

UNIVERSIDAD DE OVIEDO

Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica

**DESARROLLO EXPERIMENTAL A ESCALA DE PLANTA
PILOTO DE UN ACERO FERRÍTICO/MARTENSÍTICO
DE ACTIVACIÓN REDUCIDA (RAFM):**

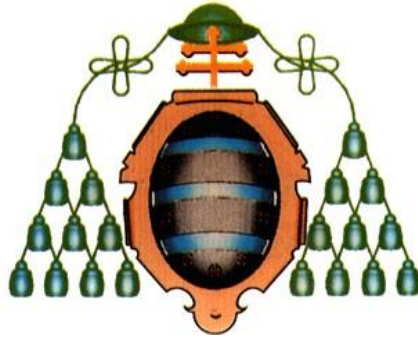
ASTURFER®

Tesis Doctoral

Septiembre 2013

AUTOR: ANA MORÁN DE VEGA

DIRECTOR: DR. FRANCISCO JAVIER BELZUNCE VARELA



UNIVERSIDAD DE OVIEDO

Programa de Doctorado de Ciencia y Tecnología de
Materiales

DESARROLLO EXPERIMENTAL A ESCALA DE PLANTA
PILOTO DE UN ACERO FERRÍTICO/MARTENSÍTICO DE
ACTIVACIÓN REDUCIDA (RAFM):

ASTURFER®

TESIS DOCTORAL

ANA MORÁN DE VEGA

SEPTIEMBRE 2013

A. MARCOS

AGRADECIMIENTOS

En primer lugar, he de expresar mi suerte por tener dos tutores que han dirigido mis pasos en este mundo del acero, totalmente desconocido para mí.

Quería dar las gracias a Javier Belzunce por darme la oportunidad de trabajar y aprender en este proyecto. Gracias por el seguimiento y la supervisión continúa de esta investigación.

Gracias a Jose Manuel Artimez por su paciencia, su tiempo y su guía en el día a día, que ha hecho posible el desarrollo de este proyecto.

Agradecer a mis compañeros de mi ex grupo MAA, por su impecable trabajo y las horas dedicadas a ayudarme tanto con trabajos concretos, como resolviendo dudas y problemas. También a mi nuevo grupo de SID y a mis amigos de ITMA, que me han ayudado en la fase final, y más complicada de la tesis, sobre todo por la motivación y el apoyo constante.

A mi grupo de amigas de siembre y mis amigos de la facultad. Amigos y compañeros de mil y una batallas, con quienes he pasado buenos y malos momentos, con quienes he disfrutado de las cosas simples de la vida, de una charla los viernes de tarde, de una barbacoa en Fresneo o Perlora, viajes y fines de semanas que ayudaban a salir de la rutina y a comenzar el lunes con fuerzas renovadas.

A toda mi familia, pero sobre todo a mis padres y mi hermano Pedro. Gracias por su comprensión, paciencia y ánimo continuo. Sin vosotros no habría llegado hasta aquí, y menos con el ordenador funcionando.

Por último quería darle las gracias a Rober. Has estado ahí en todo el proceso de la tesis, aportándome fuerzas y siendo mi norte. Gracias por ser mi mejor amigo, mi marido y el padre de mi hijo.

***DESARROLLO EXPERIMENTAL A
ESCALA DE PLANTA PILOTO DE UN
ACERO FERRÍTICO/MARTENSÍTICO DE
ACTIVACIÓN REDUCIDA (RAFM):
ASTURFER®***

RESUMEN	7
1. INTRODUCCIÓN	9
1.1. MARCO DEL PROYECTO	11
1.2. FUSIÓN NUCLEAR	11
1.3. REACTORES NUCLEARES	14
1.3.1. REACTORES DE FUSIÓN NUCLEAR.....	15
1.4. DESARROLLO DE MATERIALES EN ITER	19
1.4.1. REQUISITOS DE LOS ACEROS.....	24
1.4.1.1. ACEROS AUSTENÍTICOS.....	25
1.4.1.2. ACEROS FERRÍTICOS.....	26
1.4.1.3. ACEROS FERRÍTICO/MARTENSÍTICOS DE BAJA ACTIVACIÓN.....	26
1.4.1.4. PREOCUPACIONES Y OPCIONES FUTURAS.....	30
1.5. PLANTEAMIENTO DEL TRABAJO	33
1.6. REFERENCIAS	35
2. ESTADO DEL ARTE	39
2.1. EUROFER 97	43
2.1.1. MICROESTRUCTURA.....	48
2.1.2. CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL DEL MATERIAL ENVEJECIDO TÉRMICAMENTE.....	52
2.1.3. PROPIEDADES MECÁNICAS DEL ACERO EUROFER 97.....	54
2.1.4. ENSAYOS DE DUREZA.....	56
2.1.5. PROPIEDADES A TRACCIÓN.....	58
2.1.6. PROPIEDADES DE IMPACTO.....	59
2.1.7. TENACIDAD A LA FRACTURA.....	61
2.1.8. FATIGA.....	65
2.1.9. FLUENCIA.....	67
2.2. EFECTOS DE LA IRRADIACIÓN	72
2.2.1. EFECTOS DE LA IRRADIACIÓN EN EL EUROFER 97.....	77
2.3. SOLDADURA Y UNIONES EN EL ACEROS EUROFER 97	81
2.4. REFERENCIAS	87
3. OBJETIVOS	91
4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	94
4.1. COLADAS EXPERIMENTALES	96
4.1.1. MATERIAS PRIMAS.....	97
4.1.2. FUSIÓN Y MOLDEO.....	100
4.2. DEFINICIÓN DEL PROCESO DE LAMINACIÓN EN CALIENTE	103

4.3. LAMINACIÓN EN CALIENTE.....	106
4.4. CURVAS CCT.....	108
4.5. TRATAMIENTO TÉRMICO.....	108
4.6. CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL.....	109
4.6.1. MICROSCOPIA ÓPTICA Y ELECTRÓNICA DE BARRIDO.....	109
4.7. PROPIEDADES MECÁNICAS.....	110
4.7.1. ENSAYOS DE DUREZA.....	110
4.7.2. ENSAYOS DE TRACCIÓN.....	110
4.7.3. ENSAYOS DE RESISTENCIA AL IMPACTO.....	111
4.7.3.1. FRACTOGRAFÍA.....	111
4.8. ENVEJECIMIENTOS TÉRMICOS.....	111
4.9. CONFORMADO EN FRÍO Y RECRISTALIZACION	112
4.10. SOLDABILIDAD.....	115
4.11. REFERENCIAS.....	117
5. ESTUDIO DEL PROCESO DE FABRICACIÓN DE COMPONENTES DE ACERO EUROFER	118
5.1. COLADAS EXPERIMENTALES.....	120
5.2. CONFORMADO EN CALIENTE.....	122
5.2.1. ENSAYOS DILATOMÉTRICOS.....	123
5.2.2. LAMINACIÓN EN CALIENTE.....	128
5.3. TRATAMIENTOS TÉRMICOS.....	131
5.3.1. DETERMINACION DE LAS CURVAS CCT.....	131
5.3.2. DISEÑO DEL TRATAMIENTO TÉRMICO.....	139
5.3.2.1. TRATAMIENTO TÉRMICO EN ESTADO DE BRUTO DE COLADA.....	139
5.3.2.2. TRATAMIENTO TÉRMICO EN ESTADO DE BRUTO DE LAMINACIÓN EN CALIENTE.....	143
5.3.2.3. DISEÑO DEL TRATAMIENTO TÉRMICO DE TEMPLE.....	151
5.3.2.3.1. INFLUENCIA DE LA TEMPERATURA DE TEMPLE.....	152
5.3.2.3.2. VARIACIÓN DEL MEDIO DE TEMPLE.....	154
5.4. MATERIAL EN ESTADO FINAL DE TRATAMIENTO TÉRMICO.....	157
5.4.1. CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL Y DUREZA.....	158
5.4.2. ENSAYOS DE TRACCIÓN.....	161
5.4.3. ENSAYOS DE RESISTENCIA AL IMPACTO.....	162
5.5. MATERIAL ENVEJECIDO.....	167
5.5.1. CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL Y DUREZA.....	167
5.5.2. PROPIEDADES MECÁNICAS.....	170
5.5.2.1. ESTADO DE BRUTO DE COLADA.....	170
5.5.2.2. ESTADO FINAL DE TRATAMIENTO TÉRMICO.....	171
5.6. REFERENCIAS.....	173

6. ESTUDIOS PRELIMINARES DE CARA A FABRICACIÓN DE COMPONENTES	174
6.1. CONFORMADO EN FRÍO Y RECRISTALIZACION	180
6.1.1. MICROESTRUCTURA Y DUREZA RESULTANTE DEL RECOCIDO TÉRMICO DE ABLANDAMIENTO.....	180
6.1.2. MICROESTRUCTURA Y DUREZA DE LAS MUESTRAS LAMINADAS EN FRÍO.....	181
6.1.3. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO DE ALTA RESOLUCIÓN.....	183
6.1.4. ESTUDIO DILATOMÉTRICO DEL PROCESO DE RECRISTALIZACIÓN.....	184
6.1.5. INFLUENCIA DE LA TEMPERATURA Y DEL GRADO DE DEFORMACIÓN PREVIO A LA RECRISTALIZACIÓN.....	187
6.1.6. ESTUDIO CINÉTICO DEL PROCESO DE RECRISTALIZACIÓN A 750 °C.....	189
6.2. SOLDABILIDAD	192
6.2.1. MACROGRAFIAS Y MICROESTRUCTURAS.....	192
6.2.2. PERFILES DE DUREZA Y TRATAMIENTOS TÉRMICOS POST-SOLDEO.....	198
6.3. REFERENCIAS	203
7. ANEXO I. CALIDADES EXPERIMENTALES	205
8. CONCLUSIONES	239

RESUMEN

Se ha llevado a cabo el desarrollo experimental y el proceso de optimización de un acero ferrítico- martensítico de activación reducida (RAFM) a escala de planta piloto, con una composición química y propiedades metalúrgicas muy próximas a las del acero Eurofer, principal candidato para la fabricación de los módulos de ensayo del blanket (TBM) y los breeding blankets (envotura regeneradora) de la primera fase de operación del reactor de fusión nuclear DEMO.

Utilizando una planta piloto de fusión dotada de un horno de inducción de alto vacío, se desarrolló una calidad experimental de acero RAFM con el objetivo de controlar y minimizar al máximo las impurezas y así garantizar una activación reducida tras su uso.

Se ha llevado a cabo el proceso completo de producción del acero, la evaluación de su microestructura y propiedades mecánicas, así como la determinación de las curvas CCT (Continuous Cooling Transformation) y los efectos del envejecimiento térmico.

También se han realizado estudios de dilatometría y técnicas de deformación en caliente para la obtención de los parámetros necesarios para la definición de unos tratamientos térmicos y termomecánicos óptimos, que garanticen las propiedades requeridas.

Todos los resultados obtenidos, tanto a nivel microestructural como de las propiedades mecánicas, han mostrado que se han conseguido unos valores similares al comportamiento del acero EUROFER 97-2.

ITMA Materials Technology junto con la División de Materiales Estructurales de la División de Tecnología de CIEMAT, han demostrado la capacidad de producir a escala semi-industrial y replicar la certificación (composición de baja activación, microestructura martensítica, niveles de precipitados de δ -ferrita, propiedades termomecánicas, etc.) del EUROFER, introduciendo una serie de mejoras en el proceso de obtención, que han permitido obtener un mejor comportamiento del material durante algunos de los ensayos de caracterización, lo que ha motivado el registro de la marca ASTURFER®.

1. INTRODUCCIÓN

1.1. MARCO DEL PROYECTO

El trabajo reflejado en esta tesis se corresponde con la Tarea **T4** establecida en el Proyecto CONSOLIDER TECNO_FUS INGENIO 2010, financiado por el Ministerio de Ciencia e Innovación.

El objetivo general del proyecto CONSOLIDER TECNO_FUS consiste en el desarrollo de un diseño de envoltura regeneradora “Doble Refrigerante Modular He/Pb15.7Li” y de sus sistemas auxiliares para una planta de producción de energía con origen en la fusión nuclear, es decir se trata de desarrollar el conjunto de tecnologías de base implicadas en la concepción de esta nueva y prometedora forma de producir energía.

El equipo humano completo del proyecto está formado por 21 grupos de diferentes instituciones, universidades y centros tecnológicos de toda España, que están realizando un conjunto de 9 tareas de I+D, que van desde la computación y diseño neutrónico hasta el desarrollo de materiales específicos necesarios, como “EUROFER”, Li6, Eutéctico de Li-Pb o la producción de materiales compuestos SiC/SiC.

1.2. FUSIÓN NUCLEAR

El consumo actual de energía del mundo se cubre casi totalmente mediante los recursos de la energía fósil (carbón, petróleo, gas) y la liberación de la energía contenida en estos productos implica el desprendimiento de enormes cantidades de CO₂. Hoy en día, la concentración atmosférica de CO₂ se sitúa en el rango 385-390 ppm (datos de DBI/Century Fuels [1]). El fuerte impacto medio ambiental de estas emisiones está exigiendo el desarrollo nuevas fuentes de energía a medio-largo plazo. Además, la demanda mundial de energía está aumentando sustancialmente en el curso de este siglo debido particularmente al incremento de población y al fuerte ritmo de desarrollo de países como China o India. La fusión nuclear ofrece una opción muy interesante como fuente de energía benévola con el medioambiente, que utiliza recursos de combustible casi ilimitados [2-4]

Mientras que con la combustión de una tonelada de combustible fósil se obtienen 42 GJ de energía, con la fisión total de un gramo de ^{235}U se obtienen 83 GJ, pero la fusión nuclear es aun más energética, puesto que con un solo gramo de combustible (deuterio y tritio) se obtienen 330 GJ. Las Figura 1.1 y Figura 1.2 muestran respectivamente el esquema de las reacciones de fisión y fusión:

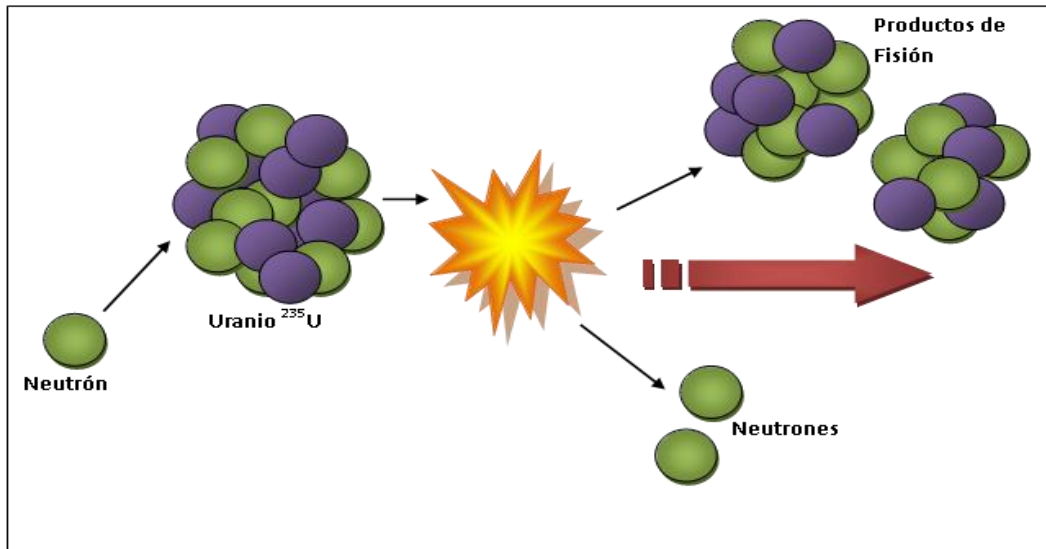


Figura 1.1. Reacción de Fisión: $n + ^{235}\text{U} \rightarrow 2.5n + \text{productos de Fisión} + 200\text{MeV}$

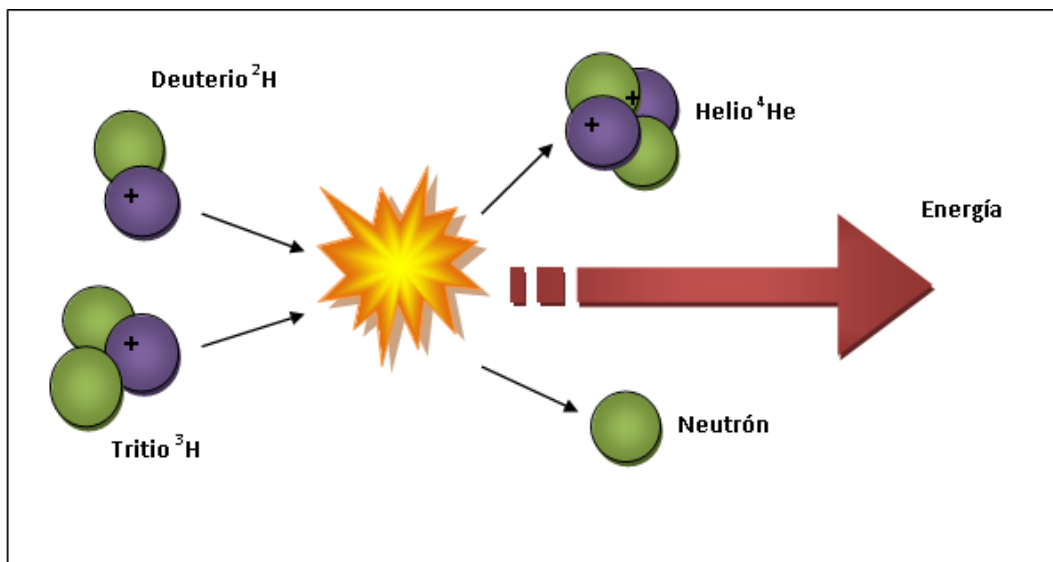


Figura 1.2. Reacción de Fusión entre Deuterio y Tritio: $D + T \rightarrow \text{He} + n + 17.6\text{MeV}$

La fusión nuclear es el proceso que tiene lugar en el núcleo del sol y constituye la fuente de la energía solar. Lo que vemos como luz y sentimos como calor es el resultado de la reacción de fusión: núcleos de hidrógeno colisionan y se funden en átomos de helio, más pesados, liberándose una enorme cantidad de energía en el proceso. En el comienzo del universo, las fuerzas gravitacionales crearon las condiciones necesarias para la fusión. Durante billones de años, la gravedad reunió las nubes de hidrógeno en el joven universo en enormes cuerpos estelares. En las condiciones de extrema densidad y temperatura de los núcleos atómicos de hidrógeno tiene lugar el proceso de fusión [4]

Los átomos adquieren una mayor velocidad al alcanzar temperaturas más elevadas. En el núcleo del sol, las temperaturas se sitúan alrededor de los 15.000.000°C. En estas condiciones los átomos de hidrógeno están en un estado de agitación violenta, colisionando unos con otros a altas velocidades. La repulsión electrostática natural que existe entre las cargas positivas de los núcleos llega a vencerse y los átomos se fusionan. La fusión de dos átomos ligeros de hidrógeno (H-H) produce un elemento más pesado, el helio. La masa del átomo de helio resultante no es exactamente la suma de la masa de los átomos iniciales, sino que en esta reacción se pierde algo de masa, lo que proporciona un fuerte desprendimiento de energía. Este proceso viene descrito por la fórmula de Einstein, $E=mc^2$, donde la pérdida de masa (m), multiplicada por el cuadrado de la velocidad de la luz (c^2) nos permite calcular la energía desprendida en el proceso de fusión nuclear.

En el sol se transforman 600 millones de toneladas de hidrógeno en helio en cada segundo, produciéndose de esta forma una cantidad desmesurada de energía. Sin embargo, sin el beneficio de las fuerzas gravitacionales, el desarrollo del proceso de fusión nuclear en la tierra requiere diferentes condiciones. La reacción de fusión más eficiente conseguida en un laboratorio es la reacción entre dos isótopos del hidrógeno, el deuterio (D) y el tritio (T) (Figura 1.2.). La reacción deuterio-tritio requiere alcanzar temperaturas de al menos 150.000.000 °C, es decir, una temperatura hasta diez veces superior a la temperatura de la reacción H-H del núcleo del sol.

1.3. REACTORES NUCLEARES

El 2 de diciembre de 1942, Enrico Fermi lideró un grupo de científicos en lo que sería el primer reactor nuclear del mundo, CP1, que produjo la primera reacción nuclear controlada y autosostenida (Chicago, 1942). En 1951, se puso en funcionamiento el primer reactor experimental del mundo que produjo electricidad, EBR-1, (Idaho EEUU). Y ya en 1954, se construyó en Obninsk, a 100 km de Moscú, la primera estación de energía nuclear a escala comercial (AM-1), que generaba 5 MW.

En los años 50 y principios de los 60 se desarrollaron las primeras plantas de energía nuclear comerciales como el reactor Magnox en Calder Hall (UK, 1956) o el reactor de agua a presión de Shippingport (USA, 1957) [5].

Los diseños de los reactores nucleares de fisión han evolucionado desde la primera generación, pasando por la segunda generación que incluyen los reactores PWR, BWR y Magnox de los años 70 y 80 y tercera generación, que serían más económicos tanto desde el punto de vista constructivo como de operación, además de introducir importantes mejoras en los sistemas de seguridad pasivos. Finalmente, los diseños para los reactores de cuarta generación están siendo desarrollados para su futura utilización, que se estima tendrá lugar sobre 2030 (Figura 1.3). Los diseños de estos nuevos reactores deben atender principalmente las preocupaciones relacionadas con factores clave como el económico, la seguridad y la gestión de los residuos [5].

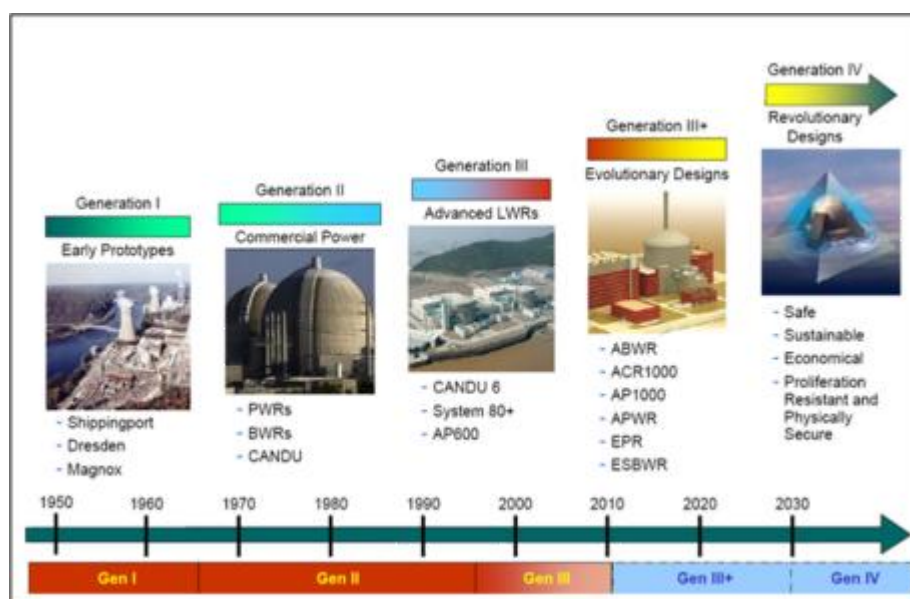


Figura 1.3. Evolución temporal de los reactores nucleares

Para el diseño de estos nuevos reactores se manejan distintos conceptos tales como Sodium Fast Reactors (SFR), Lead Fast Reactors (LFR), Gas Fast Reactors (GFR), Very High Temperature Reactors (VHTR), Super Critical Water Reactors (SCWR) y para cada uno de estos conceptos se está llevando a cabo una selección de materiales, que van desde aceros conocidos como el acero ferrítico T91 o el austenítico AISI 316L a aceros de activación reducida, aceros ODS (Oxide Dispersion Strengthened, o aceros endurecidos por dispersión de óxidos) hasta materiales compuestos SiC-SiCf y aleaciones de base Níquel [5].

1.3.1. Reactores de fusión nuclear

A partir de los primeros experimentos de fusión llevados a cabo en los años 30, se establecieron en casi todas las naciones industrializadas los laboratorios de física de la fusión. En 1946 se patentó el primer diseño de reactor termonuclear, aunque no fue hasta 1955, cuando John D. Lawson definió las condiciones mínimas necesarias de tiempo, densidad y temperatura que debía alcanzar el combustible nuclear (núcleos de hidrógeno) para que la reacción de fusión se mantuviera. A mediados de los 50, las “máquinas de fusión” estaban operativas en la Unión Soviética, Reino Unido, Estados Unidos, Francia, Alemania y Japón. De este modo la comprensión científica del proceso de fusión fue desarrollándose poco a poco.

En 1951, comenzó el programa de fusión de Estados Unidos, sobre la base del Stellarator. En el mismo año comenzó en la Unión Soviética, en el instituto Kurchatov de Moscú, la experimentación con configuraciones toroidales. El T-1, considerado el primer Tokamak de la historia, comenzó a operar en 1985. El diseño Tokamak consiste en un dispositivo de confinamiento magnético con forma de rosquilla. Desde ese momento, la investigación se ha centrado principalmente en el concepto Tokamak en lugar del Stellarator [3-6]. Este primer reactor T-1 ha sido seguido de numerosos “Ts” hasta 1988, año en el que se ha desarrollado el último producto de esta serie, el T-15, que quedaría fuera de servicio en 1995, aunque hay planes para su reactivación como apoyo experimental al programa ITER [4].

Desde un primer momento la comunidad europea se unió en torno al desarrollo e investigación en el campo de la fusión nuclear. Un ejemplo claro fue la creación del *Joint European Torus* (JET) en Culham, UK, en operación desde 1983. En 1991, el JET Tokamak (Figura 1. 4) logró por primera vez una cantidad significativa de energía en reacciones nucleares de fusión controladas, logrando entre 1.5 y 2 MW [4, 7].

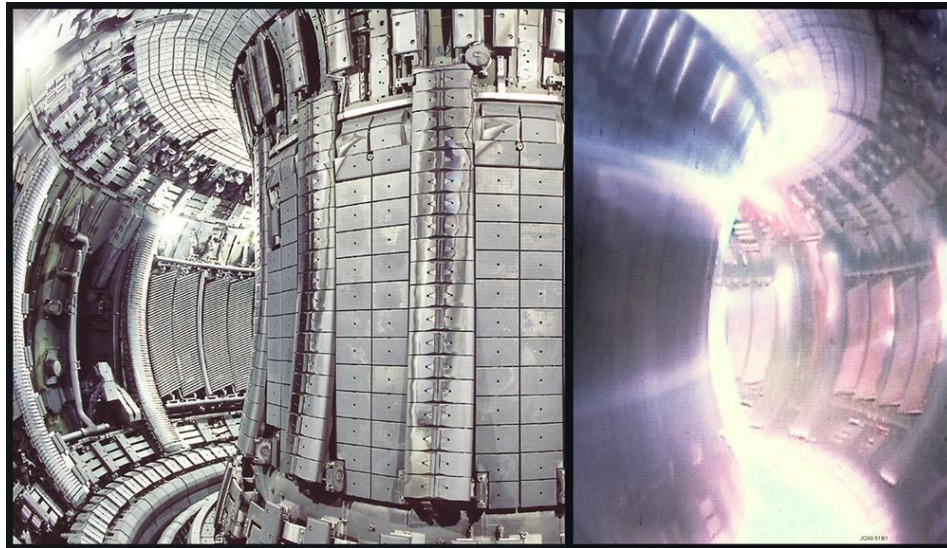


Figura 1. 4. *Joint European Torus, Culham, UK.*

El progreso en fusión ha sido constante desde entonces. El Tore Supra Tokamak (Cadarache, Francia) ha registrado la mayor duración en tiempo de confinamiento de un Tokamak (6 min y 30 segundos). El JT-60 japonés, ubicado en Naka y en funcionamiento desde 1985, ha registrado los mayores valores de densidad, temperatura y tiempo de confinamiento. Actualmente se cuenta con una versión mejorada, JT-60SA [8], que sirve de apoyo y soporte a la investigación del proyecto ITER, mientras que en las instalaciones de fusión estadounidenses, con su reactor TFTR situado en Princeton, New Jersey, se alcanzaron temperaturas de varios cientos de millones de grados Celsius [9].

Actualmente, la investigación en el campo de la fusión se centra en el desarrollo de las condiciones de temperatura, densidad de plasma y tiempo de confinamiento necesarias para alcanzar el llamado “Fusion Energy gain factor” (representado como Q), que relaciona la energía de fusión producida por un reactor de fusión nuclear con la energía requerida para mantener el plasma en estado estacionario. El “record” lo ostenta el reactor JET, que ha logrado generar un 70% de

la potencia de entrada. A lo largo de 1997, el Joint European Torus (JET) ha logrado tres records mundiales: la obtención de 22 MJ de energía de fusión en un pulso, un pico de 16 MW de potencia y la generación de un 65-70% de la potencia de entrada [3, 7].

El siguiente paso en el mundo de la fusión nuclear será la construcción del reactor ITER (Figura 1.5), diseñado para producir más energía de la que consume. Concretamente se espera alcanzar valores de 500 MW de salida por cada 50 MW de entrada, es decir, alcanzar un $Q \geq 10$ y constituir por lo tanto el primer experimento de fusión capaz de producir energía neta [4].

El proyecto ITER se ha iniciado con el proceso de “actividades de diseño conceptual” (CDA) en Abril de 1988. El CDA ha tenido lugar en Garching, Alemania, en el instituto Max Planck de Física de Plasma, donde alrededor de 50 profesionales representando a todos los participantes del proyecto ITER, se reunieron durante seis meses al año hasta 1990, bajo el patrocinio de la Agencia Internacional de Energía Atómica (IAEA). Los objetivos del CDA eran definir las características técnicas de ITER y el estudio y análisis tanto de los recursos existentes, como de los necesarios, del impacto medioambiental y de la seguridad.

La construcción del reactor experimental ITER (International Thermonuclear Experimental Reactor) se ha iniciado en 2008 en Cadarache, Francia. En Abril del 2007 se inauguró en Barcelona la agencia europea para apoyo y desarrollo del ITER y de la energía de fusión, Fusión for Energy (F4E), que además de ser parte administrativa y soporte del proyecto ITER, también constituirá un pilar importante en los pasos sucesivos, desarrollo de DEMO y “Broader Approach” [6]. El “Broader Approach”, también llamado Centro de investigación de energía de fusión (IFERC), se inauguró en abril del 2009 en Rokkasho, Japón para dar soporte al reactor ITER y en un futuro al DEMO [10].

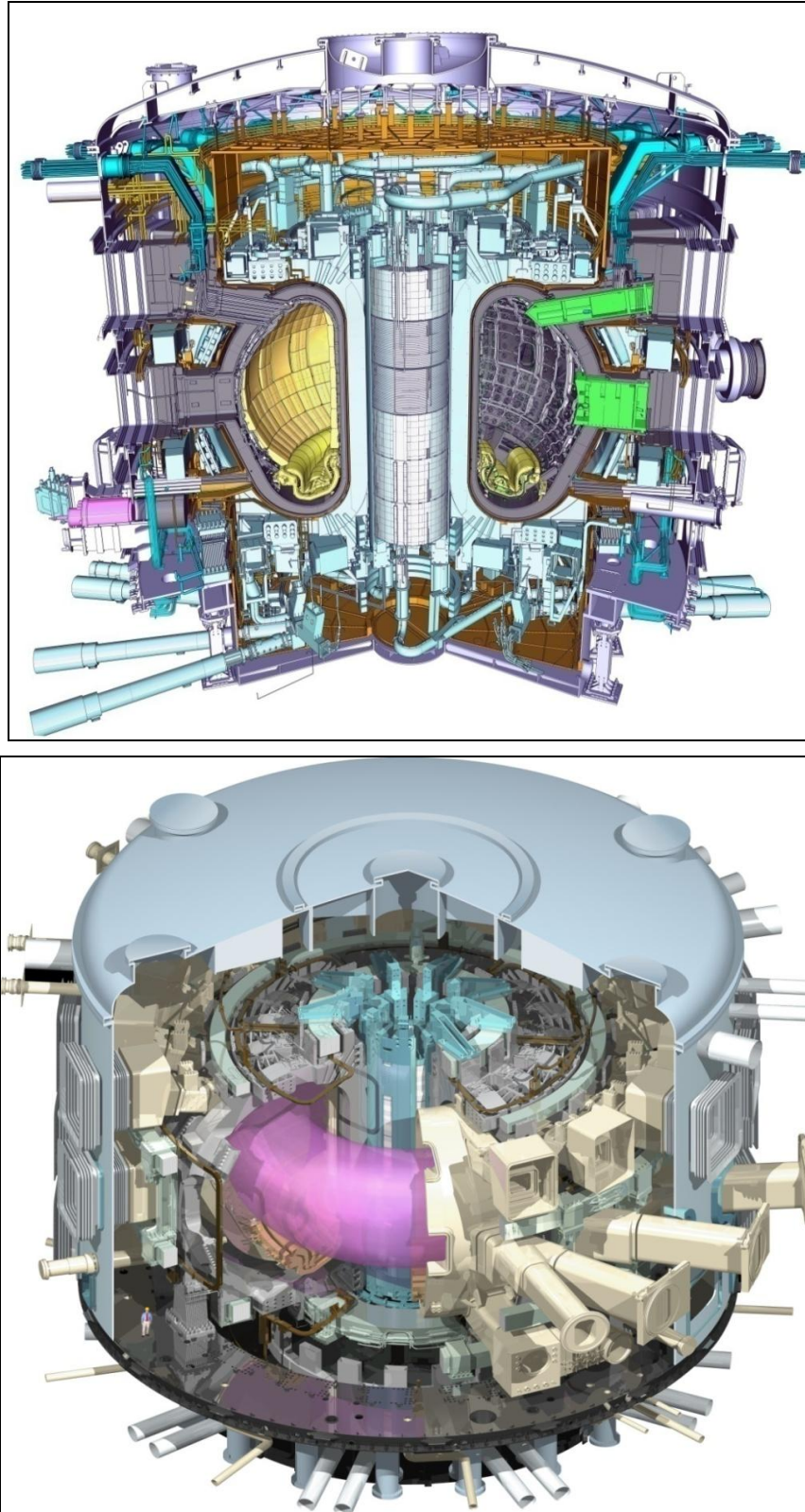


Figura 1.5. *Esquemas del Reactor Experimental de fusión ITER*

El ITER es un reactor de fusión de tipo Tokamak basado en el confinamiento magnético. El campo magnético contiene y controla el plasma caliente. La fusión

entre los átomos de deuterio y tritio (D-T) producirá un núcleo de helio, un neutrón y energía (figura 1.2.). Los neutrones generados en la reacción de fusión adquieren alrededor del 80% de la energía producida en el plasma, y al no tener carga eléctrica, no se ven afectados por el campo magnético existente en el reactor y serán absorbidos por las paredes que rodean el Tokamak, transfiriendo en ellas dicha energía en forma de calor.

Este calor será dispersado en ITER a través de unas torres de refrigeración, mientras que, en el posterior prototipo DEMO y en futuras instalaciones industriales de fusión, el calor se utilizará para la producción de vapor de agua que, a su vez, mediante turbinas y alternadores generará electricidad.

La central energética de “demostración” o DEMO, constituirá el siguiente paso tras el ITER, y será el predecesor del reactor de fusión a escala comercial. Su construcción se ha planificado tras unos años de operación del ITER. El DEMO generará electricidad (está diseñado para producir entre 2000-4000 MW) y en él se investigarán y ensayarán todas las tecnologías necesarias en el reactor comercial futuro [11, 12].

1.4. DESARROLLO DE MATERIALES EN ITER

El mayor problema relacionado con la seguridad y el impacto medioambiental de un reactor de fusión es la radioactividad inducida en las estructuras de la primera pared (FW, first wall) y envoltura (blanket) del reactor. Aparte del peligro de un accidente que liberase parte de la radioactividad inducida o de las dificultades a la hora de realizar mantenimientos y reparaciones en la planta, existe también el problema del almacenamiento de los residuos de alta radioactividad del blanket y FW tras el periodo útil de operación del reactor [13].

Todos estos problemas se aliviarían en gran medida utilizando materiales estructurales de baja activación. La US Nuclear Regulatory Commission sentó las bases de una clasificación para residuos nucleares que se resumen en la Tabla 1.1, donde igualmente se indican las condiciones exigibles de almacenamiento en cada caso.

Posteriormente el DOE Panel on Low Activation Materials, tomando como base la clasificación anterior, estableció unos límites de concentración para los elementos de aleación más comunes empleados en la fabricación de los componentes de FW y del blanket con objeto de limitar la radioactividad de estos productos tras 9 MW·año/m² de exposición en el reactor. De este modo, debería eliminarse completamente el Niobio y reducir de forma severa las concentraciones de Níquel, Molibdeno y Nitrógeno de todos los materiales estructurales. El Cobre, considerado como impureza, también se tendría que controlar [13].

Tabla 1.1. Clasificación de residuos nucleares y formas de almacenamiento [13].

Tipo de residuo	Nivel de radioactividad del producto	Eliminación o almacenamiento
Clase A	Decae a niveles aceptables en el propio sitio de ocupación	----
Clase B, estable	Decae en 100 años a niveles no peligrosos para la salud y la seguridad.	Cubrir para reducir la radiación en superficie
Clase C	Decae a niveles de seguridad aceptables en más de 100 años, pero en menos de 500.	Se almacenarán al menos 5 m por debajo de la superficie utilizando barreras naturales o construidas
Residuos que no se puedan incluir en Clase C	Decae en más de 500 años	No hay propuestas de almacenajes cercanos a la superficie. Se considerarán las opciones caso a caso.

Los principales componentes irradiados en un reactor de fusión nuclear son la envoltura regeneradora, el breeding blanket, del que se hablará más adelante, el divertor y la primera pared (FW). De acuerdo con esto, se tendrían tres grandes grupos de materiales irradiados que serían los materiales orientados al plasma, que

sirven como blindaje al resto de materiales; los materiales funcionales y los materiales estructurales, que componen la estructura básica del reactor de fusión. La cualificación de estos últimos materiales es fundamental, puesto que se requiere que posean una elevada resistencia mecánica, capacidad de soportar altos niveles de irradiación neutrónica (alrededor de unos 150 dpa*), además de una elevada resistencia mecánica a alta temperatura [14].

Los candidatos a materiales estructurales deben tener una composición química basada en los criterios de activación reducida establecidos. De este modo, se seleccionaron cuatro grupos principales, que se encuentran en estudio actualmente, los aceros ferrítico-martensíticos de activación reducida, RAFM 9-10%CrWTa y su versión con dispersión de óxidos del tipo Y_2O_3 , ODS-RAFM, las aleaciones de vanadio del tipo V-4Cr-4Ti, el carburo de silicio reforzado con fibras igualmente de carburo de silicio, SiC_f/SiC y las aleaciones refractarias (base W o base Ta) [15].

Centrándonos en la envoltura, blanket, del reactor, cabe decir, que consiste en una serie de módulos situados en el interior de la vasija de vacío del reactor (figura 1.6) formados por una primera pared que consta de una capa de berilio de 10 mm de espesor y una capa de cobre de también 10 mm, con lo que se logra una buena difusión del calor. La segunda pared, enteramente de acero, de unos 300 mm de espesor, porta numerosos conductos por los que circula el agua de refrigeración. En un primer momento se utilizará acero inoxidable austenítico AISI 316LN en la totalidad del blanket del reactor. Posteriormente, se sustituirán alguno de los módulos de este acero por módulos constituidos por los materiales de baja activación anteriormente citados y utilizando, en muchos casos, distintos conceptos de diseño.

Las funciones principales del blanket son las de proporcionar el aislamiento necesario a la estructura de la vasija de vacío y a los imanes superconductores, absorber el flujo neutrónico, las partículas generadas por el plasma y el calor producido en la reacción de fusión, estabilizando el plasma en la medida de lo posible, además de ser la plataforma-estructura necesaria para la prueba de sistemas TBMs (Test Blanket Modules) [16].

*dpa: desplazamiento por átomo

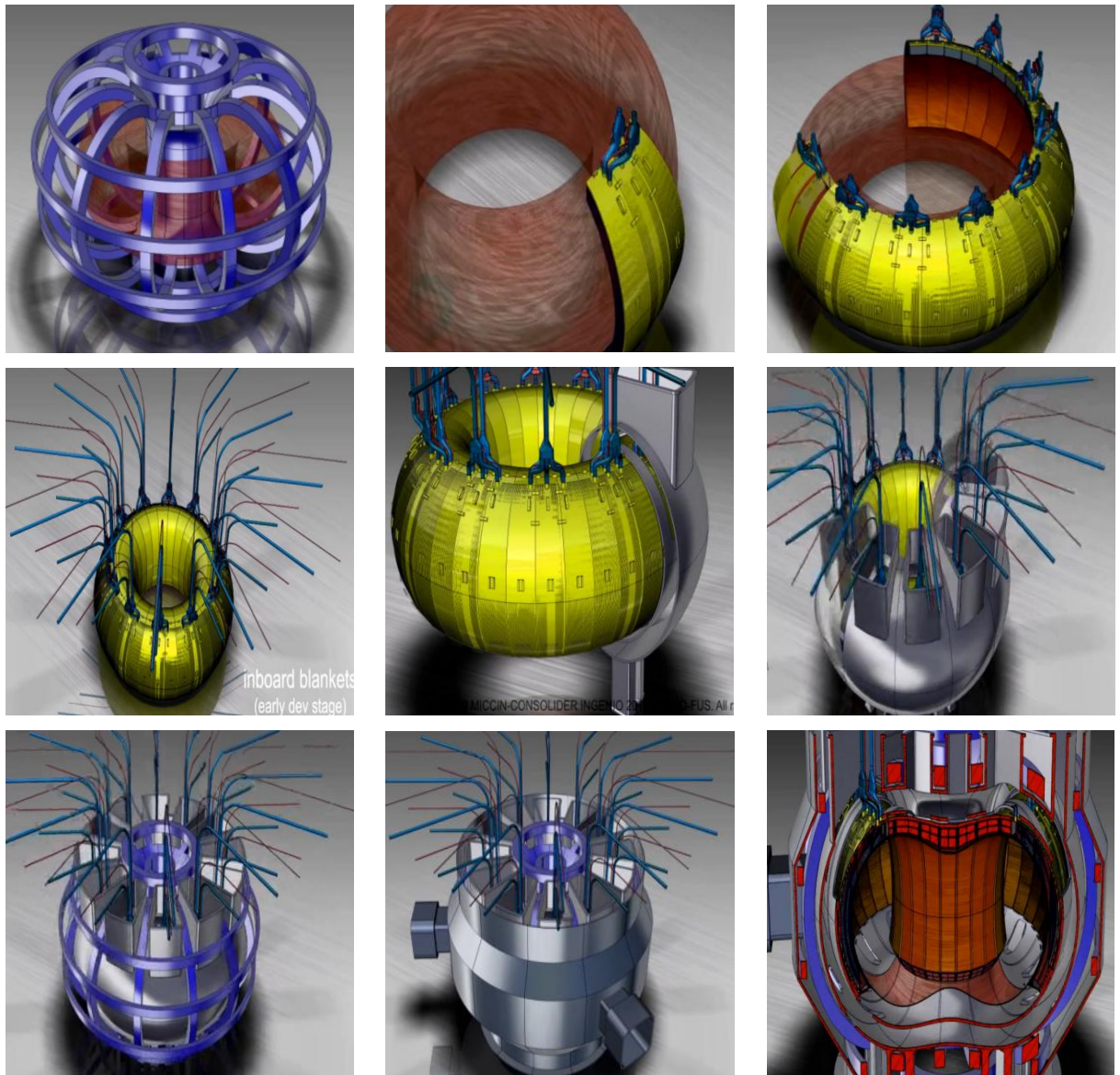


Figura 1.6. Esquema del reactor de fusión y del blanket del mismo [17]

Estos sistemas pretenden regenerar el tritio, dentro del reactor de fusión. Recuérdese que el tritio y el deuterio son los combustibles necesarios para la reacción de fusión (figura 1.2.) y, mientras el deuterio puede extraerse del agua de mar, el contenido de tritio en la corteza terrestre es muy limitado (se estima que existen tan solo unos 20 kg). En DEMO serán necesarios 300g de tritio al día para producir 800 MW de energía eléctrica, por lo que es esencial el estudio de su

regeneración mediante bombardeo neutrónico con litio [4], tal y como se muestra en la Figura 1. 7.

El proyecto TBM (Test Blanket Module) para ensayar en ITER se inició en 1995 con la constitución del ITER Test Blanket Working Group, un proyecto internacional con la participación de 7 socios de ITER para el desarrollo de seis TBMs y tres puertos ecuatoriales en ITER.

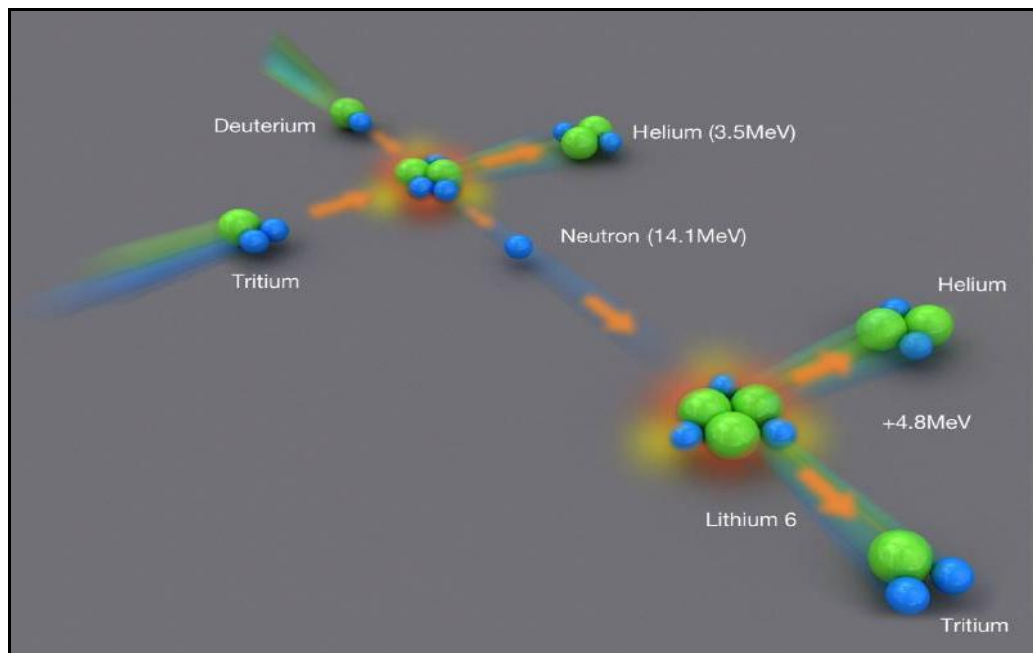


Figura 1. 7. *Reacción de regeneración del tritio a partir de litio [18]*

Los principales objetivos de los TBM son demostrar los principios de la autosuficiencia del tritio en sistemas prácticos y llevar a cabo el desarrollo tecnológico necesario para instalar capacidades regenerativas para proveer al DEMO con tritio. Para ello se está estudiando la viabilidad de distintos conceptos de TBM. Japón se centra en el desarrollo de “Water-Cooled Ceramic Breeder (+Be) TBM”, China en el concepto de “Helium-Cooled Ceramic Breeder (+Be) TBM”, India estudia el “Lithium Lead Ceramic Breeder TBM” (con un doble refrigerante, a base de LiPb y He), mientras los Estados Unidos y Corea están trabajando también en el mismo concepto de doble refrigerante PbLi y Helio, Lithium Lead TBM [19].

A corto plazo, el programa Europeo del Breeding Blanket para DEMO se centra como primer paso en el desarrollo de dos conceptos de Breeding Blankets, denominados Helium-Cooled Lithium Lead TBM (HCLL) y Helium-Cooled Pebble Beds TBM (HCPB) (Figura 1.8). En el grupo europeo de desarrollo de sistemas TBM participan centros como el FZK (Alemania), CEA (Francia), ENEA (Italia), HAS (Hungría), CIEMAT (España) y IPP-CR (República Checa) [19].

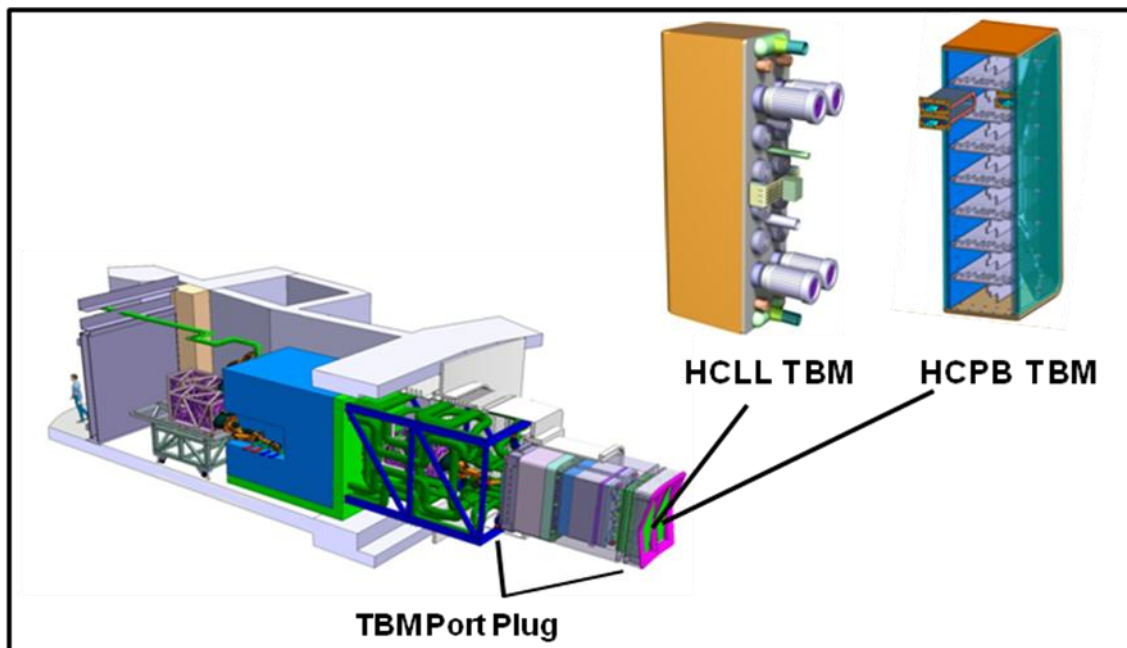


Figura 1.8. HCLL y HCPB TBMs

1.4.1. Requisitos de los aceros

Las centrales de generación de energía en el curso de su desarrollo siempre han necesitado desarrollar nuevos aceros, normalmente de la familia Cr-Mo, capaces de satisfacer las cada vez mayores temperaturas de operación necesarias para incrementar la eficiencia termodinámica de estos procesos [20]. En el campo nuclear se han desarrollado también nuevos aceros que han debido cumplir además los criterios de fusión, es decir, baja activación radiológica para evitar la larga vida del material radioactivo una vez fuera de uso y requerimientos específicos en cuanto a propiedades mecánicas durante el tiempo de operación (los componentes trabajarán a temperaturas de operación de 550-600°C, soportando una tensión de trabajo que se

estima en torno a 50 MPa) bajo un fuerte bombardeo neutrónico. En estas aplicaciones los principales candidatos son tanto los aceros austeníticos y ferríticos, como las aleaciones de vanadio y los carburos de silicio [21]. De cualquier manera, actualmente el mayor desarrollo experimental en materiales estructurales de fusión corresponde a los aceros ferrítico/martensíticos de activación reducida.

1.4.1.1. Aceros Austeníticos

Sin embargo, la primera opción que se ha contemplado fue la de los aceros inoxidables austeníticos. A principios de los años setenta, los aceros inoxidables austeníticos eran los candidatos favoritos en la construcción de reactores refrigerados por metal líquido debido a sus buenas propiedades frente a la corrosión y su resistencia a altas temperaturas, así como por su excelente soldabilidad [21]. Entre ellos, el principal candidato, era el AISI 316, con un contenido del 17 % Cr, 13 % Ni y 2 % Mo.

Posteriormente, la observación del fenómeno de hinchamiento (swelling) que tiene lugar en la estructura austenítica de este acero cuando se irradia con neutrones, ha conducido a la búsqueda de otras opciones que reduzcan este problema al tiempo que proporcionen también mejores propiedades mecánicas a alta temperatura (fluencia, límite elástico y resistencia a la tracción a las temperaturas de operación) tanto antes como tras la irradiación. Se ha comprobado entonces que los aceros austeníticos no son adecuados para su uso bajo flujos neutrónicos elevados debido a su vida limitada en virtud de la fragilización que experimentan en estas condiciones a alta temperatura [22]. Además, estos aceros tampoco cumplen con el criterio de baja activación [15, 23]. Sin embargo, se usarán en ITER como principal material estructural porque están cualificados para temperaturas moderadas y limitados flujos neutrónicos, además de estar disponibles para la construcción inmediata [22].

1.4.1.2. Aceros ferríticos

A finales de los años setenta, los aceros ferríticos fueron introducidos en el programa de materiales de fusión [24] y fueron considerados los principales candidatos para las plantas de fusión debido a los mejores resultados obtenidos de resistencia al hinchamiento bajo irradiación respecto a los aceros austeníticos. Adicionalmente, esta familia de aceros posee una mayor conductividad térmica y menores coeficientes de expansión térmica, lo que les confiere también una mayor resistencia a la fatiga térmica.

Un punto importante a tener en cuenta, es que estos aceros son ferromagnéticos y por lo tanto, pueden interferir con el campo magnético de los imanes en el reactor (perturbación del campo del plasma o fuerzas magnetoestáticas en las estructuras) [25], pero los cálculos realizados hasta el momento parecen probar que este problema puede ser solventado mediante un cuidado diseño del reactor [26]. De cualquier modo, continúan aún los estudios en este campo concreto.

1.4.1.3. Aceros ferrítico/martensíticos de baja activación

Los aceros ferrítico/martensíticos de baja activación (LAFM) o de activación reducida (RAFM) son en la actualidad los principales candidatos para ser utilizados en el reactor DEMO y en los futuros reactores de fusión [22], ya que cuentan con un amplio desarrollo en cuanto a su producción, tecnologías de soldeo e incluso ya existe una cierta experiencia industrial [27], además de poseer un aceptable comportamiento radiológico y bajos tiempos de activación tras radiación neutrónica [28].

Los aceros RAFM están basados en los bien conocidos aceros al Cr-Mo resistentes a la fluencia, con ligeras modificaciones en su composición. El nivel de activación reducida se logra en virtud de la eliminación de ciertos elementos de su composición química y manteniendo al mínimo nivel posible otros elementos que forman isótopos radioactivos con elevados tiempos de vida (Tabla 1. 2).

Se han realizado numerosos estudios para determinar qué elementos resulta necesario sustituir para minimizar la activación y obtener un rápido decaimiento de los niveles de radioactividad inducida tras irradiación [29]. Se ha concluido así que debe sustituirse el molibdeno por wolframio y el niobio por el tántalo [30], para mantener propiedades similares, mientras que elementos como el boro, cobre o níquel deben mantenerse al mínimo nivel de concentración posible [30, 31]. A pesar de estas modificaciones en la composición química, estos aceros muestran unas propiedades mecánicas tan buenas o incluso mejores que los aceros convencionales de los que derivan [32].

En un Workshop organizado por la Agencia Internacional de la Energía que tuvo lugar en Tokio en 1992, se acordó un programa para la determinación de la viabilidad de la utilización de aceros ferrítico/martensíticos en fusión. Japón se ofreció a realizar coladas de acero ferrítico/martensítico para su estudio [33]. Actualmente tanto Japón, como la Unión Europea y Estados Unidos trabajan en tres aceros como posibles candidatos.

El programa de fusión japonés se centra en dos tipos de aceros RAFM, el F82H, creado en la Agencia de Energía Atómica Japonesa y el acero JLF-I, desarrollado por las universidades japonesas (Tabla 1. 2). En 1993 y 1995 se realizaron dos coladas, de 5 toneladas cada una, del acero F82H, que se usaron para la caracterización física y mecánica en experimentos de irradiación realizados en el High Flux Isotope Reactor (HFIR) en Estados Unidos, el Japan Research Reactor (JRR-4) y el Japan Materials Test Reactor (JMTR) en Japón y en el High Flux Reactor (HFR) en Holanda. Mientras que a través del Programa de Materiales de Fusión de las universidades japonesas se produjo una tonelada del acero JLF-I, que se ensayó principalmente en las propias universidades [26].

Tabla 1. 2: a) Composición en % en peso del JLF-I [35], F82H [36], Eurofer'97 [37], HT9 [38] y 9Cr-2WVTa (ORNL) [39].

Elementos	JLF-I	F82H	Eurofer'97	HT9	9Cr-2WVTa
C	0.1	0.097	0.109	0.21	0.1
Si	0.24	0.09	0.003	0.18	0.2
Mn	0.48	0.07	0.49	0.5	0.45
P	0.002	0.002	0.011	0.011	-
S	0.003	0.003	0.003	-	-
Cr	8.87	7.49	9.04	11.99	8.5-9
V	0.19	0.18	0.19	0.27	0.25
W	1.9	2.1	1.04	0.54	2.0
Mo	-	-	-	0.93	-
Ta	0.084	0.03	0.140	-	0.07
Nb	-	-	-	0.018	-
N	0.024	0.002	0.023	0.020	-
Cu	-	-	0.04	0.05	-
Ni	-	-	0.06	0.43	-
Al	-	-	-	0.03	-
Sn	-	-	-	0.002	-

b) Nivel de impurezas en algunos aceros de baja activación [40]. Las concentraciones se expresan en partes por millón, ppm (en peso).

Elemento	F82H	JLF-I	9Cr-2WVTa	9Cr-1Mo	HT9
Ag	<0.1	0.21	0.16	0.23	1.3
Bi	<0.05	<0.1	<0.05	<0.1	<0.1
Cd	<0.05	<0.05	<0.05	3.3	5.1
Co	16	7.6	34	58	393
Ir	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
Mo	19	20	70	-	-
Nb	2.4	4.3	4	-	23
Ni	474	13	402	1251	5692
Os	<0.05	<0.05	<0.02	<0.02	<0.05
Pd	<0.05	<0.05	0.18	0.27	0.4
Dy	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
Er	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
Eu	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
Ho	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05	<0.05
Tb	-	<0.05	-	<0.05	<0.05
U	<0.05	<0.05	0.6	0.12	<0.05
Al	14	26	170	<0.1	44
Cu	100	100	300	300	1000

El Programa Europeo de Fusión se ha centrado en el desarrollo del acero Eurofer'97, un acero 9CrWVTa, ferrítico/martensítico de activación reducida, basado en los aceros japoneses F82H y JLF-I, cuya composición que fue definida en 1997 [23], se muestra en la Tabla 1. 2. Se produjeron dos coladas de Eurofer'97 en 1999 y 2004 [34] y se sometieron a numerosos estudios de irradiación y caracterización, demostrando que el candidato europeo poseía un buen comportamiento en cuanto a facilidad de tratamiento térmico, resistencia mecánica y dureza, comparado con otros aceros RAFM. El siguiente paso en el programa fue el desarrollo del Eurofer-II con mejoras en las propiedades mecánicas post-irradiación y el Eurofer-III con un alto control de las impurezas para alcanzar una baja activación real, posibilitando el reciclado del acero tras 100 años de actividad [23].

Por otro lado, el acero Sandvik HT9 desarrollado en Europa para su aplicación en los reactores rápidos, fue el primer candidato que se tuvo en cuenta en el programa de fusión de Estados Unidos. A principios de los ochenta, el departamento de Energía de Estados Unidos fomentó el desarrollo de materiales de baja activación y se diseñaron muchas otras aleaciones, tras lo que el Programa de fusión estadounidense se centró en el acero 9Cr-2WVTa (Tabla 1. 2), desarrollado en los laboratorios Oak Ridge National a mediados de los ochenta y en el acero F82H producido como parte de la colaboración entre el departamento de energía estadounidense y el Instituto de Investigación de Energía Atómica Japonés (JAERI) [27].

1.4.1.4. Preocupaciones y Opciones Futuras

Los aceros de activación reducida ferrítico/martensíticos son las aleaciones más estudiadas y caracterizadas de cara a su utilización futura en el DEMO, pero aun presentan carencias en algunas propiedades. Su temperatura máxima de operación está limitada debido a la caída de la resistencia mecánica con el tiempo (fluencia) a temperaturas superiores a 550°C [28] y su temperatura mínima de servicio no debe ser inferior a 350°C, debido a la fragilización que se induce por radiación (aumento de la temperatura de transición dúctil-frágil). Se han realizado ya muchos estudios para investigar las posibles mejoras en resistencia a la fluencia (creep) y para cuantificar la pérdida de ductilidad, el cambio en la temperatura de transición dúctil-frágil y la disminución de la resistencia a la fractura causada por la irradiación neutrónica. Aunque no se puede dar una respuesta definitiva sobre el rendimiento real de estos aceros en el reactor de fusión, se han llevado a cabo numerosos estudios de modelización al respecto [34], siendo una de las principales preocupaciones el efecto del helio y del hidrógeno en su comportamiento a fractura.

La investigación actual se centra en el desarrollo de aceros ferrítico/martensíticos avanzados con mejores propiedades a altas temperaturas con el fin de incrementar la temperatura máxima de operación. A este respecto, las aleaciones con un incremento en la concentración de wolframio (por encima del 3%) muestran interesantes propiedades [26]. También debe destacarse el desarrollo de los aceros ferrítico/martensíticos reforzados con una fina dispersión de óxidos (ODS), puesto que con ellos se pueden mejorar notablemente las propiedades mecánicas a alta temperatura de los aceros ferrítico/martensíticos convencionales (Figura 1. 9).

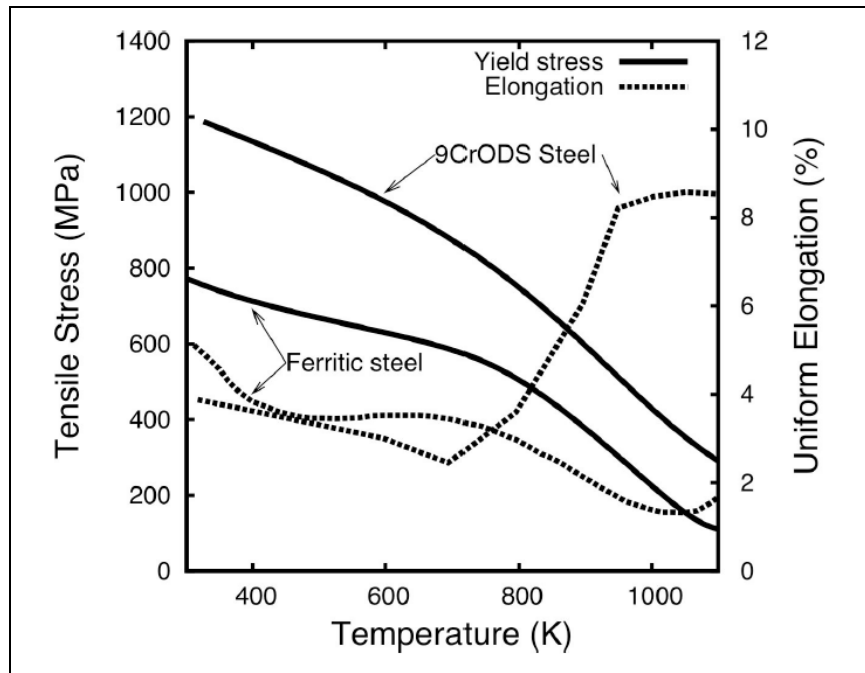


Figura 1. 9. *Propiedades Mecánicas de los aceros ODS frente a aceros ferríticos convencionales [41].*

La superior resistencia a alta temperatura de estos aceros se debe a la gran estabilidad térmica de los óxidos adicionados (normalmente Y_2O_3) y al bloqueo que ejercen sobre el movimiento de las dislocaciones, limitando así la deformación plástica del acero bajo las tensiones de servicio a las temperaturas de operación [27, 28]. Estos nuevos aceros se obtienen mediante rutas de fabricación alternativas, puesto que su incorporación al metal líquido mediante la ruta convencional (fusión y colada) no ha permitido hasta ahora lograr una distribución fina y uniforme de las partículas de refuerzo. En este momento la vía pulvimetalúrgica es la ruta de fabricación normalmente utilizada de los aceros ODS (Figura 1.10).

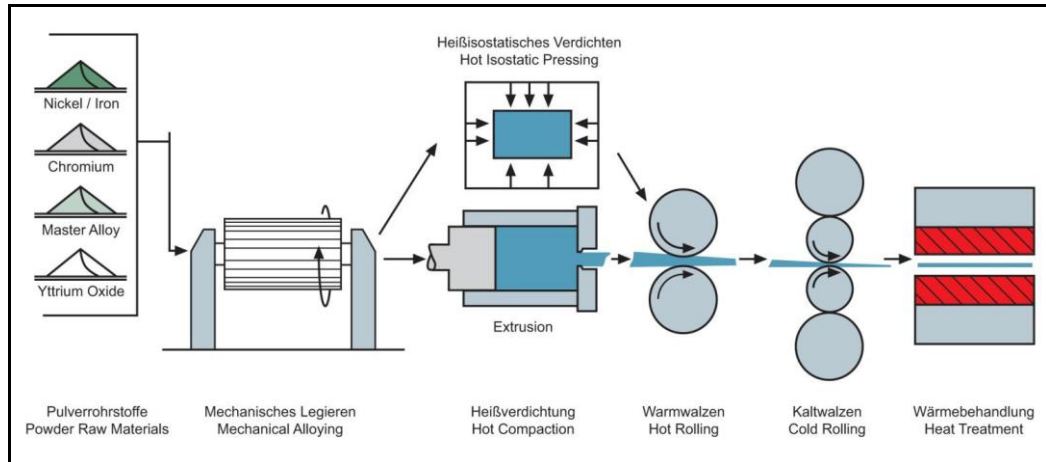


Figura 1.10. Ruta convencional actual de fabricaci3n de aceros ODS [42].

Tanto en Europa como en USA y Jap3n se estan desarrollando aceros ODS utilizando como material base los aceros RAFM (Eurofer ODS, 9 y 12Cr-Y₂O₃) [26].

1.5. PLANTEAMIENTO DEL TRABAJO

Tras esta breve introducción sobre la fusión nuclear, los futuros reactores de fusión y los requerimientos necesarios en cuestión de materiales, más concretamente del acero de la envoltura del reactor, a continuación, en el capítulo dos, se hace un estudio del estado actual del conocimiento sobre este tema. De forma concreta, se llevará a cabo una recopilación bibliográfica exhaustiva de la composición química, microestructura, precipitados y propiedades y comportamiento del acero Eurofer, que será nuestro acero de referencia a lo largo de todo el trabajo de investigación.

En el capítulo 3 se exponen los objetivos del presente trabajo, y en el 4, se explica el procedimiento experimental llevado a cabo, que ha consistido en la realización de las coladas, con la búsqueda de materias primas y el control minucioso de las mismas. Los distintos estudios para la obtención de los parámetros óptimos en los tratamientos térmicos necesarios para lograr las propiedades esperadas y la realización de los diversos ensayos de tracción, impacto, envejecimientos, soldabilidad, etc., con objeto de comprobar el comportamiento de la calidad experimental en curso de desarrollo.

El capítulo 5 corresponde al estudio del proceso de fabricación de componentes de acero Eurofer. En este capítulo, se discuten los resultados obtenidos en el desarrollo del procedimiento experimental. Se analiza la composición química y la microestructura del acero, y la influencia de la temperatura y el tiempo de los tratamientos térmicos en las propiedades mecánicas del material. Determinándose de esta forma el proceso de fabricación óptimo para el desarrollo de esta calidad de acero. En este mismo capítulo, también se han realizado envejecimientos térmicos, que nos han permitido evaluar el comportamiento en servicio del material.

El capítulo 6 consiste en los estudios preliminares realizados de cara a la fabricación de componentes. Se ha estudiado ya de forma concreta el comportamiento del acero en el proceso de fabricación de piezas reales, como son los “cooling plates” o placas refrigeradoras. Este apartado se centra en dos procesos, el de conformado en frío y recristalización, con un estudio de la evolución de la microestructura y dureza del material en relación a la variación de los distintos parámetros puestos en juego en estos procesos; y en la soldabilidad, con un estudio

básico del comportamiento del material durante las operaciones de soldeo y la necesidad de realizar tratamientos térmicos postsoldo.

En la última sección de este trabajo se recogen las principales conclusiones obtenidas a lo largo del desarrollo del mismo.

1.6. REFERENCIAS

- [1]. www.dauvergne.com. *DBI/ Century Fuels*.
- [2]. http://www-arch.iter.org/sites/efda_cd/. *EFDA: Fusion, power for future generations (CD-ROM)*.
- [3]. <http://www.iter.org/sci/Pages/WhatisFusion.aspx>.
- [4]. <http://www.iter.org/>. *The way to new energy*.
- [5]. Renault, C. *Fundamentals of Nuclear Reactors*. in *First International School on Materials for Nuclear Reactors. MATRE - I* ; 2009. Rochehaut, Belgium.
- [6]. <http://fusionforenergy.europa.eu/>. *Fusion for Energy (F4E)*.
- [7]. www.jet.efda.org. *The Joint European Torus (JET) - Europe's largest Fusion Device*.
- [8]. <http://www.jt60sa.org/b/index.htm>.
- [9]. <http://www.pppl.gov/projects/pages/tftr.html>.
- [10]. <http://www.iferc.org/>. *International Fusion Energy Research Centre*. 2009 .
- [11]. King D. *Conclusions of the Fusion Fast Track Experts Meeting*. in *Fusion Fast Track Experts Meeting*. 2001.
- [12]. <http://www.efda.org/>. *European Fusion Development Agreement*.
- [13]. Klueh RL., Bloom EE., *The development of Ferritic steels for fast induced-radioactivity decay for fusion reactor applications*. Nuclear Engineering and Design, 1985. Fusion 2: p. 383-389.
- [14]. Baluc N.L., *New Approaches to Processing and Characterization of ODS Steels for Fusion Applications*. in *Nuclear Fission and Fusion Steels: Fundamentals and Applications*". 2009. UKAEA Culham Science Centre.
- [15]. Diegele E., Andreani R., Lässer R., Van der Schaaf B., *The European Fusion Materials Research Program -Recent Results and Future Strategy*. 16thANS Topical Meeting on the Technology of Fusion Energy (TOFE), 2004.
- [16]. Fernández P., *Estudio de las propiedades metalúrgicas de los aceros martensíticos de activación reducida para su aplicación en los reactores de fusión*, in *División de Materiales*. 2007, CIEMAT: Madrid.
- [17]. <http://www.tecnofus.net/>. *Programa Consolider Ingenio 2010 TECNOFUS*.
- [18]. Committee on the Prospects for Inertial Confinement Fusion Energy, S., C. National Research, and A. National, *Interim Report-Status of the Study "An*

- Assessment of the Prospects for Inertial Fusion Energy". 2012: The National Academies Press.*
- [19]. Batistoni P., Romagnoli A., Sepielli M., Vlad G., *Progress Report ENEA*. 2008.
- [20]. Kohyama A., Hishinuma A., Gelles D.S., Klueh R.L., Dietz W., Ehrlich K., *Low-activation ferritic and martensitic steels for fusion application*. Journal of Nuclear Materials, 1996. 233-237: p. 138-147.
- [21]. Gelles D.S., *Development of martensitic steels for high neutron damage applications*. Journal of Nuclear Materials, 1996. 239: p. 99-106.
- [22]. Cottrell G.A., Baker L.J., *Structural materials for fusion and spallation sources*. Journal of Nuclear Materials, 2003. 318: p. 260-266.
- [23]. Andreani R., Diegele E., Lässer R., Van der Schaaf B., *The European integrated materials and technology programme in fusion*. Journal of Nuclear Materials, 2004. 329-333: p. 20-30.
- [24]. Rosenwasser S. N., Miller P., Dalessandro J. A., Rawls J. M., Toffolo W. E. and Chen W., *The application of martensitic stainless steels in long lifetime fusion first wall/ blankets*. Journal of Nuclear Materials, 1979. 85-86: p. 177-182.
- [25]. Hishinuma A., Kohyama A., Klueh R.L., Gelles D.S., Dietz W. and Ehrlich K., *Current status and future R&D for reduced-activation ferritic/martensitic steels*. Journal of Nuclear Materials, 1998. **258-263**: p. 193-204.
- [26]. R.L.Klueh, D.S.G., S. Jitsukawa, A. Kimura, G. R. Odette, B. van der Schaaf and M. Victoria, *Ferritic/martensitic steels: overview of recent results*. Journal of Nuclear Materials, 2002. **307-311 (1)**: p. 455-465.
- [27]. T. Muroga, M.G.a.S.J.Z., *Overview of materials research for fusion reactors*. Fusion Engineering and Design 2002. **61-62**: p. 13-25.
- [28]. N. Baluc, D.S.G., S. Jitsukawa, A. Kimura, R. L. Klueh, G. R. Odette, B. van der Schaaf, and Jinnan Yu, *Status of reduced-activation ferritic/martensitic steel development*. Journal of Nuclear Materials, 2007. **367-370(1)**: p. 33-41.
- [29]. Maziasz, R.L.K.a.P.J., *Effect of irradiation in HFIR on tensile properties of Cr-Mo steels*. Journal of Nuclear Materials, 1992. **187**: p. 43-54.
- [30]. R.L.Klueh, D.J.A.a.E.A.K., *Development of low Cr, Cr-W steels for fusion*. Journal of Nuclear Materials, 1995. **227**: p. 11-23.

- [31]. F.Abe, H.A.a.T.N., *Microstructural evolution in bainite martensite and delta ferrite of low activation Cr-2W ferritic steels*. Material Science and Technology, 1990. **6**: p. 714-723.
- [32]. E. E. Bloom, S.J.Z., and F. W. Wiffen, *Materials to deliver the promise of fusion power-progress and challenges*. Journal of Nuclear Materials, 2004. **329-333 (1)**: p. 12-19.
- [33]. Forsik, S.p.A.J., *Mechanical properties of materials for fusion power plants in Dept. of Materials Science and Metallurgy*. Darwin College 2009, University of Cambridge.
- [34]. R. Laesser, N.B., J. L. Boutard, E. Diegele, S. Dudarev, M. Möslang, R. Pippin, B. Riccardi and B. van der Schaaf, *Structural materials for DEMO: the EU development, strategy, testing and modelling*. Fusion Engineering and Design, 2007. **82 (5-14)**: p. 511-520.
- [35]. T.Hasegawa, Y.T.a.A.K., *Influence of Tantalum and Nitrogen contents, normalizing condition and TMCP process on the mechanical properties of low-activation 9Cr-2W-0.2V-Ta steels for fusion application* Journal of Nuclear Materials, 1998. **258-263**: p. 1153-1157.
- [36]. K.Shiba, R.L.K., Y.Miwa, J.P.Robertson and A.Hishinuma, *Tensile behavior of F82H with and without spectral tailoring*. Journal of Nuclear Materials, 2000. **283-287**: p. 358-361.
- [37]. R.L.Klueh, *Reduced-activation bainitic and martensitic steels for nuclear fusion application*. . Current Opinion in Solid State and Materials Science 2004. **8**: p. 239-250.
- [38]. D.J.Alexander, R.L.K.a., *Embrittlement of Cr-Mo steels after low-fluence irradiation in HFIR*. Journal of Nuclear Materials, 1995. **218 (2)**: p. 151-160.
- [39]. Q.Huang, C.L., M.Chen, M.Zhang, L.Peng, Z.Zhu, Y. Song and S. Gao, *Progress in development of China low-activation martensitic steel for fusion application*. Journal of Nuclear Materials, 2007. **367-370**: p. 142-146.
- [40]. R. L. Klueh, E.T.C., M. L. Grossbeck, and E. E. Bloom., *Impurity effects on reduced-activation ferritic steels developed for fusion applications*. Journal of Nuclear Materials, 2000. **280 (3)**: p. 353-359.

- [41]. A. Kimura, T.S., K. Shiba, A. Hishinuma, S. Jitsukawa, and a.A.K. S. Ukai, *Recent progress in reduced-activation ferritic steels R&D in Japan*. Nuclear Fusion, 2003. **43**: p. 1246-1249.
- [42]. Jones D.A.R., *Historical Perspective -ODS alloy Development*. **2010**, ODS 2010 Materials Workshop.

2. ESTADO DEL ARTE

Tal y como se había comentado en el capítulo 1, el blanket (envoltura) del ITER consiste en una serie de módulos que se sitúan en el interior de la vasija de vacío. Estos módulos constan de una primera pared de 10 mm de berilio, 10 mm de cobre y 300 mm de acero (316 AISI) y una segunda pared de 300 mm de acero inoxidable AISI 316 con conductos para la circulación del agua de refrigeración.

También se había indicado que las principales funciones del blanket son las de absorber la mayor parte del flujo neutrónico, así como el calor producto de las reacciones de fusión, aislar la vasija o cámara de vacío y a los imanes superconductores y contribuir a la estabilización del plasma, con el fin de alcanzar los valores de densidad y tiempo de confinamiento necesarios para la reacción de fusión.

Un punto muy importante para el funcionamiento en un futuro de reactores de fusión es la regeneración de Tritio, para lo que surge el concepto de envoltura regeneradora como componente funcional esencial de un reactor de fusión de producción de potencia eléctrica. La envoltura regeneradora, además de servir como blindaje de las bobinas magnéticas y de la vasija de vacío, tiene además tanto la función de regenerar tritio suficiente como para garantizar la autosuficiencia del reactor, como la de extracción y amplificación eficiente de la potencia neutrónica.

Un TBM (test blanket module) es, por tanto, una maqueta de envoltura a escala semi-puerto ITER que será ensayada en ITER.

Todos los socios del proyecto ITER pretenden probar sus conceptos de envoltura, aunque, en un principio, se ha programado el ensayo de cuatro tipos distintos de TBM por diseño en las diversas fases operativas de ITER (Tabla 2.1).

Tabla 2.1. Distintos conceptos de TBM para ITER [1]

Concepto Blanket	Pais	Material estructural	Regenerador de tritio	Enfriador
DCLL	USA	RAFM (F82H)	LiPb	LiPb/ He
DFLL dual functional lithium-lead	China	RAFM (CLAM)	LiPb	LiPb/ He
HCLL	EU	RAFM (EUROFER)	LiPb	He
HCML	Corea	RAFM (EUROFER)	LiPb	He
LLCB	India	LAFMS	LiPb	He
LiV	Rusia	V-alloy	Li	Li

Los dos conceptos que se indicaban en el capítulo anterior como candidatos de la Unión Europea para ser ensayados representan aproximadamente el 20% de su contribución al proyecto ITER, con costes totales de I+D (diseño, fabricación, estudios, análisis, producción de materiales, demostración) de alrededor de 380 millones de € [2].

En la Unión Europea, en el marco del Programa *European Fusion Development Agreement* (EFDA), se ha venido trabajando en el diseño, desarrollo y caracterización de un acero RAFM de composición química optimizada, basado en aceros desarrollados con anterioridad, tales como MANET, CETA, OPTIFER, OPTIMAX y F82H, denominado Eurofer 97, para su utilización en estos nuevos conceptos de envolturas regeneradoras. Aunque en un primer momento, como ya se ha comentado, la envoltura o blanket de ITER será de acero inoxidable AISI 316L.

2.1. EUROFER 97

El Eurofer 97 se ha desarrollado a partir de la aleación convencional resistente a alta temperatura T91, reemplazando algunos elementos, que podrían convertirse bajo irradiación neutrónica, en emisores de radiación de elevada vida media. Este acero se emplea tras un tratamiento térmico que proporciona una microestructura de martensita revenida y permite operar a altas temperaturas, hasta 500-550°C, ofreciendo una buena estabilidad dimensional bajo condiciones de alta dosis de neutrones. Además exhibe mayor resistencia al hinchamiento (swelling) que los aceros austeníticos.

El primer lote de Eurofer 97, que denominaremos Eurofer 97-1, fue producido por Böhler Edelstahl en una cantidad de 3.5 toneladas y se distribuyó en forma de placas, barras, tubos y electrodos de soldadura a los participantes de EFDA a finales del año 1999 [3].

En el acero Eurofer 97 se utiliza una composición química ajustada para lograr una baja activación, un rápido decaimiento de la radioactividad después de la irradiación (cumpliendo con el criterio de los aceros RAFM) y un bajo efecto de la irradiación sobre el aumento de la temperatura de transición dúctil-frágil. En la Tabla 2.2 se muestra la especificación de la composición química de la primera colada de Eurofer-97.

Tabla 2.2. Especificación de composición química del acero RAFM EUROFER 97 [4].

		Eurofer 97-1 Especificación
Elementos aleantes	Cr	8,5 - 9,5 (9,0)
	C	0,09 - 0,12 (0,11)
	Mn	0,20 - 0,60 (0,40)
	P	<0,005
	S	<0,005
	V	0,15 - 0,25
	B	<0,001
	N	0,015 - 0,045 (0,030)
Elementos de sustitución	O	<0,01
	W	1,0 - 2,0
	Ta	0,06 - 0,09
Elementos radiológicamente indeseables	Ti	<0,01
	Nb	<0,001
	Mo	<0,005
	Ni	<0,005
	Cu	<0,005
	Al	<0,01
	Si	<0,05
	Co	<0,005
	Sn	<0,01
	As	<0,01
Sb	<0,01	
Zr	<0,01	

Los elementos a considerar en la composición química del acero Eurofer 97, son, principalmente, los siguientes:

- Cr: 9%, además de mejorar la resistencia a la corrosión, permite asegurar la completa transformación martensítica tras el temple al aire.
- Mn: 0.5%, utilizado para evitar la formación de ferrita delta y para combinarse con las impurezas de azufre, para formar MnS.
- V, se añade por ser un fuerte formador de carburos.
- Ta, reduce el crecimiento del grano austenítico.

Elementos como el molibdeno y el niobio, elementos de alta activación neutrónicas existentes en el acero T91, desempeñan una función importante en esta

aleación, que afecta a las propiedades intrínsecas del acero, por lo que no pueden ser eliminados por completo, sin que se vean afectadas sus propiedades mecánicas a alta temperatura. Por ello la forma más sencilla de reducirlos sin perjudicar dichas propiedades, es la de sustituirlos por otros elementos de similar función aleante, pero que tras irradiación no produzcan radioisótopos de elevados tiempos de vida. De esta forma el molibdeno se ha sustituido por el wolframio (cuya función principal es la de estabilizar los precipitados de M_2X , además de propiciar el temple) y el niobio por el tántalo (que además de la reducción del crecimiento de grano austenítico, anteriormente mencionada, forma carburos muy estables a altas temperaturas que mejora las propiedades del acero tras temple y revenido) [5].

Existen otros elementos radiológicamente indeseables en la composición del acero, como el cobre y el cobalto, pero estos elementos ya no juegan un papel crítico en las propiedades del material, por lo que se intenta que sus concentraciones sean lo más bajas posible.

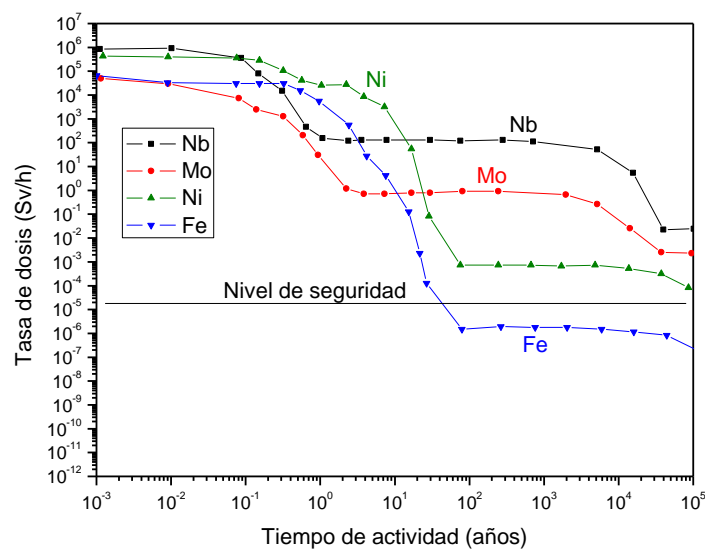


Figura 2.1. Tasas de emisión de los elementos radiológicamente indeseables del Eurofer 97 (Nb, Ni y Mo) frente a la del hierro puro en la primera pared [6].

En la Figura 2.1 se puede ver la vida media de los elementos radiológicamente indeseables, que forman parte de los aceros F/M tradicionales, junto con la del hierro puro. Como puede apreciarse, el tiempo de decaimiento del niobio, níquel y molibdeno es superior a 100.000 años.

Los diferentes análisis químicos realizados a la primera colada de Eurofer 97-1 (Tabla 2.3), desvelaron que no había sido posible cumplir estrictamente la especificación dada por EFDA, y entre los elementos que no se había podido controlar se encontraban elementos críticos desde el punto de vista radiológico, como el niobio y el molibdeno.

Tabla 2.3. Análisis químicos de la primera colada de Eurofer 97 [3].

	EUROFER97-1 Especificación	Análisis Químico {CEA; Alamo 2000}					
		Placas				Barra	
		1.5 mm	8 mm	14 mm	25 mm	d = 100 mm	
Elementos Aleantes	Cr	8,5 - 9,5	9.05	8.96	9.01	8.85	8.71
	C	0,09 - 0,12	0.109	0.117	0.109	0.092	0.115
	Mn	0,20 - 0,60	0.49	0.48	0.5	0.44	0.41
	P	<0,005	0.011	0.011	0.012	0.013	0.013
	S	<0,005	0.003	0.003	0.003	<0.003	0.003
	V	0,15 - 0,25	0.19	0.18	0.18	0.18	0.17
	B	<0,001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
	N	0,015 - 0,045	0.0226	0.0219	0.02	0.018	0.019
	O	<0,01	0.0011	0.0011	0.0005	0.0008	0.0011
Elementos de Sustitución	W	1,0 - 2,0	1.03	1.04	1.04	1.08	1.26
	Ta	0,06 - 0,09	0.14	0.15	0.1	0.15	0.12
	Ti	<0,01	0.002	0.002	0.003	0.001	0.005
Elementos radiológicamente Indeseables	Nb	<0,001	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002
	Mo	<0,005	<0.01	<0.01	<0.002	<0.01	<0.002
	Ni	<0,005	0.06	0.06	0.07	0.07	0.04
	Cu	<0,005	0.04	0.04	0.003	0.04	0.02
	Al	<0,01	0.004	0.003	0.003	0.002	0.004
	Si	<0,05	0.03	0.03	0.04	0.04	0.06
	Co	<0,005	0.02	0.02	0.01	0.02	0.008
	Sn	<0,01	<0.002	<0.002	0.004	<0.002	0.002
	As	<0,01	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002
	Sb	<0,01	0.01	0.006	<0.002	0.003	<0.002
	Zr	<0,01	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005

También debe destacarse el dato correspondiente al tántalo, que excedía bastante la concentración objetivo. Esto fue achacado a la ausencia de sistemas *on-line* capaces de detectar este elemento durante el proceso de colada [7-9].

Posteriormente se decidió dentro de EFDA fabricar un nuevo lote de Eurofer 97 en el año 2003, que denominaremos Eurofer 97-2, para fabricar las maquetas de los TBM (Test Blanket Modules) [10]. El fabricante en este caso fue SaarSchmiede, y

produjo 8 toneladas en forma de placas, forjas y tubos, que igualmente se distribuyeron entre los participantes en EFDA en el año 2004.

Como se aprecia en la Tabla 2. 4, en la especificación de composición química de la segunda colada de Eurofer 97, se muestra una relajación de la exigencia inicialmente impuesta, que afectó principalmente a los elementos más críticos desde el punto de vista radiológico [11].

Tabla 2. 4. Comparativa entre la especificación química del acero Eurofer 97 y el Eurofer 97-2.

	Elemento	EUROFER 97-1			EUROFER 97-2 [11]		
		MIN	MAX	Remarks	MIN	MAX	Remarks
		Value	Value		Value	Value	
		(wt%)	(wt%)	Target	(wt%)	(wt%)	Target
Elementos aleantes	Cr	8,5	9,5	9	8,5	9,5	9
	C	0,09	0,12	0,11	0,09	0,12	0,11
	Mn	0,2	0,6	0,4	0,2	0,6	0,4
	V	0,15	0,25		0,15	0,25	
	N	0,015	0,045		0,015	0,045	0,03
	P		0,005			0,005	
	S		0,005			0,005	
	B		0,001	ALAP		0,002	ALAP
	O		0,01			0,01	
Elementos de sustitucion	W	1	2	tbd	1	1,2	1,1
	Ta	0,05	0,09		0,1	0,14	0,12
	Ti		0,01			0,02	
Elementos Radiológicamente indeseables	Nb		0,001	ALAP		0,005	ALAP
	Mo		0,005	ALAP		0,005	ALAP
	Ni		0,005	ALAP		0,01	ALAP
	Cu		0,005	ALAP		0,01	ALAP
	Al		0,01	ALAP		0,01	ALAP
	Si		0,05			0,05	
	Co		0,005	ALAP		0,01	ALAP
	As+Sn+S b+Zr		0,05			0,05	

La producción de estos lotes demostró que los RAFM pueden ser fabricados a escala industrial, a expensas de mejoras en el control químico y de afino, con el fin de controlar mejor los elementos radiológicamente indeseables.

En el año 2005 se definió una nueva tarea en EFDA con el objetivo de investigar las opciones de reducción y control de los elementos críticos en aceros F/M de activación reducida. Los objetivos planteados fueron [12]:

- Identificar los elementos críticos que deben reducirse en las nuevas versiones del Eurofer 97 y a que niveles.
- Evaluar las opciones técnicas con los aceristas.
- Definir las especificaciones de las nuevas coladas.
- Determinar en colaboración con los aceristas el rango de incertidumbre en la concentración de los diferentes elementos aleantes e impurezas.
- Determinar los costes asociados con la reducción del nivel de impurezas.
- Analizar la composición química de estos aceros utilizando para ello diferentes laboratorios y técnicas.

Actualmente existe una nueva colada de acero Eurofer 97, que denominaremos Eurofer 97-3, fabricada por SaarSchmiede en 2007 dentro del programa EFDA [10]. El objetivo de fabricar esta nueva colada era disponer de material para las maquetas de los TBM y reproducir las coladas anteriores de Eurofer. Se han fabricado placas de distintos espesores (entre 1 mm y 48 mm) y forjas de 100 mm de diámetro. La composición química de estas nuevas coladas fue la misma que la del Eurofer 97-2.

2.1.1. MICROESTRUCTURA

El Eurofer 97 es un acero martensítico, libre de ferrita δ , que se suministra tras un tratamiento térmico de austenización, que se lleva a cabo a una temperatura entre 940 y 1050°C, seguida de un enfriamiento al aire y revenido entre 740 y 760 °C, con posterior enfriamiento al aire.

En el caso del Eurofer-2 se utilizó una austenización a 960 °C durante 90min, seguida de un enfriamiento en aceite y un posterior revenido a 750 °C durante 4 h, para terminar con un enfriamiento al aire [13].

Tras los tratamientos de temple y revenido se consigue un acero con una matriz completamente martensítica y, como se había indicado, libre de ferrita δ (la

especificación técnica de este producto indica que la fracción de ferrita δ debe ser inferior al 3%) [14].

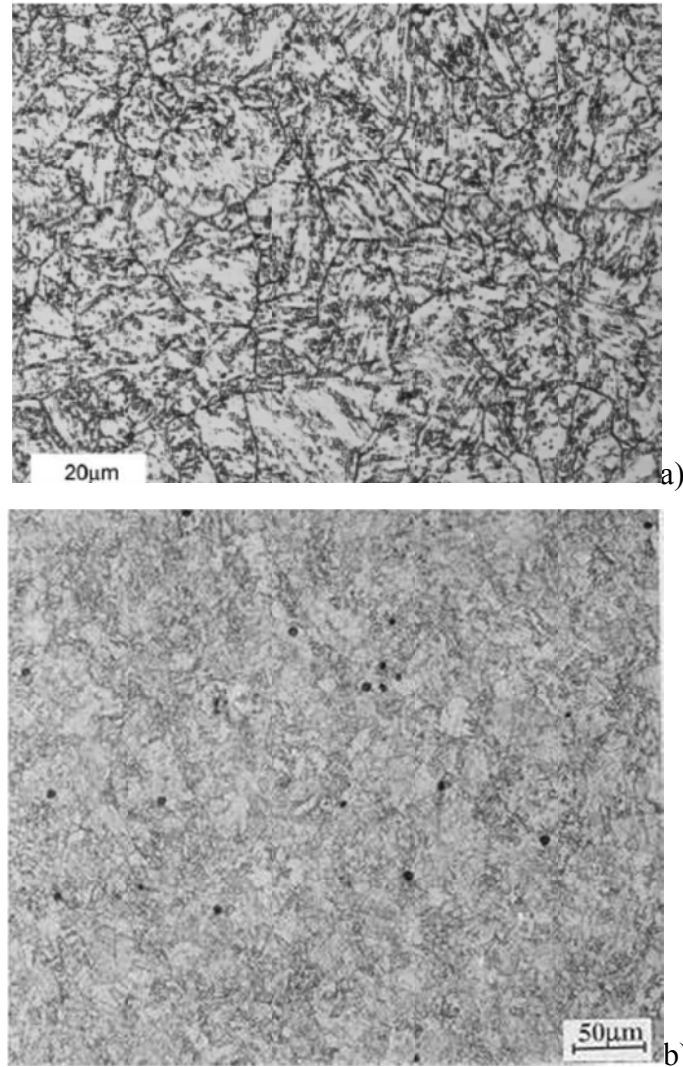


Figura 2.2. a) *Micrografía del plano LT de una placa de Eurofer 97 en estado de recepción (los granos de la austenita primaria son claramente visibles) [5], b) Inclusiones en el acero Eurofer 97 en estado de recepción” [15]*

Tal y como se puede observar en la Figura 2.2 el Eurofer 97 presenta una estructura granular fina, con un tamaño de grano austenítico comprendido entre 7 y 11 μm , que corresponde a un índice ASTM comprendido entre 10 y 11,5 [15].

El tratamiento de temple realizado sobre el Eurofer 97 y especialmente el revenido posterior, provoca la aparición de segundas fases en forma de precipitados.

Esto es habitual en los aceros Ferríticos/Martensíticos, y suelen aparecer principalmente debido a procesos térmicos entre 400-750°C.

Existen numerosos estudios bibliográficos sobre la precipitación de fases en el acero Eurofer 97. En este tipo de aceros, los carburos principales, más estables y abundantes son del tipo $M_{23}C_6$, donde M es mayoritariamente cromo, aunque también pueden aparecer otros elementos como hierro y wolframio. En un estudio de la composición química de estos carburos mediante análisis EDX [15] se determinaron concentraciones medias (en % atómico) de 66 ± 1 de cromo, 31 ± 1 de hierro y 1.9 ± 0.2 de wolframio. En algún otro análisis también se detectó la presencia vanadio o tántalo [15-17].

Estos carburos aparecen distribuidos tanto por los límites de grano de la austenita primaria, como en el límite de las placas de martensita y también en el interior de las mismas. Estos carburos no tienen una morfología bien determinada y su tamaño varía entre 25 y 200 nm (ver Figura 2.3).

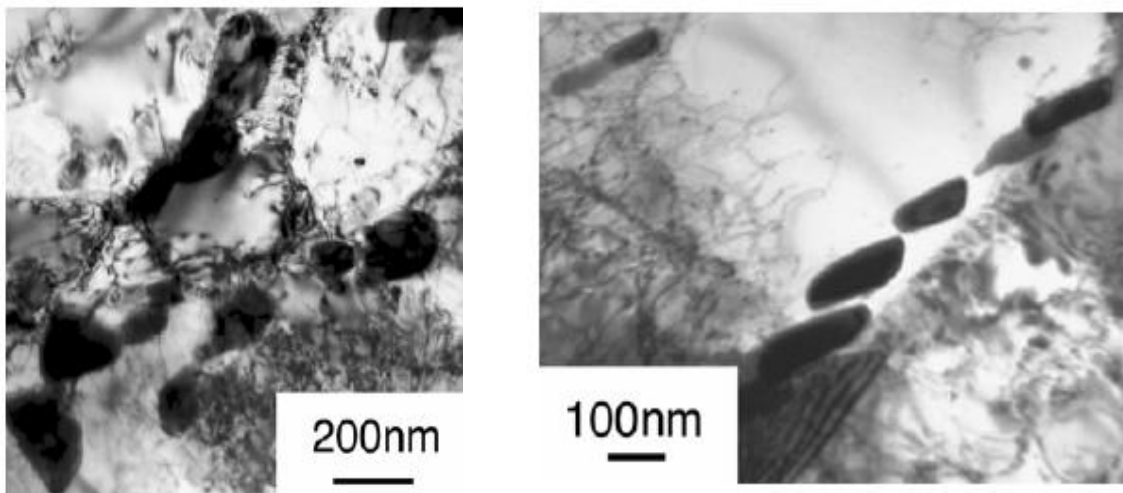


Figura 2.3. Imagen de precipitados tipo $M_{23}C_6$ en una muestra de EUROFER97 tomada en TEM [5].

También es preciso destacar la presencia de precipitados del tipo MX (carburos y nitruros, principalmente), ricos en tántalo y/o vanadio. Estos precipitados tienen tamaños comprendidos entre 8 y 40 nm y se encuentran mayoritariamente en el interior

de las placas de martensita. Se han identificado tres tipos de morfologías (Figura 2.4), similares a las encontradas por Yamada y colaboradores [18] en aceros experimentales 9CrWNbV. El primer tipo, morfología esférica, es el más común y corresponden a partículas MX ricas en tántalo (entre un 60 y un 80%, medido por EDX [15]) o en vanadio; el segundo tipo es un precipitado MX muy fino con forma de placas, rico en vanadio (con alrededor de un 70% de vanadio) y el tercero corresponde a una morfología con forma de alas que se conoce como “V-wing”. Estas “alas están formadas por precipitados de vanadio que se forman a partir de precipitados ya existentes de tántalo. Al parecer, la formación de precipitados con esta última morfología depende de la concentración de nitrógeno presente en el acero, siendo necesaria una concentración de este elemento en torno a 0.02% [18, 19].

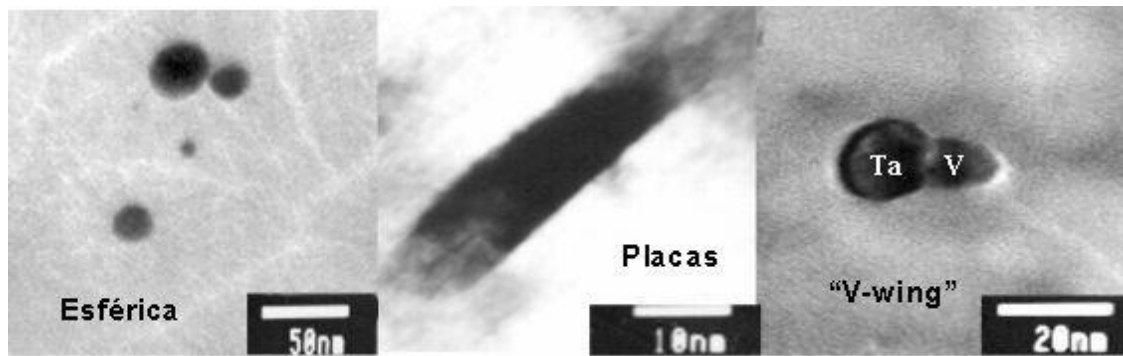


Figura 2.4. Morfologías de precipitado MX en Eurofer 97, en estado de recepción (TEM).

El acero Eurofer 97 contiene además cantidades variables de inclusiones no metálicas. Entre las inclusiones destaca la presencia de sulfuros, más concretamente MnS, y también suelen observarse inclusiones ricas en tántalo y óxidos complejos, tipo espinelas (de estructura tipo $MgAl_2O_4$), con cantidades variables de Al, Fe, Cr, Ti y V. Todas estas inclusiones se encuentran distribuidas al azar por toda la muestra y son mayoritariamente de forma esférica. Sus tamaños varían dependiendo del tipo de inclusión, entre 1 y 2 μm para las inclusiones MnS, entre 0.5 y 1.5 μm en el caso de las inclusiones ricas en tántalo y en torno a 4 μm en el caso de los óxidos [15].

2.1.1.1. Caracterización microestructural del material envejecido térmicamente.

La estabilidad microestructural del acero Eurofer 97 ha sido estudiada utilizando diferentes técnicas microscópicas (microscopía óptica, SEM, TEM/EDX) en procesos de envejecimiento a temperaturas comprendidas entre 400 °C y 600 °C en periodos de hasta 1000 h. Las diferentes condiciones analizadas han puesto de manifiesto que los tratamientos de envejecimiento térmico no han modificado esencialmente la microestructura del acero Eurofer, ya que no ha aparecido ninguna nueva fase, ni se han detectado tampoco cambios significativos relativos a la morfología y tamaño de grano [15]. No obstante, los procesos de envejecimiento térmico dan lugar a una variación del tamaño de los carburos existentes en el Eurofer 97, $M_{23}C_6$ y MX.

En la Figura 2.5, se observa como los carburos tipo $M_{23}C_6$, pasan de diámetros máximos de partícula de alrededor de 200 nm en el estado de recepción, a tamaños de 800 nm tras el envejecimiento a una temperatura de 600 °C durante 10000 h. En esta misma Figura 2.5, se aprecia la menor tendencia al crecimiento de los carburos MX durante envejecimientos similares, es decir, los carburos MX son más estables que los carburos $M_{23}C_6$, tanto en envejecimientos térmicos como bajo condiciones de fluencia. [15, 20].

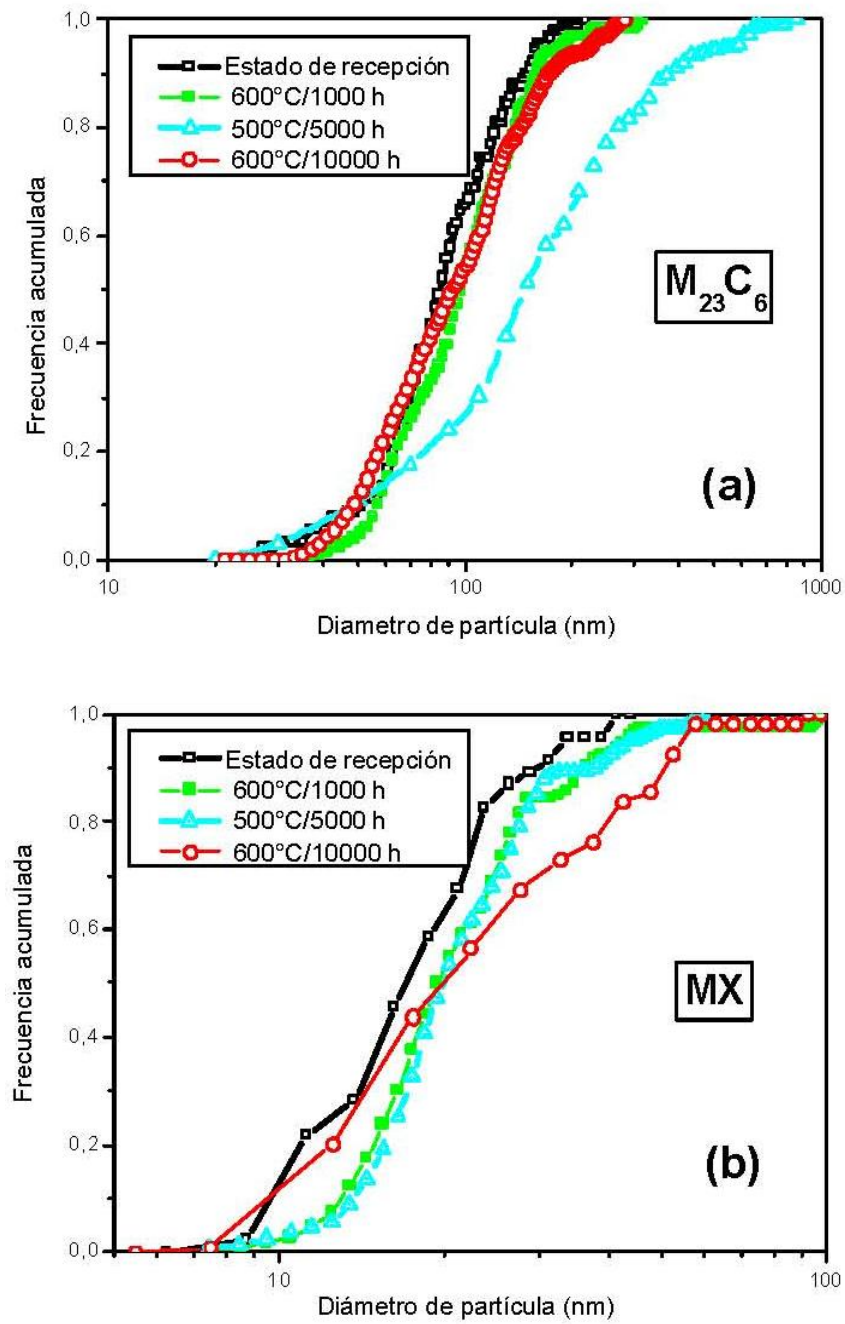


Figura 2.5. Variación del tamaño de los carburos tras diferentes procesos de envejecimiento: (a) $M_{23}C_6$ y (b) MX.

2.1.2. PROPIEDADES MECANICAS DEL ACERO EUROFER 97.

El acero Eurofer 97 además de cumplir con las especificaciones de un residuo de baja activación tras su exposición a la radiación neutrónica, debe ser capaz de cumplir con las características y necesidades mecánicas del material estructural de un TBM.

Como se ha mencionado anteriormente, los reactores de fusión, ya sea el reactor experimental ITER, su versión demostración DEMO o su versión comercial PROTO, tienen unas condiciones de servicio que hasta el momento ningún reactor ni artefacto ingenieril ha sido capaz de reproducir. En la siguiente tabla podemos ver las condiciones teóricas de servicio de este tipo de reactores, en sus tres fases de evolución.

Tabla 2.5. Rendimientos de los diferentes reactores de fusión

	ITER	DEMO	PROTO
Potencia de fusión	0.5-1 GW	2-4 GW	3-4 GW
Flujo neutrónico	0.5-1 MW/m ²	2-3 MW/m ²	2-3 MW/m ²
Modo de Operación	Pulsado (300-1000 s)	Cuasicontinuo	Continuo
Temperatura del refrigerante	150 °C	500-550 °C	>550 °C
Fluencia de neutrones en la FW	0.3-1 MWy/m ²	3-8 MWy/m ²	10-15 MWy/m ² (5años)
dpa en la FW	3-10 dpa	30-80 dpa	100-150 dpa (5años)
He por transmutación	48-160 appm (austeníticos)	360-950 appm (martensíticos)	1200-1800 appm (martensíticos)
H por transmutación	171-570 appm (austeníticos)	1500-4000 appm (martensíticos)	5000-7500 appm (martensíticos)

Estas expectativas de rendimiento se traducen en las siguientes especificaciones mecánicas para el material estructural de los reactores, el acero Eurofer [4]:

Tabla 2.6. Especificaciones mecánicas del acero Eurofer para Fusión.

ENSAYO	TEMPERATURA °C	PROPIEDAD	ESPECIFICACIÓN (Dirección transversal)
Tracción	Ambiente	Rp0,2 (Valor mínimo)	500 MPa
		Rm (Valor mínimo)	600 MPa
		A% (Valor mínimo)(1)	15 %
	550	Rp0,2 (Valor mínimo)	300 MPa
	0	Valor mínimo (2)	150 J
	+ 20	Valor mínimo (2)	200 J

(1) Probeta ($l = 5*d$, siendo d el diámetro y l la longitud calibrada).

(2) En cada serie de 3 pruebas, sólo se permite un valor inferior al mínimo requerido.

El Eurofer 97 ha sido extensivamente caracterizado dentro del programa “European Fusion Development Agreement” (EFDA). La mayoría de los datos experimentales se encuentran recogidos en una base de datos y han sido utilizados para los criterios de diseño de DEMO [21] En esta base de datos se incluyen los datos obtenidos a partir de chapas de 1.5, 8, 14 y 25 mm de espesor y de barras de 100 mm de diámetro.

A continuación se presenta un resumen de los datos recogidos tanto en dicha base de datos como los obtenidos en trabajos particulares realizados en centros de investigación concretos, entre ellos el CIEMAT.

2.1.3. ENSAYOS DE DUREZA.

El Eurofer 97-1 presenta una dureza Vickers HV30 de aproximadamente 210 ± 3 , en el caso de las chapas entre 14 y 25 mm de espesor tras temple y revenido, aunque la especificación técnica del producto admite valores de dureza entre 200 y 240 unidades Vickers. Además, estos valores no experimentaron cambios significativos tras ser sometidos a diferentes tratamientos de envejecimiento, lo que respalda los resultados mostrados con anterioridad en el análisis microestructural [22].

La dureza del acero Eurofer 97-2 se encuentra entre 216 y 229 HV30 tras temple y revenido. Por otro lado, tal y como se puede observar en la Figura 2.6, la dureza de temple, en torno a 400 HV, se modifica solo muy ligeramente con la temperatura de austenización utilizada.

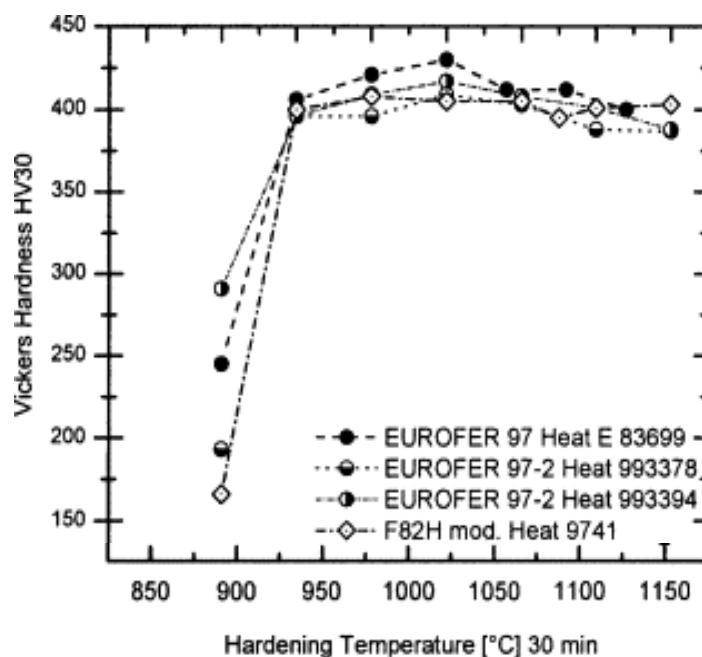


Figura 2.6. Dureza de temple vs temperatura de austenización.

La Figura 2.7 muestra que la dureza obtenida tras el temple tanto en del acero Eurofer 97 como del Eurofer 97-2 presenta un comportamiento estable hasta los 500 °C. Por encima de esta temperatura, hasta los 800 °C, el acero experimenta un proceso de ablandamiento progresivo, llegando a valores mínimos por debajo de los 200 HV30 para revenidos en torno a los 800°C. Finalmente cuando se alcanzan temperaturas por

encima de los 822 °C, el material vuelve a endurecerse debido a formación de austenita (transición de fase α - γ) y posterior temple de la misma en el enfriamiento subsiguiente [23].

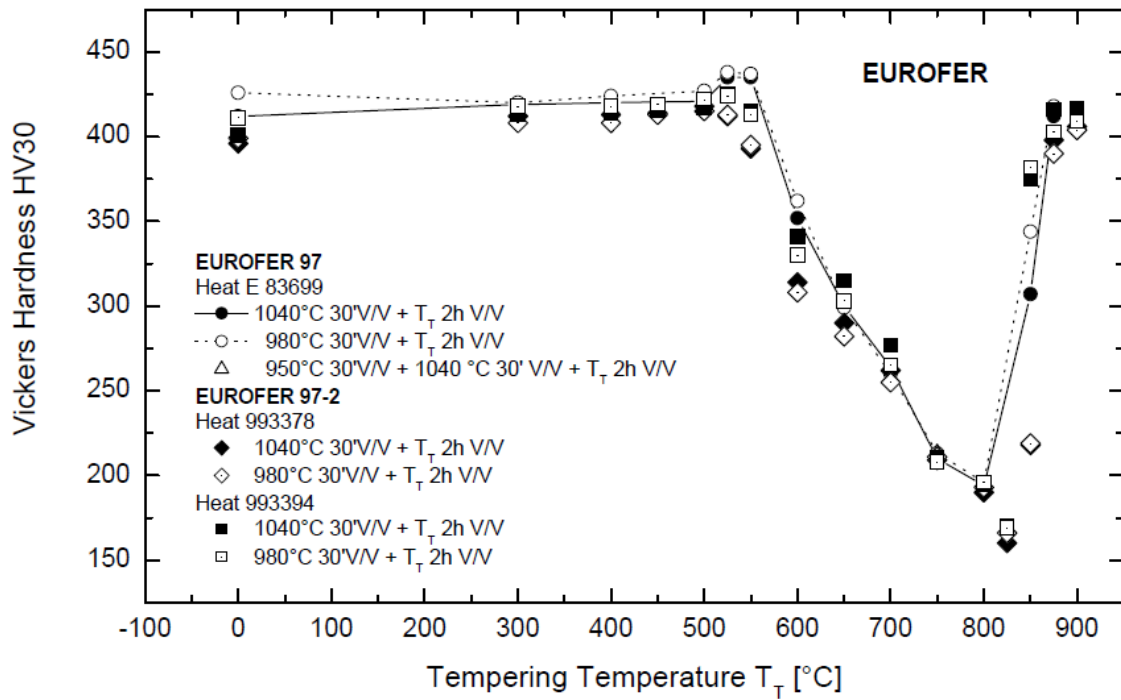


Figura 2.7. Evolución de la dureza con la temperatura de revenido (acero templado).

2.1.4. PROPIEDADES A TRACCIÓN

La Figura 2.8 da cuenta de la evolución del límite elástico con la temperatura (probetas extraídas en sentido longitudinal) para las chapas de 8, 14 y 25 mm y las barras de 100 mm.

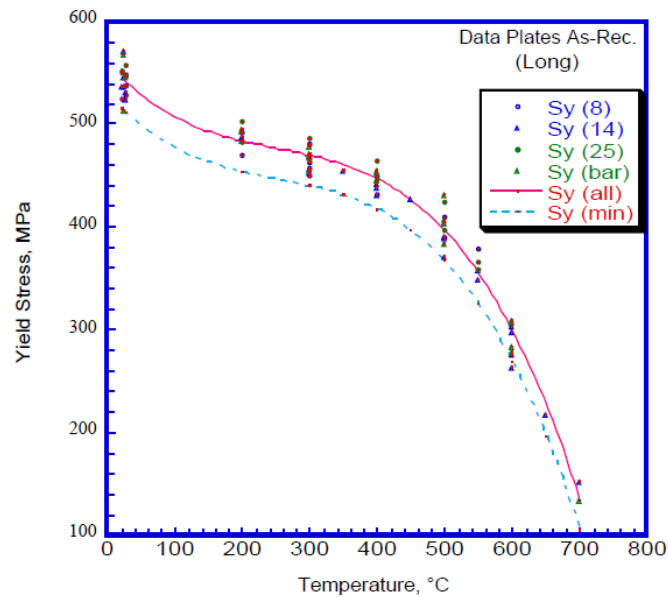


Figura 2.8. Evolución del límite elástico del Eurofer97 con la temperatura (base de datos de EFDA)

En el CIEMAT se ha llevado a cabo el análisis de las propiedades a tracción, límite elástico, resistencia mecánica, alargamiento y reducción de área, del Eurofer 97 en estado de recepción y tras 5000 horas de envejecimientos a 550 y 600 °C (figura 2.90). Se comprobó que a temperatura ambiente el Eurofer 97 posee una resistencia mecánica de 662 MPa y un límite elástico de 530 MPa y, por otro lado, que el efecto más significativo del envejecimiento térmico consiste en una leve disminución del alargamiento y de la reducción de área. [22].

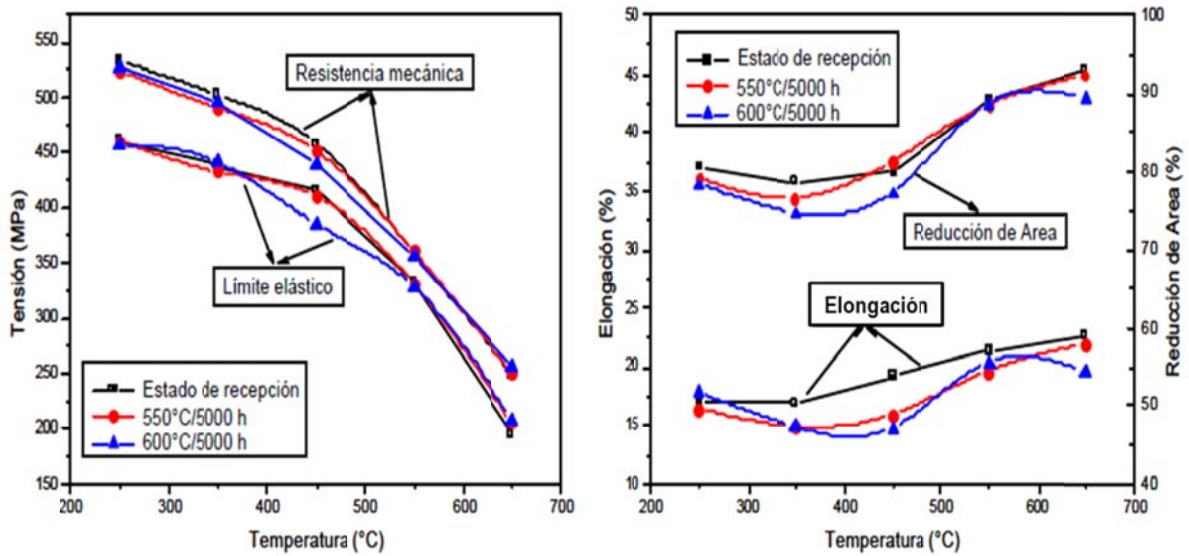


Figura 2. 9. *Propiedades a tracción del Eurofer 97 en estado de recepción y tras envejecimiento térmico.*

2.1.5. PROPIEDADES DE IMPACTO

En el informe del FZK referente al acero Eurofer 97 [3] se indica que la temperatura de transición dúctil-frágil ($DBTT_T$) medida en ensayos de impacto sobre probetas extraídas en la dirección transversal de la chapa de 14 mm de espesor es igual a $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$ (Figura 2.10). Esta misma figura muestra diferencias en función de la orientación de extracción de las probetas en el caso de las barras de 100 mm.

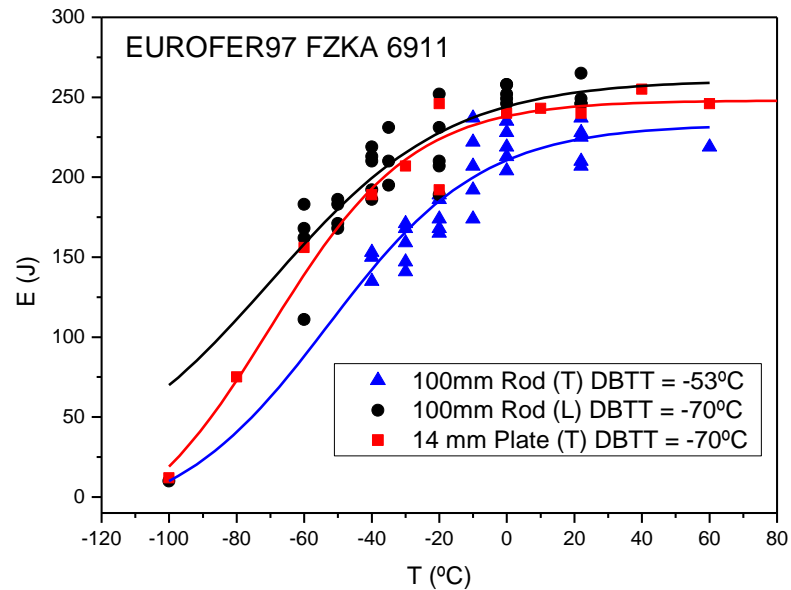


Figura 2.10. Curvas de impacto del Eurofer97 en probetas CVN.

Tal y como se puede observar en la gráfica, los valores obtenidos para las muestras en la orientación L de la barra de 100 mm son comparables a los resultados obtenidos en la chapa. Por el contrario, los valores obtenidos para la orientación T son claramente inferiores, lo que se explica sin duda en virtud de la ruta de producción que han seguido ambos productos: las barras de 100 mm se obtuvieron por forja, lo que provoca la existencia de una orientación preferente, mientras que las chapas de 14 mm de espesor se conformaron mediante laminación cruzada, lográndose de este modo una alta isotropía [25].

Por otro lado, si se comparan los datos que se han obtenido utilizando probetas miniatura de impacto Charpy (KLST 27x4x3 mm, base de datos de EFDA), de las chapas de 25 mm, 14 mm y 8 mm de espesor, se ve claramente que la temperatura de transición DBTT es mucho mayor en el caso de la placa de 25 mm (Figura 2.11).

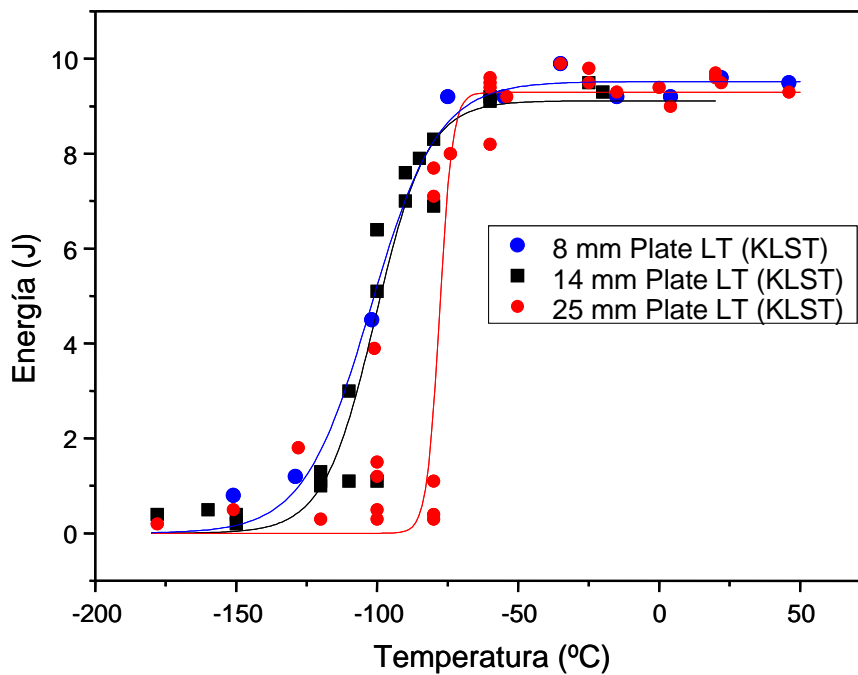


Figura 2.11. Resultados de ensayos Charpy realizados sobre probetas miniatura extraídas de las chapas de 25, 14 y 8 mm de espesor (EFDA)

2.1.6. TENACIDAD A LA FRACTURA

La caracterización mecánica de los aceros de baja activación como es el Eurofer 97, ha sido muy exhaustiva en términos de propiedades de tracción, Charpy, fatiga y fluencia térmica. Sin embargo, existen pocos datos publicados en la bibliografía disponible sobre la tenacidad a la fractura de estos aceros. Alguno de los trabajos más destacados han sido realizados por el CIEMAT en España [26], la Universidad de Santa Bárbara en EEUU [27, 28], el Oak Ridge National Laboratory (ORNL) de EEUU [29], o en los centros de investigación NRG de Holanda [30], SCK CEN de Bélgica [31, 32], VTT de Finlandia [33, 34] y CRPP-EPFL de Suiza [5].

El SCK CEN ha ensayado probetas tipo Charpy preagrietadas (PCCV) con $a_0/W=0.5$, extraídas de las barras de 100 mm (todas mecanizadas en dirección longitudinal) del acero Eurofer 97 en estado de recepción e irradiado a 0.35 dpa. El valor T_0 del material no irradiado, temperatura a la que se obtiene una tenacidad a la fractura igual a $100 \text{ MPam}^{-1/2}$, ha sido -121 °C (Figura 2.12.)

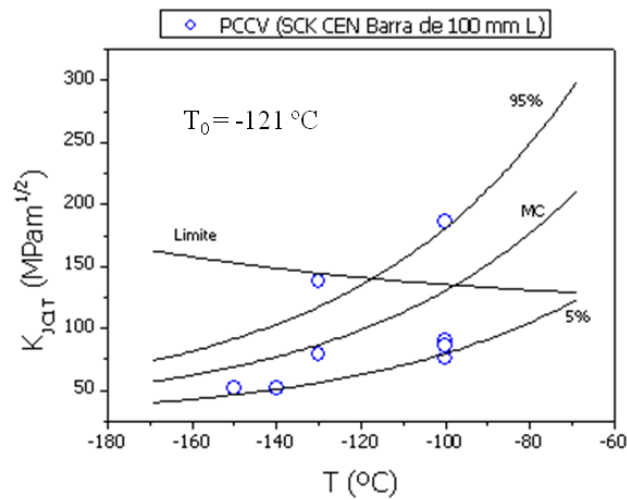


Figura 2.12. Tenacidad de fractura Eurofer 97. Probetas PCCV. SCK CEN.

El NRG ha realizado también una exhaustiva caracterización mecánica del Eurofer 97 en estado de recepción e irradiado. Centrándonos en la tenacidad de fractura del Eurofer 97 no irradiado, este centro ha utilizado probetas compactas (CT) de 5 y 10 mm de espesor, mecanizadas en la dirección LT de chapas de tres espesores diferentes (8 mm, 14 mm y 25 mm). Los resultados obtenidos pueden verse en la figura 2.13.

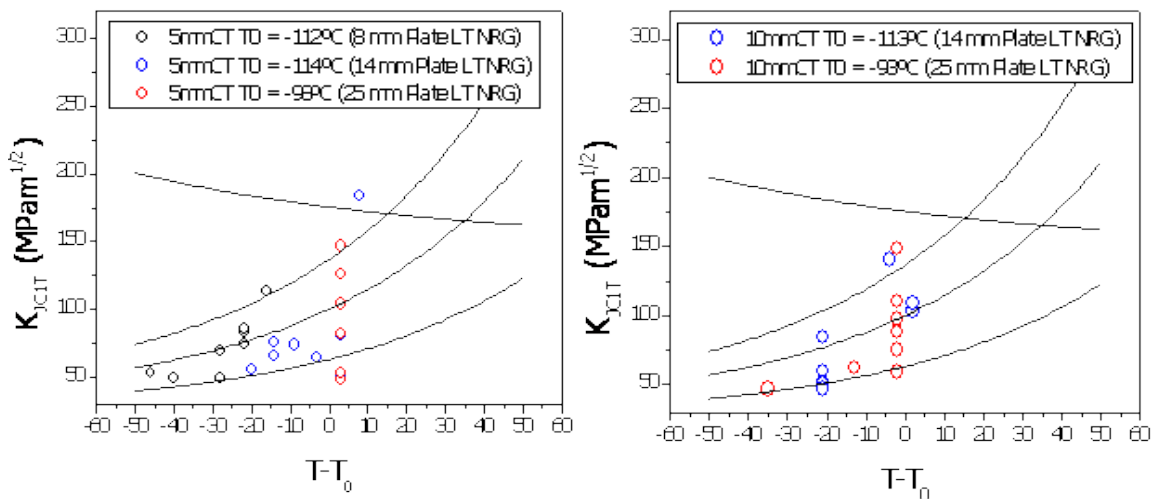


Figura 2.13. Tenacidad de fractura del Eurofer 97. Probetas CT, orientación LT (NRG)

Se han obtenido valores de T_0 iguales al utilizar probetas CT de 5 y 10 mm de espesor. Hay que hacer notar sin embargo que el valor de T_0 de las chapas de 25 mm de espesor (-98 °C para la probeta de 5 mm y -93 °C para la probeta de 10 mm) es sustancialmente mayor que el obtenido sobre las chapas de 8 mm y 14 mm de espesor (-112 °C, en el caso de la chapa de 8 mm y -114/-113 °C, para las chapas de 14 mm de espesor).

A este respecto, si se analizan los resultados de los ensayos de impacto Charpy realizados por el NRG con probetas KLST, también se puede observar que la chapa de 25 mm muestra una temperatura de transición más elevada que la de las chapas de 8 y 14 mm de espesor y que la barra de 100 mm, tal y como se pone de manifiesto en la Figura 2.14).

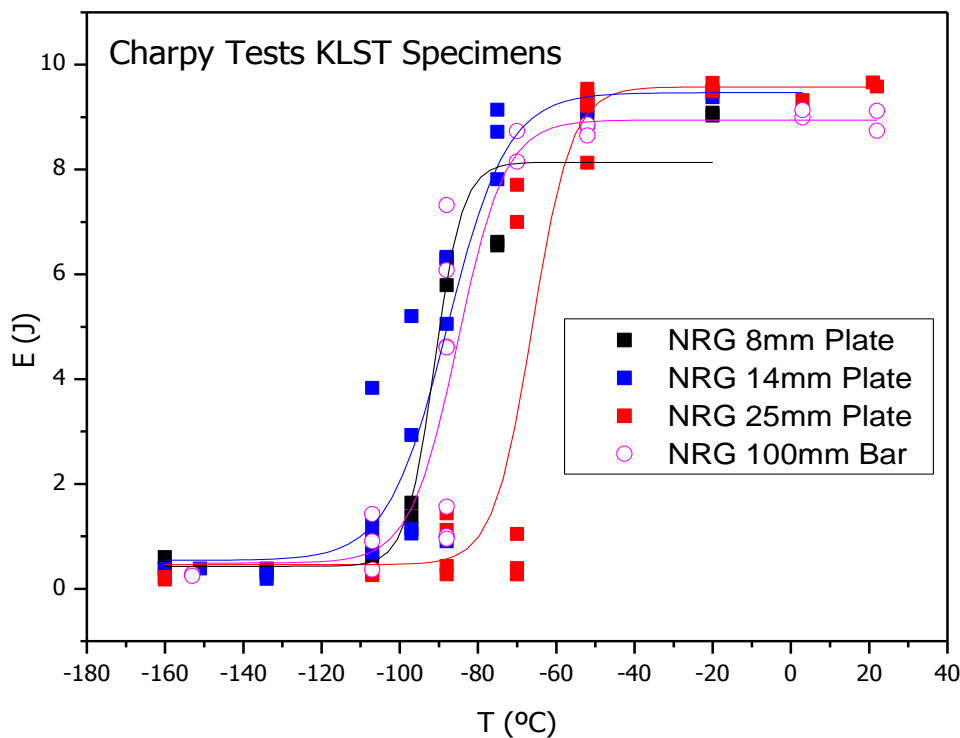


Figura 2.14. Ensayos de impacto Charpy sobre probetas KLST en la orientación LT (NRG)

A raíz de estos resultados, CCPR- EPFL [5] ha comprobado la homogeneidad de la chapa de 25 mm realizando ensayos de tenacidad de fractura sobre probetas compactas de 4.5 mm de espesor (0.2T CT) mecanizadas tanto de la parte central de la chapa como de su región superficial, no encontrándose una dependencia de la tenacidad

de fractura con el lugar de extracción, lo que apunta a que la chapa era homogénea en el sentido del espesor.

En el CIEMAT se han ensayado probetas compactas de ½ pulgada de espesor (1/2T CT) de la chapa de Eurofer 97 de 14 mm de espesor (en estado de recepción y tras envejecimiento) [26], y también probetas de flexión en tres puntos tipo Charpy (55x10x10 mm) y KLST (27x4x3 mm) mecanizadas de la barra de 100 mm de diámetro.

En la Figura 2.15 se presentan los resultados obtenidos representados como curva maestra (Master Curve), con sus bandas de confianza asociadas y el límite de validez de los resultados obtenidos. En este caso es la chapa de 14 mm de espesor la que ha dado lugar a un menor valor de T_0 , mientras que en el caso de las barras de 100 mm, se ha obtenido un valor menor de T_0 al utilizar las probetas tipo Charpy (PCCV, PreCracked Charpy V-notch). Este último aspecto significaría una menor tenacidad en el caso de las probetas de menor tamaño, contrariamente al conocido efecto del tamaño de las probetas en tenacidad a la fractura. De cualquier manera este dato podría explicarse en virtud de la incertidumbre asociada a los valores de T_0 obtenidos con las probetas miniatura (KLST). Esta misma tendencia se ha observado en otros estudios de aceros ferrítico/martensíticos de activación reducida [35] o aceros del tipo 9Cr-1MoV [36].

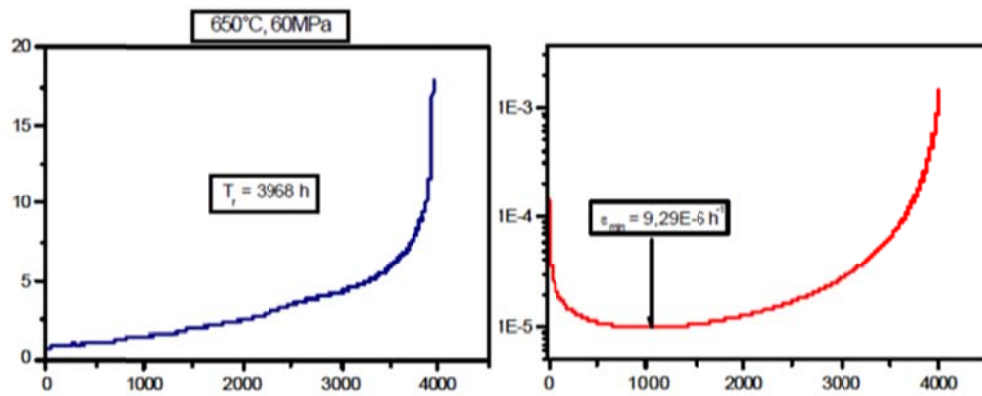


Figura 2.18. Curvas de fluencia representativas del acero Eurofer 97.

En la Figura 2.19, se muestra la variación de la resistencia a fluencia del acero Eurofer en función de la temperatura de ensayo. En general, el acero Eurofer 97 muestra niveles adecuados de resistencia a fluencia en el rango de temperaturas y cargas ensayadas.

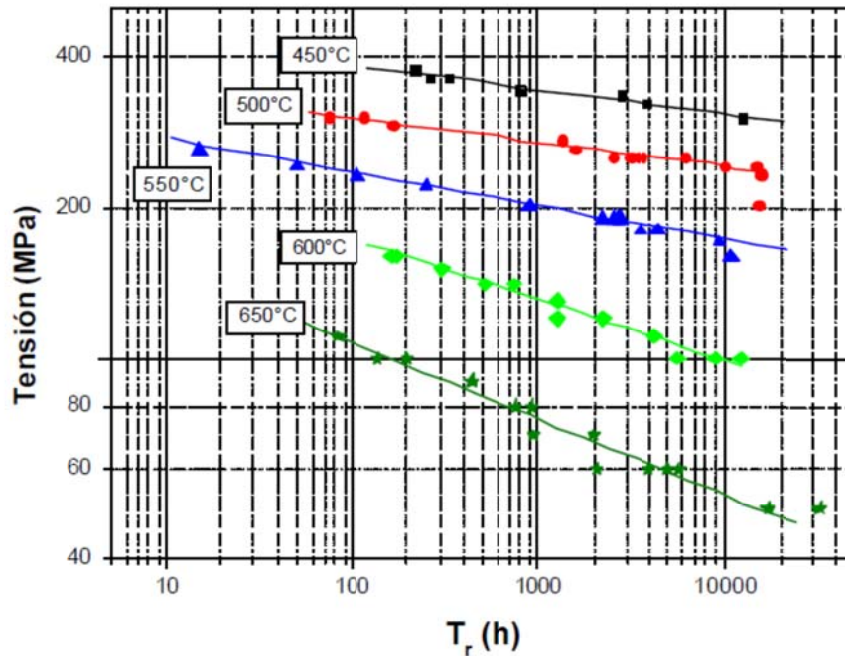


Figura 2.19. Variación de la resistencia a fluencia del acero Eurofer 97 frente al tiempo de rotura a diferentes temperaturas.

Los resultados de los ensayos de LCF entre temperatura ambiente y 600°C, muestran un ablandamiento después de pocos ciclos, que se mantiene hasta la rotura. Este ablandamiento depende de la temperatura, pero es independiente de la amplitud de la deformación aplicada. Tras un análisis de los ciclos de histéresis, combinado con un análisis mediante microscopia de transmisión, se ha puesto en evidencia que este ablandamiento cíclico es debido a la relajación de las tensiones internas debido a una disminución de la densidad de dislocaciones [37]. En la figura 2.16 se puede ver el ablandamiento cíclico del Eurofer 97 ensayado a 550°C y la comparación a 0.8 % y 300 °C que indica que a menor temperatura la relajación de las tensiones es significativamente inferior [8].

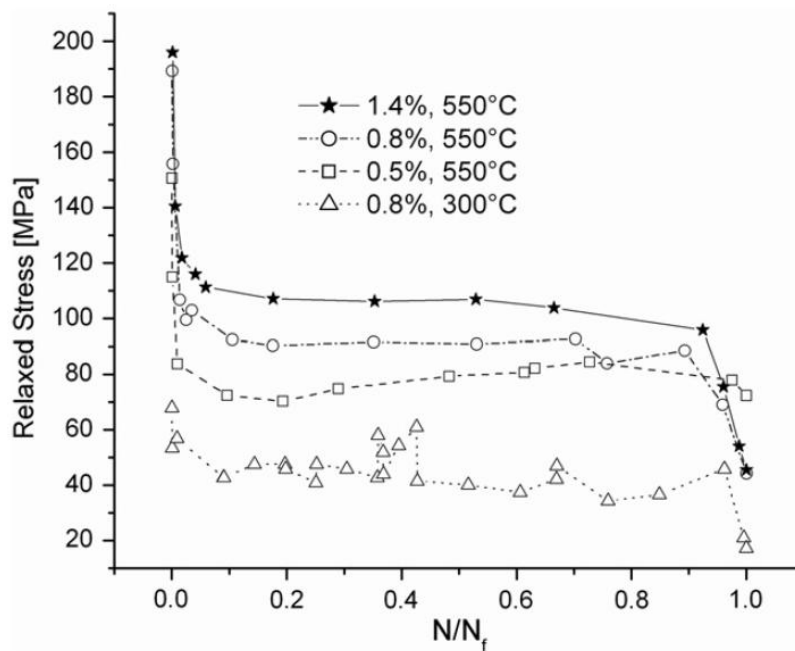


Figura 2. 16. Tensión vs. número de ciclos normalizado en ensayos LCF del Eurofer 97

Este cambio en la microestructura debido a cargas cíclicas ha sido observado en otros aceros ferrítico/martensíticos como el acero F82H [38] o el material P91 [39]. Además, este fenómeno de ablandamiento provoca que la utilización de las propiedades de tracción en el diseño no sea conservadora, puesto que las cargas cíclicas a las que está sometido el material producen una disminución del límite elástico, con la consiguiente aparición de deformaciones permanentes en servicio.

En la Figura 2. 17 se presentan las curvas de ablandamiento del Eurofer 97 a tres temperaturas diferentes, 150, 300 y 550°C. Se pone de manifiesto que el ablandamiento es considerablemente mayor a 550°C [8].

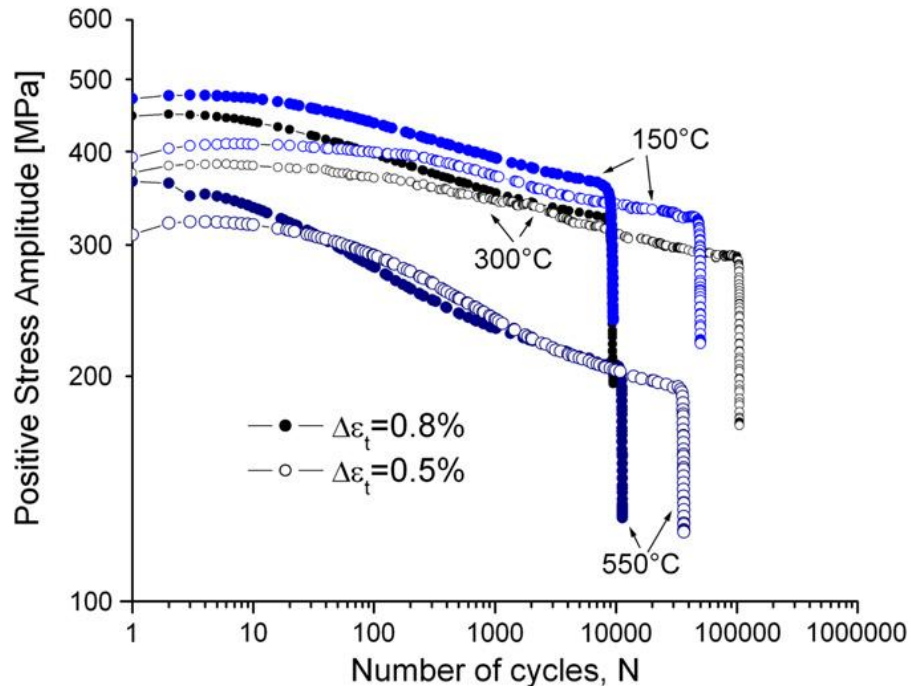
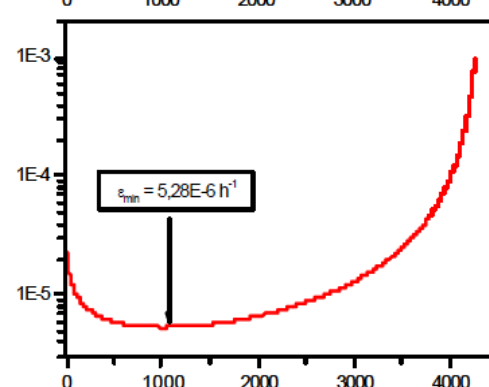
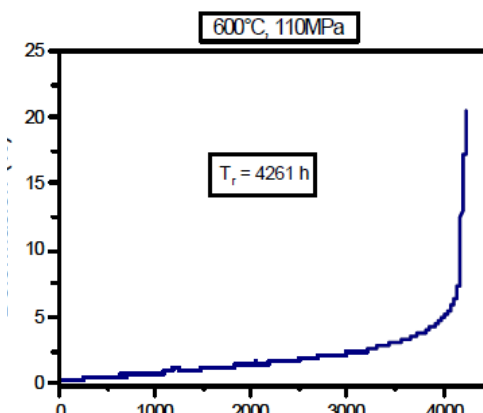
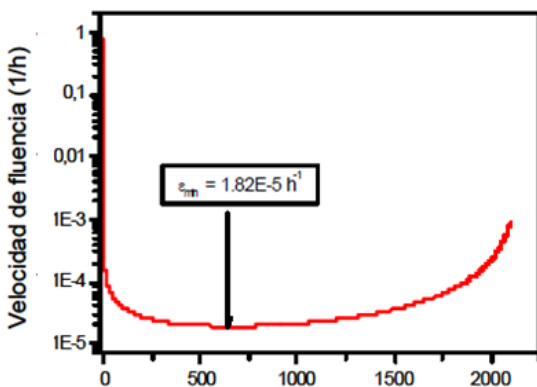
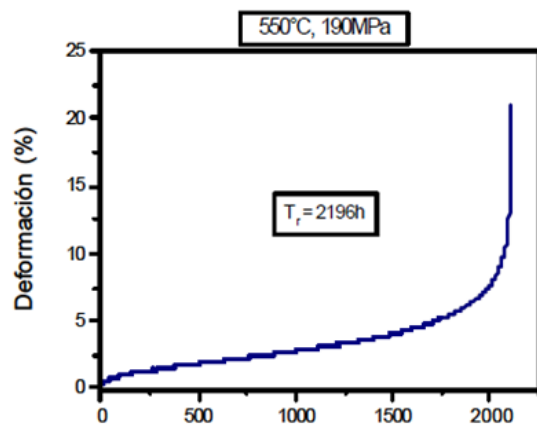
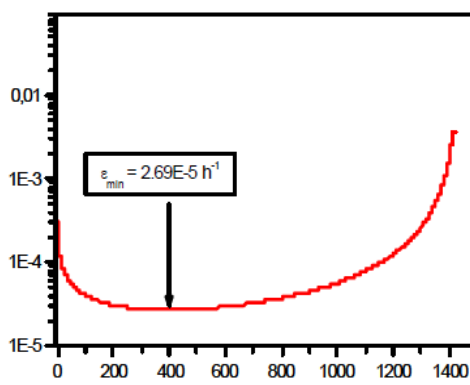
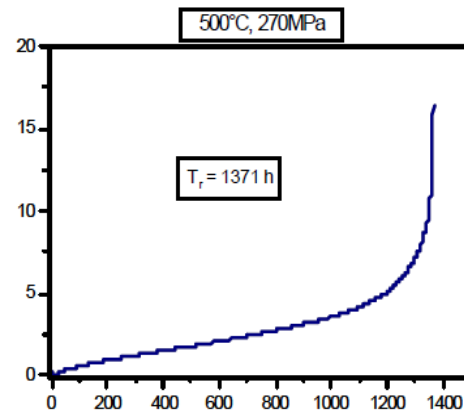
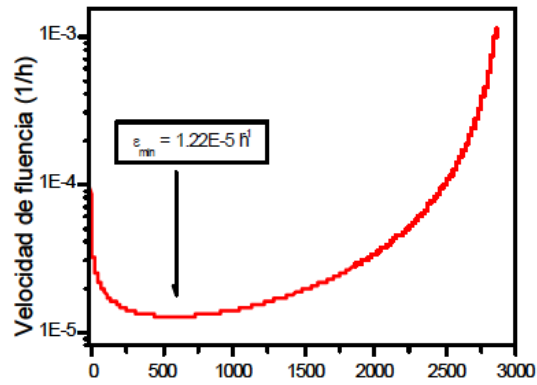
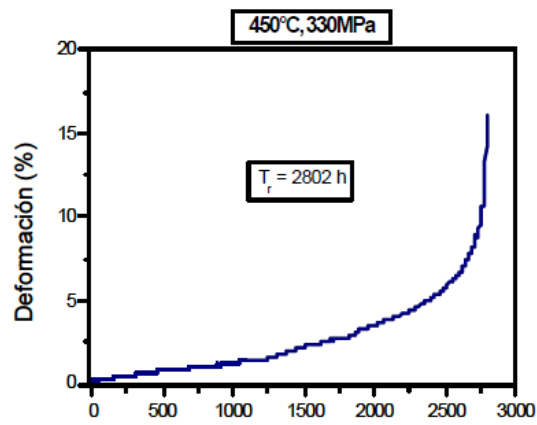


Figura 2. 17. Fatiga de bajo número de ciclos del Eurofer 97 a 150, 300 y 550°C.

2.1.8. FLUENCIA

En este apartado se analiza la resistencia a fluencia (“creep”) del acero Eurofer 97 en su estado normal de recepción (temple + revenido) entre 450 y 650 °C, bajo cargas comprendidas entre 60 y 330 MPa [15].

En la Figura 2.18 se muestran las curvas de deformación a fluencia junto con las de la velocidad de fluencia representativas de cada condición de ensayo. Dichas curvas presentan los tres estados característicos de este tipo de curvas: un primer estado en el cual la velocidad de deformación decrece con el tiempo; una segunda región correspondiente a la velocidad mínima de deformación a fluencia y la tercera zona (región de aceleración), en la que la velocidad de deformación aumenta rápidamente con el tiempo hasta el momento de la rotura.



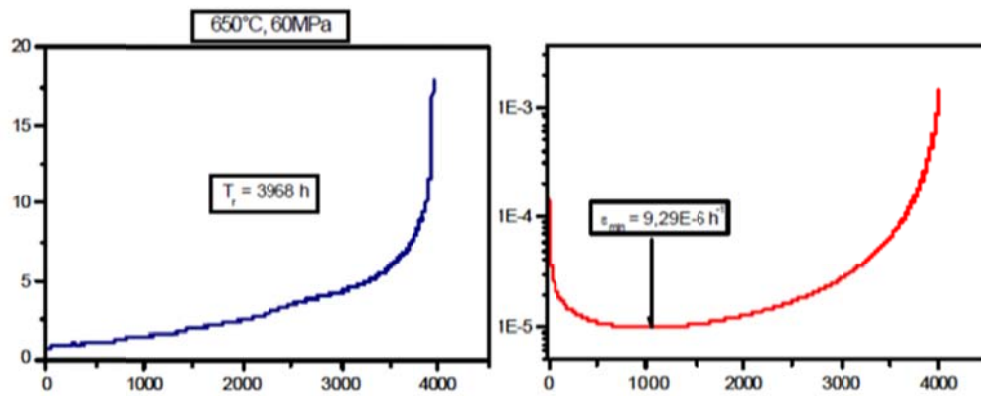


Figura 2.18. Curvas de fluencia representativas del acero Eurofer 97.

En la Figura 2.19, se muestra la variación de la resistencia a fluencia del acero Eurofer en función de la temperatura de ensayo. En general, el acero Eurofer 97 muestra niveles adecuados de resistencia a fluencia en el rango de temperaturas y cargas ensayadas.

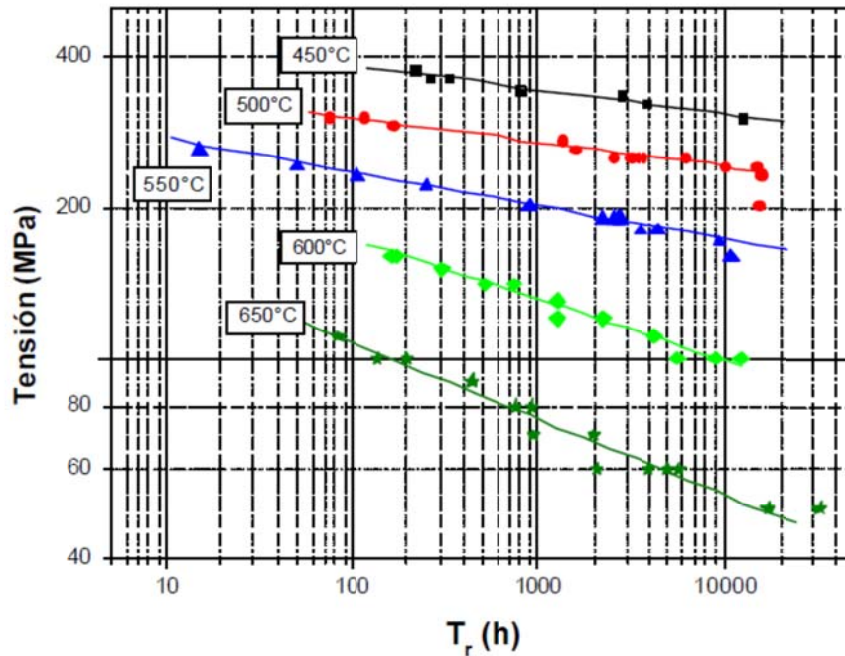


Figura 2.19. Variación de la resistencia a fluencia del acero Eurofer 97 frente al tiempo de rotura a diferentes temperaturas.

El valor obtenido de la energía de activación aparente de la fluencia es de 556 kJ/mol, de acuerdo con la ecuación de Norton [15]. Las figuras siguientes muestran en primer lugar la relación entre la velocidad mínima de fluencia y la tensión aplicada (Figura 2.20) y, en segundo lugar, la relación entre esta misma velocidad mínima de fluencia y el tiempo de rotura (Figura 2.21).

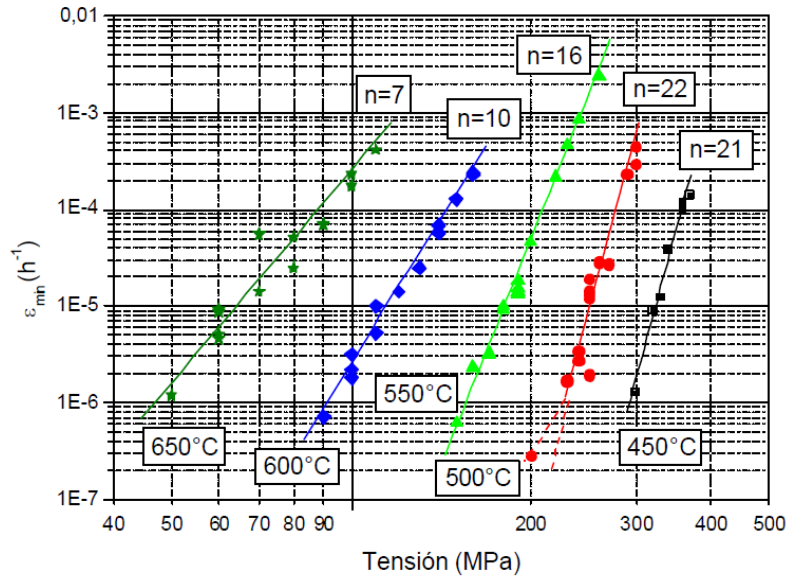


Figura 2.20. Velocidad mínima de fluencia en función de la tensión aplicada y de la temperatura para el acero Eurofer 97.

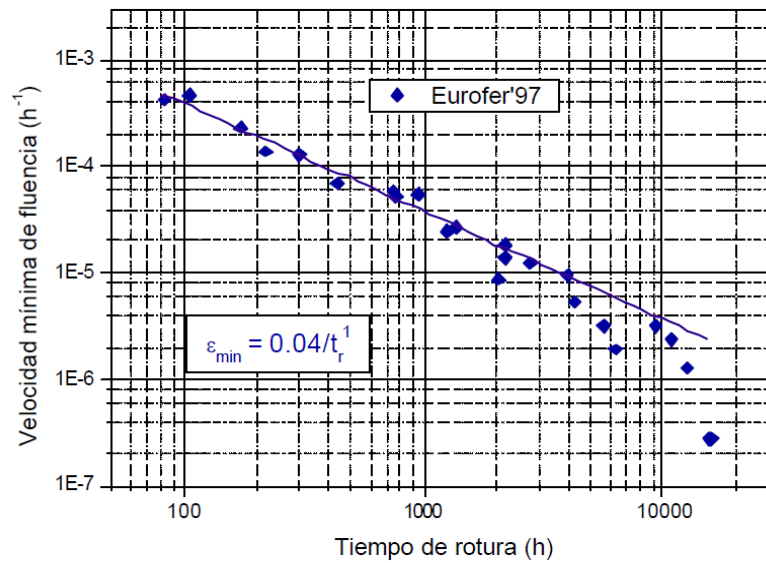


Figura 2.21. Velocidad mínima de fluencia frente al tiempo de rotura para el acero Eurofer 97.

La figura 2.20 muestra además el exponente de la tensión, n ($d\epsilon/dt = k \sigma^n$) para cada temperatura de ensayo. Se hace notar la significativa disminución de este coeficiente que tiene lugar entre 550 y 600 °C, que indica un cambio en el mecanismo de deformación.

En la figura 2.21 se ha representado el cálculo del tiempo de rotura para el acero Eurofer 97 a partir de la ecuación de Monkman-Grant, expuesta en la misma figura.

La combinación de la ecuación de Monkman-Grant junto con la de Norton permite determinar la tensión máxima a la que puede ser sometido un material, utilizando la ecuación de Monkman-Grant para obtener la velocidad mínima de fluencia para una vida determinada y mediante la ecuación de Norton (Figura 2.20), conocida ya la velocidad mínima de fluencia, se determina la tensión máxima admisible a la temperatura de servicio.

Por otro lado, los estudios microestructurales de las probetas ensayadas desvelaron una clara diferencia en la evolución microestructural entre el material ensayado a tiempos cortos (altas tensiones) y el material ensayado durante tiempos largos (bajas tensiones). Mientras que para tiempos cortos, los cambios microestructurales observados fueron la formación de subgranos poligonales y el engrosamiento de los carburos $M_{23}C_6$; los cambios microestructurales para tiempos largos (más de 9000 h), fueron el engrosamiento de precipitados y la precipitación de partículas de tipo M_6C (siendo M, Fe y W). La precipitación de estos carburos con un alto contenido de wolframio produce una reducción de este elemento en la solución sólida adyacente y, por lo tanto, su efecto endurecedor se reduce. La aparición de estos carburos tras largos tiempos de servicio a alta temperatura parece que juegan un papel importante en la pérdida de resistencia a fluencia del acero Eurofer 97 en estas condiciones.

2.2. EFECTOS DE LA IRRADIACIÓN

El daño de cualquier material sometido a irradiación neutrónica puede ser entendido como un fenómeno multiescala. Es decir, desde que incide un neutrón en la red cristalina de un metal y produce un defecto primario, hasta que las propiedades mecánicas del material se ven afectadas, la escala de tiempos va desde los picosegundos hasta tiempos mucho mayores, que pueden ser del orden de años y la dimensión afectada empieza en el nivel atómico y puede terminar afectando al componente completo. Este proceso multiescala hace que la fragilización por irradiación sea un proceso muy complejo, con múltiples facetas, difícil de cuantificar.

A escala atómica, cuando un material metálico es bombardeado con neutrones se producen principalmente dos efectos. Por un lado, las interacciones inelásticas con el núcleo de los átomos componentes de la aleación dan lugar a productos de transmutación, que terminan con la formación de helio e hidrógeno. Además, también se producen interacciones elásticas, en las que los neutrones incidentes transfieren energía a los átomos de la red cristalina a través de colisiones elásticas y los desplazan de su posición de equilibrio en la red, creando vacantes y átomos intersticiales.

De este modo se forma una cascada de desplazamientos atómicos. Cerca de un 10% de las vacantes e intersticiales que se forman inicialmente sobreviven a la evolución de la cascada y provocan la formación de defectos en la microestructura, que terminan formando cavidades, redistribuyendo los elementos de aleación por segregación inducida por irradiación y pueden dar lugar a posibles transformaciones de fase. Todos estos fenómenos influyen y modifican las propiedades mecánicas del producto, dando lugar a los siguientes efectos [48]:

- Endurecimiento y fragilización: a temperaturas hasta $0.35 T_M$, donde T_M es la temperatura de fusión del material y para dosis por encima de 0.1 dpa.
- Inestabilidad de fases y precipitación y segregación inducidas por la irradiación: para dosis por encima de 10 dpa y temperaturas entre 0.3 y 0.6 T_M .
- Fluencia o creep inducido por irradiación (deformación permanente que es proporcional a la dosis y a la tensión aplicada) para dosis por encima de 10 dpa y temperaturas en el entorno de 0.45 T_M .

- Swelling o hinchamiento por formación de cavidades (aglomeraciones de vacantes), que provoca cambios dimensionales para dosis mayores de 10 dpa y bajo temperaturas entre 0.3 y 0.6 T_M .
- Fragilización intergranular por helio a alta temperatura, para dosis mayores de 10 dpa, contenidos en helio mayores de 100 appm y temperaturas por encima de $0.5T_M$.

Los efectos de la irradiación en materiales estructurales de los reactores de fisión se han estudiado en los últimos 50 años con profusión. A este respecto, existe un gran conocimiento y muchos datos experimentales de materiales irradiados en muy diferentes condiciones. El problema de los materiales estructurales para los reactores de fusión es principalmente que la fuente de irradiación no tiene el mismo espectro neutrónico que el de los reactores de fisión, por lo que no se pueden extrapolar a los reactores de fusión los datos conocidos sobre materiales irradiados en reactores de fisión.

La gran diferencia entre el espectro de un reactor de fisión y uno de fusión, además de la energía de los neutrones, es la cantidad de helio generado por transmutación en estos últimos. Como puede verse en la Figura 2.22 para el ITER se esperan dosis en los materiales ferríticos de hasta 3 dpa, con una producción de helio por transmutación de hasta 50 appm (número de átomos por cada millón de átomos de referencia). En la misma figura se observa que para el futuro reactor de fusión, el helio transmutado puede llegar a alcanzar cifras superiores a 1000 appm.

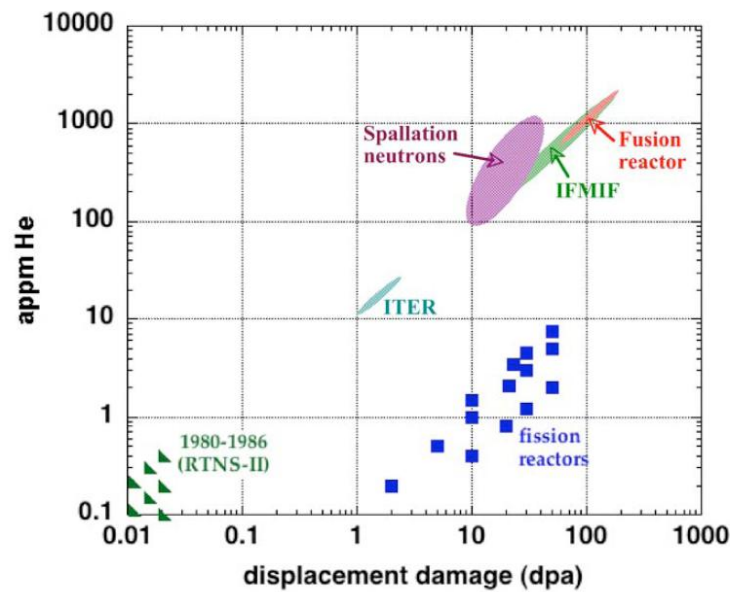


Figura 2.22. Relación de helio producido por transmutación en aceros ferríticos en diferentes tipos de reactores

Esta cantidad de helio transmutado da lugar a una fragilización por helio a baja temperatura y a alta temperatura y también al hinchamiento. Además, la presencia de helio puede alterar los procesos de precipitación inducidos por la irradiación y causar una reducción drástica de la resistencia a la fractura a temperaturas por debajo de $0.5T_M$, debido a fenómenos de descohesión de los bordes de grano.

La fragilización inducida por la irradiación se traduce, por un lado, en el aumento del límite elástico de la aleación, mientras que por otro lado, hace disminuir el valor de la tensión crítica de rotura por clivaje. La Figura 2. 23 da cuenta de estos dos efectos en un diagrama que representa la variación del límite elástico con la temperatura de la aleación no irradiada y tras la irradiación.

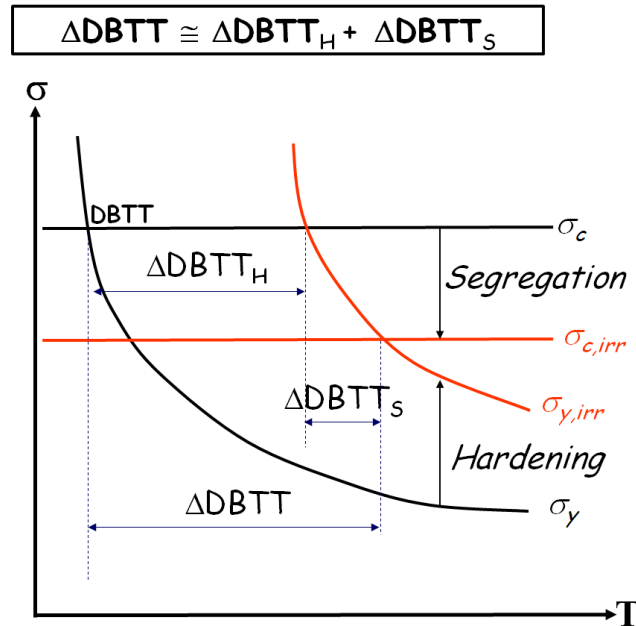


Figura 2. 23. Diagrama de Ludwig-Davidenkov representando la tensión frente a la temperatura en el material en ausencia de irradiación e irradiado [48].

La selección de los aceros ferrítico/martensíticos como materiales estructurales en reactores nucleares se ha realizado en base a los buenos resultados de los programas de irradiación llevados a cabo en los reactores rápidos. La principal ventaja es su excelente resistencia al hinchamiento (“swelling”) que, como puede verse en la Figura 2.24, es mucho mejor que la de los aceros austeníticos. Para el rango de irradiación (dpa) y temperatura de operación prevista en ITER, el hinchamiento no será un fenómeno degradante a tener en cuenta en el caso de los aceros ferrito/martensíticos.

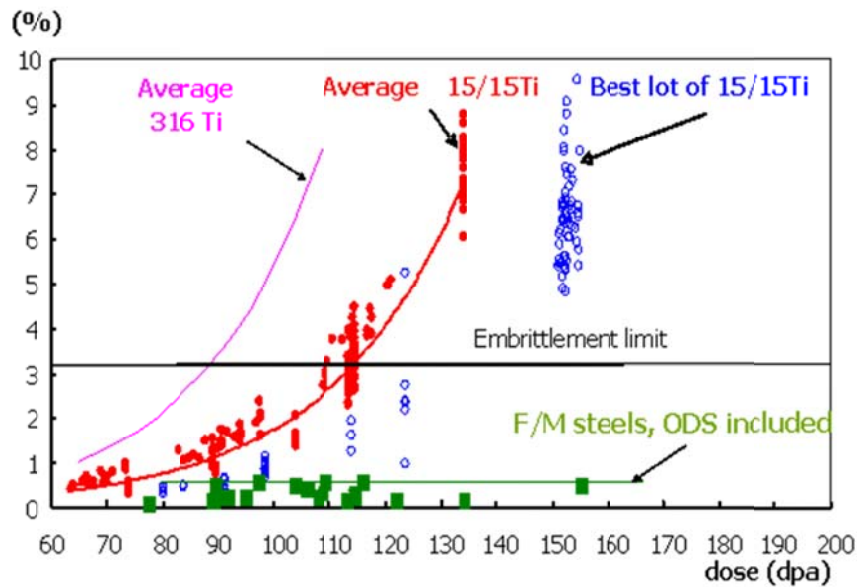


Figura 2.24. Evolución del grado de hinchamiento de diferentes acero con la dosis neutrónica aplicada [49].

Los efectos de la irradiación en las propiedades a tracción de los aceros F/M se resumen en un endurecimiento a temperaturas por debajo de 450°C, mientras que para temperaturas superiores el endurecimiento es pequeño o incluso se produce un ablandamiento para las dosis mayores. Como se había comentado en el diagrama de Ludwig-Davidenkov mostrado en la Figura 2. 23, el endurecimiento del material produce a su vez un aumento de la temperatura de transición dúctil-frágil. Según este diagrama la fractura frágil ocurre cuando el límite elástico excede la tensión crítica de clivaje, siendo este punto de intersección el que define la temperatura de transición dúctil-frágil, DBTT. Como el endurecimiento por irradiación produce un aumento del límite elástico y, al mismo tiempo, reduce la tensión de fractura por clivaje, la irradiación neutrónica conduce a un fuerte incremento de la temperatura DBTT.

2.2.1. EFECTOS DE LA IRRADIACIÓN EN EL EUROFER97

El comportamiento bajo irradiación neutrónica del Eurofer 97 tratado térmicamente (1040°C 0.5 h + 760°C 1.5 h) ha sido estudiado en diversas campañas de irradiación realizadas en diferentes laboratorios y caracterizadas por dosis de irradiación bajas, medias y altas. Además, también se han llevado a cabo varios experimentos de irradiación con iones y protones dirigidos básicamente a analizar la estabilidad microestructural. Un resumen de las irradiaciones realizadas hasta la fecha se puede ver en la Tabla 2.7:

Tabla 2.7. Campañas de irradiación del Eurofer 97.

Campaña	Reactor	Temperatura (°C)	Dosis (dpa)
IRFUMA	BR2	300	Hasta 2
SUMO	HFR	300	Entre 1 y 10
SIWAS	HFR	Ambiente	2.7
SPICE, WTZ RUS 01/577	HFR	250,300,350,400, y 450	16.3
ARBOR	BOR 60	330	Hasta 70
ALTAIR	BOR 60	325	42.3
STIP	SINQ (protones)	Hasta 500	Hasta 20 1800 appm He
Dual beam	high voltage electron microscope (H-1300) and a 300 keV ion accelerator	250-300	0.1 – 50 10 appm He/dpa

En la siguiente figura se puede ver el endurecimiento por irradiación del Eurofer 97 medido en sucesivas campañas de irradiación a 300°C. La tendencia es clara, y a partir de 42 dpa parece que se alcanza la saturación, aunque los datos disponibles son aún insuficientes para asegurarlo [50].

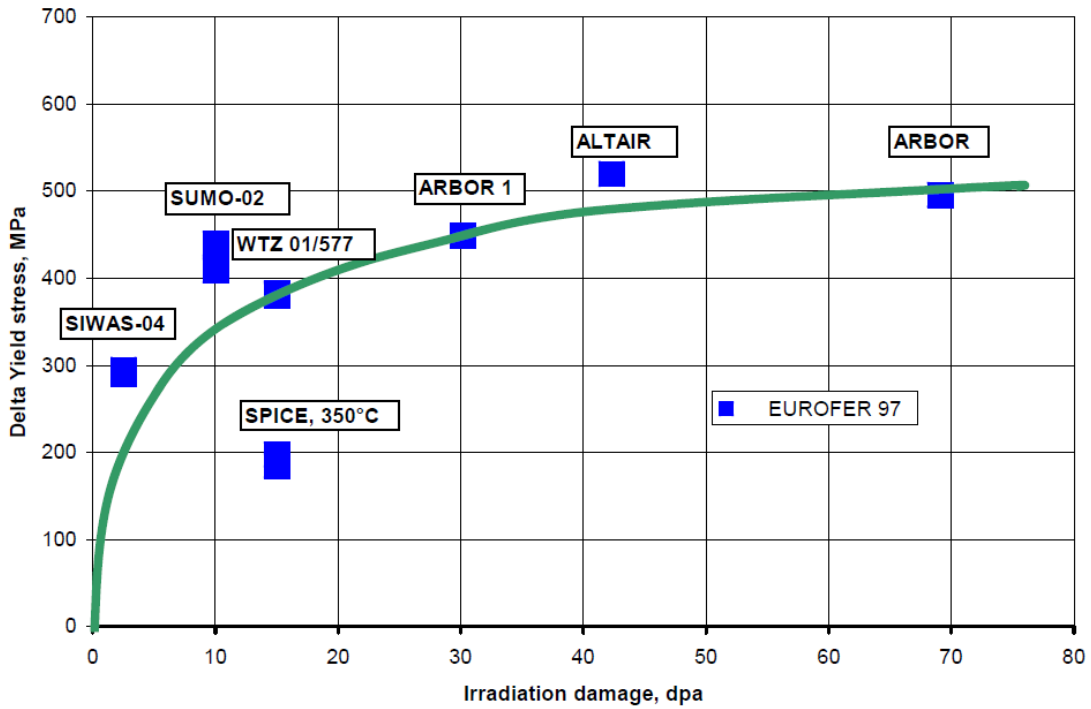


Figura 2.25. Incremento del límite elástico por irradiación del Eurofer 97 [50]

La Figura 2.26 muestra la fragilización inducida por irradiación del Eurofer 97 para temperaturas de irradiación entre 300 y 330°C. En este caso para dosis mayores de 32 dpa parece que se tiende a la saturación [51].

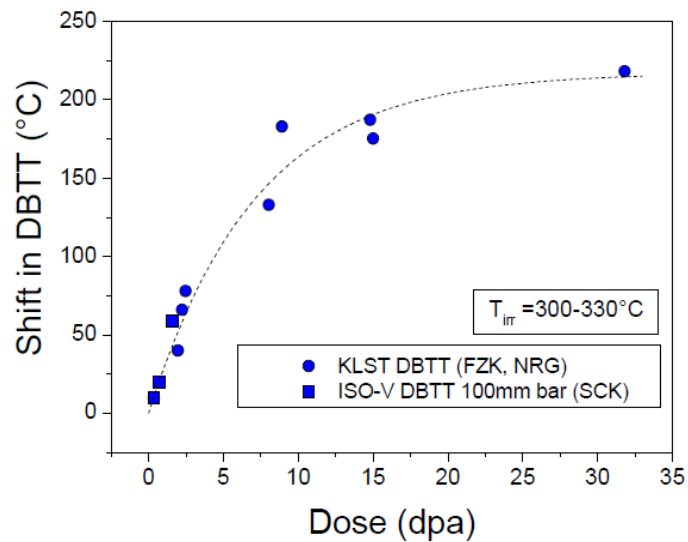


Figura 2.26. Desplazamiento de la DBTT del Eurofer 97 a consecuencia de la irradiación.

Por otro lado, en el caso de los aceros utilizados en las vasijas de los reactores de fisión se ha encontrado una correlación lineal entre el aumento del límite elástico y el aumento en la temperatura de transición producido por la irradiación. Sin embargo, en el caso del acero Eurofer 97 esta relación ya no es tan evidente, como se demuestra en la Figura 2.27, de manera que el papel del helio para irradiaciones a 300°C debe ser aún clarificado [52]

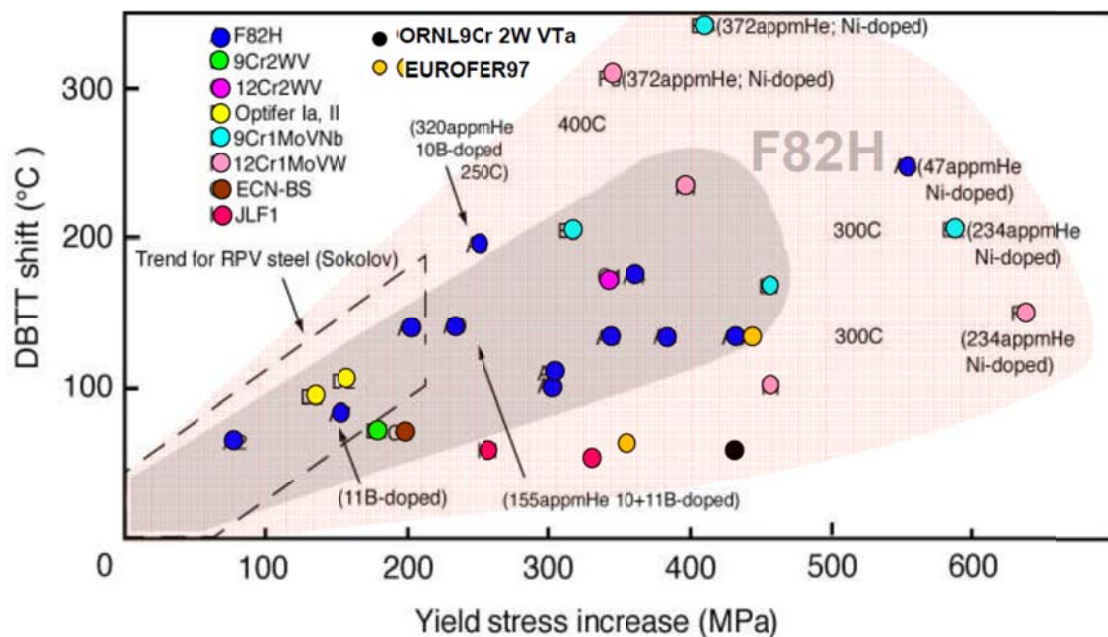


Figura 2.27. Efecto de la irradiación en aceros F/M.

Por último, para temperaturas por encima de 450°C, los fenómenos de fragilización no endurecedores (non-hardening embrittlement, NHE) empiezan a jugar un papel importante en este tipo de aceros [53]. Estos fenómenos incluyen los siguientes:

- Precipitación y engrosamiento de compuestos frágiles que facilitan la fractura por clivaje o la fractura intergranular
- Segregación o empobrecimiento de elementos aleantes y/o impurezas en los bordes de grano
- Inestabilidad de las placas martensíticas que provocan el incremento del tamaño de los subgranos

- Descohesión de los bordes de grano, con formación de microgrietas, burbujas de gas (H y He) y cavidades inducidas por la fluencia.

El efecto de la irradiación neutrónica en otras propiedades, como la fatiga y la fluencia en los aceros RAFM ha sido aún poco estudiado y los resultados preliminares son aún ambiguos. Se necesita disponer de más datos de este tipo de ensayos.

2.3. SOLDADURA Y UNIONES EN EL ACERO EUROFER 97.

La definición de procesos de soldeo y unión fiables de componentes de aceros de baja activación necesarios para la fabricación de los módulos TBM es uno de los retos tecnológicos de fabricación más importantes, así como el conocimiento de los tratamientos térmicos óptimos a aplicar tras la soldadura. Aunque se ha avanzado de forma notoria en los últimos años, y hay muchas propuestas de fabricación, aun no existe un proceso definido y cualificado satisfactoriamente para llevar a cabo de forma segura la soldadura de estos componentes fabricados con acero Eurofer.

Como se verá más detalladamente en el apartado 6 de esta Memoria de Tesis, el diseño de los dos conceptos principales de “breeder blanket modules” desarrollados en la unión europea (HCLL, Helium-Cooled Lithium-Lead y HCPB, Helium-Cooled Pebble-Bed) es complejo y requiere de un amplio estudio del proceso o procesos de soldeo, de los materiales de referencia, los consumibles de soldeo, los procesos de reparación a utilizar en caso necesario, la necesidad o no de llevar a cabo precalentamientos, los métodos de control de las soldaduras, tratamientos térmicos post soldeo, etc. Todos estos estudios están actualmente en curso en diferentes laboratorios e instituciones, por lo que se pueden encontrar todavía datos dispares sobre la soldabilidad del acero Eurofer, ya que aún no se ha definido un único proceso de unión de referencia.

Los estudios de soldeo realizados sobre el acero Eurofer y también sobre otros aceros de activación reducida o de baja activación, en general se basan en los previos realizados sobre aceros ferrítico-martensíticos. Los ciclos térmicos de soldeo y los tratamientos post-soldo alteran la microestructura del acero base, que se había obtenido tras un cuidadoso estudio de los tratamientos térmicos más adecuados. La zona afectada térmicamente (ZAT) que se genera en el soldeo de estos aceros consta de varias subzonas que dan lugar a diferentes microestructuras: zona de transformación parcial o zona intercrítica, zona de afino de grano y zona de grano grueso. Los aceros F/M son más difíciles de soldar que los austeníticos porque normalmente será necesario precalentar antes de soldar con el fin de evitar agrietamientos, y también resulta imprescindible realizar un tratamiento térmico post-soldo (PWHT) para revenir la martensita, que se formará tanto en la zona fundida como en la zona afectada por el

calor. Sin embargo, se ha demostrado que estos aceros se pueden soldar utilizando procesos de soldeo por arco con electrodos de aporte o de modo autógeno. Para minimizar el aporte térmico y así las zonas afectadas térmicamente en las soldaduras, se utilizan soldaduras de alta velocidad y bajo aporte, como la soldadura láser y por haz de electrones.

Los tipos de agrietamiento que se han observado en las soldaduras de aceros F/M se clasifican de acuerdo a su posición en la soldadura: los tipos I y II ocurren en la zona fundida, el tipo III ocurre en la zona de grano grueso de la ZAT, mientras que el tipo IV es el daño más importante en aquellas uniones que deban operar durante largos tiempos a alta temperatura. Está asociado a un aumento significativo de la velocidad de fluencia en la zona de grano fino y en la zona intercrítica de la ZAT, por lo que acorta considerablemente la vida en servicio de estos componentes [40]. Este tipo de daño ha sido ampliamente estudiado en aceros F/M convencionales considerándose crítico cuando la soldadura deba operar por encima de 550°C durante largos periodos de tiempo. Uno de los métodos para reducir este riesgo consiste en la adición de boro, lo que queda excluido en el caso de los materiales para fusión. En el caso de los aceros RAFM de los TBM, no se espera que los agrietamientos tipo IV sean un gran problema, siempre y cuando la temperatura de servicio se sitúe por debajo de 550°C [41]. De cualquier manera, es necesario generar datos del comportamiento a fluencia durante largos tiempos de soldaduras de aceros RAFM para establecer si este tipo de aceros son susceptibles o no al agrietamiento tipo IV.

Otro tema abierto en el soldeo de los aceros RAFM son las soldaduras disimilares entre aceros F/M y aceros austeníticos. Este tipo de soldaduras son susceptibles de fallos prematuros en servicio debido a las tensiones térmicas que se generan en la intercara entre los dos materiales, en virtud de sus diferentes coeficientes de expansión térmica. La solución pasa por llevar a cabo una soldadura trimetálica, utilizando un material intermedio que acomode las citadas tensiones térmicas. La combinación trimetálica 316SS-Aleación 800-9Cr1Mo, desarrolladas en los programas de los reactores nucleares de sodio, han dado lugar a buenos comportamientos en servicio, pero el uso de las aleaciones base níquel, como es el caso de la aleación 800, está restringida en los reactores de fusión [42].

Centrándonos ya en los TBM y en los aceros RAFM, los tipos de soldaduras utilizadas con los aceros RAFM en la fabricación de los TBM, se pueden dividir en dos grupos: soldaduras en estado sólido por difusión (Difusión Welding, DW) y las soldaduras con fusión.

Las soldaduras por difusión pueden realizarse por prensado isostático en caliente (HIP) o bajo presión uniaxial, ambas después de una preparación superficial de las caras a unir. Por otro lado, las soldaduras por fusión se pueden realizar por haz de electrones (EB), laser, híbridas MIG/laser o por TIG con electrodo de aporte. Todas estas opciones están siendo investigadas dentro del programa EFDA por diferentes laboratorios. De cualquier manera, aunque los resultados ya disponibles son prometedores, todavía no existe un procedimiento de soldeo debidamente cualificado.

La zona afectada por el calor (HAZ) de las soldaduras realizadas sobre el acero Eurofer se compone de tres partes diferenciadas: la zona más cercana a la línea de fusión, o zona de grano grueso ($CG > 40 \mu\text{m}$), una zona de grano fino ($FG \sim 4-6 \mu\text{m}$), y la zona más próxima al acero base, consistente en martensita revenida, virtualmente semejante al metal base, excepto que su dureza es menor, debido al sobrevenido que tiene lugar durante la operación de soldeo (región que se calienta a una temperatura superior a la del revenido previo del acero base) [44].

Las uniones mediante HIP del Eurofer 97 han sido estudiadas por el CEA [43]. El ciclo de HIP elegido es $1100 \text{ }^\circ\text{C}$ 2h bajo una presión de 100 MPa. Durante este proceso el tamaño de grano del acero aumenta debido a la disolución de los carburos a alta temperatura, por lo que para restaurar las propiedades debe aplicarse un tratamiento térmico completo, consistente en una austenización a $950 \text{ }^\circ\text{C}/2 \text{ h}$, seguida de un revenido a $750 \text{ }^\circ\text{C}/2 \text{ h}$ [54]. Una intercara de unión realizada de este modo puede verse en la figura 2.28 se aprecia que es muy limpia, homogénea y prácticamente está exenta de discontinuidades. Las propiedades mecánicas medidas sobre esta unión han sido excelentes.

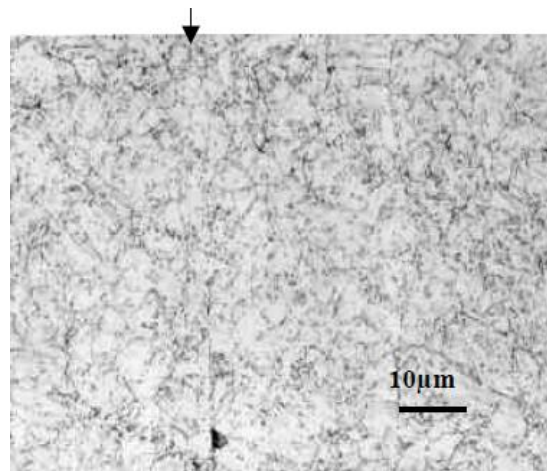


Figura 2.28. Unión de Eurofer 97/ Eurofer 97 por HIP.

Siendo los TBMs componentes de geometría compleja, deben combinarse las técnicas de DW-HIP con soldaduras láser. En la figura 2.27 se ha representado el proceso de unión propuesto por el CEA que es preciso llevar a cabo para fabricar una placa refrigeradora CP, que implica soldaduras realizadas por láser, TIG y uniones HIP [45].

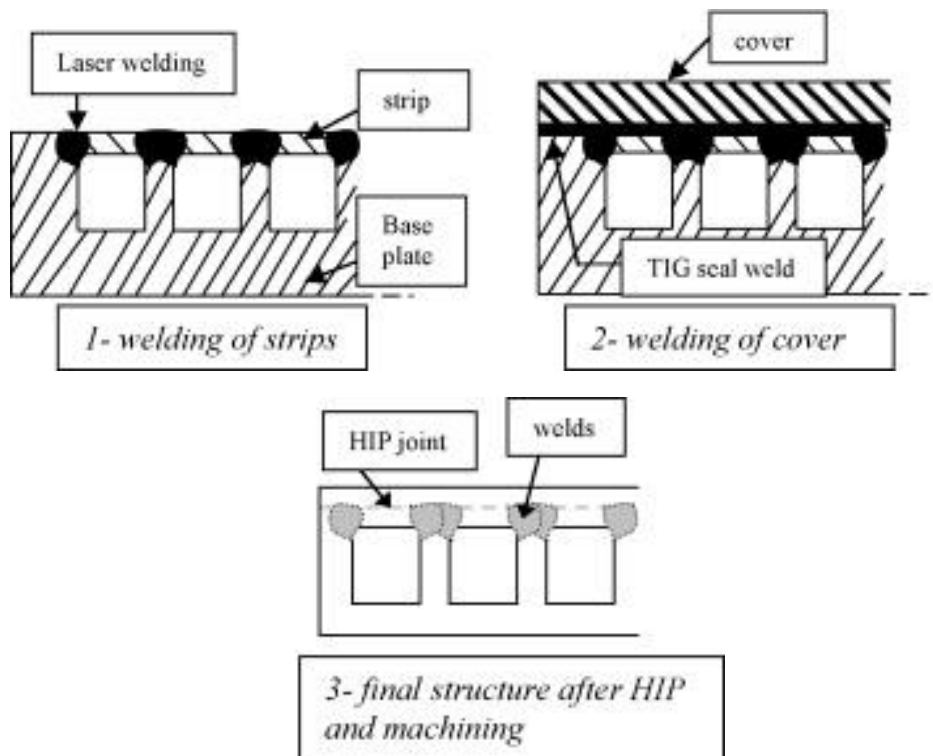


Figura 2.29. Procesos de unión para fabricar una placa refrigerante

La figura 2.30 muestra los resultados de los ensayos de impacto realizados sobre diferentes soldaduras de Eurofer 97. En esta figura se puede ver que, tras un tratamiento térmico postsoldeo de 2 horas a 700°C, tanto la soldadura por haz de electrones (EB) como mediante láser presentan valores aceptables de temperatura de transición, comparables a la del material base, mientras las soldaduras TIG han dado lugar a resultados ya muy inferiores [46]. Aunque la soldadura por haz de electrones muestra unas buenas propiedades mecánicas, todavía se debe mejorar el proceso, puesto que se ha detectado la formación de poros y de zonas con faltas de fusión.

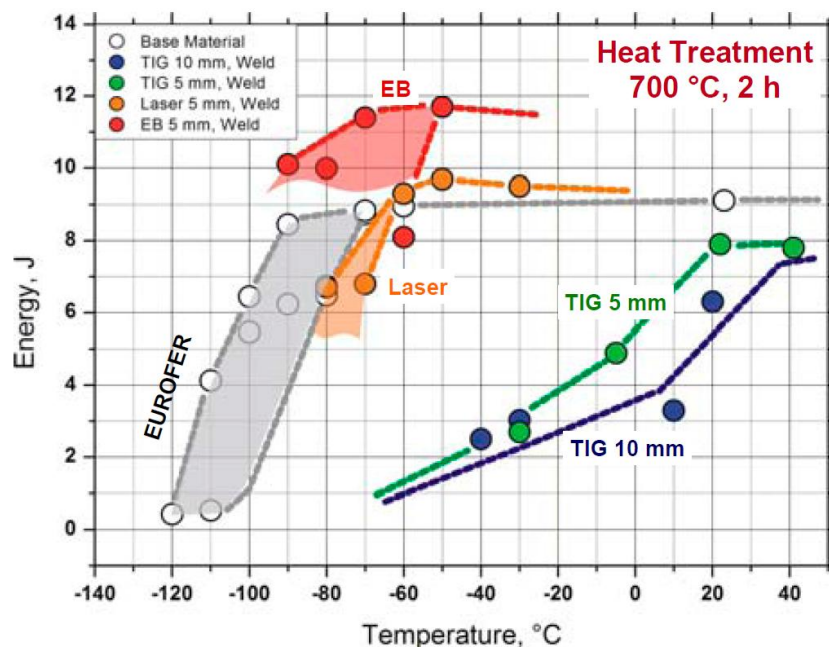


Figura 2.30. Resultados de ensayos Charpy realizados en soldaduras de Eurofer 97.

En cuanto a las soldaduras disimilares, también se están realizando importantes avances. En la figura 2.31 se pueden ver dos micrografías de soldaduras Eurofer 97/316LN realizadas por el CEA utilizando tanto TIG como haz de electrones. En el caso de la soldadura TIG se necesitaron 4 pasadas para llenar la junta y solo una cuando se utilizó el haz de electrones. La calidad de las dos soldaduras fue aceptable, pero el tratamiento postsoldeo necesario ha dado lugar a una caída de la dureza en la zona de fusión y en el metal base [47].

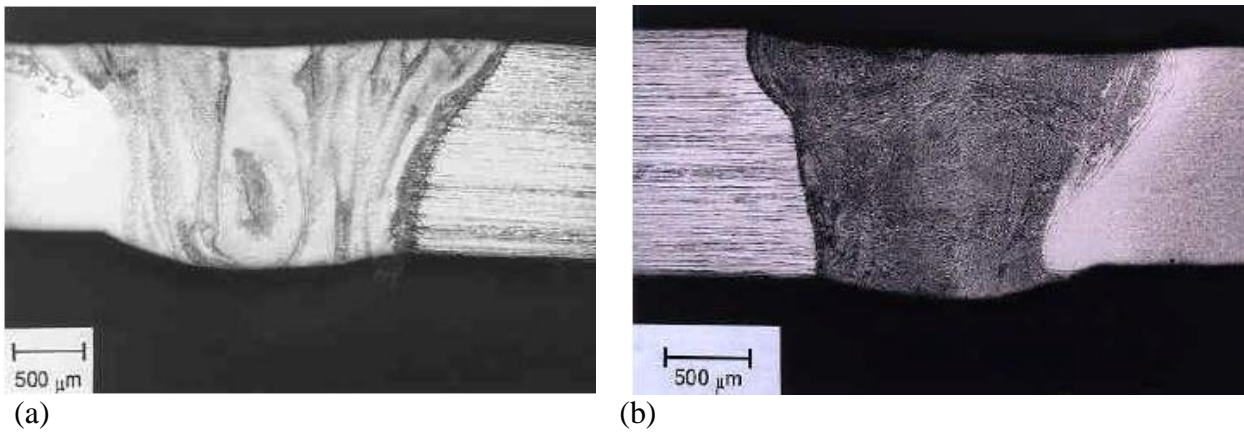


Figura 2. 31. *Micrografías de soldaduras Eurofer 97/316LN (a) Soldadura TIG, (b) Soldadura por haz de electrones*

A modo de resumen, aunque la soldabilidad del acero Eurofer 97 en laboratorio ya ha mostrado resultados prometedores, se requiere aún el desarrollo de trabajos adicionales con objeto de valorar la influencia de diversos parámetros, como la velocidad de enfriamiento en el HIP, las temperaturas y tiempos óptimos en estos mismos procesos y, además es necesario investigar el comportamiento a fluencia y a fatiga de estas soldaduras, así como los efectos de la irradiación neutrónica sobre las mismas.

2.4. REFERENCIAS

- [1]. <http://www.fds.org.cn/LBB/index.htm>. *Liquid Breeder Blanket for fusion reactor*. Available from: <http://www.fds.org.cn/LBB/index.htm>.
- [2]. Luis A. Sedano, A.B.D.C. *Hacia una instalación de demostración de capacidad integral de manipulación remota de los Test Blanket Modules de ITER en España*. Available from: http://www.cdti.es/recursos/doc/Programas/Internacional/43488_3113112010104821.pdf.
- [3]. M. Rieth, M.S., *Eurofer 97- Tensile, charpy, creep and structural Test*. FZKA 6911, 2003.
- [4]. W. Dietz, A.A., R. Lindau, *PROCUREMENT SPECIFICATION REDUCED ACTIVATION FERRITIC MARTENSITIC STEEL TYPE 9 CrWtAV 1997*.
- [5]. Bonadé, R.A.S., Philippe, *Constitutive behavior and fracture properties of tempered martensitic steels for nuclear applications: experiments and modelling*, 2006, Lausanne: Lausanne.
- [6]. Baluc, N.L. *New Approaches to Processing and Characterization of ODS Steels for Fusion Applications*. in *Nuclear Fission and Fusion Steels: Fundamentals and Applications*". 2009. UKAEA Culham Science Centre.
- [7]. K. Mergia, N.B., *Structural, thermal, electrical and magnetic properties of Eurofer 97 steel*. *Journal of Nuclear Materials*, 2008. **373**: p. 1-8.
- [8]. Pierre Marmy, T.K., *Low cycle fatigue of Eurofer 97*. *Journal of Nuclear Materials*, 2008. **377**: p. 52-58.
- [9]. Alamo, A., *Metallurgical characterization of EUROFER97 steels (TTMS-2.1/SM 2.1)*. Annual report of the Association EURATOM/CEA 2000, 2000.
- [10]. Serrano, M., *Especificación y proceso de fabricación del EUROFER 97*". CONSOLIDER TN-T44-EUROFER 001, 2009.
- [11]. Lindau, R., *Order of EUROFER heats (TTMS-EP 01/ 622)*, N.F.P.A.R.o.t.A.F.K.E.O.-S. 2002, Editor 2003.
- [12]. Lindau, R., *Investigation of options to reduce critical elements in Low Activation ferritic/martensitic steels (EFDA/ 05-1244)*, in *Nuclear Fusion Programme Annual Report of the Association Forschungszentrum Karlsruhe/ EURATOM 2006*.
- [13]. Materna-Morris, E., *Annual Report FZKA 2007*.
- [14]. BLOOM, R.L.K.a.E.E., *The development of Ferritic steels for fast induced-radioactivity decay for fusion reactor applications*. *Nuclear Engineering and Design*, 1985. **Fusion 2**: p. 383-389.
- [15]. P. Fernández, *Estudio de las propiedades metalúrgicas de los aceros martensíticos de activación reducida para su aplicación en los reactores de fusión*, in *División de Materiales 2007*, CIEMAT: Madrid.

- [16]. R.LKlueh, D.R.H., "High Chromium Ferritic and Martensitic steels for Nuclear Applications". Ed. ASTM, 2001.
- [17]. Fernandez P., L.A.M., *Metallurgical properties of reduced activation martensitic steel Eurofer 97 in the as-received condition and after thermal ageing*. Journal of Nuclear Materials, 2002. **307-311**: p. 495-499.
- [18]. K. Yamada, M.I., S.Muneki y F. Abe. *3rd EPRI Conference on Advanced Materials Technology for Fossil Plants*. in *3rd EPRI Conference on Advanced Materials Technology for Fossil Plants 2001*. Institute of Materials, London.
- [19]. Tamura M., S.H., Hoyama A., Esaka H., Shinozuka K., *Effect of MX Type Particles on Creep Strength of Ferritic Steel*. Journal of Nuclear Materials, 2003. **321**: p. 288-293.
- [20]. J., H. in *3rd EPRI Conference on Advanced Materials Technology for Fossil Plants 2001*.
- [21]. TAVASSOLI, F., *DEMO INTERIM STRUCTURAL DESIGN CRITERIA DISDC APPENDIX A MATERIAL DESIGN LIMIT DATA*. DEMO Interim Structural Design Criteria, 2002. **Draft A3.S18E Eurofer Steel**.
- [22]. Fernandez P., L.A.M., Lapeña J., Hernandez-Mayoral M., *Metallurgical characterization of the reduced activation ferritic/ martensitic steel Eurofer'97 on as-received condition*. Fusion Engineering and Design, 2001. **58-59**: p. 787-792.
- [23]. 7117, F., *Nuclear Fusion Programme*, in *Annual Report of the Association Forschungszentrum Karlsruhe/ Euratom 2004*.
- [24]. Lucon E., V.d.M.W., *Overview and Critical Assessment of the Tensile Properties of unirradiated and irradiated Eurofer 97*, in *BLG-1042*, S. CEN, Editor 2007. p. 59.
- [25]. R. Lindau, A.M., M. Schirra, *Thermal and mechanical behaviour of the reduced-activation ferritic-martensitic steel EUROFER*. Fusion Engineering and Design, 2002. **61-62**: p. 659-664.
- [26]. serrano, M., Fernandez P., Lapeña J., *fracture Toughness Evaluation of Eurofer'97 by testing Small Specimens*. Journal of ASTM International 2008. **4**.
- [27]. G.R., O., *Cleavage Fracture and Irradiation Embrittlement of Fusion Reactor Alloys: Mechanisms, Multiscale Models, Toughness Measurements and Implications to Structural Integrity Assessment* journal of Nuclear Materials, 2003. **323**: p. 2-3.
- [28]. G.R., O., *A Master Curve Analysis of F82H using Statistical and Constraint loss size adjustments of Small Specimen Data*. Journal of Nuclear Materials, 2004. **329-33**: p. 1243-47.
- [29]. Sokolov M.A., e.a. *Fracture Toughness Characterization of Irradiated F82H in the transition Region*. in *Effects of Radiation on Materials: 21st International Symposium*. 2004.
- [30]. J., R., *NRG Irradiation testing: Report on 300 °C and 60 °C irradiation RAFM steels*, 68497/P., Editor 2005.

- [31]. E., L., *Characterisation of the mechanical properties of EUROFER in the unirradiated and irradiated condition* S.-C.-B.-. 945, Editor 2003.
- [32]. E., I. *Fracture Toughness Measurements in the Transition Region Using Sub-Size Precracked Charpy and Cylindrical Bar Specimens*. in *Small Specimen Test Techniques: Fourth Volume*. 2002.
- [33]. Wallin K., L.A., Tähtinen S., *Examination on fracture resistance of F82H steel and performance of small specimens in transition and ductile regimes* Small Specimen Test Techniques: 4th Volume ASTM STP 1418, 2002. **1418**: p. 33-47.
- [34]. wallin K., P.T., Valo M., Rintamaa R. , *Applicability of miniature size bend specimens to determine the master curve reference temperature T_0* . Engineering Fracture Mechanics, 2001. **68 (11)**: p. 1265-1296.
- [35]. Kasada R., O.H., Kimura A., *Small Specimen test technique for evaluating fracture toughness of blanket structural materials*. Fusion Engineering and Design, 2006. **81 (8-14)**: p. 981-986.
- [36]. Nanstad R. K., S.M.A. *Fracture Toughness Vis-à-vis the Master Curve for some Advanced Reactor Pressure Vessel and Structural Steels*. in *European Congress on Advanced Materials and Processes 2005*.
- [37]. Aktaa, J. and R. Schmitt, *High temperature deformation and damage behavior of RAFM steels under low cycle fatigue loading: Experiments and modeling*. Fusion Engineering and Design, 2006. **81(19)**: p. 2221-2231.
- [38]. Kim, S.W., et al., *Cyclically induced softening in reduced activation ferritic/martensitic steel before and after neutron irradiation*. Journal of Nuclear Materials, 2009. **386–388(0)**: p. 529-532.
- [39]. Benjamin, F., et al., *Microstructural evolutions and cyclic softening of 9%Cr martensitic steels*. Journal of Nuclear Materials, 2009. **386–388(0)**: p. 71-74.
- [40]. H.K., B. *Novel Aspects of Ferritic Steels for the Generation of Electricity*. in *4th International Symposium on Mechanical Science based on Nanotechnology*. 2007.
- [41]. Tanigawa, H., et al., *Technical issues of reduced activation ferritic/martensitic steels for fabrication of ITER test blanket modules*. Fusion Engineering and Design, 2008. **83(10–12)**: p. 1471-1476.
- [42]. Raj, B. and K.B.S. Rao, *Building on knowledge base of sodium cooled fast spectrum reactors to develop materials technology for fusion reactors*. Journal of Nuclear Materials, 2009. **386–388(0)**: p. 935-943.
- [43]. L., B., *Mechanical properties of diffusion bonded welds (RAFM/ RAFM HIP Joint)*, A.R.o.t.A. EURATOM/CEA, Editor 1999.
- [44]. Maday, M.-F. and L. Pilloni, *The influence of hydrogen on the fatigue behaviour of base and gas tungsten arc welded Eurofer*. Journal of Nuclear Materials, 2007. **367–370, Part A(0)**: p. 516-521.

- [45]. Rigal, E., et al., *Manufacturing of a HCLL cooling plate mock up*. Fusion Engineering and Design, 2008. **83**(7–9): p. 1268-1272.
- [46]. M., R., *Microstructure and Mechanical Propierties of different EUROFER welds*, EXTREMAT, Editor 2005.
- [47]. L., F., *RAFM steels-Eurofer: dissimilar welds development* A.R.o.t.A.E. CEA, Editor 2002.
- [48]. Malerba, L., *Fundamentals of radiation damage in metals*, 2009, MATRE-1.
- [49]. Yvon, P. and F. Carré, *Structural materials challenges for advanced reactor systems*. Journal of Nuclear Materials, 2009. **385**(2): p. 217-222.
- [50]. C., P., *Mechanical post irradiation examinations of FZK-specimens irradiated in the ARBOR 2 Experiment in the BOR60 reactor*, N.F.P.A.R.o.t.A.F. Karlsruhe/EURATOM, Editor 2007.
- [51]. E., G., *Assessment of impact test experiments on Irradiated EUROFER97 and other RAFM steels final report for Task TW5-ttms 001-D11*, F.K. Report, Editor 2007.
- [52]. Bob van der Schaaf, C.P., Y. De Carlan, J.W. Rensman, E. Gaganidze, X. Averty *High dose, up to 80 dpa, mechanical properties of Eurofer 97*. Journal of Nuclear Materials, 2009. **386-388**: p. 236-240.
- [53]. Kurtz, R.J., et al., *Recent progress toward development of reduced activation ferritic/martensitic steels for fusion structural applications*. Journal of Nuclear Materials, 2009. **386-388**(0): p. 411-417.
- [54]. A. Cardella, E. Rigal *The manufacturing technologies of the European breeding blankets* Journal of Nuclear Materials 329–333 (2004) 133–140;

3. OBJETIVOS

3.1. OBJETIVOS

El principal objetivo de este trabajo de investigación ha sido el desarrollo a escala semi-industrial de un acero de activación reducida ferrítico/martensítico que cumpliera con las especificaciones de composición química y propiedades mecánicas del acero calidad Eurofer (acero de referencia europeo para los TBM).

Para alcanzar este objetivo principal y global, se han establecido una serie de hitos que se detallan a continuación:

1. Llevar a cabo una recopilación bibliográfica de todos los datos disponibles sobre aceros de activación reducida para aplicaciones de fusión, requisitos de diseño, propiedades mecánicas, soldabilidad, etc., centrándonos de forma especial en el candidato europeo, el acero Eurofer.

2. Realizar la búsqueda y acopio de las materias primas necesarias que permitieran la viabilidad económica del proceso de producción a escala industrial de este acero, asegurando de forma simultánea el cumplimiento de las especificaciones en cuanto a composición química, nivel de contaminantes y trazas, exigidas en este tipo de aceros.

3. Adecuar el proceso de fusión y moldeo en planta piloto a este tipo de aceros, teniendo en cuenta, tal y como se indicó en el punto anterior, las fuertes restricciones en su composición química y las limitaciones que se imponen a determinados contaminantes, con objeto de reducir las emisiones radioactivas de los productos fabricados con estos aceros al final de su vida útil.

4. Determinar los principales parámetros que definen el proceso de laminación en caliente del acero previamente moldeado con objeto de obtener chapas de medio espesor y definir el tratamiento térmico óptimo, con objeto de lograr la microestructura y las propiedades mecánicas exigidas en estos productos.

5. Estudio de la soldabilidad del acero desarrollado y análisis de la necesidad de realizar tratamientos térmicos postsoldeo para restituir la microestructura y las propiedades en la zona afectada térmicamente de las soldaduras.

6. Estudio de la posibilidad de deformar en frío las chapas del acero desarrollado y de llevar a cabo tratamientos térmicos de recristalización, con objeto de producir chapas de bajo espesor con la microestructura y propiedades exigidas.

7. Análisis de todos los resultados obtenidos y valoración de los mismos comparándolos con las especificaciones impuestas por EFDA.

4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

En el presente apartado se detalla el procedimiento de trabajo que se ha seguido con el objetivo de desarrollar nuevas calidades de aceros RAFM. Este trabajo ha consistido en una primera etapa de diseño y preparación de las coladas experimentales, realizando previamente el análisis químico y la valoración de las materias primas utilizadas, la fusión de las mismas para fabricar lingotes, su laminación en caliente y los tratamientos térmicos posteriores llevados a cabo a fin de asegurar la obtención de la microestructura y propiedades mecánicas buscadas. Posteriormente, se llevó a cabo una caracterización microestructural y mecánica completas y, además, se estudió el endurecimiento por laminación en frío y la recristalización del acero con objeto de ablandarlo, su envejecimiento térmico a temperaturas similares a las de servicio y finalmente se inició el estudio de su soldabilidad.

Tanto el diseño como la realización de las coladas experimentales y todo el proceso de caracterización de las calidades se ha realizado en el Centro Tecnológico ITMA.

4.1. COLADAS EXPERIMENTALES

Se han realizado once coladas experimentales del acero, con el objeto de satisfacer las especificaciones del Eurofer 97. De las dos primeras calidades experimentales, codificadas como AF1 y AF2, se ha realizado una caracterización amplia y exhaustiva, lo que ha permitido una mejor comprensión de la relación composición química-microestructura-propiedades de este acero concreto. De este modo, la mayor parte de los resultados que se han obtenido se refieren casi exclusivamente a las dos primeras coladas, por lo que cuando no sea así, se indicará de forma clara si los resultados mostrados se refieren a una calidad diferente.

La principal diferencia entre estas dos primeras coladas está en el contenido de wolframio. La colada experimental AF1 tiene un contenido de 1.4% y el AF2 un 1.1%, siendo esta última la que cumple con la especificación actual del acero Eurofer.

4.1.1. MATERIAS PRIMAS

Con objeto de ajustar lo mejor posible la composición química del acero, ya que éste es un factor crítico en la elaboración de los aceros de actividad reducida, se ha realizado el análisis químico de todas las materias primas utilizadas, localizando así, todas las posibles fuentes de impurezas. Estas fueron analizadas mediante distintas técnicas, dependiendo de los diferentes elementos a determinar, entre las que cabe citar el uso de análisis mediante ICP, absorción atómica y analizadores elementales.

Para obtener el caldo matriz se utilizó hierro de alta pureza, a excepción de las últimas coladas realizadas, donde más de un 60% del hierro añadido fue hierro electrolítico. Además del hierro, se añadió al caldo base, carbono en forma de grafito y manganeso electrolítico.

Los resultados de los análisis realizados sobre las materias primas base, hierro de alta pureza, hierro electrolítico y manganeso, se muestran en la Tabla 4.1. Se trata de productos bastante puros y los niveles de impurezas encontrados coinciden relativamente bien con las especificaciones suministradas por el proveedor.

Tras la fusión del hierro junto con el manganeso y de la incorporación del carbono, se adicionaron al caldo los aleantes (Cr, Ta, W y V). El cromo y el tántalo se añadieron en forma de cromo y tántalo metálicos, mientras que para la incorporación del wolframio y el vanadio se utilizaron ferroaleaciones comerciales. El análisis químico realizado sobre estas materias primas se muestra en las tablas 4.1 y 4.2.

En estos análisis químicos, realizados mediante ICP, absorción atómica y utilizando analizadores elementales, no se ha podido determinar el contenido de silicio, puesto que el ataque para la determinación de los distintos elementos se realizó con HF, que forma fluoruro de silicio volátil.

Tabla 4.1. Análisis químico de las materias primas, hierro y manganeso metálicos (% en peso). Análisis mediante ICP, absorción atómica y analizadores elementales.

	Fe Electrolítico	Fe de alta pureza	Mn
C	0.005	0.005	0.001
S	0.007	0.004	0.02
N	0.002	0.002	-
O	0,046*	0.022	-
Mn	0.015	0.06	balance
P	0.004	0.006	-
Si	0.003	0.009	-
Ni	0.006	0.014	<0,0010
Cr	0.015	0.09	0,02
Mo	0.001	0.002	<0,0005
V	<0.001	0.002	0,002
Ta	0.001	<0,001	-
W	<0.001	0.005	-
Ti	<0.001	<0,001	<0,0005
Cu	0.003	0.007	<0,0006
Nb	<0,001	<0,001	<0,0010
Al	<0.001	0.001	<0,0005
Co	0.004	0.005	<0,0005
B	<0.001	<0.001	<0,0030

Tabla 4. 2. Análisis químico de las materias primas, cromo y tántalo metálico, FeW y FeV (% en peso)

Elementos	Cromo	Ferrowolframio	Tántalo	Ferrovandio
C	0,004	0,06	<0,001	0,09
Mn	0,0018	0,2248	0,0093	0,9614
P		0,0075		0,0137
S	0,003	0,046	<0,001	0,016
Si				
Ni	0,0013	0,0047	0,0418	0,0119
Cr	balance	0,0173	0,0054	0,1385
Mo	0,0028	0,054		0,0024
V	0,0254	0,0158	0,0022	balance
Ta			balance	
W	0,0061	balance		0,0084
Ti	<0,0005	0,0033	<0,0005	0,0622
Cu	<0,0005	0,0692	0,0079	0,012
Nb	<0,0005	0,0154	0,0325	0,005
Al		0,0103		
N	0,0114	0,00144		0,105
B	0,0014			
Co	<0,0005	0,0019	0,001	0,0024
(Sn+As+SB+Zr)	<0,0005+0,0005 +<0,0005	0,04+0,069+0,057 +0,0030	0,0067+0,0016+0,01 +0,0027	0,0011+0,0218
O	0,055	0,577		0,788
Se	<0,0010	<0,0010	<0,0020	<0,0010
Ca	0,0156	0,0615	0,0159	0,0089
Fe	0,257	21,5		14,8

4.1.2. FUSION Y MOLDEO

La fusión de las materias primas se ha llevado a cabo en un horno eléctrico de alto vacío (presión inferior a 10^{-4} mbar) dotado de una potencia de 125 kW, inducción a 3000 Hz y bajo atmósfera controlada (“ligera” sobrepresión). Se ha empleado este equipamiento debido a la fuerte exigencia sobre elementos residuales que precisan los aceros RAFM, que descarta la posibilidad de realizar la fusión sin realizar un control de la atmósfera, debido a que se produciría la contaminación del baño de acero. Además, para la realización de las adiciones, la toma de muestras del acero en estado líquido y la medida de la temperatura en el curso del proceso, se ha utilizado un dispositivo dotado con una precámara de vacío.

En la Figura 4.1 se muestra el ciclo operativo que se ha seguido en el caso de las coladas experimentales realizadas. El caldo se ha colado en una lingotera de fundición gris dotada de una mazarota en su parte superior, utilizándose pintura refractaria para la protección del molde. La cantidad de pintura refractaria se fue reduciendo con el fin de minimizar al máximo las impurezas detectadas. Para las últimas calidades se utilizaron moldes de grafito, eliminándose así el uso de pintura refractaria. En el Anexo I se proporciona una relación detallada de las dimensiones de cada lingote, el material de la lingotera utilizado en cada colada experimental y los principales datos obtenidos de cada calidad.

En todos los casos, la solidificación y enfriamiento del lingote tuvo lugar en atmósfera de argón.

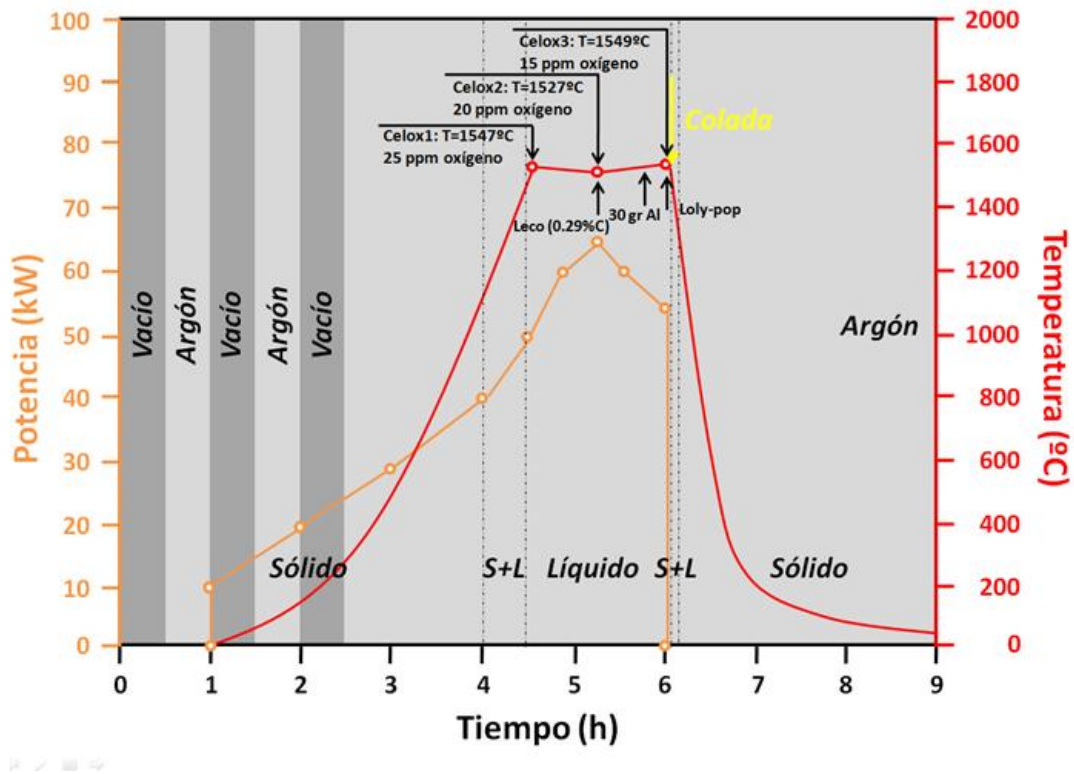


Figura 4.1. Ciclo operativo de fusión

La adición de los aleantes se realizó al final del proceso de fusión, tal y como se recoge en la figura 4.1.

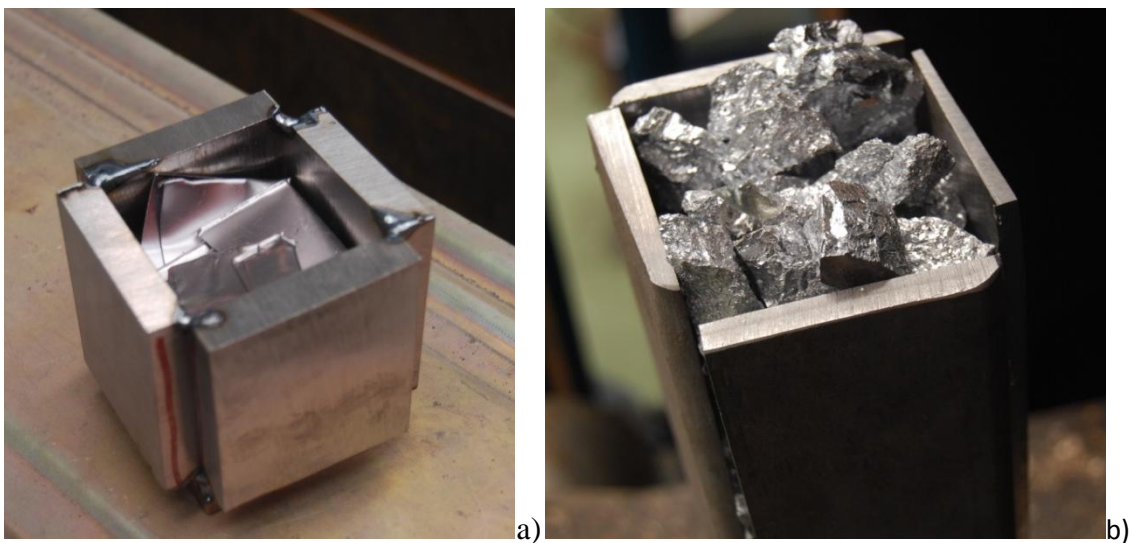


Figura 4. 2. a) Adicción del tántalo en "caja" de hierro utilizado como materia prima; b) Adición de cromo en "caja" de la misma palanquilla.

Una vez adicionados los aleantes, se procedió a tomar una muestra “Loly-pop” del caldo con objeto de comprobar que se ha trabajado con la atmósfera apropiada (bajo contenido en oxígeno en el baño) y que se ha obtenido la composición química deseada. Se utilizó siempre una temperatura de colada de 1580 °C.

En las primeras calidades, la coquilla de fundición gris se había diseñado para obtener un lingote sano de aproximadamente 65 kg de peso, con unas dimensiones de 125 x 300 x 250 mm. El resto de material (diferencia hasta los aproximadamente 100 kg de carga inicial del horno) quedaba alojado en la mazarota situada en la parte superior del molde, que debe descartarse al contener el rechupe generado durante la solidificación del lingote de acero. En el Anexo I aparecen detalladas las dimensiones de los lingotes obtenidos de las diferentes calidades moldeadas.

En todas las coladas se ha realizado el análisis químico sobre la muestra “Loly-pop” y también en el lingote ya solidificado, para comprobar que se ajustaban a la composición de diseño definida inicialmente.

En el caso de las dos primeras calidades, de cada lingote se han extraído dos desbastes o “slabs” de dimensiones 125 x 250 x 100 mm (Figura 4. 3), que seguidamente fueron laminados en caliente. En el resto de calidades las dimensiones de los lingotes han variado, tal y como se recoge en el Anexo I.

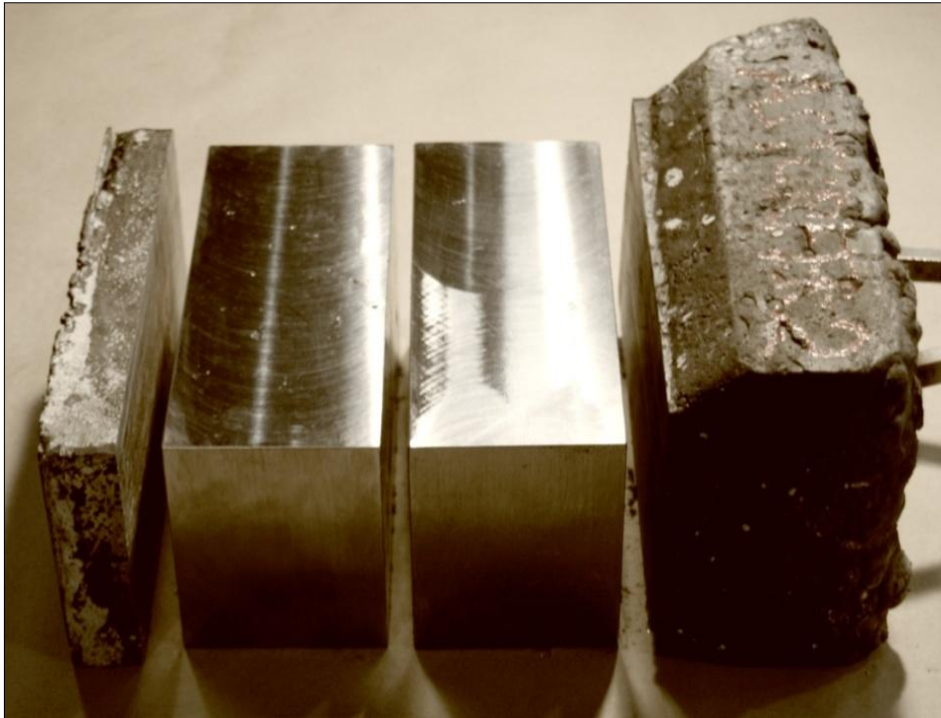


Figura 4. 3. Foto de los dos desbastes y su localización en el lingote moldeado completo (mazarota en la parte derecha de la fotografía).

4.2. DEFINICIÓN DEL PROCESO DE LAMINACIÓN EN CALIENTE

Se llevó a cabo el diseño del tratamiento termomecánico de laminación en caliente utilizando para ello el cabezal de deformación de un dilatómetro de temple y deformación Bahr modelo 805 A/D, en condiciones de alto vacío, con el fin de evitar fenómenos de descarburación y oxidación superficiales.

Se han tenido en cuenta las limitaciones del dilatómetro a la hora de elegir los valores de velocidad y grado de deformación. En primer lugar, mediante simulación con el programa Thermocalc, se obtuvo la temperatura de empape a partir de la composición química del acero, es decir, la temperatura necesaria para la puesta en solución de los carburos.

Para la simulación del proceso termomecánico (teniendo en cuenta las limitaciones del equipo empleado) se han realizado reducciones de espesor del 35 % y del 33 % en probetas cilíndricas de 5 mm de diámetro y 10 mm de longitud. El calentamiento se ha llevado a cabo mediante inducción, utilizando vacío para evitar la

oxidación de la muestra durante el calentamiento y el enfriamiento se ha realizado con inyección de helio.

Se realizaron dos ciclos diferenciados (Figura 4.4 y Figura 4.5), en los que se utilizó una temperatura de empape de 1250 °C (5 minutos) y las reducciones de espesor indicadas se llevaron a cabo respectivamente a 950 y a 900 °C, con objeto de analizar el efecto de las deformaciones aplicadas a las temperaturas más bajas del rango de la laminación en caliente, puesto que las deformaciones a menores temperaturas son las que tienen una mayor influencia en la microestructura final de un producto laminado en caliente.

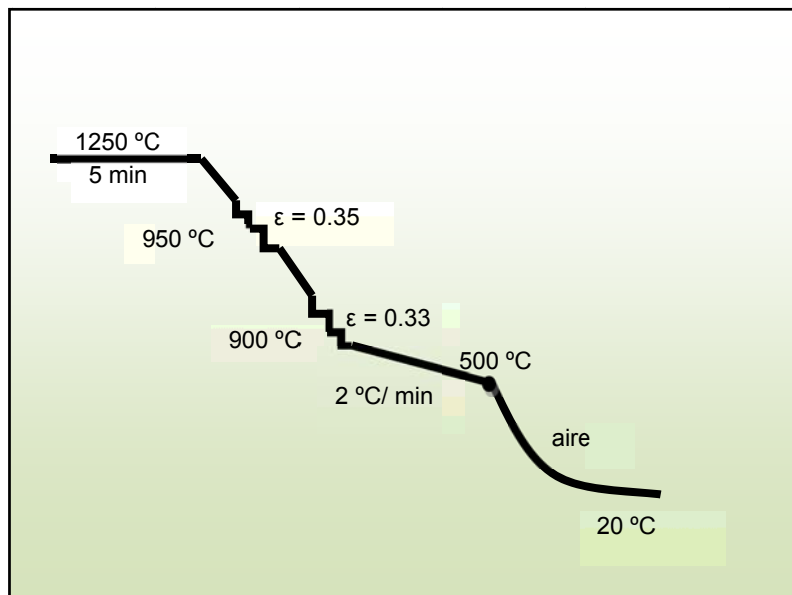


Figura 4.4. *Parámetros utilizados en el Ciclo 1 realizado con el cabezal de deformación del dilatómetro*

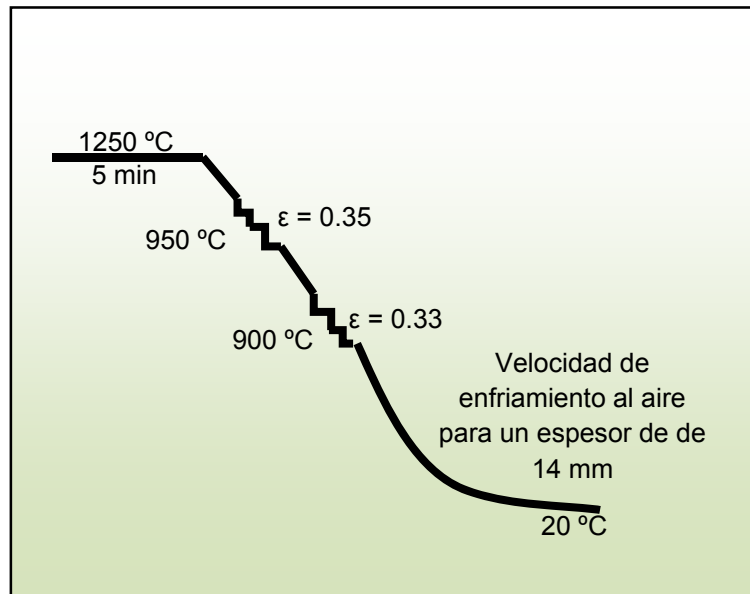


Figura 4.5. *Parámetros utilizados en el Ciclo 2.*

En el caso de la Ciclo1 (Figura 4.4), tras la segunda deformación aplicada a 900 °C, se enfrió lentamente hasta 500 °C, a 2 °C/min, con el fin de determinar la temperatura A_{r3} . En el Ciclo 2 (Figura 4.5) se realizó un enfriamiento similar al que experimenta una chapa de acero con un espesor de 14 mm, es decir, se ha simulado en este caso la ruta de enfriamiento que se empleará posteriormente durante la laminación en caliente de los desbastes.

Tras cada ensayo se obtuvieron los dilatogramas que nos permitieron analizar las anomalías dimensionales asociadas a los cambios de fase que tienen lugar durante las diferentes etapas de los ciclos termomecánicos programados. El estudio dilatométrico se completó con análisis microestructurales y medidas de microdureza, realizados en la sección transversal de la probeta al final del tratamiento, con objeto de caracterizar lo mejor posible la naturaleza de las transformaciones de fase producidas.

4.3. LAMINACIÓN EN CALIENTE

Como se indicó en un apartado anterior, los desbastes para la laminación en caliente tenían las dimensiones siguientes: 250x125x100 mm. Estos desbastes se laminaron tal y como se indica en la Figura 4. 6, con la dirección de laminación coincidiendo con el lado mayor del desbaste. La laminación se llevó a cabo en OCAS, Bélgica, en un laminador en caliente bidireccional de fabricación propia especialmente diseñado para la laminación de calidades experimentales (a escala semi industrial). Cuenta con cilindros de laminación que permiten aplicar un par de torsión hasta 100 kNm.

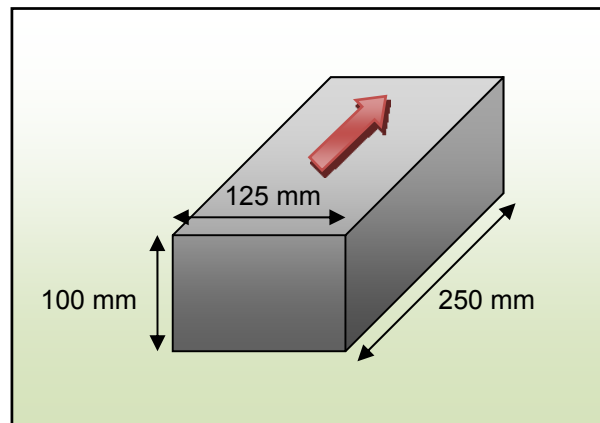


Figura 4. 6. Representación de las dimensiones del desbaste respecto a la dirección de laminación

Estos “slabs” sufrieron un primer proceso de desbaste, pasando de un espesor inicial de 100 mm a un espesor de 54 mm, en tres pasadas, siendo la temperatura de empape previa a la laminación en caliente de 1200 °C:

- Primera pasada: T = 1150°C: 15% de reducción del espesor.
- Segunda pasada: T = 1100°C: 20% de reducción del espesor.
- Tercera pasada: T = 1050°C: 20% de reducción del espesor.

Posteriormente se realizó la fase de acabado, de acuerdo al esquema que se muestra en la Tabla 4. 3 hasta alcanzar la temperatura final de laminación, que en un caso se fijó en 900 °C y en otro en 850 °C, consiguiéndose en los dos casos un espesor final de 14 mm. No se han encontrado diferencias apreciables entre estas dos calidades con diferente temperatura de final de laminación, por lo que a partir de ahora nos referiremos a ambas indistintamente.

Tabla 4. 3. *Fase de acabado de la laminación del acero Asturfer® (temperatura fin de laminación de 900°C)*

Fase de acabado	Pasadas	Temperatura (°C)	Reducción (%)	Espesor en (mm)
	1	1000	20	43.5
	2	975	20	34.8
	3	950	25	26.1
	4	925	25	19.6
	5	900	25	14.7

Terminado el proceso de laminación, las chapas resultantes sufrieron un enfriamiento al aire hasta temperatura ambiente. Se han obtenido de este modo productos laminados en caliente con las siguientes dimensiones aproximadas: 1500 x 125 x 14 mm.

En una segunda tanda de laminación en caliente, en calidades posteriores (AF4, AF5 y AF6) se pretendió la obtención de chapas de distintos espesores. Para ello se realizaron reducciones en torno al 20% con objeto de producir chapas con un espesor final de 8 y 5 mm respectivamente y se continuó, en algunos casos, mediante laminación en frío con objeto de obtener productos finales de 4, 3, 2 y 1mm. De esta forma se obtuvieron de la misma colada, slabs con espesores que iban desde 14 a 1 mm.

4.4. CURVAS CCT

Las curvas de transformación en enfriamiento continuo desde el estado austenítico de los aceros Asturfer laminados en caliente (AF1 y AF2) se obtuvieron por dilatometría en un dilatómetro de temple y deformación Bahr modelo 805 A/D, en condiciones de alto vacío.

Las probetas utilizadas fueron de geometría cilíndrica, de 5 mm de diámetro y 10 mm de longitud. Dichas probetas se calentaron hasta alcanzar 960°C mediante inducción. Se utilizó en todo momento una velocidad de calentamiento constante de 5 °C/s, un mantenimiento de 30 min a 960°C y doce velocidades de enfriamiento: 5, 2, 1, 0.5, 0.4, 0.35, 0.30, 0.25, 0.20, 0.15, 0.10 y 0.005 °C/s. Como medio de enfriamiento se empleó helio gaseoso. Se han obtenido de esta forma los cambios de la longitud relativa de las muestras frente a la temperatura de la probeta, que se ha registrado mediante un termopar de contacto, para todas las velocidades de enfriamiento ensayadas.

4.5. TRATAMIENTOS TÉRMICOS

Se llevaron a cabo distintos tratamientos térmicos, tanto sobre el material en estado bruto de colada como en estado bruto de laminación. Dichos tratamientos se llevaron a cabo en un horno Lenton modelo UAF 16/10 con una temperatura máxima de trabajo de 1600°C y una capacidad máxima de 27 litros.

Sobre el material en estado bruto de colada se realizaron dos tratamientos térmicos diferentes con una etapa común de temple a 980 °C durante 30 min pero variando la etapa de revenido, realizándose en primer lugar un tratamiento de revenido a una misma temperatura (750 °C) y distintos tiempos (1, 2, 3, 4 y 24 horas) y en segundo lugar, un revenido durante una hora a distintas temperaturas (740, 750 y 760 °C). Para la caracterización de todos estos productos se realizó su estudio metalográfico y ensayos de dureza y de tracción.

Por otro lado, tras el proceso de laminación en caliente anteriormente citado, se realizaron varios tratamientos térmicos de temple y revenido. En el primero, el temple se llevó a cabo a una temperatura de 980 °C durante 30 min y el revenido a 750 °C durante 1 hora. En el segundo tratamiento, la temperatura de temple fue de 960 °C (30 min) y el revenido se efectuó a 750 °C durante dos horas.

Posteriormente se realizaron dos estudios diferenciados, el primero sobre la influencia de la temperatura de temple, realizándose temples desde 940, 960, 980 y 1000 °C, todos ellos de 90 min de duración, con posterior enfriamiento al aire, y un revenido común a 750 °C (4 h) para terminar con un enfriamiento al aire.

El segundo estudio se realizó con el fin de analizar la influencia del medio de temple tanto en la microestructura como en las propiedades mecánicas de este acero. Para ello se tomó uno de los tratamientos térmicos anteriormente estudiados con buenos resultados en cuanto a propiedades mecánicas, temple a 960 °C durante 90 min y se realizó el enfriamiento en aire y en aceite. Tras el temple, se mantuvo constante en ambos casos la etapa de revenido de 4 h a 750 °C y enfriamiento final al aire.

4.6. CARACTERIZACION MICROESTRUCTURAL

4.6.1. MICROSCOPIA OPTICA Y ELECTRONICA DE BARRIDO

La caracterización microestructural se realizó mediante microscopía óptica y electrónica de barrido. Las muestras fueron preparadas mediante un procedimiento metalográfico convencional de embutición en resina, desbaste con papel abrasivo y pulido con pasta de diamante. Se utilizaron diferentes reactivos químicos para el ataque de las muestras. El reactivo Vilella se utilizó para revelar la microestructura general del acero. Por otro lado, se utilizó un ataque electrolítico de ácido oxálico en agua destilada (a 6V durante unos 45-50 segundos) para revelar el tamaño de grano austenítico. El tamaño de grano de los aceros se determinó según la norma ASTM E112 (ISO 643:2003) [1]. Para ello se caracterizó el tamaño medio de dicho grano mediante el índice “G” obtenido por conteo, para determinar el número medio de granos por unidad de área y se comparó dicho resultado con el índice obtenido por comparación con imágenes tipo para la medida del tamaño de grano.

Los análisis microestructurales se llevaron a cabo utilizando un microscopio óptico LEICA DMI 5000 M y un microscopio electrónico de alta resolución Ultra Plus de Zeiss, con el fin de observar con mayor detalle la morfología de los constituyentes presentes en las diferentes microestructuras analizadas.

4.7. PROPIEDADES MECÁNICAS

4.7.1. ENSAYOS DE DUREZA

Los ensayos de dureza se realizaron sobre las superficies desbastadas de las muestras en un durómetro automático, utilizando una carga de 30 kg y el método Vickers, según norma UNE-EN ISO 6507 [3].

4.7.2. ENSAYOS DE TRACCIÓN

Los ensayos de tracción se realizaron en una máquina de ensayos universales INSTRON bajo la norma UNE-EN ISO 6892, utilizando probetas de sección circular de 4 y 8 mm de diámetro, con longitudes calibradas de 22 y 55 mm respectivamente (según Figura 4. 7). Los ensayos se realizaron a velocidad constante a 4 mm/s y con la utilización de extensómetro hasta la rotura de la probeta.

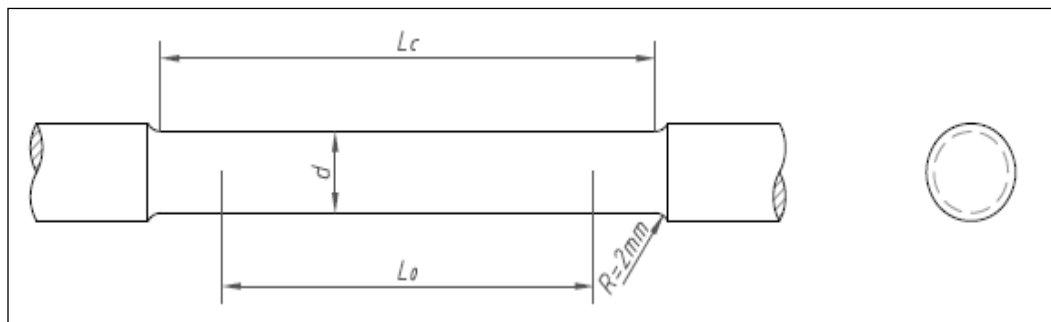


Figura 4. 7. Geometría de la probeta para ensayos de tracción según norma [4].

Se ha obtenido la representación gráfica de la curva tensión-deformación del material ensayado y se han calculado los parámetros resistentes (límite elástico y carga de rotura), de rigidez (módulo elástico) y de ductilidad (alargamiento y estricción).

4.7.3. ENSAYOS DE RESISTENCIA AL IMPACTO

En estos ensayos se ha determinado la energía absorbida por la probeta al someterla a una carga dinámica (de impacto) bajo un estado de tensión multiaxial (probeta entallada) a una determinada temperatura de ensayo.

Los ensayos se han realizado sobre probetas tipo Charpy CVN (prismáticas de 55x10x10 mm con entalla V2; ver esquema de probeta en la Figura 4. 8) utilizando un péndulo HOYTON de 750 J de capacidad. Los ensayos se realizaron según la norma UNE-EN ISO 148-1. Se realizaron ensayos de resiliencia tanto a temperatura ambiente, como a 0°C y a -20°C.

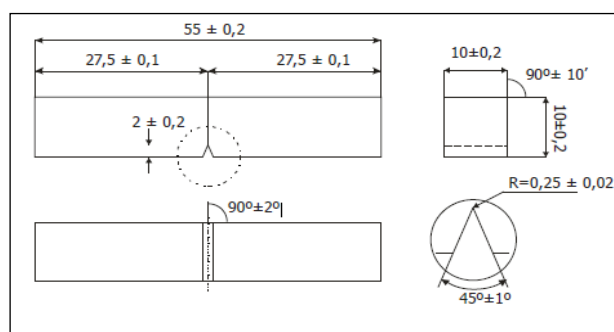


Figura 4. 8. Dimensiones y geometría de la probeta para ensayos de resiliencia según norma [2]

4.7.3.1. FRACTOGRAFÍA

La captura de imágenes de alta resolución de la zona de fractura de las probetas de impacto se llevó a cabo en un microscopio electrónico de alta resolución Ultra Plus de Zeiss. La superficie de rotura de las probetas Charpy se evaluó conforme a la norma ISO 148-1:2009 [2].

4.8. ENVEJECIMIENTOS TÉRMICOS

Los tratamientos térmicos de envejecimiento se llevaron a cabo en un horno Lenton modelo UAF 16/10, al igual que los tratamientos térmicos. Se tomaron muestras de 250x15x14mm que se mantuvieron a las temperaturas de 500 y 550 °C durante distintos periodos de exposición, desde 30 días hasta un año. Se eligieron las citadas

temperaturas de envejecimiento por ser las temperaturas de trabajo en servicio previstas para este material.

Posteriormente se realizó el estudio metalográfico de las muestras resultantes, la medida de su dureza HV30 y ensayos de resistencia al impacto y tracción, siguiendo los procedimientos descritos en los apartados anteriores.

4.9. CONFORMADO EN FRÍO Y RECRISTALIZACIÓN

Sobre una de las chapas de acero AF1 (130 x 120 x 14 mm) se ha realizado un tratamiento térmico de ablandamiento, consistente en un calentamiento a una velocidad de 10 °C/min hasta una temperatura de austenización de 960°C, manteniendo la muestra a dicha temperatura durante 30 min y realizándose un posterior enfriamiento a una velocidad lenta de 3°C/s, velocidad definida en base a las curvas CCT realizadas con anterioridad (ver apartado 4.4). Tras este tratamiento se realizó el análisis metalográfico de la muestra, así como la determinación de su dureza, tal y como se explicó anteriormente en los apartados 4.6.1. y 4.7.1.

El acero ablandado del modo descrito fue deformado posteriormente a temperatura ambiente en un laminador en frío BLUG 300, dotado de un motor con una potencia de 40 CV, que permite introducir productos con un espesor máximo de entrada de 6 mm y ancho máximo de 250 mm, habiéndose obtenido así cinco grados de deformación diferentes 15, 33, 50, 67 y 83 %.

Finalmente se realizaron ensayos de tracción tanto a temperatura ambiente, como a la temperatura máxima de operación de este material (550 °C) en las muestras con los diferentes grados de deformación. En la Figura 4. 9 se muestran las dimensiones de las probetas planas ensayadas según norma [5, 6]. El espesor de las mismas coincidía con el de cada una de las chapas deformadas.

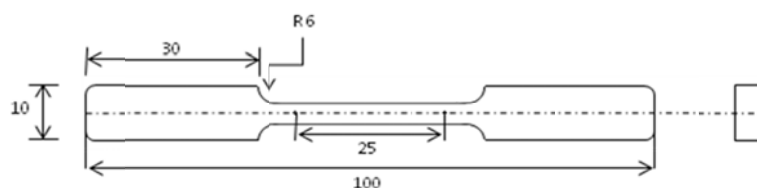


Figura 4. 9. Dimensiones en mm de las probetas rectangulares ensayadas en tracción uniaxial según la Norma ASTM E 8 (temperatura ambiente, [6]) y ASTM E 21 (alta temperatura, [5]) para espesores menores a 6 mm.

Para establecer el rango de tiempo necesario para que tuviera lugar el proceso de recristalización se realizó un estudio dilatométrico en el dilatómetro de temple y deformación Bahr 805 A/D. El ensayo se realizó calentando a una velocidad de 10 °C/min hasta una temperatura de 650 °C para la probeta con un 33 % de deformación y a 800 °C para el caso de la probeta con la mayor deformación, 83 %. El enfriamiento en ambos casos se efectuó al aire. Nuevamente, en ambos casos se realizó el estudio metalográfico y se midió la dureza Vickers de las muestras.

A continuación se realizaron tratamientos de recristalización de dos horas a las temperaturas de 650, 700, 750 y 800 °C. Se utilizó de nuevo una velocidad de 10°C/min de calentamiento y un posterior enfriamiento al aire. Se estableció gráficamente una relación entre la dureza final y la temperatura para cada condición con objeto de determinar la temperatura de recristalización del acero.

Finalmente se llevó a cabo el estudio cinético del proceso de recristalización isoterma manteniendo distintas muestras, previamente deformadas en frío, durante distintos tiempos a una misma temperatura. Tras cada uno de estos ensayos se midió la dureza y se observó la microestructura de cada probeta. Con los valores obtenidos se realizaron gráficas de recristalización y en función de estas, se aplicó el modelo de JMAK (Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov) para el cálculo de los parámetros de la ecuación de Avrami. Para ello, se realizó la representación gráfica de la fracción recristalizada, X_R en función del tiempo de mantenimiento a la temperatura de ensayo para ajustar los parámetros del modelo JMAK:

$$X_R = 1 - \exp(-Bt^k)$$

Siendo B una constante y k el coeficiente de Avrami. Tomando dos veces logaritmos neperianos, resulta:

$$\ln(-\ln(1-X)) = \ln B + k \ln t;$$

Se obtiene así la representación gráfica de una recta, donde el parámetro k coincide con la pendiente de la misma, siendo el término $\ln B$ la ordenada en el origen.

Para el cálculo de la fracción recristalizada se utilizó la hipótesis de que el cambio de dureza durante el proceso de recristalización (ablandamiento) es proporcional a la fracción recristalizada y por lo tanto, se puede calcular según la siguiente ecuación:

$$X_R = (H_{(CR)} - H_{(T)}) / (H_{(CR)} - H_{(R)})$$

donde $H_{(CR)}$ es la dureza del material deformado en frío, $H_{(T)}$ la dureza que adquiere al cabo de un cierto tiempo a una temperatura específica y $H_{(R)}$ la dureza del material completamente recristalizado.

La caracterización de los fenómenos de precipitación que tuvieron lugar en estos tratamientos se realizó en un microscopio electrónico de alta resolución Ultra Plus de Zeiss, utilizando la técnica de análisis de energías dispersivas de rayos X para identificar los elementos constitutivos de cada tipo de precipitado.

En este estudio también se llevó a cabo un análisis dilatométrico en la región en la que se había detectado un mayor repunte de la dureza (precipitación), es decir, a una temperatura de 750 °C, empleando una velocidad de calentamiento de 10 °C/min y enfriamiento al aire.

4.10. SOLDABILIDAD

Se llevó a cabo un proceso de soldeo TIG (Tungsten Inert Gas), donde se utilizó el consumible AWS A 5,28 ER90S-B9, de 2,4 mm de diámetro; consumible normalmente utilizado en la soldadura del acero T91 [7].

A continuación se muestra en la Tabla 4. 4 los principales parámetros del proceso de soldeo utilizado, voltaje (V), intensidad (I), velocidad de soldeo (v) junto con el aporte térmico (VI/v). La última columna de la Tabla 4.5 muestra la estimación del aporte térmico real suministrado, asumiendo unas pérdidas térmicas del 40% (kVI/v).

Tabla 4. 4. Principales parámetros del proceso de soldeo del AF2 y EF2.

	Intensidad (A)	Voltaje (V)	Velocidad de soldeo (cm/min)	Aporte térmico convencional (kJ/cm)	Aporte térmico corregido; $k=0.6$ para TIG
3 Pasadas sin precalentamiento	97	12	5.9	11.8	7.1
	98	13	5.7	13.4	8.0
	100	13	5.6	13.8	8.3
3 Pasadas con precalentamiento 300 °C	98	12	6.3	11.1	6.7
	98	12	6.0	11.8	7.1
	98	12	6.0	11.8	7.1

La temperatura mantenida entre pasadas fue de 100 °C para la muestra sin precalentamiento y de 250 °C para la muestra precalentada a 300°C. Las muestras de Eurofer tenían un espesor de 25 mm mientras que el espesor de las muestras de Asturfer era menor, de 14 mm. Algunos de los cupones fueron finalmente sometidos a tratamientos térmicos postsoldeo. Se realizaron dos tratamientos idénticos, consistentes en un mantenimiento durante dos horas a 750 °C y posterior enfriamiento al aire. El primer mantenimiento de dos horas, se realiza para recuperar la microestructura previa a la soldadura, y el segundo se realiza con el fin de estudiar en comportamiento del material tras una posible reparación en la zona soldada.

Tanto los precalentamientos como los tratamientos térmicos postsoldeo se llevaron a cabo en un horno Lenton modelo UAF 16/10, que también había sido utilizado para realizar los tratamientos térmicos del apartado 4.5 y los envejecimientos térmicos del apartado 4.8.

La caracterización final de los cupones soldados consistió en la obtención de macrográficas, de acuerdo con la norma UNE-EN 1321 [8], para lo que se desbastó y pulió la superficie objeto de observación y posteriormente se realizó un ataque químico con el reactivo Vilella (HCl y $\text{C}_6\text{H}_2\text{OH}(\text{NO}_2)_3$). La caracterización microestructural de todos estos productos se realizó mediante microscopía óptica en un microscopio óptico LEICA DMI 5000 M y también se llevaron a cabo medidas de dureza Vickers en las diferentes zonas de la unión soldada, utilizando un durómetro automático bajo carga de 10 kg, tanto en la cara como en la raíz del cordón, según las indicaciones de la norma UNE-EN ISO 9015-1:2011[9]. En cada línea se realizaron 3 medidas en el metal base y otras tantas en la ZAT y en el metal de aporte.

4.11. REFERENCIAS

- [1]. (CEN), C.E.d.N., *Acero. Determinación micrográfica del tamaño de grano aparente (ISO 643:2003)*. Norma Española UNE-EN ISO 643, 2004.
- [2]. 148-1, i.s.l., *Metallic materials, Charpy pendulum impact test. Part 1: Test method*, 2009.
- [3]. 6507-1, U.-E.I., *Materiales Metálicos. Ensayo de dureza Vickers. Parte 1: Método de ensayo* 2006.
- [4]. 6892-1, U.-E.I., *Materiales Metálicos. Ensayos de tracción. Parte 1: Método de ensayo a temperatura ambiente*, 2010.
- [5]. E21, A., *Standard Test Methods for Elevated Temperature Tension Tests of Metallic Materials*, 2009.
- [6]. E8, A., *Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials* 2011.
- [7]. *Welding "grade 91" alloy steel.*, Sperko Engineering Services, Editor 2007.
- [8]. 1321, U.-E., *Ensayos destructivos de soldaduras de materiales metálicos. Examen macroscópico y microscópico de soldaduras*. UNE-EN 1321:1997, 1997. AEN/CTN 14 - SOLDADURA Y TÉCNICAS CONEXAS.
- [9]. 9015-1:2011, U.-E.I., *Ensayos destructivos de soldaduras en materiales metálicos. Ensayo de dureza. Parte 1: Ensayo de dureza en uniones soldadas por arco. (ISO 9015-1:2001)*, A.C.-S.Y.T. CONEXAS, Editor 2011.

***5. ESTUDIO DEL PROCESO
DE FABRICACIÓN DE
COMPONENTES DE
ACERO EUROFER***

5.1. COLADAS EXPERIMENTALES

Durante todo el estudio se ha tomado como material de referencia el Eurofer 97-2, en estado de recepción, que correspondía a un tratamiento térmico de temple y revenido. Se trataba de una pieza de 255x60x25 mm, cortada de una placa de 25 mm de espesor, previamente recepcionada en el CIEMAT (Eurofer 97-2 No 993391 pieza C1/2).

A continuación se muestran los resultados más relevantes obtenidos tras la realización de todas las pruebas y ensayos descritos en el apartado anterior.

Como se comentaba en la parte experimental, se han desarrollado hasta el momento nueve coladas experimentales. En el Anexo I se muestra un resumen de dichas calidades, en el que se indica el nombre y acrónimo de cada uno de los aceros elaborados, el diseño de cada una de las coladas (el tipo de molde, pintura refractaria, posibles problemas o variaciones sufridas en el proceso de fusión, etc.), los análisis químicos de los productos, su microestructura, tamaño de grano, dureza y resto de propiedades mecánicas.

Sin embargo, en la exposición y discusión de los resultados nos referiremos casi exclusivamente a las dos primeras calidades, AF1 y AF2, que son las que se han caracterizado con mayor profundidad, salvo en algunos análisis concretos, en los que se indicará la calidad utilizada.

En primer lugar, la Tabla 5.1 muestra el análisis químico de estas dos primeras calidades de acero elaboradas (AF1 y AF2), comparadas con la especificación del Eurofer 97-2, que se ha utilizado siempre como referencia. La diferencia más significativa entre ambas calidades corresponde al contenido de wolframio, que es un 1,4% en el caso del acero AF1 y 1,1% en el caso del AF2. Esta diferencia se explica porque para la calidad AF1 nos habíamos fijado en la composición química del Eurofer 97-1 [1], cuyo contenido de wolframio debía encontrarse entre un 1 y un 2%; pero sin embargo, en la especificación del Eurofer 97-2, el contenido en wolframio se ajusta entre un 1 y un 1.2% en peso, rango que se corresponde con el contenido de wolframio del Asturfer[®] 2.

Cabe mencionar que los elementos radiológicamente indeseables, niobio, molibdeno y níquel se han situado, en ambos casos, dentro de la especificación. Este buen ajuste se ha conseguido además utilizando combinaciones apropiadas de materias

primas convencionales, con objeto de fabricar un material viable económicamente a nivel industrial. Con este fin se llevó a cabo un estudio previo para encontrar las que contaban con un menor contenido en contaminantes, prestándose especial atención a los elementos radiológicamente indeseables.

El recurso a materias primas de mayor pureza en las cantidades necesarias para la realización de estas coladas experimentales no resultaría viable, desde el punto de vista económico. Como ejemplo, el uso de hierro de elevada pureza (en forma de alambre, o chapa), supondría un coste de aproximadamente 140.000 € para la fusión de tan solo 5 kg [2].

Por otro lado, aunque algún elemento ha quedado fuera de rango (azufre y nitrógeno, en el caso del AF1 y oxígeno, aluminio y nitrógeno, en el caso del AF2), las diferencias no se han estimado que sean demasiado significativas como para no llevar a cabo el presente estudio.

Tabla 5.1. Composición química de las dos calidades, AF1 y AF2, frente a la especificación del Eurofer 97-2 (EF97-2).

	Especificación EF97-2	AF1	AF2
Cr	8,5-9,5	8,9	8,8
C	0,09-0,12	0,12	0,11
Mn	0,20-0,60	0,39	0,44
P	<0,005	0,004	0,003
S	<0,005	0,007	0,005
V	0,15-0,25	0,19	0,19
B	<0,002	0,001	<0,002
N	0,015-0,045	0,010	0,007
O	<0,01	0,01	0,02
W	1,0-1,2	1,4	1,1
Ta	0,10-0,14	0,10	0,12
Ti	<0,01	0,004	0,004
Nb	<0,005	0,004	<0,005
Mo	<0,005	0,005	0,005
Ni	<0,01	0,01	0,01
Cu	<0,01	0,01	0,01
Al	<0,01	0,01	0,05
Si	<0,05	0,05	0,04
Co	<0,01	0,008	0,006

En cuanto a la caracterización microestructural en estado de bruto de colada, se puede decir que la microestructura observada fue similar en todas las calidades. A modo de ejemplo, se muestra en la Figura 5.1 la microestructura de la calidad AF1 en este estado bruto de colada, sobre la que se ha medido una dureza Vickers de 383 HV30 que, como se verá más adelante, corresponde a una microestructura martensítica.

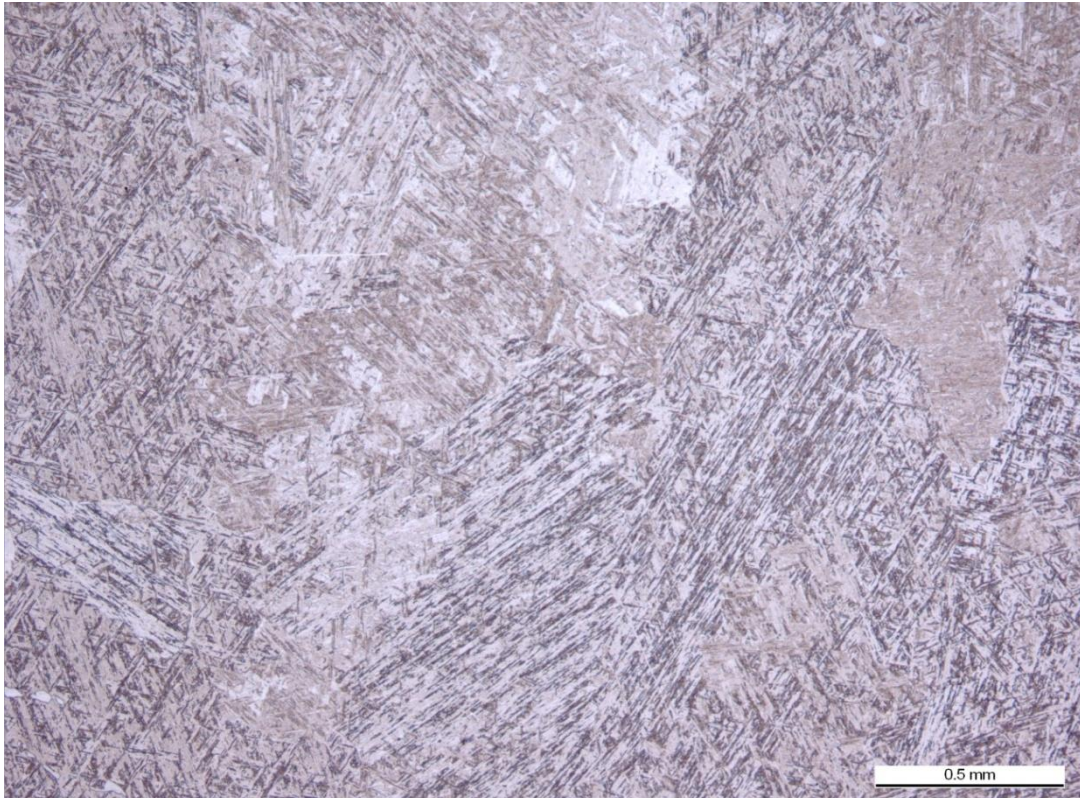


Figura 5.1. *Microestructura de la calidad AF1 en estado bruto de colada.*

5.2. CONFORMADO EN CALIENTE

Como se había comentado en la parte experimental al mostrar el esquema de la laminación en caliente (Tabla 4.2), se ha llevado en primer lugar a cabo un estudio dilatométrico, con objeto de simular el proceso de laminación y establecer de este modo los parámetros adecuados para asegurar conformar el acero de la forma más adecuada.

5.2.1. ENSAYOS DILATOMETRICOS

Las Figura 5. 2 y Figura 5.3 muestran las curvas dilatométricas correspondientes a los dos ciclos descritos en el procedimiento experimental aplicados a las calidades de Asturfer® 1 y 2 y al acero Eurofer 97-2, que se ha tomado como referencia (AF1, AF2 y EF2), en las que se muestra el cambio en la longitud de la probeta en el curso del enfriamiento ($\Delta L/L_0$ vs T).

En el caso del enfriamiento más lento ($2^\circ\text{C}/\text{min}$, Figura 5.2) se ha visto que el inicio (A_{3r}) de la transformación de la austenita (A_{3r}) de los dos aceros AF elaborados se situaba alrededor de 840°C y, basados en este dato, se eligieron las temperaturas de 900°C y 850°C como temperaturas final de la laminación en caliente, asegurando de este modo que todo el proceso de laminación tendrá lugar en el dominio austenítico. La elección de dos temperaturas fin de laminación diferentes se hizo con objeto de valorar la posible influencia de este parámetro en el tamaño final de grano del acero, que a su vez es un parámetro importante a la hora de controlar las propiedades finales de las chapas.

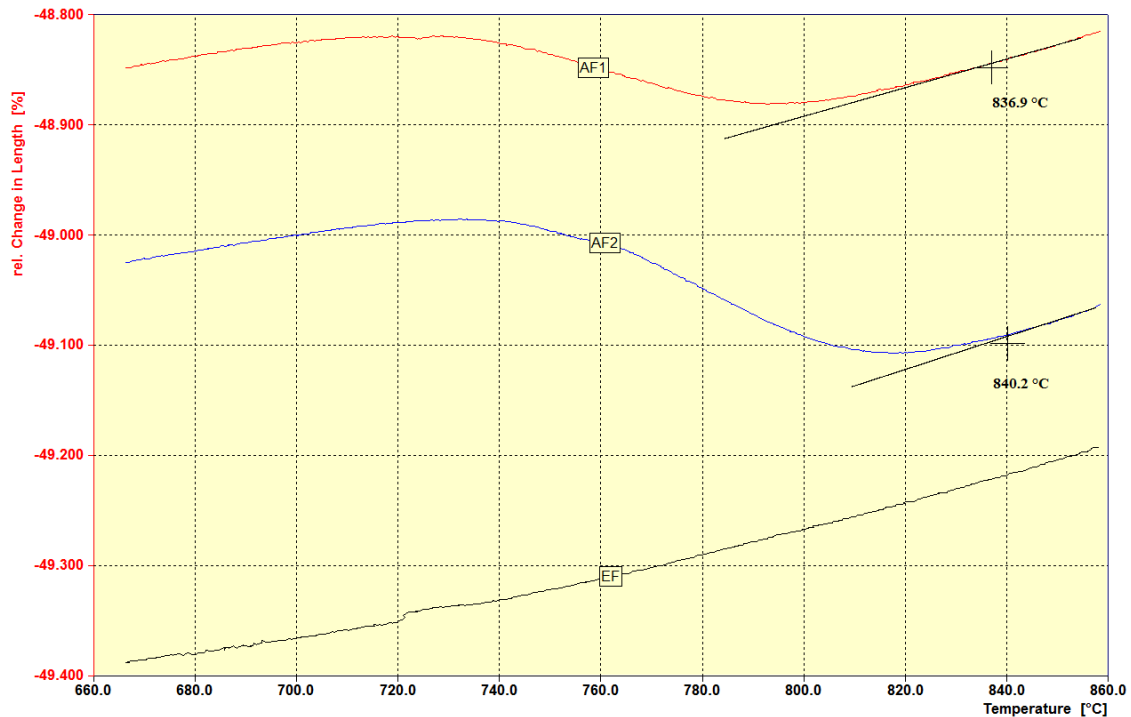


Figura 5. 2. Ciclo 1. Enfriamiento desde 900°C a una velocidad de $2^\circ\text{C}/\text{min}$. (En rojo el AF1, en azul el AF2 y en negro el acero EF2).

Por otro lado, el enfriamiento de las muestras dilatométricas al aire (Figura 5.3) nos ha permitido determinar las temperaturas de inicio (M_s) y fin (M_f) de la transformación martensítica. Puede verse que los tres aceros tienen una temperatura M_s de 425-426°C, mientras que la temperatura M_f se sitúa respectivamente en 257°C y 249°C para los aceros AF1 y AF2, mientras que el acero EF2 tiene una temperatura M_f de 235°C. Las pequeñas diferencias observadas entre los aceros AF y el EF2, pueden deberse a que este último se ha ensayado en estado de temple y revenido, mientras que los primeros se han utilizado en estado bruto de colada, por lo tanto sujetos a la existencia de segregaciones y demás defectos de moldeo.

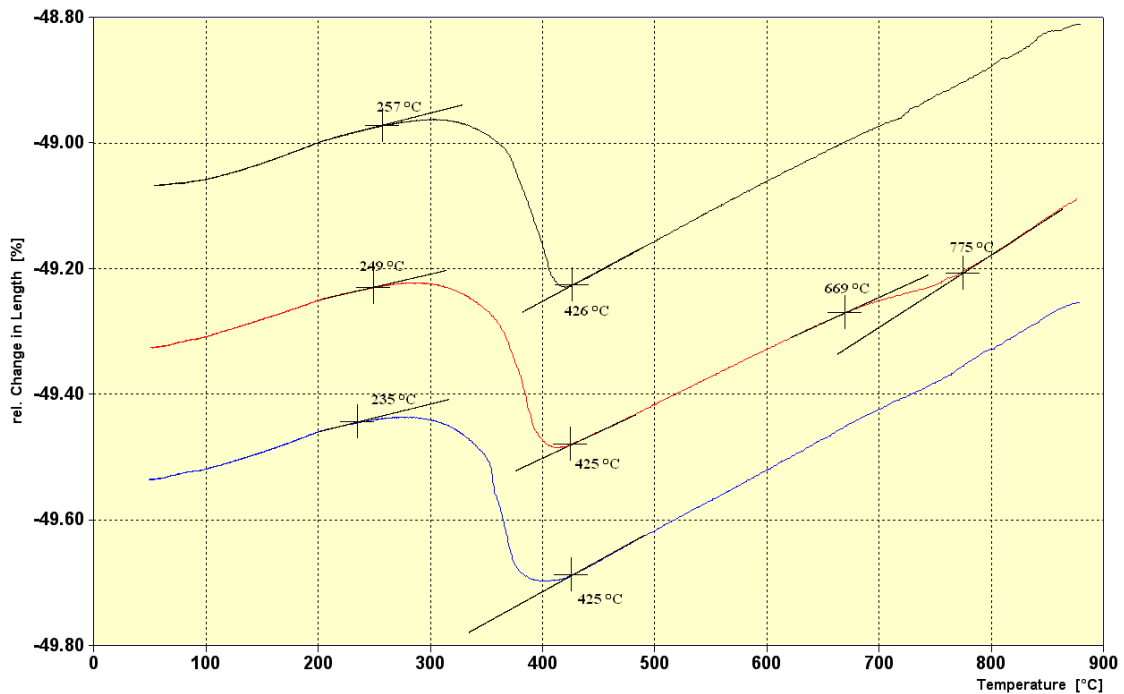


Figura 5.3. Ciclo 2. Enfriamiento desde 900 °C simulando enfriamiento al aire (en negro el AF1, en rojo el AF2 y en azul el acero EF2).

En la Figura 5.4 se muestran las curvas dilatométricas correspondientes a calentamientos realizados a 5 °C/s sobre los tres aceros. En estas curvas es posible apreciar la contracción que conlleva la formación de la austenita. Nótese que no se aprecian diferencias significativas entre los dilatogramas de las dos calidades experimentales, no poniéndose de manifiesto el efecto del mayor contenido de wolframio que tiene la calidad AF1 (elemento alfégeno que en principio debería elevar

la temperatura de transformación austenítica). La transformación austenítica en el calentamiento de los aceros AF se inicia a 836-838°C y termina a 951°C. Por otro lado, se puede apreciar que la contracción que experimenta la calidad EF está mucho mejor definida y es mucho más rápida que las de las calidades AF, algo que se puede explicar en virtud del diferente estado de la microestructura de partida (temple y revenido y bruto de colada, respectivamente).

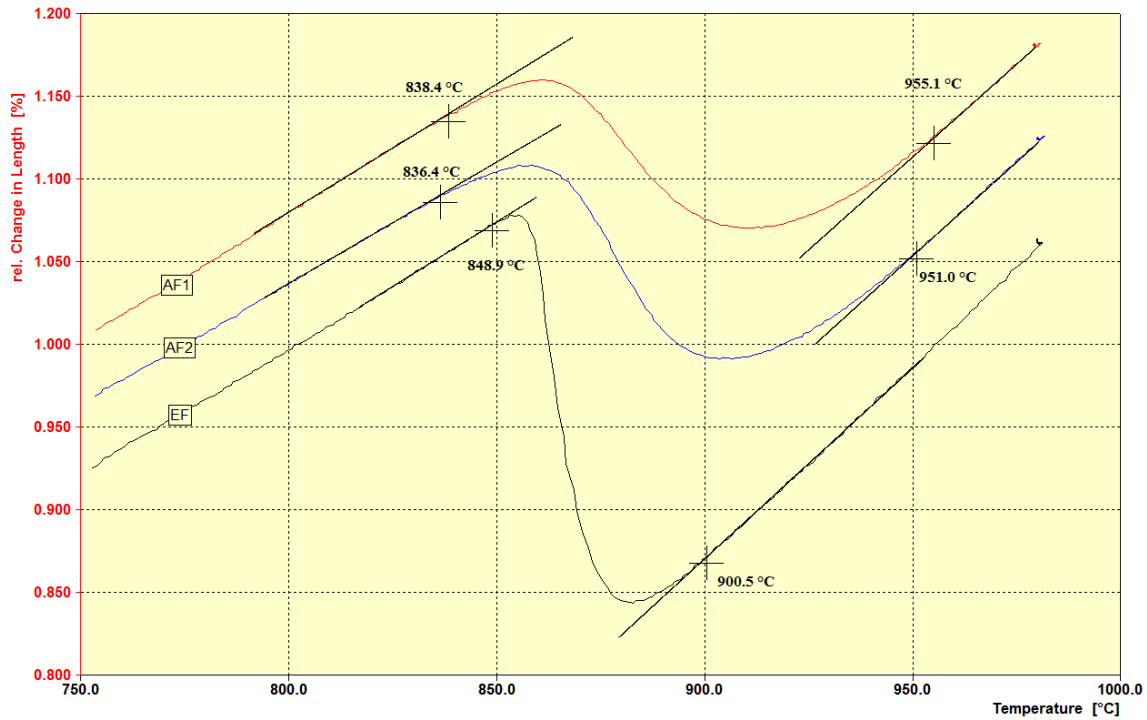


Figura 5.4. Calentamiento a 5 °C/s hasta 980 °C (en negro el AF1, en rojo el AF2 y en azul el acero EF2)

Las microestructuras se corresponden de forma coherentes con los datos obtenidos en el estudio dilatométrico. En las microestructuras correspondientes al ciclo 1 (Figura 5.5), enfriamiento a 2 °C/min, se observan estructuras ferríticas en el caso de los aceros AF1 y AF2 y martensítica en el caso del EF2. La estructura martensítica del acero Eurofer2 puede deberse al mayor tamaño de grano que presentaba esta calidad con respecto a los aceros Asturfer® (mayor templabilidad). Mientras que tras la aplicación del ciclo 2 (enfriamiento al aire, Figura 5.6), se han observado microestructuras martensíticas en las tres calidades. En este ciclo, y en el caso del acero AF2, se ha observado una pequeña transformación ferrítica, asociado a un fenómeno de decarburación que había sufrido la muestra durante el ensayo.

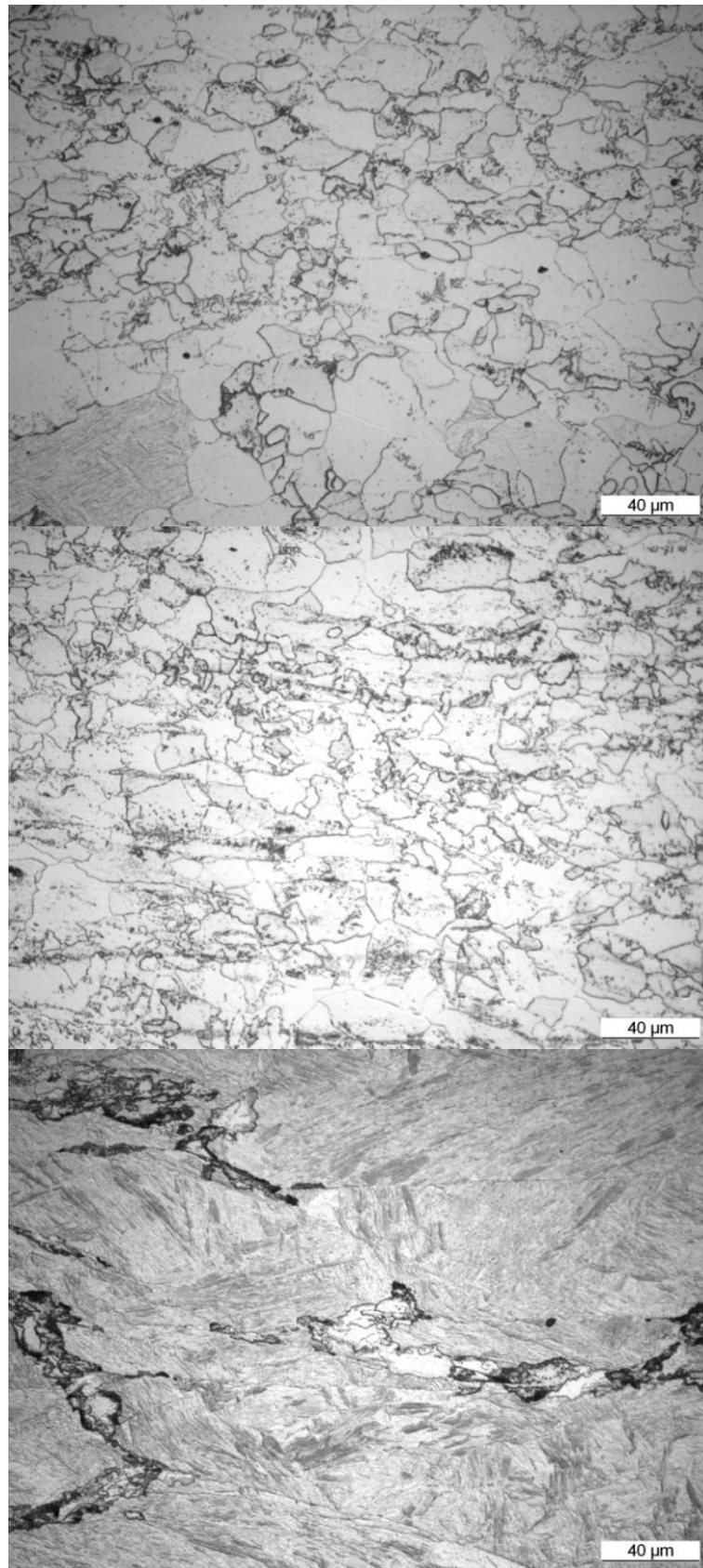


Figura 5.5. *Microestructuras de los aceros AF1, AF2 y EF2 tras el ciclo 1 (enfriamiento a 2 °C/min).*

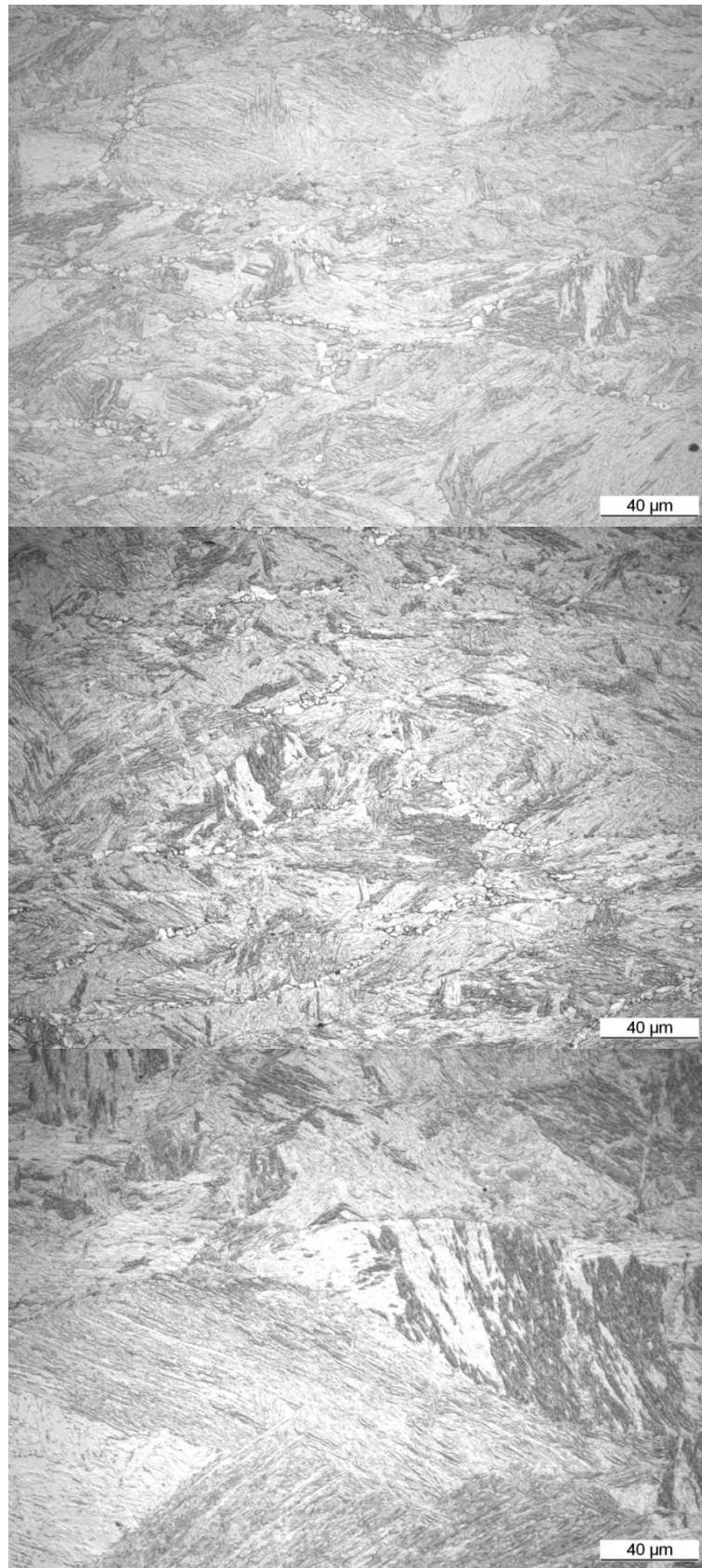


Figura 5.6. *Microestructuras de los aceros AF1, AF2 y EF2 tras el ciclo 2 (simulación de enfriamiento al aire).*

La Tabla 5.2 muestra la dureza de las dos calidades junto con la dureza del acero Eurofer 97-2, después de cada uno de los ciclos realizados en el estudio dilatométrico, que a su vez corresponden respectivamente a la dureza de las estructuras ferríticas (156-157 HV30) y martensíticas (399-404 HV30) de estas calidades.

Tabla 5.2. Dureza Vickers de las calidades Asturfer[®] AF1 y AF2, junto con la del acero Eurofer en los ciclos de enfriamiento analizados.

Enfriamiento a 2 °C/min	Durezas (HV30)	Enfriamiento al aire	Durezas (HV30)
AF1	156	AF1	399
AF2	157	AF2	403
EF97-2	391	EF97-2	404

En el caso del enfriamiento más lento (2°C/min), la mayor dureza del acero EF97-2 es debida a su microestructura martensítica, lo que se justifica en virtud del mayor tamaño de grano austenítico de este acero, que da lugar a un significativo aumento de su templeabilidad. Los resultados de dureza tras el ciclo de enfriamiento más rápido (enfriamiento al aire) son similares en los tres aceros, puesto que en los tres casos se han obtenido microestructuras martensíticas.

5.2.2. LAMINACIÓN EN CALIENTE

Tras el estudio dilatométrico se ha llevado a cabo la laminación en caliente. Los lingotes de Asturfer[®] AF1 y AF2 de 100 mm de espesor se laminaron en el laminador en caliente y continuo de OCAS (Arcelor Mittal, Bélgica). Se utilizó una temperatura de recalentamiento de 1200°C y posteriormente se llevaron a cabo tres pasadas desbastadoras sucesivamente a 1150, 1100 y 1050°C, con reducciones de espesor respectivas del 15, 20 y 20%, para obtener una espesor de aproximadamente 54 mm. A continuación, con el producto a una temperatura de aproximadamente 1000°C, se aplicaron 5 pasadas acabadoras, las dos primeras con una reducción del 20% y las tres últimas del 25%, para obtener un producto final de 14 mm de espesor, estableciendo 900°C como temperatura de final de laminación para el acero AF1 y para una pieza de

AF2 (AF2A) y 850 °C para una segunda pieza del acero AF2, denominada AF2B. Finalmente, todas las piezas se enfriaron al aire a una velocidad aproximada de 1 °C/s. La figura 5.7. muestra un esquema del proceso de laminación realizado.

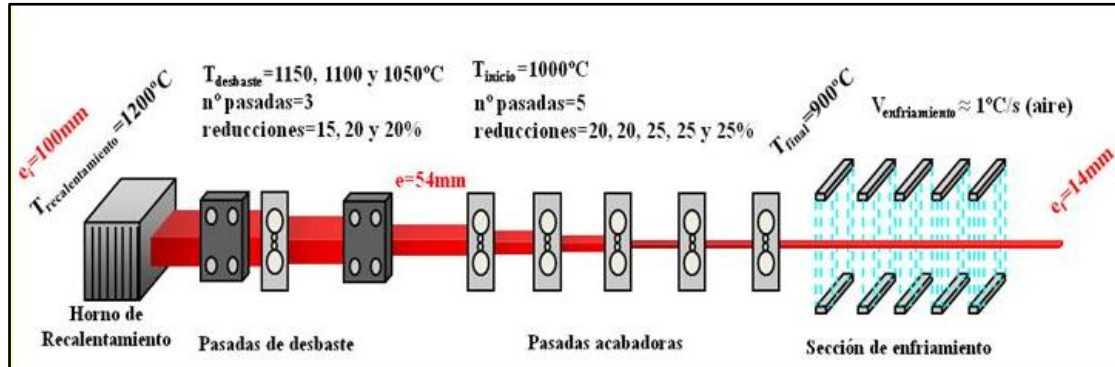


Figura 5.7. Esquema de la laminación en caliente de las calidades Asturfer®.

Puesto que en la caracterización posterior no se han encontrado diferencias remarcables entre las calidades AF2A y AF2B, en lo sucesivo llamaremos AF2 a cualquiera de las dos.

Tras la laminación en caliente, la microestructura resultante está claramente orientada en la dirección de la laminación, lo que nos indica que en las fases finales de la misma no ha tenido lugar el proceso de recristalización y este hecho justifica también que no se hayan encontrado diferencias al utilizar dos temperaturas fin de laminación diferentes. Sin duda el alto grado de aleación de estos aceros retrasa significativamente los fenómenos de recristalización en la gama de temperaturas utilizadas en este trabajo. El enfriamiento final al aire ha dado lugar en los tres casos a microestructuras 100% martensíticas. Comparando las tres microestructuras resultantes no se han apreciado diferencias relevantes (figura 5.8)

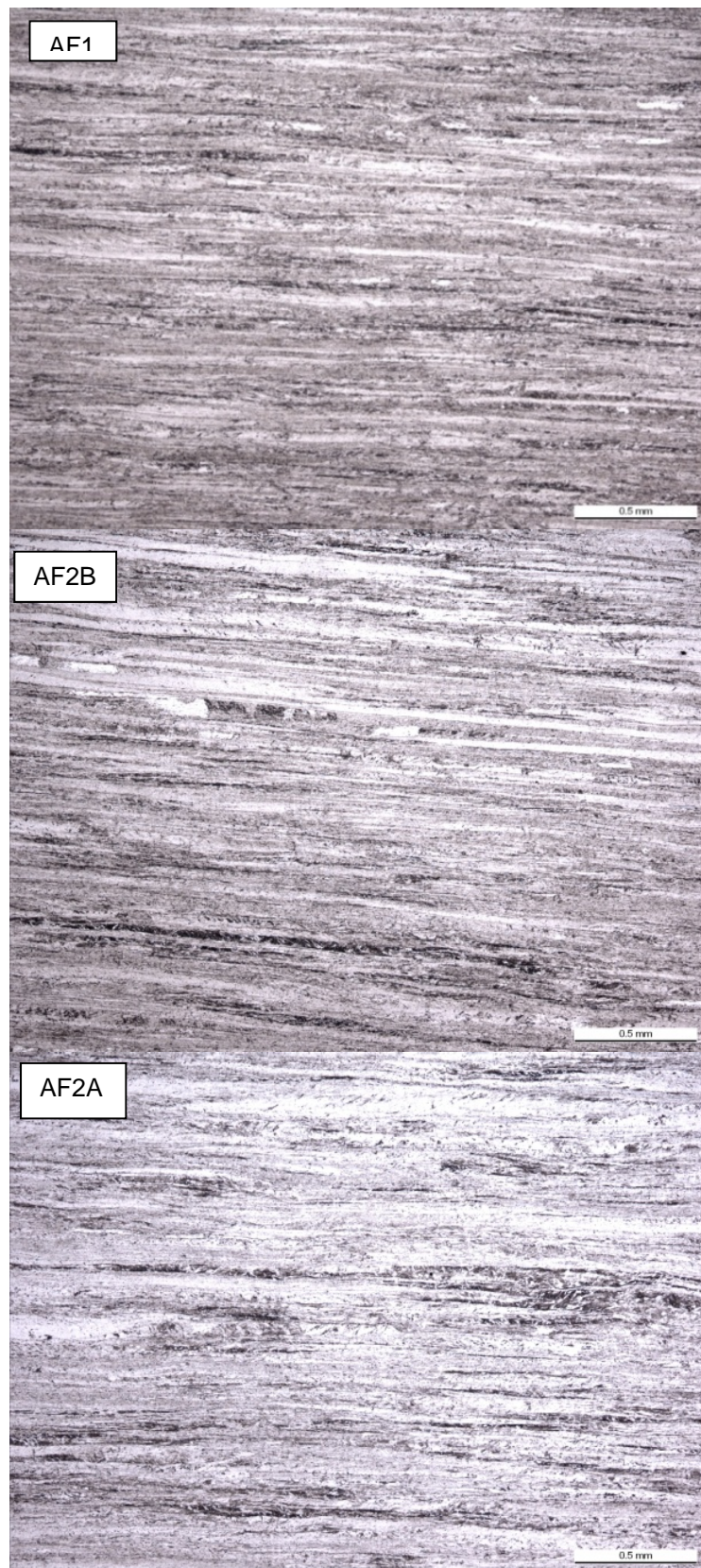


Figura 5.8. *Microestructuras de las calidades AF1 y AF2 tras la laminación en caliente. La temperatura fin de laminación fue de 900 °C para AF1 y AF2A y de 850 °C para la calidad AF2B.*

5.3. TRATAMIENTOS TERMICOS

5.3.1. DETERMINACIÓN DE LAS CURVAS CCT

Las curvas CCT (continuous cooling transformation) de estas calidades experimentales se han definido a partir de ensayos dilatométricos realizados sobre muestras laminadas en caliente, junto con la observación de la microestructura obtenida y de la dureza final medida sobre las diferentes muestras.

Las figuras 5.9 y 5.10 muestran, a modo de ejemplo, dos curvas dilatométricas típicas (AF1 y AF2) en las que se representa el cambio de la longitud relativa frente a la temperatura, tanto en la fase de calentamiento hasta 970°C (velocidad de calentamiento de 5 °C/s) como en la de enfriamiento (la temperatura de austenización de 970°C se mantuvo durante 30 minutos). La contracción experimentada en el calentamiento nos ha permitido definir las temperaturas críticas Ac1 y Ac3 (inicio y fin de la transformación austenítica) y en el curso del enfriamiento, en estos dos casos concretos, se pueden observar dos expansiones diferenciadas: la primera corresponde a la transformación ferrítica (700-800°C) y la segunda a la transformación martensítica (300-400°C).

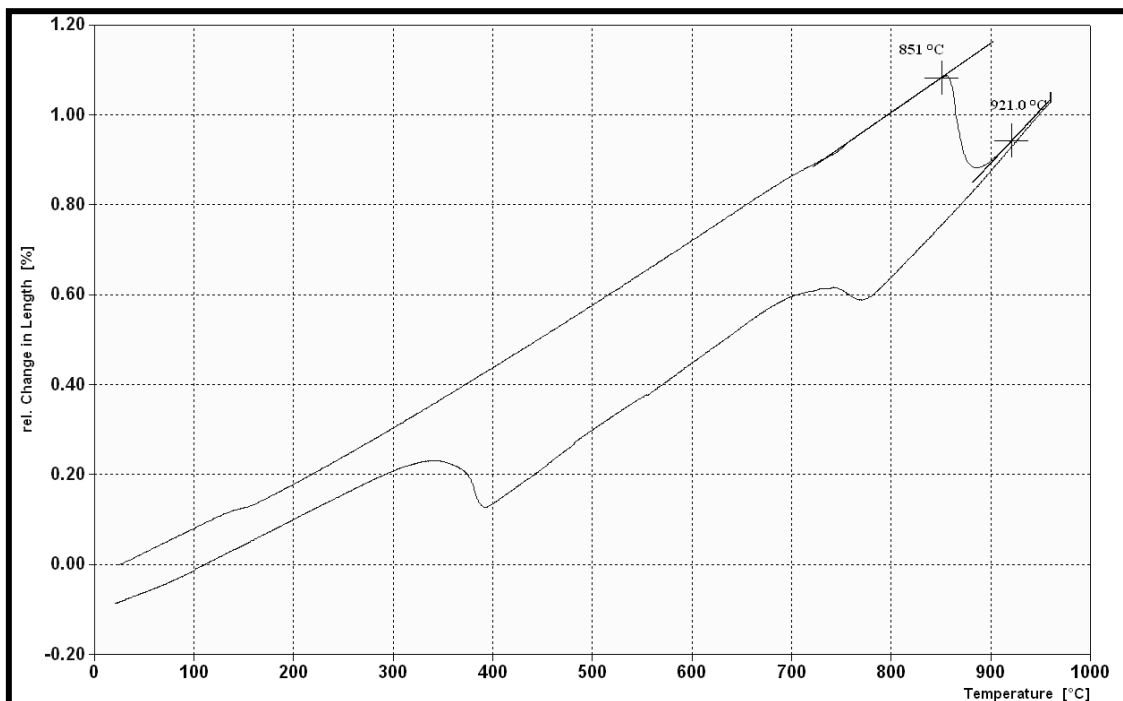


Figura 5. 9. Curva dilatométrica AF1 (velocidad de enfriamiento 0.2 °C/s)

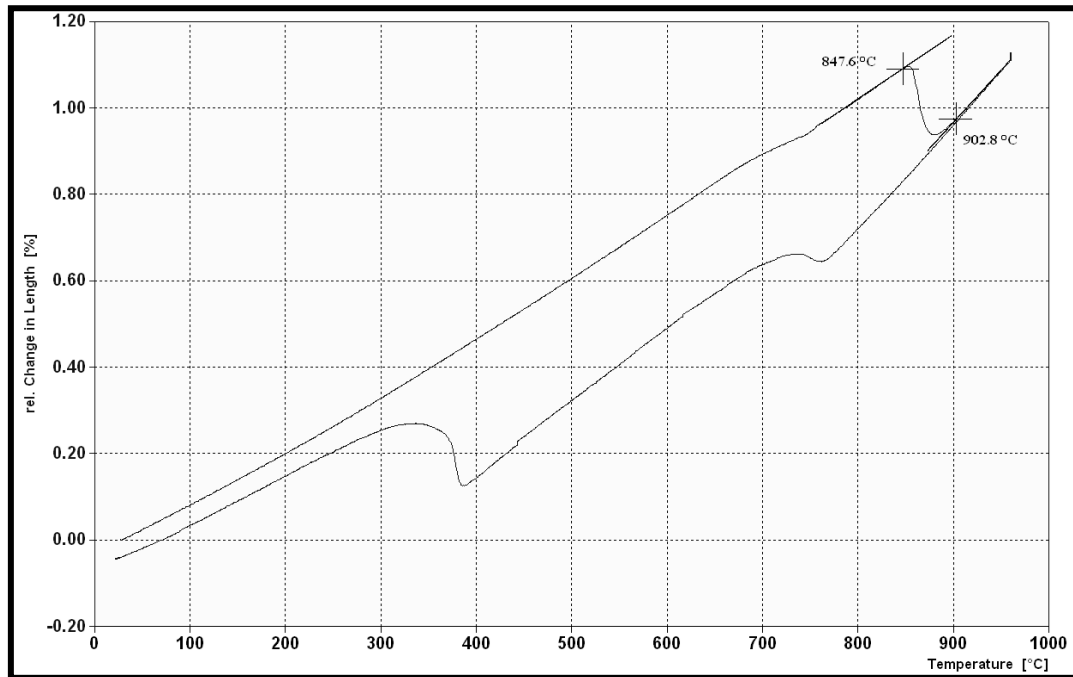


Figura 5. 10. Curva dilatométrica AF2 (velocidad de enfriamiento 0.2°C/s)

Con los datos recogidos de todos estos experimentos realizados utilizando las diferentes velocidades de enfriamiento para las dos calidades experimentales, se obtuvieron tanto las temperaturas de inicio y fin de la austenización en el calentamiento como las curvas CCT. La Tabla 5.3 da cuenta de las temperaturas de austenización, Ac1 y Ac3, de los aceros AF1 y AF2. Nótese que el acero AF1, que tiene un mayor contenido de wolframio, también muestra unas temperaturas de inicio y, especialmente, fin de transformación austenítica, superiores, lo que se justifica por el carácter alfégeno de este elemento.

Tabla 5. 3. Temperaturas críticas de austenización (5°C/s)

	Ac1 (°C)	Ac3 (°C)
AF1	851	921
AF2	848	903

La determinación de las curvas CCT de estas dos calidades experimentales se muestra en las figuras 5.11. y 5.12. Ambas figuras muestran las diferentes curvas de enfriamiento empleadas para su determinación (se indica la velocidad de enfriamiento

de cada una de ellas), los puntos correspondientes al inicio y fin de las transformaciones detectadas dilatométricamente y la dureza Vickers final medida en cada muestra. Las curvas CCT obtenidas con estos dos aceros son bastante parecidas, aunque puede hacerse notar que al utilizar la velocidad de enfriamiento de $0.5^{\circ}\text{C}/\text{s}$ no se ha detectado dilatométricamente la formación de ferrita en el caso del acero AF1 y, sin embargo, se forma ya algo de ferrita en el acero AF2. También se puede comprobar que la dureza final que se ha obtenido al utilizar la velocidad de enfriamiento más lenta es apreciablemente mayor en el acero AF1. Ambos hechos nos indican que el acero AF1 es algo más templeable, sin duda en virtud de su superior contenido en wolframio.

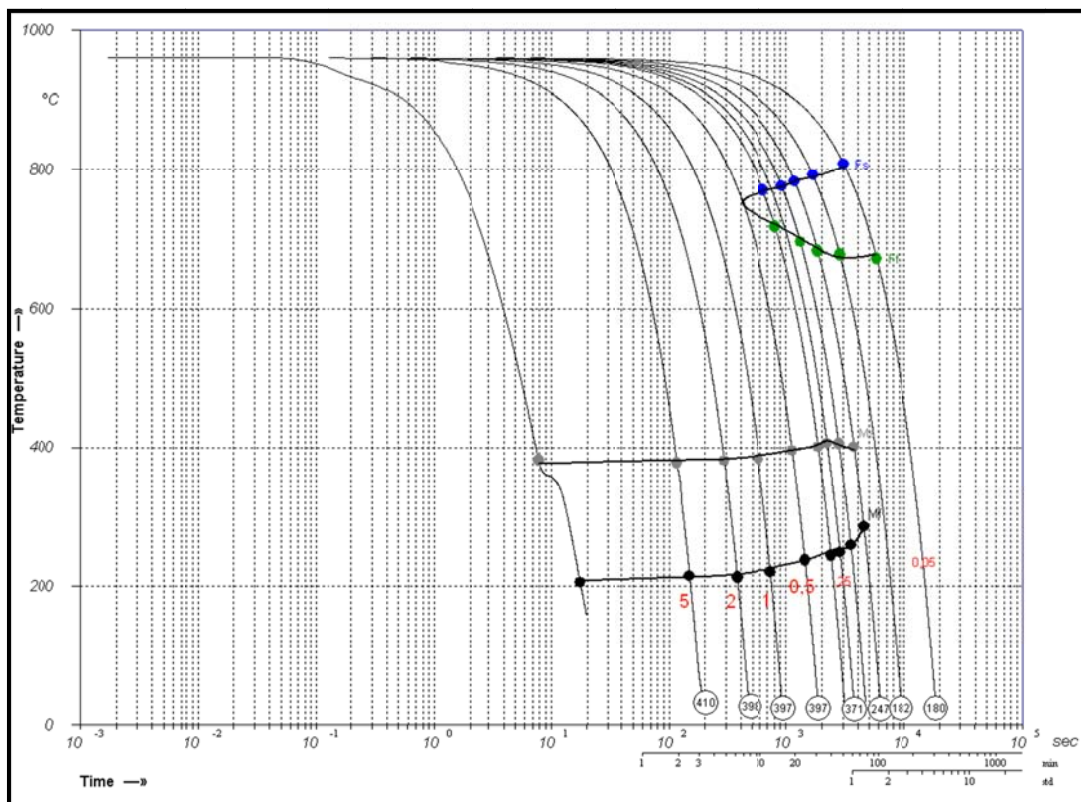


Figura 5. 11. Curvas CCT del acero AF1. En rojo se indican las velocidades de enfriamiento (en $^{\circ}\text{C}/\text{s}$) y, encerrada en un círculo, la dureza Vickers final.

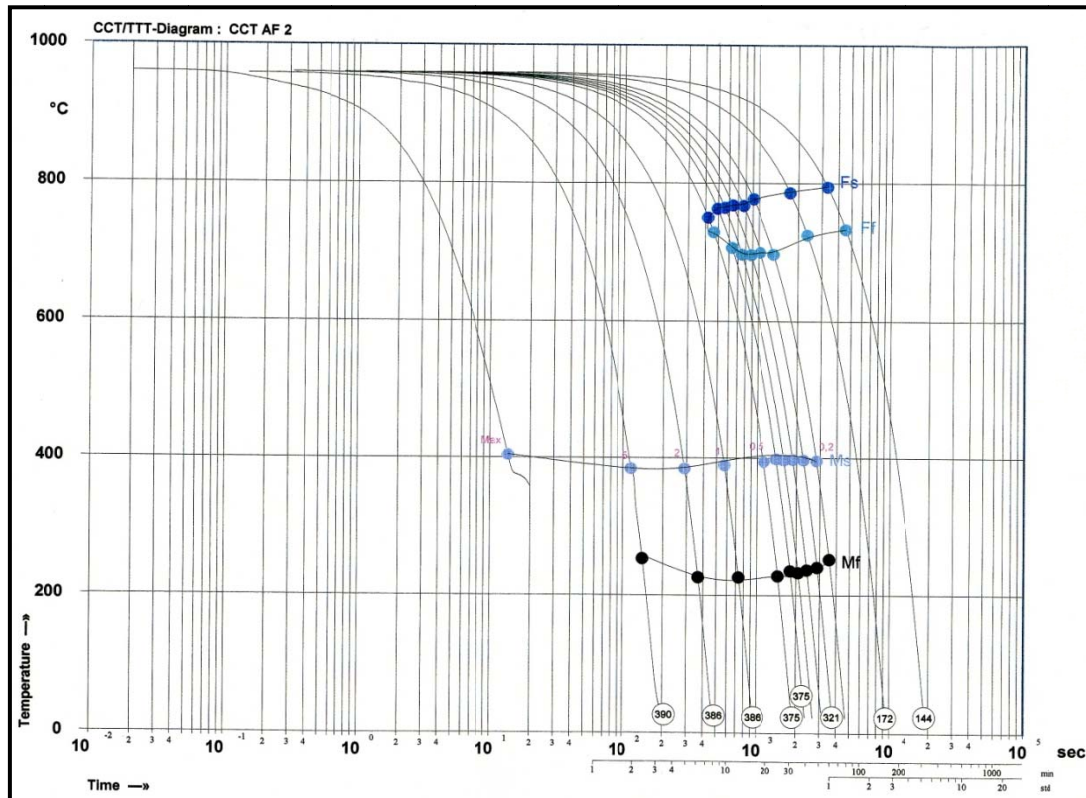


Figura 5. 12. Curvas CCT del acero AF2. Se indican las velocidades de enfriamiento (en °C/s) y, encerrada en un círculo, la dureza Vickers final.

La figura 5.13 recoge la dureza Vickers obtenida en los aceros AF1 y AF2 para las distintas velocidades de enfriamiento y, en general, da cuenta de la mayor dureza que normalmente se ha obtenido en el caso del acero AF1, en virtud de su mayor templabilidad (efecto del wolframio).

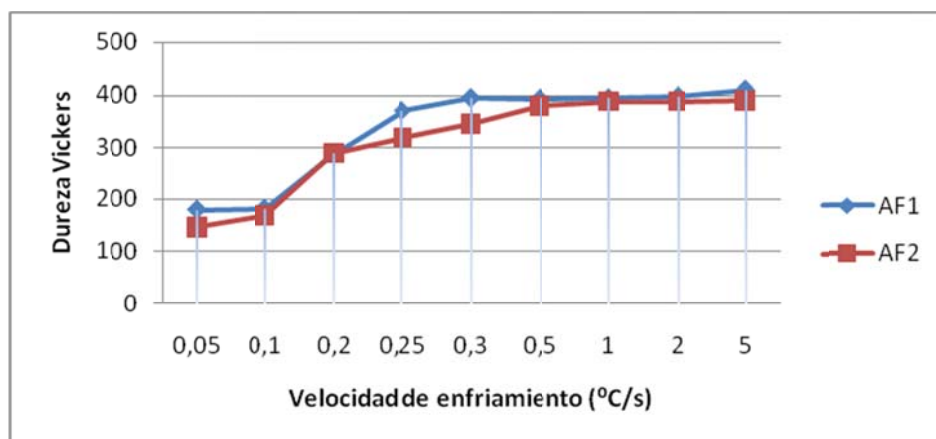


Figura 5. 13. Dureza Vickers frente a velocidad de enfriamiento. Aceros AF1 y AF2

Por otro lado, las figuras 5.14 y 5.15 comparan las microestructuras obtenidas en ambos aceros al ser enfriados utilizando la misma velocidad de enfriamiento, 0.5°C/s y 0.25°C/s respectivamente. En las dos comparaciones microestructurales expuestas resulta evidente que el porcentaje de ferrita es apreciablemente mayor en el caso del acero AF2 y este hecho se corrobora también con la menor dureza de las probetas enfriadas a las velocidades intermedias (véase la Figura 5. 13). La explicación de estas observaciones reside, como ya se había indicado con anterioridad, al aumento de la templabilidad que proporciona el wolframio.

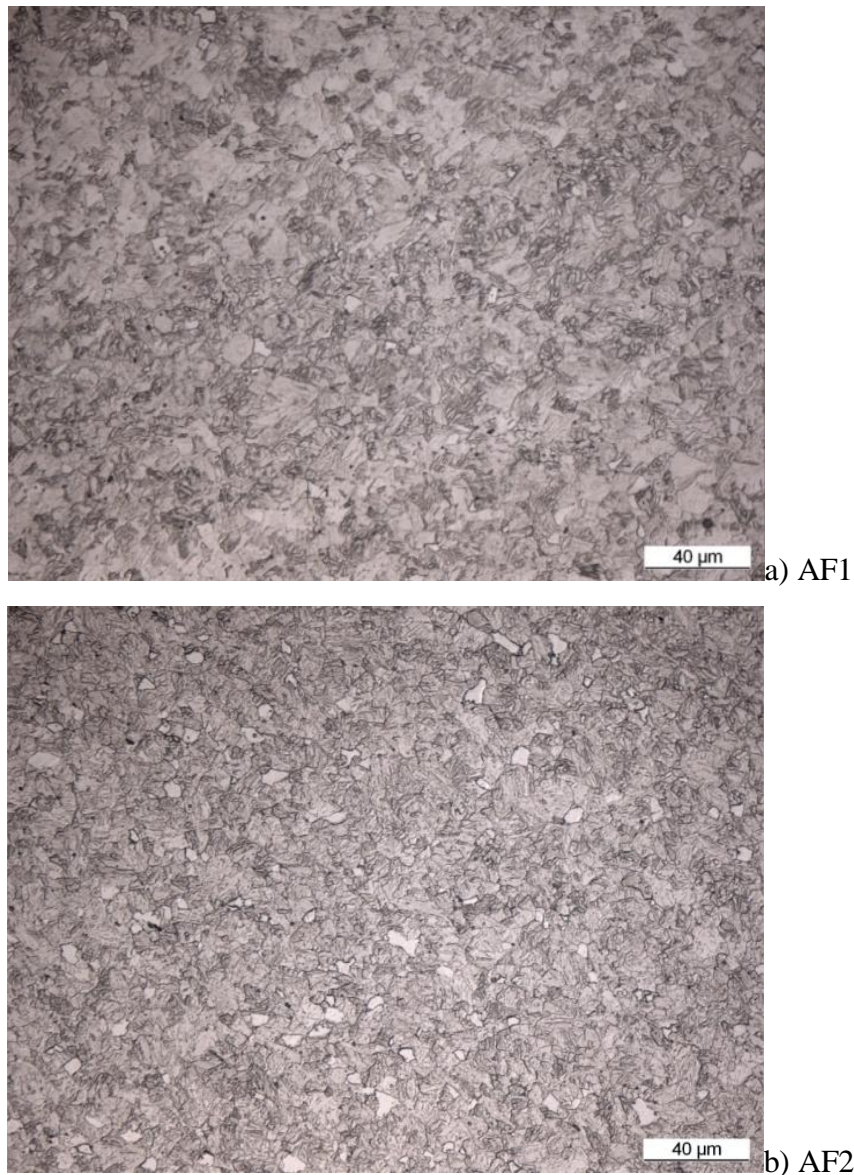


Figura 5. 14. *Microestructuras de los aceros AF1 y AF2 obtenidas con una velocidad de enfriamiento de 0.5°C/s*

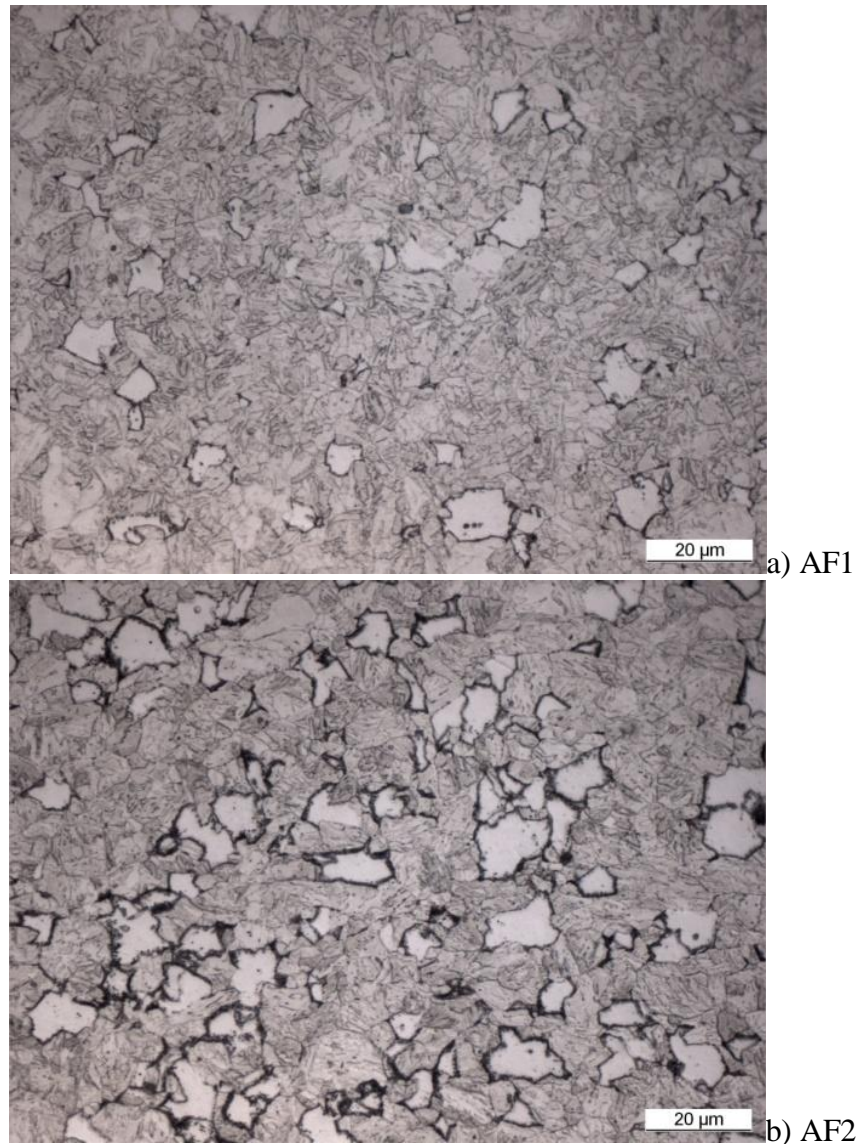


Figura 5.15. *Microestructuras de los aceros AF1 y AF2 obtenidas con una velocidad de enfriamiento de 0.25°C/s*

De cualquier manera, la velocidad crítica de temple de los dos aceros se sitúa en torno a 0,5°C/s, siendo necesario entonces utilizar velocidades mayores que ésta para asegurar una microestructura 100% martensítica. Se hace notar igualmente que la presencia de un mayor contenido de wolframio en el acero AF1 eleva unas 10-20 unidades Vickers la dureza de la microestructura martensítica de este grado de acero.

Por otro lado, aunque las curvas CCT nos indican que para velocidades inferiores a 0,1°C/s se obtienen ya microestructuras 100% ferrito-perlíticas en los dos aceros, las microestructuras que se muestran en la Figura 5. 16 dan cuenta de que con una velocidad de enfriamiento de 0.05°C/s solo en el caso del acero AF2 se alcanza el

máximo ablandamiento (144 HV), correspondiente a una microestructura ferrítica con cementita globular, ya que en el caso del acero AF1, empleando esta misma velocidad de enfriamiento, se observa la presencia de ferrita acicular y perlita, y un valor de la dureza apreciablemente superior (180 HV). Sería entonces necesario utilizar una velocidad de enfriamiento inferior a 0.05°C/s para lograr el ablandamiento completo (recocido) del acero AF1, hecho éste que sin duda está también asociado al mayor contenido de wolframio presente en este acero.

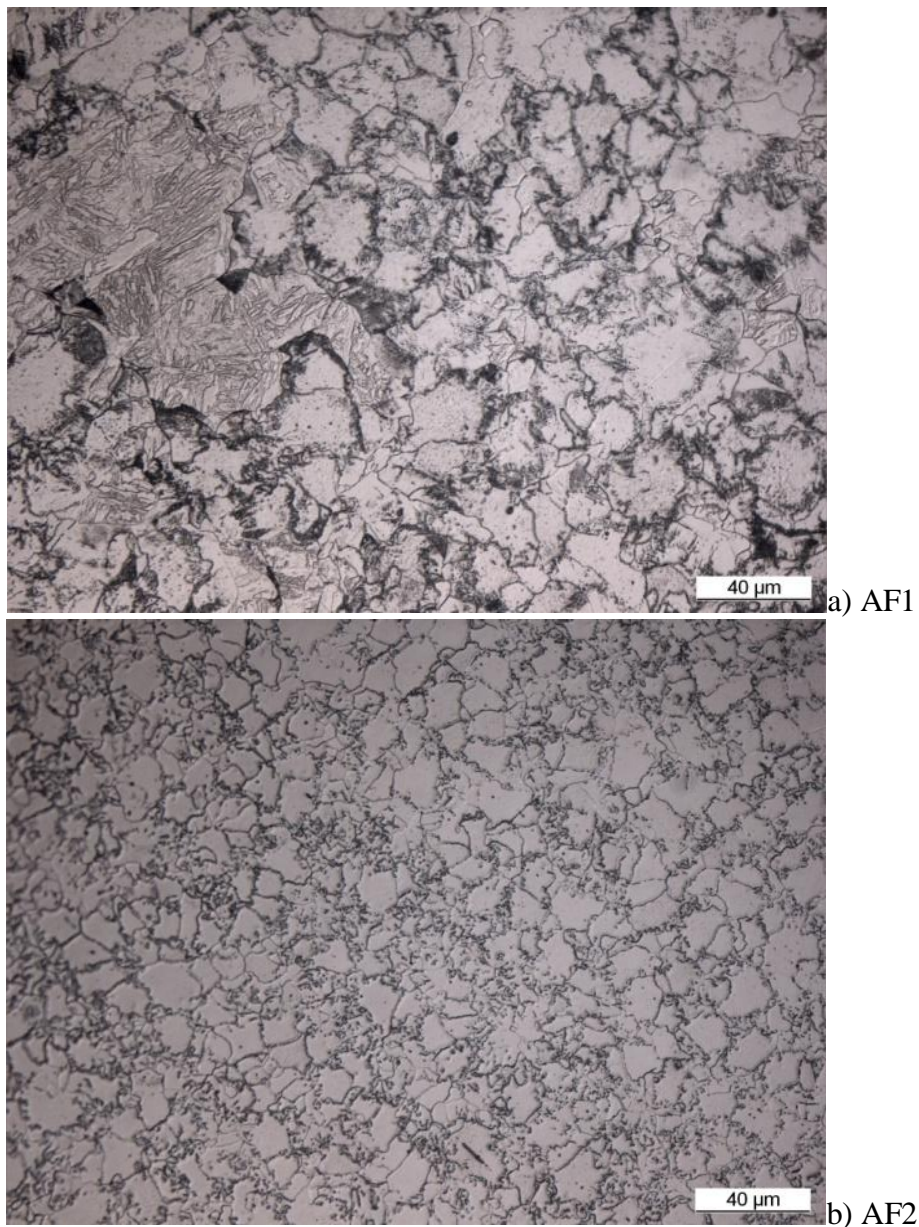


Figura 5. 16. *Microestructuras de los aceros AF1 y AF2 para una velocidad de enfriamiento de 0.05°C/s*

Con objeto de completar este estudio se ha realizado un experimento consistente en utilizar con la calidad AF1 una velocidad de enfriamiento menor, de $0.02\text{ }^{\circ}\text{C/s}$, obteniéndose así el máximo ablandamiento del acero AF1 (144 HV) y la microestructura ferrítica con cementita globular esperada, tal y como puede observarse en la Figura 5.17.

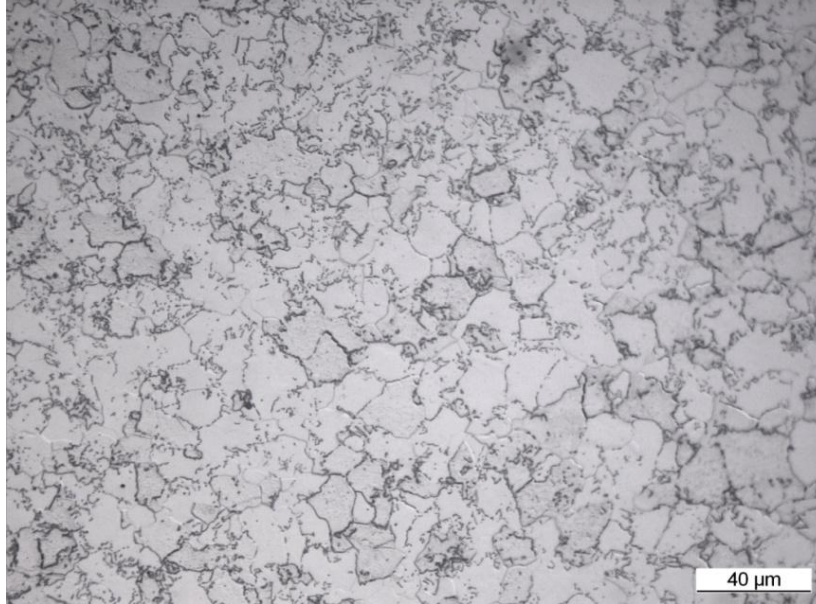


Figura 5. 17. *Microestructura del acero AF1 para una velocidad de enfriamiento de $0.02\text{ }^{\circ}\text{C/s}$*

5.3.2. DISEÑO DEL TRATAMIENTO TÉRMICO

5.3.2.1. TRATAMIENTO TÉRMICO DEL ACERO EN ESTADO BRUTO DE COLADA

Aunque la definición del tratamiento térmico apropiado a realizar sobre estas calidades debe llevarse a cabo sobre muestras previamente laminadas en caliente, en una primera fase de este trabajo también se han realizado tratamientos térmicos sobre las estructuras en estado bruto de colada. Los tratamientos térmicos realizados sobre el acero en estado de bruto de colada consistieron en una etapa común de austenización, que se llevó a cabo a 980 °C/30 min, seguida de un enfriamiento al aire y un tratamiento de revenido, en el que se varió el tiempo (en el primer caso) y la temperatura (en el segundo caso). Estos tratamientos térmicos en estado de bruto de colada se llevaron a cabo con el objeto de conocer el potencial de las calidades experimentales y la evolución general de las propiedades mecánicas fundamentales en función de los parámetros de revenido.

En la Tabla 5. 4 se muestran los resultados de los ensayos de tracción llevados a cabo en el primero de los casos, en el que el tiempo del revenido se varió desde 1 hasta 24 h.

Tabla 5. 4. Resultados de los ensayos de tracción de la calidad 1 de Asturfer® (AF1) en estado de temple (T) y de temple y revenido (750 °C) durante distintos tiempos (T+R).
(muestras previas en estado bruto de colada).

AF1	Límite elástico (MPa)	Carga de Rotura (MPa)	Alargamiento a rotura (%)
T	890	1323	8
	834	1300	9
T + R 1 h	588	715	17
T + R 2 h	507	662	19
T + R 3 h	491	646	20
T + R 4 h	482	640	19
T + R 24 h	433	599	22

Como era de esperar, la prolongación el tratamiento de revenido a 750°C reduce ostensiblemente el límite elástico y la resistencia a la tracción del acero, al tiempo que proporciona un notable aumento del alargamiento.

Analizando la microestructura tras los citados tratamientos (ver Figura 5. 18), se puede observar un fenómeno de coalescencia de precipitados, que se observa con claridad para los tiempos de revenido más largos, apareciendo un menor número de precipitados, pero de mayor tamaño.

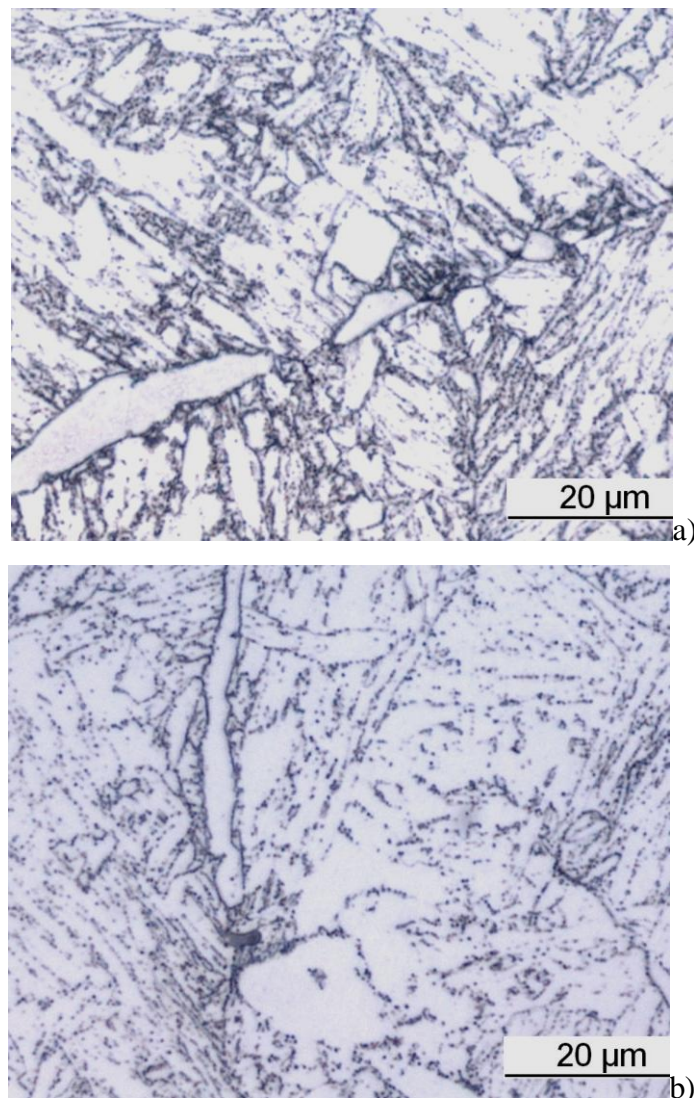


Figura 5. 18. Calidad AF1. Influencia del tiempo de revenido a 750 °C sobre la estructura bruto de colada. a) Tiempo de revenido a 750 °C de 1 h y b) tiempo de revenido a 750 °C de 24 h.

A continuación se procedió al estudio de la influencia de la temperatura de revenido, manteniendo ahora el mismo tiempo de 1 hora, utilizando el Asturfer[®] 1, en estado bruto de colada. Los resultados de los ensayos de tracción realizados (ver tabla Tabla 5. 5) muestran la tendencia que se esperaba: tanto el límite elástico como la carga de rotura disminuyen a medida que se aumenta la temperatura de revenido, mientras que, sin embargo, el alargamiento aumenta significativamente al hacerlo la temperatura de revenido, aunque las diferencias microestructurales que se revelan en el microscopio óptico en la Figura 5. 20 no son significativas.

Tabla 5. 5. Resultados de los ensayos de tracción de la calidad 1 de Asturfer[®] (AF1) en estado de temple (T) y temple + revenido a distintas temperaturas para tiempos de revenido de una hora (muestras previas en estado bruto de colada).

AF1	Límite elástico (MPa)	Carga de Rotura (MPa)	Alargamiento a rotura (%)
T	646	952	13
	647	970	13
T + R 740	474	617	-
	509	622	-
T + R 750	435	585	18
	420	576	20
T + R 760	405	577	24
	406	574	24

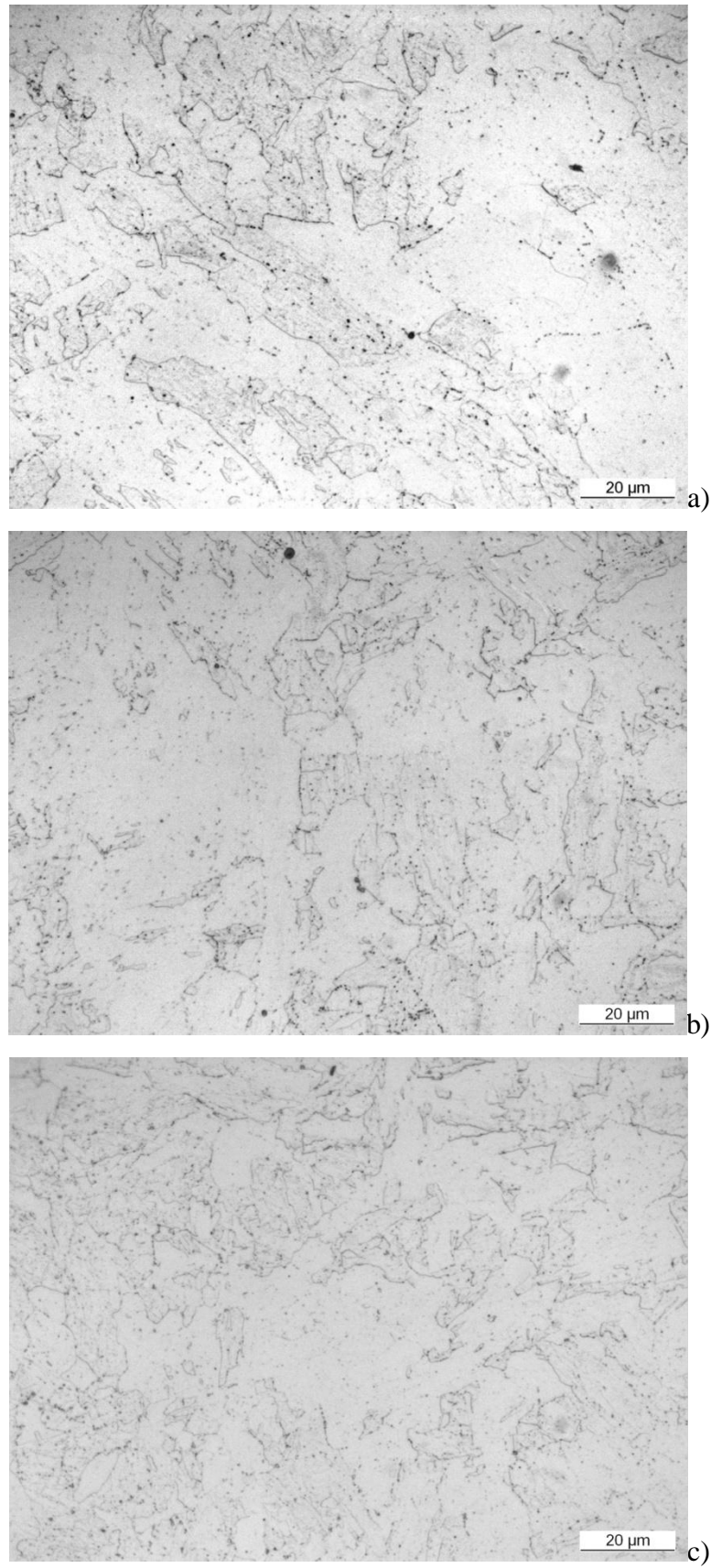


Figura 5. 19. *Influencia de la temperatura de revenido en la calidad AF1. a) Revenido a 740 °C, b) Revenido a 750 °C y c) Revenido a 760 °C.*

5.3.2.2. TRATAMIENTO TÉRMICO DEL ACERO EN ESTADO DE BRUTO DE LAMINACIÓN EN CALIENTE

En el caso del acero en estado de bruto de laminación en caliente, teniendo en cuenta que el enfriamiento final realizado tras la laminación en caliente ha sido al aire, y se han obtenido por tanto microestructuras 100% martensíticas, se han ejecutado, por un lado, directamente tratamientos de revenido y, por otro, tratamientos completos de temple más revenido.

Las Figura 5. 20 y 5.21 muestran respectivamente las microestructuras de las calidades AF1 y AF2, revenidas directamente tras la laminación en caliente a 750°C durante una hora y tras el tratamiento completo de temple (980 °C/ 30 min/enfriamiento al aire) y revenido (750 °C/1 h). Tras el revenido directo posterior a la laminación, se destaca que las microestructuras siguen mostrando una fuerte orientación con la dirección de laminación, que ya se había puesto de manifiesto sobre la microestructura de laminación (Figura 5.8).

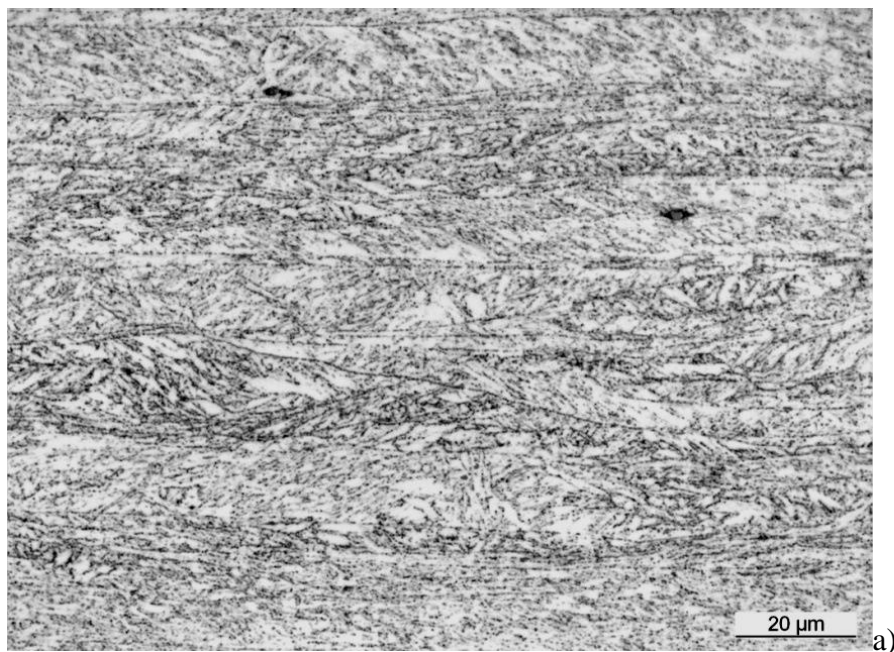




Figura 5. 20. *Micrografía del Asturfer[®] calidad 1 (AF1), a) en estado de revenido (750 °C/1h) y b) en estado de temple (980°C/30min) y revenido (750°C/1h). Muestras previas en estado bruto de laminación*



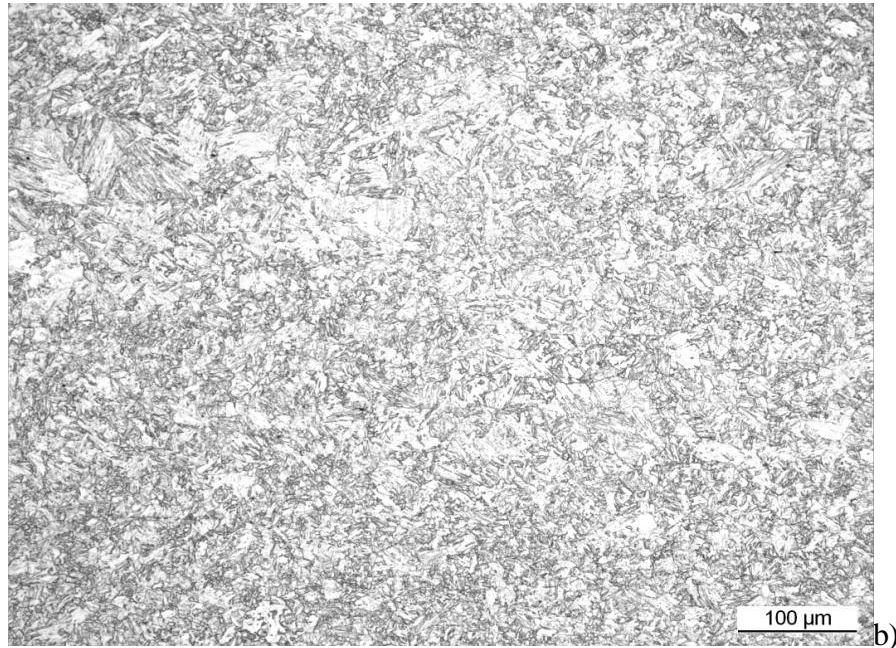


Figura 5. 21. Micrografía del Asturfer® calidad 2 (AF2), a) en estado de revenido (750 °C/1h) y b) en estado de temple (980°C/30min) y revenido (750°C/1h). Muestras previas en estado bruto de laminación

Sin embargo, tras el tratamiento de temple y revenido, Figuras 5.21 y 5.21 b), se ha eliminado completamente la orientación microestructural que existía tras el revenido directo.

Para una mejor observación del borde de grano y para la determinación de su tamaño, se realizó un ataque electrolítico con ácido oxálico. De esta forma se encontró que el tamaño de grano austenítico medido sobre el acero Asturfer® (AF1 y AF2) tras el tratamiento de temple y revenido realizado se encuentra comprendido en un rango de 11-11.5 ASTM (Figura 5. 22), según la norma ISO 643:2003 [3].

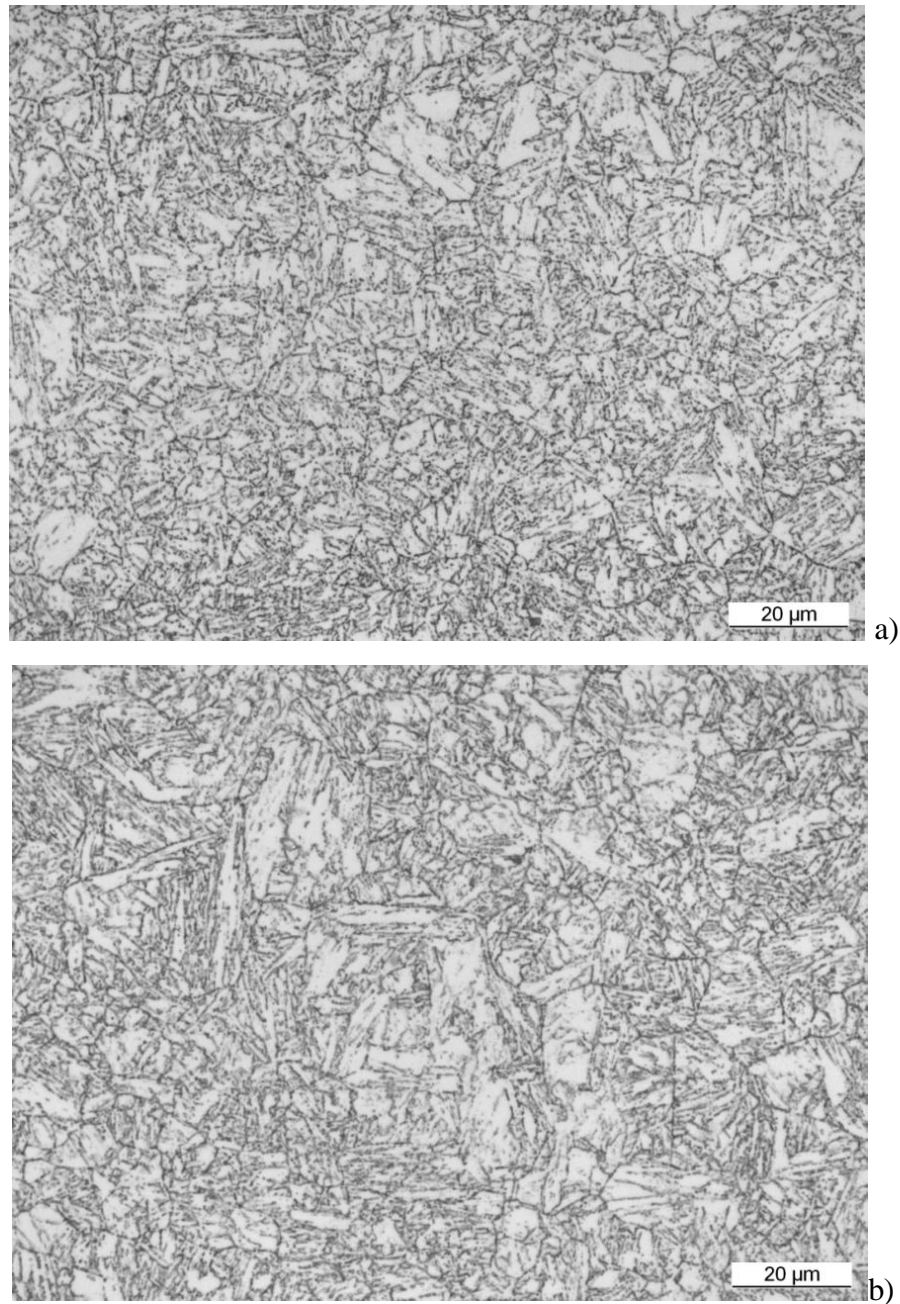


Figura 5. 22. *Calidades AF1 y AF2 tras un ataque con ácido oxálico para revelar el tamaño de grano austenítico.*

La calidad Asturfer[®] AF1 ha mostrado una dureza Vickers HV30 de 229 tras el temple y revenido realizado. Por otro lado, sobre la calidad AF2, sometida al mismo tratamiento de temple y revenido, se ha medido una dureza de 227 y de 233 para las dos temperaturas de fin de laminación empleadas, de 900 y 850 °C respectivamente. Estos valores son ligeramente superiores a las 217 unidades Vickers, que corresponden a la dureza del acero Eurofer 97-2.

En la Figura 5. 23 se puede observar la imagen SEM de la calidad 1 del acero Asturfer[®] tras el temple y revenido, tomada con un detector de electrones secundarios, en la que se aprecia la presencia de carburos precipitados mayoritariamente en los bordes de grano, aunque también aparecen alineados en las intercaras de las lamelas de martensita revenida. Bajo un mayor número de aumentos se aprecian las diferentes morfologías de estos precipitados.

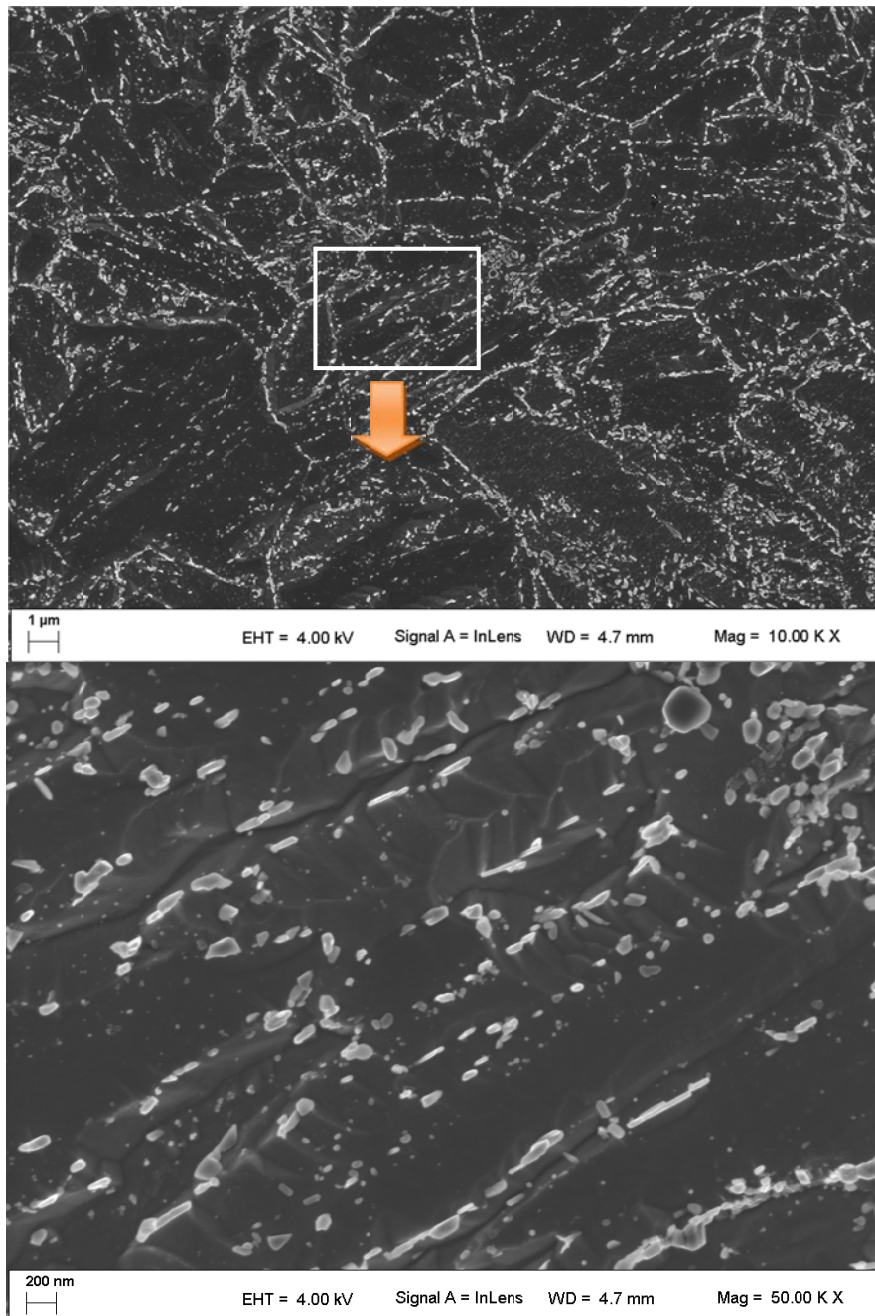


Figura 5. 23. Imagen SEM correspondiente al Asturfer[®] 1, templado y revenido.

En la Figura 5. 24 se muestra una imagen al SEM de la misma calidad AF1 tomada con el detector de electrones retrodispersados. En ella se pueden distinguir dos tipos de carburos, los de mayor tamaño que han precipitado en el curso del tratamiento de revenido del acero, y precipitados pequeños y de color más claro, que corresponderían a una cierta fracción de carburos, en su mayoría ricos en tántalo, que sin duda no han terminado de solubilizar durante la austenización previa al temple y son los que han mantenido el fino tamaño de grano final del acero.

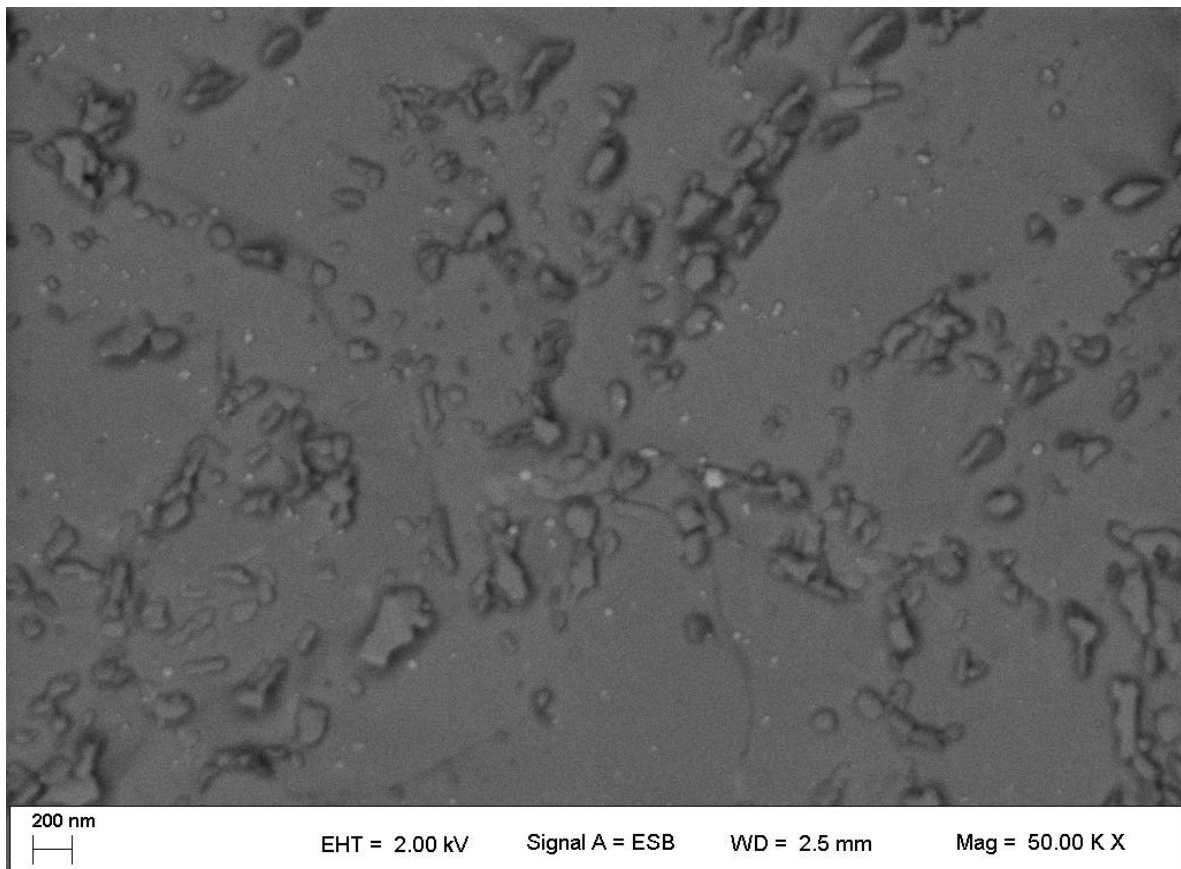


Figura 5. 24. Imagen SEM correspondiente al AF1, templado y revenido, en la que pueden distinguirse los distintos tipos de carburos precipitados.

También se llevaron a cabo ensayos de tracción, tanto sobre las probetas directamente revenidas como tras temple y revenido. Los resultados se muestran en la Tabla 5. 6. Estos resultados muestran con claridad que un tratamiento de revenido directo da lugar a un producto con un límite elástico y una resistencia mecánica muy superiores a las especificaciones del material, pero con un alargamiento apreciablemente menor al que se obtiene tras el tratamiento completo de temple y

revenido. Estos resultados se justifican en virtud de las diferentes microestructuras de estos productos, que ya se habían analizado.

Tabla 5. 6. Resultados de los ensayos de tracción de las calidades 1 y 2 de Asturfer® (AF1, AF2) en estado de revenido (R: 750°C-1h) y de temple y revenido (T+R: 980°C-30 min+750 °C-1h).

	Límite elástico (MPa)	Carga de Rotura (MPa)	Alargamiento a Rotura (%)
AF1 (R)	845	938	14
	849	937	14
AF1 (T+ R)	640	750	18
	656	763	17
AF2 (R)	822	915	15
	827	917	14
AF2 (T+R)	621	732	17
	618	732	19

Posteriormente se realizó un nuevo tratamiento térmico de temple y revenido. En este caso el temple se llevó a cabo a 960 °C, manteniendo el tiempo de 30 min y el posterior enfriamiento al aire. En el revenido se mantuvo la temperatura de 750 °C y se aumentó el tiempo a dos horas.

Como puede observarse en la Figura 5. 25, la microestructura es similar a la obtenida tras el tratamiento de temple y revenido anterior (temple a 980 °C).

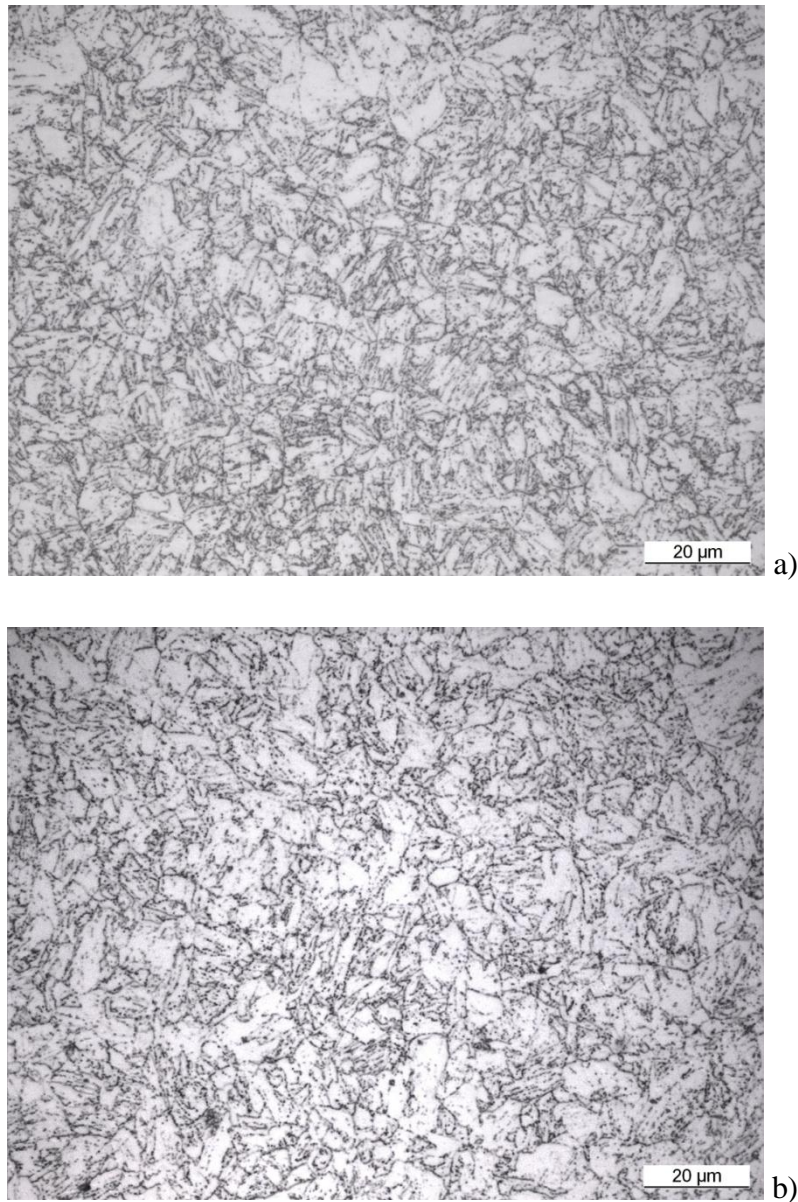


Figura 5. 25. *Micrografías del Asturfer[®] en estado de temple (960°C/30min) y revenido (750°C/2h), a) calidad 1 (AF1) y b) calidad 2 (AF2).*

Los resultados de los ensayos de tracción realizados (Tabla 5. 7) muestran unos valores de límite elástico, carga de rotura y de alargamiento que superan las especificaciones del material. Como se puede observar, la mayor diferencia entre ambas calidades de Asturfer[®] se encuentra en el mayor alargamiento del AF1 tras el tratamiento de temple y revenido. A título comparativo, también se ha expuesto el resultado de los ensayos de tracción llevados a cabo sobre probetas templadas, sin revenir.

Tabla 5. 7. Resultados de los ensayos de tracción de dos calidades de Asturfer® (AF1 y AF2) en estado de temple ($T: 960^{\circ}\text{C}-30 \text{ min}$) y temple y revenido ($T+R: 960^{\circ}\text{C}/30 \text{ min} + 750^{\circ}\text{C}/2 \text{ h}$).

	Límite elástico (MPa)	Carga de Rotura (MPa)	Alargamiento a Rotura (%)
Especificaciones del material	500 MPa	600 MPa	15
AF1 (T)	1061	1432	14
AF1 (T+ R)	557	718	21
	542	708	20
	547	703	21
AF2 (T)	1052	1391	10
AF2 (T+R)	565	713	17
	577	707	17
	571	697	17

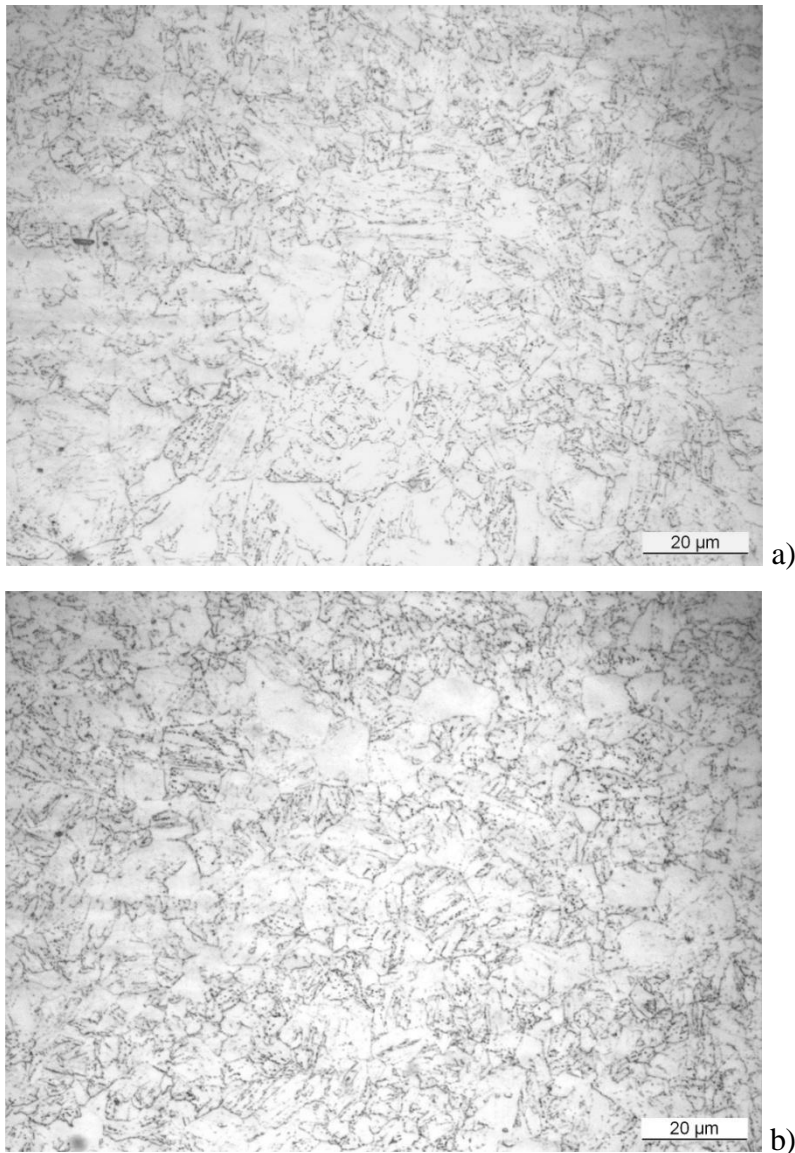
Comparando los resultados de ambas tablas (Tabla 5. 6 y Tabla 5. 7), se puede destacar el menor límite elástico y resistencia a tracción medidos en ambas calidades en el caso del segundo tratamiento térmico, temple a 960°C durante 30 min y revenido a 750°C durante 2 h, lo que se justifica en virtud del mayor tiempo de revenido utilizado en este tratamiento térmico.

5.3.2.3. DISEÑO DEL TRATAMIENTO TÉRMICO DE TEMPLE

Tras el estudio previo que se acaba de exponer, se llevó a cabo un estudio más completo de las diferentes fases del tratamiento de temple y revenido de los aceros Asturfer, utilizando para ello las muestras previamente laminadas en caliente. Con este objeto, ajustándonos a las especificaciones del material [1], se realizaron una serie de tratamientos térmicos en los que se estudió la influencia de la temperatura de temple y también la del medio de enfriamiento empleado en el mismo.

5.3.2.3.1. INFLUENCIA DE LA TEMPERATURA DE TEMPLE.

En este primer caso, partiendo de la calidad AF2 en estado de bruto de laminación, se mantuvieron fijos tanto el tiempo de austenización (90 minutos) como el medio de enfriamiento (aire) y se varió la temperatura del austenización y, tras el temple, se realizó un tratamiento térmico de revenido común a todas las probetas de 750 °C durante 4 h, con posterior enfriamiento al aire. Los resultados del estudio microestructural (Figura 5. 26) no han mostrado diferencias significativas.



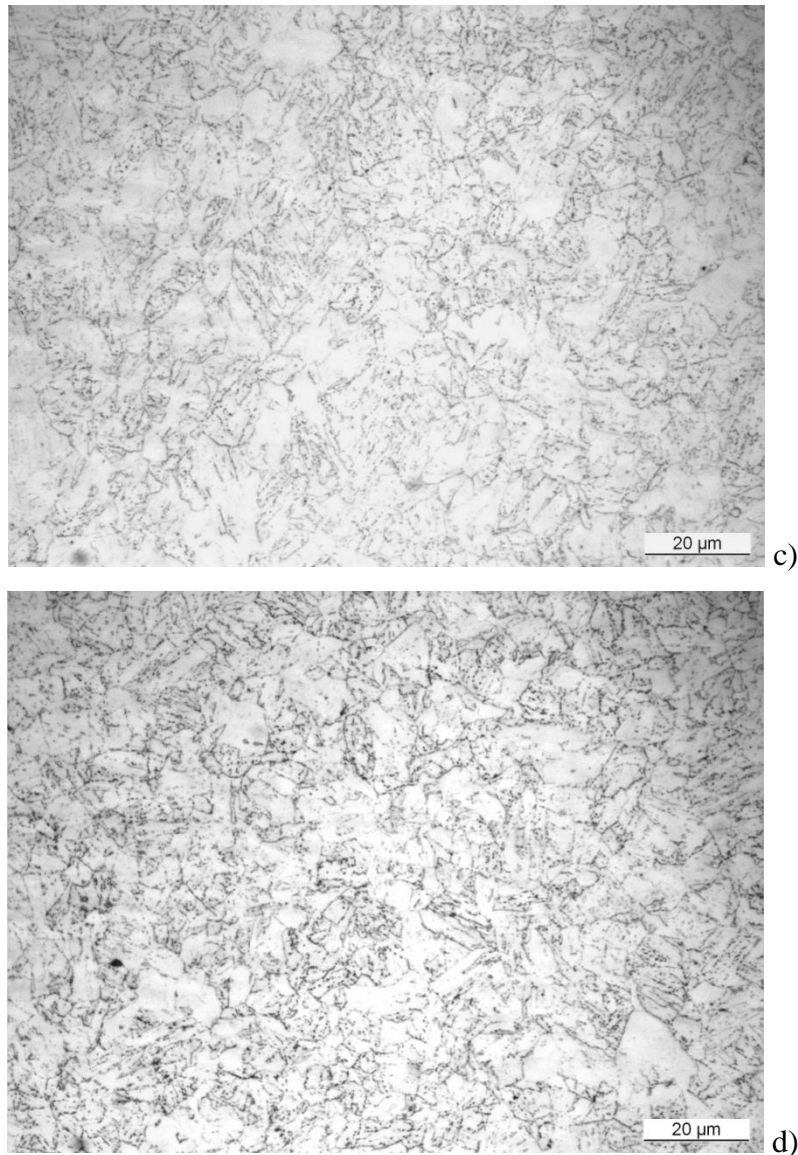


Figura 5. 26. Micrografías del Asturfer[®] 2 en estado de temple (T °C/90min/enfriamiento al aire) y revenido (750°C/4h/enfriamiento al aire), a) $T = 940$ °C, b) $T = 960$ °C, c) $T = 980$ °C y d) $T = 1000$ °C.

Aun cuando se esperaba un incremento del tamaño de grano austenítico con el aumento de la temperatura de austenización, el tamaño de grano finalmente medido en todos los casos fue de 11-11.5 ASTM (ver Tabla 5. 8) y como puede verse en la

Tabla 5. 9, en todos los casos se han obtenido valores del límite elástico y de la resistencia a la tracción respectivamente por encima de 500 MPa y de 600 MPa con valores del alargamiento muy superiores al 15%, que son los valores mínimos necesarios para cumplir con la especificación [1]. Las diferencias en las propiedades a tracción observadas entre estos tratamientos no han sido demasiado significativas, si

bien parece que al aumentar la temperatura de austenización, el límite elástico y la carga de rotura disminuyen levemente y el alargamiento aumenta ligeramente.

Tabla 5. 8. Dureza Vickers (HV30) y tamaño de grano de la calidad AF2 en estado de temple a distintas temperaturas (T °C/ 90min/ enfriamiento al aire) y revenido (750°C/4h/enfriamiento al aire).

T de Temple al aire	Dureza Vickers (HV30)	Tamaño de grano (ASTM)
940	198 (196-200-197)	11
960	200 (201-199-199)	11.5
980	197 (199-199-193)	11
1000	192 (191-193-193)	11.5

Tabla 5. 9. Propiedades mecánicas de la calidad AF2 en estado de temple a distintas temperaturas (T °C/ 90min/ enfriamiento al aire) y revenido (750°C/4h/enfriamiento al aire).

T de Temple al aire	Límite Elástico (MPa)	Carga de Rotura (MPa)	Alargamiento %	Charpy	
				0 °C	20 °C
940	536	675	20	203	206
960	534	672	20	210	207
980	517	659	22	214	211
1000	515	661	22	214	209

5.3.2.3.2. VARIACIÓN DEL MEDIO DE TEMPLE.

En este apartado se exponen los resultados obtenidos en el estudio de la influencia del medio de enfriamiento utilizado en el temple. Con este fin se llevó a cabo un tratamiento térmico análogo, de 90 minutos a 960 °C, y se modificó el medio de enfriamiento en el temple, utilizando aire o aceite (medio más severo), aplicando posteriormente una etapa común de revenido, que consistió en un mantenimiento de 4 h a 750 °C.

Este estudio se realizó sobre la calidad AF4 en estado bruto de laminación en caliente (la reducción de espesor durante laminación en caliente fue menor que en los casos anteriores mencionados, de 60 a 14 mm). Tal y como se puede observar en las figuras Figura 5. 27 y Figura 5. 28, las microestructuras obtenidas al modificar el medio de enfriamiento no muestran diferencias.

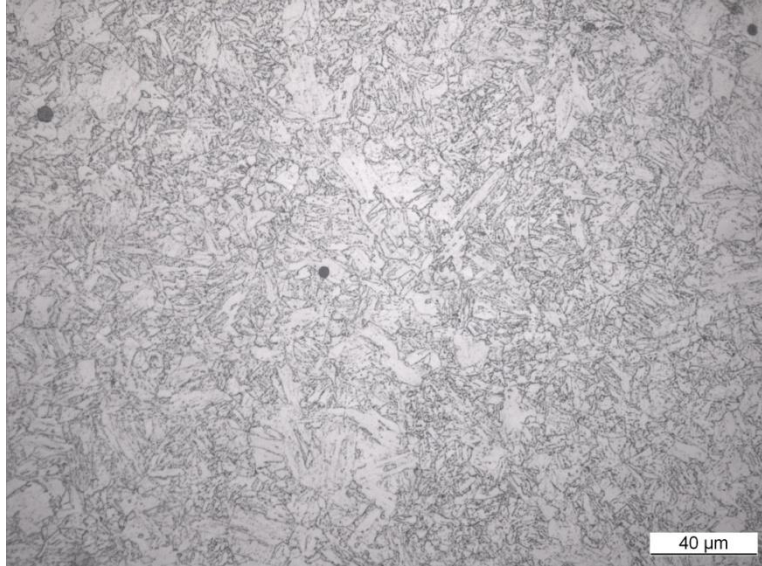


Figura 5. 27. Micrografías del Asturfer® 4 en estado de temple (T °C/90min/enfriamiento al aire) y revenido (750°C/4h/enfriamiento al aire).

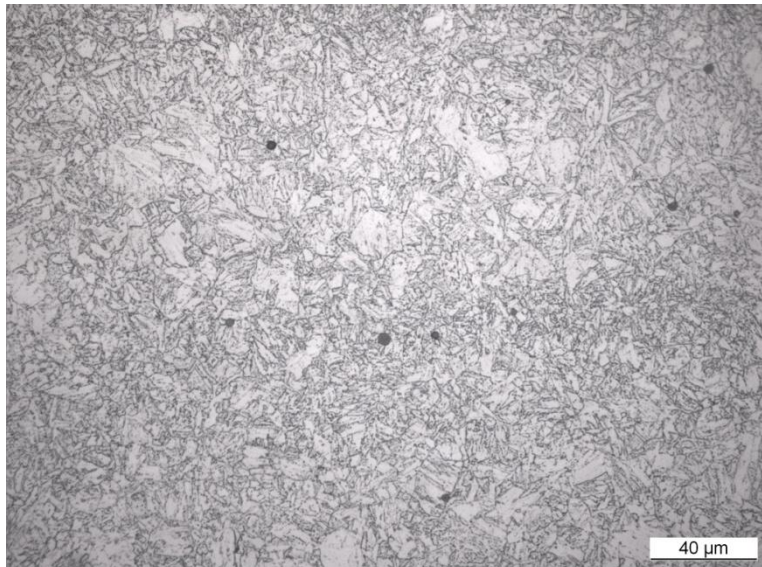


Figura 5. 28 Micrografías del Asturfer® 4 en estado de temple (T °C/90min/enfriamiento en aceite) y revenido (750°C/4h/enfriamiento al aire).

De igual forma, no se han encontrado diferencias evidentes en los resultados de los ensayos de tracción ni de impacto (ver Tabla 5. 10 y Tabla 5. 11), habiéndose medido durezas Vickers de 234 HV30 en el caso del AF4 templado al aire y 235 HV30 templado en aceite. En el caso de los ensayos de impacto se han obtenido valores que no cumplirían con la especificación del material a temperatura ambiente (200 J) aunque sí lo harían a 0 y -20 °C.

Tabla 5. 10. *Propiedades mecánicas de la calidad AF4 en estado de temple a 960 °C/ 90min, enfriamiento al aire y revenido a 750°C/4h.*

Límite Elástico (MPa)		Carga de Rotura (MPa)	Alargamiento (%)	Impacto Charpy (J)		
20°C	542	681	20	-20 °C	0 °C	20 °C
	530	671	20	165	169	170
550 °C	347	366	21	159	160	163
	355	373	22	137	145	166

Tabla 5. 11. *Propiedades mecánicas de la calidad AF4 en estado de temple a 960 °C/ 90min, enfriamiento en aceite y revenido a 750°C/4h.*

Límite Elástico (MPa)		Carga de Rotura (MPa)	Alargamiento (%)	Impacto Charpy (J)		
20°C	514	665	21	-20 °C	0 °C	20 °C
	517	668	22	168	167	174
550 °C	347	372	22	168	171	170
	368	396	21	166	172	161

La relativamente baja tenacidad al impacto medida a temperatura ambiente podría deberse a que si bien el tántalo tiene un papel estabilizador del grano austenítico cuando forma carburos de un tamaño en torno a los 100 nm, también es un elemento muy

susceptible de formar inclusiones de óxidos de mayor tamaño (μm), que podrían deteriorar la tenacidad del acero. Este comportamiento perjudicial del tántalo ocurre en presencia de contenidos excesivos de oxígeno en el caldo, que a su vez depende de una escasa presencia de aluminio, elemento utilizado para fijar el oxígeno. En su tesis, Pablo Federico Mueller [4] cita este mismo problema al comparar el acero F82H y el Eurofer 97. En el primero encontró de forma mayoritaria óxidos de tántalo, mientras que en el Eurofer 97 solo aparecían carburos. La relación entre aluminio/oxígeno (en % en peso) apoyaba esta hipótesis, puesto que dicha relación era en el caso del F82H de 0.135 (menor que la relación Al/O necesaria para formar el óxido de aluminio, que es de 1.125), mientras que era muy superior en el caso del Eurofer 97 (11.43). Esto implicaría que en el caso del acero F82H el aluminio no sería capaz de fijar todo el oxígeno, provocando la aparición de óxidos de tántalo, lo que apenas ocurriría en el Eurofer 97.

5.4. MATERIAL EN ESTADO FINAL DE TRATAMIENTO TÉRMICO

De acuerdo con las expectativas de operación de estos componentes, se han establecido las especificaciones mecánicas [1] de tracción a temperatura ambiente en la dirección transversal del material, a las que se ha hecho referencia anteriormente, que se citan a continuación:

- Límite elástico mínimo de 500 MPa
- Carga de Rotura mínima de 600 MPa
- Alargamiento mínimo del 15%.

Para la elección del tratamiento térmico óptimo de este material, se compararon y evaluaron los resultados de los diversos tratamientos térmicos expuestos ya en los epígrafes anteriores, y se compararon, a su vez, en todos los casos, tanto con la especificación del material, como con los valores obtenidos con el Eurofer 97-2 (no993391) en estado de recepción (austenización a 960 °C durante 1.5 h, enfriamiento en aceite, seguido de revenido a 750 °C durante 4 h, con un enfriamiento final al aire) [5].

Teniendo en cuenta estos resultados, el tratamiento óptimo seleccionado para los aceros Asturfer[®] ha consistido en una austenización a 960 °C durante 90 min, con

posterior enfriamiento al aire, y un revenido a 750 °C durante 4 h y enfriamiento final también al aire. Las propiedades que se han obtenido después de la ejecución de este tratamiento se habían mostrado en la Tabla 5.10.

5.4.1. CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL Y DUREZAS

La microestructura del material en el estado final de temple y revenido es 100% martensita revenida. La Figura 5. 29 muestra la citada microestructura, en la que se aprecia la presencia de carburos distribuidos principalmente a lo largo de los bordes de grano, aunque también aparecen dispersos en el interior de la fase matriz.



Figura 5. 29. *Microestructura de la calidad AF2 en estado final de temple+revenido.*

Se obtuvo la composición química semi-cuantitativa de los carburos mediante un analizador de energía dispersiva de rayos X acoplado al microscopio electrónico de barrido (SEM-EDS). Al igual que se había observado en otros tratamientos descritos con anterioridad, los carburos presentes son principalmente del tipo $M_{23}C_6$, donde M es mayoritariamente cromo (aunque también se ha encontrado hierro y wolframio como

podemos ver en la Figura 5. 30) y también se ha puesto de manifiesto la presencia de lo que parecen ser otros carburos de menor tamaño, ricos en tántalo, que no han llegado a ponerse en solución durante la austenización previa al temple.

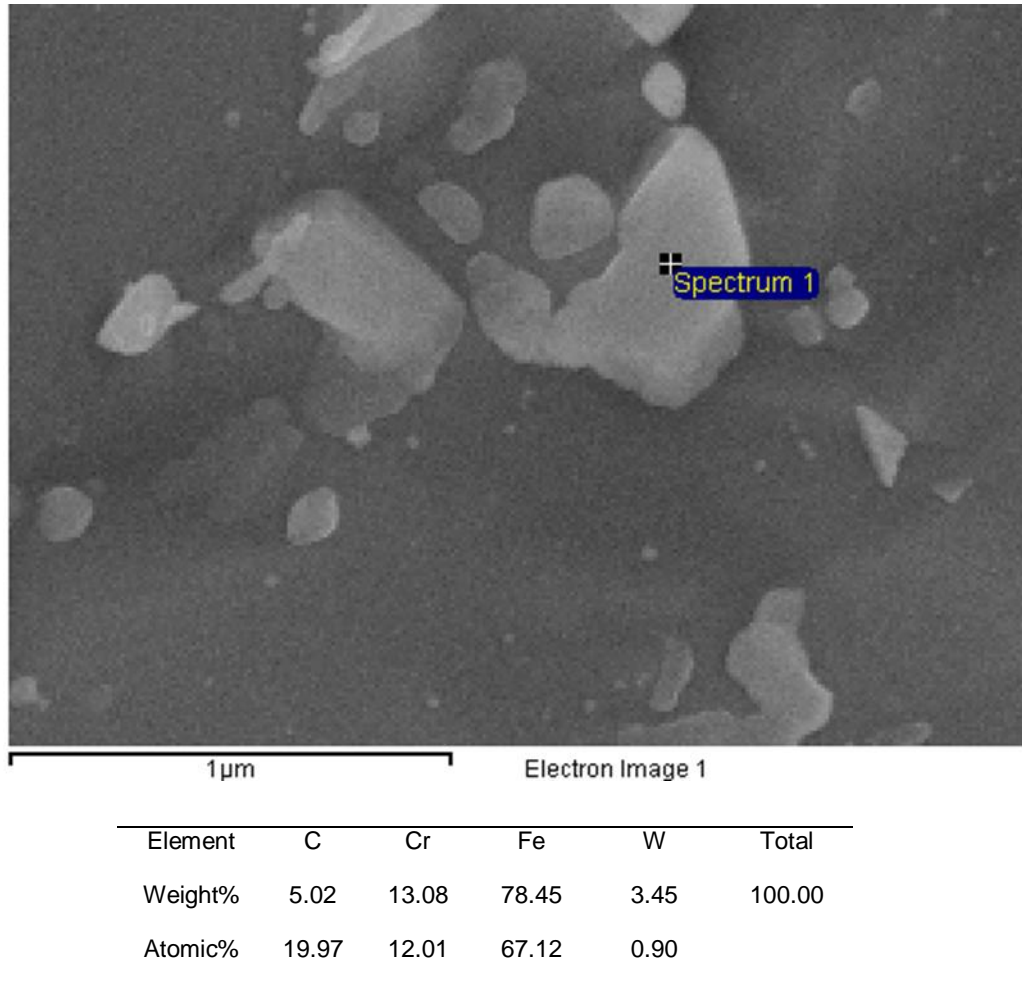
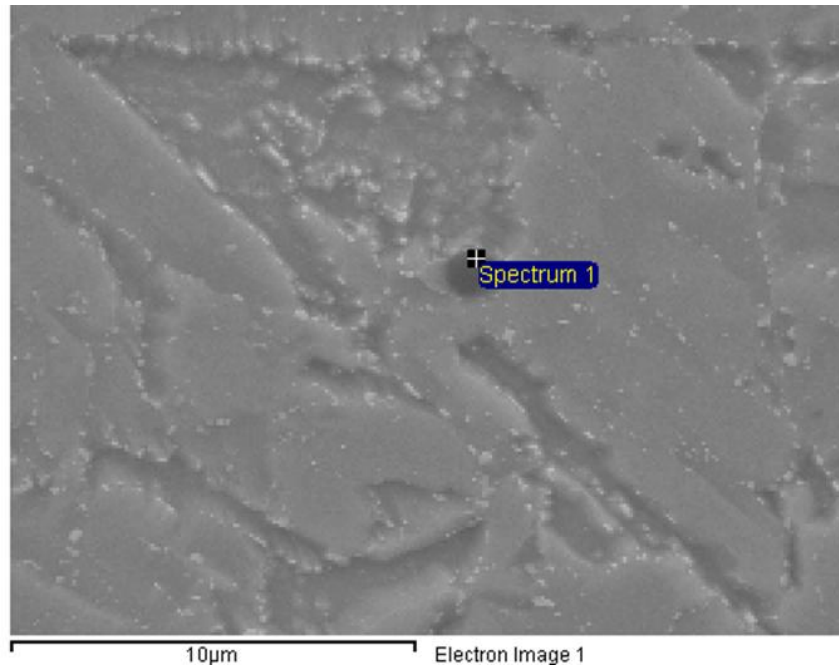
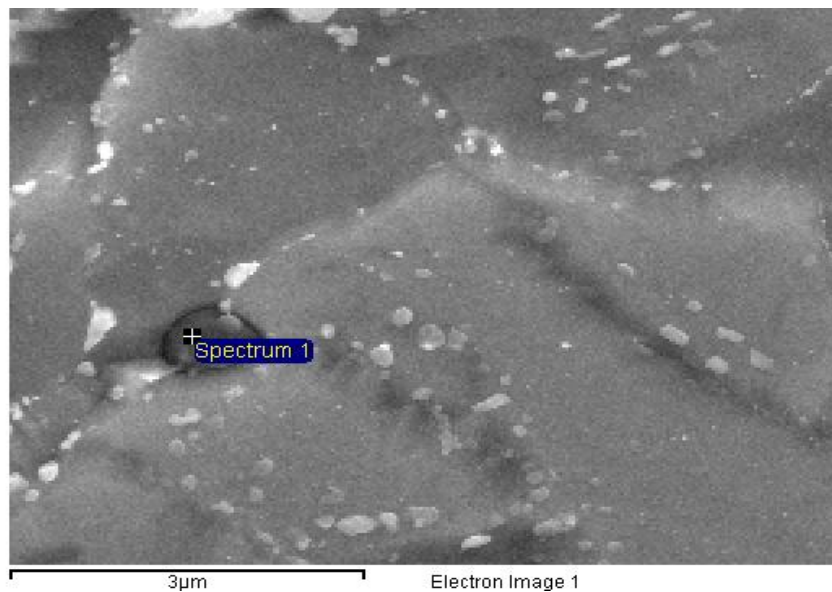


Figura 5. 30. Imagen SEM de los carburos distribuidos a lo largo del borde de grano de la calidad AF2 en estado de tratamiento térmico final y composición química semi-cuantitativa obtenida por EDS de dichos carburos.

También encontramos, pero de forma puntual, aleatoriamente distribuida, algunas inclusiones, que parecen ser óxidos de aluminio y sulfuros de manganeso (ver figura 5.31)



Element	C	O	Al	Cr	Fe	Total
Weight%	5.09	26.62	25.19	4.85	38.25	100.00
Atomic%	11.14	43.80	24.57	2.46	18.03	



Element	C	S	Cr	Mn	Fe	Total
Weight%	8.38	11.01	7.69	17.51	55.41	100.00
Atomic%	27.92	13.73	5.91	12.75	39.68	

Figura 5. 31. . Imagen SEM de inclusiones que aparecen ocasionalmente en la calidad AF2 en estado de tratamiento térmico final y composición química semi-cuantitativa obtenida por EDS de dichas inclusiones (óxidos de aluminio y sulfuros de manganeso).

La aparición de una mucho menor cantidad de óxidos y que fuesen mayoritariamente de Al en lugar de óxidos de Tántalo, podría suponer, como se explicaba en el apartado 5.3.2.3.2. (Variación del medio de temple), la diferencia de resistencia al impacto que se da entre ambas calidades

La dureza del acero Asturfer[®], en estado de tratamiento térmico final se encuentra en un rango comprendido entre 200 y 240 HV30 y el tamaño de grano permanece estable en torno a 11-11.5 ASTM.

5.4.2. ENSAYOS DE TRACCIÓN

Los resultados de los ensayos de tracción realizados sobre las muestras de acero Asturfer[®] tras el tratamiento térmico de temple y revenido final se presentan en la Tabla 5.13 y muestran la misma tendencia que se venía observando con el resto de tratamientos térmicos expuestos con anterioridad. Como cabía esperar, debido a la prolongación del tratamiento de revenido durante cuatro horas, se ha mejorado el alargamiento, sin que el descenso, tanto del límite elástico, como de la carga de rotura, haya impedido cumplir con las especificaciones exigidas.

Tabla 5. 12. Resultados de los ensayos de tracción de la calidad AF2 y AF4 en estado de temple (960 °C/ 90min/ enfriamiento al aire) y revenido (750°C/4h/enfriamiento al aire).

Calidad	Límite Elástico (MPa)	Carga de Rotura (MPa)	Alargamiento (%)
AF2	534	672	20
AF4	536	676	20

Este acero cumple holgadamente las exigencias mínimas impuestas que se recuerda eran 500 MPa para el límite elástico, 600 MPa para la carga de rotura y 15% en el alargamiento. También cabe destacar que los ensayos de tracción realizados a 550 °C [5] (temperatura máxima en servicio) han proporcionado valores superiores a los 300

MPa requeridos en la especificación impuesta por EFDA, tal y como se puede contrastar en la Tabla 5.10 [1].

5.4.3. ENSAYOS DE RESISTENCIA AL IMPACTO

Los valores requeridos para este tipo de aceros en los ensayos de impacto Charpy [1] son de 150 J cuando dichos ensayos se realizan a 0 °C y de 200 J cuando son realizados a 20° C. También se aconseja realizar en algún caso ensayos a menores temperaturas (-20 °C), aunque en estos casos no se indica un valor mínimo requerido, y se trataría únicamente de aportar una mayor información en la caracterización del material.

Con todo ello, analizando los resultados que se muestran en la Tabla 5. 13, se ve claramente que la calidad AF2 cumple la especificación, sin embargo, tal y como se adelantaba en el apartado 5.3.2.3.2, la calidad experimental AF4, aunque cumple el valor de impacto requerido a baja temperatura, no llegaría a los 200 J que se exigen a temperatura ambiente.

Tabla 5. 13. Resultados de los ensayos de impacto Charpy de las calidades AF2 y AF4 en estado de temple (960 °C/ 90min/ enfriamiento al aire) y revenido (750°C/4h/enfriamiento al aire).

Calidad	Resiliencia (J)		
	0 °C	20 °C	-20 °C
AF2	210	207	-
AF4	158	166	154

Como ya se apuntaba en un apartado anterior, estos valores por debajo de lo esperado en los ensayos realizados a 20 °C, podrían explicarse acudiendo a la justificación de Mueller [4], que indicaba que el tántalo se combinaría con el oxígeno que el aluminio no ha sido capaz de fijar. La relación Al/O (% en peso) existente en la composición química de estos aceros corrobora esta teoría. En el caso del acero AF2 el coeficiente Al/O es igual a 3.33, superior por tanto a la relación estequiométrica necesaria para formar el óxido de aluminio (Al₂O₃), que es de 1.125, pero sin embargo

en el caso del acero AF4 esta relación Al/O es muy baja (0.27) y no alcanza el valor de 1.125 requerido, por lo que cabría esperar que el tántalo formase mayoritariamente óxidos, en vez de carburos, y sería la presencia de estos óxidos duros y frágiles y con un tamaño considerable, como se pondrá de manifiesto enseguida, la causa principal de la relativamente baja tenacidad al impacto medida en este acero.

Con objeto de contrastar esta hipótesis se llevó a cabo un análisis metalográfico con el fin de identificar dichas inclusiones. La Figura 5. 32 muestra una de ellas y se hace notar su forma esférica y su tamaño considerable (en torno a 6 μm de diámetro). La naturaleza de las citadas inclusiones se obtuvo de modo semi-cuantitativo mediante un analizador de energía dispersiva de rayos X acoplado al microscopio electrónico de barrido (SEM-EDS). Como se puede observar en la Figura 5. 33 se trata de óxidos ricos en tántalo.

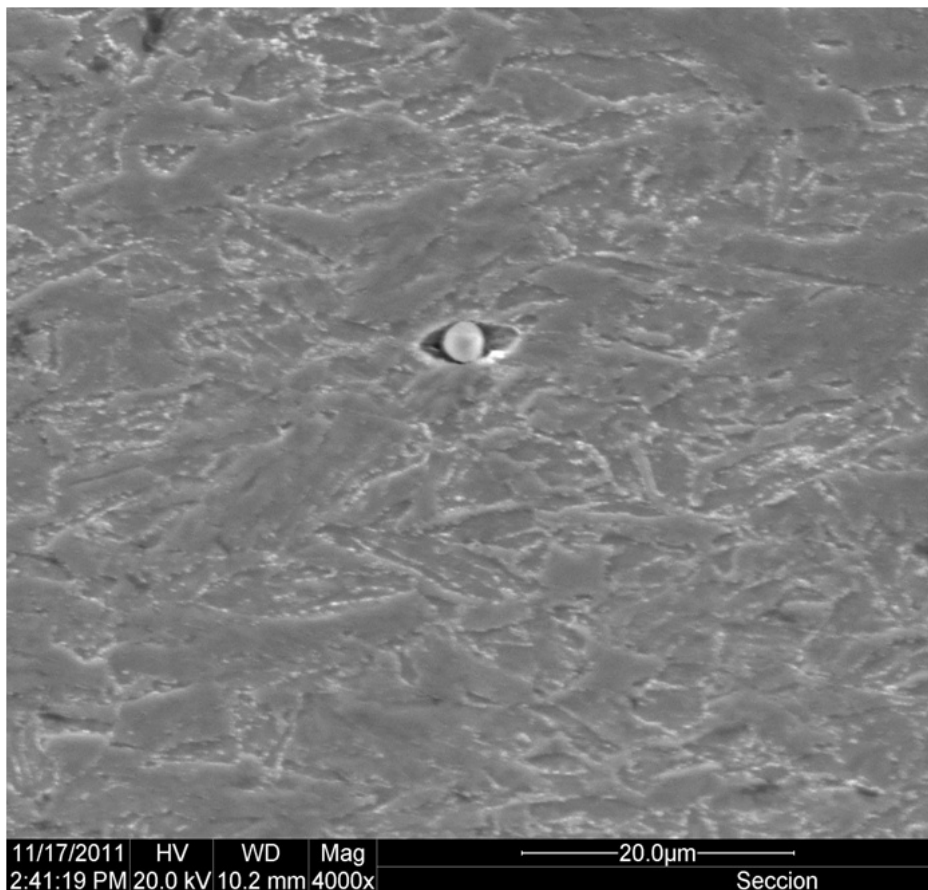
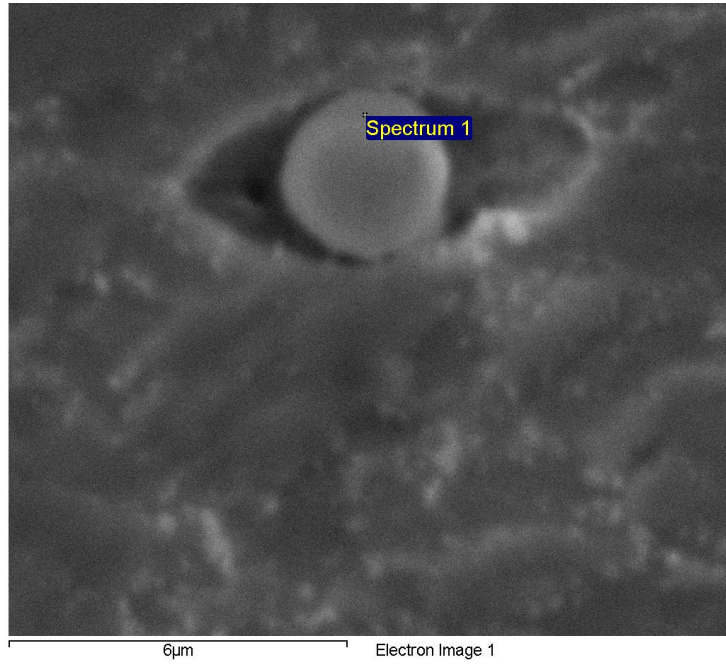


Figura 5. 32. Imagen SEM correspondiente a la calidad AF4 donde puede apreciarse una inclusión esférica con un diámetro de alrededor de 6 μm .



Spectrum	In stats.	O	Al	S	Cr	Mn	Fe	Ta	W	Total
Spectrum 1	Yes	9.69	0.52	2.19	5.11	6.84	41.64	30.63	3.38	100.00

All results in weight%

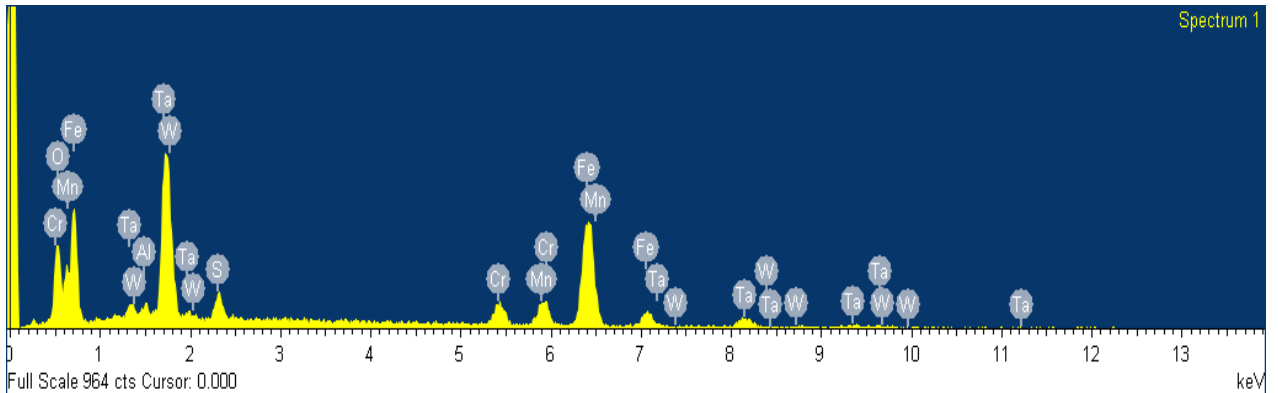


Figura 5. 33. Imagen y composición química semi-cuantitativa obtenida por EDS en el SEM de una inclusión en la calidad AF4 tras el tratamiento térmico final.

También se llevó a cabo el análisis de la superficie de fractura de las calidades AF2 y AF4 con el fin de detectar si existían diferencias claras morfológicas que nos pudieran servir para explicar la diferencia que se había observado en los resultados de los ensayos de impacto. De esta forma se obtuvieron las imágenes de en el SEM que se presentan en la Figura 5.34, en las que se muestra la superficie de fractura tras los

ensayos de impacto de los aceros AF4 y AF2 en estado de tratamiento térmico de temple y revenido final y se comparan a su vez con las del acero AF9, aun sin haberse realizado su laminación en caliente, sino tras tratamiento de homogeneización realizado a 1200 °C durante dos horas, y un posterior tratamiento térmico de temple y revenido análogo al del resto de los otros dos aceros (960 °C/ 90 min/ aire y 750 °C/ 4h/ aire).

La evaluación, tanto visual, como con el SEM no muestran diferencias significativas entre la calidad AF2 y la calidad AF4. Siendo de un 47% de porcentaje de cizallamiento para ambas calidades. Las imágenes de la superficie de fractura del acero AF9 muestran una morfología más grosera, que sin duda se explica por tratarse de una muestra que no ha sido laminada en caliente previamente, y su porcentaje de zona de cizallamiento es algo menor (30%), lo que implicaría una menor resistencia.

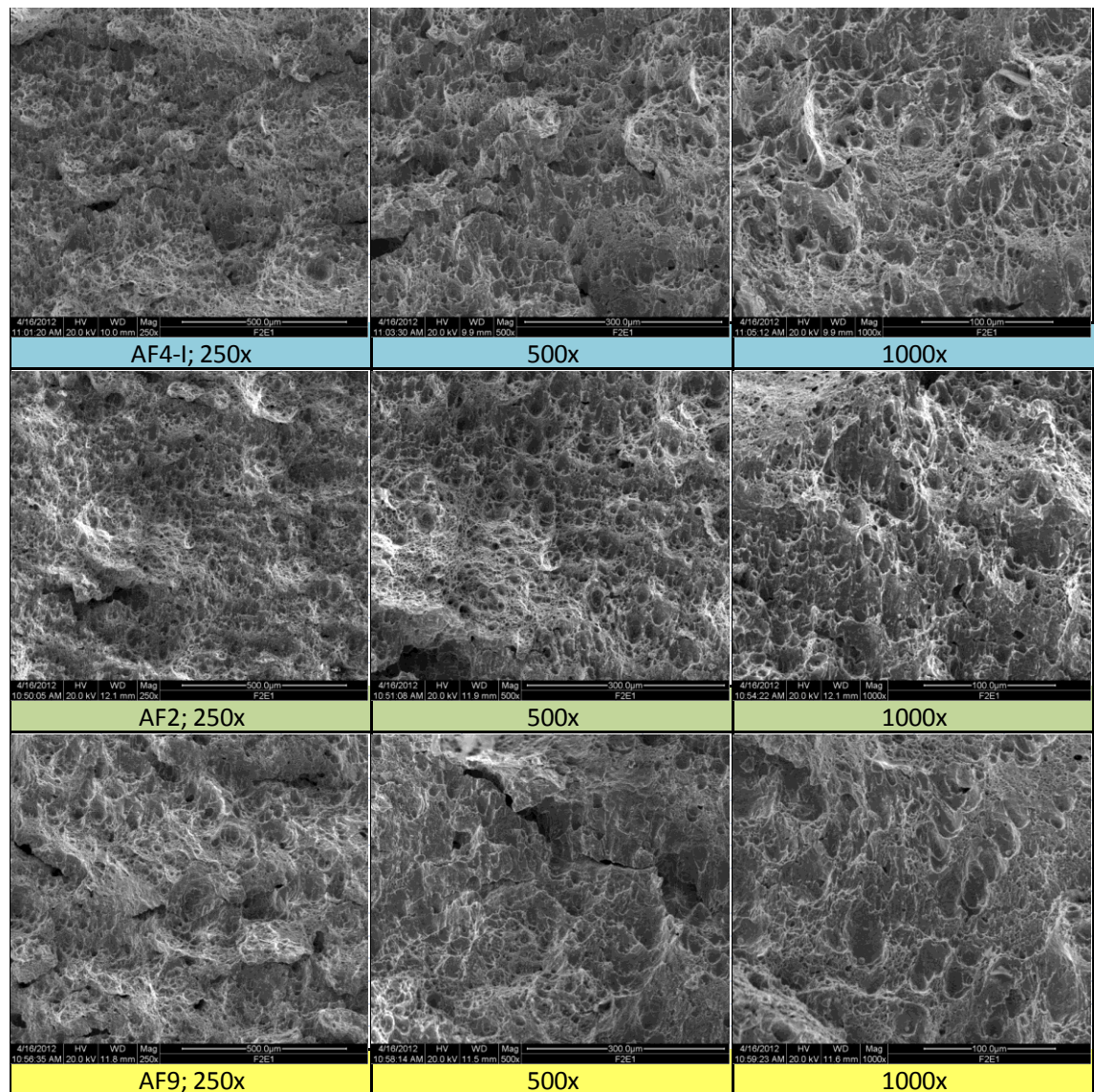


Figura 5. 34. Imagen SEM donde se muestra la superficie de fractura de las probetas de impacto de la calidad AF4 tras laminación en caliente y tratamiento térmico final; la calidad AF2 tras laminación en caliente y tratamiento térmico final y la calidad AF9 tras el tratamiento de homogenización y tratamiento térmico final.

También se han obtenido las curvas de transición dúctil-frágil de las calidades AF1 y AF2 (ver figura 5.35) [5]. Ambas coladas de Asturfer[®] presentan valores de la temperatura de transición dúctil-frágil inferiores al valor de $-41.8\text{ }^{\circ}\text{C}$ del Eurofer 97-2, habiéndose encontrado una temperatura de transición dúctil-frágil de $-49.6\text{ }^{\circ}\text{C}$ en el caso del acero AF1 y, aun menor, de $-67.4\text{ }^{\circ}\text{C}$ para el AF2. El hecho de que el acero Asturfer[®] tenga una temperatura de transición dúctil-frágil inferior a la del acero Eurofer le otorga una ventaja importante frente a la irradiación, ya que el efecto

principal de esta acción a lo largo del tiempo es el aumento de la temperatura de transición.

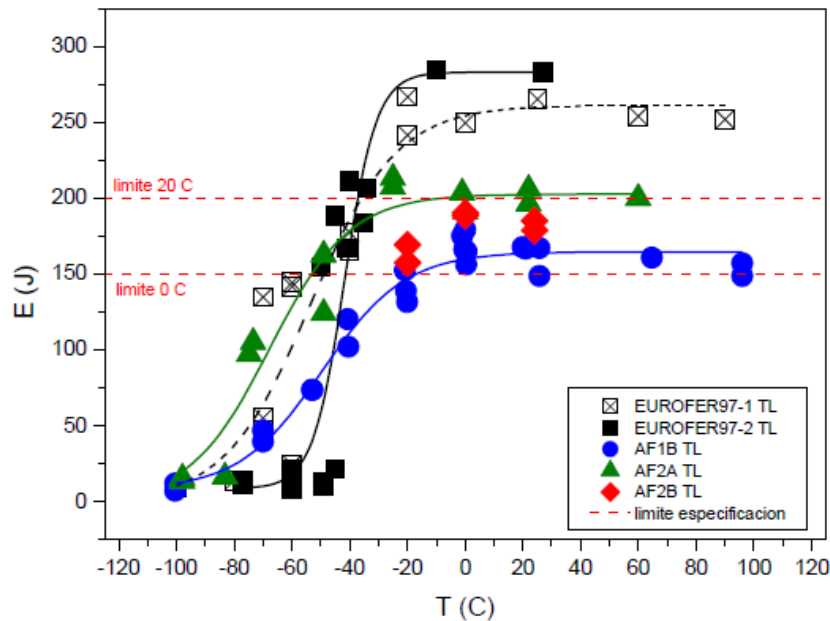


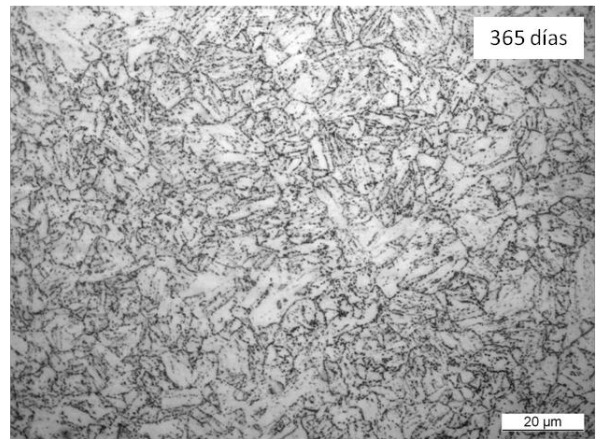
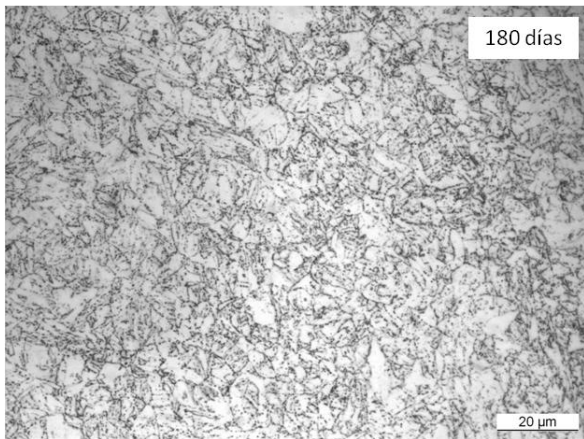
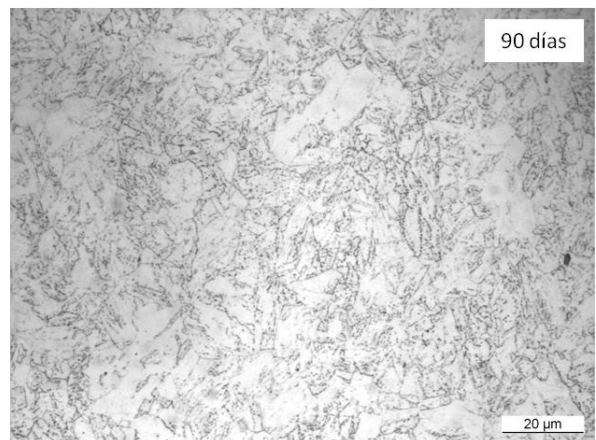
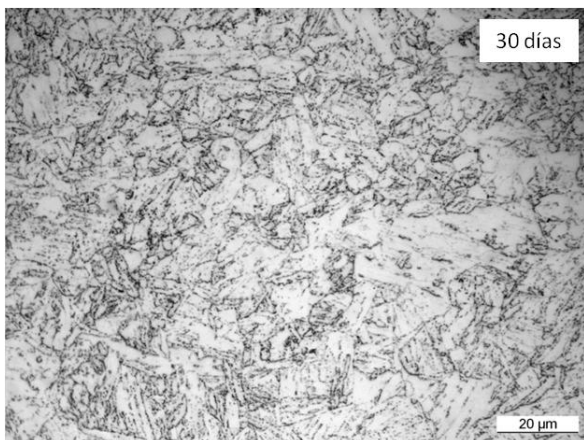
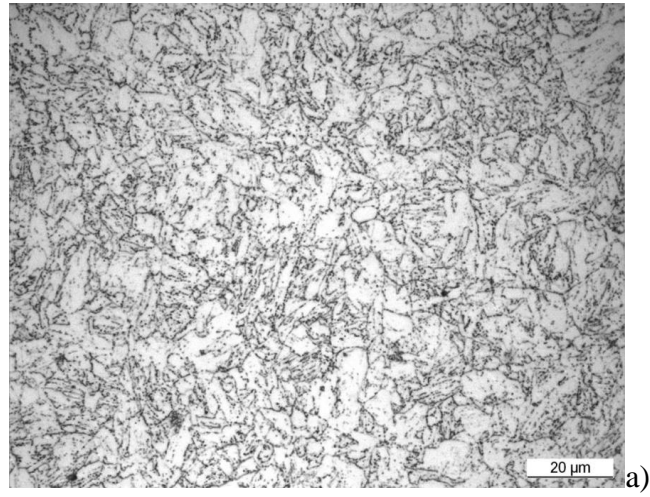
Figura 5.35. Comparación de las curvas de transición dúctil-frágil del Eurofer 97-2, del AF1 y del AF2 con los límites establecidos por la especificación para un acero RAFM.

5.5. MATERIAL ENVEJECIDO

5.5.1. CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL Y DUREZAS

La temperatura de trabajo del acero de activación reducida se sitúa dentro del rango de 300 a 550 °C, por ello, se han llevado a cabo envejecimientos térmicos a temperaturas cercanas a las máximas de operación, 500 y 550 °C.

Estos envejecimientos se realizaron partiendo de la calidad AF2 en estado de tratamiento térmico final (tras laminación en caliente, temple y revenido) y se prolongaron durante 30, 90, 180 y 365 días. Tras los mantenimientos citados, como se puede observar en la Figura 5. 35, no se han apreciado cambios significativos en la microestructura.



b)

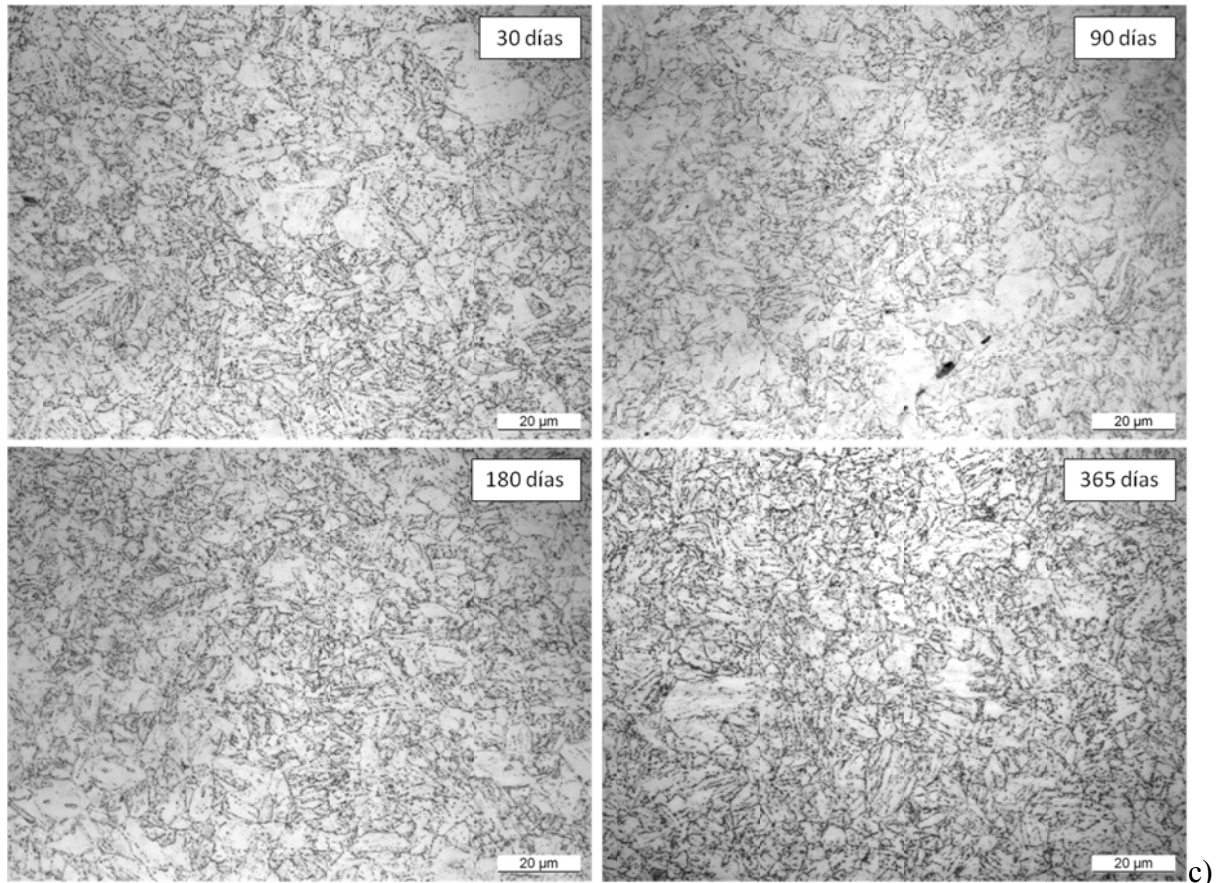


Figura 5. 35. *Microestructura de la calidad AF2 a) en estado de tratamiento térmico final, b) envejecida térmicamente a 500 °C y c) envejecida térmicamente a 550 °C.*

Tampoco se ha observado ninguna variación con respecto al tamaño de grano, que ha continuado en el intervalo 11-11.5 ASTM tras los envejecimientos llevados a cabo, ni tampoco en los valores de la dureza, como se constata en la Tabla 5. 14, que permanecen siempre dentro del rango establecido en las especificaciones, entre 200 y 240 HV.

Tabla 5. 14. *Durezas de la calidad experimental AF2 antes y tras los tratamientos de envejecimiento.*

AF2	Estado TT final	30 días		90 días		180 días		365 días	
		500 °C	550 °C	500 °C	550 °C	500 °C	550 °C	500 °C	550 °C
Dureza HV30	200	217	212	235	230	235	232	212	213

5.5.2. PROPIEDADES MECÁNICAS

5.5.2.1. ESTADO DE BRUTO DE COLADA.

Para establecer una tendencia en el comportamiento del material, se realizaron también tratamientos de envejecimiento térmico previos a la laminación en caliente. En estado de bruto de colada, se realizó un estudio del envejecimiento a 550°C a distintos tiempos (100 h, 500 h y 1000 h) de las probetas previamente templadas a 980°C/30 min y revenidas a 750°C/1 h, obteniéndose los resultados de tracción que se muestran en la siguiente tabla:

Tabla 5. 15. *Calidad 1. Resultados de los ensayos de tracción de probetas en estado de normalizado y revenido, envejecidas a 550°C durante 100, 500 y 1000h.*

AF1	Límite elástico	Carga de Rotura	Alargamiento a rotura
	(MPa)	(MPa)	(%)
1h	427	580	19
100h	474	625	21
500h	439	603	22
1000h	467	619	21
	437	598	22

5.5.3. ESTADO FINAL DE TRATAMIENTO TÉRMICO

Tras los tratamientos de envejecimiento térmico a 500 y a 550 °C realizados durante periodos de 30, 90, 180 y 365 días para simular las condiciones de operación del reactor a alta temperatura, se hicieron también ensayos de tracción y de impacto a temperatura ambiente.

Tabla 5. 16. Resultados de los ensayos de tracción y resistencia al impacto realizados sobre la calidad AF2 en estado de tratamiento térmico final tras envejecimiento térmico a 500 y 550 °C durante 30, 90, 180 y 365 días.

AF2	Tª	Límite Elástico (MPa)	Carga de Rotura (MPa)	A%	Resiliencia (J)
Estado TT final		534	672	20	209
30 días	500 °C	562	692	15	184
	550 °C	555	681	14	193
90 días	500 °C	548	679	14	192
	550 °C	553	686	15	193
180 días	500 °C	576	703	16	192
	550 °C	559	693	18	191
365 días	500 °C	536	676	20	184
	550 °C	549	684	18	181

Los resultados obtenidos reflejan una escasa variación de las propiedades tanto a tracción como de resistencia al impacto del material, como consecuencia de los envejecimientos térmicos practicados. Si se comparan las propiedades iniciales con las propiedades medidas tras un año de mantenimiento tanto a 500 como a 550°C, apenas existe diferencia alguna. Solo cabe constatar un leve disminución de la tenacidad.

Se ha comprobado de este modo que el mantenimiento térmico prolongado de este acero a las temperaturas máximas de servicio (500-550°C) no parece alterar ni su

microestructura ni sus propiedades. Es preciso a este respecto recordar que el tratamiento de revenido se ha realizado a 750°C, de tal manera que la temperatura máxima de operación se sitúa muy por debajo de aquella, por lo que la microestructura del acero se mantiene estable.

5.6. REFERENCIAS

- [1]. W. Dietz, A.A., R. Lindau, *PROCUREMENT SPECIFICATION REDUCED ACTIVATION FERRITIC MARTENSITIC STEEL TYPE 9 CrWtV* 1997.
- [2]. Aldrich, S. http://www.sigmaaldrich.com/catalog/Lookup.do?N5=All&N3=mode+matchpartialmax&N4=356832&D7=0&D10=356832&N1=S_ID&ST=RS&N25=0&F=PR.
- [3]. (CEN), C.E.d.N., *Acero. Determinación micrográfica del tamaño de grano aparente (ISO 643:2003)*. Norma Española UNE-EN ISO 643, 2004.
- [4]. MUELLER, P.F., *Finite Element Modeling and Experimental Study of Brittle Fracture in Tempered Martensitic Steels for Thermonuclear Fusion Applications*, in *ÉCOLE POLYTECHNIQUE FÉDÉRALE DE LAUSANNE* 2009, ÉCOLE POLYTECHNIQUE FÉDÉRALE DE LAUSANNE.
- [5]. D. Rodríguez, M.S., “*Caracterización del EUROFER97-2: Ensayos de Tracción y Charpy*”, in *DT/ME-02/II-102010*.

6. ESTUDIOS PRELIMINARES DE CARA A LA FABRICACIÓN DE COMPONENTES

Como se había comentado en la introducción, el acero Eurofer es el principal candidato como material estructural en los TBM. La fabricación de estos componentes varía dependiendo de los distintos conceptos diseñados, pero suele consistir en una caja construida con chapas de Eurofer en la que se introducen una serie de placas con canales internos de refrigeración, llamadas cooling plates.

Para la fabricación de estos componentes se necesita utilizar chapas de distintos espesores, que han de ser en muchos casos dobladas o unidas entre sí (figuras 6.1 y 6.2.)

Aunque se han realizado muchos avances en la adaptación y cualificación de las tecnologías necesarias para llevar a cabo los procesos de soldeo de estos aceros de baja activación o de activación reducida, se trata de un tema aún en estudio. Las diversas opciones de soldeo (haz de electrones, láser, híbridas MIG/láser, TIG, etc.) están siendo investigadas dentro del programa EFDA por diferentes laboratorios europeos. A través de las convocatorias de F4E (Fusion for Energy) se están desarrollando en la actualidad procedimientos de soldeo con vistas a su cualificación a nivel industrial.

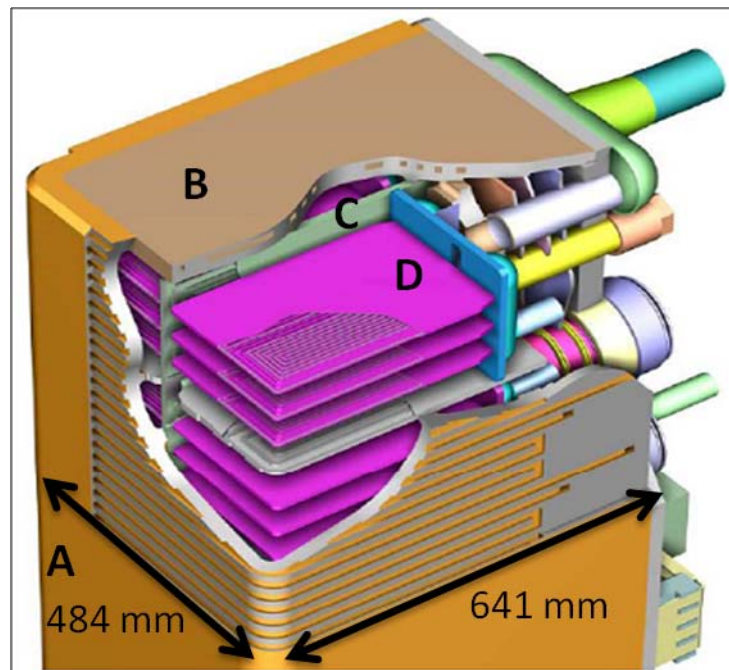


Figura 6.1. Estructura de la caja de acero EUROFER del HCLL TBM, mostrando la primera pared (A), las cubiertas (B), las placas separadoras (C) y las placas refrigerantes (D) [1].

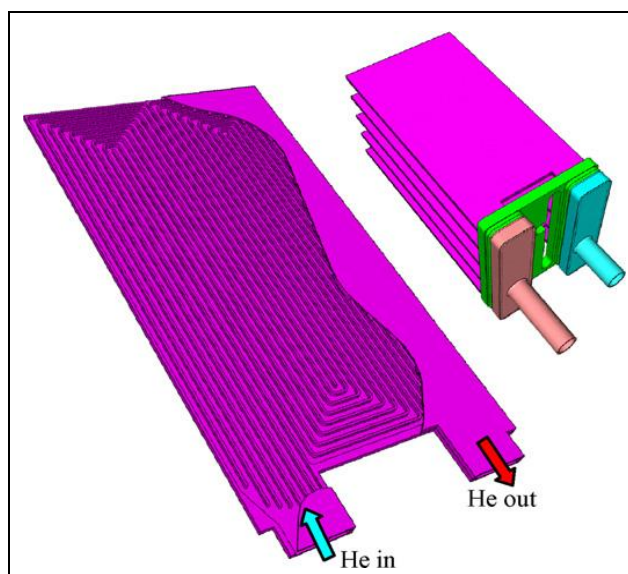


Figura 6. 2. Vista de las placas de refrigeración del TBM HCLL (izquierda) y a la derecha una unidad regeneradora formada con 5 placas [2].

La propuesta defendida por la Unión Europea consiste en ensayar en un único puerto ecuatorial de ITER, los dos conceptos desarrollados, HCPB (Helium-Cooled Pebble Bed) y HCLL (Helium-Cooled Lithium Lead) TBM. Estos dos conceptos se han estandarizados con unas dimensiones externas de la caja o cubiertas de aproximadamente 500 x 65 x 1600 mm (ver Figura 6.1).

Los subcomponentes de Eurofer que forman la estructura de los TBMs se fabrican, como ya se ha indicado, utilizando placas de diferente espesor: las placas refrigerantes tienen espesores entre 5 y 6.5 mm, las placas separadoras entre 8 y 11 mm, de 30 a 33 mm en el caso de la primera pared y entre 35 y 42 mm las cubiertas [1]

Si nos centramos, por ejemplo en el caso de las cooling plates o placas refrigerantes (Figura 6. 2), su fabricación aún no está completamente definida y existen distintas propuestas, de manera que aún debe encontrarse la ruta más factible y económica. Por ejemplo, una de las rutas de fabricación que se barajan [2,3], consiste en el desarrollo de una placa refrigerante con diversos canales paralelos en forma de M de $4 \times 4.5 \text{ mm}^2$ de sección transversal y con una distancia de 1.5 mm entre canales, mecanizados sobre una placa de $384 \times 150 \text{ mm}^2$ y 25 mm de espesor de acero Eurofer.

La realización de los canales de refrigeración en las chapas de acero Eurofer de relativamente bajo espesor (véase figura 6.2) es un reto aún no resuelto satisfactoriamente. La solución que parecería más factible sería, en un primer paso, la fabricación de las chapas con los espesores requeridos y el vaciado de los canales mediante mecanizado, y en un segundo paso, se llevarían a cabo las soldaduras con una chapa plana superior y el tratamiento térmico postsoldeo necesario para conseguir las propiedades finales exigidas.

En la Figura 6. 3, se puede observar una chapa de refrigeración real en la que se llevó a cabo un proceso similar. Se sueldan los canales mediante láser (otra alternativa sería TIG), se mecaniza la superficie para la eliminación de óxido y la obtención del deseado acabado superficial para facilitar la unión mediante HIP-DW (Hot Isostatic Pressing and Diffusion Welding process) con una cubierta (de 20mm de espesor) también de acero Eurofer. Todo el conjunto, se mecanizará con el fin de obtener el espesor final deseado (entorno a 6.5 mm). El resultado del proceso sería una superficie aparentemente libre de soldadura. En este caso se ha desarrollado siguiendo un sistema de canales curvos.



Figura 6. 3 *Maqueta de una placa refrigerante con canales internos en forma de U producidos mediante láser y un proceso HIP-DW. La imagen superior se corresponde con la placa tras láser y tratamiento superficial. La imagen inferior sería la placa preparada para el proceso final de HIP*

Además, es preciso fabricar también algunos componentes curvos que se podrían obtener con relativa facilidad mediante el curvado en frío de las chapas.

Por todo ello se decidió llevar a cabo en este trabajo un estudio preliminar en el que se ha estudiado el comportamiento del acero Asturfer, comparándolo con los resultados publicados en el caso del acero Eurofer, centrándonos en tres aspectos principales: el ablandamiento del material de cara a realizar un conformado posterior más fácil del mismo, el endurecimiento por deformación en frío y su posterior recristalización, con objeto de estudiar así la viabilidad de obtener de chapas de acero de menor espesor que sigan cumpliendo las especificaciones mecánicas requeridas y finalmente la soldabilidad del material.

6.1. CONFORMADO EN FRÍO Y RECRISTALIZACIÓN

6.1.1. MICROESTRUCTURA Y DUREZA RESULTANTE TRAS EL RECOCIDO DE ABLANDAMIENTO

El análisis de la muestra ablandada térmicamente, mediante el tratamiento descrito en el procedimiento experimental (mantenimiento de la pieza a 960 °C y enfriamiento lento posterior a 3°C/min.), a través de microscopía óptica revela una estructura ferrítica con carburos dispersos y una dureza de 149 HV (Figura 6. 4). Esto concuerda, como se puede ver en la Figura 6. 5, con los resultados mostrados anteriormente en las curvas CCT, donde para la misma velocidad de 3°C/min se habían obtenido valores de dureza de 144 HV.

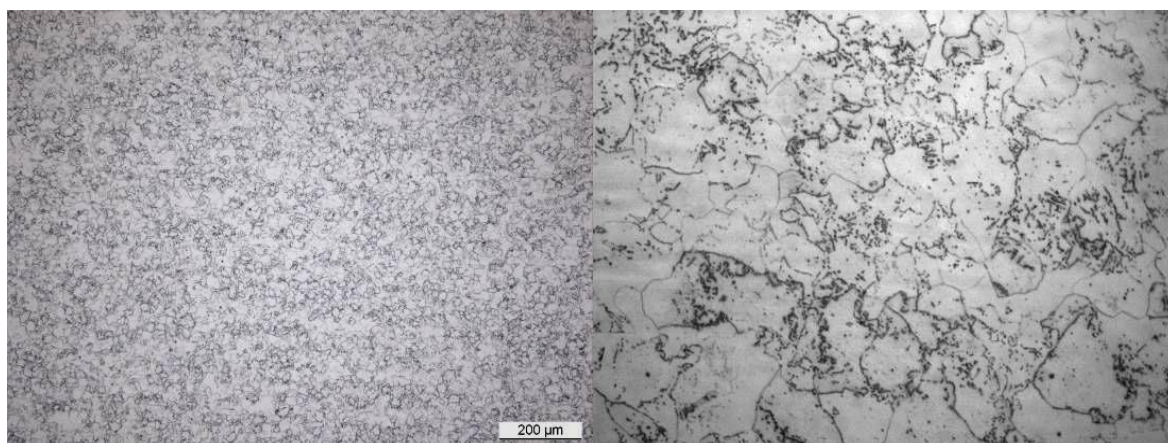


Figura 6. 4 A la izquierda: microestructura ferrítica a 100x tras el recocido de ablandamiento. A la derecha: matriz ferrítica con presencia de carburos globulares a 1000x.

La estructura ferrítica de la muestra también es coherente con los resultados que se habían obtenido de la elaboración de las curvas CCT, donde podemos ver como al utilizar dicha velocidad de enfriamiento se atraviesa únicamente la región del dominio ferrítico, alcanzándose así la estructura deseada (ver Figura 6. 5). Esta microestructura ferrítica es la óptima para realizar los posteriores procesos de laminación en frío, debido a la alta ductilidad que tiene la fase ferrítica de este acero. Al finalizar estos procesos habría que aplicar el tratamiento de temple y revenido con objeto de asegurar las propiedades exigidas.

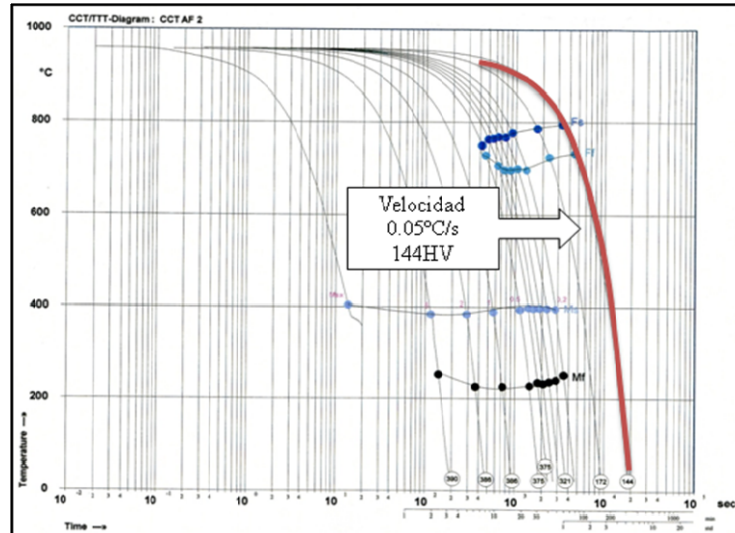


Figura 6. 5. Curvas CCT del acero AF. Se ha remarcado en rojo la curva correspondiente a la velocidad de 3°C/min y su dureza asociada de 144 HV.

6.1.2. MICROESTRUCTURA Y DUREZA DE LAS MUESTRAS LAMINADAS EN FRÍO

A través del ensayo de microdureza Vickers se determinó la evolución de la dureza del acero con la deformación plástica producida por laminación en frío, tal y como se muestra en la Figura 6. 6 (el porcentaje de deformación que muestra la gráfica corresponde a la reducción de espesor).

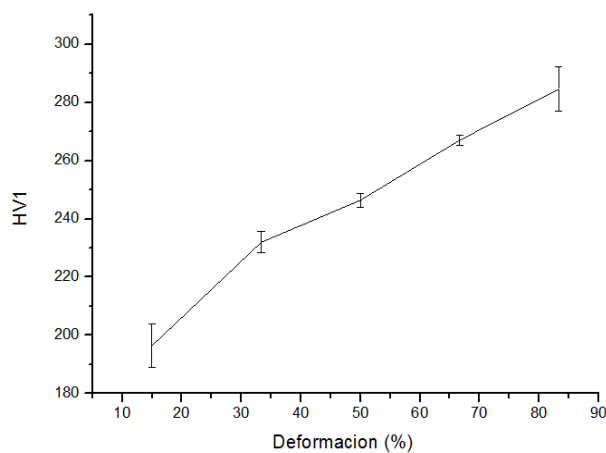


Figura 6. 6. Evolución de la dureza (HV1) en función del grado de reducción en frío aplicado.

En dicha gráfica puede observarse que a medida que aumenta el grado de deformación en frío de la chapa, se incrementa gradualmente el valor de su dureza, en virtud de la multiplicación de dislocaciones y defectos estructurales generados, resultando así un estado de alta energía interna.

Debido a la deformación plástica inducida por la laminación en frío, se observó un aumento progresivo del nivel de acritud (figura 6.7.)

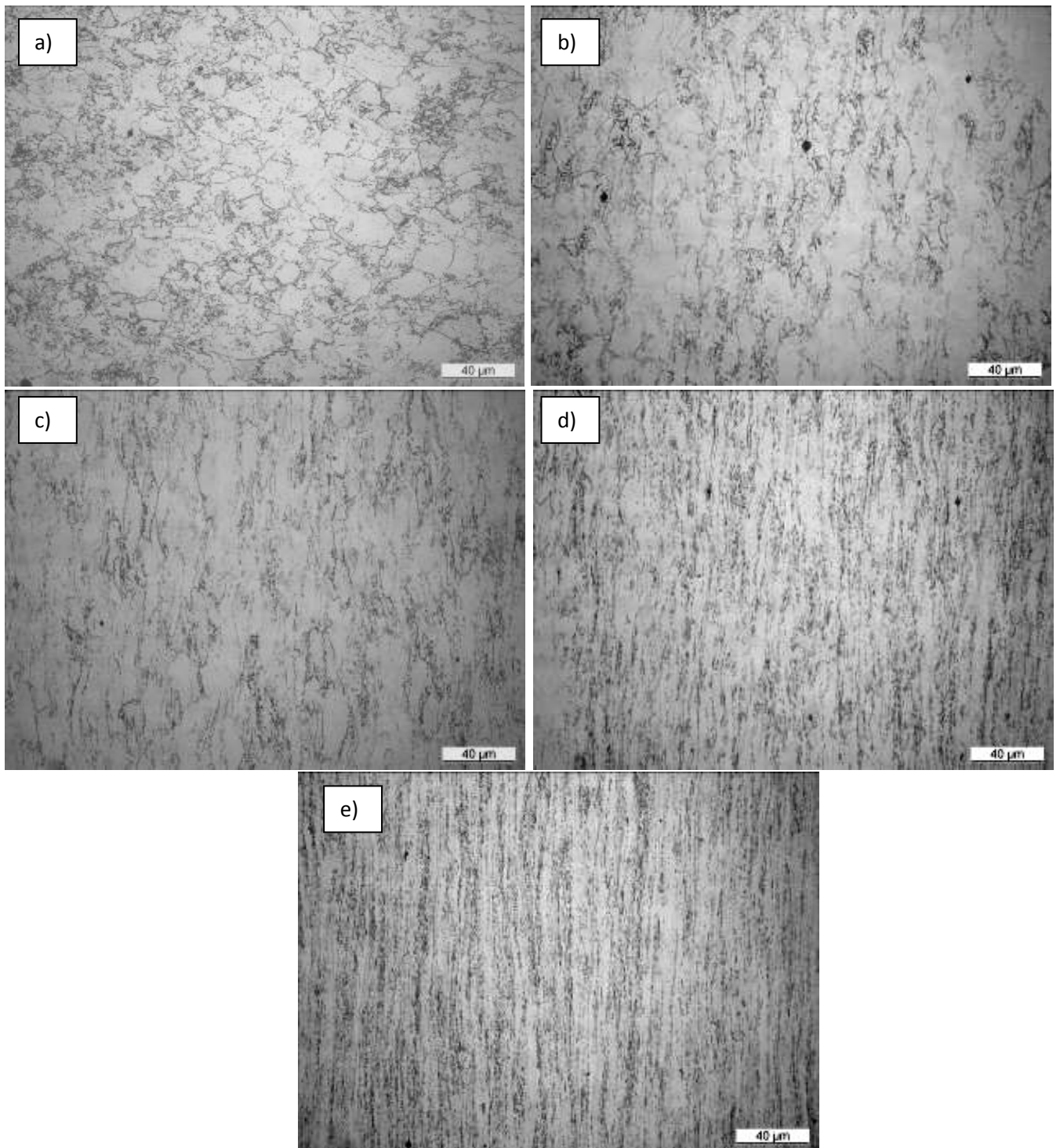


Figura 6.7. Microestructuras del acero que denotan la variación en el grado de acritud en función de los distintos grados de reducción en frío. a) 15 %, b) 34 %, c) 50 %, d) 67 % y e) 84

Los granos se alargan en la dirección de laminación y los carburos se fragmentan y se orientan en esta misma dirección, tal y como se pone de manifiesto en la figura 6.7.

6.1.3. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO DE ALTA RESOLUCIÓN

Con el fin de caracterizar mejor el efecto de la deformación plástica en frío sobre la microestructura del acero, se analizó en el microscopio electrónico de barrido la muestra correspondiente a un 33% de deformación.

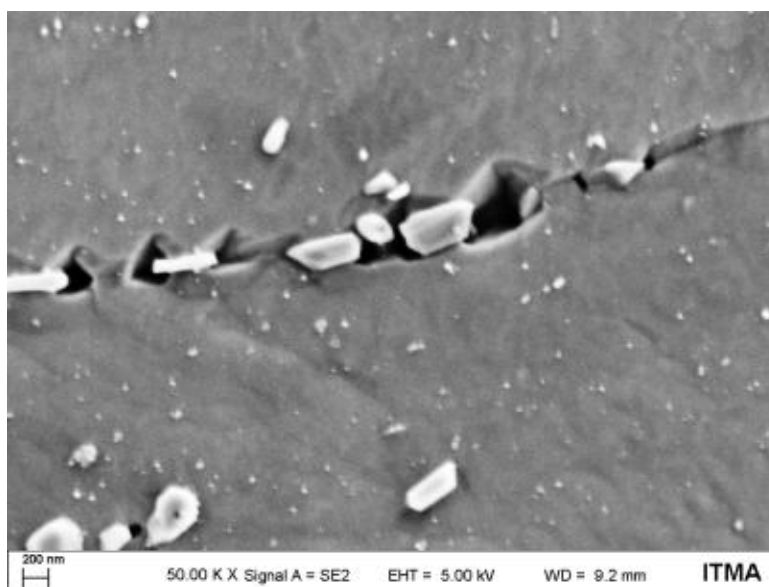
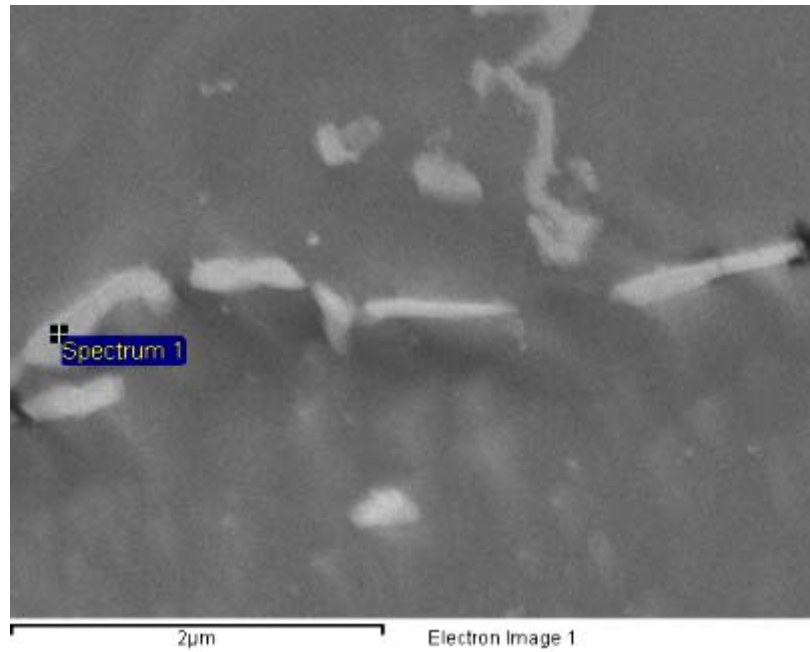


Figura 6. 8. Imagen SEM correspondiente a la muestra deformada un 33%

En la Figura 6. 8 se puede observar, para este nivel de deformación, una cierta fragmentación de los carburos presentes en los límites de grano, y la descohesión de algunos de ellos, lo cual genera la formación de ciertas microcavidades. En esta misma figura también es posible observar unos precipitados más finos (con un tamaño de tan solo unas decenas de nm), dispersos de forma uniforme en la matriz ferrítica.

En un análisis semicuantitativo de energías dispersivas de rayos X (EDS) realizado en el mismo microscopio electrónico de barrido, se ha comprobado que los elementos presentes en los carburos de mayor tamaño eran cromo, hierro y wolframio (Figura 6. 9). Debido a su pequeño tamaño, no ha sido posible determinar la composición química de los carburos más finos.



Elemento	Cr	Fe	W	Total
%wt	12.78	84.84	2.37	100.00

Figura 6. 9. *Imagen SEM y porcentaje de elementos obtenidos mediante la técnica EDS en el interior de un carburo.*

6.1.4. ESTUDIO DILATOMÉTRICO DEL PROCESO DE RECRISTALIZACIÓN

La Figura 6. 10. muestra el gráfico obtenido en la realización de un ensayo dilatométrico sobre una muestra de acero deformada en frío un 83%, que ha sido mantenida durante 3 horas a una temperatura de 800 °C. Se aprecia de forma clara como tiene lugar una contracción lineal continua, siendo este comportamiento característico de los procesos de recristalización.

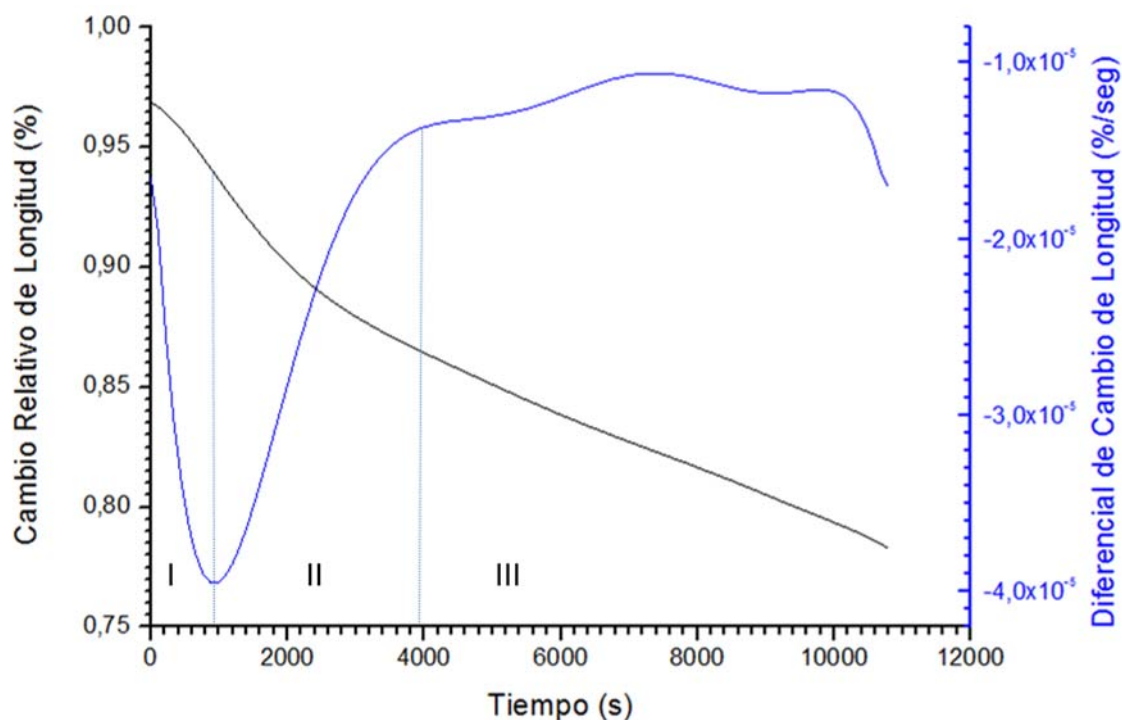


Figura 6. 10. Variación dimensional de una muestra deformada en frío un 84% con el tiempo de permanencia a 800°C.

En negro se expresa el cambio relativo de longitud de la muestra (longitud inicial de 9,870 mm) y en azul se muestra la derivada instantánea, calculada a través del Programa Origin 8.0

En un análisis de la evolución de la derivada del cambio de longitud, que también se muestra en la misma figura, se podrían diferenciar tres etapas: en la etapa I, la velocidad de contracción aumenta en valor absoluto, para luego disminuir en la etapa II y estabilizarse en la III, de tal modo que la velocidad de contracción máxima tiene lugar entre las etapas que hemos denominado I y II. Las etapas I y II corresponderían al proceso de recrystalización, con una primera fase en el que éste se acelera para luego decelerarse a medida que aumenta la fracción recrystalizada, mientras que la fase III correspondería muy probablemente a la etapa de crecimiento de grano, que tiene lugar una vez finalizada la recrystalización. De este modo, la recrystalización de esta probeta terminaría en torno a una hora (final de la etapa II, 3800 segundos).

En la Figura 6. 11. se muestra la microestructura de la chapa deformada en frío un 84% tras tres horas de mantenimiento a 800 °C, en la que se midió una dureza de 139

HV1, es decir una dureza algo menor que la del acero en estado de recocido (149 HV), lo que denota su recristalización completa.



Figura 6. 11. *Microestructura de la muestra deformada en frío un 84 % y mantenida durante tres horas a 800 °C.*

La muestra deformada en frío un 84% y posteriormente recristalizada muestra una gran cantidad de carburos distribuidos uniformemente en el volumen del material aunque alineados como consecuencia del intenso proceso de laminación sufrido.

A partir de este resultado previo se han definido las condiciones para llevar a cabo el estudio del proceso de recristalización de este acero teniendo en cuenta tanto la deformación en frío impartida previamente como la temperatura del tratamiento posterior (hasta una temperatura máxima de 800°C), manteniendo constante el tiempo del tratamiento térmico, fijado siempre en dos horas. Esta temperatura es claramente inferior a la de inicio de formación de austenita en este acero, por lo que en este estudio este fenómeno nunca ha tenido lugar.

6.1.5. INFLUENCIA DEL GRADO DE DEFORMACIÓN PREVIO Y DE LA TEMPERATURA EN LA RECRISTALIZACIÓN

A través de ensayos de dureza Vickers se evaluó y se representó gráficamente la evolución del fenómeno de recristalización. La figura 6.12. muestra como la disminución de dureza más significativa, indicativa del fenómeno de recristalización, tiene lugar en la gama de 650-700°C (dos horas de mantenimiento). La misma figura también pone de manifiesto que sólo en el caso de las deformaciones previas mayores (50, 67 y 84%) se ha alcanzado la recristalización total (ablandamiento completo), es decir, en el caso de las deformaciones en frío del 15 y del 33%, la energía interna acumulada por la deformación en frío ha sido insuficiente para lograr la recuperación microestructural incluso al utilizar la mayor temperatura de recocido (800°C). Además, para las deformaciones previas del 67 y 84%, la dureza ya ha decaído sustancialmente tras el tratamiento a 650°C, lo que nos indicaría que para estos grados de deformación la recristalización comenzaría a una temperatura algo inferior.

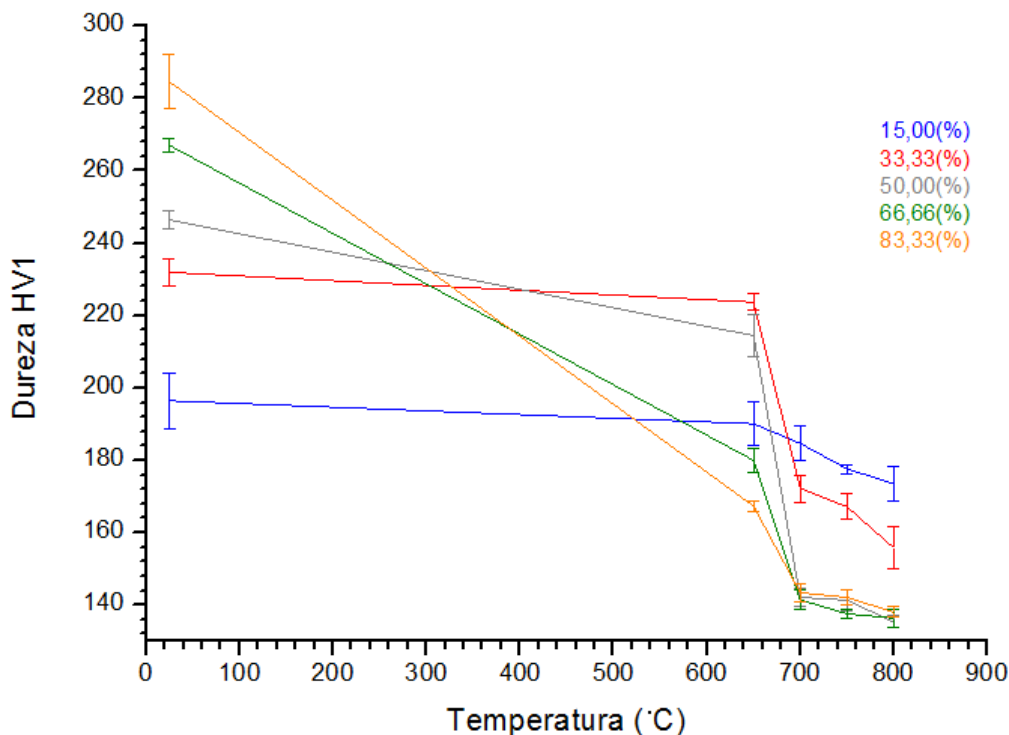


Figura 6. 12. Evolución de la microdureza Vickers con el nivel de deformación previo aplicado y con la temperatura de recocido (mantenida durante dos horas).

En la figura 6.13. puede observarse las microestructuras obtenidas tras estos tratamientos, que también revelan el mantenimiento de la orientación de los carburos en

la dirección de conformado, ya que éstos no resultan afectados por el proceso de recristalización.

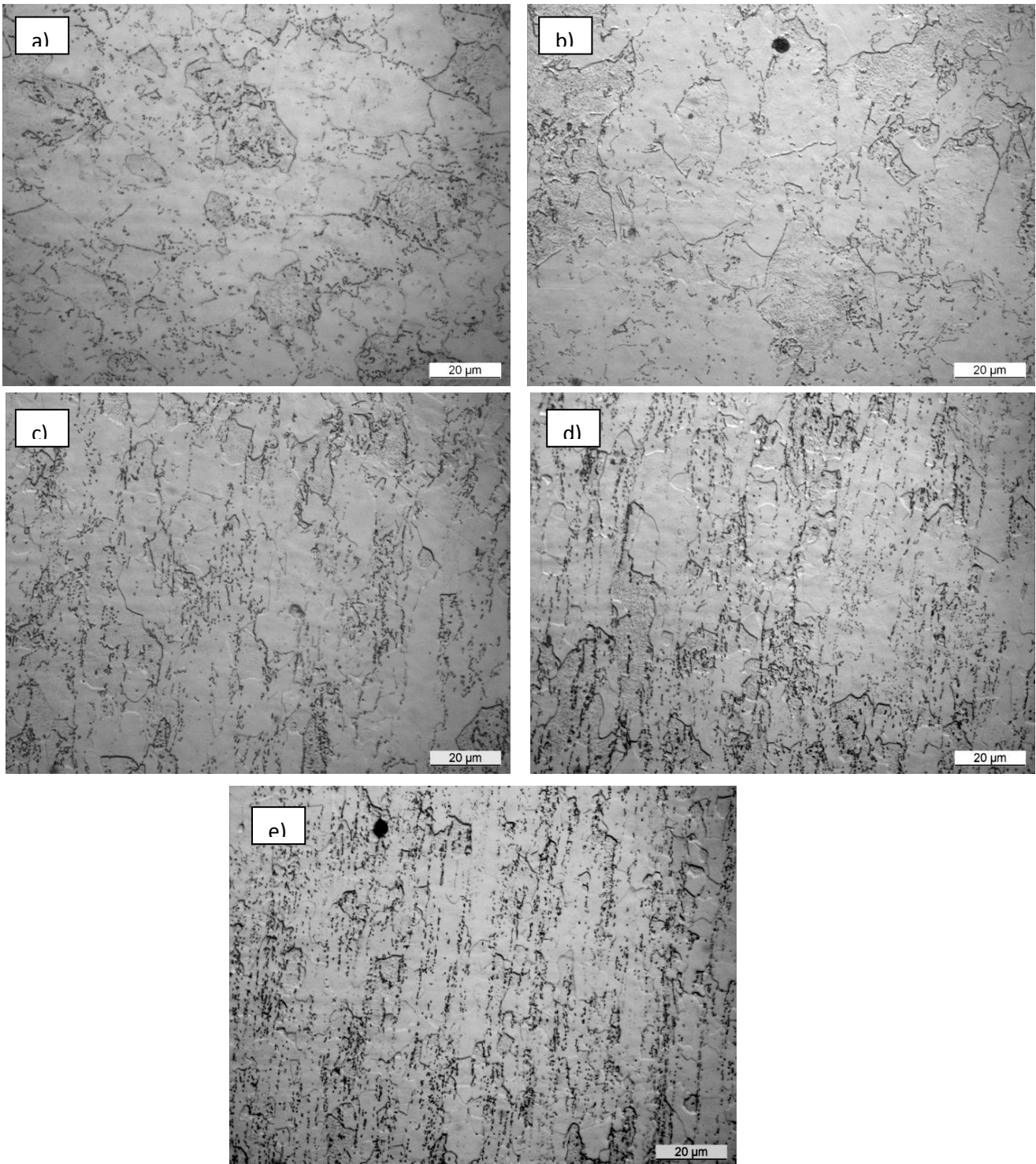


Figura 6. 13. *Microestructuras de las muestras tratadas térmicamente dos horas a 750 °C: a) deformación del 15%; b) 33 %; c) 50%; d) 67 % y e) 84%.*

6.1.6. ESTUDIO CINÉTICO DEL PROCESO DE RECRISTALIZACIÓN A 750 °C

Con objeto de analizar mejor el modo como tiene lugar la recristalización en este acero, se estudió también la evolución de la dureza en todas estas muestras a lo largo del tiempo de mantenimiento a 750°C. Se empleó esta temperatura con objeto de que este proceso tuviera lugar en un tiempo no muy largo sin sobrepasar la temperatura típica del tratamiento de revenido previo. A esta temperatura de 750 °C, se observó que la dureza de las muestras con mayor deformación en frío disminuía bruscamente en los primeros 45 minutos, denotando que la recristalización tenía ya lugar, mientras que las chapas menos deformadas (15 y 33%) no llegaban a recristalizar completamente en las 5 horas de mantenimiento máximo utilizado (Figura 6. 14).

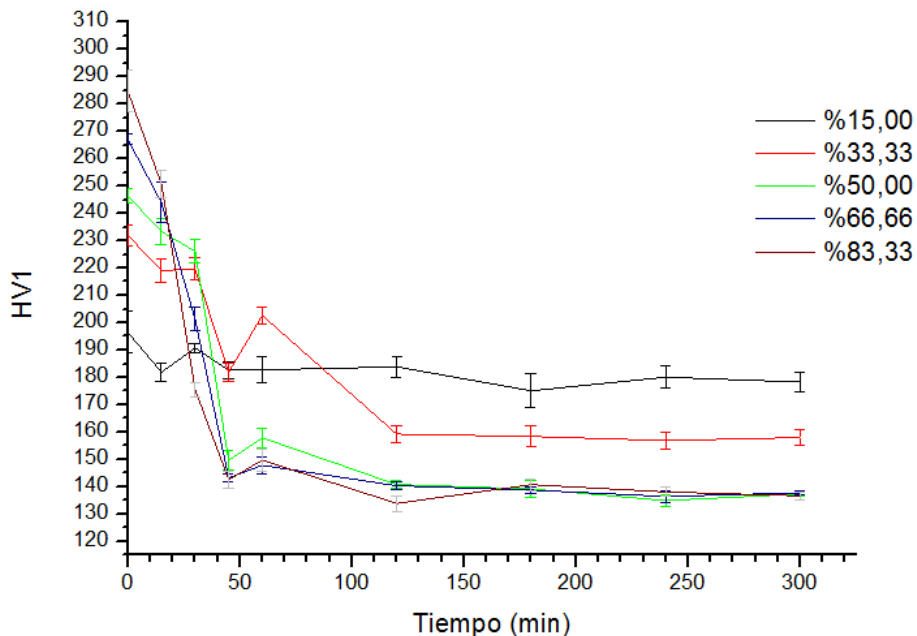


Figura 6. 14. Disminución de la dureza en función del tiempo de mantenimiento a 750 °C para los distintos niveles de deformación en frío utilizados.

Esta figura muestra también un incremento de la dureza en la mayoría de las probetas predeformadas (a excepción de la del 15 % de deformación) en el intervalo comprendido entre 45 y 60 minutos. Este efecto además parece incrementarse al descender el nivel de deformación, hasta alcanzar un máximo de variación para la deformación de 33%. Esta anomalía solo puede explicarse si tuviera lugar simultáneamente algún proceso de precipitación.

La gráfica de la Figura 6.15 muestra la cinética del proceso de recristalización de estos productos, que se ha estudiado mediante la representación de la fracción recristalizada en función del tiempo de mantenimiento a 750°C. La fracción recristalizada se ha calculado a partir de la evolución de la dureza de cada muestra tomando como valores extremos de la misma los valores H_{CR} y H_R , que corresponden a la dureza inicial del acero deformado en frío (varía en cada caso con el grado de deformación aplicado) y a la dureza del material totalmente recristalizado (149 HV1) respectivamente.

La cinética del proceso de recristalización está afectada por los datos anómalos registrados tras 60 minutos de tratamiento, que denotaban un cierto endurecimiento (en el gráfico de la Figura 6.15 se traduce en un descenso de la fracción recristalizada), que se supone está motivado por la ocurrencia de algún proceso de precipitación. De cualquier manera esta figura muestra claramente que tras deformaciones en frío del 50, 67 y 84% se alcanza la recristalización completa tras un tiempo de recocido a 750°C inferior a dos horas, mientras que para las deformaciones en frío del 15 y del 33% no se alcanza nunca la recristalización completa cuando se utiliza esta misma temperatura de recocido.

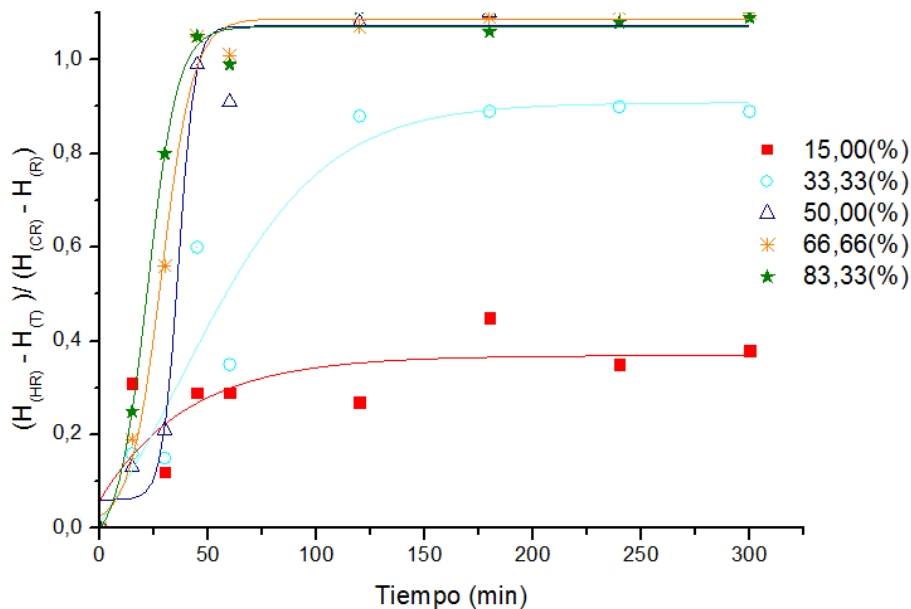


Figura 6.15. Representación de la fracción recristalizada, calculada a partir de la microdureza Vickers, frente al tiempo para cada grado de deformación en frío.

Finalmente se ha intentado estudiar el fenómeno de precipitación que parece tiene lugar a 750 °C. Debido a que la muestra que presentó el mayor repunte de dureza al cabo de una hora de tratamiento térmico fue la correspondiente al 33% de deformación, se llevó a cabo un ensayo dilatométrico sobre esta muestra.

La Figura 6. 16 da cuenta de los resultados dilatométricos junto con la evolución de la dureza de la misma muestra durante un mantenimiento a 750 °C durante una hora. Se observa una contracción continua al tiempo que la dureza del acero disminuye, lo que nos indica que está teniendo lugar el proceso de recristalización. Sin embargo, a partir de 45 minutos (2700 s) se ha detectado un significativo aumento de la dureza, que sin duda debe corresponder a una precipitación de pequeños carburos que no se ha podido detectar, incluso empleando microscopía electrónica de alta resolución.

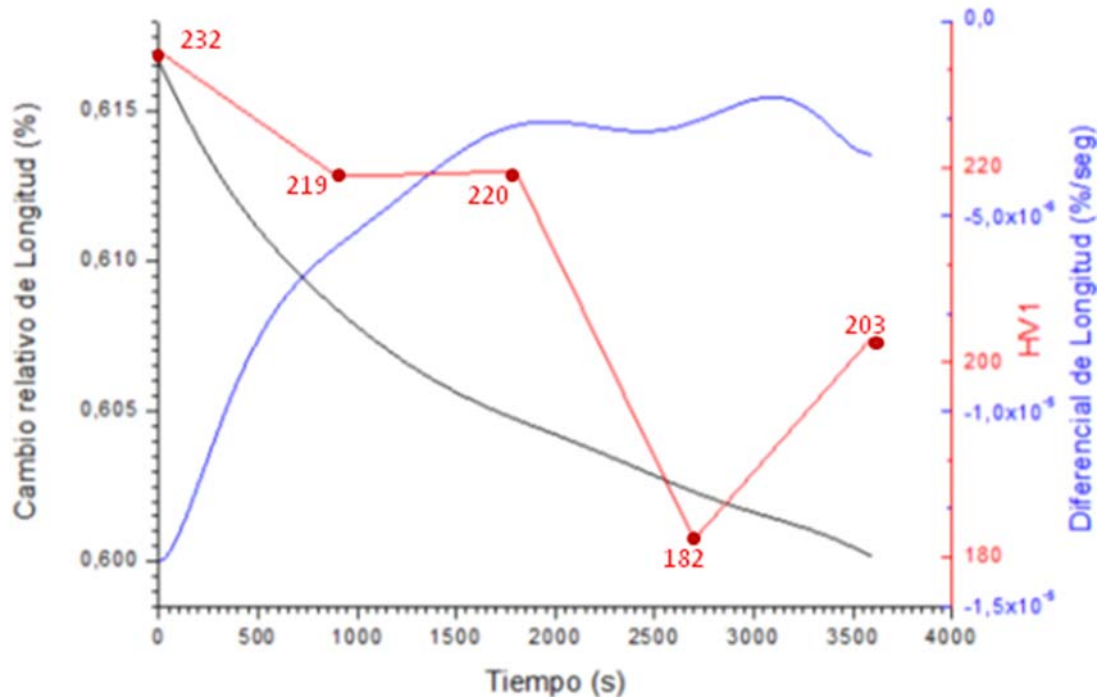


Figura 6. 16. Gráfico dilatométrico registrado en el mantenimiento a 750 °C de la muestra con 33 % de deformación en frío. En negro se expresa el cambio relativo de longitud de la muestra (longitud inicial de 9,8 mm), en azul se muestra la derivada instantánea del cambio relativo, calculada a través del Programa Origin 8.0 y en rojo se han representado la evolución de la dureza en función del tiempo.

6.2. SOLDABILIDAD

6.2.1. MACROGRAFÍAS Y MICROESTRUCTURA

En este apartado se presentan los resultados obtenidos en el estudio llevado a cabo sobre el soldeo del acero Asturfer, utilizando T91 como material de aporte.

El estudio se ha llevado a cabo sobre chapas de 25 mm de acero Eurofer 97-2 (No 993391 piece C1/2) en estado de temple y revenido y también sobre la calidad experimental AF2 (chapa de 14 mm de espesor), también en estado de temple y revenido. Las condiciones de soldeo se habían indicado en el apartado correspondiente del procedimiento experimental.

En ambos casos se depositaron directamente tres cordones solapados y la operación se llevó a cabo con y sin precalentamiento, utilizándose en aquel caso una temperatura de precalentamiento de (300 °C) con objeto de evitar posibles agrietamientos en el soldeo de estos aceros de alta templabilidad.

Las figuras 6.18., 6.19. y 6.20. muestran respectivamente las macrografías de las soldaduras en estado bruto de soldeo realizadas sobre las dos calidades de acero que se han comparado (AF2 y EF2) en las dos situaciones analizadas, aplicando un precalentamiento a 300°C y sin precalentamiento. La aplicación del precalentamiento reduce significativamente la velocidad de enfriamiento en el soldeo. Examinando las figuras citadas se puede apreciar que las zonas afectadas térmicamente en estas operaciones varían aproximadamente entre 1,5 y 3 mm.

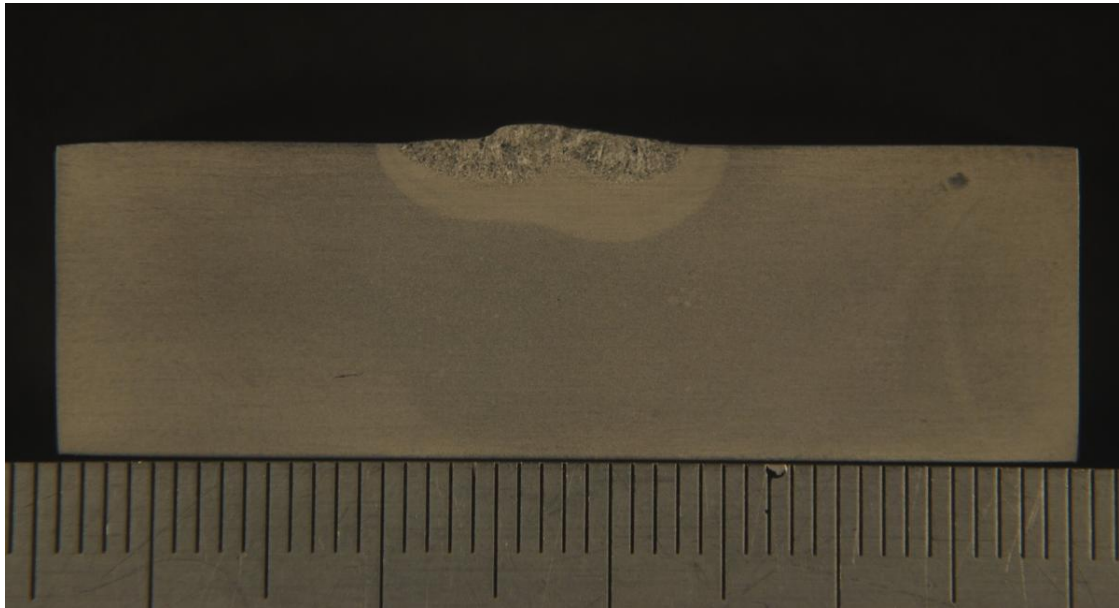


Figura 6. 17. *Macrografía de la soldadura realizada sobre el acero AF2 con precalentamiento.*

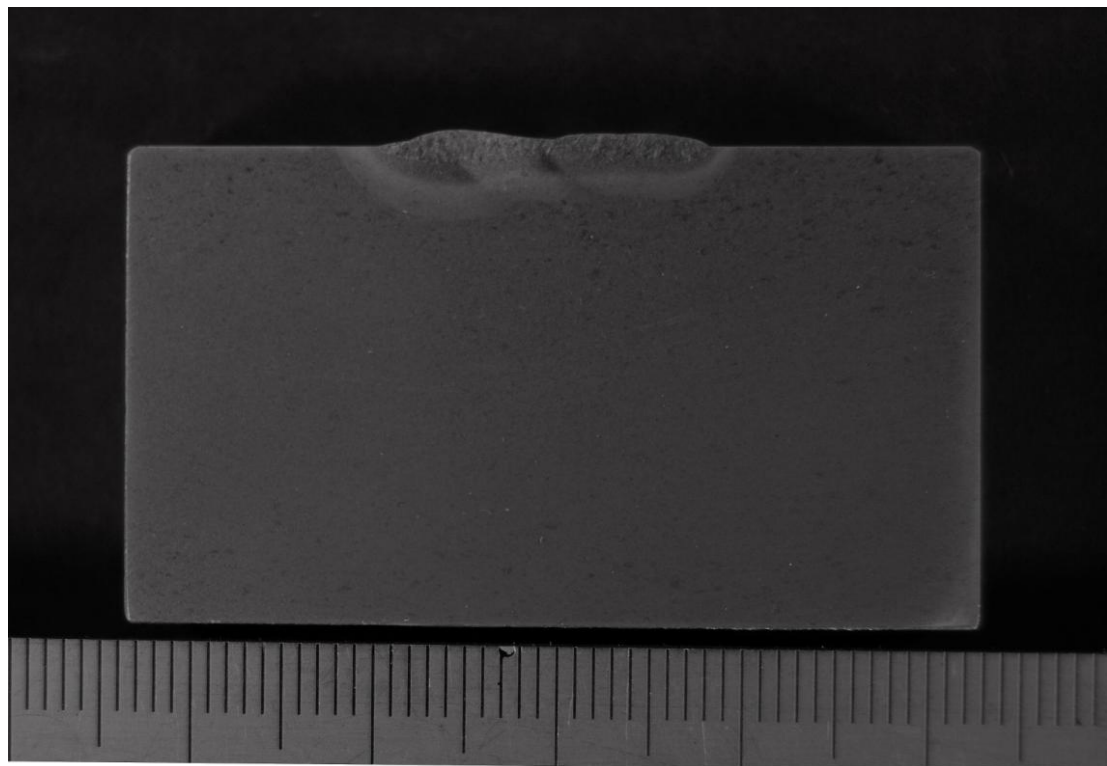


Figura 6. 18. *Macrografía de la soldadura realizada sobre el acero EF2 con precalentamiento*

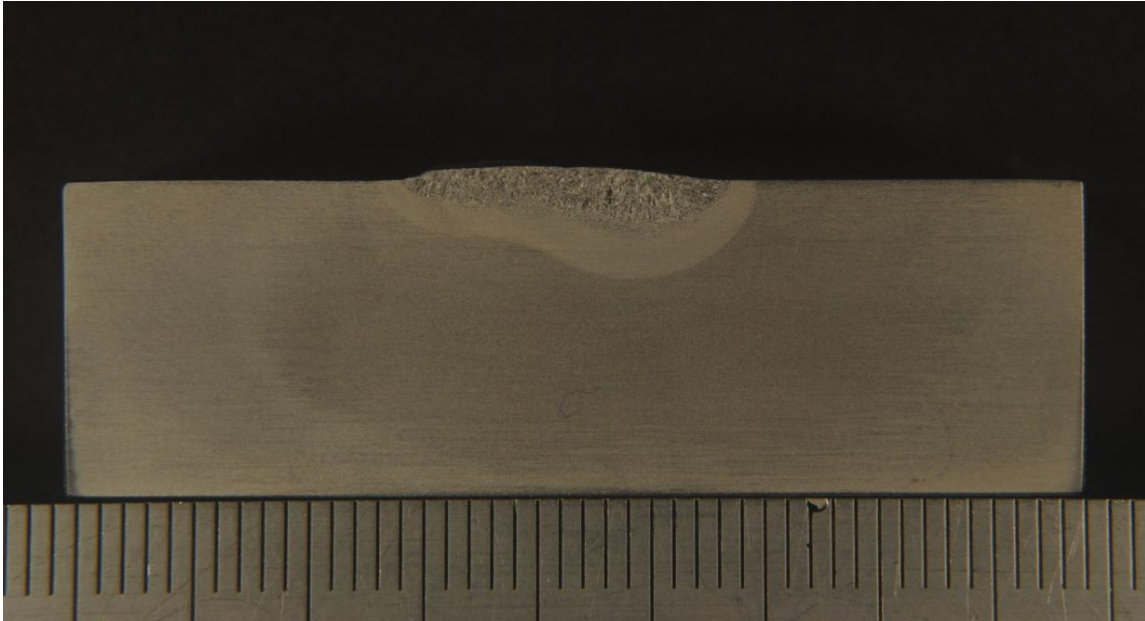


Figura 6. 19. *Macrografía realizada sobre la probeta soldada del acero AF2 sin precalentamiento*

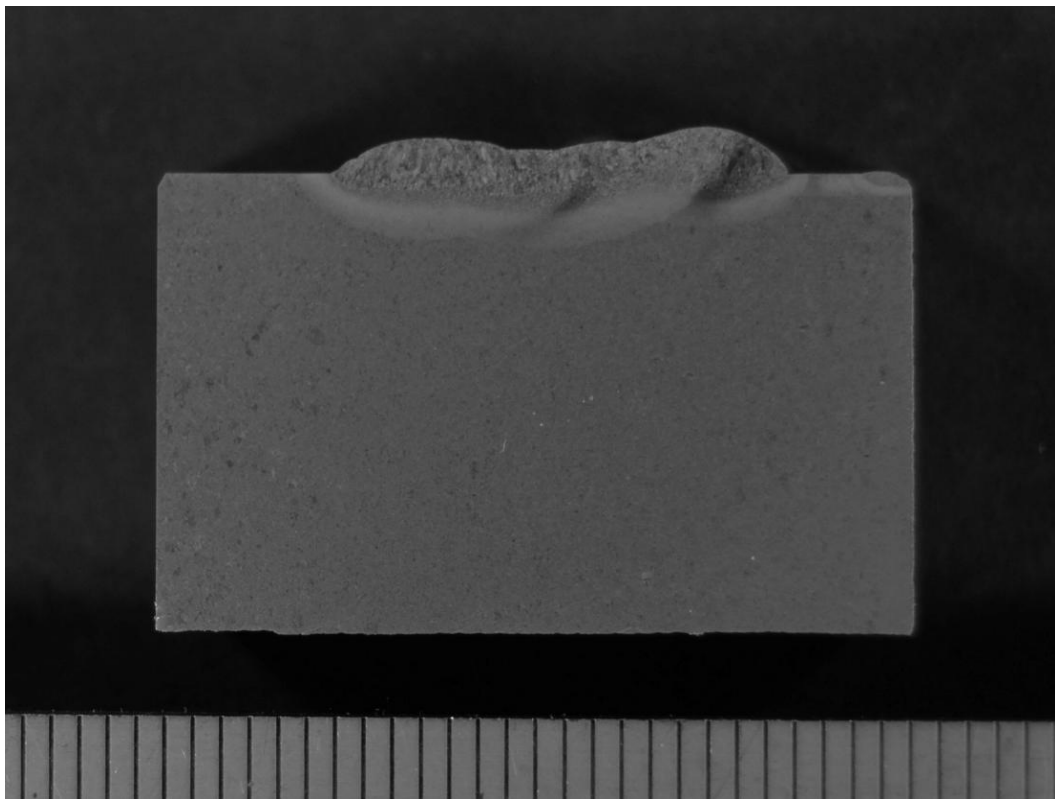


Figura 6. 20. *Macrografía realizada sobre la probeta soldada del acero EF2 sin precalentamiento*

Las altas temperaturas que se alcanzan en la zona afectada térmicamente (ZAT) generada en estos procesos de soldeo dan lugar a una serie de fenómenos como son la transformación de la martensita revenida en austenita, la puesta en disolución parcial de carburos y el crecimiento del grano austenítico, que justifican la aparición de las distintas subregiones de la ZAT que se muestran en la Figura 6. 21. En esta figura se identifican la zona de crecimiento de grano, zona de afino de grano, ZAT intercrítica o de transformación parcial y zona sobrerrevenida y después de esta subregión se observa ya el metal base no afectado por el proceso de soldeo [5].

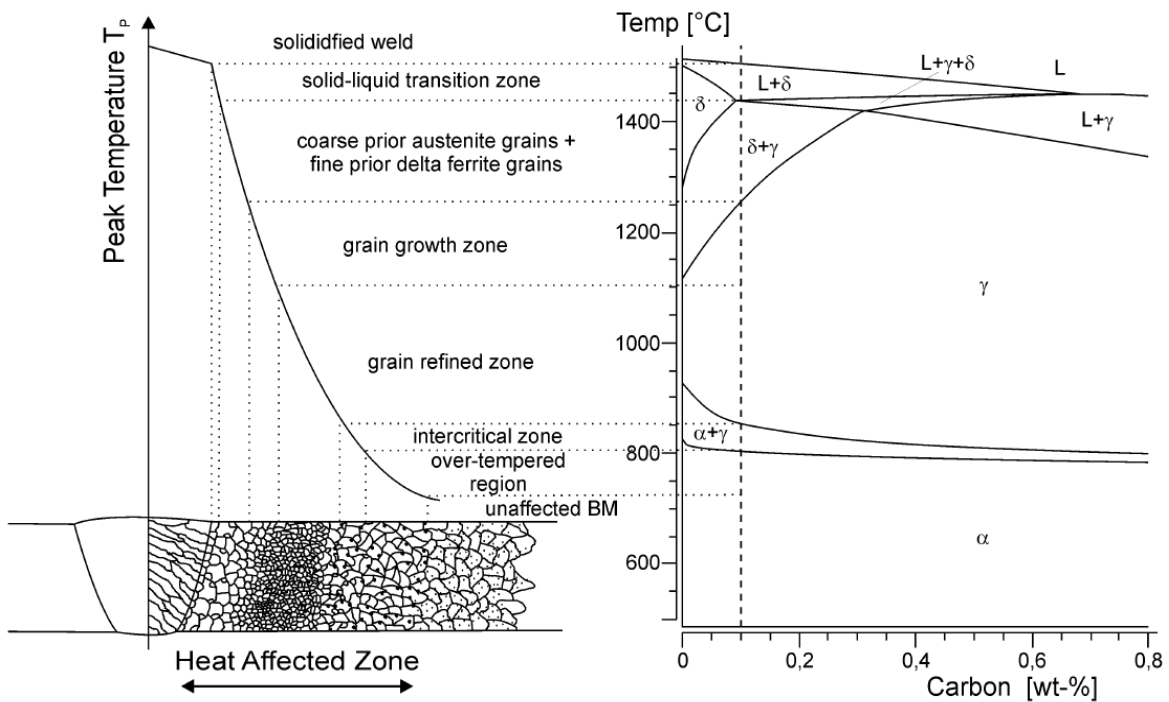


Figura 6. 21. Subregiones de la ZAT, sobre el diagrama de equilibrio de fases de un acero grado 91.

A continuación, las figuras 6.22. y 6.23. muestran las microestructuras observadas tanto en el caso del acero Eurofer2 como en la calidad experimental Astufer[®] 2 tras el proceso de soldeo, en las que se diferenciarían las distintas subzonas que se acaban de enumerar. Resulta sin embargo interesante destacar la ausencia de zona de grano grueso en la región afectada térmicamente de estos aceros: nótese la presencia de un grano muy grueso en la región correspondiente al metal depositado junto a un grano mucho más fino en la región adyacente de la ZAT. Tal y como recoge la bibliografía [6-8], la adición de tántalo a esta familia de aceros, da lugar a la

precipitación de TaC en las juntas de grano que dificultan el crecimiento del grano de austenita en el curso de cualquier mantenimiento a alta temperatura.

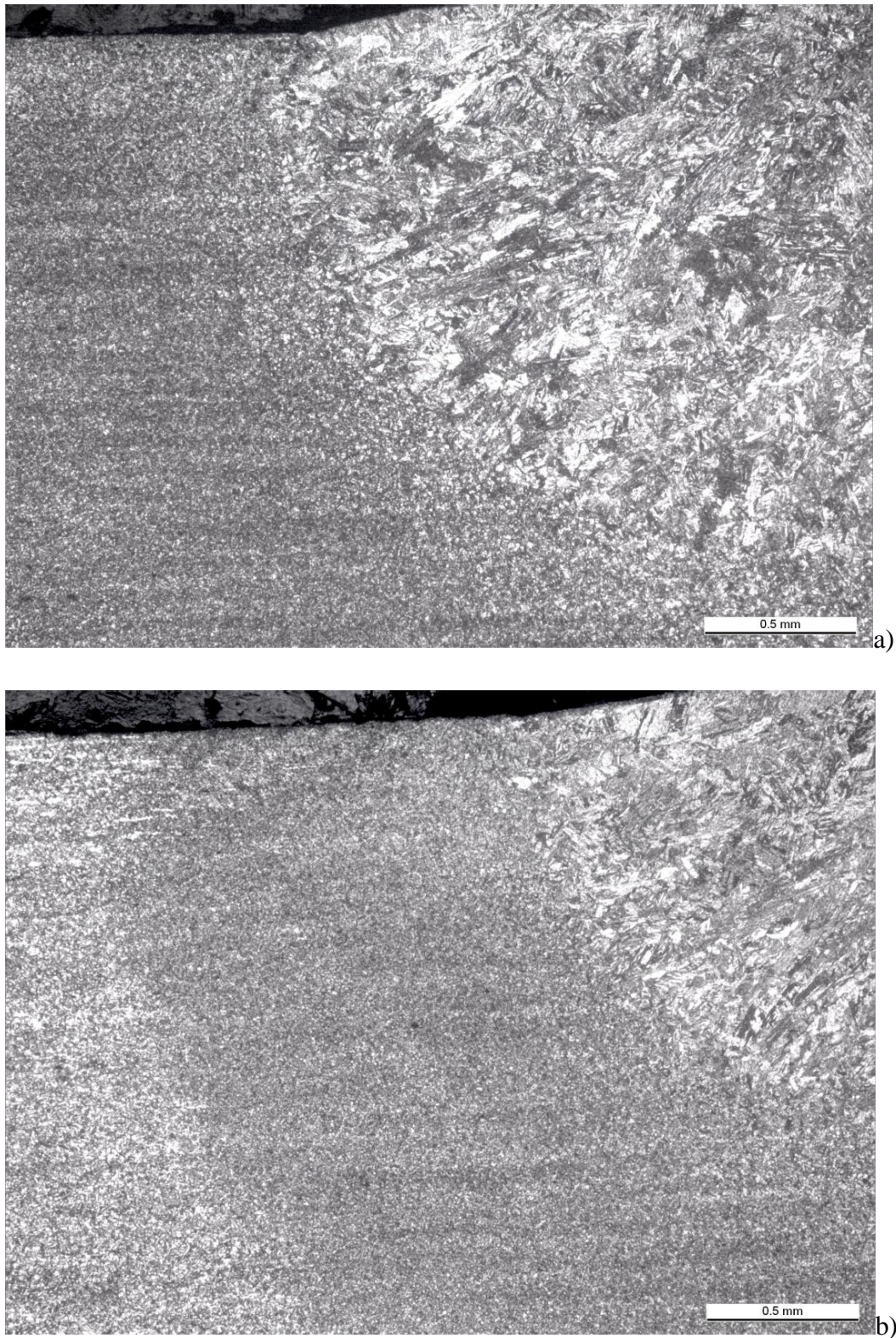


Figura 6. 22. Microestructuras de la calidad AF2 en la región afectada por el proceso de soldeo a) sin precalentamiento b) con precalentamiento.

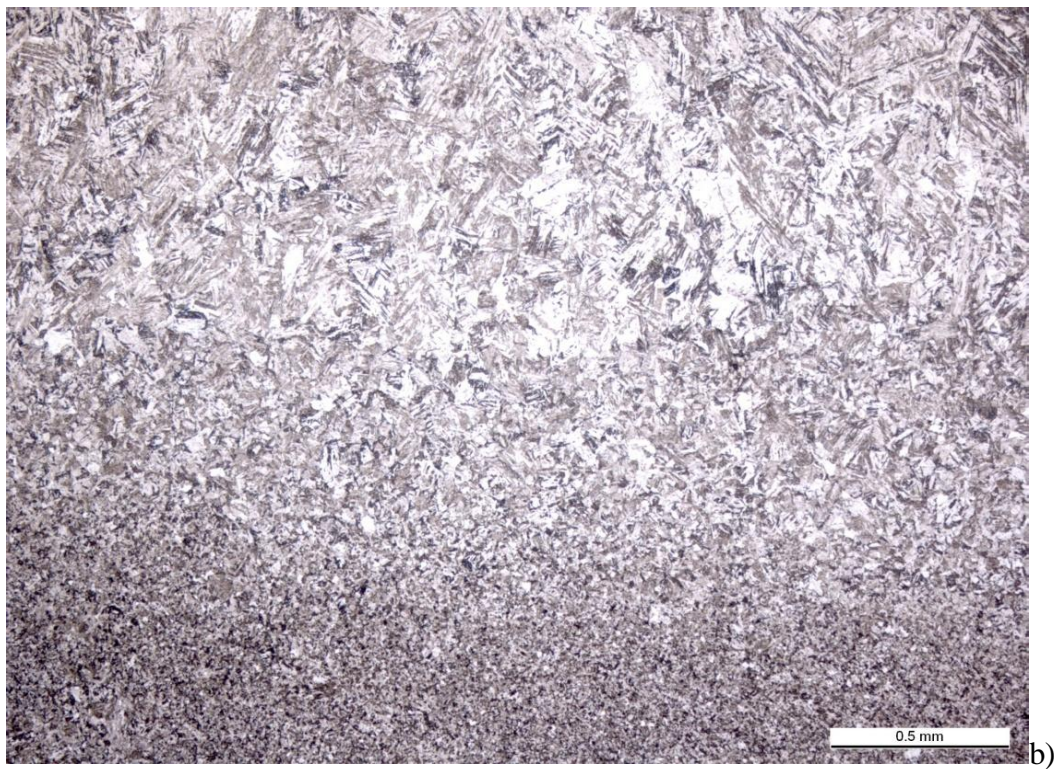
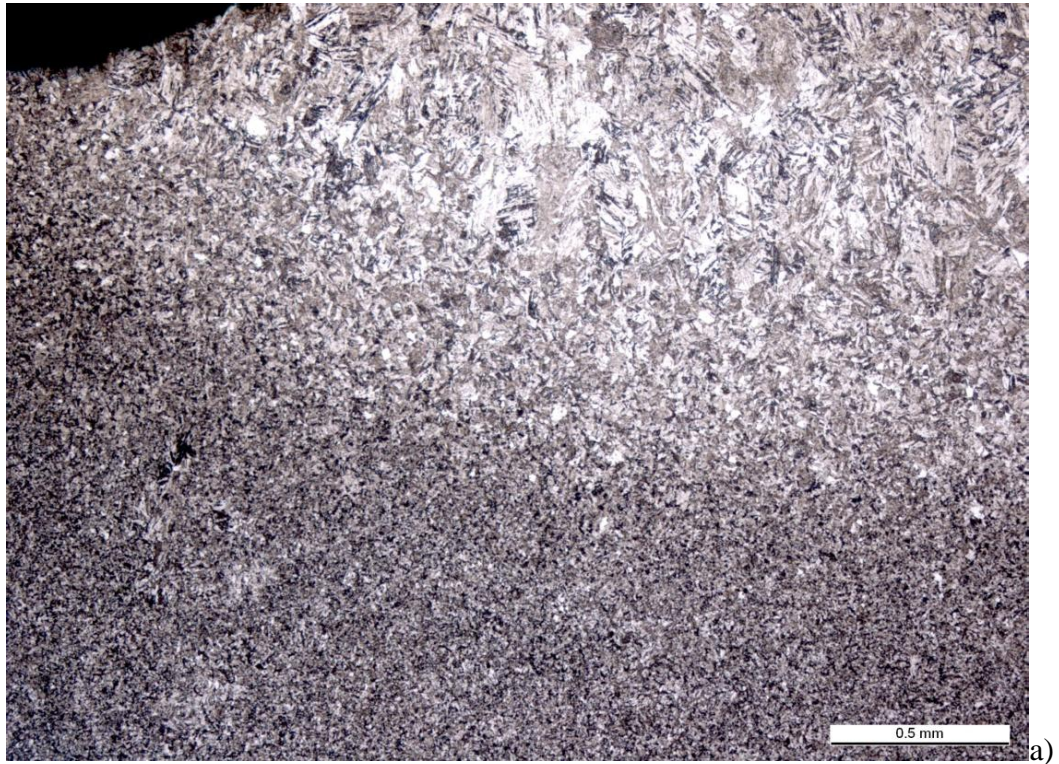


Figura 6. 23. *Microestructuras de la calidad Eurofer 2 en la región afectada por el proceso de soldeo a) sin precalentamiento b) con precalentamiento.*

6.2.2. PERFILES DE DUREZA Y TRATAMIENTO TÉRMICO POSTSOLDEO

Se han realizado tres medidas de dureza en cada una de las tres regiones diferenciadas de la unión soldada, metal depositado (MD), zona afectada térmicamente (ZAT) y metal base no afectado (MB), y en las figuras 6.24 y 6.25. se presentan los resultados medios obtenidos en cada caso. En todos los casos la dureza máxima obtenida se situó en la zona afectada térmicamente más próxima a la línea de fusión.

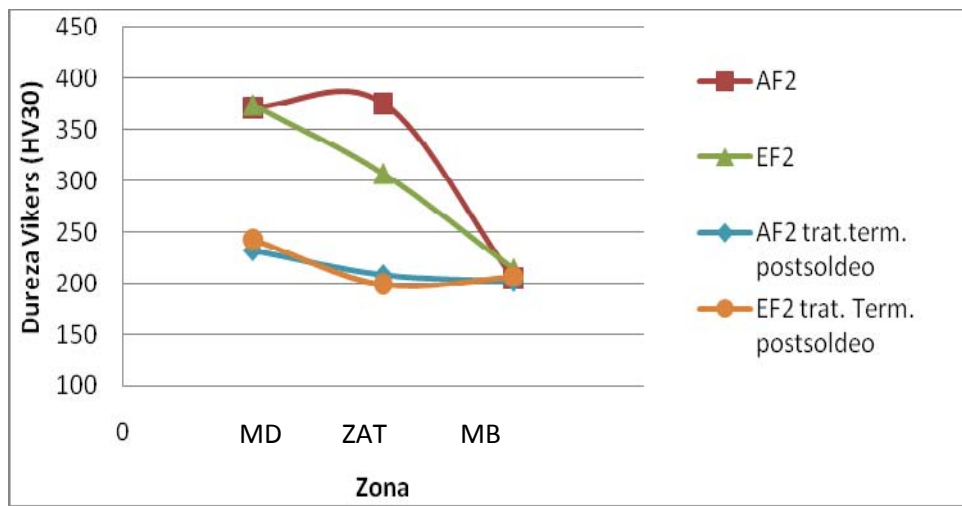


Figura 6. 24. Dureza Vickers (HV30, valores medios) de la calidad experimental AF2 y del acero Eurofer2 (EF2) en las tres zonas de la soldadura, en estado bruto de soldeo (sin precalentamiento) y tras un tratamiento de postsoldeo a 750°C/2h.

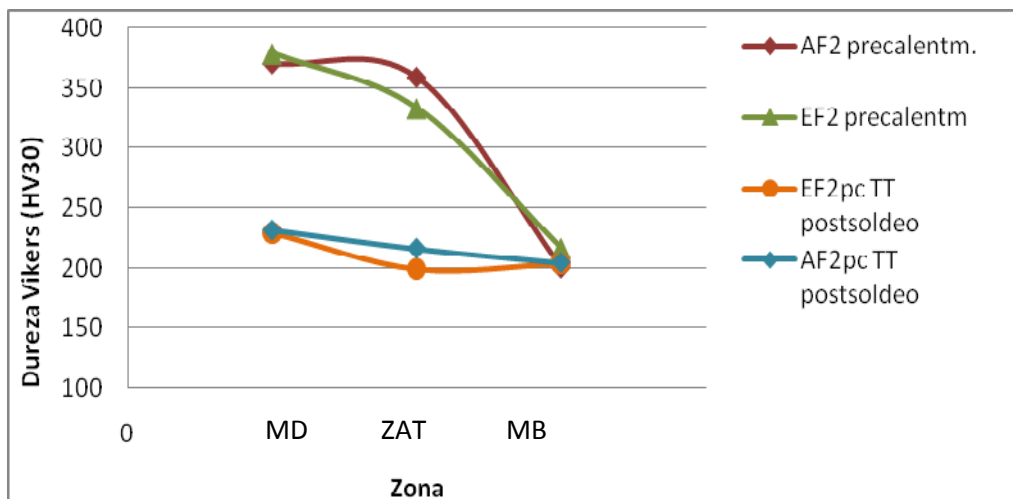


Figura 6. 25. Dureza Vickers (HV30, valores medios) de la calidad experimental AF2 y del acero Eurofer2 (EF2) en las tres zonas de la soldadura, en estado bruto de soldeo (precalentamiento a 300°C) y tras un tratamiento de postsoldeo a 750°C/2h.

En la Figura 6. 24 se presentan los resultados obtenidos en el soldeo realizado sin precalentamiento y la Figura 6. 25 corresponde al empleo de un precalentamiento realizado a 300°C. Se ha observado también que la zona afectada térmicamente del acero Asturfer presentó siempre mayores valores de dureza que el acero Eurofer y, por otro lado, la aplicación del precalentamiento apenas tiene efecto alguno en la dureza final obtenida.

Utilizando los datos de dureza que se habían medido durante la realización de las curvas CCT, se observa que las microestructuras totalmente martensíticas del acero AF2 mostraban durezas en torno a 370-390 HV (Figura 6. 26), mientras que, como podemos ver en las figuras anteriores (figuras 6.24 y 6.25.), las durezas medias en la zona afectada térmicamente del acero AF2, lógicamente se ha encontrado una dispersión apreciable, se situaba en 376 en el caso del material AF2 sin precalentamiento y en 360 unidades Vickers para el mismo material con precalentamiento.

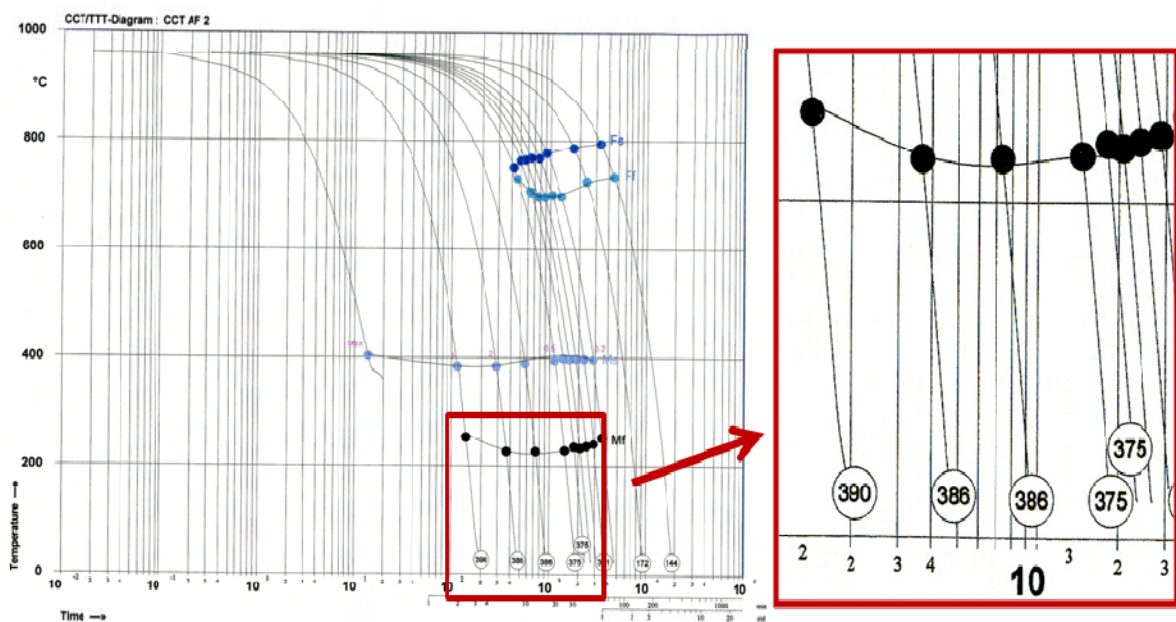


Figura 6. 26. Curvas CCT del acero AF2. Detalle de las durezas obtenidas a mayores velocidades de enfriamiento (dominio martensítico).

De este modo se ha comprobado que la dureza de la zona afectada térmicamente del acero Asturfer corresponde a una microestructura 100% martensítica, independientemente del empleo del precalentamiento. Se ha comprobado de este modo que, dada la alta templabilidad de estos aceros, en la ZAT se forman siempre estructuras

de temple, mayoritariamente martensíticas y la aplicación de un precalentamiento apenas afecta a la dureza generada en esta región.

En las mismas gráficas se muestran también los resultados de dureza obtenidos tras realizar un tratamiento térmico postsoldeo, que para ambos casos (muestras precalentadas y sin precalentar) consistió en un mantenimiento de 2h a 750°C. Se ha utilizado este tratamiento porque coincide con el tratamiento de revenido normalmente utilizado y por lo tanto cabe esperar que se obtengan unas propiedades similares a las del acero base original. Las figuras 6.24 y 6.25. muestran que el tratamiento térmico postsoldeo empleado ya reduce significativamente la dureza del metal depositado y de la zona afectada térmicamente, obteniéndose de este modo, tal y como se deseaba, durezas similares a las del metal base. Es decir, el tratamiento postsoldeo realizado a 750°C durante dos horas permite recuperar ya la microestructura y las propiedades mecánicas del acero original, que se habían alterado como consecuencia de la operación de soldeo.

Por otro lado, aunque tras el tratamiento térmico postsoldeo se sigue apreciando una mayor dureza en la calidad Asturfer, la diferencia no es significativa y las microestructuras no revelan cambios significativos entre ambas calidades, como puede observarse en la Figura 6. 27 que da cuenta de la microestructura de la zona afectada térmicamente de la calidad AF2 y de la calidad EF2 tras el tratamiento térmico postsoldeo. En ambos casos se ha obtenido una microestructura martensítica totalmente revenida.

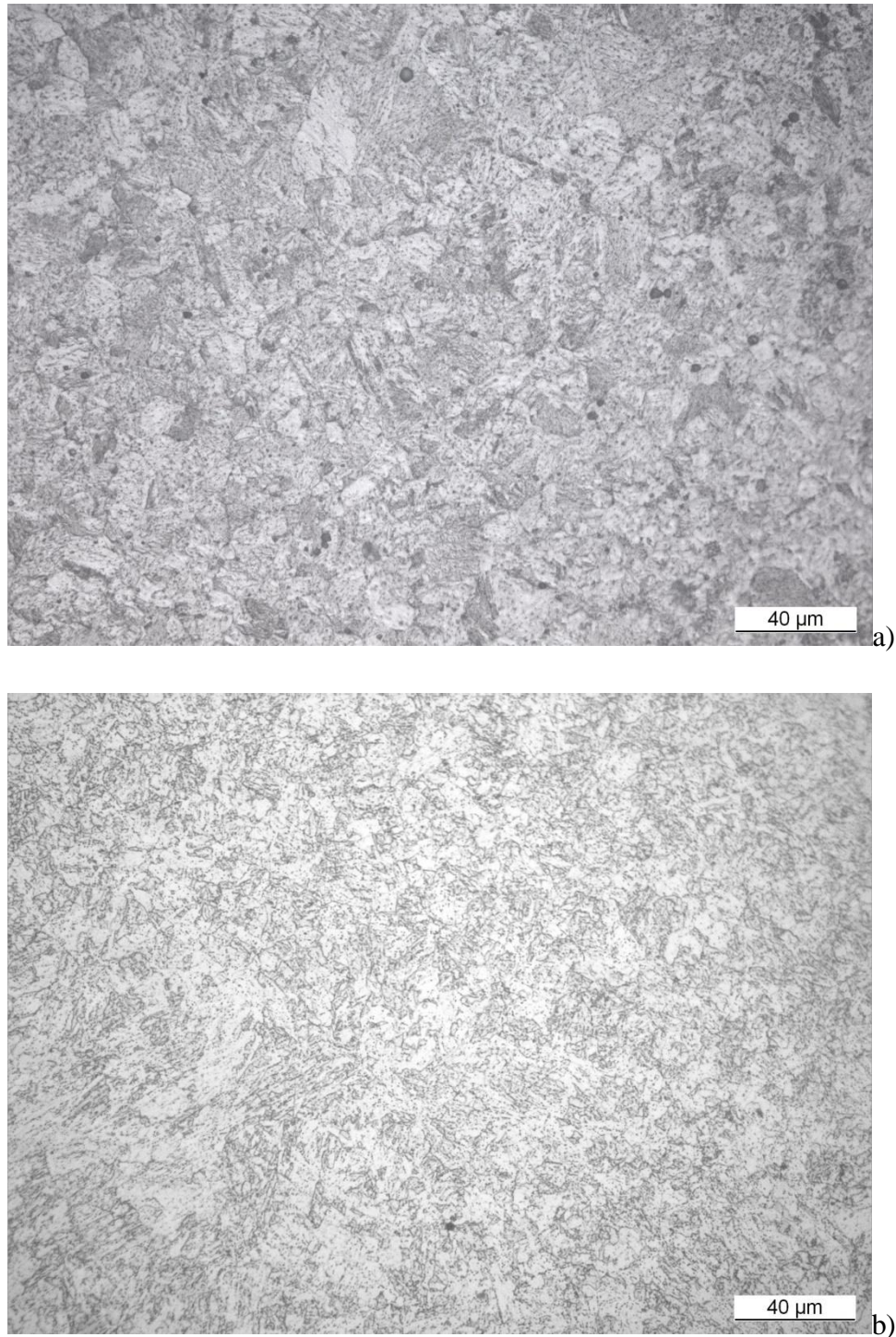


Figura 6. 27. *Microestructura a 500x de la calidad a) AF2 y b) EF2; ambas con precalentamiento a 300°C tras el postsoldeo realizado a 750°C/2 horas.*

Dado que, como se ha observado, tras el tratamiento térmico postsoldeo se obtiene ya una dureza muy similar a la que tiene el metal base, en principio, no parece que sea necesario realizar un segundo tratamiento de revenido. De todas formas, se realizó un

segundo tratamiento térmico postsoldeo idéntico al realizado en primer lugar (750°C, 2 horas, seguido de un enfriamiento al aire) en ambas calidades para ver la variación que se induciría en el material en el caso de que hubiera que llevar a cabo una reparación de cualquier soldadura. En la siguiente tabla se muestran los resultados obtenidos.

Tabla 6. 1. Dureza Vickers (HV30) de ambas calidades AF2 y EF2 con y sin precalentamiento, tras ser sometidas a dos tratamientos postsoldeo de 750°C durante 2 horas cada uno. Los valores medios aparecen en cada caso en las celdas coloreadas.

REV. 750°C/2h+750°C/2h	SLD	HAZ	MB
EF2	232	232	199
	235	202	205
	239	198	210
	235	211	205
AF2	187	220	192
	190	204	195
	205	197	196
	194	207	194
EF2 -pre calentamiento	192	203	202
	195	199	204
	209	192	204
	199	198	203
AF2-pre calentamiento	224	216	191
	233	198	198
	217	196	198
	225	203	196

Siendo la dureza inicial del metal base del acero AF2 210-217 HV30, se puede constatar que la realización de estos dos tratamientos de revenido sucesivos suponen una ligera pérdida de dureza (tomando el resultado más bajo del acero AF2 se ha obtenido un valor de 194 HV en el metal base de la soldadura realizada con precalentamiento), que no se estima vaya a afectar significativamente a la resistencia final del producto.

6.3. REFERENCIAS

- [1] *Y. Poitevin et al.* / Journal of Nuclear Materials 417 (2011) 36–42
- [2] E. Rigal et al. / Fusion Engineering and Design 83 (2008) 1268–1272
- [3] E. Rigal, F. Vidotto, J.M. Leibold, B. Riccetti, Fabrication processes for HCLL and HCPB TBMs,CEA EFDA task report TW2-TTBC-002-D1 report (2005)

7. ANEXO I.
CALIDADES
EXPERIMENTALES

6.1. CALIDADES EXPERIMENTALES

Con el fin de facilitar la comprensión y consulta de los resultados obtenidos a lo largo del trabajo, se han realizado una serie de fichas de las distintas calidades experimentales elaboradas.

En estas fichas encontraremos los siguientes datos:

- Nombre y acrónimo de cada uno de los productos elaborados
- Diseño de cada una de las coladas, que incluye el tipo de molde y pintura refractaria utilizados y los posibles problemas o variaciones sufridas en el proceso de fusión y colada.
- Análisis químico del producto, comparado con el del acero Eurofer.
- Breve descripción del proceso de laminación llevado a cabo (solo algunas calidades han sido laminadas).
- Tratamientos térmicos realizados
- Microestructura, tamaño de grano y dureza HV30
- Propiedades mecánicas fundamentales a temperatura ambiente (a no ser que se indique lo contrario).

6.1.1. ASTURFER® 1**Acrónimo:** AF1**Diseño de la colada:** molde de fundición gris. Pintura refractaria.**Análisis químico:**

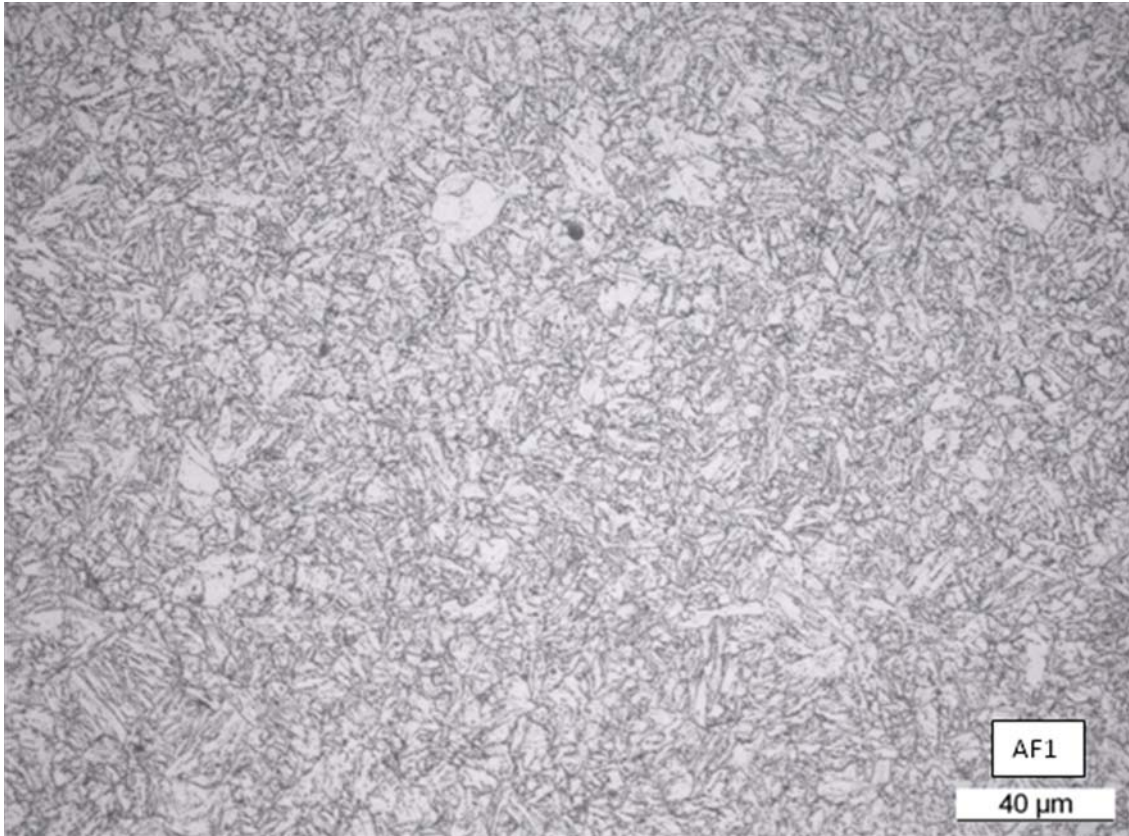
	Especificaciones EF2	AF1
C	0.09-0.12	0.11
S	0.005	0.008
N	0.015-0.045	0.009
O	0.01	0.007
Mn	0.2-0.6	0.39
P	0.005	0.004
Si	0.05	0.05
Ni	0.01	0.011
Cr	8.5-9.5	8.98
Mo	0.005	0.004
V	0.15-0.25	0.19
Ta	0.1-0.14	0.10
W	1-1.2	1.44
Ti	0.02	0.004
Cu	0.01	0.009
Nb	0.005	<0,001
Al	0.01	0.012
Co	0.01	0.004
B	0.002	<0,001

El contenido en wolframio es superior al requerido, porque en esta primera colada nuestro objetivo era cumplir con las especificaciones del EF-97, cuyo contenido en este elemento debía encontrarse entre un 1 y un 2% en peso. El análisis químico de la calidad AF1 se ha ajustado bien a las especificaciones, a excepción del contenido en S y N (contenidos que, como se verá más adelante, apenas han variado en las calidades sucesivas, pero no son demasiado relevantes).

Laminación en caliente: se partió de un lingote de dimensiones 100 x 125 x 250 mm (coincidiendo la dirección de 125 mm de longitud con la dirección de laminación) y el proceso de laminación se terminó al alcanzar un espesor final de 14 mm.

Tratamiento térmico: Temple a 960-980 °C/30 min/aire y Revenido a 750°C/ 1-2h/aire

Microestructura: 100% martensita revenida.



Microestructura del acero AF1 laminado en caliente, templado a 960/30min/aire y revenido a 750/2h/aire

Tamaño de grano: 11-11.5 ASTM

Propiedades mecánicas (tras temple a 980 °C/30 min/aire y revenido a 750°C/ 1h/aire):

Límite Elástico (MPa)	Carga de Rotura (MPa)	Alargamiento (%)	Dureza
640	750	18	HV30
656	763	17	229

Propiedades mecánicas (tras temple a 960 °C/30 min/aire y revenido a 750°C/ 2h/aire):

Límite Elástico (MPa)	Carga de Rotura (MPa)	Alargamiento (%)	Dureza
557	718	21	HV30
542	709	21	211
547	703	22	

6.1.2. ASTURFER® 2

Acrónimo: AF2

Diseño de la colada: Molde de fundición gris. Pintura refractaria.

Análisis químico:

	Especificaciones EF2	AF2
C	0.09-0.12	0.12
S	0.005	0.006
N	0.015-0.045	0.007
O	0.01	0.021
Mn	0.2-0.6	0.45
P	0.005	0.004
Si	0.05	0.04
Ni	0.01	0.012
Cr	8.5-9.5	8.77
Mo	0.005	0.005
V	0.15-0.25	0.20
Ta	0.1-0.14	0.11
W	1-1.2	1.06
Ti	0.02	0.004
Cu	0.01	0.01
Nb	0.005	<0,001
Al	0.01	0.07
Co	0.01	0.004
B	0.002	<0,001

En esta calidad experimental, el contenido en wolframio ya se ajusta a la especificación del Eurofer 2. Cabe destacar el cumplimiento con la especificación de los elementos radiológicamente indeseables, como Mo, Ni y Nb.

Laminación en caliente: se partió de un lingote de dimensiones 100 x 125 x 250 mm (coincidiendo la dirección de 125 mm de longitud con la dirección de laminación). La laminación se terminó al alcanzar un espesor igual a 14 mm.

Tratamiento térmico: Temple 940-1000 °C/30-90 min/aire y revenido 750 °C/1-4 h

Microestructura: 100% martensita revenida



Microestructura del AF2 laminado en caliente, templado a 960/30min/aire y revenido a 750/2h/aire

Tamaño de Grano: 11-11.5 ASTM

Propiedades Mecánicas (temple a 960 °C/30min/aire y revenido 750 °C/2 h):

Límite Elástico (MPa)	Carga de Rotura (MPa)	Alargamiento (%)	Dureza
565	713	17	HV30
576	707	17	206
571	698	17	

Propiedades Mecánicas (temple a 980 °C/30min/aire y revenido 750 °C/1 h):

Límite Elástico (MPa)	Carga de Rotura (MPa)	Alargamiento (%)	Dureza
621	732	17	HV30
618	732	19	228

Propiedades Mecánicas (temple a T °C/ 90min/ aire y revenido 750 °C/ 4 h; siendo T: 940, 960, 980 y 1000 °C):

T (°C)	Límite Elástico (MPa)	Carga de Rotura (MPa)	Alargamiento (%)	Resiliencia (J)		Dureza HV30
				0 °C	20 °C	
940	536	675	20	203	206	198
960	534	672	20	210	207	200
980	517	659	22	214	211	197
1000	515	661	22	214	209	192

6.1.3. ASTURFER® 3

Acrónimo: AF3

Diseño de la colada: Lingote de fundición gris. Placas cerámicas en lugar de la pintura refractaria.

Por un problema en el proceso de colada, se descartó la calidad obtenida para su posterior estudio.

6.1.4. ASTURFER® 4

Acrónimo: AF4

Diseño de la colada: Lingote de fundición gris. Se ha controlado la cantidad de pintura refractaria minimizando al máximo su uso para eliminar en la medida de lo posible la contaminación con alúmina.

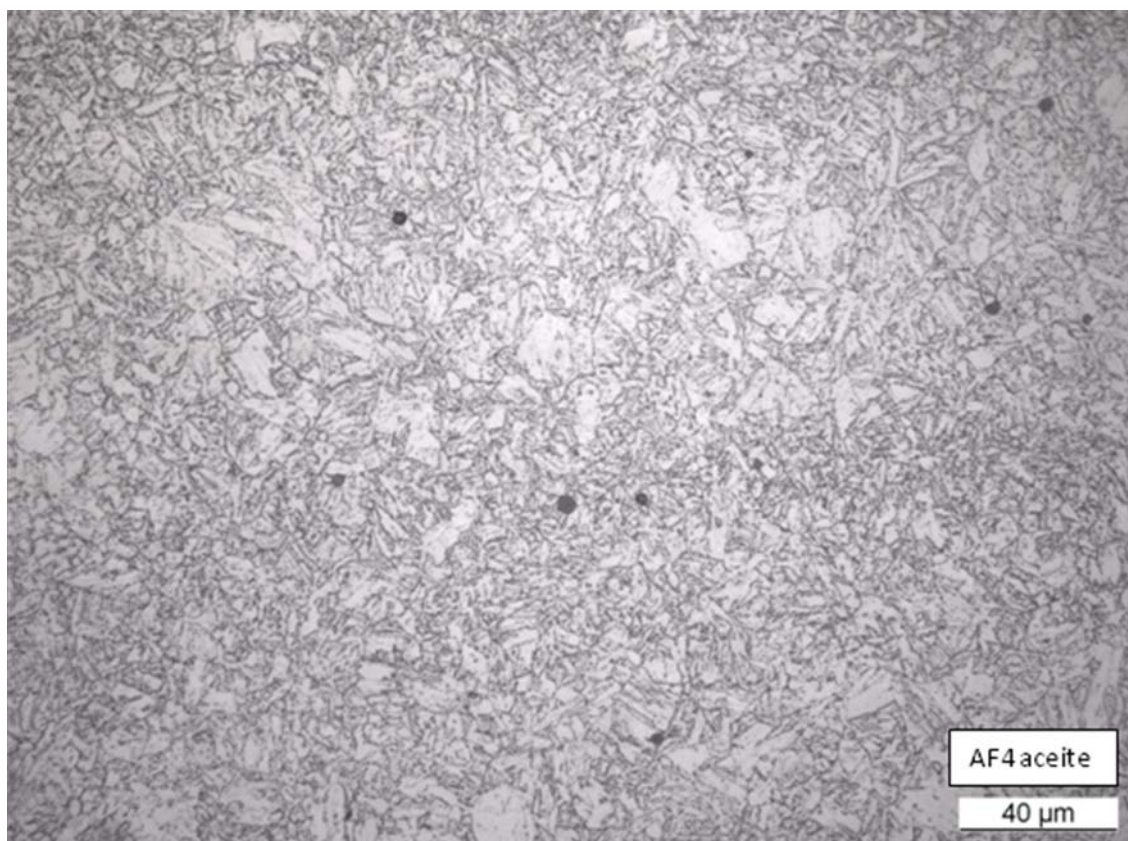
Análisis químico:

	Especificaciones EF2	AF4
C	0.09-0.12	0.13
S	0.005	0.006
N	0.015-0.045	0.006
O	0.01	0.011
Mn	0.2-0.6	0.57
P	0.005	0.007
Si	0.05	0.07
Ni	0.01	0.016
Cr	8.5-9.5	8.49
Mo	0.005	0.002
V	0.15-0.25	0.20
Ta	0.1-0.14	0.16
W	1-1.2	1.05
Ti	0.02	0.003
Cu	0.01	0.01
Nb	0.005	<0,001
Al	0.01	0.003
Co	0.01	0.004
B	0.002	<0,001

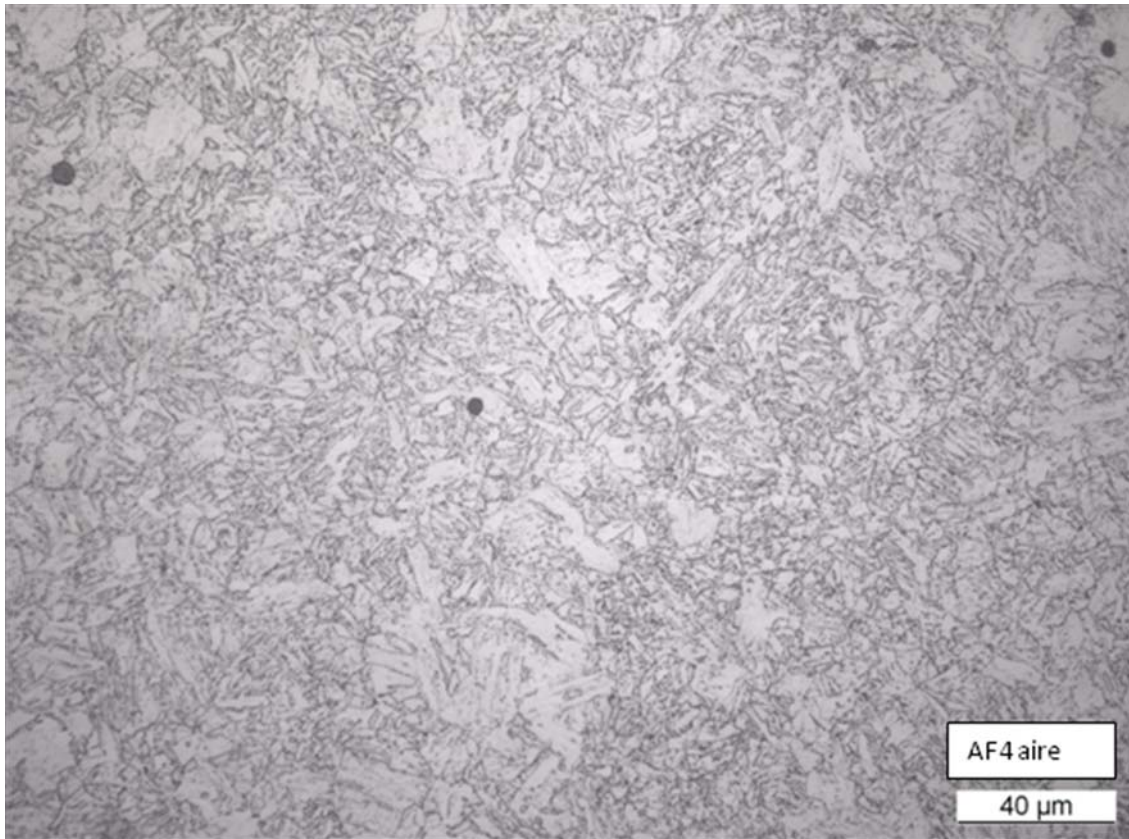
Laminación en caliente: se partió de un lingote de dimensiones 250x245x60mm (coincidiendo la dirección de 250 mm de longitud con la dirección de laminación) y se dio por finalizada al alcanzar un espesor de 14mm.

Tratamiento térmico: Temple 960 °C/ 90min/aire-aceite y revenido 750 °C/ 4 h/ aire

Microestructura: 100% martensita revenida.



Microestructura del AF4 laminado en caliente, templado a 960 °C/ 90min/aceite y revenido 750 °C/ 4 h/ aire.



Microestructura del AF4 laminado en caliente, templado a 960 °C/90min/aire y revenido 750 °C/ 4 h/ aire.

Tamaño de grano: 11-11.5 ASTM

Propiedades mecánicas (temple a 960 °C/ 90min/aire y revenido 750 °C/ 4 h/ aire):

	Límite Elástico (MPa)	Carga de Rotura (MPa)	Alargamiento (%)
Tamb	542	681	20
	530	671	20
550 °C	347	366	21
	355	373	22

Resiliencia (J)		
-20 °C	0 °C	20 °C
165	169	170
159	160	163
137	145	166

Dureza: 234 HV30

Propiedades mecánicas (temple 960 °C/ 90min/aceite y revenido 750 °C/ 4 h/ aire):

	Límite Elástico (MPa)	Carga de Rotura (MPa)	Alargamiento (%)
Tamb	514	665	21
	517	668	22
550 °C	347	372	22
	368	396	21

Resiliencia (J)		
-20 °C	0 °C	20 °C
168	167	174
168	171	170
166	172	161

Dureza: 235 HV30

Laminación en caliente: Además, el acero AF4 también se laminó partiendo de un lingote de dimensiones 150x195x100mm (coincidiendo la dirección de 150 mm de longitud con la dirección de laminación) hasta alcanzar un espesor final de 14mm.

Tratamiento térmico: Temple 960 °C/ 90min/aire y revenido 750 °C/ 4 h/ aire

Propiedades mecánicas:

Resiliencia (J) a 20°C
196
172
191

6.1.5. ASTURFER® 5

Acrónimo: AF5

Diseño de la colada: Lingote de fundición gris. Controlamos la cantidad de pintura refractaria minimizando al máximo su uso para eliminar en la medida de lo posible la contaminación con alúmina.

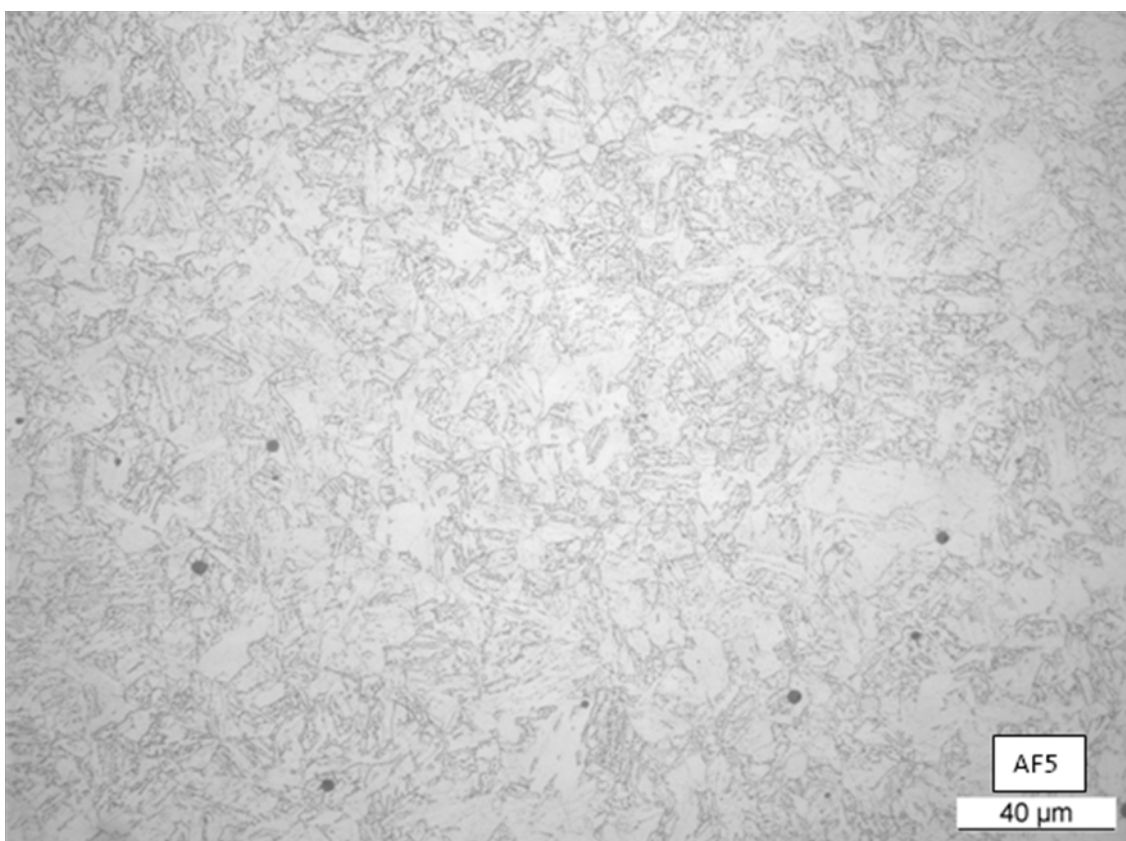
Análisis químico:

	Especificaciones EF2	AF5
C	0.09-0.12	0.11
S	0.005	0.006
N	0.015-0.045	0.008
O	0.01	0.014
Mn	0.2-0.6	0.48
P	0.005	0.006
Si	0.05	0.042
Ni	0.01	0.014
Cr	8.5-9.5	8.67
Mo	0.005	0.002
V	0.15-0.25	0.19
Ta	0.1-0.14	0.11
W	1-1.2	0.77
Ti	0.02	0.003
Cu	0.01	0.009
Nb	0.005	<0,001
Al	0.01	0.004
Co	0.01	0.004
B	0.002	<0,001

Laminación en Caliente: se partió de un lingote de dimensiones 140x245x60 mm (coincidiendo la dirección de 140 mm de longitud con la dirección de laminación) y se terminó al alcanzar un espesor igual a 14mm.

Tratamiento térmico: temple 960 °C/ 90min/aceite y revenido 750 °C/ 4 h/ aire

Microestructura: 100% martensita revenida



Microestructura del AF5 Laminado en caliente, temple a 960 °C/ 90min/aceite y revenido 750 °C/ 4 h/ aire.

Tamaño de grano: 11-11.5 ASTM

Propiedades mecánicas (tras temple a 960 °C/ 90min/aceite y revenido 750 °C/ 4 h/ aire):

Límite Elástico (MPa)	Carga de Rotura (MPa)	Alargamiento (%)	Resiliencia (J) a 20°C
499	650	23	163
			168
503	654	20	176

Dureza: 202 HV30

6.1.6. **ASTURFER® 6**

Acrónimo: AF6

Diseño de la colada: Molde de grafito.

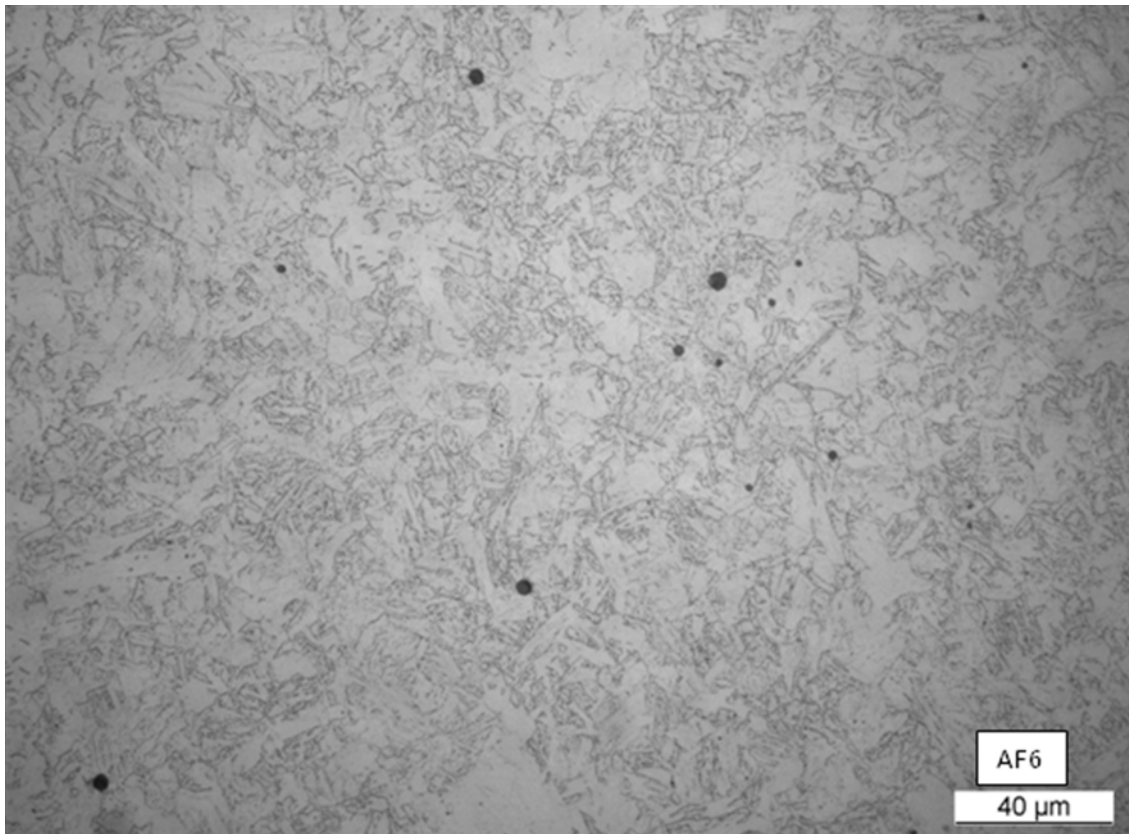
Análisis químico:

	Especificaciones EF2	AF6
C	0.09-0.12	0.12
S	0.005	0.007
N	0.015-0.045	0.005
O	0.01	0.014
Mn	0.2-0.6	0.55
P	0.005	0.004
Si	0.05	0.04
Ni	0.01	0.005
Cr	8.5-9.5	8.67
Mo	0.005	0.002
V	0.15-0.25	0.22
Ta	0.1-0.14	0.13
W	1-1.2	0.95
Ti	0.02	0.003
Cu	0.01	0.005
Nb	0.005	<0,001
Al	0.01	0.004
Co	0.01	0.003
B	0.002	<0.001

Laminación en Caliente: se partió de un lingote de dimensiones 285x195x55 mm (la dirección de 285 mm de longitud coincidía con la dirección de laminación) y la laminación se terminó al alcanzar un espesor de 14mm.

Tratamiento térmico: temple a 960 °C/ 90min/aceite y revenido 750 °C/ 4 h/ aire

Microestructura: 100% martensita revenida



Microestructura del AF6 laminado en caliente, templado a 960 °C/90min/aceite y revenido 750 °C/ 4 h/ aire.

Tamaño de Grano: 11-11.5 ASTM

Propiedades Mecánicas (tras temple a 960 °C/ 90min/aceite y revenido 750 °C/ 4 h/ aire):

Límite Elástico (MPa)	Carga de Rotura (MPa)	Alargamiento (%)	Resiliencia (J) a 20°C
502	648	22	155
			161
504	648	20	168

Dureza : 201 HV30

6.1.7. ASTURFER® 7

Acrónimo: AF7

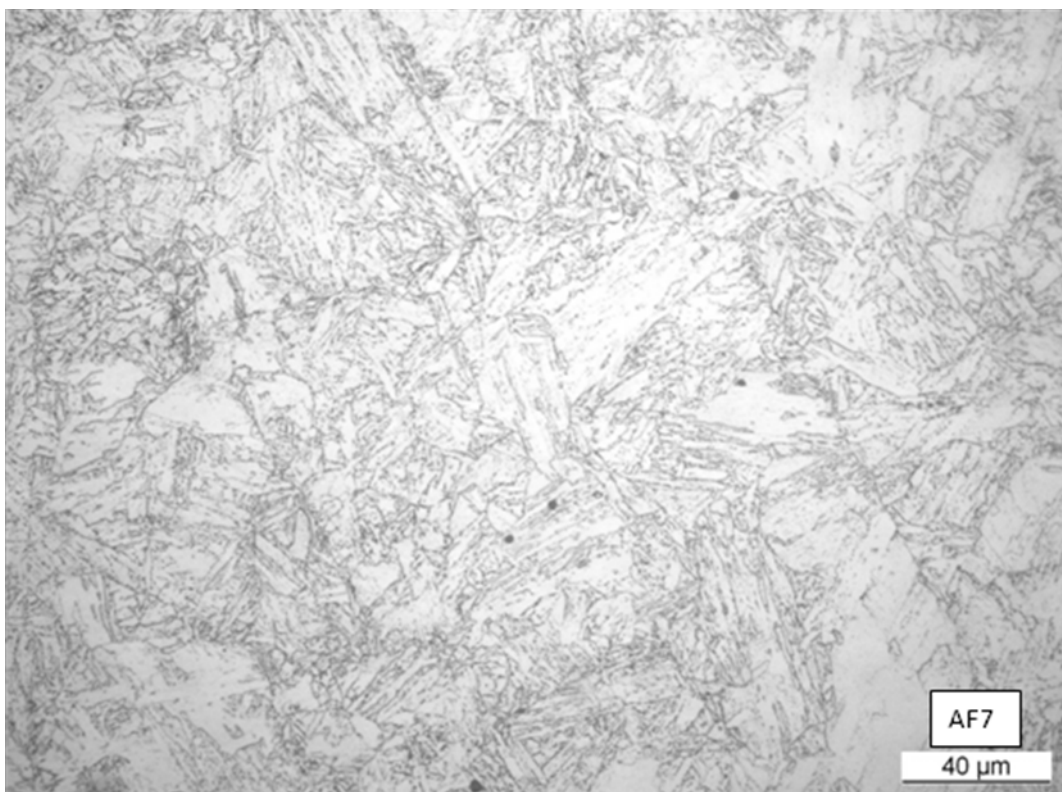
Diseño de la colada: Se utilizó un molde de grafito, pero la temperatura de colada fue 100 °C inferior a la requerida, por lo que se tuvieron problemas en la solidificación del lingote.

Análisis químico:

	Especificaciones EF2	AF7
C	0.09-0.12	0.10
S	0.005	0.004
N	0.015-0.045	0.007
O	0.01	0.02
Mn	0.2-0.6	0.52
P	0.005	0.003
Si	0.05	0.04
Ni	0.01	0.007
Cr	8.5-9.5	8.50
Mo	0.005	0.002
V	0.15-0.25	0.19
Ta	0.1-0.14	0.13
W	1-1.2	0.99
Ti	0.02	0.003
Cu	0.01	0.006
Nb	0.005	<0,001
Al	0.01	0.021
Co	0.01	0.003
B	0.002	<0,001

Tratamiento térmico (en estado bruto de colada): temple 960 °C/ 90min/aceite y revenido 750 °C/ 4 h/ aire

Microestructura: 100% martensita revenida



Microestructura del AF7, templado a 960 °C/ 90min/aceite y revenido 750 °C/ 4 h/ aire.

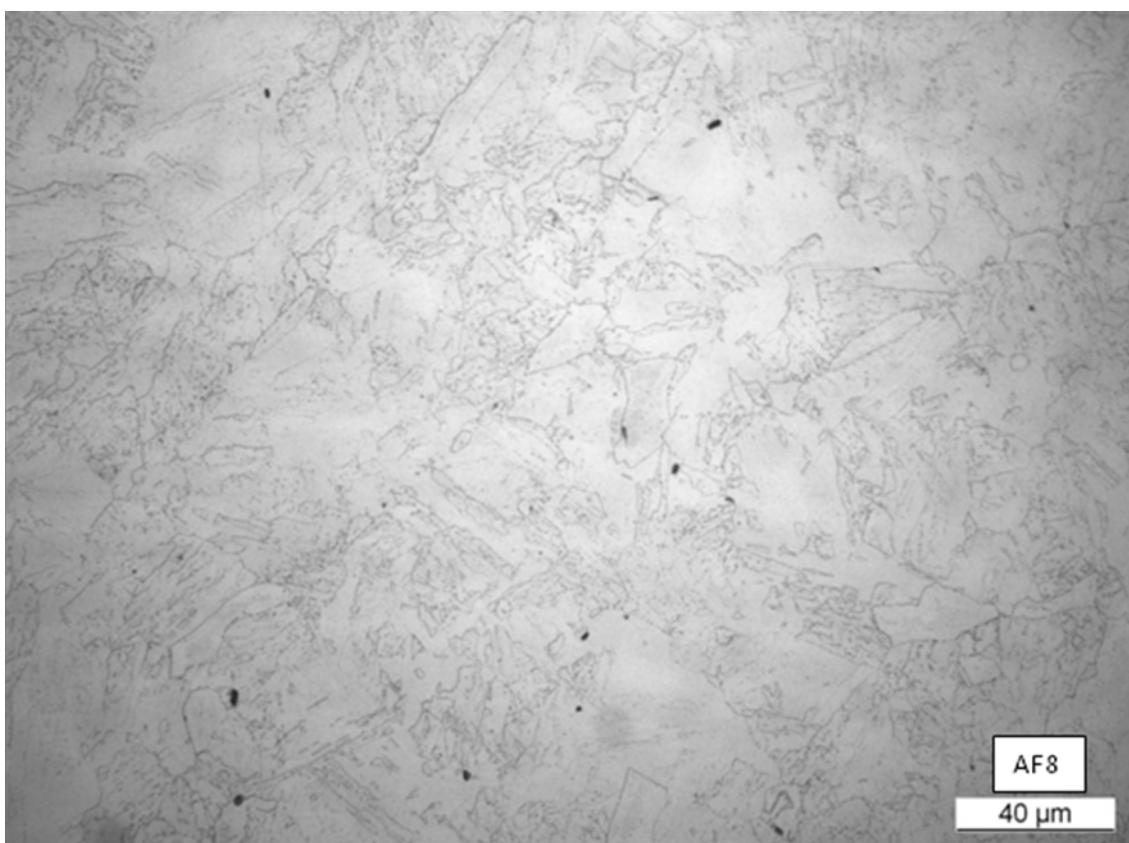
Dureza (en estado bruto de colada): 383 HV30.

Dureza (tras temple 960 °C/ 90min/aceite y revenido 750 °C/ 4 h/ aire): 193 HV30

6.1.8. ASTURFER® 8**Acrónimo:** AF8**Diseño de la colada:** Se utilizó molde de grafito. Se formó una cascarilla en el crisol, impidiendo la obtención del caldo de manera óptima.**Análisis Químico:**

	Especificaciones EF2	AF8
C	0.09-0.12	0.08
S	0.005	0.008
N	0.015-0.045	0.005
O	0.01	0.007
Mn	0.2-0.6	0.54
P	0.005	0.004
Si	0.05	0.05
Ni	0.01	0.008
Cr	8.5-9.5	9.14
Mo	0.005	0.002
V	0.15-0.25	0.20
Ta	0.1-0.14	0.19
W	1-1.2	1.03
Ti	0.02	0.003
Cu	0.01	0.006
Nb	0.005	<0,001
Al	0.01	0.006
Co	0.01	0.003
B	0.002	<0,001

Tratamiento térmico (en estado bruto de colada): temple 960 °C/ 90min/aceite y revenido 750 °C/ 4 h/ aire**Microestructura:** 100% martensita revenida



Microestructura del AF8 templado a 960 °C/ 90min/aceite y revenido 750 °C/ 4 h/ aire.

Dureza (en estado de bruto de moldeo): 353 HV30

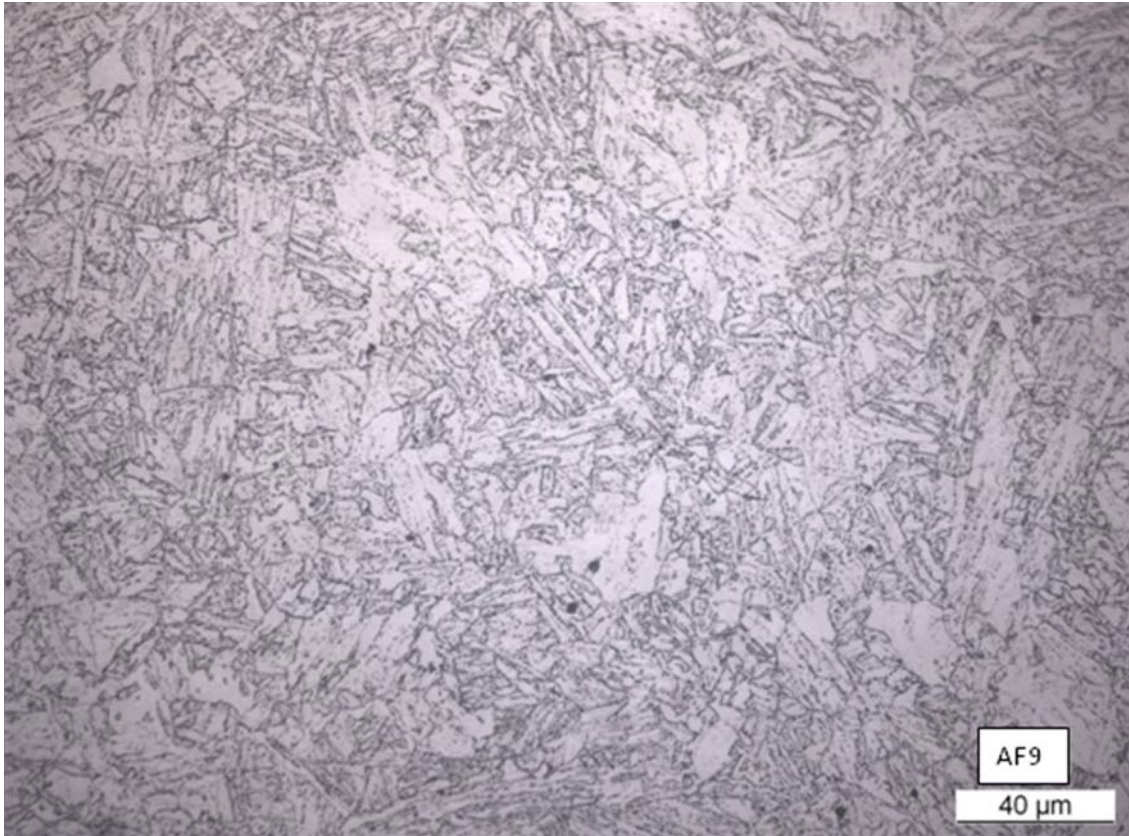
Dureza (tras temple 960 °C/ 90min/aceite y revenido 750 °C/ 4 h/ aire): 192 HV30

6.1.9. ASTURFER® 9**Acrónimo:** AF9**Diseño de la colada:** Se coló en molde de grafito. Se realizó un ajuste adicional de la concentración de aluminio, oxígeno y tántalo.**Análisis Químico:**

	Especificaciones EF2	AF9
C	0.09-0.12	0.10
S	0.005	0.007
N	0.015-0.045	0.005
O	0.01	0.008
Mn	0.2-0.6	0.54
P	0.005	0.003
Si	0.05	0.05
Ni	0.01	0.008
Cr	8.5-9.5	8.74
Mo	0.005	0.002
V	0.15-0.25	0.20
Ta	0.1-0.14	0.19
W	1-1.2	0.99
Ti	0.02	0.003
Cu	0.01	0.005
Nb	0.005	<0,001
Al	0.01	0.003
Co	0.01	0.003
B	0.002	<0,001

Tratamiento térmico (en estado de bruto de colada): Antes de la laminación en caliente, se realizó un tratamiento de homogenización a 1200 °C (enfriamiento al aire) y posteriormente un temple a 960 °C/ 90min/aceite y revenido 750 °C/ 4 h/ aire.

Microestructura: 100 % martensita revenida



Microestructura del AF9, templado a 960 °C/ 90min/aire y revenido 750 °C/ 4 h/ aire.

Dureza HV30: 387 HV30 en estado de bruto de colada sin tratamiento térmico

Dureza (tras temple a 960 °C/ 90min/aceite y revenido 750 °C/ 4 h/ aire): 198 HV30

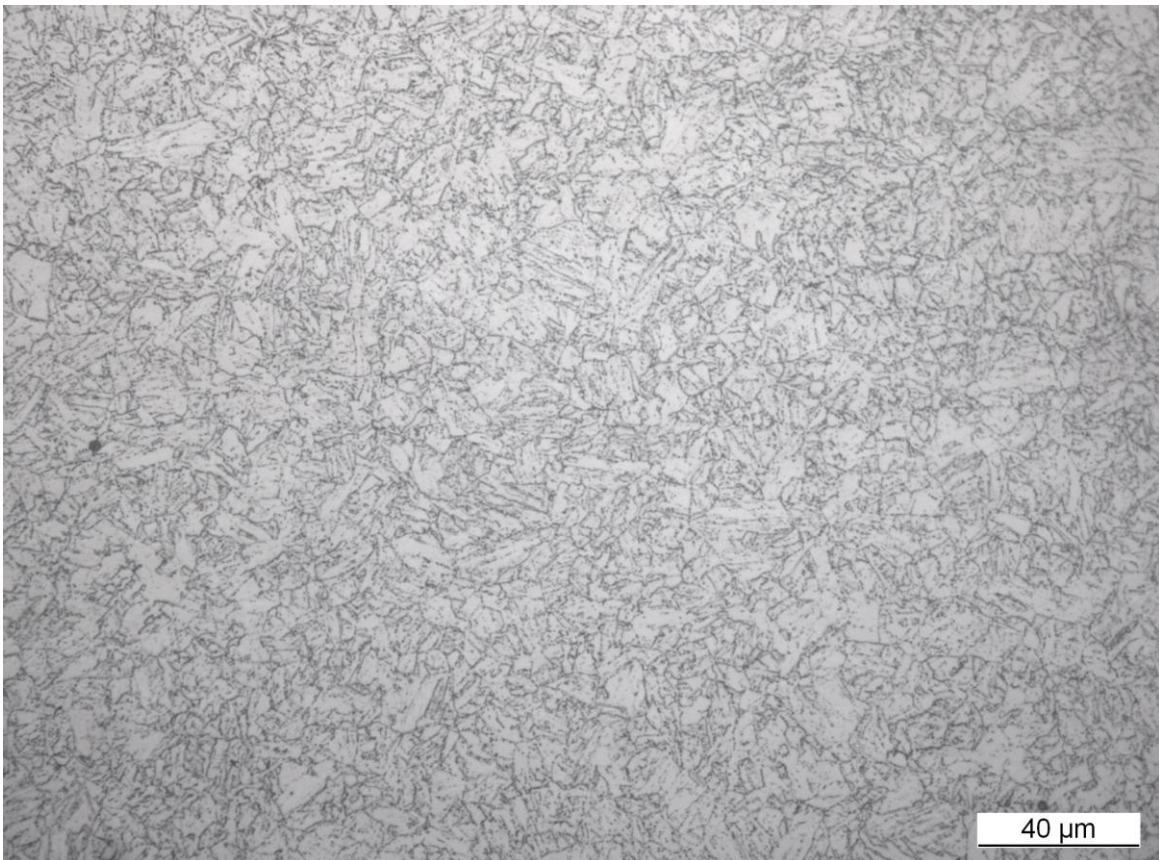
Propiedades Mecánicas:

Resiliencia (J)	
20 °C	181
	193
	206

Laminación en caliente: se partió de un lingote de dimensiones 280x95x55 mm (la dirección de 280 mm de longitud coincidía con la dirección de laminación) y la reducción se terminó al alcanzar un espesor de 14mm.

Tratamiento térmico (en estado de laminación en caliente): Temple 960 °C/ 90min/aire y revenido 750 °C/ 4 h/ aire

Microestructura: 100% martensita revenida.



Microestructura del AF9 laminado en caliente, templado a 960 °C/90min/aire y revenido 750 °C/ 4 h/ aire.

Propiedades Mecánicas:

	Límite Elástico (MPa)	Carga de Rotura (MPa)	Alargamiento (%)
Tamb	481	632	27
550 °C	339	362	18

Resiliencia (J)		
-20 °C	0 °C	20 °C
224	212	213
212	215	230
220	192	222

El límite elástico a temperatura ambiente no cumpliría especificaciones, pero está muy próximo, puede que se deba a inclusiones en la probeta de tracción. Repetimos el ensayo y realizamos otros dos con variaciones en la temperatura de revenido en un caso, y en la temperatura de temple en el otro.

Tratamientos térmicos adicionales:

A: Temple 960 °C/ 90min/aire y revenido 750 °C/ 4 h/ aire

B: Temple 960 °C/ 90min/aire y revenido 720 °C/ 4 h/ aire

C: Temple 920 °C/ 90min/aire y revenido 750 °C/ 4 h/ aire

Propiedades Mecánicas:

		Límite Elástico (MPa)	Carga de Rotura (MPa)	Alargamiento (%)
T amb	A	504	640	23
	B	583	700	21
	C	511	646	25
550 °C	A	304	332	17
	B	332	382	18
	C	310	350	17

	Resiliencia (J)		
	-20 °C	0 °C	20 °C
A	191	167	197
	196	204	196
	203	216	215
B	187	190	196
	85	196	186
	200	176	175
C	167	199	207
	203	200	222
	173	209	210

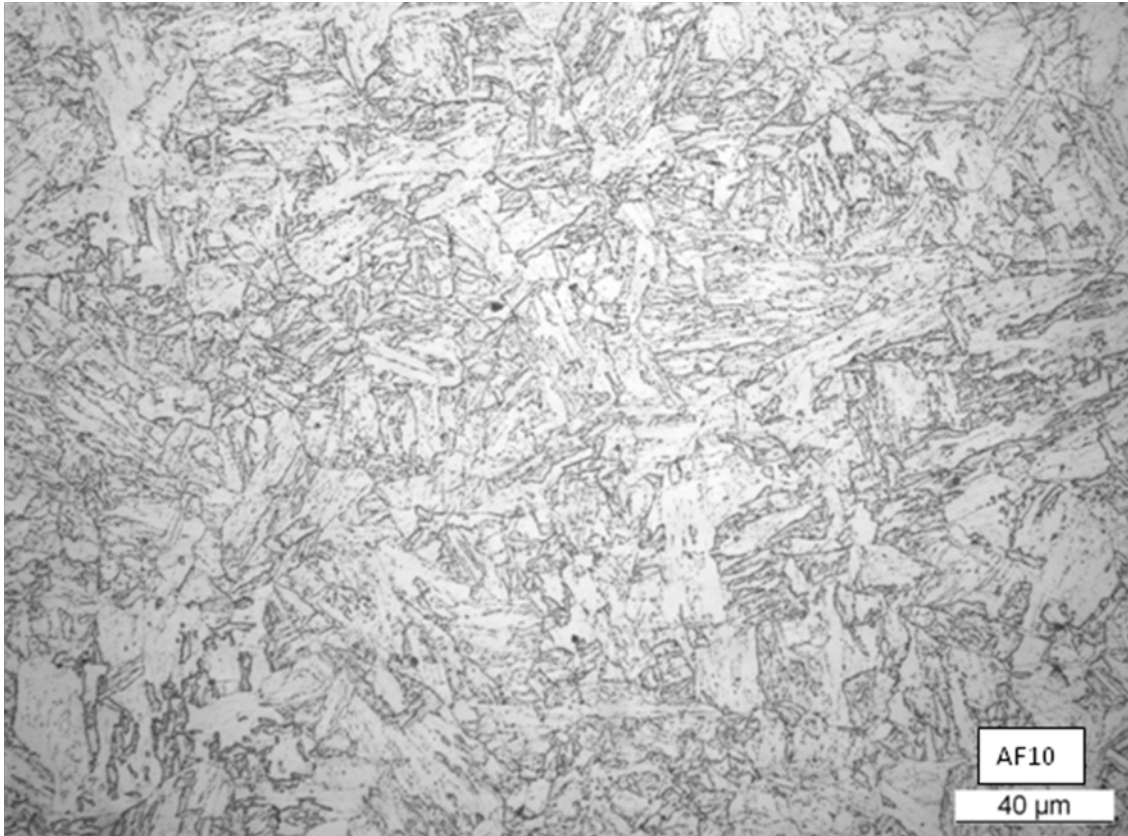
6.1.10. ASTURFER® 10**Acrónimo:** AF10**Diseño de la colada:** Se coló en molde de grafito.**Análisis Químico:**

	Especificaciones EF2	AF10
C	0.09-0.12	0,10
S	0.005	0,008
N	0.015-0.045	0,004
O	0.01	0,014*
Mn	0.2-0.6	0,53
P	0.005	0,005
Si	0.05	0,05
Ni	0.01	0,007
Cr	8.5-9.5	8,57
Mo	0.005	0,002
V	0.15-0.25	0,20
Ta	0.1-0.14	0,19
W	1-1.2	1,00
Ti	0.02	0,004
Cu	0.01	0,006
Nb	0.005	<0.001
Al	0.01	0,028
Co	0.01	0,003
B	0.002	<0.001

*Debido a la incertidumbre de estas medidas, el valor debe tomarse como aproximado.

Tratamiento térmico (en bruto de colada): Antes del tratamiento térmico habitual (temple y revenido) se realizó un tratamiento de homogenización a 1200 °C (enfriamiento al aire) y un temple a 960 °C/ 90min/aceite y revenido 750 °C/ 4 h/ aire.

Microestructura: martensita revenida



Microestructura del AF10 templado a 960 °C/ 90min/aire y revenido 750 °C/ 4 h/ aire.

Dureza (en estado de bruto de colada): 415 HV30

Dureza (tras temple a 960 °C/ 90min/aceite y Revenido 750 °C/ 4 h/ aire): 204 HV30

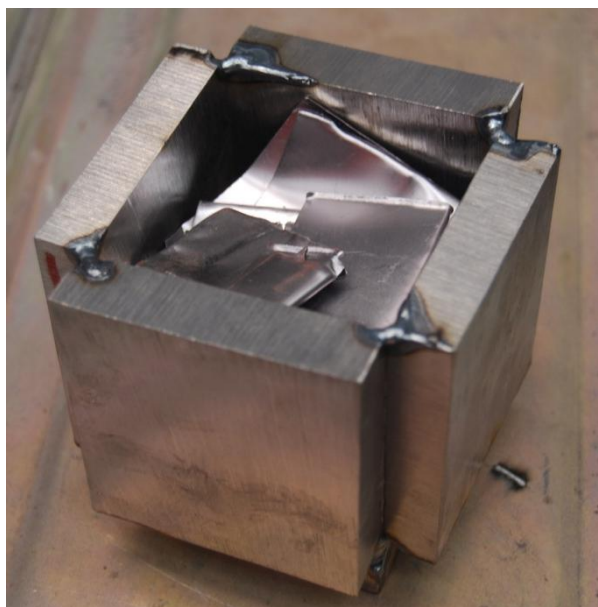
Propiedades Mecánicas:

Resiliencia (J)	
20 °C	179
	182
	154

6.1.1. ASTURFER® 11

Acrónimo: AF11

Diseño de la colada: Se coló en molde de grafito. El cromo se añadió introducido en el interior de una palanquilla mecanizada. Una vez que se alcanzó la temperatura necesaria para tener caldo, se introdujo el tántalo y parte del aluminio en una especie de caja utilizando para ello chapas de palanquilla y el resto de aleantes se introdujeron en un paquete, como se realiza habitualmente (véanse las fotografías adjuntas).

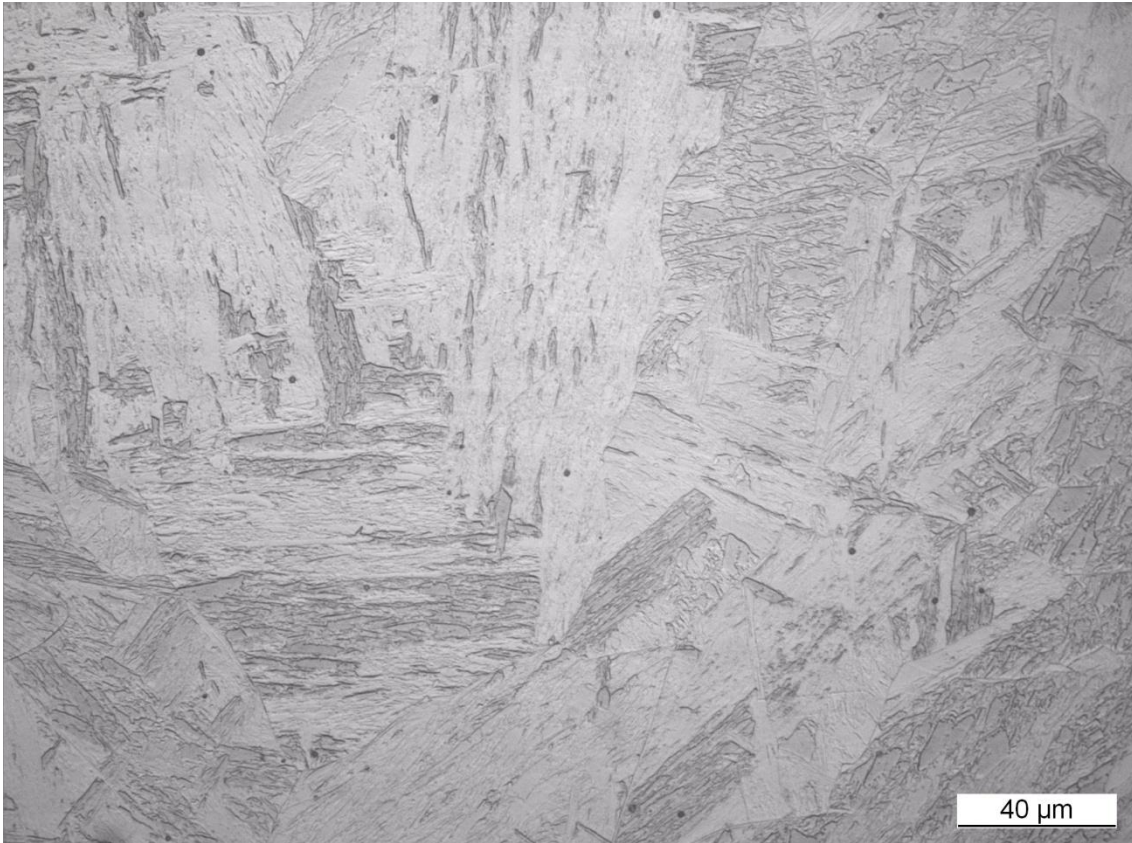


Análisis Químico:

	Especificaciones EF2	AF11
C	0.09-0.12	0,08
S	0.005	0,008
N	0.015-0.045	0,003
O	0.01	0,03*
Mn	0.2-0.6	0,47
P	0.005	0,003
Si	0.05	0,06
Ni	0.01	0,008
Cr	8.5-9.5	8,15
Mo	0.005	0,002
V	0.15-0.25	0,20
Ta	0.1-0.14	0,13
W	1-1.2	1,00
Ti	0.02	0,004
Cu	0.01	0,005
Nb	0.005	<0,001
Al	0.01	0,005
Co	0.01	0,003
B	0.002	<0,001

*Debido a la incertidumbre de estas medidas, el valor debe tomarse como aproximado.

Microestructura (estado bruto de colada): 100 % martensita revenida



Microestructura del AF11 en estado bruto de colada

8. CONCLUSIONES

Las altas restricciones impuestas a los aceros de activación reducida en cuanto a composición química, han requerido la realización de una búsqueda de materias primas de suficiente pureza y a su vez comerciales, para garantizar, tanto el cumplimiento con la especificación de composición química, como la viabilidad económica del proceso de fabricación de este acero a nivel industrial.

Atendiendo a las restricciones que se acaban de indicar, se han elaborado once coladas experimentales de acero de calidad Eurofer en un horno de fusión por inducción de alto vacío y atmósfera controlada (HVIM) a escala de planta piloto (aproximadamente 100 kg por colada experimental). De este modo se ha demostrado en esta tesis doctoral la posibilidad de fabricar en esta escala un acero de calidad tipo Eurofer, que hemos denominado Asturfer[®] que, siendo económicamente viable, cumple con los requisitos de composición química establecidos por EFDA (European Fusion Development Agreement), especialmente en los contenidos de niobio, molibdeno y níquel, elementos radiológicamente indeseables, que incrementarían mucho los tiempos de activación del material con las desventajas económicas y de seguridad que ello supone.

Los lingotes resultantes del proceso de fusión y moldeo se laminaron en caliente siguiendo los parámetros establecidos tras el diseño del programa de laminación adecuado definido mediante dilatometría. Se ha demostrado la imposibilidad de realizar directamente el tratamiento de revenido (revenido a 750 °C) sobre la estructura bruta de laminación de estos aceros (estructura martensítica después del enfriamiento final tras la laminación en caliente), ya que la austenita no recristaliza en el curso de las últimas pasadas en las cajas acabadoras, al menos en las condiciones utilizadas en el proceso de laminación en caliente convencional empleado.

Con la determinación de las curvas CCT (continuous cooling transformation) se obtuvieron los valores de las temperaturas críticas, que en estas calidades se sitúan en torno a 850 °C para la temperatura Ac1 y ligeramente por encima de 900 °C para la temperatura Ac3. La velocidad crítica de temple es de 0.5 °C/s, y la dureza de la estructura 100% martensítica del acero se sitúa en unos 397 HV. Por otro lado, la velocidad de enfriamiento necesaria para ablandar completamente el acero y obtener una estructura ferrítica con cementita globular fue de 0.05 °C/s. La dureza del acero en este estado es 144 HV.

El efecto del wolframio se ha valorado al comparar las dos primeras calidades, que se diferenciaban únicamente en el contenido de dicho elemento, siendo el contenido de la calidad AF1 superior (1.4%) al de la calidad AF2 (1.1%). Esta diferencia en el contenido de wolframio se ha traducido en el aumento del dominio de estabilidad de la fase ferrítica (elemento alfégeno) y en el aumento de la templabilidad del acero, al tiempo que también incrementa en unas 10-20 unidades Vickers la dureza de la microestructura martensítica.

La chapa de 14 mm de espesor obtenida tras la laminación en caliente del acero, se sometió a diferentes tratamientos térmicos de temple y revenido, que se optimizaron hasta fijar el tratamiento térmico final siguiente: austenización a 960 °C, durante 90 min, posterior enfriamiento al aire y revenido a 750 °C, durante 4 h, seguido también de un enfriamiento al aire. La microestructura del acero tras el tratamiento térmico indicado es martensita revenida, sin ferrita δ , de grano fino (11-11.5 ASTM) y con una dureza entre 200 y 240 HV.

También se ha demostrado el cumplimiento de las especificaciones relativas a las propiedades mecánicas, límite elástico, carga de rotura y alargamiento. Por otro lado, el resultado de los ensayos de resistencia al impacto no ha sido uniforme en todas las calidades experimentales, de manera que en algunos casos se obtuvieron resultados inferiores a la especificación. Este problema parece que ha sido motivado por el uso de una relación Al/O inadecuada en algunas calidades, que carecerían del aluminio necesario para fijar todo el oxígeno presente en el acero, en cuyo caso se formarían óxidos de tántalo, que reducirían sensiblemente la tenacidad del producto.

El estudio de los envejecimientos térmicos realizados, hasta un año de duración, ha demostrado la alta estabilidad de la microestructura de este acero a las máximas temperaturas de servicio previstas, 500-550 °C, y el mantenimiento de las propiedades mecánicas fundamentales, hecho que se justifica porque las citadas temperaturas son muy inferiores a la temperatura de revenido del acero Asturfer[®], de 750°C.

La complejidad de las piezas finales que se fabricarán con este tipo de aceros RAFM para trabajar en los futuros reactores de fusión nuclear nos ha llevado igualmente a realizar estudios preliminares adicionales, en los que se han obtenido los prometedores resultados que se detallan a continuación:

1. Se ha definido el tratamiento térmico de ablandamiento necesario para llevar a cabo sin problemas la laminación en frío del acero Asturfer[®] con objeto de fabricar chapas de bajo espesor, que serían el producto base para obtener los distintos componentes de los reactores de fusión.
2. Los resultados de los ensayos de endurecimiento por deformación en frío y del estudio del proceso de recristalización han demostrado la posibilidad de obtener chapas de acero de bajo espesor (de menos de 5 mm) y la posibilidad de restaurar las propiedades mecánicas perdidas en el endurecimiento por deformación plástica, a través de un tratamiento térmico de recristalización, que se aconsejaría llevar a cabo a 650-700 °C, dependiendo de la deformación previa aplicada.
3. El estudio preliminar sobre la soldabilidad de esta calidad Asturfer[®] ha mostrado la posibilidad de realizar uniones soldadas utilizando procesos de soldeo convencionales, con la salvedad de precisar la práctica de un tratamiento térmico postsoldo, con objeto de conseguir que la microestructura y la dureza de la zona afectada térmicamente no difieran de las del acero base. El tratamiento térmico postsoldo recomendado consiste en un calentamiento a 750 °C mantenido durante dos horas.

Finalmente debe mencionarse que este trabajo ha dado lugar al desarrollo de un acero RAFM registrado por la fundación ITMA con la marca Asturfer[®].

