

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 771 352**

51 Int. Cl.:

C22F 1/10 (2006.01)
C21D 1/74 (2006.01)
C21D 3/02 (2006.01)
C21D 6/00 (2006.01)
C22C 19/05 (2006.01)
C22F 1/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **06.12.2007 PCT/FR2007/002006**
87 Fecha y número de publicación internacional: **10.07.2008 WO08081118**
96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **06.12.2007 E 07871802 (0)**
97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.01.2020 EP 2126152**

54 Título: **Procedimiento de tratamiento térmico de desensibilización a la fisuración asistida por el entorno de una aleación a base de níquel, principalmente para ensamblaje de combustible de reactor nuclear y para reactor nuclear, y pieza realizada con esta aleación así tratada**

30 Prioridad:

29.12.2006 FR 0611538

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
06.07.2020

73 Titular/es:

**FRAMATOME (100.0%)
1 Place Jean Millier, Tour Areva
92400 Courbevoie, FR**

72 Inventor/es:

**CLOUE, JEAN-MARC;
GARAT, VÉRONIQUE;
ANDRIEU, ERIC y
DELEUME, JULIEN**

74 Agente/Representante:

SALVÀ FERRER, Joan

ES 2 771 352 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de tratamiento térmico de desensibilización a la fisuración asistida por el entorno de una aleación a base de níquel, principalmente para ensamblaje de combustible de reactor nuclear y para reactor nuclear, y pieza
5 realizada con esta aleación así tratada

[0001] La invención se refiere a la metalurgia de las aleaciones a base de níquel, y más en concreto a las aleaciones usadas para fabricar componentes de estructura para reactores nucleares o para ensamblajes de combustible introducidos en dichos reactores.

10

[0002] Algunos componentes de los reactores nucleares, tales como los intercambiadores de calor, los tubos de guías para barras, las tuberías, los tornillos y los pernos que sirven para garantizar la fijación de los componentes de acero usados para realizar los circuitos de refrigeración de los reactores nucleares de agua ligera o reactores nucleares de fluido caloportador de gas o sal fundida o metal líquido, están hechos con aleaciones a base de níquel, por ejemplo, de diferentes tipos de Inconel®. Estos componentes deben, a alta temperatura y a alta presión, presentar una buena resistencia a la oxidación, a la corrosión, a la fluencia y a las limitaciones cíclicas a la vez térmicas y mecánicas, todo ello durante un tiempo elevado (varias décadas), y las aleaciones a base de níquel están bien adaptadas a estos usos.

15

[0003] Los ensamblajes de combustible de reactores nucleares de agua ligera pueden tener también algunos de sus componentes de estructura fabricados con una aleación a base de níquel, de los que la aleación 718 es un ejemplo privilegiado. Tal es el caso, en particular de los muelles de rejilla, fabricados habitualmente a partir de tiras de dichas aleaciones, y de los muelles de retención hechos a partir de productos semiacabados planos para los muelles de láminas o a partir de hilos para los muelles helicoidales, y elementos de tornillos, fabricados a partir de barras.

20

[0004] Las aleaciones a base de níquel que pueden usarse en estos contextos tienen como composición general, expresada en porcentajes ponderales: C \leq 0,10 %; Mn \leq 0,5 %; Si \leq 0,5 %; P \leq 0,015 %; S \leq 0,015 %; Ni \geq 40 %; Cr = 12-40 %; Co \leq 10 %; Al \leq 5 %; Mo = 0,1-15 %; Ti \leq 5 %; B \leq 0,01 %; Cu \leq 5 %; W = 0,1-15 %, Nb = 0-10 %, Ta \leq 10 %; siendo el resto Fe, e impurezas inevitables que proceden de la elaboración. Los elementos para los que no se fija valor mínimo pueden estar totalmente ausentes, o presentes solo en estado de trazas. En su caso se pueden también encontrar, en bajos contenidos, otros elementos usados más raramente, con el fin de ajustar ciertas propiedades mecánicas o químicas, y que no modificarán radicalmente el comportamiento de la aleación desde el punto de vista de la sensibilidad a la fisuración asistida por el entorno, que, en medio acuoso, se traduce por un fenómeno de corrosión bajo tensión.

25

[0005] Normalmente, la composición de la aleación 718, ejemplo especial de dichas aleaciones, es: C \leq 0,08 %; Mn \leq 0,35 %; Si \leq 0,35 %; P \leq 0,015 %; S \leq 0,015 %; Ni = 50-55 %; Cr = 17-21 %; Co \leq 1 %; Al = 0,2-0,8 %; Mo = 2,8-3,3 %; Ti = 0,65-1,15 %; B \leq 0,006 %; Cu \leq 0,3 %; Nb + Ta = 4,75-5,5 %; siendo el resto hierro e impurezas inevitables que proceden de la elaboración. También puede contener algunos centenares de ppm de Mg.

30

[0006] Un problema cuya importancia será creciente en la explotación de los reactores que contienen dichos componentes es la resistencia de dichos componentes a la fisuración asistida por el entorno. De hecho, por una parte, se desea prolongar lo más posible la duración de los ciclos de explotación de los ensamblajes de combustible. Así, se desea llevarla desde 12 meses, que es la duración habitual actual, a 18 meses, e incluso a 24 meses. Por otra parte, las condiciones adecuadas del medio primario de los reactores de agua ligera (LWR, en inglés) son favorables al desarrollo de la fisuración asistida por el entorno. Así sucede también para los reactores con fluido caloportador de gas o sal fundida o metal líquido, debido a las muy altas temperaturas alcanzadas que acentúan los fenómenos de oxidación. La experiencia en el reactor de agua a presión ha demostrado, en particular, que en el curso de su uso podrían aparecer fracturas de muelles de rejilla de aleación 718, debido a un proceso de fisuración asistida por el entorno, en caso de la corrosión bajo tensión (CBT). Igualmente se han encontrado fracturas o fisuras de tubos de guía para barras de aleación X750, tuberías del generador de vapor de aleación 600, travesaños de fondo de vasija y zonas soldadas, estando hechas todas estas piezas de aleaciones a base de níquel de diferentes clases.

35

[0007] Para mejorar la fiabilidad de los componentes de aleación a base de níquel, en especial de aleación 718 es necesario así encontrar medios para reducir la sensibilidad de estos componentes a la fisuración asistida por el entorno.

40

[0008] Hasta la actualidad, las soluciones manejadas han surgido sobre todo de la buena práctica industrial o de medidas paliativas.

45

[0009] Así, se ha propuesto modificar el estado superficial de los elementos de estructura, por vía mecánica (granallado, granallado con microesferas, enarenado...) o química (electropulido). Por ejemplo, el documento JP-A-2000 053 492 describe la realización en un material colado monocristalino de superaleación a base de Ni de la retirada de la capa más superficial del material, procediendo a una oxidación de dicha capa, y después a un pulido electroquímico. Después se lleva a cabo un tratamiento térmico a una temperatura igual o superior a la temperatura

50

de recristalización. Se suprimen así las tensiones residuales en superficie del material que lo haría sensible a la fisuración asistida por el entorno. A continuación, se recubre la superficie con una capa cerámica. Este documento describe la aplicación de este procedimiento en los álabes de las turbinas de gas, pero la modificación del estado de superficie del material para suprimir las tensiones residuales se ha llevado a cabo también en tubos de generadores de vapor en aleaciones 600 y 690.

[0010] Otro procedimiento consiste en aplicar un revestimiento adaptado en los materiales. Así es habitual llevar a cabo un niquelado de los muelles de rejilla de aleación 718 para reducir el número de sus fracturas en servicio. Son posibles igualmente otros tipos de revestimientos, por ejemplo, tratamientos de superficie por difusión. Así, el documento US-A-5 164 270 propone realizar una implantación de Nb y/o de Zr en la superficie de una aleación ferrosa con el 9-30 % de Cr y exponerla a una mezcla gaseosa de O₂/S. Esto sería aplicable también a una aleación a base de Ni.

[0011] Otra solución consiste en realizar tratamientos térmicos globales o locales a alta temperatura (1100 °C) en los elementos de estructura, para provocar modificaciones de la microestructura del material. Se ejecutan así tratamientos locales en los codos de generadores de vapor de aleación 600. De esta forma se ha buscado igualmente eliminar cualquier traza de fase δ en la aleación 718 (véase el documento US-A-5 047 093).

[0012] Otra solución consiste en modificar la composición química del material, de forma más o menos radical, lo que puede a veces conducir a la puesta a punto de una nueva clase de aleación. Así se ha sustituido la aleación 600 por la aleación 690 para la fabricación de tubos de generadores de vapor. Se trata de un enfoque costoso en tiempo de investigación y desarrollo, y no siempre conduce a resultados viables técnica y/o económicamente para aplicaciones industriales.

[0013] Finalmente, se ha actuado asimismo no ya sobre los materiales en sí, sino sobre el diseño de las estructuras, disminuyendo el nivel de tensiones a las que están sometidos. Aun así, esta solución es también costosa en tiempo de desarrollo, y a menudo desemboca en fracasos.

[0014] De manera general, estas reglas de buena práctica tienden además a optimizar la resistencia de las estructuras frente a las exigencias que soportan, más que a mejorar de forma duradera y definitiva las propiedades de los materiales y aproximarse a sus características intrínsecas.

[0015] El documento "The effects of reactive Element Additions, Sulfur Removal, and Specimen thickness on the Oxidation Behaviour of Alumina-Forming Ni- and Fe-Basis Alloys" de S. Sarioglu y col., Materials Science Forum Vols. 251-254 (1997) pág. 405-412 describe un estudio de los efectos de la concentración de azufre, del grosor de la muestra y de las adiciones de elementos reactivos durante la oxidación isoterma y cíclica de aleaciones formadoras de alúmina que comprenden las superaleaciones monocristalinas a base de níquel, las aleaciones ferríticas Fe-Cr-Al y NiAl. La desulfuración por templado en hidrógeno disminuye la formación de porosidad interfacial y puede mejorar la resistencia en oxidación cíclica hasta hacerla comparable a la obtenida por adición de elementos reactivos. Además, el artículo "Effects of hydrogen annealing, sulfur segregation and diffusion on the cyclic oxidation resistance of superalloys", J.L. Smialek y col.; Thin solid films 253 (1994), pág. 285-292 describe una desulfuración eficaz realizada por templado en hidrógeno que produce una excelente resistencia a la oxidación cíclica para un cierto número de superaleaciones avanzadas. El objeto de la invención es proponer un medio para mejorar los rendimientos y la fiabilidad de los componentes de reactores nucleares de aleación a base de níquel sometidos a condiciones susceptibles de favorecer la aparición de fisuración asistida por el entorno, con independencia de su diseño, en particular para ciclos de explotación de larga duración. Este medio debería ser igualmente un medio de suprimir la sensibilidad del material a la fisuración asistida por el entorno, sin que interfiera o con interferencias mínimas con las demás características del material.

[0016] Para este fin, la invención según la reivindicación 1 tiene por objeto un procedimiento de tratamiento térmico de desensibilización a la fisuración asistida por el entorno de una aleación a base de Ni de composición, en porcentajes ponderales: C ≤ 0,10 %; Mn ≤ 0,5 %; Si ≤ 0,5 %; P ≤ 0,015 %; S ≤ 0,015 %; Ni ≥ 40 %; Cr = 12-40 %; Co ≤ 10 %; Al ≤ 5 %; Mo = 0,1-15 %; Ti ≤ 5 %; B ≤ 0,01 %; Cu ≤ 5 %; W = 0,1-15 %, Nb = 0-10 %, Ta ≤ 10 %; siendo el resto Fe, e impurezas inevitables que proceden de la elaboración, caracterizado por que se ejecuta un mantenimiento de dicha aleación a 950-1160 °C, en una atmósfera que contiene al menos 100 ppm de hidrógeno mezclado con un gas inerte o en hidrógeno puro.

[0017] Dicho tratamiento de desensibilización a la fisuración asistida por el entorno puede realizarse entre 950 y 1010 °C.

[0018] Dicho tratamiento de desensibilización a la fisuración asistida por el entorno puede realizarse entre 1010 y 1160 °C.

[0019] Dicho tratamiento de desensibilización a la fisuración asistida por el entorno puede realizarse en un producto semiacabado, destinado a someterse a continuación a un tratamiento dirigido a modificar su estructura

metalúrgica.

[0020] Dicho tratamiento puede ser un tratamiento de templado, recristalización, disolución o endurecimiento, denominado igualmente envejecimiento.

5

[0021] Dicho tratamiento de desensibilización a la fisuración asistida por el entorno puede realizarse en un producto que posteriormente no se somete a un tratamiento dirigido a modificar su estructura metalúrgica.

[0022] Se puede proceder a un mecanizado y/o a un pulido de la aleación después de su desensibilización a la fisuración asistida por el entorno.

10

[0023] Dicho tratamiento de desensibilización puede realizarse en presencia de un compuesto que presenta una mayor avidez por el oxígeno que dicha aleación.

[0024] Dicho compuesto es un metal tal como Al, Zr, Ti, Hf, o una aleación que contiene al menos uno de estos metales, o un elemento o un compuesto de elementos tales como Mg, Ca.

15

[0025] Al menos durante el tratamiento de desensibilización a la fisuración asistida por el entorno, la aleación a base de Ni puede estar envuelta en una tira de dicho metal o aleación o compuesto que presenta una mayor afinidad por el oxígeno que dicha aleación a base de Ni.

20

[0026] Al menos durante el tratamiento de desensibilización a la fisuración asistida por el entorno, dicha aleación a base de Ni puede colocarse en una carcasa que incluye una o varias paredes de dicho metal o aleación o compuesto que presenta una mayor avidez por el oxígeno que dicha aleación a base de Ni.

25

[0027] Al menos durante el tratamiento de desensibilización a la fisuración asistida por el entorno, dicha aleación a base de Ni puede colocarse en un polvo de dicho metal o aleación o compuesto que presenta una mayor avidez por el oxígeno que dicha aleación a base de Ni.

[0028] La aleación puede tener la composición, en porcentajes ponderales: C ≤ 0,08 %; Mn ≤ 0,35 %; Si ≤ 0,35 %; P ≤ 0,015 %; S ≤ 0,015 %; Ni = 50-55 %; Cr = 17-21 %; Co ≤ 1 %; Al = 0,2-0,8 %; Mo = 2,8-3,3 %; Ti = 0,65-1,15 %; B ≤ 0,006 %; Cu ≤ 0,3 %; Nb + Ta = 4,75-5,5 %; siendo el resto Fe, e impurezas inevitables que proceden de la elaboración.

30

[0029] La invención tiene igualmente por objeto un procedimiento de fabricación de una pieza de una aleación a base de níquel de composición, en porcentajes ponderales: ≤ 0,10 %; Mn ≤ 0,5 %; Si ≤ 0,5 %; P ≤ 0,015 %; S ≤ 0,015 %; Ni ≥ 40 %; Cr = 12-40 %; Co ≤ 10 %; Al ≤ 5 %; Mo = 0,1-15 %; Ti ≤ 5 %; B ≤ 0,01 %; Cu ≤ 5 %; W = 0,1-15 %, Nb = 0-10 %, Ta ≤ 10 %; siendo el resto Fe, e impurezas inevitables que proceden de la elaboración, caracterizada por que incluye un tratamiento térmico de desensibilización de la aleación a la fisuración asistida por el entorno del tipo anterior.

40

[0030] La invención según la reivindicación 15 tiene igualmente por objeto una pieza hecha de una aleación a base de níquel, caracterizada por que dicha aleación ha experimentado un tratamiento térmico de desensibilización a la fisuración asistida por el entorno del tipo anterior.

45

[0031] Dicha pieza puede ser un elemento de estructura de ensamblaje de combustible de reactor nuclear.

[0032] Dicha pieza puede ser así un muelle de rejilla o de sistema de retención, o un tornillo.

[0033] Dicha pieza puede estar hecha así de una aleación a base de níquel de composición, en porcentajes ponderales: C ≤ 0,08 %; Mn ≤ 0,35 %; Si ≤ 0,35 %; P ≤ 0,015 %; S ≤ 0,015 %; Ni = 50-55 %; Cr = 17-21 %; Co ≤ 1 %; Al = 0,2-0,8 %; Mo = 2,8-3,3 %; Ti = 0,65-1,15 %; B ≤ 0,006 %; Cu ≤ 0,3 %; Nb + Ta = 4,75-5,5 %; siendo el resto Fe, e impurezas inevitables que proceden de la elaboración.

50

[0034] Dicha pieza puede ser un elemento de los circuitos de refrigeración de un reactor nuclear.

55

[0035] Dicha pieza puede ser así una tubería, o un tubo de guía para barras, o un muelle, o un intercambiador de calor, o un tornillo, o un perno, o cualquier otro componente de aleación a base de níquel en contacto con el fluido caloportador.

60

[0036] Dicha pieza puede ser un producto semiacabado a partir del cual se podrán realizar piezas por un procedimiento de conformación, o por mecanizado, o por corte.

[0037] Dicha pieza puede ser así una chapa, o una tira, o un hilo, o una barra o una pieza en bruto.

65

[0038] Como se habrá entendido, la invención se basa en primer lugar en el desarrollo de un tratamiento térmico

del material, realizado en hidrógeno o en una atmósfera hidrogenada, en este último caso generalmente en presencia de un reductor potente. Este tratamiento conduce a una desensibilización duradera de la aleación frente a la fisuración asistida por el entorno, por un mecanismo que se explica a continuación.

5 **[0039]** Este tratamiento de desensibilización no se usa como sustituto en los posibles tratamientos térmicos aplicados clásicamente por el experto en la materia para obtener las características mecánicas buscadas, aunque puede añadirse.

10 **[0040]** Se ha constatado que después de un tratamiento de mantenimiento isoterma a 980 °C durante 100 h en una mezcla gaseosa Ar-H₂ (5 %) de una probeta tomada de una tira de aleación 718 el material así obtenido experimentaba una reducción significativa, e incluso una anulación, de su sensibilidad a la fractura intergranular frágil por fisuración asistida por el entorno, después de un pulido del extremo superficial de la probeta.

15 **[0041]** Esta constatación puso a los autores de la invención en la vía hacia una adaptación de la composición de la aleación 718 y de los materiales cercanos, por reducción del contenido de carbono, oxígeno y nitrógeno al menos en la proximidad de la superficie de las piezas. De este modo fue posible disminuir radicalmente su sensibilidad a la fisuración asistida por el entorno y a la fisuración intergranular a alta temperatura (> 350 °C), y convertirlas así en muy bien adaptadas para la constitución de elementos de estructura de ensamblajes de combustible, o de los circuitos de refrigeración, destinados a trabajar en condiciones en las que, normalmente, la fisuración asistida por el entorno puede ser un problema. Así sucede especialmente en el caso de reactores de agua a presión (RAP). No obstante, la invención puede aplicarse igualmente a los reactores de agua en ebullición (RAE), y a los reactores refrigerados por gas o por sal fundida o metal líquido, así como a otros aparatos que usan elementos de estructura de aleación a base de níquel que funcionan en condiciones oxidantes, a medias (200-500 °C) y altas (500-1200 °C) temperaturas en medio líquido o gaseoso.

25 **[0042]** Sin embargo, el tratamiento de desensibilización, si la temperatura de desensibilización conduce a una microestructura mal adaptada a la aplicación, debe completarse con otros tratamientos térmicos y/o termomecánicos, con el fin de restituir en la aleación una estructura y propiedades mecánicas que la conviertan en adaptada óptimamente para los usos contemplados.

30 **[0043]** El mecanismo más probable que permite explicar la fisuración de las aleaciones a base de Ni por fisuración asistida por el entorno en un medio acuoso, por ejemplo, el fluido primario de un reactor de agua ligera es el siguiente. Se basa en la difusión intergranular de átomos de oxígeno obtenidos de la disociación del agua que constituye el fluido primario. Entonces, en las uniones de los granos pueden producirse varios mecanismos que degradarán su resistencia mecánica, que son:

- la formación de CO y de CO₂ por oxidación del carbono;
- la formación de uno o varios óxidos de fragilización tales como Cr₂O₃;
- una fragilización intrínseca de las uniones de granos por el oxígeno;
- 40 - un relajamiento del azufre, también muy fragilizante, por reacción del oxígeno con los precipitados que contienen azufre, resultantes de la elaboración como impurezas.

[0044] Existe un mecanismo similar para los otros fluidos caloportadores. En este caso los átomos de oxígeno provienen de las impurezas presentes en el medio circundante e incluso del material en sí, de manera que la mínima cantidad de oxígeno está compensada por la temperatura más elevada de funcionamiento del componente de aleación a base de níquel.

50 **[0045]** Estudios anteriores (artículo «Oxidation Resistance and critical sulfur content of single crystal superalloys, J. L. Smialek, International Gas Turbine and Aeroengine Congress & Exhibition, Birmingham, 10-13.06.1996) han mostrado que una exposición prolongada (8 a 100 h) a alta temperatura (1200-1300 °C) en una atmósfera hidrogenada permitía desulfurar la superficie de una aleación a base de Ni monocristalino por evaporación de H₂S. Se pretende así reducir los problemas de desconchado del material. Sin embargo, este procedimiento no puede trasponerse sin más a cualquier superaleación a base de Ni no monocristalina. De hecho, en este caso, las temperaturas elevadas provocarían un crecimiento de los granos y de las modificaciones de la estructura cristalina que no se desean forzosamente.

60 **[0046]** Los autores de la invención han realizado así un primer ensayo de tratamiento de una probeta obtenida de una tira de composición C = 0,016 %; Ni = 53,7 %; B = 0,0009 %; Mn = 0,11 %; Mg = 0,0087 %; Mo = 2,88 %; Fe = 18,03 %; Si = 0,12 %; Al = 0,54 %; Co = 0,04 %; P = 0,005 %; Cu = 0,03 %; S = 0,00034 %; Ti = 1,04 %; Cr = 18,1 %; Nb + Ta = 5,15 % bajo un flujo de mezcla Ar-H₂ (5 %), con un polvo NiCoCrAlYTa que recubre la muestra para reducir la presión parcial de oxígeno. Se ha realizado sucesivamente:

- un tratamiento a 980 °C durante 100 h; esta temperatura permite limitar el crecimiento de los granos, pero provoca la precipitación de una fase δ que, habitualmente, se considera indeseable cuando se quiere evitar la fisuración asistida por el entorno;

- una redisolución de la fase δ por una permanencia a 1080 °C durante 1 h, que provoca igualmente un crecimiento de los granos;
- un endurecimiento (envejecimiento) a 720 °C durante 8 h o a 620 °C durante 8 h.

- 5 **[0047]** Después del tratamiento, se desprende un olor a H₂S del horno. Sin embargo, los análisis finos por espectrometría de masas con descarga luminiscente no han mostrado un descenso significativo del contenido de azufre, sino, por el contrario, una reducción muy intensa de los contenidos de los elementos carbono, nitrógeno y, sobre todo, oxígeno.
- 10 **[0048]** Un ensayo de tracción a 650 °C al aire, con una velocidad de tracción de 10⁻³ s⁻¹ muestra una facies de fractura de la probeta con algunos puntos de inicio de fractura intergranular, pero en cantidad significativamente más baja que en muestras de referencia no tratadas.
- [0049]** Un pulido en 15 µm de cada cara de una probeta idéntica a la anterior permite obtener una facies de fractura totalmente dúctil y transgranular, gracias a la eliminación de la zona de superficie no totalmente desensibilizada.
- 15 **[0050]** El pulido es una operación opcional. Su introducción en el proceso de desensibilización permite reducir la duración del tratamiento térmico.
- 20 **[0051]** Por el contrario, una probeta tratada en las condiciones anteriores, separada la ausencia de H₂ en la atmósfera de tratamiento, y después pulida, presentaría siempre una facies de fractura intergranular.
- [0052]** Las ventajas del tratamiento provienen probablemente del carácter altamente reductor de la atmósfera
- 25 del tratamiento térmico, que:
- conlleva una desgasificación de oxígeno, carbono y nitrógeno presentes en la aleación, y más en particular en las uniones de granos;
 - impide una oxidación de la superficie de las muestras.
- 30 **[0053]** Esta supresión de la fragilidad en las uniones de granos es favorable a una desensibilización de los materiales a la fisuración asistida por el entorno.
- [0054]** Se ha llevado a cabo entonces un programa de ensayos destinado a confirmar los buenos resultados
- 35 anteriores y a determinar la gama de tratamientos convenientes.
- [0055]** Las muestras fueron tiras de grosor de 0,27 mm cuya alta sensibilidad a la fisuración asistida por el entorno era conocida (fracturas constatadas durante uso en reactor).
- 40 **[0056]** La temperatura de tratamiento térmico para la desensibilización fue de 990 °C ± 10 °C, para evitar un crecimiento del grano austenítico y limitar la precipitación de fase δ .
- [0057]** La atmósfera de tratamiento fue Ar-H₂ (5 %).
- 45 **[0058]** Las muestras se envolvieron en una hoja de aleación FeCrAlY de composición: Al = 5 %; C = 0,02 %; Cr = 22 %; Mn = 0,2 %; Si = 0,3 %; Y = 0,1 %; Zr = 0,1 %; Fe = el resto.
- [0059]** La duración del tratamiento de desensibilización llegó a 100 h.
- 50 **[0060]** La calidad de la desensibilización a la fisuración asistida por el entorno se determinó:
- por ensayos de tracción al aire a 650 °C a una velocidad del orden de 10⁻³ s⁻¹, de manera que los resultados al final del modo de fractura se consideraron representativos de los que se obtendrían en condiciones de altas temperaturas en medio gaseoso o de sal fundida o metal líquido;
 - por ensayos de tracción lenta (velocidad del orden de 1,7·10⁻⁸ s⁻¹) a 350 °C en medio primario RAP (agua pura desaireada que presentaba un pH a 25 °C igual a 6,4 y contenía 2 ppm de litio añadido en forma de litina y 1200 ppm de boro añadido en forma de ácido bórico, y una presión parcial de hidrógeno ajustada a 0,5 bar con contenidos de F⁻, Cl⁻ y SO₄²⁻ inferiores a 30 ppb, realizados en probetas en V de una forma que simulaba aproximadamente la geometría de las patas de los muelles de rejilla, que son las zonas más sensibles a la fisuración asistida por el entorno;
 - y por ensayos de compresión lenta de muelles de rejilla después de desensibilización.
- 60 **[0061]** Las probetas de aleación 718 sometidas a prueba, de sección 2 x 0,27 mm² o 3 x 0,27 mm², tenían como composición: C = 0,016 %; Ni = 53,7 %; B = 0,0009 %; Mn = 0,11 %; Mg = 0,0087 %; Mo = 2,88 %; Fe = 18,03 %; Si = 0,12 %; Al = 0,54 %; Co = 0,04 %; P = 0,005 %; Cu = 0,03 %; S = 0,00034 %; Ti = 1,04 %; Cr = 18,1 %; Nb + Ta
- 65 = 5,15 %.

[0062] Se sometieron a un tratamiento térmico de desensibilización a la fisuración asistida por el entorno por permanencia a 980 °C en una atmósfera Ar - H₂ (5 %) durante un tiempo de 0h30 a 100 h según los ensayos, seguido por un envejecimiento en la misma atmósfera o al vacío a 720 °C durante 8 h, y después a 620 °C durante 8 h, de acuerdo con los tratamientos de envejecimiento aplicados habitualmente a los productos en cuestión. Para dos ensayos de referencia no se llevó a cabo la desensibilización a 980 °C. Para un ensayo, la envoltura de la muestra en una hoja de FeCrAlY se sustituyó por la introducción de la probeta en una carcasa de FeCrAlY.

[0063] A continuación de este tratamiento, se examinó la facies de fractura, con el fin de determinar si era intergranular (IG), transgranular (TG) o mixta (IG+TG).

[0064] Los resultados se resumen en la tabla 1.

15 **Tabla 1: Condiciones de tratamiento de las muestras de los ensayos de tracción a 650 °C al aire y a 350 °C en medio primario RAP – resultados de los ensayos.**

Ensayo	Tratamiento	Atmósfera	Tipo de rotura
1	720 °C/8h+620 °C/8h	vacío	Mixto
2	720 °C/8h+620 °C/8h y después pulido	vacío	Mixto
3	980 °C/100h+1080 °C/1h+720 °C/8h+620 °C/8h	Ar-H ₂ /vacío	TG
4	980 °C/96h+720 °C/8h+620 °C/8h	Ar-H ₂	TG
5	980 °C/48h+720 °C/8h+620 °C/8h	Ar-H ₂	TG
6	980 °C/48h+720 °C/8h+620 °C/8h, carcasa FeCrAlY	Ar-H ₂	TG
7	980 °C/48h+720 °C/8h+620 °C/8h	Ar-H ₂ /vacío	TG
8	980 °C/39h+720 °C/8h+620 °C/8h	Ar-H ₂ /vacío	TG o mixto
9	980 °C/36h+720 °C/8h+620 °C/8h	Ar-H ₂	TG o mixto
10	980 °C/33h+720 °C/8h+620 °C/8h	Ar-H ₂ /vacío	Mixto
11	980 °C/30h+720 °C/8h+620 °C/8h	Ar-H ₂	Mixto
12	980 °C/27h+720 °C/8h+620 °C/8h	Ar-H ₂	Mixto
13	990 °C/24h+720 °C/8h+620 °C/8h	Ar-H ₂	Mixto
14	980 °C/24h+720 °C/8h+620 °C/8h	Ar-H ₂	Mixto
15	980 °C/21h+720 °C/8h+620 °C/8h	Ar-H ₂ /vacío	Mixto
16	980 °C/18h+720 °C/8h+620 °C/8h	Ar-H ₂ /vacío	Mixto
17	980 °C/15h+720 °C/8h+620 °C/8h	Ar-H ₂ /vacío	Mixto
18	980 °C/12h+720 °C/8h+620 °C/8h	Ar-H ₂	Mixto
19	980 °C/9h+720 °C/8h+620 °C/8h	Ar-H ₂ /vacío	Mixto
20	980 °C/6h+720 °C/8h+620 °C/8h	Ar-H ₂ /vacío	Mixto
21	980 °C/3h+720 °C/8h+620 °C/8h	Ar-H ₂ /vacío	Mixto
22	980 °C/1h+720 °C/8h+620 °C/8h	Ar-H ₂ /vacío	Mixto
23	980 °C/0:30+720 °C/8h+620 °C/8h	Ar-H ₂ /vacío	Mixto

[0065] Los modos de fractura fueron idénticos para las dos condiciones de ensayo.

[0066] Las probetas 1 y 2, que no se sometieron a tratamiento de desensibilización, presentan una facies de fractura mixta intergranular frágil y transgranular dúctil.

[0067] Las probetas 3 a 23 que se sometieron a dicho tratamiento presentan:

- una facies de fractura mixta intergranular frágil y transgranular dúctil, o bien
- una facies de fractura puramente transgranular dúctil.

- 5 **[0068]** El carácter transgranular dúctil de las facies es más acusado cuanto más largo es el tratamiento de desensibilización. A partir de 36 h, se encuentran facies puramente transgranulares, y sistemáticamente las facies se vuelven puramente transgranulares después de 39 h de tratamiento. Para duraciones de tratamiento de 36 a 39 h, se encuentran en el límite de la desensibilización total de las muestras, y la obtención de una desensibilización parcial o total es, en este caso, dependiente de la variabilidad de las condiciones de tratamiento, tales como la temperatura.
- 10 **[0069]** Un tratamiento de desensibilización a 980 °C durante al menos 40 h es por tanto plenamente eficaz en estas tiras para obtener en todos los casos una desensibilización total del material a la fisuración asistida por el entorno en el aire a 650 °C.
- 15 **[0070]** En relación con los efectos del tratamiento térmico de desensibilización en la microestructura del material, se puede decir lo siguiente.
- [0071]** Cuando una aleación 718 se trata a 850-1010 °C, se asiste a la precipitación de una fase δ cuya cantidad depende de la temperatura y del tiempo de tratamiento. La velocidad de calentamiento tiene igualmente una influencia importante en la cantidad de fase δ presente, en particular a temperaturas elevadas, superiores a 950 °C. Para las velocidades de calentamiento más bajas, la fase δ puede formarse durante el calentamiento. Así pues, en función de la temperatura de mantenimiento, la fracción volumétrica de fase δ tiende a aumentar si la temperatura es baja, o a disminuir y después a estabilizarse si la temperatura se encuentra en la parte alta de la horquilla admisible.
- 25 **[0072]** Más allá de aproximadamente 1010 °C (temperatura de solubilidad de la fase δ , que puede variar algunos grados en función de la composición exacta de la aleación), el crecimiento de los granos se acentúa considerablemente, haciendo que la microestructura esté peor adaptada para las aplicaciones privilegiadas de la invención.
- 30 **[0073]** Por el contrario, entre 980 y 1000 °C, para un tiempo de mantenimiento suficiente y para todas las composiciones posibles de una aleación 718, se pueden eliminar las pequeñas partículas intergranulares de fase δ y esferoidizar los precipitados no solubles.
- [0074]** Se ha verificado igualmente que la atmósfera de tratamiento tenía una importancia capital en el éxito del tratamiento de desensibilización, realizando ensayos comparativos en muestras que han experimentado un tratamiento de 96 h a 980 °C en atmósfera de Ar-H₂ (5 %) o bien al vacío. Se desprende claramente que las muestras que han sido tratadas al vacío se rompían con una facies de fractura intergranular frágil durante un ensayo de tracción, mientras que las que habían sido tratadas en atmósfera hidrogenada tenían una facies de fractura transgranular dúctil. La presencia de una atmósfera hidrogenada, que contiene al menos 100 ppm de H₂ mezclado con un gas inerte tal como Ar, o de H₂ puro, es por tanto esencial en el marco de la invención.
- 40 **[0075]** En lo que se refiere al tratamiento de envejecimiento que sigue a la desensibilización en el caso de ciertas aplicaciones privilegiadas de la invención como los muelles de rejilla de ensamblajes de combustible, habitualmente se aconseja no efectuar dichos tratamientos a una temperatura superior o igual a 760 °C. A partir de esta temperatura, se observa la precipitación de fase δ en forma de películas o de cordones en las uniones de granos y un déficit de precipitados ψ' y ψ'' en estos mismos lugares. En consecuencia, durante pruebas en autoclave (350 °C) representativas de las condiciones primarias de un RAP, a menudo se observa una fisuración de las muestras sometidas a una tensión superior o igual al límite de elasticidad de la aleación. Según los diseños habituales, la fase δ formada en exceso a temperatura relativamente baja sería además perjudicial para la sensibilidad a la fisuración asistida por el entorno que la fase δ formada a relativamente alta temperatura (más de 950 °C) durante el tratamiento de desensibilización.
- 45 **[0076]** De hecho, las experiencias realizadas por los autores de la invención muestran que cuando un tratamiento de desensibilización a la fisuración asistida por el entorno (980 °C, 40 h) es realizado antes del envejecimiento (de 740 a 780 °C, 8 h, y después refrigeración en el horno), la sensibilidad a la fisuración asistida por el entorno se suprime en todas las formas, y los envejecimientos así realizados, en esta gama de tratamientos, no tienen influencia diferenciada en la fisuración asistida por el entorno. Simplemente desempeñan su papel habitual de ajuste de las propiedades mecánicas del material. En el caso actual, aumentan su límite de elasticidad.
- 50 **[0077]** Una condición indispensable para la desensibilización de la aleación es que la atmósfera de tratamiento térmico no sea oxidante, y, más todavía, la atmósfera debe permitir la reducción de la capa de óxido por lo general presente naturalmente en la del material. A menos que se use una atmósfera de hidrógeno puro, es muy preferible realizar el tratamiento de desensibilización en presencia de un compuesto que capte el oxígeno presente con más avidez que la pieza que se va a tratar.
- 60
- 65

[0078] Para este fin, puede usarse un metal u otro compuesto muy ávido de oxígeno, tal como Al, Ti, Hf, Zr o una aleación que incluye al menos dicho metal con un alto contenido, o un elemento o un compuesto de elementos tales como Mg, Ca.

5 **[0079]** Es posible recubrir la superficie de la pieza con un polvo de esta aleación, y entonces existe un riesgo de asistir a una calcinación del polvo y a la contaminación de la superficie de la pieza, sobre todo durante los tratamientos más largos, lo que hace difícil la recuperación de la pieza. Sin embargo, este procedimiento se ha ensayado con éxito en el marco de este desarrollo.

10 **[0080]** Por tanto, se puede preferir usar otras dos técnicas que demuestran ser eficaces y no comportan los riesgos presentados por el empleo de polvo.

[0081] Una primera técnica consiste en envolver la pieza en una tira que tiene la composición del metal o de la aleación que desempeña el papel de trampa de oxígeno.

15

[0082] Una segunda técnica consiste en colocar la pieza en una carcasa que incluye una o varias paredes en este metal o en esta aleación.

[0083] Como ejemplo privilegiado, pero no exclusivo, de dicha aleación, se puede citar la aleación FeCrAlY usada durante los ensayos de desensibilización descritos anteriormente. Este material, usado como constituyente de convertidores catalíticos para la industria automovilística, o como constituyente de piezas para máquinas-herramienta o de resistencias eléctricas, está actualmente disponible en el mercado y demuestra ser muy eficaz.

20 **[0084]** Se han realizado igualmente ensayos destinados a probar la sensibilidad a la fisuración asistida por el entorno de muelles de rejillas hechos de una aleación 718 de igual composición que las probetas de tracción citadas anteriormente. Se han probado a 350 °C en medio primario RAP con una velocidad de desplazamiento de 10^{-7} s^{-1} y un desplazamiento impuesto adaptado a los diseños probados.

30 **[0085]** En los muelles que solo han experimentado un tratamiento de envejecimiento, sin previa desensibilización a la fisuración asistida por el entorno, se ha constatado un inicio múltiple de fractura en tres de las cuatro patas del muelle, con una facies de fractura intergranular.

35 **[0086]** La ejecución, antes del envejecimiento, de un tratamiento de desensibilización de 30 h a 990 °C en atmósfera Ar-H₂ 5 %, ha aportado una mejora, en la medida en que las fisuras que inician las fracturas intergranulares se han constatado en una única pata y eran menos numerosas que en ausencia de tratamiento. No obstante, la desensibilización a la fisuración asistida por el entorno no era así total.

40 **[0087]** Por el contrario, los muelles cuyo tratamiento de desensibilización ha durado 42 h a 990 °C no presentaban inicios de fracturas intergranulares. Por tanto, estaban totalmente desensibilizados a la fisuración asistida por el entorno, lo que confirmaba los resultados experimentales anteriores adquiridos en probetas.

45 **[0088]** Se han realizado otros ensayos en probetas de aleación 718 de composición muy próxima a la de los citados anteriormente, pero cuya experiencia mostraba que tenían una menor sensibilidad a la fisuración asistida por el entorno, antes de la desensibilización, que las anteriores, probablemente a causa de diferencias entre las cantidades de material intersticial (C, N y O) presente en los diversos lotes de tiras.

50 **[0089]** En algunos casos, se ha revelado que era posible obtener una desensibilización total a la fisuración asistida por el entorno al cabo de 15 h de tratamiento a 990 °C ± 10 °C. En todos los casos podía obtenerse una desensibilización muy significativa, pero no siempre total, después de 30 h de tratamiento a 990 °C ± 10 °C. A partir de 40 h de tratamiento, la desensibilización total a la fisuración asistida por el entorno, tanto en el aire a 650 °C como en medio primario RAP a 350 °C, era sistemática.

55 **[0090]** En estas condiciones, se propone como condiciones de tratamiento de acuerdo con la invención, realizar la desensibilización a la fisuración asistida por el entorno de una aleación a base de níquel en general, de composición C ≤ 0,10 %; Mn ≤ 0,5 %; Si ≤ 0,5 %; P ≤ 0,015 %; S ≤ 0,015 %; Ni ≥ 40 %; Cr = 12-40 %; Co ≤ 10 %; Al ≤ 5 %; Mo = 0,1-15 %; Ti ≤ 5 %; B ≤ 0,01 %; Cu ≤ 5 %; W = 0,1-15 %, Nb = 0-10 %, Ta ≤ 10 %; siendo el resto Fe, e impurezas inevitables que proceden de la elaboración, y cuya aleación 718 es un ejemplo privilegiado pero no exclusivo, por medio del tratamiento térmico siguiente.

60 **[0091]** La atmósfera está constituida bien por hidrógeno puro o bien por un gas inerte, tal como argón, mezclado con al menos 100 ppm de hidrógeno, estando la ausencia de oxígeno garantizada preferentemente por la presencia en el entorno de la pieza para tratamiento de un compuesto que presenta una mayor afinidad por el oxígeno que dicha aleación a base de Ni. Dicho compuesto puede ser un metal tal como Al, Zr, Ti, Hf o una aleación que contiene al menos uno de estos metales, tal como una aleación FeCrAlY, o un elemento o un compuesto de uno o varios
65 elementos tales como Mg o Ca...

[0092] Al menos durante el tratamiento de desensibilización a la fisuración asistida por el entorno, la aleación a base de Ni puede estar envuelta en una tira de dicho compuesto que presenta una mayor afinidad por el oxígeno, el carbono y el nitrógeno que dicha aleación a base de Ni.

5

[0093] Al menos durante el tratamiento de desensibilización a la fisuración asistida por el entorno, dicha aleación a base de Ni puede colocarse en una carcasa que incluye una o varias paredes hechas de dicho compuesto que presenta una mayor avidez por el oxígeno que dicha aleación a base de Ni.

10 **[0094]** Al menos durante el tratamiento de desensibilización a la fisuración asistida por el entorno, dicha aleación a base de Ni puede sumergirse en un polvo de dicho compuesto que presenta una mayor afinidad por el oxígeno que dicha aleación a base de Ni.

15 **[0095]** Las condiciones precisas de duración mínima y de temperatura de tratamiento dependen de la geometría de los productos y los productos semiacabados para su sensibilización, así como de la calidad de la desensibilización que se busca.

20 **[0096]** La temperatura del tratamiento térmico de desensibilización puede situarse entre 950 y 1160 °C. En general se elegirá una de las dos gamas 950-1010 °C y 1010-1160 °C. La duración de dicho tratamiento térmico de desensibilización puede determinarse usando formulaciones empíricas deducidas de la experiencia. Por ejemplo, para una tira de grosor 0,3 mm y tratada a 980-1000 °C, la formulación siguiente permite determinar la duración mínima de tratamiento necesaria para obtener un producto totalmente desensibilizado:

- t (en horas) = 3,4 x (F %) si la fragilidad inicial F está comprendida entre el 0 y el 10 %

25 - t (en horas) = 0,2 x (F %) si la fragilidad inicial F está comprendida entre el 10 y el 50 %

[0097] La fragilidad F del material se define aquí como la relación entre la longitud acumulada de las zonas de fisuración intergranular y la longitud total del perímetro de la facies de fractura, durante un ensayo realizado en medio representativo de las condiciones de funcionamiento del componente.

30

[0098] La elección de la gama de temperaturas del tratamiento (gama 950-1010 °C o gama 1010-1160 °C) depende esencialmente de la fase de elaboración del material en el que se realiza este tratamiento y de las exigencias requeridas en la microestructura al final del tratamiento.

35 **[0099]** El tratamiento a mayor temperatura es realizado, preferentemente, en el estadio del producto semiacabado, de manera que los tratamientos ulteriores de la gama de elaboración permiten regenerar la microestructura del material si esta se vio afectada desfavorablemente por la desensibilización.

40 **[0100]** El tratamiento a menor temperatura es realizado, preferentemente, en el estadio del producto acabado, y constituye así la última etapa de la elaboración, de manera que en el tamaño de grano en general no influía notablemente el tratamiento de desensibilización.

45 **[0101]** Sin embargo, esta elección no es limitativa: el tratamiento a alta temperatura puede realizarse en producto acabado cuando no se impone ninguna exigencia de microestructura, como por ejemplo en los tubos de guía para barras. Asimismo, el tratamiento a menor temperatura puede realizarse en producto semiacabado, siendo en este caso necesario un tratamiento más largo que a mayor temperatura para obtener una desensibilización total, manteniéndose sin cambios todo lo demás.

50 **[0102]** Sin embargo, se puede desear reducir la duración del tratamiento térmico, especialmente cuando este se realiza en el estadio del producto semiacabado. El producto semiacabado así obtenido será aún, al final del tratamiento, ligeramente sensible a la fisuración asistida por el entorno en superficie, debido a los efectos de borde que llevan a una concentración de los elementos sensibilizadores en la interfaz metal/atmósfera de tratamiento. En este caso, para obtener un producto totalmente desensibilizado, el tratamiento térmico se completa con una operación de eliminación de la capa superficial no totalmente desensibilizada.

55

[0103] La eliminación de la capa superficial puede realizarse por mecanizado y/o pulido químico, electroquímico o mecánico.

60 **[0104]** El tratamiento de desensibilización a la fisuración asistida por el entorno de dicha aleación a base de Ni puede seguirse, si fuera necesario, de tratamientos térmicos de templado, recristalización, disolución o endurecimiento (denominados igualmente tratamientos de envejecimiento) aplicados clásicamente por el experto en la materia en el curso de la elaboración de los productos semiacabados y los productos en aleaciones a base de níquel para facilitar las operaciones de fabricación ulteriores y obtener al final la microestructura y las características mecánicas necesarias para el buen comportamiento en servicio de los componentes. Una condición indispensable es que estos posibles

65 tratamientos térmicos se realicen en atmósfera no oxidante para evitar volver a sensibilizar el material a la fisuración

asistida por el entorno.

[0105] La invención permite obtener piezas y productos semiacabados de los que se proporcionará una lista no exhaustiva.

5

[0106] Una pieza así preparada puede ser un elemento de estructura de ensamblaje de combustible de reactor nuclear.

[0107] Dicha pieza puede ser así un muelle de rejilla o de sistema de retención, o un tornillo.

10

[0108] Dicha pieza puede ser un elemento de los circuitos de refrigeración de un reactor nuclear.

[0109] Dicha pieza puede ser así una tubería, un tubo de guía para barras, un muelle, un intercambiador de calor, un tornillo o un perno, o cualquier otro componente de aleación a base de níquel en contacto con el fluido caloportador.

15

[0110] Un producto semiacabado puede ser una chapa, una tira, un hilo, una barra o incluso una pieza en bruto obtenida, por ejemplo, por forjado, estampado, molido o incluso calcinación, a partir de los cuales se podrán preparar piezas por diversos procedimientos clásicos de conformación, o mecanizado, o corte.

20

[0111] La aleación 718 así tratada, en particular, encuentra una aplicación privilegiada en la fabricación de muelles de rejillas y de componentes de muelles de sistema de retención para ensamblajes de combustible de reactores nucleares, pero puede usarse para constituir otras piezas cuyo uso es compatible con sus propiedades mecánicas y que estarían destinadas a verse expuestas en servicio a un entorno favorable al desarrollo de fisuración

25

asistida por el entorno.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de tratamiento térmico de desensibilización a la fisuración asistida por el entorno de una aleación con base Ni de composición, en porcentajes ponderales: C \leq 0,10 %; Mn \leq 0,5 %; Si \leq 0,5 %; P \leq 0,015 %; S \leq 0,015 %; Ni \geq 40 %; Cr = 12-40 %; Co \leq 10 %; Al \leq 5 %; Mo = 0,1-15 %; Ti \leq 5 %; B \leq 0,01 %; Cu \leq 5 %; W = 0,1-15 %, Nb = 0-10 %, Ta \leq 10 %; siendo el resto Fe, e impurezas inevitables que proceden de la elaboración, **caracterizado porque** se mantiene dicha aleación a 950-1160 °C, en una atmósfera que contiene al menos 100 ppm de hidrógeno mezclado con un gas inerte o en hidrógeno puro, traduciéndose dicha desensibilización en que, después de un ensayo de tracción al aire a 650 °C y una velocidad de 10^{-3} s^{-1} , se observa una facies de fractura mixta transgranular frágil y transgranular dúctil, o una facies de fractura puramente transgranular dúctil.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado porque** dicho tratamiento de desensibilización a la fisuración asistida por el entorno se efectúa entre 950 y 1010 °C.
- 15 3. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado porque** dicho tratamiento de desensibilización a la fisuración asistida por el entorno se efectúa entre 1010 y 1160 °C.
4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** dicho tratamiento de desensibilización a la fisuración asistida por el entorno se efectúa en un producto semiacabado, destinado a someterse a continuación a un tratamiento dirigido a modificar su estructura metalúrgica.
- 20 5. Procedimiento según la reivindicación 4, **caracterizado porque** dicho tratamiento es un tratamiento de templado, de recristalización, de disolución o de endurecimiento, realizado en atmósfera no oxidante.
- 25 6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** dicho tratamiento de desensibilización a la fisuración asistida por el entorno se efectúa en un producto que posteriormente no se somete a un tratamiento dirigido a modificar su estructura metalúrgica.
7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado porque** se procede a un mecanizado y/o a un pulido de la aleación con posterioridad a su desensibilización a la fisuración asistida por el entorno.
- 30 8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado porque** dicho tratamiento de desensibilización se efectúa en presencia de un compuesto que presenta una mayor avidéz por el oxígeno que dicha aleación.
- 35 9. Procedimiento según la reivindicación 8, **caracterizado porque** dicho compuesto es un metal como Al, Zr, Ti, Hf, o una aleación que contiene al menos uno de estos metales o un elemento o un compuesto de elementos como Mg, Ca.
- 40 10. Procedimiento según la reivindicación 9, **caracterizado porque**, al menos durante el tratamiento de desensibilización a la fisuración asistida por el entorno, la aleación a base de Ni está envuelta en una tira de dicho metal o aleación o compuesto que presenta una mayor afinidad por el oxígeno que dicha aleación a base de Ni.
- 45 11. Procedimiento según la reivindicación 9, **caracterizado porque** al menos durante el tratamiento de desensibilización a la fisuración asistida por el entorno, dicha aleación a base de Ni se coloca en una carcasa que incluye una o varias paredes de dicho metal o aleación o compuesto que presenta una mayor avidéz por el oxígeno que dicha aleación a base de Ni.
- 50 12. Procedimiento según la reivindicación 9, **caracterizado porque** al menos durante el tratamiento de desensibilización a la fisuración asistida por el entorno, dicha aleación a base de Ni se coloca en un polvo en dicho metal o aleación o compuesto que presenta una mayor avidéz por el oxígeno que dicha aleación a base de Ni.
13. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 12, **caracterizado porque** la aleación tiene la composición, en porcentajes ponderales: C \leq 0,08 %; Mn \leq 0,35 %; Si \leq 0,35 %; P \leq 0,015 %; S \leq 0,015 %; Ni = 50-55 %; Cr = 17-21 %; Co \leq 1 %; Al = 0,2-0,8 %; Mo = 2,8-3,3 %; Ti = 0,65-1,15 %; B \leq 0,006 %; Cu \leq 0,3 %; Nb + Ta = 4,75-5,5 %; siendo el resto Fe, e impurezas inevitables que proceden de la elaboración.
- 55 14. Procedimiento de fabricación de una pieza de una aleación a base de níquel de composición, en porcentajes ponderales: C \leq 0,10 %; Mn \leq 0,5 %; Si \leq 0,5 %; P \leq 0,015 %; S \leq 0,015 %; Ni \geq 40 %; Cr = 12-40 %; Co \leq 10 %; Al \leq 5 %; Mo = 0,1-15 %; Ti \leq 5 %; B \leq 0,01 %; Cu \leq 5 %; W = 0,1-15 %, Nb = 0-10 %, Ta \leq 10 %; siendo el resto Fe, e impurezas inevitables que proceden de la elaboración, **caracterizado porque** incluye un tratamiento térmico de desensibilización de la aleación a la fisuración asistida por el entorno según una de las reivindicaciones 1 a 12.
- 60 65

15. Pieza hecha de una aleación a base de níquel, **caracterizada porque** dicha aleación ha experimentado un tratamiento térmico de desensibilización a la fisuración asistida por el entorno según una de las reivindicaciones 1 a 13, considerándose que dicha desensibilización se obtiene porque se observa, después de un ensayo de tracción al aire a 650 °C a una velocidad de 10^{-3} s^{-1} , una facies de fractura mixta transgranular frágil y transgranular dúctil, o una 5 facies de fractura puramente transgranular dúctil.
16. Pieza según la reivindicación 15, **caracterizada porque** dicha pieza es un elemento de estructura de ensamblaje de combustible de reactor nuclear.
- 10 17. Pieza según la reivindicación 16, **caracterizada porque** dicha pieza es un muelle de rejilla o de sistema de retención, o un tornillo.
18. Pieza según una de las reivindicaciones 15 a 17, **caracterizada porque** está hecha de una aleación a base de níquel de composición, en porcentajes ponderales: C \leq 0,08 %; Mn \leq 0,35 %; Si \leq 0,35 %; P \leq 0,015 %; S \leq 0,015 %; Ni = 50-55 %; Cr = 17-21 %; Co \leq 1 %; Al = 0,2-0,8 %; Mo = 2,8-3,3 %; Ti = 0,65-1,15 %; B \leq 0,006 %; Cu \leq 0,3 %; Nb + Ta = 4,75-5,5 %; siendo el resto Fe, e impurezas inevitables que proceden de la elaboración.
19. Pieza según la reivindicación 15, **caracterizada porque** dicha pieza es un elemento de los circuitos de refrigeración de un reactor nuclear.
- 20 20. Pieza según la reivindicación 19, **caracterizada porque** dicha pieza es una tubería, o un tubo de guía para barras, o un muelle, o un intercambiador de calor, o un tornillo, o un perno, o cualquier otro componente de aleación a base de níquel en contacto con el fluido caloportador.
- 25 21. Pieza según la reivindicación 15, **caracterizada porque** se trata de un producto semiacabado a partir del cual se pueden realizar piezas mediante un procedimiento de conformación, o por mecanizado, o por corte.
22. Pieza según la reivindicación 21, **caracterizada porque** se trata de una chapa, o de una tira, o de un hilo, o de una barra, o de una preforma.