

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 416 131**

51 Int. Cl.:

**C22F 1/04** (2006.01)

**C22F 1/18** (2006.01)

**B21K 1/58** (2006.01)

**B21K 1/62** (2006.01)

**B23K 20/12** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.11.2002 E 02026611 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **03.04.2013 EP 1321199**

54 Título: **Método para la preparación de titanio de grano ultrafino y artículos de aleación de titanio y artículos preparados por dicho método**

30 Prioridad:

**18.12.2001 US 22882**

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

**30.07.2013**

73 Titular/es:

**THE BOEING COMPANY (100.0%)  
100 NORTH RIVERSIDE  
CHICAGO, IL 60606-1596, US**

72 Inventor/es:

**KEENER, STEVEN G. y  
LITWINSKI, EDWARD**

74 Agente/Representante:

**DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto**

**ES 2 416 131 T3**

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

## DESCRIPCIÓN

Método para la preparación de titanio de grano ultrafino y artículos de aleación de titanio y artículos preparados por dicho método

Campo técnico

La presente invención está relacionada en general con un método para la preparación de artículos de titanio y aleaciones de titanio, y más específicamente con un método para la preparación de artículos de titanio de grano ultrafino y de aleaciones de titanio, y artículos preparados para dicho método.

Antecedentes de la técnica

En la actualidad y en la fabricación de titanio y de artículos de aleaciones de titanio, se incluyen procesos térmicos o procesos de tratamiento térmico. Estas etapas tienen por fin el poder asegurar que la dimensión del grano del material se produce y se mantiene en un nivel que es todo lo más pequeño posible. Como tal, es una práctica normal la utilización de un recocido completo, es decir, una recristalización, o bien al menos unas etapas de tratamiento térmico de eliminación de tensiones, en conjunción con cualquier trabajo en frío o para la conformación ejecutada en el material. Se han hecho tentativas exhaustivas para eliminar estas etapas de procesos de fabricación del tratamiento térmico, que pueden ascender a aproximadamente el 20% de los costos asociados con la producción de titanio o de artículos de aleaciones de titanio, tales como un fijador, un remache, un perno de bloqueo o bien un pasador roscado.

La dimensión del grano de un material formado es crítica tanto para su ductilidad como para su resistencia entre otras propiedades. En general, las dimensiones de los granos mayores que el nivel ASTM 3 no son deseables para la mayoría de los trabajos en frío o para las operaciones de conformación en frío. La dimensión duplexada del grano, definida como una diferencia significativa en la dimensión del grano depende de la localización, debiéndose evitar. La dimensión del grano es de especial importancia, y generalmente se incrementa en el grado de importancia conforme se realiza el material o bien se deforma mecánicamente hacia unos niveles mayores. Como regla general, cuanto más fino sea el grano, mejor será la confortabilidad resultante. Las investigaciones realizadas por Gysler y otros en la "Influencia de la dimensión del grano sobre la ductibilidad de las Aleaciones de Titanio Endurecidas por el envejecimiento" y las investigaciones de Thomas y otros sobre la Agitación por Fricción excepto la Soldadura", que se incorporan aquí como referencia, han sido documentadas en la relación directamente proporcional entre la dimensión de grano más pequeño y las propiedades de materiales mejorados en las aleaciones de titanio.

La soldadura de agitación por fricción ("FSW"), o más generalmente el proceso por agitación de fricción ("FSP") es un proceso de estado sólido que utiliza una herramienta no consumible para unir varios tipos de metales. Cuando una herramienta de rotación FSP se inserta dentro y atraviesa a través de los materiales, la herramienta plastifica los materiales y fuerza los materiales para fluir alrededor en donde se reconsolidan. Tal como se ha demostrado con los materiales de aleaciones de aluminio, el proceso FSP produce unas estructuras de materiales de grano ultra fino en la zona de "pepitas" del material procesado. A partir de pruebas con los materiales de aleaciones de aluminio, se ha determinado que este material de "pepitas" resultante ha demostrado unas propiedades mejoradas de los materiales, en donde la mayoría de los mismos dependen directamente del tamaño del grano.

El documento "Metalurgia Física para Ingenieros", 1962, de la firma Affiliated East-West Press Ltd, páginas 152-153, describe y compara las propiedades mecánicas de la austenita de grano grande y de grano pequeño. El documento describe el titanio solo como un inhibidor de granos.

El documento EP1162283 expone un método de reforzamiento selectivo de miembros estructurales, hechos posiblemente de titanio por medio de un procesamiento de agitación por fricción. Los miembros estructurales se fijan entonces entre si con fijaciones roscadas ordinarias.

Es por tanto altamente deseable la utilización de la tecnología FSP para formar el titanio o los artículos de aleaciones de titanio que tengan unas estructuras metalúrgicas de grano ultra fino, sin la etapa de procesamiento térmico subsiguiente o la etapa de procesamiento de tratamiento térmico.

Sumario de la Invención

La presente invención utiliza un proceso FSP para formar un artículo de titanio o de aleaciones de titanio, produciendo un material con una dimensión de granos reducida así como con una homogeneidad mejorada. Este proceso genera una estructura del material que propiedades mejoradas sin el uso de unos procedimientos térmicos subsiguientes o métodos de tratamiento térmico. Consecuentemente, el proceso de fabricación global para el titanio o los artículos de titanio tales como fijaciones puede acortarse, reduciendo por tanto los costos de fabricación y eliminando la posibilidad de que las fijaciones se traten térmicamente en forma inapropiada.

así mismo, las propiedades mecánicas mejoradas asociadas tales como la ductibilidad y la solidez a la fractura pueden conseguirse como el resultado de la estructura metalúrgica de grano ultra fino resultante dentro del artículo producido por el método FSP en comparación con los artículos producidos con la utilización de los procesos anteriores o de fabricación actual. Esto podría conducir a una reducción del costo substancial dependiendo de la

aplicación de los artículos producidos utilizando este proceso. Por ejemplo, las fijaciones fabricadas de acuerdo con este nuevo proceso utilizado en la industria aeroespacial podrían reducirse en el tamaño y teniendo todavía las mismas propiedades mecánicas. Además de ello, estas propiedades mecánicas incrementadas podrían conducir a una reducción global en la cantidad de las fijaciones necesarias para asegurar globalmente o en el ensamblado de los componentes pequeños. Tanto la cantidad como la dimensión reducida de las fijaciones podrían conducir a unos costos adicionales incrementados y a unos ahorros laborables en comparación con la técnica anterior.

Breve descripción de los dibujos

La figura 1 es un diagrama de flujo lógico para la fabricación de titanio de grano ultra fino o de artículos de aleaciones de titanio a partir del titanio o una fuente de alimentación de material sin procesar de aleaciones de titanio;

La figura 2 es una vista en sección de un dispositivo de instrumentación de un proceso de agitación por fricción utilizado en la figura 1, de acuerdo con una realización preferida de la presente invención; y

Las figuras 3A-3E son vistas en perspectiva para formar una fijación mediante una técnica de conformación en frío de acuerdo con una realización preferida de la presente invención a partir de titanio de grano ultra fino o de una aleación de titanio producido en la figura 2.

Modos óptimos de realización de la Invención

Con referencia ahora a la figura 1, se muestra un diagrama de flujo lógico para producir un artículo de titanio o un artículo de aleaciones de titanio que tenga una estructura de grano ultra fino, tal como se muestra en general en 10. El proceso se inicia en la etapa 15 por el calentamiento de un titanio de grano basto o de un material sin procesar de aleaciones de titanio, para aproximadamente conseguir una temperatura de tratamiento que esté por debajo de su temperatura de fusión respectiva. A continuación, en la etapa 20, el titanio calentado o el material de aleaciones de titanio se introducen entonces en un dispositivo de instrumentación de procesamiento de agitación por fricción.

En la etapa 25, el titanio calentado o el material de alimentación del material basto de aleaciones de titanio es agitado dentro del dispositivo de instrumentación de agitación por fricción para homogeneizar totalmente el material basto y para impartir una estructura de grano ultra fino. El proceso de agitación por fricción eleva la temperatura del material hasta una temperatura de tratamiento de la solución. La velocidad de agitación y la duración del tiempo dentro del dispositivo de instrumentación es dependiente del tipo y de la cantidad de material introducido en el dispositivo, en donde la temperatura del titanio calentado o del material de aleaciones de titanio dentro del dispositivo, y del tamaño de la cámara utilizada para la mezcla del titanio o del material de la aleación de titanio.

En la etapa 30, el material de alimentación sin procesar se elimina del dispositivo de instrumentación y se reconsolidada para formar un titanio puro o bien un material de aleaciones de titanio que tiene una dimensión de partículas de grano ultra fino. En la etapa 35, el titanio o el material de aleaciones de titanio se somete a las etapas de fabricación normal asociadas con los artículos o componentes aeroespaciales típicos, tales como las fijaciones, incluyendo aunque sin limitación para el trabajo en frío y la conformación en frío, aunque no precisando las etapas térmicas asociadas o las etapas de tratamiento térmico. Esto se muestra además mas adelante en las figuras 3A-E. Finalmente, en la etapa 40, los componentes formados se envejecen artificialmente en un horno durante una magnitud predeterminada de tiempo. Para el titanio comercialmente puro (CP), el titanio se guarda en el horno durante aproximadamente 12 horas con unas temperaturas de aproximadamente entre 482 y 510° C. Los artículos o los componentes reencuentran entonces disponibles para su utilización. Para la industria aeroespacial, estos artículos o componentes incluyen las fijaciones, tales como los remaches, y otras piezas pequeñas tales como las presillas de cizalla y las abrazaderas para su uso en vehículos espaciales, aviones, o bien otros conjuntos de componentes de bastidores asociados.

Con referencia ahora a la figura 2, la vista en sección de un dispositivo de herramienta de agitación por fricción se muestra en general en 50. Se introduce un material de grano basto, titanio calentado o bien un material de aleaciones de titanio 52 bajo presión mediante un ariete 53 en una cámara 54 de agitación 54 a través de un conducto de entrada 56. El titanio calentado o el material de aleaciones de titanio 52 que haya pasado por una dimensión del grano de aproximadamente 0,5 milímetros se introduce preferiblemente a una temperatura ligeramente por debajo de su temperatura de solución y de fusión. El material de aleaciones de titanio enumerado anteriormente puede estar compuesto por cualquier material de aleaciones de titanio bien conocidas en la técnica. Las aleaciones de titanio binarias, tales como el tipo beta-Ti-Mo y alfa-Ti-Al, incluyendo dos composiciones preferidas puras de Ti-6Al-4V y Ti-5Al-2,Sn mencionadas en esta invención.

La cámara de agitación 54 tiene una barra o cilindro de agitación 58 que tiene una porción de extremo roscado 60 en la realización preferida y que está acoplada a un motor 62 o dispositivo rotacional similar que controla la velocidad rotacional. El titanio o el material de aleaciones de titanio 52 se pone en contacto con la porción 60 del extremo roscado giratorio, impartiendo un trabajo en la dimensión del grano y agitando el titanio o el material 52 de aleaciones de titanio por encima de su temperatura de tratamiento de la solución. Para el titanio comercialmente puro (CP) la velocidad rotacional es de aproximadamente 1000 revoluciones por minuto (RPM).

Mediante la fuerza constante que se aplica al ariete 53, el titanio o el material de aleaciones de titanio 52 es forzado a través de la cámara 54 de agitación y se expulsa a través de un conducto de salida 64 que tiene una dimensión de

grano reducido de entre aproximadamente 5-10 micrómetros como el resultado del proceso de agitación de fricción. La abertura cónica 66 esta localizada entre la cámara de agitación 54 y el conducto de salida 64 y que proporciona una contrapresión. El titanio o el material de aleaciones de titanio sale del dispositivo de instrumentación del proceso de fricción reconsolidado y teniendo una dimensión de partículas ultrafinas.

5 Tal como se describe en las figuras 3A-E más adelante, el titanio de grano ultra fino o el material 52 de aleaciones de titanio puede entonces estar procesado adicionalmente por una técnica de formación en frío, para formar un fijador 78 de acuerdo con una realización preferida de la presente invención.

10 Tal como se muestra en la figura 3A-3E, el titanio o la aleación de titanio se taladra primeramente en la matriz utilizando un ariete 63. El titanio o el material 52 de aleaciones de titanio se conforma entonces dentro del troquel de conformación en frío mediante una conformación o un ariete 72. El ariete 72 de conformación presionará respectivamente contra el material de la aleación de titanio 52 hasta que entre en contacto contra la superficie exterior 74 del troquel 70, relleno totalmente la cavidad interna 75 del troquel 70 con el titanio o el material 52 de las aleaciones de titanio. A continuación, el dispositivo de cizalla 76 o el dispositivo de corte similar realizan el corte del titanio o del material 52 de aleaciones de titanio, formando por tanto la fijación 78. El ariete de formación 72 y la pieza de cizalla 76 entonces se retraen o se retiran a sus posiciones normales y el fijador formado 78 se elimina de la cavidad 75 del troquel 70. El fijador 78 puede ser procesado subsiguientemente tal como es bien conocido en la técnica para conformar la pieza terminada.

20 Dependiendo del nivel del trabajo en frío ejecutado en el titanio o en el material de aleaciones de titanio 52, por ejemplo, el fijador 78 está envejecido opcionalmente en forma artificial en un horno durante una cantidad predeterminada de tiempo. Para el titanio comercialmente puro (CP) el material de titanio se mantiene en el horno durante aproximadamente 12 horas a aproximadamente 900 y 950 grados Fahrenheit. Es importante tener en cuenta que no se requiere ningún paso de tratamiento térmico. El fijador 78 se encuentra entonces disponible, por ejemplo, para su uso en la industria aeroespacial o en la industria de la construcción.

25 Por supuesto, aunque la figura 3A-3E muestran un posible método de fabricación para la formación del fijador 78, pueden utilizarse otras técnicas bien conocidas en la técnica también. Por ejemplo, el fijador 78 puede realizarse utilizando una técnica de trabajo en frío. Además de ello, aunque las figuras 3A-3E muestran la formación de un fijador 78, otros tipos de fijadores, artículos o bien componentes pueden utilizar una técnica de fabricación similar. Estas incluyen aunque sin limitación, a los fijadores de vástagos no deformables tales como los pasadores roscados y pernos de bloqueo y a los fijadores de vástagos deformables de una pieza tales como los remaches.

30 Los fijadores o los remaches hechos de titanio de grano ultra fino o el material de aleaciones de titanio tienen una ductilidad mejorada y una solidez para las fracturas con respecto al titanio de la técnica anterior o para los fijadores de aleaciones de titanio. Estos fijadores son especialmente útiles en aplicaciones tales como en la industria aeroespacial. Adicionalmente, la eliminación del calor o la etapa de tratamiento térmico, elimina las fuentes de errores y los costos asociados con la etapa de proceso termomecánico. Por ejemplo, la eliminación solo del tratamiento térmico se cree que ahora aproximadamente el 20% del costo de fabricación de un fijador utilizado en las aplicaciones aeroespaciales.

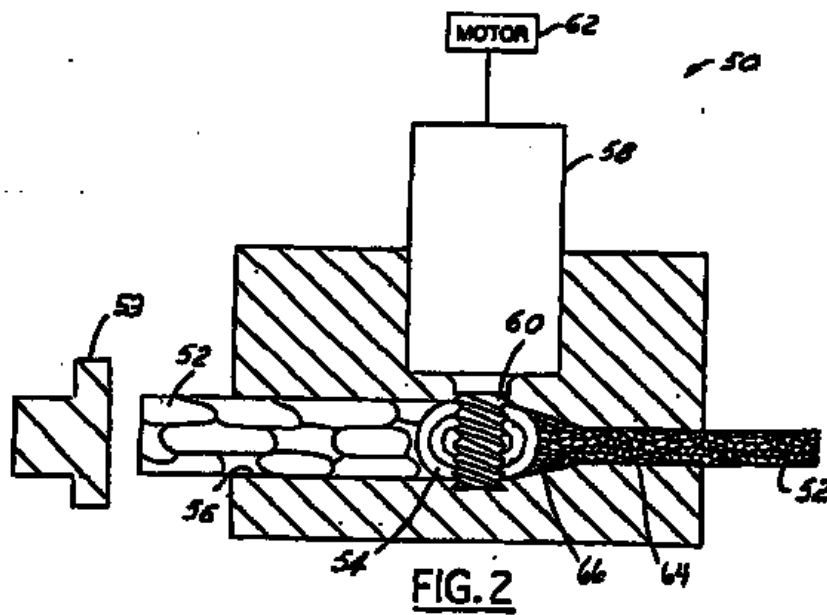
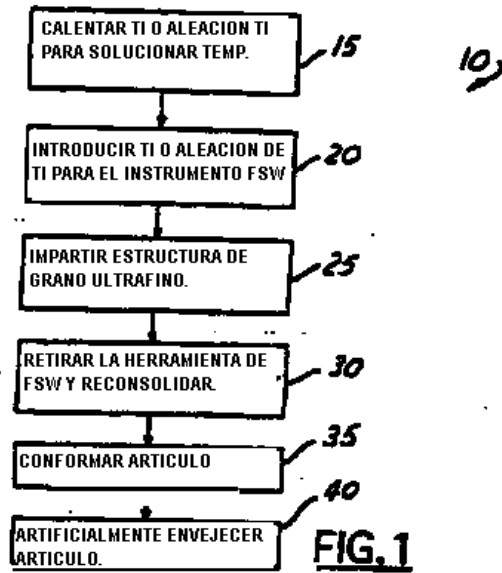
40 Aunque la invención se ha descrito en los términos de las realizaciones preferidas, se comprenderá por supuesto que la invención no está limitada a las mismas puesto que pueden realizarse modificaciones por los técnicos especializados en la técnica, particularmente a la luz de lo expuesto anteriormente.

45

## REIVINDICACIONES

1. Un método para fabricar un titanio de grano ultra fino o un artículo de aleación de titanio, que comprende las etapas de:
- 5 proporcionar un titanio de grano basto o un material de aleación de titanio (52) que tenga una primera dimensión del grano;  
 calentar el mencionado titanio o el material (52) de la aleación de titanio a una primera temperatura, en donde la primera temperatura está por debajo de la temperatura de tratamiento de la solución y la temperatura de fusión del mencionado titanio o el material de la aleación de titanio;  
 10 introducir el mencionado titanio calentado o el material de la aleación de titanio dentro de un dispositivo (50) de instrumentación de procesamiento de la agitación de fricción (50);  
 agitar el mencionado titanio en solución o el material de la aleación de titanio dentro del mencionado dispositivo (50) de procesado de la agitación por fricción, para impartir una estructura (52) de grano ultra fino en el mencionado titanio calentado o en el material de la aleación de titanio;  
 15 eliminar y reconsolidar el mencionado titanio de grano ultra fino o el material de aleaciones de titanio (52);  
 formar un artículo a partir del mencionado titanio de grano ultra fino o el material de la aleación de titanio; y  
 envejecer artificialmente el mencionado artículo para formar un titanio de grano ultra fino o bien un artículo (78) de aleaciones de titanio.
2. El método de la reivindicación 1, en donde el mencionado material de la aleación de titanio (52) comprende al menos el elemento Ti-6Al-4V o bien comercialmente puro el elemento Ti-5Al2,5Sn.
3. El método de la reivindicación 1 ó 2, en donde el mencionado material de aleaciones de titanio (52) se selecciona a partir del grupo consistente en el elemento comercialmente puro Ti-5Al-2,5Sn, beta-Ti-Mo, y alfa-Ti-Al.
4. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde las etapas de introducción del mencionado titanio calentado o el material de las aleaciones de titanio (52) a un dispositivo (50) de instrumentación de procesado de agitación por fricción, agitando el mencionado titanio calentado o el material de las aleaciones de titanio (52), u eliminando y reconsolidando el mencionado titanio de grano ultra fino o el material (52) de aleaciones de titanio comprende las etapas de:
- 30 introducir el mencionado titanio calentado o el material (52) de aleación de titanio bajo una presión mediante un ariete (53) en una cámara de agitación (54) o un dispositivo de instrumentación del procesado de agitación por fricción 50 a través de un conducto de entrada (56);  
 35 contactar el mencionado titanio o el material de aleación de titanio (52) con una parte (60) roscada rotatoria de una barra de agitación (58) para impartir trabajo dentro del titanio calentado o el material de aleación de titanio (52) para formar una estructura de grano ultra fino en el mencionado titanio calentado o el material de la aleación de titanio (52);  
 40 eliminar el mencionado titanio de grano ultrafino o el material de la aleación de titanio (52) de la cámara de agitación (54) y del dispositivo (50) de instrumentación del procesado de agitaron por fricción a través del conducto de salida (64); y  
 reconsolidar el mencionado titanio de grano ultrafino o el material de la aleación de titanio (52).
- 45 5. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde la etapa de procesamiento por agitación del mencionado titanio o el material de aleación de titanio (52) dentro del mencionado dispositivo (50) para impartir una estructura de gran ultrafino dentro del mencionado material calentado de titanio o del material de la aleación de titanio (52) comprende la etapa de agitación de fricción del procesamiento del mencionado titanio calentado o del material de al aleación de titanio (52) dentro del dispositivo (50) de instrumentación del proceso de agitación para impartir una estructura de grano ultrafino dentro del mencionado titanio calentado o del material de aleación de titanio (52), en donde la estructura de grano ultrafino tiene una dimensión de grano de entre 5 y 10 micrómetros.
- 50 6. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde la etapa de proporcionar un titanio de grano basto o un material de aleación de titanio (52) pueda tener una primera dimensión del grano que comprenda la etapa de proporcionar un titanio de grano basto o un material de aleación de titanio (52) que tenga una dimensión de grano de 0,5 milímetros.
- 55 7. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde la etapa de conformación mecánica de un artículo (78) a partir del mencionado titanio ultra fino o el material de aleaciones de titanio comprende la etapa de formación en frío o la mecanización en frío de un artículo (78) a partir del titanio de grano ultrafino o el material de aleación de titanio (52).
- 60 8. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en donde la etapa del envejecimiento artificial el mencionado artículo (78) para formar el titanio de grano ultrafino o el artículo (78) mencionado de envejecimiento artificial en un horno durante 12 horas con una temperaturas de entre 482 y 510°C cuando el mencionado titanio o el material de aleación de titanio (52) comprenda un titanio comercialmente puro.
- 65

- 5 9. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8 en donde la etapa de calentamiento el mencionado titanio o un material de aleación de titanio a una primera temperatura comprende la etapa de calentamiento del mencionado titanio o el material de aleación de titanio (52) a aproximadamente 927° C 1700 grados Fahrenheit) cuando el mencionado titanio o la aleación de titanio (52) comprenda un titanio comercialmente puro.
- 10 10. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en donde la etapa de formación de un artículo (78) comprende la etapa de formación mecánica de un artículo (78) desde el mencionado titanio de grano fino o material de aleación de titanio (52), en donde el mencionado artículo (78) sea un fijador de vástago deformable de una pieza o bien un fijador de vástago no deformable de dos piezas.
- 15 11. Un método de conformar en frío un fijador (78) o bien otro artículo o dispositivo de fijación, que comprende las etapas de:
- 20 proporcionar un titanio de grano ultrafino o un artículo de aleación de titanio, por la ejecución de un método de acuerdo con las reivindicaciones 1-10;  
introducir el titanio de grano ultrafino o el material de aleación de titanio (52) dentro de una cavidad de un troquel (70) de conformación en frío, en donde la mencionada cavidad tiene la forma general del fijador (78) o bien de otro artículo de fijación o dispositivo;
- 25 cortar el mencionado titanio de grano ultrafino o el material (52) de aleación de titanio;  
eliminar el mencionado titanio de grano de corte ultrafino o el material de aleación de titanio a partir del troquel (70) de conformación en frío mencionado; y  
envejecer artificialmente el mencionado titanio de grano de corte ultrafino o el material de la aleación de titanio.
- 30 12. El método de la reivindicación 11, en donde la etapa de introducción de un titanio de grano ultrafino o de material de aleación de titanio dentro de una cavidad de un troquel (70) de conformación en frío comprende la etapa de introducir un titanio de grano ultrafino o bien un material de aleación de titanio (52) dentro de una cavidad de un troquel (70) de conformación en frío utilizando un ariete (63).
- 35 13. El método de la reivindicación 11 ó 12, en donde la etapa de corte del mencionado titanio de grano ultrafino o del material (52) de aleación de titanio comprende la etapa de cortar el mencionado material (52) de aleación de titanio, utilizando un dispositivo de cizalla (76).



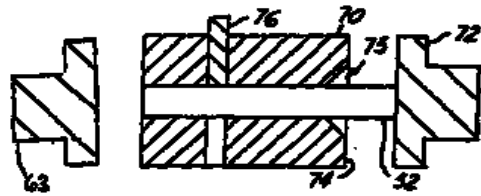


FIG. 3A

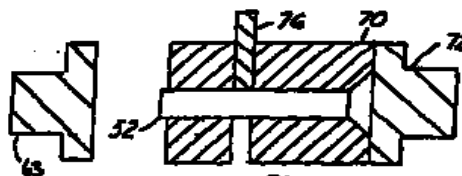


FIG. 3B

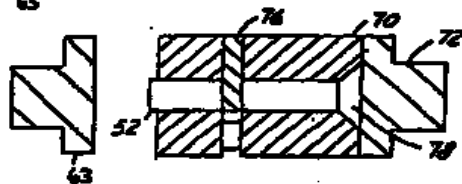


FIG. 3C

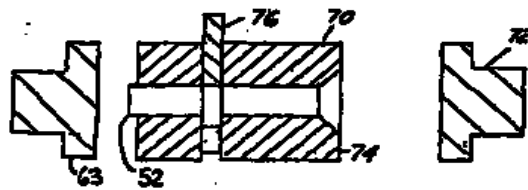


FIG. 3D

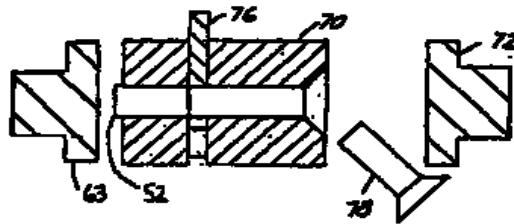


FIG. 3E