacción tiene lugar como sigue:

10



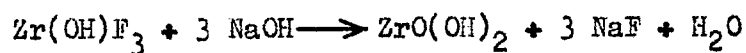
15

Los depósitos localizados de  $\text{Zr(OH)}_3\text{F}$  parecen causar una estructura dislocada de óxido, que permite una mayor concentración de oxígeno para alcanzar la cara intermedia de óxido de metal. Tanto la ganancia de peso incrementada como el aspecto blanco del revestimiento indican la presencia de contaminación de fluoruro dentro del revestimiento de óxido de circonio.

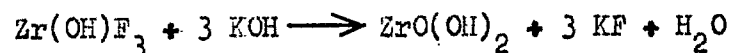
20

Aparentemente, el tratamiento de la superficie contaminada con un hidróxido de metal de álcali da por resultado una reacción indicada por:

25



o



30

Esto permite eliminar por lavado el fluoruro soluble permitiendo que se forme una excelente película de óxido negro.

1                   Esta contaminación de fluoruro puede proceder gran  
demente del procedimiento muy deseable de ataque de ácido,  
que emplea ácido fluorhídrico. El tratamiento de ácido qui-  
ta algunas milésimas de pulgada de metal de la superficie.  
5                   Esto es importante puesto que suprime la capa de superficie  
delgada trabajada en frío y permite que el diámetro del tu-  
bo y el grosor de la pared del mismo se ajusten exactamente  
dentro de tolerancias de tamaño muy exactas. La contamina-  
ción de fluoruro, naturalmente, puede resultar de otros tra-  
tamientos u orígenes.

10                   Puede emplearse cualquier hidróxido de metal de  
álcali adecuado. Puede obtenerse una descontaminación efica-  
z con concentraciones del hidróxido de metal a álcali en  
15                   agua, que van desde alrededor de 300 gramos por litro hasta  
el límite de solubilidad de la sal, a temperaturas que van  
desde la temperatura ambiente hasta más allá de la tempera-  
tura de ebullición de la solución. Dependiendo de la con-  
centración y temperatura de la solución, el tratamiento pue-  
de requerir, típicamente desde un minuto a varias horas para  
20                   obtener descontaminación completa.

25                   Aunque puede emplearse cualquier hidróxido de me-  
tal alcalino, los mejores resultados se obtienen con una so-  
lución acuosa de hidróxido sódico, hidróxido potásico o una  
mezcla de los mismos. Se obtiene una excelente descontami-  
nación, junto con la máxima economía de materiales, bien  
sea con una solución de hidróxido sódico a una concentración  
desde alrededor de 750 hasta alrededor de 1500 gramos por  
litro de agua, o una solución de hidróxido potásico a una  
30

1 concentración, que varía desde alrededor de 1000 gramos por  
litro de agua hasta el límite de solubilidad de KOH en agua.  
Preferentemente cualquier solución se usa a una temperatura  
5 desde alrededor de 100°F hasta alrededor de 180°F para tra-  
tar la superficie contaminada desde un minuto hasta alrede-  
dor de 60 minutos.

Se han obtenido resultados óptimos con una solu-  
ción acuosa de hidróxido sódico teniendo una concentración  
de alrededor de 1000 gramos por litro de agua, a una tempera  
10 tura de alrededor de 150°F y un periodo de tratamiento de  
alrededor de 1400 gramos por litro de agua, a una temperatu  
ra de alrededor de 150°F y un periodo de tratamiento de al-  
rededor de 30 minutos. De éstas, la solución de hidróxido  
15 da resultados superiores, junto con un ahorro de material  
de tratamiento.

Preferentemente la solución de tratamiento será  
lavada de la superficie tratada con uno o varios lavados de  
agua. Si se deja secar la solución de tratamiento sobre la  
20 superficie tratada, pudiera formarse  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  ó  $\text{K}_2\text{CO}_3$ , que  
son menos solubles en agua que NaOH y KOH, haciendo más di-  
fícil la eliminación completa. Los mejores resultados se  
obtienen cuando las superficies tratadas son lavadas con  
agua desionizada a una temperatura de alrededor de 170°F  
25 durante alrededor de 6 minutos después de haberse extraído  
las superficies de la solución de tratamiento.

Los detalles del invento se comprenderán mejor  
haciendo referencia a los siguientes ejemplos, en que se  
comparan varias ejecuciones preferidas del procedimiento de  
30

1 este invento con las técnicas anteriores. Las partes y tan-  
tos por ciento son por peso, a no ser que se indique de  
otro modo.

5 Ejemplo I

10 Veinte tubos de Zircaloy-2 teniendo una longitud  
de alrededor de 13 pies (1 pie = 12 pulgadas (2,54 cm) y  
con un diámetro interior de alrededor de 0,5 pulgadas se  
atacan en una solución acuosa conteniendo alrededor de 3%  
de ácido fluorhídrico y alrededor de 37% de ácido nítrico,  
15 por volumen. Este lavado elimina una delgada capa superfi-  
cial de metal. Diez de estos tubos son colocados en una  
percha en una disposición vertical, paralela. La percha  
deja abiertos los extremos de los tubos. La percha se colo-  
ca en un tanque profundo, que es cerrado con una tapa des-  
montable. Una solución acuosa de hidróxido sódico (alrede-  
dor de 1000 gramos de NaOH por 1000 mililitros de agua des-  
ionizada) se calienta hasta alrededor de 160°F y se bombea  
dentro del tanque hasta que los tubos queden completamente  
20 sumergidos. Después de alrededor de 10 minutos la solución  
de NaOH es extraída por bombeo hasta un tanque de reserva  
y el tanque se rellena con agua del grifo. No se permite  
que se sequen los tubos durante el intervalo entre la ex-  
tracción del NaOH y la introducción del agua. Después de  
25 haberse llenado el tanque con agua, el mismo se vacía y  
después se rellena con agua del grifo. El agua se desagua  
de nuevo desde el tanque. El tanque se abre y la percha se  
quita y se coloca en un segundo tanque lleno de agua del  
grifo. Se introduce una corriente de agua en el fondo del

1 tanque, a una presión de alrededor de 10 libras por pulgada cuadrada de manómetro para agitar el agua. Después de tres minutos, se desconecta el aire y se deja salir el agua.

5 Después el tanque se llena con agua desionizada y la corriente de aire se introduce de nuevo en el tanque. Después de tres minutos el agua se deja salir y la percha se saca y se coloca en un autoclave.

10 Una segunda percha, sosteniendo los otros diez tubos, que no son tratados con NaOH, se coloca también en el autoclave.

15 El autoclave se cierra y llena con vapor a una presión de alrededor de 1250 libras por pulgada cuadrada y aproximadamente 750°F. Después de aproximadamente 14 horas se deja salir el vapor y se abre el autoclave.

Los tubos tratados con NaOH se encontró que tenían un revestimiento liso y lustroso de óxido negro. El análisis químico de una muestra de una superficie de tubo no reveló la presencia de fluoruro detectable.

20 Los tubos no tratados se encontraron que eran irregulares teniendo un revestimiento blanco pulverulento. El análisis químico demostró la presencia de contaminación de cloruro, aparentemente en la forma de  $Zr(OH)_3F$ .

#### Ejemplo II

25 Un tubo de Zircaloy-2, teniendo un diámetro interno de alrededor de 0,5 pulgadas, se divide en una pluralidad de muestras con un largo de 2½ pulgadas.

Un primer grupo de muestras se ataca con una mezcla acuosa de ácido nítrico y ácido fluorhídrico (alrededor

1 de 37% de HNO<sub>3</sub>, por volumen) durante alrededor de 60 segundos. Se dejó secar la solución sobre la superficie de la muestra. La contaminación de fluoruro es de alrededor de  
5 130  $\mu\text{gm}/\text{dm}^2$  de fluoruro y se considera como "alta".

Un segundo grupo de muestras se ataca similarmente, se mantiene durante unos pocos minutos y después se lava con agua antes de secar. Alrededor de 70  $\mu\text{gm}/\text{dm}^2$  de fluoruro permanece sobre la superficie de la muestra. Aquí la  
10 contaminación de fluoruro se considera como "mediana".

Un tercer grupo es atacado y después lavado inmediatamente con agua. Las superficies de las muestras están sustancialmente libres de contaminación de fluoruro. Aquí se considera la contaminación de fluoruro como "baja".

15 Algunas de estas muestras son tratadas por inmersión en un baño de hidróxido sódico acuoso en una concentración de alrededor de 1000 gramos de NaOH/litro y a una temperatura de alrededor de 180°F, seguido de dos lavados con agua.

20 Las muestras tratadas y no tratadas después se oxidan en un autoclave con vapor a alrededor de 1250 libras por pulgada cuadrada y aproximadamente 750°F durante cerca de 14 horas.

25 Después de extracción desde el autoclave se midió la ganancia media de peso y se anotó el aspecto de la superficie oxidada. Los resultados se indican en la Tabla I que sigue:

1

T a b l a I

Nº. de muestras	Contaminación de fluoruro	Tratamiento	Aspecto	Ganancia media de peso (mg/dm <sup>2</sup> )
2	baja	ninguno	negro	10.3
2	mediana	ninguno	manchas blancas	18.1
2	alta	ninguno	blanco	25.0
3	baja	NaOH	negro	9.3
2	alta	NaOH	negro	10.4

10

Como se ha indicado en la Tabla I la alta contaminación de fluoruro sin el tratamiento de NaOH produce la indeseada superficie blanca y altas ganancias de peso. Estos efectos indeseables son eliminados por el tratamiento de NaOH.

15

#### Ejemplo III

Una pluralidad de muestras, teniendo contaminación de fluoruro alta, mediana y baja, se prepara como se describe en el Ejemplo II.

20

De nuevo, algunas de las muestras son tratadas por inmersión en un baño acuoso de hidróxido sódico a una concentración de alrededor de 1000 gramos/litro y una temperatura de alrededor de 180°F, seguido de dos lavados con agua.

25

Las muestras tratadas y no tratadas son después oxidadas en una cámara de baja presión empleando alrededor de 35 libras por hora de vapor en corriente, con una presión de alrededor de 8 libras por pulgada cuadrada y aproximada-

30

1 mente 750°F durante alrededor de 12 horas.

Después de extracción y desecación, se mide la ganancia de peso media y se anota el aspecto de la superficie. Los resultados se anotan en la Tabla II, que sigue.

5 T a b l a II

Nº. de muestras	Contaminación de fluoruro	Tratamiento	Aspecto	Ganancia de peso media (mg/dm <sup>2</sup> )
10 3	baja	ninguno	negro	10.7
3	media	ninguno	negro	11.6
3	alta	ninguno	blanco	33.0
2	baja	NaOH	negro	9.3
2	alta	NaOH	negro	5.0

15 Como indican estos datos, una baja contaminación de fluoruro tiene ligeramente menor efecto adverso en el sistema de baja presión. Sin embargo, el tratamiento de NaOH muestra gran mejora donde es alta la contaminación de fluoruro, tanto en el tipo de oxidación superficial formado como en la ganancia de peso.

20 Ejemplo IV

Se prepararon muestras adicionales con alta contaminación de fluoruro como se describió en el Ejemplo II. Grupos de muestras se tratan después en soluciones acuosas de hidróxido sódico e hidróxido potásico en un amplio régimen de concentraciones, temperaturas y tiempos de inmersión. En cada caso, la muestra se lava dos veces con agua después

1

del tratamiento, después se seca.

5

Las muestras después se oxidan colocándolas en un recipiente, a través del cual se hace pasar vapor a alrededor de 8 libras por pulgada cuadrada de manómetro y alrededor de 750°F, a un régimen de alrededor de 35 libras por hora durante aproximadamente 14 horas.

10

Las muestras se extraen, secan, y se mide la ganancia de peso, media, debida a oxidación. El aspecto de la muestra se anota. Los resultados se indican en la Tabla III siguiente.

15

sigue la Tabla \_ \_ \_ \_ \_

20

25

30

30 25 20 15 10 5 1

T a b l a I I I

Número de muestras	Tratamiento	Condiciones de Baño		Aspecto	Ganancia de peso, media, en oxidación (mg/dm <sup>2</sup> )
		Conc. (g/l.)	Temp. (°F) tiempo (min.)		
4	KOH	100	150 10	blanco	19,5
4	KOH	150	100 5	blanco	19,5
4	KOH	150	100 15	blanco	19,5
4	KOH	150	200 5	blanco	20,5
4	KOH	150	200 15	blanco	21,5
4	KOH	500	75 10	blanco	19,5
4	KOH	500	150 10	manchas blancas	17,5
4	KOH	500	212 10	manchas blancas	18,0
4	KOH	1000	100 5	manchas blancas	20,0
4	KOH	1000	100 15	manchas blancas	18,0
4	KOH	1000	200 5	negro	12,0
4	KOH	1000	200 15	negro	11,5
4	KOH	1000	250 5	negro	10,8
4	KOH	1400	150 3	negro	11,1

30 25 20 15 10 5 1

continuación de la T a b l a III

4	KOH	1400	150	10	negro	11,0
4	KOH	1400	200	18	negro	9,4
2	NaOH	100	150	10	blanco	16,0
2	NaOH	150	150	5	blanco	16,4
2	NaOH	150	150	15	blanco	12,8
2	NaOH	150	200	15	blanco	12,7
2	NaOH	500	100	10	blanco	12,4
2	NaOH	500	150	5	blanco	7,5
2	NaOH	500	150	10	negro	5,6
2	NaOH	500	200	10	negro	5,1
2	NaOH	750	150	3	negro	6,3
2	NaOH	750	150	18	negro	6,9
2	NaOH	750	200	5	negro	6,2
2	NaOH	1000	100	15	verde-negro	3,6
2	NaOH	1000	200	5	verde-negro	3,6
2	NaOH	1000	200	15	verde-negro	4,1
2	NaOH	1000	250	5	verde-negro	3,6

1

Como puede observarse en la tabla anterior, el hidróxido potásico es altamente eficaz a una concentración de por lo menos aproximadamente 1000 gramos/litro y una temperatura de por lo menos alrededor de 200°F, mientras que el hidróxido sódico es eficaz en una concentración de por lo menos aproximadamente 500 gramos/litro y a una temperatura de por lo menos alrededor de 150°F. (Grado C=5/9(grado F-32)

5

Ejemplo V

10

Una pluralidad de muestras con contaminaciones bajas, medianas y altas de fluoruro se preparan como se ha descrito en el Ejemplo II.

15

Un primer grupo no es tratado. Un segundo grupo es tratado por inmersión en solución acuosa de NaOH (alrededor de 1000 gramos por litro de concentración) aproximadamente a 150°F durante alrededor de 30 minutos.

20

Todas las muestras se pre-oxidán en un sistema de baja presión con vapor a alrededor de 8 libras por pulgada cuadrada y alrededor de 740°F durante alrededor de 14 horas. Después, las muestras se colocan en agua a alrededor de 2000 libras por pulgada cuadrada y alrededor de 750°F. Se mide la ganacia de peso después de exposición de 15 días. Los resultados se indican en la Tabla IV más abajo.

25

----- Sigue la Tabla IV -----

30

T a b l a IV

Número de muestras	Contaminación de fluoruro	Tratamiento	Ganancia de peso, media (Preoxidación) (mg/dm <sup>2</sup> )	Ganancia de peso media (15 días) (mg/dm)
3	baja	ninguno	10,3	23
3	media	ninguno	18,1	36
3	alta	ninguno	25,0	52
2	baja	NaOH	9,3	24
2	media	NaOH	9,8	25
2	alta	NaOH	10,4	25

Como indican estos resultados, la película mejorada de óxido, producida por el tratamiento, da por resultado una mejorada resistencia a la corrosión a largo plazo.

Aunque se han descrito en los ejemplos arriba citados componentes y proporciones específicos, pueden usarse otras condiciones y materiales distintos a los arriba citados, donde sea adecuado, con resultados similares. Además, pueden añadirse otros materiales a las distintas soluciones de ataque, de tratamiento y de lavado para fomentar o modificar estas propiedades.

N o t a .

La presente patente de invención, consta de las siguientes reivindicaciones:

1.- Procedimiento para preparar tubos de circonio y de aleación de circonio para uso como revestimiento para

1 material de combustible de reactor nuclear, caracterizado  
porque comprende las operaciones de atacar la superficie  
de dichos tubos con una solución comprendiendo ácido nítri-  
co y ácido fluorhídrico; lavando dichos tubos por lo menos  
5 una vez con agua, sumergiendo dichos tubos en una solución  
acuosa comprendiendo por lo menos alrededor de 300 gramos  
de un hidróxido de metal de álcali por litro de agua, mante-  
niendo dichos tubos en contacto con dicha solución durante  
un periodo desde alrededor de un minuto hasta alrededor de  
10 120 minutos, sacando dichos tubos de dicha solución; y la-  
vando dichos tubos por lo menos una vez con agua antes de  
haber quedado dichos tubos sustancialmente secos.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-  
racterizado porque dicho hidróxido de metal de álcali está  
15 seleccionado del grupo consistente en hidróxido de sodio,  
hidróxido de potasio y mezclas de los mismos.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-  
racterizado porque dicha solución comprende por lo menos al-  
rededor de 1000 gramos de hidróxido de potasio por litro  
20 de agua; dicha solución se mantiene a una temperatura en el  
alcance de alrededor de 100°F hasta alrededor de 180°F y  
dicho contacto entre la superficie y dicha solución se man-  
tiene durante un periodo desde alrededor de un minuto hasta  
alrededor de 60 minutos.

4.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-  
racterizado porque dicha solución comprende alrededor de  
25 1400 gramos de hidróxido de potasio por litro de agua; dicha  
solución se mantiene a una temperatura de alrededor de 150°F  
F; y dicho contacto entre la citada solución y la superficie  
30

1 se mantiene durante alrededor de 30 minutos.

5 5.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicha solución comprende desde alrededor de 750 hasta alrededor de 1500 gramos de hidróxido de sodio por litro de agua; dicha solución se mantiene a una temperatura en el alcance desde alrededor de 100°F hasta alrededor de 180°F; y dicho contacto entre la superficie y dicha solución se mantiene durante un periodo desde alrededor de un minuto hasta alrededor de 60 minutos.

10 6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicha solución comprende alrededor de 1000 gramos de hidróxido de sodio por litro de agua; dicha solución se mantiene a una temperatura de alrededor de 150°F; y dicho contacto entre la superficie y dicha solución se mantiene durante alrededor de 30 minutos.

15 7.- Procedimiento para preparar tubos de circonio y de aleación de circonio para uso como revestimiento para material de combustible de reactor nuclear.

20 Según se describe y reivindica en la presente memoria, cuyo texto consta de diecinueve hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 14 MAR. 1959

GAYLDS ROED  
P.E.

25

30