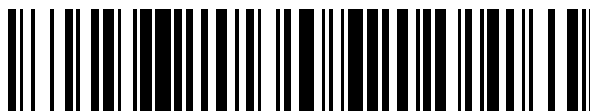


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 667 872**

51 Int. Cl.:

B22F 1/00 (2006.01)

B22F 3/10 (2006.01)

C22F 1/02 (2006.01)

C22F 1/18 (2006.01)

C22C 1/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.04.2016** **E 16165222 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **31.01.2018** **EP 3231536**

54 Título: **Procedimiento para la producción pulvimetalúrgica de componentes de titanio o de aleaciones de titanio**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
14.05.2018

73 Titular/es:

ELEMENT 22 GMBH (100.0%)
Wischhofstraße 1-3, Geb. 13
24148 Kiel , DE

72 Inventor/es:

VIEHÖFER, ULF;
WINKELMÜLLER, WENDELIN;
LANG, MARKUS y
SCHARVOGEL, MATTHIAS

74 Agente/Representante:

LINAGE GONZÁLEZ, Rafael

ES 2 667 872 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la producción pulvimetalúrgica de componentes de titanio o de aleaciones de titanio

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la producción pulvimetalúrgica de un componente de titanio o de una aleación de titanio, donde en primer lugar, utilizando polvo metálico formado a partir de titanio o de la aleación de titanio, se moldea una pieza verde y la misma se compacta y endurece en un paso de sinterizado consecutivo.

10 Se conocen diferentes procesos pulvimetalúrgicos para la producción de componentes de titanio precisos en cuanto a la dimensión (el término "componente de titanio", a modo de simplificación, indica aquí y a continuación componentes que están formados a partir de titanio (titanio puro) o de una o también de varias aleaciones de titanio), donde en todos los procedimientos se produce en primer lugar una pieza verde y la misma se compacta y endurece en un proceso de sinterizado. La producción de la pieza verde puede tener lugar de diferentes modos, en particular
15 mediante procedimientos de fabricación aditivos, moldeo por inyección de polvos metálicos y procedimientos de fabricación pulvimetalúrgicos sin presión.

La producción pulvimetalúrgica de componentes de titanio cobra importancia debido a las excelentes propiedades del material titanio, en combinación con el modo de producción rentable y económico. La buena biocompatibilidad y
20 la resistencia específica elevada del componente titanio desempeñan un papel significativo, en particular en las áreas de aplicación de la ingeniería médica y del área aeroespacial. La aleación económicamente más importante, con cifras de venta superiores al 50 % de todo el mercado de titanio, es la Ti6Al4V.

Para producir un componente de titanio procesado de forma pulvimetalúrgica usualmente deben realizarse los
25 siguientes pasos:

a) conformación

b) extracción de aditivos

c) sinterizado

El objetivo de la conformación es dar a las partículas de polvo de titanio una forma próxima al contorno final, en una
30 unidad lo más compacta posible. En ese paso, en función del procedimiento utilizado, se usan aditivos que deben extraerse en uno o en varios pasos consecutivos de extracción de aditivos. En el siguiente paso del proceso, con frecuencia también el paso final, en el sinterizado, las partículas de polvo se estabilizan a través del transporte del material.

Debido a la elevada reactividad del titanio, todos los pasos del procesamiento deben desarrollarse bajo condiciones
40 del proceso especialmente adaptadas. En el fascículo de patente EP 1119429 B1 [1], Gerling y otros describen condiciones del proceso necesarias para el sinterizado de componentes de titanio. La implementación combinada de extracción de aditivos y sinterizado en un diseño de horno común es descrita por Blüm en el documento EP 1496325 A2 [2].

45 El titanio presenta dos modificaciones del cristal. La fase α hexagonal, en la cual en el caso de titanio puro y presión normal se encuentra presente hasta una temperatura de 882,5 °C, y la fase β centrada cúbicamente en el espacio, en la cual en el caso de titanio puro y presión normal se presenta por encima de la temperatura antes indicada. La presencia de las diferentes fases a temperatura ambiente se utiliza para clasificar las aleaciones de titanio en aleaciones α -Ti, $(\alpha+\beta)$ -Ti y β -Ti. Ti6Al4V es, por ejemplo, una aleación $(\alpha+\beta)$, es decir, que a temperatura ambiente
50 ambas fases se presentan estables en la estructura. En el proceso de sinterizado de titanio y aleaciones de titanio, para producir componentes con una densidad >97 %, usualmente deseada, se necesitan generalmente temperaturas de sinterizado de aproximadamente 1100-1400 °C en el caso de una duración del sinterizado de aproximadamente 2-5 horas. Para el titanio puro y Ti6Al4V esto significa que los materiales se procesan en la zona de fase β , la cual conduce a un crecimiento de grano β macizo.

55 En el documento EP 1119429 B1 [1], Gerling y otros describen que la estructura que se presenta posee un tamaño del grano β de aproximadamente 150 μm . Para la descripción de los tamaños de las distintas estructuras en la estructura lamelar $(\alpha+\beta)$, se utiliza aquí la nomenclatura representada en la figura 1, según Sieniawski y otros [3]. Allí denominan:

60 D: el tamaño de grano primario de fases β

d: el tamaño de una colonia paralela de láminas α

65 t: el ancho de una lámina α

A diferencia de los procesos de moldeado, en la vía pulvimetalúrgica, la conformación tiene lugar como primer paso del proceso. En el siguiente paso del proceso, el sinterizado, se produce el componente de titanio, previamente conformado. A diferencia de los principios clásicos de procesamiento, debido a la secuencia inversa de los pasos del proceso (1. conformación, 2. estabilización del material), en el principio pulvimetalúrgico no existe la posibilidad de afinar u optimizar la estructura del metal y, con ello, sus propiedades del material, a través de tratamiento térmico/mecánico antes del paso de conformación. Para procedimientos pulvimetalúrgicos, para producir componentes de titanio y/o de aleaciones de titanio, precisamente la secuencia inversa, condicionada por el proceso, combinada con la influencia muy limitada sobre la estructura que se presenta en el proceso de sinterizado conocido, representa un factor limitante. Para una mayor claridad, en la figura 2 se representa una estructura que se presenta según el estándar, de una muestra de Ti6Al4V sinterizada con polvos de titanio utilizados usualmente en el estado de la técnica (con partículas del polvo con tamaños $\leq 45 \mu\text{m}$) y bajo condiciones de sinterizado utilizadas usualmente en el estado de la técnica. Puede observarse allí la estructura mixta lamelar formada por las fases α y las fases β , típica de los componentes de titanio producidos y sinterizados de la forma pulvimetalúrgica conocida, la estructura ($\alpha+\beta$), con un tamaño del grano β primario medio (D) de aproximadamente $190 \mu\text{m}$.

La producción de titanio y de aleaciones de titanio procesados de forma pulvimetalúrgica, con tamaños del grano reducidos, es descrita en el documento US 4.601.874 [4] por Marty y otros. A través del mezclado selectivo de S, P, B, As, Se, Te, Y y lantanoides en el proceso de estabilización se genera un material con tamaños del grano que son dos órdenes de magnitud más reducidos que las partículas de polvo de titanio utilizadas. La desventaja de este principio reside en el hecho de que la utilización de titanio y de aleaciones de titanio está difundida precisamente en segmentos del mercado reglamentados de forma estricta. Para esos fines de aplicación, las composiciones químicas del material y su propiedad mecánica están reglamentadas por normas. De este modo, por ejemplo, en las normas ASTM F2885 y ASTM F2889 están determinadas las composiciones de material y las propiedades mecánicas de Ti6Al4V, así como del titanio puro.

En el documento WO 2012/148471 A1 [7] se describe un procedimiento para la producción pulvimetalúrgica de componentes de titanio o de aleaciones de titanio, en donde el cuerpo moldeado se produce a partir de polvo metálico con un tamaño de las partículas usual y se sinteriza a las temperaturas de sinterizado habituales de 1100°C y superiores, en particular a 1200°C . La estructura obtenida de ese modo, con granos comparativamente grandes, se enfría después bajo atmósfera de hidrógeno, para lograr una transformación de la estructura del grano.

Un objetivo al que apunta en general la invención, en el caso de componentes de titanio producidos y sinterizados de forma pulvimetalúrgica, consiste en crear una posibilidad para manipular la estructura y optimizar las propiedades del material. En particular debe ser posible poder regular de forma adecuada al caso de aplicación específico las propiedades del material, directamente en el proceso de sinterizado, y/o crear en el proceso de sinterizado un punto inicial óptimo para los otros pasos de tratamiento térmicos después del sinterizado. De este modo, por ejemplo, de forma selectiva a través de la regulación de las condiciones de sinterizado, debe ser posible generar una estructura mayormente globular, la cual presente una ductilidad elevada.

Para solucionar el objeto se sugiere un procedimiento según la reivindicación 1. En las reivindicaciones 2 a 14 se indican variantes ventajosas del procedimiento.

Una condición previa determinante para la implementación del procedimiento según la invención y para alcanzar la posibilidad de una influencia sobre las propiedades del material en el proceso de sinterizado es la utilización de polvo metálico formado a partir de titanio o de aleaciones de titanio con un tamaño medio de las partículas de $<25 \mu\text{m}$, el así llamado polvo fino. En el polvo de esa clase utilizado para el procedimiento según la invención, el tamaño máximo de las partículas puede ubicarse por ejemplo en $<30 \mu\text{m}$. De este modo, los fabricantes de polvos finos de esa clase indican el tamaño máximo de las partículas como valor límite. Sin embargo, una parte reducida de partículas en una carga de esa clase puede presentar aún tamaños de partículas por encima de ese valor límite. Una parte de esa clase se indica usualmente como máximo de 1 % hasta como máximo de 5 % en peso.

De manera ventajosa, el tamaño medio de las partículas puede ser inferior, en particular $<20 \mu\text{m}$, de manera ventajosa $<10 \mu\text{m}$ y de forma especialmente ventajosa inclusive $<5 \mu\text{m}$. Cuanto más reducido es el tamaño de las partículas del polvo metálico, tanto más pueden alcanzarse densidades finales elevadas ya en el caso de temperaturas de sinterizado marcadamente reducidas en comparación con las temperaturas de sinterizado utilizadas hasta el momento, comparativamente elevadas.

La medición de los tamaños de partículas esenciales para la invención y de su distribución tiene lugar a través de un análisis del tamaño de partículas mediante dispersión de haz láser según ASTM B822. La distribución de los tamaños de las partículas se determina según el % en peso y conforme a D10/D50/D90, donde D50 denomina el tamaño medio de las partículas. En concreto, los tamaños de partículas aquí indicados fueron determinados en ensayos comparativos realizados por la parte solicitante, a través de medición con aparatos de análisis del tamaño de las partículas COULTER® LS del fabricante Beckman Coulter y de la evaluación mediante la aplicación de la teoría de Fraunhofer según ASTM B822.

El tamaño de las partículas en el sentido de la invención se determina en partículas esféricas a través del diámetro de las partículas. En el caso de partículas no esféricas, el tamaño de las partículas corresponde a la dimensión máxima proyectada de las partículas.

A través del tamaño reducido de las partículas, en el componente no estabilizado aumenta la superficie que se encuentra a disposición para el proceso de sinterizado y, con ello, también la energía superficial almacenada. Puesto que la reducción de esa energía representa la fuerza impulsora en el proceso de sinterizado, el proceso de sinterizado puede desarrollarse entonces mediante la utilización de energía térmica más reducida.

Otra ventaja de la utilización de polvos finos dimensionados del modo antes indicado para el moldeado de las piezas verdes reside en el hecho de que por unidad de volumen pueden introducirse más partículas de polvo. Junto con la superficie ampliada, esto conduce a una cantidad más elevada de puntos de contacto de las partículas por unidad de volumen, como se muestra claramente en la figura 3. En una representación esquemática, se muestra allí la influencia de una división en dos del tamaño de la partícula (en el ejemplo de partículas esféricas) sobre la cantidad de partículas, para el llenado de un volumen definido.

Los puntos de contacto de las partículas son, por su parte, punto de inicio y una condición necesaria para el proceso de sinterizado que se impulsa a través de procesos de difusión. El aumento de la cantidad de esos puntos de contacto por unidad de volumen produce además una mejora de las condiciones iniciales para el proceso de sinterizado.

A través de la utilización, según la invención, de polvos finos con tamaños medios de las partículas $<25\mu\text{m}$, considerando la densidad ideal de la unidad, junto con las ventajas mencionadas, resulta además el hecho de que se reduce el volumen comprendido a través de las partículas de polvo, como se representa de forma idealizada en la figura 4. En la figura 4, en una representación esquemática, se ilustra la disminución de la cavidad entre partículas adyacentes unas a otras, a través de la división en dos del tamaño de la partícula (en el ejemplo de partículas esféricas). Puesto que esa cavidad debe cerrarse durante el proceso de sinterizado para alcanzar la densidad del material deseada -elevada- para el componente obtenido después del proceso de sinterizado, a través del transporte de material, un volumen más reducido que debe ser eludido representa otro motivo decisivo para una mejora del resultado del procedimiento.

Usualmente, el paso de sinterizado tiene lugar en una atmósfera con presión reducida. Puede tratarse de un vacío con una presión de $\leq 10^{-3}$ mbar, en particular $\leq 10^{-5}$ mbar. Puede ser también, sin embargo, una atmósfera de gas inerte con presión reducida, de, por ejemplo, ≤ 300 . Como gas inerte se considera aquí en particular el argón.

Según la invención, las temperaturas de sinterizado se ubican por debajo de $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$. Pueden ubicarse como máximo en $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$, como máximo en $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$, inclusive sólo como máximo en $950\text{ }^{\circ}\text{C}$. De manera ventajosa, sin embargo, la temperatura de sinterizado no debe seleccionarse inferior a $860\text{ }^{\circ}\text{C}$ para alcanzar un buen resultado de sinterizado. La temperatura de sinterizado puede mantenerse constante. Sin embargo, en particular también es posible y se encuentra dentro del sentido de la invención variar la temperatura durante el proceso de sinterizado. Como temperatura de sinterizado se denomina aquí aquella temperatura que ha experimentado la pieza de trabajo que debe ser sinterizada. Dependiendo de la instalación de sinterizado se seleccionará una temperatura del proceso adecuada en su controlador, ya que puede suceder que la temperatura del proceso medida lejos de la pieza de trabajo se diferencie de la temperatura de sinterizado experimentada por la pieza de trabajo.

La duración del sinterizado puede ubicarse en particular en $\leq 3,5$ horas, con frecuencia también en ≤ 3 horas o inclusive en $\leq 2,5$ horas. Sin embargo, se ha comprobado que usualmente para alcanzar buenos resultados la duración del sinterizado debería ascender al menos a 1 hora, preferentemente al menos a 2 horas.

Después del paso de sinterizado, los componentes de titanio o de aleación de titanio producidos con el procedimiento según la invención presentan usualmente una densidad final de $>97\%$. Pueden alcanzarse también densidades finales que se ubican por encima de 98% , ascendiendo inclusive a $\geq 99\%$.

Para lograr una estructura globular, los componentes de titanio fueron sinterizados por debajo de la temperatura de transición β (por ejemplo, a una temperatura que se ubica $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ por debajo de la temperatura de transición β).

De este modo, en primeros ensayos, en el caso de una temperatura de sinterizado de $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ situada por debajo de la temperatura de transición β y con una duración del sinterizado de menos de tres horas, se produjeron componentes con una densidad final de $>97\%$. Los mismos presentaron una estructura globular con un tamaño de los granos α en promedio de $10,1\mu\text{m}$ y con un tamaño máximo de $29\mu\text{m}$. La estructura de ese material se muestra en la figura 5. Esos tamaños de los granos se ubican en el orden de magnitudes de las partículas de polvo utilizadas.

La temperatura de transición β de Ti6Al4V, según las publicaciones, se ubica en el rango de $985\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $1015\text{ }^{\circ}\text{C}$ [3; 5].

Ese margen comparativamente amplio indicado en las publicaciones se atribuye por una parte a la distribución de los elementos de aleación en las aleaciones de titanio. Por otra parte, la presión ambiente representa otro factor de influencia. De este modo, Huang y otros describen que a través de presiones del proceso aumentadas (1500 bar) en la aleación Ti46Al8Nb se observaría una temperatura de transición α [6].

5 Los inventores actualmente parten del hecho de que, dependiendo de las condiciones del proceso, a través de variaciones de presión se observarían desplazamientos de la temperatura de transición β , solamente como máximo de 20 °C.

10 Para generar una estructura bimodal, los componentes se sinterizaron cerca de la temperatura de transición β , sin embargo, aún por debajo de la misma.

De este modo, para producir la estructura lamelar, ventajosa para muchos casos de aplicación, con tamaños del grano primario de fases β reducidos de la aleación Ti6Al4V, han sido producidas primeras muestras, en donde los
15 componentes de titanio han sido sinterizados a una temperatura de sinterizado de 1000 °C (figura 6). Esa temperatura de sinterizado, como han mostrado análisis de las muestras obtenidas en cuanto a la estructura formada en la aleación sinterizada, se ubicó aún por debajo de la temperatura de transición β , si bien también sólo de forma mínima. La estructura bimodal que se presenta se compone de estructura α globular y de partes reducidas de estructuras ($\alpha+\beta$) lamelares, donde el tamaño medio del grano β asciende a 81 μm .

20 La medición de la densidad tuvo lugar según especificaciones de ASTM B962 y de ASTM B311. La determinación de los tamaños de los granos se efectuó en correspondencia con las disposiciones de ASTM E112.

Para generar una estructura lamelar con un tamaño del grano lo más reducido posible de los granos primarios de
25 fases β , los componentes se sinterizaron ampliamente, es decir, la mayor parte del tiempo por debajo de la temperatura de transición β , pero con un tiempo de mantenimiento mínimo, el cual se ubicó por debajo de 30 min, preferentemente se ubicó por debajo de 20 min, en particular ascendió a menos de 10 min, a modo de fases, también por encima de la temperatura de transición β , de modo que se presentó completamente la fase β , para generar así precisamente la estructura lamelar, pero donde el grano primario de fases β no supera el rango de
30 magnitudes mencionado en la reivindicación 16. El sinterizado por encima de la temperatura de transición β con tiempo de mantenimiento mínimo tuvo lugar en todo caso a una temperatura por encima de 1015 °C. De ese modo, esa temperatura se mantuvo en todo caso por debajo de 1080 °C, se ubicó ventajosamente por debajo de 1040 °C y estaba seleccionada en particular ≤ 1020 °C.

35 En las posibilidades mencionadas de la influencia sobre la composición de fases en el material sinterizado, a través de la regulación selectiva de las condiciones de sinterizado a temperaturas de sinterizado por debajo de 1100 °C, en particular mayormente por debajo de la temperatura de transición β , reside precisamente una ventaja especial del procedimiento según la invención. La condición previa para esa variabilidad reside en el hecho de que componentes de titanio suficientemente compactos pueden producirse por debajo de la temperatura de transición β , lo cual, como
40 los inventores han percibido, se posibilita debido a la utilización, según la invención, del polvo fino con tamaños de las partículas $< 30 \mu\text{m}$.

De este modo, se ha comprobado que, de acuerdo con el procedimiento según la invención, cuerpos moldeados
45 pulvimetaúrgicos de titanio y aleaciones de titanio pueden sinterizarse por debajo de las temperaturas de sinterizado que, más allá de la marca, se ubican habitualmente en 1100 °C, generalmente en 1200 °C y más, ventajosamente por debajo de la temperatura de transición β , de modo que pueden obtenerse componentes con buenas propiedades estructurales y con otras propiedades del material. De este modo pudo mostrarse que, en el caso de temperaturas de sinterizado reguladas marcadamente inferiores en comparación con las temperaturas de sinterizado usuales en el estado de la técnica, de modo inesperado, pueden obtenerse componentes con densidades finales elevadas de > 97
50 %. En particular se ha mostrado que el procedimiento según la invención permite variar la estructura de los componentes de titanio en el proceso de sinterizado y reducir drásticamente el tamaño de los granos, debido a lo cual pueden optimizarse las propiedades mecánicas de los componentes, por ejemplo, resistencia a la tracción, ductilidad y resistencia a la fatiga.

55 En el marco de la invención puede seleccionarse por ejemplo también una temperatura especialmente reducida para el sinterizado, por ejemplo una temperatura inferior a 950° C y, cuando en el caso de un paso de sinterizado de esa clase no se ha alcanzado aún la densidad deseada del material en el componente terminado (usualmente > 97 %), puede efectuarse otra compresión del material en un paso de prensado realizado a continuación, en donde al material se aplica presión y eventualmente una temperatura, en particular a través de un prensado isostático en frío (Cold Isostatic Pressing, CIP) o a través de un prensado isostático en caliente (Hot Isostatic Pressing, HIP). En ese
60 caso, por ejemplo, la densidad del material después del sinterizado puede ubicarse en < 97 % y a través del paso del proceso realizado después del sinterizado puede comprimirse en > 97 %.

Además, componentes producidos de acuerdo con el procedimiento según la invención, después del paso de
65 sinterizado, pueden someterse a otros tratamientos térmicos posteriores, para influenciar aún más las propiedades

del material. Otros tratamientos térmicos posteriores de esa clase pueden ser por ejemplo uno o varios de los siguientes procedimientos: prensado isostático en caliente (HIP), temple (Quench), temple rápido uniforme (Uniform Rapid Quench, URQ).

5 A través de las temperaturas de sinterizado según la invención, reducidas en comparación con las temperaturas de sinterizado utilizadas en el estado de la técnica, resultan otras ventajas ecológicas/económicas y relativas a la ingeniería de procesos. Por una parte, en el proceso de sinterizado se necesita menos energía térmica, lo cual conduce a costes más reducidos, pero también a tiempos del proceso más cortos. Por otra parte, el procedimiento realizado según la invención, con una temperatura de sinterizado reducida, posibilita la utilización de diseños de
10 hornos de paredes calientes, los cuales a su vez son más convenientes en cuanto a los costes que los hornos que están diseñados para temperaturas del proceso $>1100\text{ }^{\circ}\text{C}$, y los cuales se tratan generalmente de hornos de paredes frías.

La combinación selectiva de polvos finos con tamaño medio de las partículas $<25\text{ }\mu\text{m}$, preferentemente además con
15 tamaños máximos de las partículas $<30\text{ }\mu\text{m}$ y, en comparación con el estado de la técnica, a temperaturas de sinterizado que pueden graduarse más reducidas, posibilita la manipulación única de la estructura y, con ello, de las propiedades del material.

Las figuras indicadas anteriormente como referencia muestran:

20 la figura 1, una representación de una estructura ($\alpha+\beta$) lamelar de una muestra de Ti6Al4V con descripción de las partes de la estructura según Sieniawski y otros [3];

la figura 2, una vista microscópicamente ampliada de una muestra de Ti6Al4V producida de forma pulvimetalúrgica mediante la utilización de partículas de polvo $<45\text{ }\mu\text{m}$ y sinterizada de forma estándar, y como prueba de ello una
25 estructura ($\alpha+\beta$) lamelar;

la figura 3, una representación esquemática de la influencia de una división en dos del tamaño de la partícula (en el ejemplo de partículas esféricas) sobre la cantidad de partículas, para el llenado de un volumen definido;

30 la figura 4, una representación esquemática de la disminución de la cavidad entre partículas adyacentes unas con respecto a otras, a través de la división en dos del tamaño de la partícula (en el ejemplo de partículas esféricas);

la figura 5, una micrografía microscópicamente ampliada de una muestra de Ti6Al4V producida de forma pulvimetalúrgica mediante la utilización de partículas de polvo $<20\text{ }\mu\text{m}$ y sinterizada, la cual prueba la formación de una estructura α marcada de forma globular; y

la figura 6, una micrografía microscópicamente ampliada de una muestra de Ti6Al4V producida de forma pulvimetalúrgica mediante la utilización de partículas de polvo $<20\text{ }\mu\text{m}$ y sinterizada, la cual prueba la formación de
40 una estructura bimodal con estructura α globular y estructura ($\alpha+\beta$) marcada de forma lamelar.

Referencias:

45 [1] R. Gerling, T. Ebel, T. Hartwig: Verfahren zur Herstellung von Bauteilen durch Metallpulverspritzguss. European Patent EP 1119429 B1, 2003.

[2] H.-J. Blüm: Verfahren zum kombinierten Entbinden und Sintern von glaskeramischen, keramischen und metallischen Formteilen. European Patent EP 1496325 A2, 2004.

50 [3] J. Sieniawski, W. Ziąja, K. Kubiak, M. Motyka: Microstructure and Mechanical Properties of High Strength Two-Phase Titanium Alloys. Materials Science / Metals and Nonmetals "Titanium Alloys - Advances in Properties Control", 2013, ISBN 978-953-51-1110-8.

55 [4] M. Marty, H. Octor, A. Walder: Process for forming a titanium base alloy with small grain size by powder metallurgy. United States Patent U.S. 4.601.874, 1986.

[5] J. Lindemann: Titanlegierungen, Übung Leichtbauwerkstoffe des Lehrstuhl Metallkunde und Werkstofftechnik Brandenburgische Technische Universität Cottbus, 2012.

60 [6] A. Huang, D. Hu, M.H. Loretto, J. Mei, X. Wu: The influence of pressure on solid-state transformations in Ti-46Al-8Nb. Scripta Materialia, Vol 56, cuarta edición, 2007, S. 253-324.

[7] FANG, Zhigang Zak, WANG, Hongtao, SUN, Pei: Powder Metallurgy Methods for the Production of Fine and Ultrafine Grain Ti, and Ti Alloys. Published International Patent Application WO 2012/148471 A1, 2012.

65

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la producción pulvimetalúrgica de un componente de titanio o de una aleación de titanio, donde en primer lugar, utilizando polvo metálico formado a partir de titanio o de la aleación de titanio, se moldea una
5 pieza verde y la misma se compacta y endurece en un paso de sinterizado consecutivo, caracterizado porque para la producción de la pieza verde se utiliza polvo metálico de titanio o de la aleación de titanio con un tamaño medio de las partículas de $<25\text{ }\mu\text{m}$, medido mediante dispersión de haz láser según ASTM B822, y porque el paso de sinterizado se realiza a una temperatura de sinterizado de hasta como máximo $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ en el caso de una duración del sinterizado de ≤ 5 horas, en una atmósfera que se encuentra bajo una presión reducida en comparación con la
10 presión normal.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el tamaño máximo de las partículas del polvo metálico de titanio o de la aleación de titanio asciende a $<30\text{ }\mu\text{m}$.
- 15 3. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el paso de sinterizado se realiza en un vacío con una presión $\leq 10^{-3}$ mbar, en particular a una presión de $\leq 10^{-5}$ mbar.
4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado porque el paso de sinterizado se realiza en una atmósfera de gas inerte, en particular en una atmósfera de argón, a una presión de ≤ 300 mbar.
20
5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque para la producción de la pieza verde se utiliza polvo metálico de titanio o de la aleación de titanio con un tamaño medio de las partículas $<20\text{ }\mu\text{m}$, en particular $<10\text{ }\mu\text{m}$, preferentemente $<5\text{ }\mu\text{m}$.
- 25 6. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la duración del sinterizado asciende a $\leq 3,5$ horas, en particular a ≤ 3 horas, preferentemente a $\leq 2,5$ horas.
7. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la duración del sinterizado asciende al menos a 1 hora, preferentemente al menos a 2 horas.
30
8. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la temperatura de sinterizado asciende como máximo a $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$, preferentemente como máximo a $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$, en particular como máximo a $950\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- 35 9. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la temperatura de sinterizado asciende al menos a $860\text{ }^{\circ}\text{C}$.
10. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque en el paso de sinterizado la temperatura de sinterizado se regula inferior a una temperatura de transición β del material de titanio o
40 de la aleación de titanio.
11. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el componente, después del paso de sinterizado, presenta una densidad del material $>97\text{ }\%$, en particular $>98\text{ }\%$, preferentemente $\geq 99\text{ }\%$.
45
12. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque en el paso de sinterizado se selecciona una temperatura de sinterizado que se ubica por debajo de $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ y porque para alcanzar una densidad del material del componente $>97\text{ }\%$, al mismo, después del paso de sinterizado, en un paso posterior, se aplica presión y eventualmente una temperatura, y se somete por ejemplo a un paso de prensado isostático en frío (CIP) y/o de prensado isostático en caliente (HIP).
50
13. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el componente, después del paso de sinterizado, se somete a un tratamiento térmico posterior.
- 55 14. Procedimiento según la reivindicación 13, caracterizado porque el tratamiento térmico posterior se realiza en forma de uno o de varios de los siguientes procesos de tratamiento: prensado isostático en caliente (HIP), temple (Quench), temple rápido uniforme (Uniform Rapid Quench, URQ).

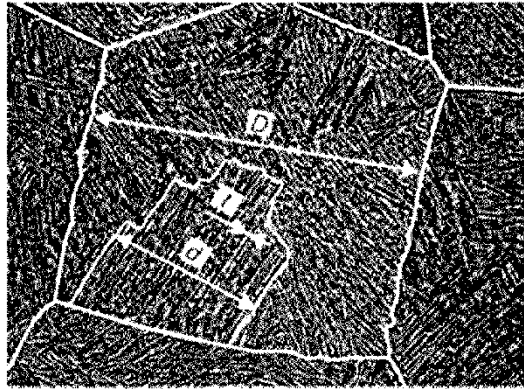


Fig. 1

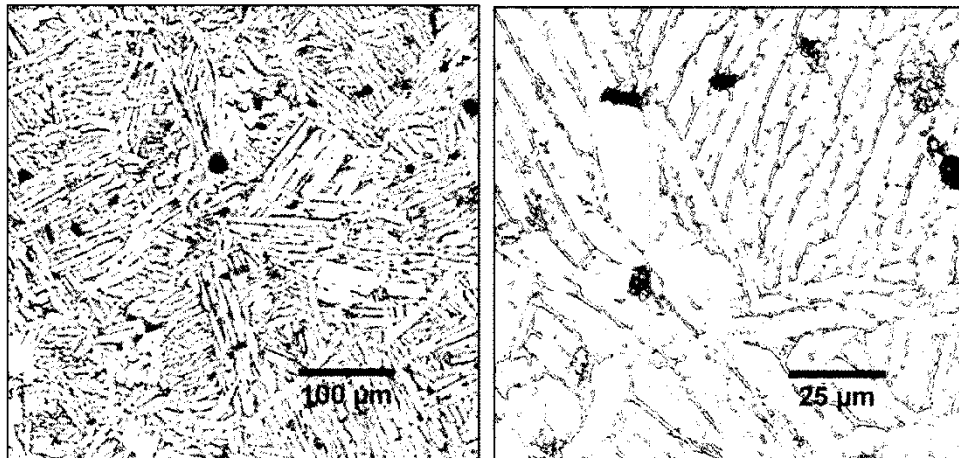


Fig. 2

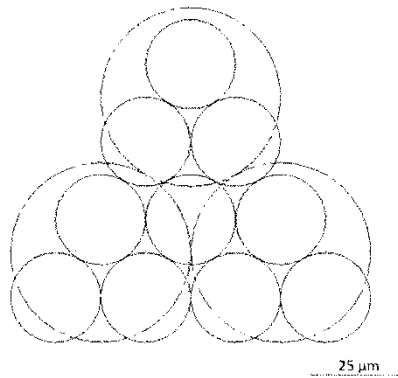


Fig. 3

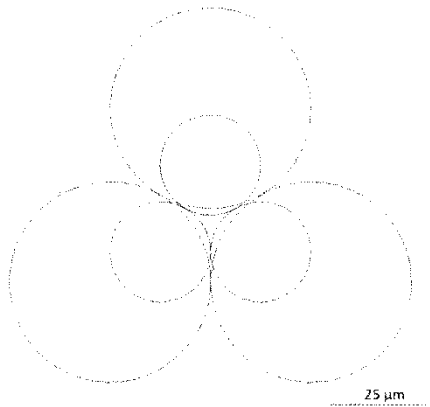


Fig. 4

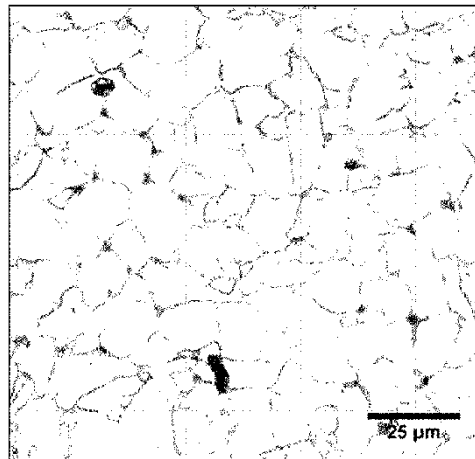


Fig. 5

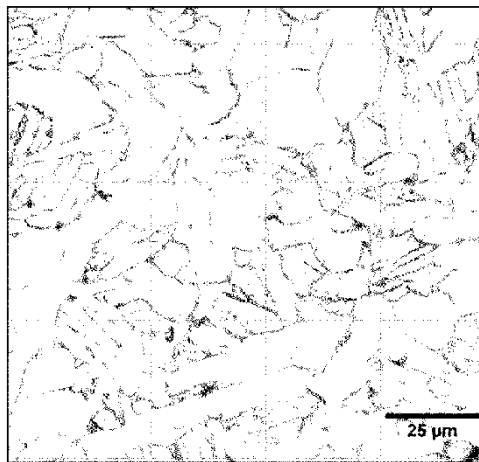


Fig. 6