



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

① Número de publicación: **2 342 962**

② Número de solicitud: 200900122

⑤ Int. Cl.:
C22C 16/00 (2006.01)
C22C 14/00 (2006.01)
C22F 1/18 (2006.01)

⑫

PATENTE DE INVENCION

B1

⑫ Fecha de presentación: **16.01.2009**

⑬ Fecha de publicación de la solicitud: **19.07.2010**

Fecha de la concesión: **27.05.2011**

⑮ Fecha de anuncio de la concesión: **08.06.2011**

⑯ Fecha de publicación del folleto de la patente:
08.06.2011

⑰ Titular/es: **Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC)** (Titular al 41 %)
c/ Serrano, 117
28006 Madrid, ES
Instituto Madrileño de Estudios Avanzados "Imdea Materiales" (Titular al 39 %) y
Innovation Scientific Technology Center
"Iskra" (Titular al 20 %)

⑱ Inventor/es: **Sharafutdinov, Alfred;**
Pérez Prado, María Teresa y
Zhilyaev, Alexander

⑲ Agente: **Pons Ariño, Ángel**

⑳ Título: **Fabricación controlada de la fase beta estable en los metales de transición puros del grupo IV del sistema periódico.**

㉑ Resumen:

Fabricación controlada de la fase beta estable en los metales de transición puros del grupo IV del sistema periódico.

Esta invención consiste en un nuevo procedimiento para la fabricación controlada de la fase beta estable a temperatura y presión ambientales en los metales de transición puros del grupo IV del sistema periódico. El proceso, que tiene lugar a temperatura ambiente, consiste en, primero, aplicar una presión sobre la muestra y, posteriormente, manteniendo esta presión, ejercer una deformación de cizalladura sobre la misma. Las presiones y temperaturas requeridas son mucho menores que las necesarias para obtener la fase beta de los metales de transición del grupo IV mediante otras técnicas disponibles, tales como la célula D.A.C.

ES 2 342 962 B1

Aviso: Se puede realizar consulta prevista por el art. 37.3.8 LP.

DESCRIPCIÓN

Fabricación controlada de la fase beta estable en los metales de transición puros del grupo IV del sistema periódico.

5 **Sector de la técnica**

Esta invención se encuadra en el sector de la metalurgia de los elementos metálicos de transición del grupo IV del sistema periódico. Los sectores de aplicación de estos preparados son varios. Se citan aquí, a modo de información, entre otros, la industria nuclear, la industria biomédica y la industria microelectrónica.

10 **Estado de la técnica**

Introducción. Cambios de fase en los metales de transición del grupo IV del sistema periódico

15 Los metales de transición del grupo IV son el titanio (Ti), el circonio (Zr) y el hafnio (Hf). Todos ellos cristalizan con una estructura hexagonal compacta (llamada fase alfa, α) a temperatura y presión ambiente (22°C y 1 atm). Cuando son sometidos a altas presiones o a temperaturas elevadas experimentan un variado número de transformaciones de fase (i.e., cambios en su estructura cristalina) [R. Tewari, D. Srivastava, G.K. Dey, J.K. Chakravarti, and S. Banerjee, J. Nucl. Mater. 383,153 (2008)]. Debido a que la estructura electrónica de la última capa atómica es similar en los tres
20 metales, éstos presentan también propiedades físico-químicas y metalúrgicas comunes.

La red cristalina de los tres metales puros se transforma en una estructura cúbica centrada en el cuerpo cuando se calienta a temperaturas superiores a una dada (882°C en Ti, 862°C en Zr, 1760°C en Hf). Esta nueva fase se denomina
25 fase beta (β). Si, entonces, el material se enfría lentamente por debajo la temperatura mencionada, tiene lugar la transformación inversa, es decir, la red cúbica vuelve a convertirse en una red hexagonal compacta (la fase beta se transforma en fase alfa). Los granos de fase alfa tienen, por lo general, una forma redondeada o equiaxial. Si, por el contrario, el material se enfría rápidamente mediante, por ejemplo, un templado en agua, se genera una fase martensítica, también con estructura hexagonal compacta, llamada fase alfa prima (α'). La morfología de esta fase es acicular (los granos poseen forma de agujas).

30 Aumentos de presión dan lugar también a cambios drásticos en la geometría de la red cristalina de los metales de transición del grupo IV puros que, para presiones crecientes, experimentan la siguiente secuencia de transformación: alfa (α , hexagonal compacta) > omega (ω , hexagonal simple) > beta (β , cúbica centrada en las caras). Las distintas fases generadas mediante la aplicación de presión hidrostática se han observado experimentalmente de forma paulatina
35 durante los últimos 45 años a medida que se desarrollaban métodos cada vez más avanzados para someter los materiales a altas presiones. Las primeras observaciones datan de 1963, año en el que Jamieson [J.C. Jamieson, Science 140, 72 (1963)] observó por primera vez la transformación de la fase alfa a la fase omega (hexagonal simple) mediante difracción de rayos X en estos metales.

40 Los valores de las presiones de transición entre las distintas fases varían para cada metal y son todavía objeto de debate. Los valores de la presión de transición entre las fases alfa y omega publicados para el titanio, el circonio y el hafnio oscilan, respectivamente, entre 2 y 9 GPa, entre 2 y 6.5 GPa, y entre 30 y 35 GPa (1 atm = 1,0132 x 10⁻⁴ GPa) [S.K. Sikka, Y.K. Vohra, and R. Chidambaram, Prog. Mater. Sci. 27, 245 (1982); R. Chidambaram, S.M. Sharma, Bull. Mater. Sci. 22, 153 (1999)]. La fase omega es metaestable y se retiene a temperatura y presión ambientales cuando se
45 disminuye la presión. Los valores de la presión de transición entre las fases omega y beta publicados para el titanio, el circonio y el hafnio, oscilan, respectivamente, entre 87 y 140 GPa, entre 30 y 35 GPa, y alrededor de 71 GPa [H. Xia, S.J. Dulos, A.L. Ruoff, and Y.K. Vohra, Phys. Rev. Lett. 64, 204 (1990), R. Chidambaram, S.M. Sharma, Bull. Mater. Sci. 22, 153 (1999), Y.K. Vohra, P.T. Spencer, Phys. Rev. Lett. 86, 3068 (2001)]. Cuando se reduce la presión por debajo de estos valores se produce la transformación inversa de la fase beta a la fase omega.

50 La dispersión en los valores de la presión de transición ha sido atribuida a variaciones en la composición [R.G. Hennig, D.R. Trinkle, J. Bouchet, S.G. Srinivasan, R.C. Albers, J.W. Wilkins. Nature Mater. 4, 129 (2005)] (por ejemplo, el Nb reduce la presión de transformación y el O la aumenta), del medio mediante el cual se aplica la presión [D. Errandonea, Y. Meng, M. Somayazulu, and D. Häusermann, Physica B 355, 116 (2005); J. Zhang, Y. Zhao, C. Pantea, J. Qian, L.L. Daemen, P.A. Rigg, R.S. Hixson, C.W. Greeff, G.T. Gray III, Y. Yang, L. Wang, Y. Wang, and T. Uchida, J. Phys. Chem. Solids 66, 1213 (2005)], y de la temperatura [Y.K. Vohra, S.K. Sikka, and R. Chidambaram. J. Phys. F9, 1771 (1979)].

60 **Problema metalúrgico abordado**

Actualmente no se conocen métodos para fabricar la fase beta en los metales puros de transición del grupo IV en condiciones ambientales de presión y temperatura. Lograr esto podría tener importantes implicaciones prácticas ya que, por ejemplo, es bien conocido que la temperatura crítica de superconductividad aumenta con la presión, llegando a su valor más alto cuando se produce la transformación a la fase beta [C. Buzea and K. Robbie, Supercond. Sci. Tech. 18, R1 (2005)]. Sin embargo, la fase beta en estos metales puros sólo se ha conseguido sintetizar hasta la fecha en condiciones extremas de presión y temperatura (ver condiciones exactas en apartados anteriores). Además, la fase beta así fabricada no es estable en condiciones ambientales, transformándose en las fases alfa y omega cuando la

temperatura y/o la presión disminuyen. Las propiedades (mecánicas, eléctricas, etc...) de la fase beta del Ti, Zr y Hf no se conocen bien, debido a las dificultades técnicas que conlleva realizar medidas de estas propiedades a altas presiones o a altas temperaturas. Por ello, las aplicaciones del Ti beta, el Zr beta y el Hf beta han sido muy limitadas hasta ahora. Se prevé que un mejor conocimiento de estas propiedades podría abrir nuevos campos de aplicación que en la actualidad son desconocidos.

Métodos utilizados en la actualidad para fabricar la fase beta de los metales de transición del grupo IV del sistema periódico

En la, relativamente corta, historia de los trabajos experimentales de alta presión llevados a cabo en metales de transición puros del grupo IV del sistema periódico, la fase beta se ha obtenido únicamente a altas temperaturas y/o presiones elevadas (ver temperaturas y presiones de transición para cada metal en el apartado anterior). El calentamiento se puede llevar a cabo en un horno convencional. La aplicación de presiones tan elevadas requiere, sin embargo, la utilización de equipos especializados. Los tres metales se procesan de forma idéntica. En la actualidad, la técnica más avanzada es la celda-yunque de diamante, o celda D.A.C. (diamond anvil cell). En [A. Jayaraman, Rev. Mod. Phys. 55, 65 (1983)] se puede encontrar una descripción detallada de este método experimental. Básicamente, la muestra (sólido, líquido o gas) se coloca en un recipiente de acero situado entre dos piezas de diamante pulido con forma de yunque. Mediante las superficies planas de estas piezas se ejercen presiones muy elevadas sobre la muestra. En ocasiones la muestra se sumerge en un medio (sólido, líquido o gaseoso), con el fin de variar la hidrostaticidad de la presión aplicada. Los medios más frecuentemente utilizados son, entre otros, argón, metanol:etanol y NaCl [D. Errandonea, Y. Meng, M. Somayazulu, and D. Häusermann, Physica B 355, 116 (2005)].

Es también posible estabilizar la fase beta a temperatura y presión ambiental en aleaciones de los metales de transición del grupo IV (no en metales puros) mediante un calentamiento por encima de la temperatura de transición entre las fases alfa y beta seguido de un templado en agua [G. Aurelio, A. Fernández-Guillermet, G.J. Cuello, J. Campo, J. Nucl. Mat. 345 (2005) 1-11]. Estas aleaciones deben contener elementos beta estabilizadores, tales como el Nb, el V, el Mo y el Ta, entre otros. El porcentaje en peso de estos elementos aleantes debe ser superior a un valor crítico, que varía para cada metal. Esto, sin embargo, no es posible en los metales puros.

En la base de datos esp@cenet se han encontrado varias patentes en las cuales se describen métodos para fabricar aleaciones de Ti y Zr con buena resistencia a la corrosión. Estos métodos incluyen tratamientos térmicos en la región beta y estabilización de la misma mediante templado, entre otros muchos pasos [por ejemplo, D. Charquet, Zirconium-based alloy having a high resistance to corrosion and to hydriding by water and steam and process for the thermo-mechanical transformation of the alloy, Patente: US2005205175; P.J.G. Barberis, N.J. Rizzi, X.B. Robbe, Fabrication of zirconium alloy semi-product, for production of long products for nuclear reactor fuel assemblies, involves casting ingot and subjecting it to two-stage forging operation, Patente: FR2849866]. Sin embargo, no se ha encontrado en esta base de datos ninguna patente relacionada con la obtención de la fase beta en los metales de transición del grupo IV del sistema periódico mediante compresión y cizalla.

Descripción de la invención

Breve descripción de la invención

Este método consiste en procesar el material inicial utilizando esfuerzos de compresión y cizalladura. La microestructura resultante contiene la fase beta del metal puro que es estable en condiciones de presión y temperatura ambiente (1 atm y 22°C).

Descripción detallada de la invención

La invención es un método de procesado novedoso y poco costoso para la fabricación de la fase beta en metales puros de transición del grupo IV del sistema periódico, estable a temperatura ambiente y 1 atm. Se parte de una muestra del material inicial con una estructura cristalina hexagonal compacta, que llamaremos "fase alfa". El aparato empleado es una prensa de torsión a alta presión, que ha sido utilizada anteriormente para reducir el tamaño de grano en materiales metálicos [A.P. Zhilyaev and T.G. Langdon, Prog. Mater. Sci. 53, 893 (2008)] (ver figura 1). Esta prensa consta de un soporte inferior (marcado con el número 1 en la figura 1), sobre el que se coloca la muestra (señalada con el número 2 en la figura 1), y un émbolo (marcado con el número 3 en la figura 1), mediante el cual se ejerce presión sobre la muestra y el cual, simultáneamente, gira a una velocidad prefijada (ver figura 1). Para obtener la fase beta es necesario, en primer lugar, aplicar presiones superiores a un valor mínimo, y, en segundo lugar, manteniendo la presión aplicada, hacer girar el émbolo un número mínimo de revoluciones completas o fracciones de éstas. El proceso se puede llevar a cabo en un amplio rango de temperaturas, que incluye la temperatura ambiente. Finalmente, la muestra resultante se saca de la prensa y se pone al aire libre, no requiriendo ningún tratamiento térmico o mecánico posterior. Se ha comprobado que la muestra obtenida contiene fase beta, que permanece estable. La presencia de la fase beta se puede detectar mediante difracción de rayos X a temperatura ambiente. Este proceso podría ser llevado a cabo en otro tipo de prensas, siempre y cuando éstas permitan aplicar, simultáneamente, esfuerzos de compresión y cizalladura, o torsión.

La obtención de la fase beta termodinámicamente estable a 22°C y 1 atm en los tres metales puros de transición del grupo IV del sistema periódico es posible gracias a la aplicación simultánea de esfuerzos de compresión y cizalladura, siguiendo la secuencia descrita en el párrafo anterior. La aplicación exclusiva de sólo un tipo de esfuerzo (bien de compresión o bien de cizalladura) no da lugar a la aparición de la fase beta estable.

Los valores concretos de presión y número de revoluciones son específicos para cada material metálico y son determinados en cada caso. Las presiones requeridas están relacionados con las presiones de transición entre las fases omega y beta correspondientes a experimentos realizados en celdas D.A.C. Así, se prevé que las presiones necesarias para estabilizar la fase beta en titanio puro y en hafnio puro serán superiores a las requeridas para estabilizar esta fase en circonio puro. El valor de la presión necesaria dependerá también de la cantidad y naturaleza de los elementos traza presentes en el metal puro. Así, elementos beta estabilizadores, tales como el niobio (Nb) o el vanadio (V), contribuirán a disminuir la presión requerida, mientras que elementos alfa estabilizadores, tales como el oxígeno (O) o el nitrógeno (N), darán lugar a un aumento de la presión necesaria.

Mediante el proceso descrito es factible fabricar piezas de varios tamaños, dado que las presiones requeridas no son muy elevadas. La presión necesaria será mayor a medida que aumenta el tamaño de la muestra procesada.

Ventajas frente a otros métodos existentes

En esta memoria se describe un método de fabricación de la fase beta en metales puros de transición del grupo IV del sistema periódico alternativo a los existentes en la actualidad. Las ventajas de este método son, en primer lugar, que permite obtener la fase beta estable a temperatura ambiente y a 1 atm. En segundo lugar, la fase beta se sintetiza utilizando presiones muy inferiores a las requeridas mediante los métodos disponibles en la actualidad, tales como la celda D.A.C. En tercer lugar, el proceso tiene lugar a temperaturas inferiores a las requeridas por otros métodos.

Breve descripción del contenido de las figuras

Figura 1. Esquema de una prensa de torsión a alta presión con la acción de movimiento de cizalladura.

Figura 2. Difractograma, a temperatura ambiente, obtenido mediante difracción de rayos X correspondiente a circonio puro procesado mediante torsión a alta presión a temperatura ambiente, utilizando una presión de 6 GPa y 5 revoluciones del émbolo. Las líneas negras indican los picos correspondientes al circonio beta. En el eje de las abscisas se representa el ángulo de difracción en grados y en el eje de las ordenadas se representa la intensidad (en número de cuentas).

Figura 3. Difractograma, a temperatura ambiente, obtenido mediante difracción de rayos X correspondiente a circonio puro procesado mediante torsión a alta presión a temperatura ambiente, utilizando una presión de 3 GPa y 5 revoluciones del émbolo. Las líneas negras gruesas indican los picos correspondientes al circonio beta. En el eje de las abscisas se representa el ángulo de difracción en grados y en el eje de las ordenadas se representa la intensidad (en número de cuentas).

Ejemplo de realización de la invención

Fabricación de circonio beta en circonio puro mediante compresión y cizalladura

Como ejemplo de aplicación del método expuesto en líneas anteriores se fabricó de forma controlada circonio beta puro mediante compresión y cizalla. Para ello se partió de un disco de circonio puro de 10 mm de diámetro y 1 mm de espesor. El material de partida contenía tan sólo pequeñas cantidades de impurezas. La naturaleza y fracción (en ppm) de elementos traza presentes se detalla en la Tabla 1. La microestructura estaba formada por granos equiaxiales con un tamaño de grano de aproximadamente 17 micras y poseía una textura típica de laminación, con planos basales inclinados aproximadamente 25° con respecto al plano de laminación.

El proceso de fabricación se llevó a cabo a temperatura ambiente (en el dispositivo que se muestra en la figura 1), utilizando una presión de 6 GPa y, a continuación, manteniendo esta presión, se hizo girar el émbolo 5 revoluciones completas. La microestructura resultante se caracterizó a temperatura ambiente mediante difracción de rayos X en un difractómetro Xpert-Pro Panalytical con un goniómetro PW3050/60 y utilizando radiación Cu K α . Se barrieron ángulos 2 θ comprendidos entre 25° a 140°, en intervalos discretos de 0.017°. La figura 2 muestra el difractograma de rayos X correspondiente a la misma. La presencia de circonio beta, cuyos picos de difracción están señalados mediante líneas negras gruesas, se puede advertir claramente. La posición exacta de estos picos, así como los parámetros de red correspondientes a los distintos planos cristalinos correspondientes, se muestra en la Tabla 2.

El proceso de fabricación se realizó también en otra muestra del mismo material (ver Tabla 1), utilizando el mismo dispositivo (ver figura 1) y esta vez usando una presión de 3 GPa y, manteniendo esta presión, haciendo girar el émbolo 5 revoluciones completas. La microestructura resultante se caracterizó a temperatura ambiente mediante difracción de rayos X en un difractómetro Xpert-Pro Panalytical con un goniómetro PW3050/60 y utilizando radiación Cu K α .

ES 2 342 962 B1

Se barrieron ángulos 2θ comprendidos entre 25° a 140° , en intervalos discretos de 0.017° . La figura 3 muestra el difractograma de rayos X correspondiente a la misma. La presencia de circonio beta, cuyos picos de difracción están señalados mediante líneas negras gruesas, se puede advertir claramente. La posición exacta de estos picos, así como los parámetros de red correspondientes a los distintos planos cristalinos correspondientes, se muestra en la Tabla 2.

5

TABLA 1

Elementos traza presentes en el Zr puro utilizado (en ppm)

10

| | | | | | |
|------------|-----------|------------|----------------|---------------|--------------|
| Fe | Mn | Hf | S | Nd | Zr |
| 330 | 27 | 452 | <550 | <50 | Resto |

15

20

TABLA 2

Ángulo de Bragg (2θ) y parámetro de red (d) correspondiente a los picos de difracción de la fase beta en Zr puro

25

| 2θ ($^\circ$) | d (Å) | (hkl) |
|---------------------------------------------------|---------------------------|--------------|
| 35.5534 | 2.522960 | 110 |
| 51.1600 | 1.784000 | 200 |
| 63.8501 | 1.456630 | 211 |
| 75.2681 | 1.261480 | 220 |
| 86.1085 | 1.128300 | 310 |
| 96.8093 | 1.029990 | 222 |
| 107.7573 | 0.953588 | 321 |
| 119.4334 | 0.892000 | 400 |
| 132.6748 | 0.840986 | 411 |
| 149.7989 | 0.797829 | 420 |

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

5 1. Método de fabricación controlada de metales puros de transición del grupo IV del sistema periódico de los elementos **caracterizado** porque de él resulta la fase beta del metal, termodinámicamente estable a temperatura ambiente (22°C y 1 atm).

10 2. Método de fabricación controlada de metales puros de transición del grupo IV del sistema periódico, según la reivindicación 1, **caracterizado** porque comprende, en primer lugar, la aplicación de una presión de compresión y, en segundo lugar, manteniendo esta presión, la aplicación de una deformación de cizalladura.

3. Método de fabricación controlada de metales puros de transición del grupo IV del sistema periódico, según las reivindicaciones 1 y 2, **caracterizado** porque comprende los siguientes pasos de proceso:

15 a) Colocación de la muestra en el soporte inferior de la prensa.

b) Se eleva la temperatura de la muestra hasta un valor que depende del metal en proceso.

20 c) Aplicación de una presión de compresión superior a un valor mínimo que dependerá del metal procesado y de la naturaleza y cantidad de elementos traza presentes en el mismo.

d) Aplicación de una deformación por cizalladura superior a un valor mínimo que dependerá del metal procesado y de la naturaleza y cantidad de elementos traza presentes en el mismo.

25 4. Método de fabricación controlada de metales puros de transición del grupo IV del sistema periódico mediante compresión y cizalladura, de acuerdo con las reivindicaciones 1, 2 y 3, **caracterizada** porque la formación de la fase beta tiene lugar en un intervalo amplio de temperaturas (paso b en la reivindicación 3), que incluye la temperatura ambiente.

30 5. Método de fabricación controlada de metales puros de transición del grupo IV del sistema periódico mediante compresión y cizalladura, de acuerdo con las reivindicaciones 1, 2, 3 y 4 en una realización no limitativa para el caso particular del circonio (Zr) puro a temperatura ambiente, **caracterizada** por que la presión aplicada está en el rango entre 3 GPa y 6 GPa, mientras que el número de revoluciones es de 5.

35 6. Método de fabricación controlada de metales puros de transición del grupo IV del sistema periódico mediante compresión y cizalladura, de acuerdo con las reivindicaciones 1, 2, 3, 4 y 5, **caracterizada** por el bajo coste, debido a la utilización de equipos mecánicos convencionales y a la relativa sencillez operativa del procesado.

40 7. Utilización de la fase beta de los metales puros de transición del grupo IV del sistema periódico obtenida mediante compresión y cizalladura de acuerdo con las reivindicaciones anteriores, 1, 2, 3, 4, 5 y 6, en aquellos sectores industriales en que se requiera alta resistencia mecánica, buena biocompatibilidad y buenas propiedades electro-superconductoras.

45 8. Utilización de la fase beta de los metales puros de transición del grupo IV del sistema periódico obtenida mediante compresión y cizalladura de acuerdo con las reivindicaciones anteriores, 1, 2, 3, 4, 5 y 6, especialmente, en las industrias, nuclear, biomédica y microelectrónica.

50

55

60

65

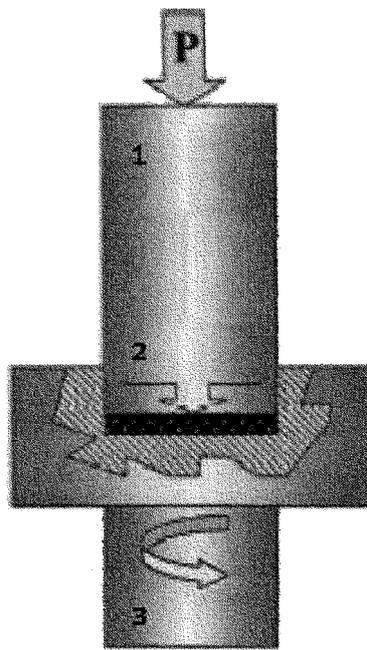


FIG. 1

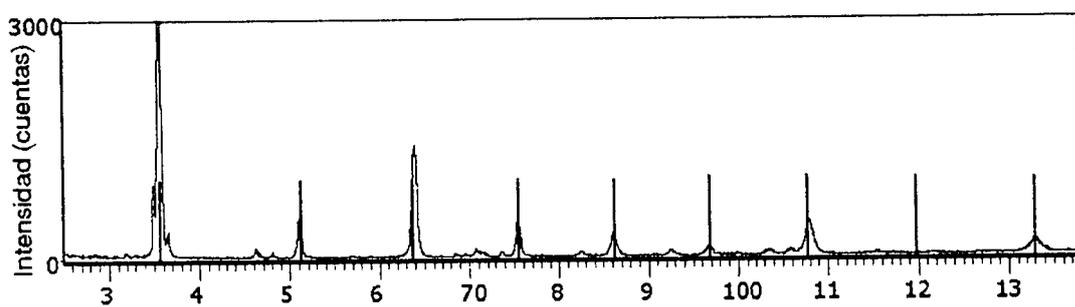


FIG. 2

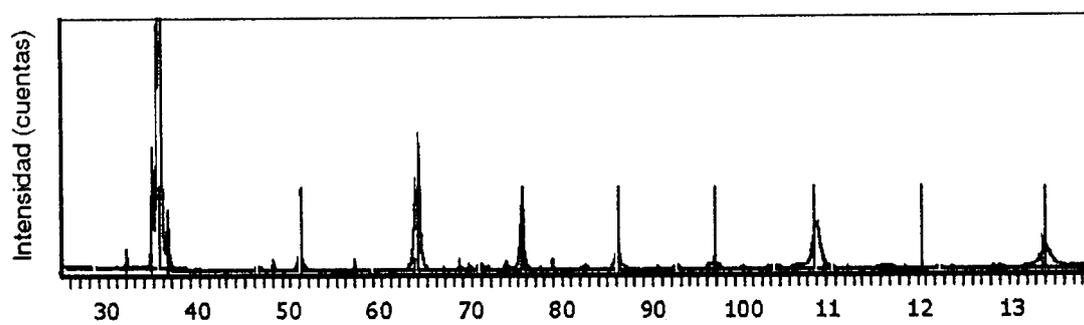


FIG. 3



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

① ES 2 342 962

② N° de solicitud: 200900122

③ Fecha de presentación de la solicitud: 16.01.2009

④ Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑤ Int. Cl.: Ver hoja adicional

DOCUMENTOS RELEVANTES

| Categoría | ⑥ Documentos citados | Reivindicaciones afectadas |
|-----------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------|
| X | PÉREZ-PRADO, M.T "Bulk nanocrystalline omega-Zr by high-pressure torsion" Scripta Materialia. 26.10.2007 [online] Vol. 58 páginas 219-222, todo el documento. | 1-8 |
| X | ZHILYAEV, A.P. et al. "Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications" Progress in Materials Science. 15.07.2008 Vol. 53 páginas 893-979; apartados 2.2, 4.6, 10.2. | 1-8 |
| X | YOSHIKAZU TODAKA et al. "Bulk submicrocrystalline omega-Ti produced by high-pressure torsion straining" Scripta Materialia. 28.05.2008 [online] Vol. 59 páginas 615-618, páginas 615, 616, Fig.4. | 1-6 |
| X | STOLYAROV, V. V. et al. "A two step SPD processing of ultrafine-grained titanium" Pergamon. Octubre 1999 Vol. 11 N° 7 páginas 947-954; apartados Experimental Procedures, Microstructure. | 1-6 |

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe

13.05.2010

Examinador

V. Balmaseda Valencia

Página

1/4

CLASIFICACIÓN DEL OBJETO DE LA SOLICITUD

C22C 16/00 (2006.01)

C22C 14/00 (2006.01)

C22F 1/18 (2006.01)

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

C22C, C22F

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI,NPI,XPESP,HCAPLUS

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 13.05.2010

Declaración

| | | |
|--------------------------------------------------|----------------------|-----------|
| Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986) | Reivindicaciones 1-8 | SÍ |
| | Reivindicaciones | NO |
| Actividad inventiva (Art. 8.1 LP 11/1986) | Reivindicaciones | SÍ |
| | Reivindicaciones 1-8 | NO |

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de **aplicación industrial**. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión:

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como ha sido publicada.

1. Documentos considerados:

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

| Documento | Número Publicación o Identificación | Fecha Publicación |
|-----------|------------------------------------------------------|-------------------|
| D01 | Scripta Materialia Vol.58 páginas 219-222. | 26-10-2007 |
| D02 | Progress in Materials Science Vol.53 páginas 893-979 | 15-07-2008 |
| D03 | Scripta Materialia Vol. 59 páginas 615-618 | 28-05-2008 |
| D04 | Pergamon Vol. 11 N°7 páginas 947-954 | Oct-1999 |

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración

El objeto de la presente invención es un método de obtención de una fase beta en metales de transición del grupo IV del sistema periódico utilizando esfuerzos de compresión y cizalladura, el material resultante y su uso en la fabricación de superconductores eléctricos, dispositivos microelectrónicos y elementos biocompatibles.

En el documento D01 se describe un método de obtención de la fase omega en zirconio que comprende colocar una muestra de zirconio en un soporte inferior de una prensa de torsión a alta presión, aplicar una presión de compresión de 6 GPa durante 5min a temperatura ambiente, mediante la acción de un émbolo de la prensa de torsión a alta presión, y aplicar una deformación de cizalladura a la muestra mediante el giro del émbolo de la prensa de torsión a alta presión siendo 5 el número de revoluciones. Así mismo se destaca, el uso del material resultante en centrales nucleares y como material biocompatible (todo el documento).

El documento D02, relativo a los fundamentos y aplicaciones de la prensa de torsión a alta presión para el procesamiento de metales, describe un método de procesamiento de titanio y zirconio que comprende colocar una muestra del metal en un soporte inferior de una prensa de torsión a alta presión, aplicar una presión de compresión de 5 y 6 GPa respectivamente a temperatura ambiente, mediante la acción de un émbolo de la prensa de torsión a alta presión, y aplicar una deformación de cizalladura a la muestra mediante el giro del émbolo de la prensa de torsión a alta presión siendo 5 el número de revoluciones.

A su vez, destaca las propiedades de los materiales resultantes y sus aplicaciones en superconductores eléctricos, dispositivos microelectrónicos y elementos biocompatibles (apartados 2.2, 4.6, 10.2).

En el documento D03 se describe un método de obtención de la fase omega en titanio submicrocristalino que comprende colocar una muestra del titanio en un soporte inferior de una prensa de torsión a alta presión, aplicar una presión de compresión comprendida entre 1.5G- 5GPa, mediante la acción de un émbolo de la prensa de torsión a alta presión, y aplicar una deformación de cizalladura a la muestra mediante el giro del émbolo de la prensa de torsión a alta presión siendo 5 el número de revoluciones. A continuación, se eleva la temperatura hasta 150°C durante 3.6ks (páginas 615, 616, Fig.4).

El documento D04 describe un método de obtención de nano-titanio que comprende colocar una muestra del titanio en un soporte inferior de una prensa de torsión a alta presión, aplicar una presión de compresión de 1.5GPa a temperatura ambiente o 450°C, mediante la acción de un émbolo de la prensa de torsión a alta presión, y aplicar una deformación de cizalladura a la muestra mediante el giro del émbolo de la prensa de torsión a alta presión siendo 3 el número de revoluciones (apartados Experimental Procedures, Microstructure).

Así por tanto las características técnicas recogidas en las reivindicaciones 1-8 están divulgadas en los documentos D01-D04, con la excepción de la obtención de una fase beta estable. Si bien se podría reconocer novedad al objeto de dichas reivindicaciones, no es posible reconocer actividad inventiva dado que, siendo conocido en el estado de la técnica la estabilidad de las distintas fases de los metales de transición del grupo IV, en especial Zr (ver documento D01(figura 3)) y dado el amplio margen reivindicado en las variables de procesamiento, un experto en la materia, en el ejercicio de un actividad inventiva, podría llegar a la obtención de la fase beta estable a temperatura ambiente siguiendo los procedimientos descritos en D01-D04 que son además idénticos al recogido en las reivindicaciones 1-6 de la solicitud.

En consecuencia, la invención definida en las reivindicaciones 1-8 de la presente solicitud carece de actividad inventiva (Artículo 8(1) de la L.P.)