

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 497 508**

51 Int. Cl.:

A61L 27/06 (2006.01)

C22C 14/00 (2006.01)

C22F 1/18 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.10.2009 E 09822257 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.08.2014 EP 2366808**

54 Título: **Titanio nanoestructural comercialmente puro para biomedicina y método para elaborar una varilla del mismo material**

30 Prioridad:

22.10.2008 RU 2008141956

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

23.09.2014

73 Titular/es:

**CARPENTER TECHNOLOGY CORPORATION
(100.0%)
101 West Bern Street
Reading, PA 19601, US**

72 Inventor/es:

**VALIEV, RUSLAN ZUFAROVICH;
SEMENOVA, IRINA PETROVNA;
YAKUSHINA, EVGENIYA BORISOVNA y
SALIMGAREEVA, GUL'NAZ KHALIFOVNA**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 497 508 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

Titanio nanoestructural comercialmente puro para biomedicina y método para elaborar una varilla del mismo material.

Antecedentes de la invención

5 1. Campo de la invención

La presente invención se relaciona con materiales nanoestructurales con estructura de grano ultrafino (UFG) y características biomédicas y mecánicas mejoradas y, más particularmente, con titanio y sus aleaciones que se pueden utilizar para elaborar implantes médicos aplicados en cirugía, ortopedia, traumatología, y odontología, así como también con una tecnología para procesar estos materiales para formar estructuras que aseguran propiedades mecánicas y biomédicas específicas.

2. Descripción de la técnica relacionada

Se ha sabido que la resistencia, fiabilidad, y durabilidad de un implante depende de la composición química, y características mecánicas y biomédicas del material que se hace. Al mismo tiempo, la microestructura tiene una función clave en el establecimiento de resistencia, plasticidad, fatiga, corrosividad, y biocompatibilidad en un material específico. Dependiendo del método de procesamiento, la microestructura es capaz de tener diversas composiciones de fase, tamaño y forma de los granos, desorientación de sus límites, la densidad de dislocaciones y otros defectos de red cristalina, etc. (M.A. Shtremel, Strength of Aleaciones, parte 1: Lattice defects, 280 pp, Moscow, Metallurgy, 1982; M.A. Shtremel, Strength of Aleaciones, parte 2: Deformación, Moscow, MISiS, 1997, 527 pp., pp82-113).

El titanio comercialmente puro se ha utilizado ampliamente en fabricar implantes para odontología y traumatología debido a su alta biocompatibilidad (D.M. Brunette, P. Tengvall, M. Textor, P. Thomsen, "Titanium in medicine", Springer, 2001, 1019 pp., pp. 562-570, párrafos 17.1, 17.2).

También, la patente Rusa RU 2146535, A61C 8/00, A61L 27/00, de 20.03.2000, describe un método para fabricar implante dental intraóseo de titanio. Ya que el titanio comercialmente puro no posee altas características de resistencia, en este caso se utiliza un recubrimiento bioactivo multicapa con el fin de aumentar la resistencia mecánica del implante. El recubrimiento comprende cinco capas aplicadas en sucesión con la ayuda de pulverización de plasma.

También se puede lograr la resistencia mecánica mejorada de un implante mediante el uso de aleaciones ricas en titanio. Por ejemplo, la patente KR20020074843, A61L 27/06, A61L 27/00, publicada el 04.10.2002, describe un método para elaborar una prótesis ósea removible de aleaciones de titanio Ti6Al4V, Ti5Al2.5Sn, Ti3Al13V11Cr, Ti15Mo5Zr3T1, o Ti6Al12NbTa. Sin embargo, los valores de biocompatibilidad de aleaciones ricas en titanio son considerablemente más bajas que aquellas de titanio comercialmente puro. La permanencia prolongada de implantes elaborados de aquellas aleaciones en un cuerpo humano puede resultar en la acumulación de elementos tóxicos tales como vanadio y cromo [D.M. Brunette, et al. Ibid]. Es por eso que, para mejorar la biocompatibilidad y optimizar el proceso de osteointegración, se aplica recubrimiento bioinerte de polvo de hidroxiapatita de calcio (sales óseas) sobre la superficie del implante en un horno de vacío luego de calentar hasta 800 a 1000° C.

Así en las anteriores patentes mencionadas se utiliza titanio comercialmente puro para elaborar implantes, que puede permanecer en un cuerpo humano por mucho tiempo. Sin embargo, su principal desventaja es la moderada resistencia mecánica. En relación con esto, con el fin de mejorar las propiedades de resistencia de un implante, usualmente se utiliza el recubrimiento biocompatible especial aplicado sobre la superficie de producto o aleaciones ricas en titanio con dureza mejorada, resistencia, y resistencia a la fatiga. La biocompatibilidad de los implantes de aleaciones de titanio se logra a través de la aplicación de recubrimientos biocompatibles. En general, el empleo de aleaciones de titanio costosas así como también los procesos para aplicar biorecubrimientos sobre la superficie de producto resulta en el aumento del costo neto de implante.

Se sabe que la formación de estructuras de grano ultrafino (UFG), que contienen en su mayoría límites en ángulos altos, permite obtener una única combinación de resistencia, ductilidad, y resistencia a la fatiga en metales y aleaciones. [R.Z. Valiev, I.V. Alexandrov. Bulk nanostructural metallic materials. - M.: IKC "Academkniga", 2007. - 398 pp.].

También se ha sabido en la técnica que el titanio comercialmente puro con estructura UFG producida por técnicas combinadas de deformación plástica severa [G.Kh. Sadikova, V.V. Latysh, I.P. Semenova, R.Z. Valiev "Influence of severe plastic deformation and tratamiento termo-mecánico on the structure and

propiedades de titanium” Metal science and heat treatment of metals, N°11 (605), 2005, pp.31-34]. La microestructura en la sección transversal del lingote se caracteriza por granos y subgranos equiaxiales de fase alfa con una red compacta hexagonal (HCP) con el tamaño promedio de aproximadamente 200 nm y alta densidad de dislocación. La solución técnica indicada se toma como el análogo más cercano.

5 Sin embargo, la estructura en la sección longitudinal del lingote investigado a lo largo de la longitud de la varilla en varias áreas tiene granos en fase alfa alargados a lo largo de la dirección de deformación con la relación de longitud a ancho (coeficiente de forma de grano) de 6:1. El área interna de los granos alargados se fragmenta principalmente por límites de dislocación en ángulo bajo. El material con dicha estructura se caracteriza por anisotropía de propiedades en las secciones longitudinal y transversal del lingote que tiene un efecto adverso en la vida de servicio de implantes médicos.

10 Se ha conocido una técnica para procesar varillas de titanio comercialmente puro (patente RU N° 2175685, C22F 1/18, publicada el 27.07.2000), en las que se alcanza la formación de un estado de alta resistencia mediante el refinamiento de microestructura a través de presión angular de canal igual (ECAP) con un tratamiento termo-mecánico posterior. El tratamiento termo-mecánico incluye intercambio de deformación fría con el grado de 30 a 90% y recocido intermedio y final en el rango de temperaturas desde 250 hasta 500° C durante 0.2 a 2 horas. Como resultado, una estructura de grano ultrafina con el tamaño de grano de aproximadamente 0.1 µm se forma en el lingote en forma de varilla.

15 Las desventajas de este método tienen un alto grado de anisotropía en la estructura y propiedades del material de varilla debido a la heterogeneidad de morfología de granos en las secciones longitudinal y transversal del lingote, y una fracción sustancial de límites en ángulo bajo. Dicho material posee resistencia mejorada, pero ductilidad limitada, que no proporciona resistencia suficiente a la falla por fatiga.

Breve resumen de la invención

20 El objetivo de la invención es desarrollar titanio comercialmente puro que asegure propiedades mejoradas en relación con la resistencia mecánica, resistencia a falla por fatiga, propiedades biomédicas por medio de estructura nanocristalina y también desarrollar un método eficiente para producir varillas de los mismos.

25 El objetivo que se busca se alcanza al proporcionar un titanio comercialmente puro para biomedicina, que tiene una estructura de granos en fase alfa nanocristalinos con una red compacta hexagonal, caracterizada porque la fracción de volumen de los granos con un tamaño de 0.1 a 0.5 µm y con un coeficiente de forma de grano de no más de 2 en los planos mutuamente perpendiculares constituye nada menos que el 90% en la estructura, más de 60% de los granos que tienen límites a ángulos altos desorientados en relación con los granos adyacentes por los ángulos desde 15 hasta 90°.

30 El objetivo que se busca se alcanza al proporcionar un método para elaborar una varilla de titanio comercialmente puro con estructura nanocristalina para biomedicina, el método que comprende las etapas de deformación plástica severa de un lingote mediante la presión angular de canal igual a una temperatura no mayor de 450° C con la tensión acumulada verdadera total $e \geq 4$, y el tratamiento termo-mecánico posterior con el grado de tensión desde 40 hasta 80%, en donde la etapa de tratamiento termo-mecánico incluye deformación plástica desarrollada con una reducción gradual de la temperatura en el rango $T = 450-350$ ° C y el índice de tensión de $10^{-2}-10^{-4}$ s⁻¹.

35 La invención permite lograr un mayor nivel de propiedades mecánicas y de fatiga, que se condiciona por las peculiaridades de la nanoestructura formada en titanio comercialmente puro en cumplimiento con el método de acuerdo con la invención.

40 En primer lugar, la mejora de resistencia en titanio está condicionada por un tamaño de grano muy pequeño (0.1 a 0.5 µm) en la estructura, que proporciona un aumento en el tensión de flujo durante deformación plástica de acuerdo con la relación Hall- Petch conocida [Large plastic deformations and metal failure. Rybin V.V., M.: Metallurgy, 1986, 224pp.]. Se logra aumento considerable de la resistencia también debido al hecho de que tiene límites de grano en alto ángulo, cuyo porcentaje total no es menor de 60%, que proporciona la mayor contribución a refuerzo, cuando se compara con límites de bajo ángulo y especiales

45 [R.Z.Valiev, LV.Alexandrov. Bulk nanostructured metallic materials. -M.: “Academkniga”, 2007. - 398 pp.]. Junto con eso, durante la deformación plástica (por ejemplo, durante tensión), los granos dentro de este rango de tamaño con desorientación de límite con alto ángulo son capaces de demostrar deslizamiento de límite de grano (GBS). El GBS, es un mecanismo de deformación adicional, es favorable para impartir ductilidad al material [R.Z. Valiev, I.V. Alexandrov, ibid.], la formación de los granos con el coeficiente de forma de no más de 2 (la relación entre ancho y longitud del grano es 1:2) que reduce la heterogeneidad del flujo plástico del metal, el nivel de microtensión, y, por lo tanto, evitar la localización temprana de deformación que lleva a que

ocurra falla del material. Los cambios en la estructura del material descrito anteriormente se implementan mediante la técnica de tratamiento propuesta bajo los regímenes de temperatura-índice especificados.

Se sabe que la estructura UFG de titanio comercialmente puro proporciona su biocompatibilidad mejorada [D.M. Brunette, P.Tengvall, M. Textor, P.Thomsen, "Titanium in medicine", Springer, (2001) p.1019].

- 5 En general, la formación de la estructura nanocristalina en titanio comercialmente puro, descrita anteriormente, en la combinación propuesta de características de la invención resulta en el aumento simultáneo de resistencia y ductilidad y, que corresponde, en la mejora de su resistencia a falla por fatiga, y también en el aumento de su biocompatibilidad.

Breve descripción de los dibujos

- 10 Estos y otros objetos de la invención se entenderán más claramente a partir de la siguiente descripción en conjunto con los dibujos adjuntos, en los que la

Figura 1 ilustra un esquema de corte de la varilla elaborada de acuerdo con la presente invención.

Figura 2 es una foto de una microestructura de la varilla tomada en una sección transversal.

- 15 Figura 3 es una foto de una microestructura de la varilla tomada en una sección transversal e ilustra una unión de grano, y

Figura 4 es una foto de una microestructura de la varilla tomada en una sección longitudinal.

Descripción detallada de la invención

- 20 Se utiliza una varilla de titanio comercialmente puro como lingote. En la primera etapa de procesamiento de lingote se transforma a través de presión angular de canal igual (ECAP) a una temperatura no mayor de 450° C en 4 pasos para alcanzar la tensión acumulada verdadera $e \geq 4$ en un juego de troquel con el ángulo de inserción de canal $\psi=90^\circ$. Después de cada paso, el lingote se vuelve alrededor de su eje longitudinal en orientación horaria mediante el ángulo de 90° con el fin de proporcionar homogeneidad en el desarrollo de la estructura. En esta etapa, el refinamiento principal de la microestructura tiene lugar en la mayor parte del lingote sin cambiar sus dimensiones. En las etapas iniciales de la deformación plástica ($e=1$ después del primer paso ECAP), se fragmentan granos iniciales como resultado de generación de gemelos y células de deformación principalmente con límites de dislocación en bajo ángulo. Con el aumento de la tensión acumulada verdadera para $e=4$ (después del 4^{to} paso ECAP), se generan nuevos gemelos en la estructura, y en el supuesto de que tenga lugar fragmentación de grano adicional. Al mismo tiempo, las paredes de células de dislocación se vuelven más estrechas y ordenadas, aumentan su ángulo de desorientación, contribuyendo de esta manera con la transformación de la estructura celular en un grano. Como resultado de la evolución de la estructura en el curso de ECAP, una estructura de grano/subgrano estructura se forma en titanio. La estructura se caracteriza por límites fuertemente sin equilibrio y alta densidad de límite de grano y dislocaciones de red y con el tamaño de grano en el rango de 0.5-0.7 μm .

- 35 Después del ECAP, los lingotes se someten a tratamiento termo-mecánico, en el curso del cual la deformación plástica se efectúa con una disminución gradual de temperatura en el rango de $T = 450$ a 350°C con tensión acumulada total de 40 a 80%, el índice de tensión que varía en el rango de 10^{-2} - 10^{-4} s^{-1} , es decir, bajo condiciones de temperatura-índice cercanas a aquellas de superplasticidad del material. La deformación plástica bajo las condiciones de temperatura-índice descritas se pueden realizar a través de técnicas de laminación en caliente, extrusión uniaxial, forja de estampación. La combinación de deformación plástica y calor contribuye a una evolución adicional de la estructura obtenida como resultado de la ECAP: transformar los límites de subgranos en los límites de grano, y por lo tanto, aumenta la proporción de los límites en alto ángulo; generar nuevos granos, reducir densidades de dislocación de red debido a los procesos simultáneos de recuperación y recristalización dinámica.

- 40 De esta manera, como resultado del tratamiento combinado, se forma una estructura nanocristalina en titanio comercialmente puro, el porcentaje de los granos con un tamaño promedio de 100 a 500 nm y coeficiente de forma de grano de no más de 2 en planos mutuamente perpendiculares constituyen 90%, aproximadamente 60% de ellos tienen límites en altos ángulos.

Ejemplo de implementación real de la invención.

- 50 Se utiliza una varilla de titanio comercialmente puro de la marca CP Grade 4 con un diámetro de 40 μm y una longitud de 150 mm como un lingote inicial. Este lingote se somete a ECAP a una temperatura de 400° C, en 4

pasos en un juego de troquel con ángulo de inserción de canal $\psi=90^\circ$. El lingote después de cada paso se vuelve en orientación horaria alrededor de su eje longitudinal mediante el ángulo de 90° . Luego se toma el lingote del juego de troquel y se enfría a temperatura ambiente, después de lo cual se procesa al mecanizar en un torno con el fin de retirar una capa defectuosa.

5 Siguiendo el ECAP, el lingote se somete a tratamiento termo-mecánico, en el curso del cual se efectúa deformación plástica mediante laminación en caliente con una reducción de la temperatura gradual en el rango de $T=450-350^\circ\text{C}$ con la tensión acumulada total del 80%, el índice de tensión hace aproximadamente 10^{-3}s^{-1} . Como resultado de este tratamiento se fabrica una varilla con un diámetro de $\sim 7\text{ mm}$ y una longitud de $\sim 3000\text{ mm}$.

10 Por lo tanto, como resultado del tratamiento combinado, una estructura nanocristalina en las formas de titanio comercialmente puro, la proporción de granos con un tamaño promedio de $100-500\ \mu\text{m}$ y grano coeficiente de forma de no más de 2 en planos mutuamente perpendiculares hasta hacer 90%, aproximadamente el 60% de ellos con límites de ángulo alto. Ejemplo de aplicación real de la invención.

15 Una varilla de titanio comercialmente puro de la marca CP Grado 4 con un diámetro de 40 mm y una longitud de 150 mm se usó como un tocho inicial. Este tocho se sometió a ECAP a una temperatura de 400°C , en 4 pases en un juego de matrices con el ángulo de intersección canal $\psi = 90^\circ$. El tocho después de cada pasada se gira en orientación horaria alrededor de su eje longitudinal por el ángulo de 90° . Luego el tocho fue sacado del conjunto de troquel y se enfrió a temperatura ambiente, después de lo cual se procesó mediante mecanizado de torno con el fin de eliminar una capa defectuosa.

20 Siguiendo el ECAP, la palanquilla se sometió a tratamiento térmico mecánico, en el curso de la cual la deformación plástica por laminación en caliente se efectúa con una disminución gradual de la temperatura en el rango de $T = 450\text{ a }350^\circ\text{C}$ con la cepa total acumulado de 80%, la velocidad de deformación de decisiones sobre 10^{-3} s^{-1} . Como resultado de este tratamiento se fabricó una barra con un diámetro de 7 ~ mm y una longitud de $\sim 3,000\text{ mm}$.

25 Una microestructura de las muestras de corte de esta varilla se estudia con la ayuda del microscopio JEM-100B utilizando la técnica de microscopía electrónica de transmisión. Las muestras se cortan con la ayuda de la técnica de electroerosión en forma de placas en las secciones longitudinal y transversal de la varilla. Con el fin de hacer láminas finas, las placas se someten a adelgazamiento mecánico a un espesor de 100 mm y un pulido electrolítico posterior en la máquina Tenupol-5 (Struers) a temperatura ambiente en la solución electrolítica que consiste de ácido perclórico (HClO_4) butanol ($\text{C}_4\text{H}_9\text{OH}$) y metanol (CH_3OH).

30 La Figura 1 muestra un esquema de corte de la varilla en el plano XY - una sección transversal del lingote y el plano ZX - una sección longitudinal. La microestructura de la barra está representada por las fotos de las Figuras 2 y 3 en la sección transversal, y en la Figura 4 en la sección longitudinal. En la Figura 2, se observa que el tamaño de grano (1) en la sección transversal de la varilla tiene 150 nm en promedio. La Figura 3 muestra una triple unión (2) de los granos con límites en alto ángulo (3). La Figura 4 demuestra que en la sección longitudinal de la varilla, no se cubren granos distintos (4) con una forma alargada, sin embargo, su relación entre ancho y largo, no es mayor de 2: 1.

40 La tabla representa los resultados de las pruebas de tensión a temperatura ambiente realizadas sobre muestras de corte a partir de una varilla de titanio comercialmente puro grado 4 hecho por medio del método de acuerdo con la presente invención. Presentado en aras de comparación están los resultados de las pruebas mecánicas de las muestras de titanio comercialmente puro fabricado de acuerdo con la técnica anterior [G.Kh. Sadikova, V.V. Latysh, L.P. Semenova, R.Z. Valiev Ibid.].

Tabla

Propiedades mecánicas de titanio comercialmente puro						
No.	Estado de semi-producto	resistencia a la tracción final, MPa	Esfuerzo de fluencia, MPa	Alargamiento, %	Reducción en área, %	σ -1 (límite de resistencia), MPa N=10 ⁷ ciclos
1	Varilla de Ti con estructura de grano ultrafina de acuerdo con la técnica anterior	1150	1100	11	56	500
2	Varilla de Ti Grado 4 Ø mm con la nanoestructura de acuerdo con la presente invención	1330 ± 10	1280 ± 20	12±2	50±2	640

5 Se ve a partir de la tabla que las propiedades mecánicas del titanio nanoestructural elaborado con el uso de la presente invención son considerablemente más altas que aquellas fabricadas de titanio en grano ultrafino de acuerdo con la técnica anterior.

10 También se han llevado a cabo experimentos en la plantación de células osteoblásticas humanas CRL-11372 en la superficie de muestras de grano grueso y nanoestructurales convencionales de titanio comercialmente puro y aleación Ti-6Al-4V. Se ha demostrado que la adhesión de células osteoblásticas para el estado nanoestructural es considerablemente mayor en comparación con el estado de grano grueso de ambos materiales (76% y 15% correspondientemente). Las investigaciones del comportamiento celular demuestran que la colonización de las células de fibroblastos sobre la superficie de titanio aumenta considerablemente después de nanoestructuración. El porcentaje de la superficie de titanio convencional ocupado por las células constituye 53% después de 72 horas en comparación con 87% para el titanio nanoestructural [www.timplant.cz]. Estas investigaciones apuntan a un índice más alto de osteointegración de titanio nanoestructural en comparación con el material en el estado de grano grueso convencional.

15 De esta manera, la presente invención permite formar una estructura nanocristalina en titanio comercialmente puro, que asegura una resistencia mejorada, resistencia a la fatiga y biocompatibilidad del material y que fabrica un lingote en forma de varilla de este material.

REIVINDICACIONES

1. Titanio comercialmente puro nanoestructural para biomedicina que presenta una estructura de grano de fase alfa nanocristalina con una red compacta hexagonal en donde la fracción de volumen de los granos con un tamaño de 0.1 a 0.5 μm y con un coeficiente de forma de grano no mayor de 2 en los planos mutuamente perpendiculares constituyen no más de 90%, más de 60% de los granos que tienen límites a ángulos altos desorientados en relación con los granos adyacentes por los ángulos desde 15 hasta 90°.
- 5
2. Un método para fabricar varillas de titanio comercialmente puro con la estructura nanocristalina para biomedicina que comprende las etapas de:
- proporcionar un lingote,
- 10 someter el lingote a deformación plástica por medio de presión angular de canal igual a una temperatura de no más de 450° C con la tensión real acumulada total $e \geq 4$, y
- someter el lingote a deformación plástica posterior adicional con el grado de tensión desde 40 hasta 80%, la deformación plástica adicional se lleva a cabo con una reducción gradual de la temperatura en el rango de $T = 450\text{-}350^\circ\text{C}$ y el índice de tensión $10^{-2}\text{-}10^{-4}\text{s}^{-1}$.
- 15
3. El método de acuerdo con la reivindicación 2 en donde la etapa de presión angular de canal igual se lleva a cabo en cuatro pasos, el lingote se vuelve después de cada paso alrededor de su eje longitudinal mediante el ángulo de 90°.
4. El método de acuerdo con la reivindicación 2, en donde la deformación plástica adicional se realiza por medio de laminación en caliente.
- 20
5. El método de acuerdo con la reivindicación 2, en donde la deformación plástica adicional se realiza por medio de extrusión uniaxial.
6. El método de acuerdo con la reivindicación 2, en donde la deformación plástica adicional se realiza por medio de forja de estampación.
- 25
7. El método de la reivindicación 4, en donde la deformación plástica posterior adicional es un tratamiento termo-mecánico por medio de laminación en caliente a dicha temperatura que se reduce gradualmente en el rango de $T = 450 - 350^\circ\text{C}$ e índice de tensión de $10^{-2} - 10^{-4}\text{s}^{-1}$, para formar de esta manera una estructura de grano de fase alfa nanocristalina en la varilla con una red compacta hexagonal en donde la fracción de volumen de los granos con un tamaño de 0.1 a 0.5 μm y con un coeficiente de forma de grano no mayor de 2 en los planos mutuamente perpendiculares constituyen no más de 90%, y más de 60% de los granos que
- 30 tienen límites a ángulos altos desorientados en relación con los granos adyacentes por los ángulos desde 15 hasta 90°
8. El método de acuerdo con la reivindicación 7, en donde la etapa de presión angular de canal igual se lleva a cabo en cuatro pasos, el lingote se vuelve después de cada paso alrededor de su eje longitudinal mediante el ángulo de 90°.
- 35
9. El método de acuerdo con la reivindicación 7 que comprende adicionalmente enfriar el lingote a temperatura ambiente después de la etapa de presionar y mecanizar en un torno igual para eliminar una capa defectuosa.

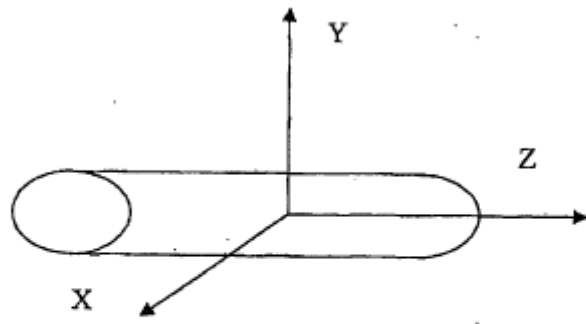


FIG. 1



FIG. 2



FIG. 3

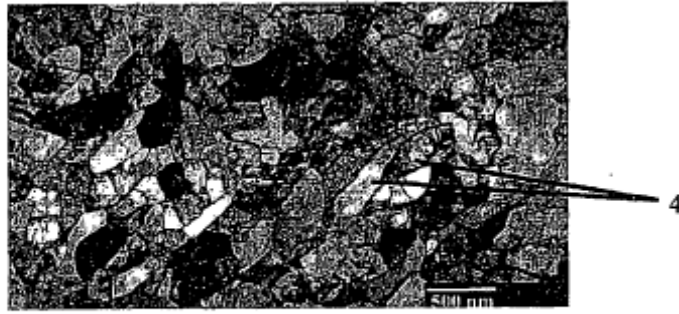


FIG. 4