

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 652 295**

51 Int. Cl.:

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: **22.08.2011 E 14191903 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.10.2017 EP 2848708**

54 Título: **Rutas de procesamiento de titanio y aleaciones de titanio**

30 Prioridad:

15.09.2010 US 882538

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

01.02.2018

73 Titular/es:

**ATI PROPERTIES LLC (100.0%)
1600 N.E. Old Salem Road
Albany OR 97321, US**

72 Inventor/es:

**FORBES JONES,, ROBIN M;
MANTIONE,, JOHN V;
DE SOUZA,, URBAN J;
THOMAS,, JEAN-PHILIPPE;
MINISANDRAM,, RAMESH S;
KENNEDY,, RICHARD L y
DAVIS,, ROBERT MARK**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 652 295 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

Rutas de procesamiento de titanio y aleaciones de titanio

- 5 Esta solicitud de patente es una solicitud divisional de la Solicitud de Patente Europea número 11752026.2, que reivindica un método para la forja en múltiples etapas de una pieza de trabajo que comprende un material metálico seleccionado entre un metal y una aleación metálica, como se describe en este documento.

Declaración respecto a la investigación o el desarrollo patrocinado federalmente

- 10 Esta invención se realizó con el apoyo del gobierno de los Estados Unidos bajo el Contrato Número NIST 70NANB7H7038, otorgado por el Instituto Nacional de Patrones y Tecnología (NIST), Departamento de Comercio de los Estados Unidos. El gobierno de los Estados Unidos puede tener ciertos derechos sobre la invención.

15 Antecedentes de la tecnología

Campo de la tecnología

- 20 La presente descripción se refiere a métodos para forjar titanio y aleaciones de titanio y a un aparato para la forma de realización de dichos métodos.

Descripción de los antecedentes de la tecnología

- 25 Los métodos para producir titanio y aleaciones de titanio que tienen una microestructura de grano grueso (CG), grano fino (FG), grano fino muy (VFG), o grano ultrafino (UFG) implican el uso de múltiples recalentamientos y etapas de forja. Las etapas de forja pueden incluir una o más etapas de forja por recalcado, además de forja por estiramiento en una prensa de matriz abierta.

- 30 En el presente documento, cuando se hace referencia a la microestructura de titanio y de aleación de titanio: el término "grano grueso" se refiere a tamaños de grano alfa de 400 μm y más de aproximadamente 14 μm ; el término "grano fino" se refiere a tamaños de grano alfa en el intervalo de 14 μm a más de 10 μm ; el término "grano muy fino" se refiere a tamaños de grano alfa de 10 μm a más de 4,0 μm ; y el término "grano ultrafino" se refiere a tamaños de grano alfa de 4,0 μm o menos.

- 35 Los métodos comerciales conocidos de forja de titanio y aleaciones de titanio para producir microestructuras de grano grueso (CG) o grano fino (FG) emplean velocidades de deformación de 0,03 s^{-1} a 0,10 s^{-1} utilizando múltiples recalentamientos y etapas de forja.

- 40 Los métodos conocidos destinados a la fabricación de microestructuras de granos finos (FG), muy finos (VFG) o ultrafinos (UFG) aplican un proceso de forja en varios ejes (MAF) a una velocidad de deformación ultra lenta de 0,001 s^{-1} o más lenta (véase G. Salishchev, et. al., Science Forum Materiales, Vol. 584-586, pp. 783-788 (2008)). El proceso de MAF genérico se describe en C. Desrayaud, et al., Journal of Materials Processing Technology, 172, pp. 152-156 (2006).

- 45 La clave para el refinamiento del grano en el proceso de MAF a velocidad de deformación ultra lenta es la capacidad de operar continuamente en un régimen de recristalización dinámica, que es el resultado de las velocidades de deformación ultra lentas utilizadas, es decir, de 0,001 s^{-1} o más lento. Durante la recristalización dinámica, los granos nucleados crecen se acumulan dislocaciones al mismo tiempo. La generación de dislocaciones dentro de los granos recién nucleados reduce continuamente la fuerza motriz para el crecimiento del grano, y la nucleación de granos es energéticamente favorable. El proceso de MAF a velocidad de deformación ultra lenta utiliza recristalización dinámica para recristalizar continuamente granos durante el proceso de forja.

- 50 Se pueden producir cubos relativamente uniformes de la aleación UFG Ti-6-4 usando el proceso de MAF a velocidad de deformación ultra lenta, pero el tiempo acumulado requerido para realizar la MAF puede ser excesivo en un entorno comercial. Además, el equipo de matriz de forja por prensado abierta a gran escala convencional disponible en el mercado puede no tener la capacidad de alcanzar las velocidades de deformación ultra lentas requeridas en tales formas de realización y, por lo tanto, puede ser necesaria la creación de equipos a medida para la MAF a velocidad de deformación ultra lenta a escala de producción.

- 60 En consecuencia, sería ventajoso desarrollar un proceso para la producción de titanio y aleaciones de titanio que tuvieran una microestructura de grano gruesa, fina, muy fina o ultrafina que no requiera múltiples recalentamientos y/o permita velocidades de deformación más altas, reduzca el tiempo necesario para el procesamiento, y elimine la necesidad de equipo de forja personalizado.

65

Sumario

5 La invención proporciona un método para refinar el tamaño de grano en una pieza de trabajo que comprende un material metálico seleccionado entre titanio y una aleación de titanio de acuerdo con la reivindicación 1 de las reivindicaciones adjuntas.

10 De acuerdo con la presente invención, un método para refinar el tamaño de grano de una pieza de trabajo que comprende un material metálico seleccionado entre titanio y uno de las aleaciones de titanio ASTM de Grado 5, 6, 12, 19, 20, 21, 23, 24, 25, 29, 32, 35, 36 y 38 comprende calentar la pieza de trabajo a temperatura que forja la pieza de trabajo dentro de un campo de fase alfa + beta del material metálico. La pieza de trabajo comprende una forma cilíndrica y una dimensión de sección transversal de inicio. La pieza de trabajo está recalcada a la temperatura de forja de la pieza de trabajo. Después del recalcado, la pieza de trabajo se forja por estiramiento de paso múltiple a la temperatura de forja de la pieza de trabajo. La forja por estiramiento de paso múltiple comprende rotar de forma incremental la pieza de trabajo en una dirección de rotación seguida de la forja por estiramiento de la pieza de trabajo después de cada rotación. Se repite el giro y la forja progresivo de la pieza de trabajo hasta que la pieza de trabajo comprende sustancialmente la misma dimensión de sección transversal inicial de la pieza de trabajo. La velocidad de deformación utilizada en la forja por recalcado y la forja por estiramiento está en el intervalo de $0,001 \text{ s}^{-1}$ a $0,02 \text{ s}^{-1}$, inclusive.

20 **Breve descripción de los dibujos**

Las características y ventajas de los aparatos y métodos descritos en este documento se pueden entender mejor por referencia a los dibujos en los que las Figuras 1 a 6, y la descripción correspondiente, se refieren a los métodos MAF descritos y reivindicados en la solicitud de patente EP número 11752026.2:

25 La FIG. 1 es un diagrama de flujo que enumera las etapas de un método para el procesamiento de titanio y aleaciones de titanio para el refinamiento del tamaño de grano;

30 La FIG. 2 es una representación esquemática de un método de forja en varios ejes a alta velocidad de deformación mediante la gestión térmica para el procesamiento de titanio y aleaciones de titanio para el refinamiento de tamaños de grano, en la que las Figs. 2 (a), 2 (c) y 2 (e) representan las etapas de forja por prensado, y las Figs. 2 (b), 2 (d), y 2 (f) representan etapas de enfriamiento y calentamiento;

35 La FIG. 3 es una representación esquemática de una técnica de forja en varios ejes de velocidad de deformación lenta conocido por ser utilizado para refinar granos de muestras a pequeña escala;

La FIG. 4 es una representación esquemática de un diagrama de un proceso termomecánico de temperatura-tiempo para de un método de forja en varios ejes a alta velocidad de deformación;

40 La FIG. 5 es una representación esquemática de un diagrama de un proceso termomecánico de temperatura-tiempo para de un método de forja en varios ejes a varias temperaturas de alta velocidad de deformación;

45 La FIG. 6 es una representación esquemática de un diagrama de un proceso termomecánico de temperatura-tiempo para de un método de forja en varios ejes a alta velocidad a través de transición beta;

Las FIG. 7 a 13, y la descripción correspondiente, se refieren a realizaciones no limitantes del método MUD de la presente invención.

50 La FIG. 7 es una representación esquemática de una realización no limitante de un método de recalcado y estiramiento múltiple para el refinamiento del tamaño de grano de acuerdo con la presente invención.

La FIG. 8 es un diagrama de flujo que enumera las etapas no limitante de un método de acuerdo con la presente descripción para el procesamiento múltiple de recalcado y estiramiento de titanio y aleaciones de titanio para refinar el tamaño de grano;

55 La FIG. 9 (a) es una micrografía de una sección transversal del centro de la muestra procesada de acuerdo con el Ejemplo 7; la FIG. 9 (b) es una sección transversal de la superficie cerca de la muestra procesada de acuerdo con el Ejemplo 7;

60 La FIG. 10 es un diagrama termomecánico esquemático de temperatura-tiempo del proceso utilizado en el Ejemplo 9;

La FIG. 11 es una macrofotografía de una sección transversal de una muestra procesada de acuerdo con la forma de realización no limitante del Ejemplo 9;

65

La FIG. 12 es una micrografía de una muestra procesada de acuerdo con la forma de realización no limitante del Ejemplo 9 que muestra el tamaño de grano muy fino; y

5 La FIG. 13 representa una simulación de la modelización de elementos finitos de deformación de la muestra preparada en la forma de realización del ejemplo 9.

El lector apreciará los detalles que anteceden, así como otros, al considerar la siguiente descripción detallada de ciertas formas de realización no limitantes de acuerdo con la presente descripción.

10 Descripción detallada de ciertas formas de realización no limitantes

Un aspecto de esta descripción incluye una descripción de un proceso de forja en varios ejes que incluye el uso de altas velocidades de deformación durante las etapas de forja para refinar el tamaño de grano en titanio y aleaciones de titanio. Estos métodos se denominan generalmente en esta descripción como "forja en varios ejes a alta velocidad de deformación" o "MAF de alta velocidad de deformación" y forman el objeto como se reivindica en la solicitud de patente europea número 11752026.2.

20 Con referencia ahora al diagrama de flujo en la FIG. 1 y la representación esquemática en la FIG. 2, se representa un método 20 de uso de un proceso de forja en varios ejes a alta velocidad de deformación (MAF) para refinar el tamaño de grano de titanio o aleaciones de titanio. La forja en varios ejes (26), también conocida como forja "a-b-c", que es una forma de deformación plástica severa, incluye calentamiento (etapa 22 en la FIG. 1) de una pieza de trabajo que comprende un material metálico seleccionado entre titanio y una aleación de titanio 24 a una temperatura de forja de la pieza de trabajo dentro de un campo de fase alfa + beta del material metálico, seguido por MAF 26 utilizando una alta velocidad de deformación.

30 En la FIG. 3 se representa esquemáticamente un proceso de forja en varios ejes de velocidad de deformación lenta conocido. En general, un aspecto de la forja en varios ejes es que después de cada tres golpes o "impactos" del aparato de forja, tales como una forja de matriz abierto, la forma de la pieza de trabajo se acerca a la de la pieza de trabajo justo antes del primer impacto. Por ejemplo, después de forjar inicialmente una pieza cúbica de 5 pulgadas (12,7 cm) de lado con un primer "impacto" en la dirección del eje "a", se hace girar 90 ° y se forja con un segundo impacto en la dirección del eje "b", y se hace girar 90 ° y se forja con un tercer impacto en la dirección del eje "c", la pieza de trabajo se parecerá al cubo de partida con lados de 5 pulgadas (12,7 cm).

35 La FIG. 4 es un diagrama de un proceso termomecánico esquemático de temperatura-tiempo de un método para deformar plásticamente la pieza de trabajo por encima de la temperatura de transición beta y enfriar directamente a la temperatura de forja de la pieza de trabajo. En la FIG. 4, un método 100 comprende el calentamiento 102 de la pieza de trabajo a una temperatura de remojo beta 104 por encima de la temperatura de transición beta 106 del material metálico de titanio o de aleación de titanio y mantener o "remojarse" 108 la pieza de trabajo a la temperatura de remojo beta 104 para formar una microestructura de titanio toda en fase beta en la pieza de trabajo. Después de remojar la pieza de trabajo 108 se puede deformar plásticamente 110. La deformación plástica 110 puede comprender la forja por recalado. En otra forma de realización no limitante, la deformación plástica 110 comprende la forja por recalado a una deformación real de 0,3. En otra forma de realización, deformar plásticamente la pieza de trabajo 110 comprende la forja en varios ejes a alta velocidad de deformación gestionada térmicamente (no mostrada en la FIG. 4) a una temperatura de remojo beta.

50 La forja en varios ejes a alta velocidad de deformación gestionada térmicamente a dos temperaturas en el campo de fase alfa + beta. La FIG. 5 es un diagrama de un proceso termomecánico esquemático de temperatura-tiempo de un método que comprende la forja en varios ejes de la pieza de trabajo de aleación de titanio a la primera temperatura de forja de la pieza de trabajo que utiliza una forma de realización de la característica de gestión térmica descrita anteriormente, seguido de enfriamiento a una segunda temperatura de forja de la pieza de trabajo en la fase alfa + beta, y la forja en varios ejes de la pieza de trabajo de aleación de titanio a la segunda temperatura de forja de la pieza de trabajo utilizando una forma de realización de la característica de gestión térmica descrita anteriormente.

55 La FIG. 6 es un diagrama esquemático del proceso termomecánico de temperatura-tiempo de un método para deformar plásticamente una pieza de trabajo que comprende un material metálico seleccionado entre titanio y una aleación de titanio por encima de la temperatura de transición beta y enfriar la pieza de trabajo a la temperatura de forja de la pieza de trabajo, mientras de forma simultánea se emplea la forja en varios ejes a alta velocidad de deformación gestionada térmicamente en la pieza de trabajo.

60 Debido a que las etapas de forja en varios ejes 170, 172, 174 tienen lugar a medida que la temperatura de la pieza de trabajo se enfría a través de la temperatura de transición beta del material metálico de titanio o de aleación de titanio, una forma de realización del método tal como se muestra en la FIG. 6 se denomina en este documento como "forja en varios ejes a alta velocidad de deformación mediante transición beta". Se utiliza el sistema de gestión térmica (33 de la FIG. 2) de forja en varios ejes a alta velocidad de deformación mediante transición beta para mantener la temperatura de la pieza de trabajo a una temperatura uniforme o esencialmente uniforme antes de cada

impacto a cada uno temperatura de forja mediante transición beta y, opcionalmente, para retardar la velocidad de enfriamiento.

5 La presente invención se refiere a métodos de forja que pueden conseguir un tamaño de grano fino, de grano muy
 10 fino o de grano ultrafino generalmente uniforme en las aleaciones de titanio del tamaño de un lingote. En otras
 palabras, una pieza de trabajo procesada por dichos métodos puede incluir el tamaño deseado de grano, tales como
 una microestructura de grano ultrafino a lo largo de la pieza de trabajo, en lugar de solo en la región central de la
 15 pieza de trabajo. Realizaciones no limitantes de dichos métodos utilizan múltiples etapas de "recalcado y
 estiramiento" en lingotes que tienen secciones transversales mayores de 4 pulgadas cuadradas (25,8 cm
 cuadrados). Las múltiples etapas de recalcado y estiramiento están dirigidas a la consecución de un tamaño
 uniforme de grano fino, de grano muy fino o de grano ultrafino a lo largo de la pieza de trabajo, preservando
 20 considerablemente al mismo tiempo las dimensiones originales de la pieza de trabajo. Debido a que estos métodos
 de forja incluyen múltiples etapas de recalcado y estiramiento, que se denominan en este documento formas de
 realización del método "MUD". El método MUD incluye deformación plástica severa y puede producir granos
 ultrafinos uniformes en pieza de trabajo de aleación de titanio del tamaño de un lingote. De acuerdo con esta
 descripción, las velocidades de deformación utilizadas para las etapas de forja por recalcado y forja por estiramiento
 del proceso MUD se encuentran en el intervalo de $0,001 \text{ s}^{-1}$ a $0,02 \text{ s}^{-1}$, ambos inclusive. En contraste, las
 velocidades de deformación que se utilizan normalmente para la forja por recalcado de matriz abierta y estiramiento
 25 convencional se encuentran en el intervalo de $0,03 \text{ s}^{-1}$ a $0,1 \text{ s}^{-1}$. La velocidad de deformación para el MUD es lo
 suficientemente lenta para evitar el calentamiento adiabático a fin de mantener la temperatura de forja controlada, y
 sin embargo, la velocidad de deformación es aceptable para las prácticas comerciales.

Se proporciona una representación esquemática de formas de realización no limitantes del método de recalcado y
 25 estiramiento múltiple es decir, el método "MUD" de la presente invención en la FIG. 7 y un diagrama de flujo de
 ciertas formas de realización del método MUD se proporciona en la FIG. 8. En referencia a las Figs. 7 y 8, un
 método no limitante 200 para el refinado de granos en una pieza de trabajo que comprende un material metálico
 seleccionado entre titanio y una aleación de titanio utilizando múltiples etapas de forja por recalcado y estiramiento
 comprende el calentamiento 202 de una pieza de trabajo de material metálico de titanio o de aleación de titanio con
 30 forma cilíndrica a una temperatura de forja de la pieza de trabajo en el campo de fase alfa + beta del material
 metálico. En una forma de realización no limitante, la forma de la pieza de trabajo con forma cilíndrica es un cilindro.
 En otra forma de realización no limitante, la forma de la pieza de trabajo con forma cilíndrica es un cilindro octagonal
 o un octágono recto.

La pieza de trabajo con forma cilíndrica tiene una dimensión de partida de la sección transversal. En una forma de
 35 realización no limitante del método MUD de acuerdo con esta descripción en el que la pieza de trabajo de partida es
 un cilindro, la dimensión de partida de la sección transversal es el diámetro del cilindro. En una forma de realización
 no limitante del método MUD de acuerdo con esta descripción en el que la pieza de trabajo de partida es un cilindro
 octogonal, la dimensión de partida de la sección transversal es el diámetro del círculo circunscrito de la sección
 transversal octogonal, es decir, el diámetro del círculo que pasa a través de todos los vértices de la sección
 40 transversal octogonal.

Cuando la pieza de trabajo con forma cilíndrica está a la temperatura de forja de la pieza de trabajo, la pieza de
 trabajo se somete a forja por recalcado 204. Después de la forja por recalcado 204, en una forma de realización no
 45 limitante, la pieza de trabajo se hace girar (206) 90° y a continuación se somete a forja por estiramiento con
 múltiples pasadas 208. La rotación real 206 de la pieza de trabajo es opcional, y el objetivo de la etapa es disponer
 la pieza de trabajo en la orientación correcta (consultar la FIG. 7) con relación a un dispositivo de forja para las
 etapas posteriores de forja por estiramiento con múltiples pasadas 208.

La forja por estiramiento con múltiples pasadas comprende el incremento la rotación (representado por la flecha 210)
 50 de la pieza de trabajo en una dirección de rotación (indicada por la dirección de la flecha 210), seguido por la forja
 por estiramiento 212 de la pieza de trabajo después de cada incremento de la rotación. En formas de realización no
 limitantes, el incremento la rotación y la forja por estiramiento 214 se repiten hasta que la pieza de trabajo
 comprende la dimensión de la sección transversal de partida. En una forma de realización no limitante, las etapas de
 forja por recalcado y de forja por estiramiento con múltiple pasadas se repiten hasta que se consigue una
 55 deformación real de al menos 3,5 en la pieza de trabajo. Otra forma de realización no limitante comprende la
 repetición de las etapas de calentamiento, de forja por recalcado, y de forja por estiramiento con múltiple pasadas
 hasta que se consigue una deformación real de al menos 4,7 en la pieza de trabajo. En otra forma de realización no
 limitante, las etapas de calentamiento, de forja por recalcado, y de forja por estiramiento con múltiple pasadas se
 repiten hasta que se consigue una deformación real de al menos 10 en la pieza de trabajo. En formas de realización
 60 no limitantes se observa que cuando se confiere una deformación real de 10 a la forja MUD, se produce una
 microestructura alfa UFG, y que el aumento de la deformación real conferida a la pieza de trabajo produce tamaños
 medios de grano más pequeños.

Un aspecto de esta descripción es el empleo de una velocidad de deformación durante las etapas de recalcado y
 65 estiramiento múltiple que es suficiente para dar lugar a una deformación plástica severa de la pieza de trabajo de
 aleación de titanio, que, en formas de realización no limitantes, resulta aún más en tamaños de grano ultrafinos. En

particular, la velocidad de deformación utilizada en la forja por recalcado se encuentra en el intervalo de $0,001 \text{ s}^{-1}$ a $0,003 \text{ s}^{-1}$. En otra forma de realización no limitante, la velocidad de deformación utilizada en las múltiples etapas de forja por estiramiento se encuentra en el intervalo de $0,01 \text{ s}^{-1}$ a $0,02 \text{ s}^{-1}$. Se determina que las velocidades de deformación en estos intervalos no dan lugar a calentamiento adiabático de la pieza de trabajo, lo que permite el control de la temperatura de la pieza de trabajo, y son suficientes para una práctica comercial económicamente aceptable.

En una forma de realización no limitante, después de la finalización del método MUD, la pieza de trabajo esencialmente tiene las dimensiones originales del cilindro de partida 214 o cilindro octagonal 216. En otra forma de realización no limitante, después de la finalización del método MUD, la pieza de trabajo esencialmente tiene la misma sección transversal que la pieza de trabajo de partida. En una forma de realización no limitante, un único recalcado requiere muchos impactos de estiramiento para devolver la pieza de trabajo a una forma que incluye la sección transversal de partida de la pieza de trabajo.

En una forma de realización no limitante del método MUD en el que la pieza de trabajo se encuentra en forma de cilindro que gira de forma incremental y la forja por estiramiento comprende además múltiples etapas de rotación de la pieza de trabajo cilíndrica en incrementos de 15° y posteriormente la forja por estiramiento, hasta que la pieza de trabajo cilíndrica se hace girar 360° y se somete a forja por estiramiento en cada incremento. En una forma de realización no limitante del método MUD en el que la pieza de trabajo se encuentra en forma de cilindro, después de cada forja por recalcado, se emplean veinticuatro etapas de rotación incremental + forja por estiramiento para llevar la pieza de trabajo esencialmente a sus dimensiones en sección transversal de partida. En otra forma de realización no limitante, cuando la pieza de trabajo está en forma de cilindro octagonal que gira de forma incremental y la forja por estiramiento comprende además múltiples etapas de la rotación de la pieza de trabajo cilíndrica en incrementos de 45° y posteriormente la forja por estiramiento, hasta que la pieza de trabajo cilíndrica se hace girar 360° y se somete a forja por estiramiento en cada incremento. En una forma de realización no limitante del método MUD en el que la pieza de trabajo está en forma de cilindro octogonal, después de cada forja por recalcado, se emplean ocho etapas de rotación incremental + forja por estiramiento para llevar la pieza de trabajo esencialmente a sus dimensiones en sección transversal de partida. En formas de realización no limitantes del método MUD se observó que la manipulación de un cilindro octogonal con equipos de manipulación era más precisa que la manipulación de un cilindro con equipos de manipulación. También se observó que la manipulación de un cilindro octogonal con equipos de manipulación en una forma de realización no limitante de un MUD era más precisa que la manipulación de una pieza de trabajo cúbica usando pinzas de mano en formas de realización no limitantes del proceso de MAF a alta velocidad de deformación gestionada térmicamente desveladas en el número de solicitud EP 11752026.2. Se reconoce que otras cantidades de rotación incrementales y etapas de forja por estiramiento para cilindro con forma de lingotes están dentro del alcance de esta descripción, y dichas otras posibles cantidades de rotación incrementales se pueden determinar por una persona experta en la técnica sin experimentación indebida.

En una forma de realización no limitante de MUD de acuerdo con esta descripción, una temperatura de forja de la pieza de trabajo comprende una temperatura dentro de un intervalo de la temperatura de forja de la pieza de trabajo. En una forma de realización no limitante, la temperatura de forja de la pieza de trabajo se encuentra en el intervalo de la temperatura de forja de una pieza de trabajo de 100°F ($55,6^\circ\text{C}$) por debajo de la temperatura de transición beta (T_β) del material metálico de titanio o de aleación de titanio a 700°F ($388,9^\circ\text{C}$) por debajo de la temperatura de transición beta del material metálico de titanio o de aleación de titanio. En otra forma de realización no limitante, la temperatura de forja de la pieza de trabajo se encuentra en un intervalo de temperaturas de 300°F ($166,7^\circ\text{C}$) por debajo de la temperatura de transición beta del material metálico de aleación de titanio o de titanio a 625°F (347°C) por debajo de la temperatura de transición beta del material metálico de titanio o de aleación de titanio. En una forma de realización no limitante, el extremo inferior del intervalo de la temperatura de forja de una pieza de trabajo es una temperatura en el campo de fase alfa + beta en la que no se produce un daño sustancial a la superficie de la pieza de trabajo durante el impacto de forja, como se puede determinar sin experimentación excesiva por una persona experta en la técnica.

En una forma de realización no limitante del MUD de acuerdo con esta descripción, el intervalo de temperaturas de forja de la pieza de trabajo para una aleación de Ti-6-4 (Ti-6Al-4V; n.º UNS R56400), que tiene una temperatura de transición beta (T_β) de aproximadamente 1850°F (1010°C), puede ser, por ejemplo, de 1150°F ($621,1^\circ\text{C}$) a 1750°F ($954,4^\circ\text{C}$), o en otra forma de realización puede ser de 1225°F ($662,8^\circ\text{C}$) a 1550°F ($843,3^\circ\text{C}$).

Formas de realización no limitantes comprenden múltiples etapas de recalentamiento durante el método MUD. En una forma de realización no limitante, la pieza de trabajo de aleación de titanio se calienta a la temperatura de forja de la pieza de trabajo después de la forja por recalcado de la pieza de trabajo de aleación de titanio. En otra forma de realización no limitante, la pieza de trabajo de aleación de titanio se calienta a la temperatura de forja de la pieza de trabajo antes de una etapa de forja por estiramiento de la forja por estiramiento con múltiple pasadas. En otra forma de realización no limitante, la pieza de trabajo se calienta según sea necesario para llevar de nuevo la temperatura real de la pieza de trabajo a la temperatura de forja de la pieza de trabajo después de una etapa de forja por recalcado o por estiramiento.

- Se determinó que las formas de realización del método MUD confieren trabajo redundante o deformación extrema, también denominado deformación plástica severa, que tiene por objeto la creación de granos ultrafinos en una pieza de trabajo que comprende un material metálico seleccionado entre titanio y una aleación de titanio. Sin pretender estar ligado a ninguna teoría de operación particular, se cree que la forma de sección transversal redonda u octogonal de pieza de trabajo cilíndricas y cilíndricas octagonales, respectivamente, distribuye la tensión de forma más uniforme a través del área de la sección transversal de la pieza de trabajo durante un método MUD. El efecto perjudicial de la fricción entre la pieza de trabajo y la matriz de forja también se reduce mediante la reducción del área de la pieza de trabajo en contacto con la matriz.
- Además, también se determinó que la disminución de la temperatura durante el método MUD reduce el tamaño final del grano a un tamaño que es característico de la temperatura específica que se utiliza. En referencia a la FIG. 8, en una forma de realización no limitante de un método 200 para el refinado del tamaño de grano de una pieza de trabajo, después de la transformación por el método MUD a la temperatura de forja de la pieza de trabajo, la temperatura de la pieza de trabajo se puede enfriar 216 a una segunda temperatura de forja de la pieza de trabajo. Después de enfriar la pieza de trabajo a la segunda temperatura de forja de la pieza de trabajo, en una forma de realización no limitante, la pieza de trabajo se somete a forja por recalado a la segunda temperatura de forja de la pieza de trabajo 218. La pieza de trabajo se hace girar 220 o se orienta para las etapas posteriores de forja por estiramiento. La pieza de trabajo se somete a forja por estiramiento en múltiples etapas a la segunda temperatura de forja de la pieza de trabajo 222. La forja por estiramiento en múltiples etapas a la segunda temperatura de forja de la pieza de trabajo 222 comprende la rotación de forma incremental 224 de la pieza de trabajo en una dirección de rotación (consultar la FIG. 7), y la forja por estiramiento a la segunda temperatura de forja de la pieza de trabajo 226 después de cada incremento de rotación. En una forma de realización no limitante, las etapas de recalado que giran de forma incremental 224, y la forja por estiramiento 226 se repiten hasta que la pieza de trabajo comprende la dimensión de partida en la sección transversal. En otra forma de realización no limitante, las etapas de forja por recalado a la segunda temperatura de la pieza de trabajo 218, en rotación 220, y de varias etapas de forja por estiramiento 222 se repiten hasta que se consigue una deformación real de 10 o mayor en la pieza de trabajo. Se reconoce que el método MUD se puede continuar hasta que se confiera cualquier deformación real deseada a la pieza de trabajo de titanio o de aleación de titanio.
- En una forma de realización no limitante que comprende un método MUD a varias temperaturas, la temperatura de forja de la pieza de trabajo, o una primera temperatura de forja de la pieza de trabajo, es de aproximadamente 1600 °F (871,1 °C) y la segunda temperatura de forja de la pieza de trabajo es de aproximadamente 1500 °F (815,6 °C). Las temperaturas de forja de la pieza de trabajo subsiguientes que son más bajas que la primera y segunda temperaturas de forja de la pieza de trabajo, tales como la tercera temperatura de forja de la pieza de trabajo, la cuarta temperatura de forja de la pieza de trabajo, y así sucesivamente, están dentro del alcance de formas de realización no limitantes de la presente divulgación.
- A medida que avanza la forja, el refinamiento del grano dará lugar a una disminución de la tensión de flujo a una temperatura fija. Se determinó que la disminución de la temperatura de forja para las etapas secuenciales de recalado y estiramiento mantiene constante la tensión de flujo y aumenta la velocidad de refinamiento microestructural. Se ha determinado que en las formas de realización no limitantes de MUD de acuerdo con esta descripción, una deformación real de 10 produce una microestructura de grano alfa ultrafino equiaxial uniforme en piezas de trabajo de titanio y de aleación de titanio, y que la temperatura más baja de un proceso MUD de dos temperaturas (o de varias temperaturas) puede ser determinante del tamaño final del grano después de que se confiere una deformación real de 10 a la forja MUD.
- Un aspecto de esta descripción incluye que después de la transformación por el método MUD, son posibles etapas de deformación posteriores sin engrosamiento del tamaño del grano refinado, siempre y cuando la temperatura de la pieza de trabajo no se caliente posteriormente por encima de la temperatura de transición beta de la aleación de titanio. Por ejemplo, en una forma de realización no limitante, una deformación posterior puesta en práctica después del procesamiento MUD puede incluir forja por estiramiento, forja por estiramiento múltiple, forja por recalado, o cualquier combinación de dos o más de estas etapas de forja a temperaturas en el campo de fase alfa + beta del titanio o aleación de titanio. En una forma de realización no limitante, las etapas de deformación o forja subsiguientes incluyen una combinación de forja por estiramiento con múltiples pasadas, forja por recalado, y forja por estiramiento para reducir la dimensión de la sección transversal de partida de la pieza de trabajo con forma cilíndrica a una fracción de la dimensión de la sección transversal, tal como, por ejemplo, pero no limitado a, la mitad de la dimensión de la sección transversal, un cuarto de la dimensión de la sección transversal, y así sucesivamente, mientras que todavía se mantiene una estructura de grano fino uniforme, de grano muy fino o de grano ultrafino en la pieza de trabajo de titanio o de aleación de Titanio.
- En una forma de realización no limitante de un método MUD, la pieza de trabajo es titanio o una aleación de titanio seleccionada entre aleaciones de titanio de los calidades ASTM 5, 6,12,19, 20, 21, 23, 24, 25, 29, 32, 35, 36, y 38.
- Antes de calentar la pieza de trabajo a la temperatura de forja de la pieza de trabajo en el campo de fase alfa + beta de acuerdo con formas de realización del MUD de esta descripción, en una forma de realización no limitante la pieza de trabajo se puede calentar a una temperatura de remojo beta, se puede mantener a la temperatura de remojo beta

5 durante un tiempo de remojo beta suficiente para formar una microestructura al 100 % de titanio en fase beta en la pieza de trabajo, y se enfría a temperatura ambiente. En una forma de realización no limitante, la temperatura de remojo beta está en un intervalo de temperaturas de remojo beta que incluye la temperatura de transición beta del titanio o de la aleación de titanio de hasta 300 °F (111 °C) por encima de la temperatura de transición beta del titanio o de la aleación de titanio. En otra forma de realización no limitante, el tiempo de remojo beta es de 5 minutos a 24 horas.

10 En una forma de realización no limitante, la pieza de trabajo es un lingote que está recubierto en todas o en ciertas superficies con un recubrimiento lubricante que reduce la fricción entre la pieza de trabajo y las matrices de forja. En una forma de realización no limitante, el recubrimiento lubricante es un lubricante sólido tal como, pero no limitado a, uno de grafito y un lubricante de vidrio. Otros recubrimientos lubricantes conocidos ahora o en el futuro por una persona con conocimientos en la técnica están dentro del alcance de esta descripción. Además, en una forma de realización no limitante del método MUD que usa piezas de trabajo con forma cilíndrica, el área de contacto entre la pieza de trabajo y las matrices de forja es pequeña en relación con el área de contacto en la forja en varios ejes de una pieza de trabajo cúbica. La reducción en el área de contacto produce menor fricción de matriz y una microestructura y una macroestructura de la pieza de aleación de titanio más uniforme.

20 Antes de calentar la pieza de trabajo que comprende un material metálico seleccionado entre titanio y aleaciones de titanio a la temperatura de forja de la pieza de trabajo en el campo de fase alfa + beta de acuerdo con formas de realización del MUD de esta descripción, en una forma de realización no limitante, la pieza de trabajo se deforma plásticamente a una temperatura de deformación plástica en el campo de fase beta del material metálico de titanio o de aleación de titanio después de mantenerse a un tiempo de remojo beta suficiente para formar el 100 % de la fase beta en el titanio o la aleación de titanio y antes de enfriar a temperatura ambiente. En una forma de realización no limitante, la temperatura de deformación plástica es equivalente a la temperatura de remojo beta. En otra forma de realización no limitante, la temperatura de deformación plástica está en un intervalo de temperaturas de deformación plástica que incluye la temperatura de transición beta del titanio o de la aleación de titanio hasta 300 °F (111 °C) por encima de la temperatura de transición beta del titanio o de la aleación de titanio.

30 En una forma de realización no limitante, deformar plásticamente la pieza de trabajo en el campo de fase beta del titanio o de la aleación de titanio comprende al menos uno de forja por estiramiento, forja por recalado, y forja en varios ejes a alta velocidad de deformación de la pieza de trabajo de aleación de titanio. En otra forma de realización no limitante, deformar plásticamente la pieza de trabajo en el campo de fase beta del titanio o de la aleación de titanio comprende forja por recalado y por estiramiento múltiple de acuerdo con formas de realización no limitantes de esta descripción, y en la que el enfriamiento de la pieza de trabajo a la temperatura de forja de la pieza de trabajo comprende enfriamiento al aire. En otra forma de realización no limitante, deformar plásticamente la pieza de trabajo en el campo de fase beta del titanio o de la aleación de titanio comprende la forja por recalado de la pieza de trabajo a una reducción del 30-35 % en altura u otra dimensión, tal como la longitud.

40 Otro aspecto de esta descripción puede incluir el calentamiento de las matrices de forja durante la forja. Una forma de realización no limitante comprende matrices de calentamiento de una forja que se usa para forjar la pieza de trabajo a la temperatura en un intervalo de temperaturas delimitado por la temperatura de forja de la pieza a 100 °F (55,6 °C) por debajo de la temperatura de forja de la pieza de trabajo, inclusive.

45 Siguen varios ejemplos que ilustran ciertas realizaciones no limitantes de acuerdo con la presente descripción. Los ejemplos 1 a 6 se refieren a ejemplos del método de forja multieje de la solicitud EP número 11752026.2 y no se describen adicionalmente en el presente documento. Los ejemplos 7 a 11 se refieren a ejemplos del método de recalado múltiple y estiramiento distorsión de la presente invención.

50 Ejemplo 7 - de acuerdo con la invención

Una pieza de trabajo que comprende la aleación de Ti-6-4, en la configuración de un cilindro de cinco pulgadas (12,7 cm) de diámetro que tiene 7 pulgadas (17,8 cm) de alto (es decir, medida a lo largo del eje longitudinal) se sometió a beta recocido a 1940 °F (1060 °C) durante 60 minutos. El cilindro beta recocido se enfrió al aire para preservar la microestructura toda beta. El cilindro beta recocido se calentó a una temperatura de forja de la pieza de trabajo de 1500 °F (815,6 °C) y seguido por forja por recalado y estiramiento múltiple de acuerdo con formas de realización no limitantes de esta invención. La secuencia de recalado y estiramiento múltiple incluía la forja por recalado a una altura de 5,25 pulgadas (13,34 cm) (es decir, reducción en la dimensión a lo largo del eje longitudinal), y la forja por estiramiento múltiple que incluye rotaciones incrementales de 45 ° alrededor del eje longitudinal y la forja por estiramiento para formar un cilindro octogonal que tiene un diámetro del círculo circunscrito inicial y final de 4,75 pulgadas (12,07 cm). Se utilizaron un total de 36 forjas por estiramiento con rotaciones incrementales, sin tiempos de espera entre impactos.

60 Ejemplo 8

65 En la FIG. 9 (a) se presenta una micrografía de una región central de una sección transversal de la muestra preparada en el Ejemplo 7. En la FIG. 9 (b) se presenta una micrografía de la región cerca de la superficie de una

sección transversal de la muestra preparada en el Ejemplo 7. El examen de las Figs. 9 (a) y 9 (b) revela que la muestra procesada de acuerdo con el Ejemplo 7 consigue una estructura de grano uniforme y equiaxial que tiene un tamaño de grano promedio de menos de 3 μm , que se clasifica como de grano muy fino (VFG).

5 Ejemplo 9

Una pieza de trabajo que comprende la aleación de Ti-6-4 configurada como un lingote cilíndrico de diez pulgadas (25,4 cm) de diámetro que tiene una longitud de 24 pulgadas (60,96 cm) se recubrió con suspensión de vidrio de sílice lubricante. El lingote se sometió a beta recocido a 1940 °C. El lingote beta recocido se sometió a forja por recalcado de 24 pulgadas (60,96 cm) a una reducción del 30-35 % en la longitud. Después del recalcado beta, el lingote se sometió a forja por estiramiento con múltiples pasadas, que comprendía incrementos de rotación y forja por estiramiento del lingote a un cilindro octogonal de diez pulgadas (25,4 cm). El cilindro octogonal beta procesado se enfrió al aire a temperatura ambiente. Para el proceso de recalcado y estiramiento múltiple, el cilindro octogonal se calentó a una primera temperatura de forja de la pieza de trabajo de 1600 °F (871,1 °C). El cilindro octogonal se sometió a forja por recalcado a una reducción del 20-30 % en longitud, y a continuación a forja por estiramiento múltiple, que incluye la rotación de la pieza de trabajo en incrementos de 45 °, seguido de forja por estiramiento, hasta que el cilindro octogonal alcanzó su dimensión de sección transversal de partida. La forja por recalcado y forja por estiramiento con múltiples pasadas a la primera temperatura de forja de la pieza de trabajo se repitió tres veces, y la pieza de trabajo se volvió a calentar según lo necesario para llevar de nuevo la temperatura de la pieza a la temperatura de forja de la pieza de trabajo. La pieza de trabajo se enfría a una segunda temperatura de forja de la pieza de trabajo de 1500 °F (815,6 °C). El procedimiento de forja por recalcado y estiramiento múltiple utilizado a la primera temperatura de forja de la pieza de trabajo se repitió a la segunda temperatura de forja de la pieza de trabajo. En la FIG. 10 se presenta un gráfico termomecánico esquemático de temperatura-tiempo para la secuencia de etapas en este Ejemplo 9.

La pieza de trabajo se sometió a forja por estiramiento con múltiples pasadas a una temperatura en el campo de fase alfa + beta usando parámetros de forja convencionales y reduciendo el recalcado a la mitad. La pieza se sometió a forja por recalcado a una temperatura en el campo de fase alfa + beta usando parámetros convencionales de forja a una reducción del 20 % en la longitud. En una etapa de acabado, la pieza de trabajo se sometió a forja por estiramiento a un cilindro redondo de 5 pulgadas (12,7 cm) de diámetro que tiene una longitud de 36 pulgadas (91,44 cm).

Ejemplo 10

En la FIG. 11 se presenta una macrografía de una sección transversal de una muestra procesada de acuerdo con la forma de realización no limitante del Ejemplo 9. Se observa que está presente un tamaño de grano uniforme en todo el lingote. En la FIG. 12 se presenta una micrografía de la muestra procesada de acuerdo con la forma de realización no limitante del Ejemplo 9. La micrografía demuestra que el tamaño de grano se encuentra en el intervalo de tamaño de grano muy fino.

Ejemplo 11

Se utilizó modelización de elementos finitos para simular la deformación de la muestra preparada en el Ejemplo 9. El modelo de elementos finitos se presenta en la FIG. 13. El modelo de elementos finitos predice de tensiones efectivas relativamente uniformes mayores que 10 para la mayoría del lingote redondo de 5 pulgadas (12,7 cm).

REIVINDICACIONES

1. Un método para refinar el tamaño de grano en una pieza de trabajo que comprende un material metálico seleccionado entre titanio y una de aleaciones de titanio ASTM de Grado 5, 6, 12, 19, 20, 21, 23, 24, 25, 29, 32, 35, 36 y 38, comprendiendo el método:
- 5
- calentar la pieza de trabajo a una temperatura de forja de la pieza de trabajo dentro de un campo de fase alfa + beta del material metálico, en donde la pieza de trabajo comprende una dimensión de sección transversal de inicio;
- 10 la forja por recalado de la pieza de trabajo a la temperatura de forja de la pieza de trabajo; y la forja por estiramiento de pase múltiple de la pieza de trabajo a la temperatura de forja de la pieza de trabajo; en el que la forja por estiramiento de paso múltiple comprende rotar incrementalmente la pieza de trabajo en una dirección de rotación seguida de forjar por estiramiento la pieza de trabajo;
- 15 en el que se repiten incrementalmente la rotación y la forja por estiramiento hasta que la pieza de trabajo comprenda la dimensión de la sección transversal de inicio; en el que la velocidad de deformación utilizada en la forja por recalado y la forja por estiramiento está en el intervalo de $0,001 \text{ s}^{-1}$ a $0,02 \text{ s}^{-1}$, inclusive; y en el que la pieza de trabajo se calienta según sea necesario para llevar la pieza de trabajo a la temperatura de forja de la pieza de trabajo después de una etapa de forja por recalado o de forja por estiramiento.
- 20
2. El método según la reivindicación 1, en el que la pieza de trabajo comprende una pieza de trabajo cilíndrica y en el que la rotación incremental y la forja por estiramiento comprenden además girar la pieza de trabajo cilíndrica en incrementos de 15° seguido de forja por estiramiento después de cada rotación, hasta que la pieza de trabajo cilíndrica gire 360° .
- 25
3. El método según la reivindicación 1, en el que la pieza de trabajo comprende una pieza de trabajo octogonal recta y el que la rotación incremental y la forja por recalado comprenden además girar la pieza de trabajo octogonal 45° seguido de forja por estiramiento después de cada rotación, hasta que la pieza de trabajo octogonal recta gire 360° .
- 30
4. El método de la reivindicación 1, que comprende además:
- calentar la pieza de trabajo a una temperatura de remojo beta;
- en el que la temperatura de remojo beta está en un intervalo de temperatura de la temperatura de transición beta del material metálico hasta 300°F (111°C) por encima de la temperatura de transición beta del material metálico, inclusive;
- 35 mantener la pieza de trabajo a la temperatura de remojo beta durante un tiempo de remojo beta suficiente para formar una microestructura de fase beta al 100 % en la pieza de trabajo; y enfriar la pieza de trabajo a temperatura ambiente antes de calentar la pieza de trabajo a una temperatura de forja de la pieza de trabajo dentro de un campo de fase alfa + beta del material metálico.
- 40
5. El método de la reivindicación 4, en el que el tiempo de remojo beta es de 5 minutos a 24 horas.
6. El método de la reivindicación 4, que comprende además deformar plásticamente la pieza de trabajo a una temperatura de deformación plástica en el campo de fase beta del material metálico antes de enfriar la pieza de trabajo a temperatura ambiente.
- 45
7. El método de la reivindicación 6, en el que la deformación plástica de la pieza de trabajo comprende al menos uno de forja por estiramiento, forja por recalado y forja de múltiples ejes de alta deformación de la pieza de trabajo.
- 50
8. El método de la reivindicación 6, en el que la temperatura de deformación plástica se encuentra en un intervalo de temperatura de deformación plástica de la temperatura de transición beta del material metálico hasta 300°F (111°C) por encima de la temperatura de transición beta del material metálico, inclusive.
9. El método de la reivindicación 6, en el que la deformación plástica de la pieza de trabajo comprende la forja por recalado y estiramiento múltiple y en el que el enfriamiento de la pieza de trabajo a la temperatura de forja de la pieza de trabajo comprende el enfriamiento por aire de la pieza de trabajo.
- 55
10. El método según la reivindicación 1, en el que la temperatura de forja de la pieza de trabajo se encuentra en un intervalo de temperatura de forja de la pieza de trabajo de 100°F ($55,6^\circ\text{C}$) por debajo de una temperatura de transición beta del material metálico a 700°F ($388,9^\circ\text{C}$) por debajo de la temperatura de transición beta del material metálico, inclusive.
- 60
11. El método de la reivindicación 1, que comprende además repetir las etapas de calentamiento, forja por recalado y por estiramiento de paso múltiple hasta que se consigue una verdadera deformación de al menos 10 en la pieza de trabajo de aleación de titanio.
- 65

12. El método de la reivindicación 1, que comprende además troqueles de calentamiento de una forja utilizada para forjar la pieza de trabajo a una temperatura en un intervalo de temperatura de forja de la pieza de trabajo de 100 °F (55,6 °C) por debajo de la temperatura de forja de la pieza de trabajo, inclusive.

5 13. El método de la reivindicación 1, que comprende además:

enfriar la pieza de trabajo a una segunda temperatura de forja de la pieza de trabajo en el campo de fase alfa + beta del material metálico; la forja por recalado de la pieza de trabajo a la segunda temperatura de forja de la pieza de trabajo; la forja por estiramiento de pase múltiple de la pieza de trabajo a la segunda temperatura de forja de la pieza de trabajo;

10 en el que la forja por estiramiento de pase múltiple comprende rotar incrementalmente la pieza de trabajo en una dirección de rotación seguida de la forja por estiramiento de la pieza de trabajo después de cada rotación; y

en el que se repiten incrementalmente la rotación y la forja por estiramiento hasta que la pieza de trabajo comprenda la dimensión de la sección transversal de inicio; y

15 repetir las etapas de forja por recalado y forja por estiramiento de paso múltiple a la segunda temperatura de forja de la pieza de trabajo hasta que se logre una verdadera deformación de al menos 10 en la pieza de trabajo.

14. El método de la reivindicación 13, que comprende además calentar la pieza de trabajo a la temperatura de forja de la pieza de trabajo después de al menos una etapa de forja para elevar la temperatura real de la pieza de trabajo a la segunda temperatura de forja de la pieza de trabajo.

20

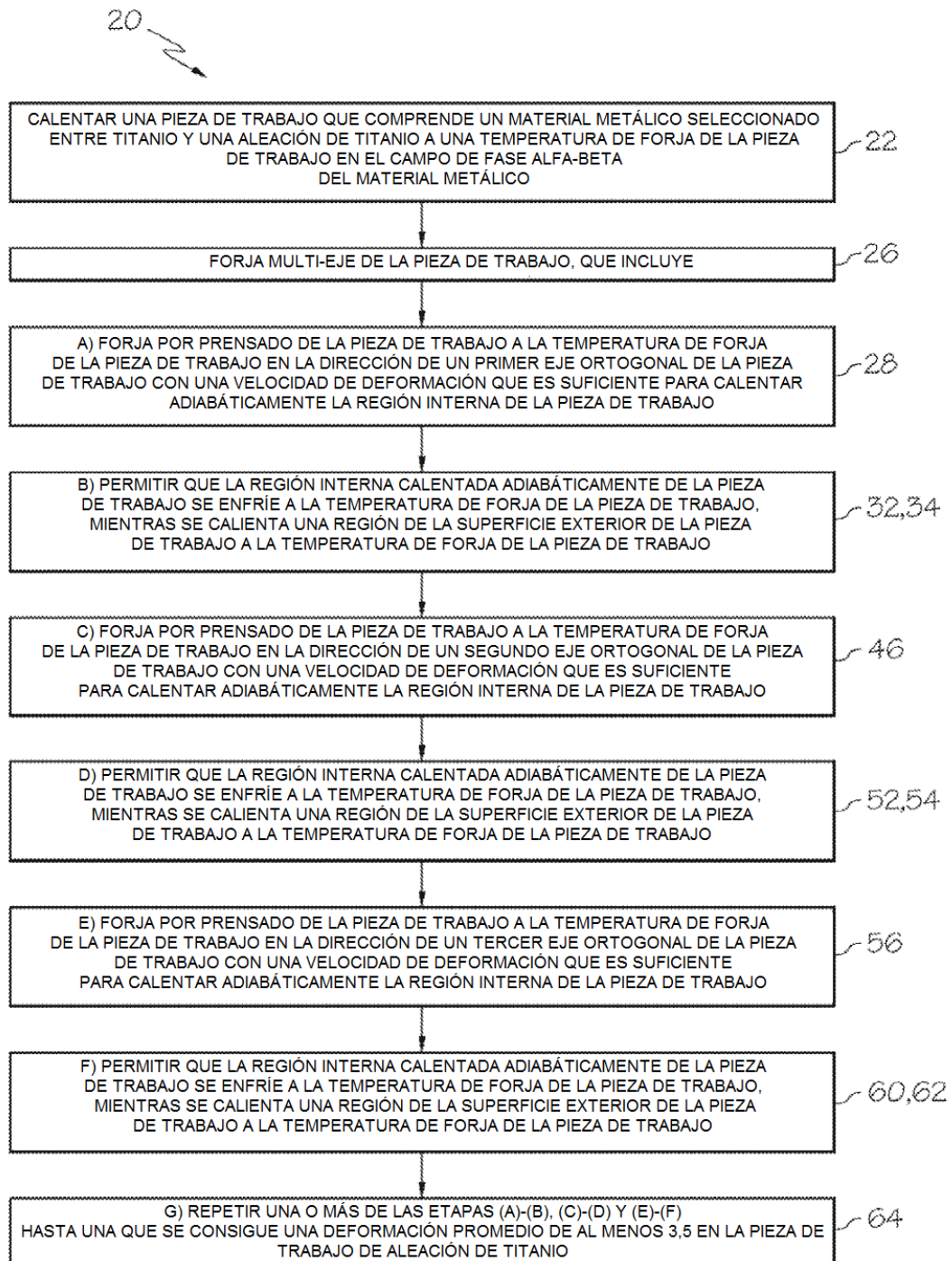
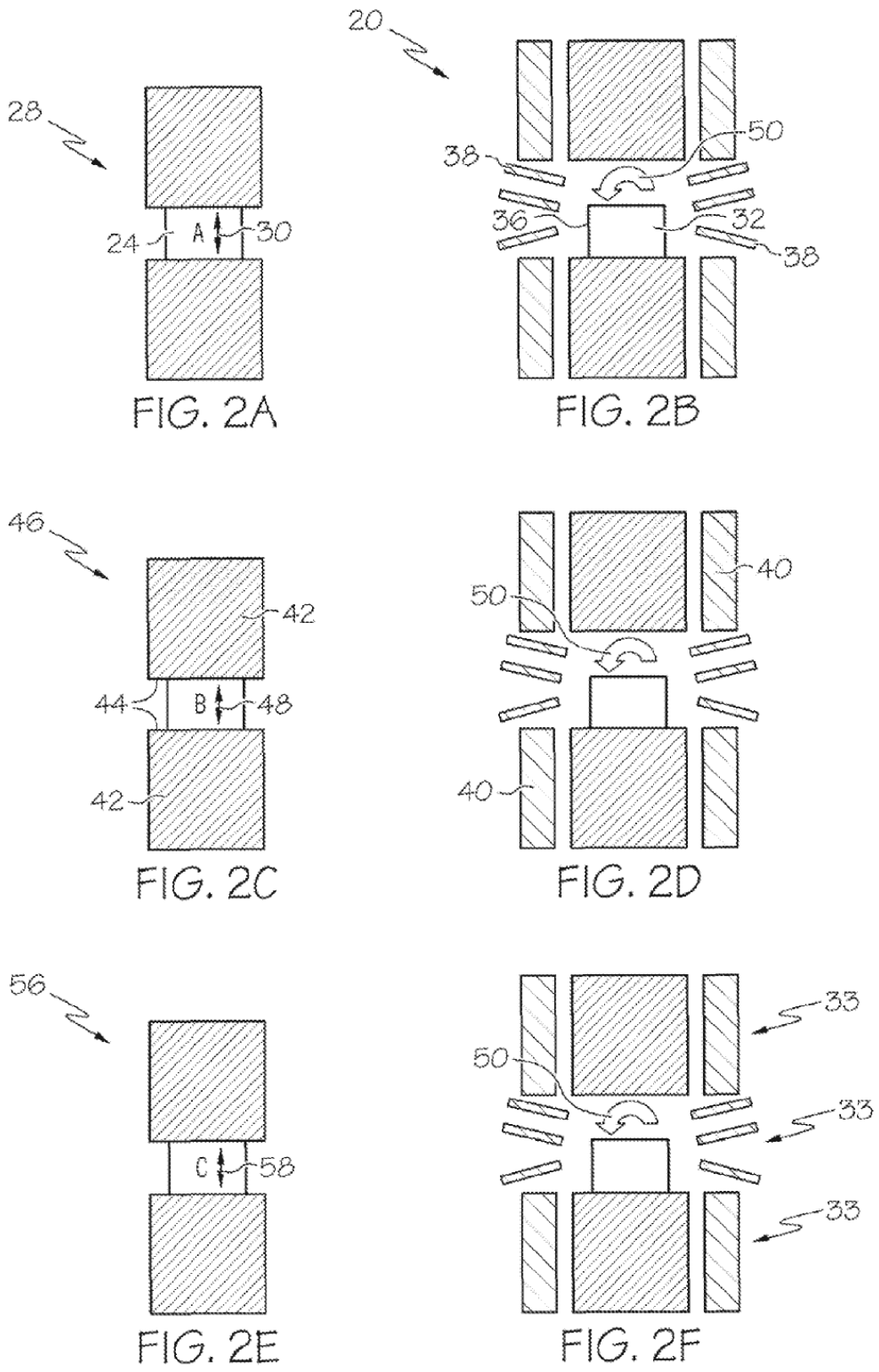


FIG. 1



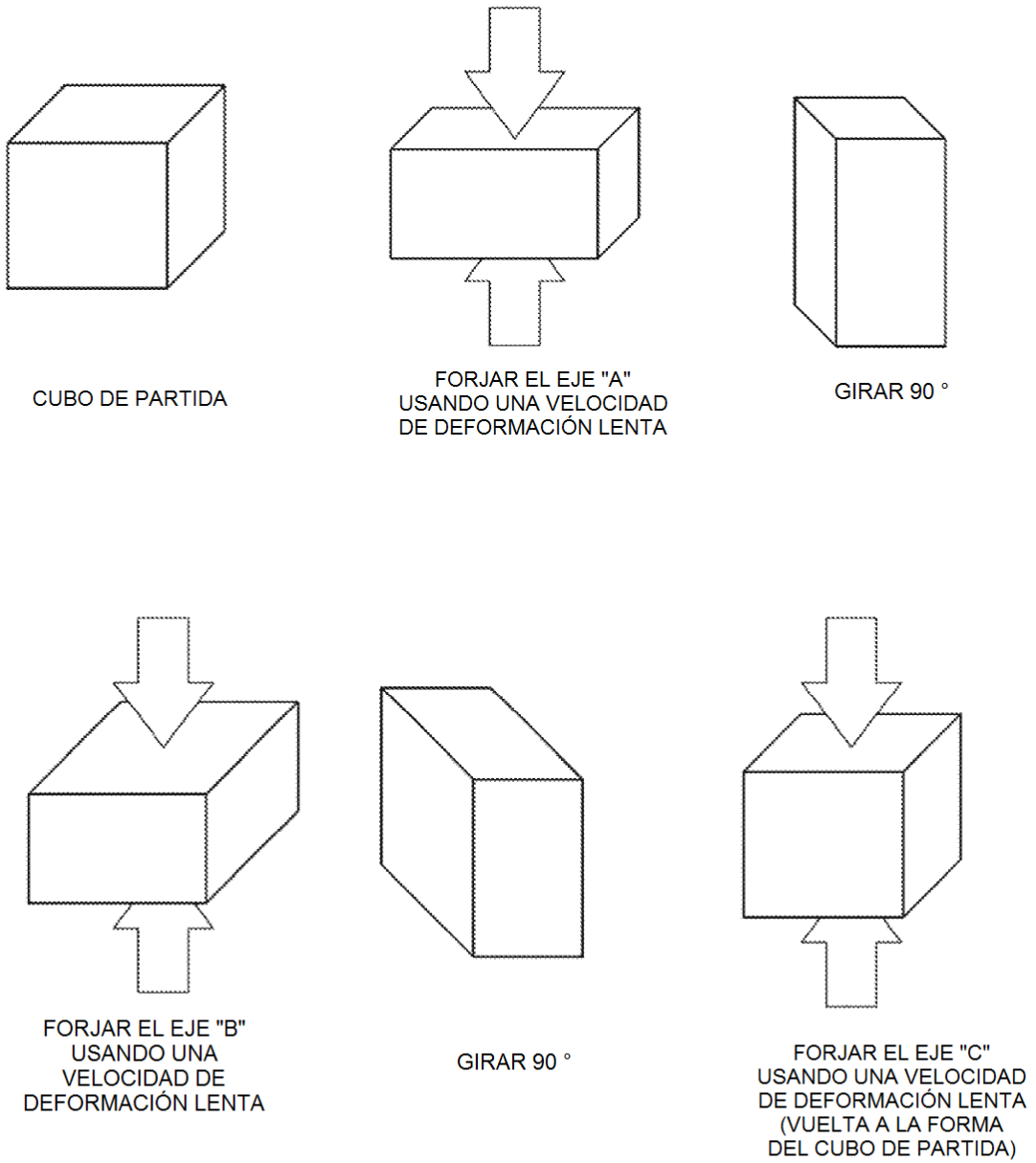


FIG. 3
(TÉCNICA ANTERIOR)

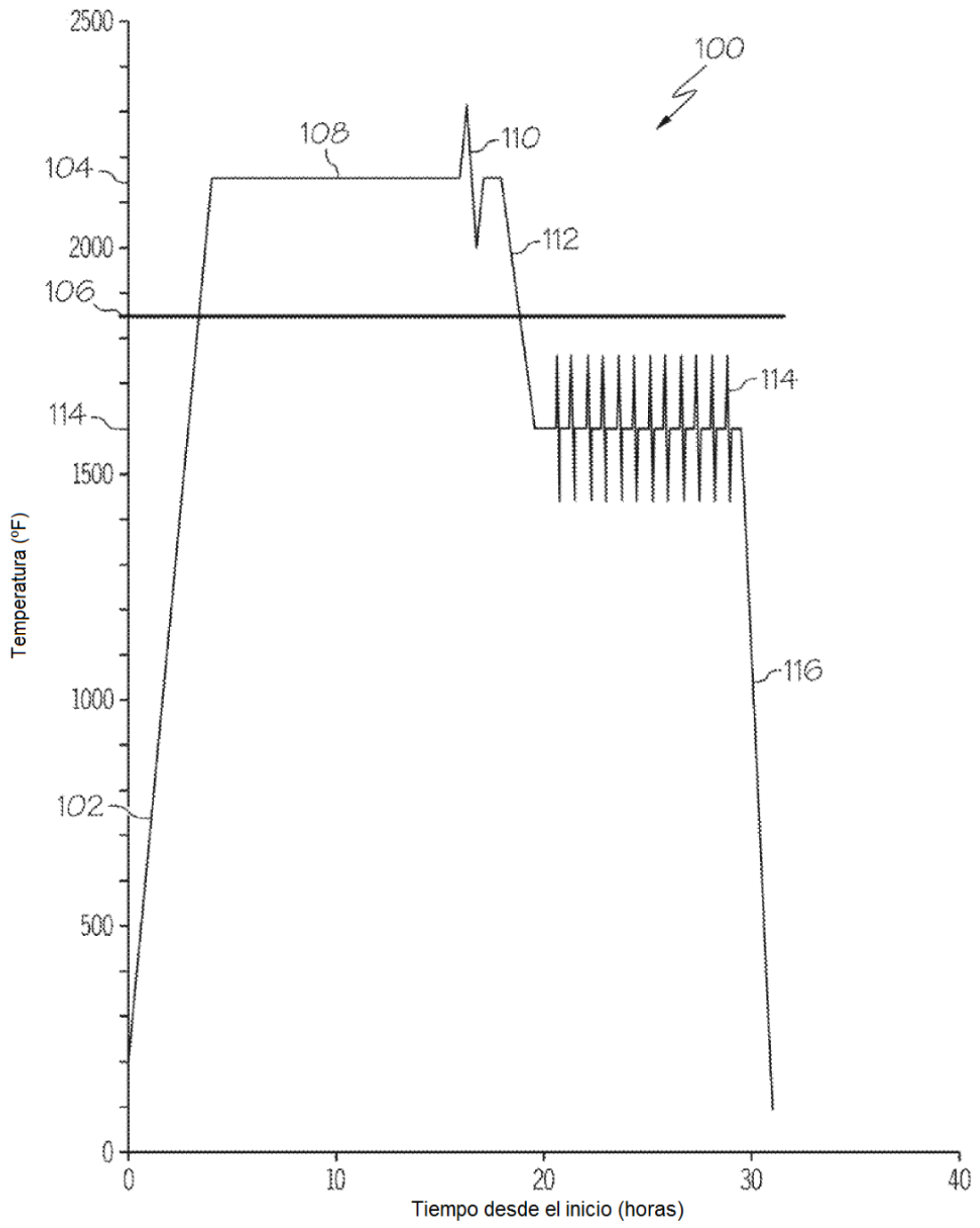


FIG. 4

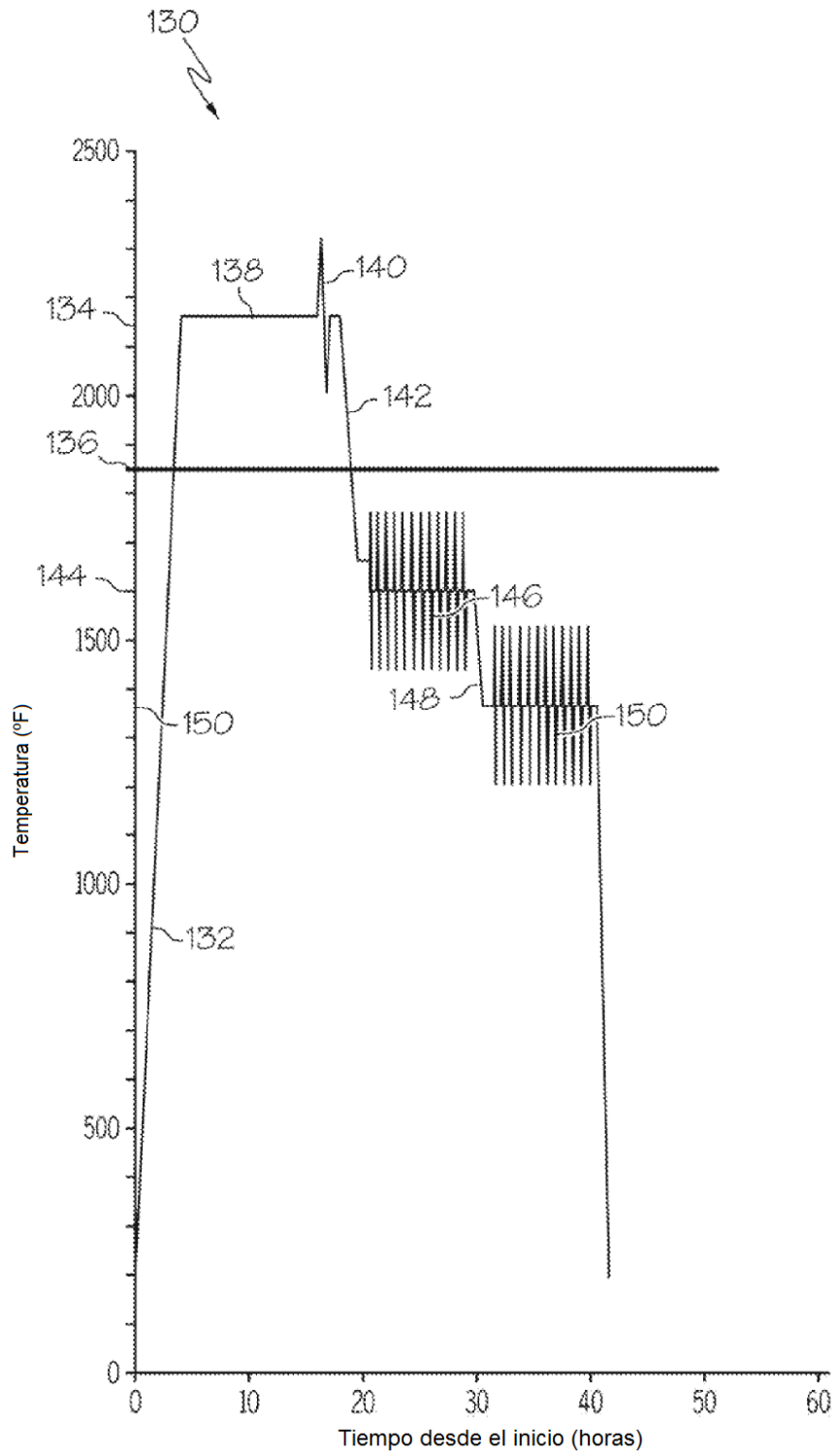


FIG. 5

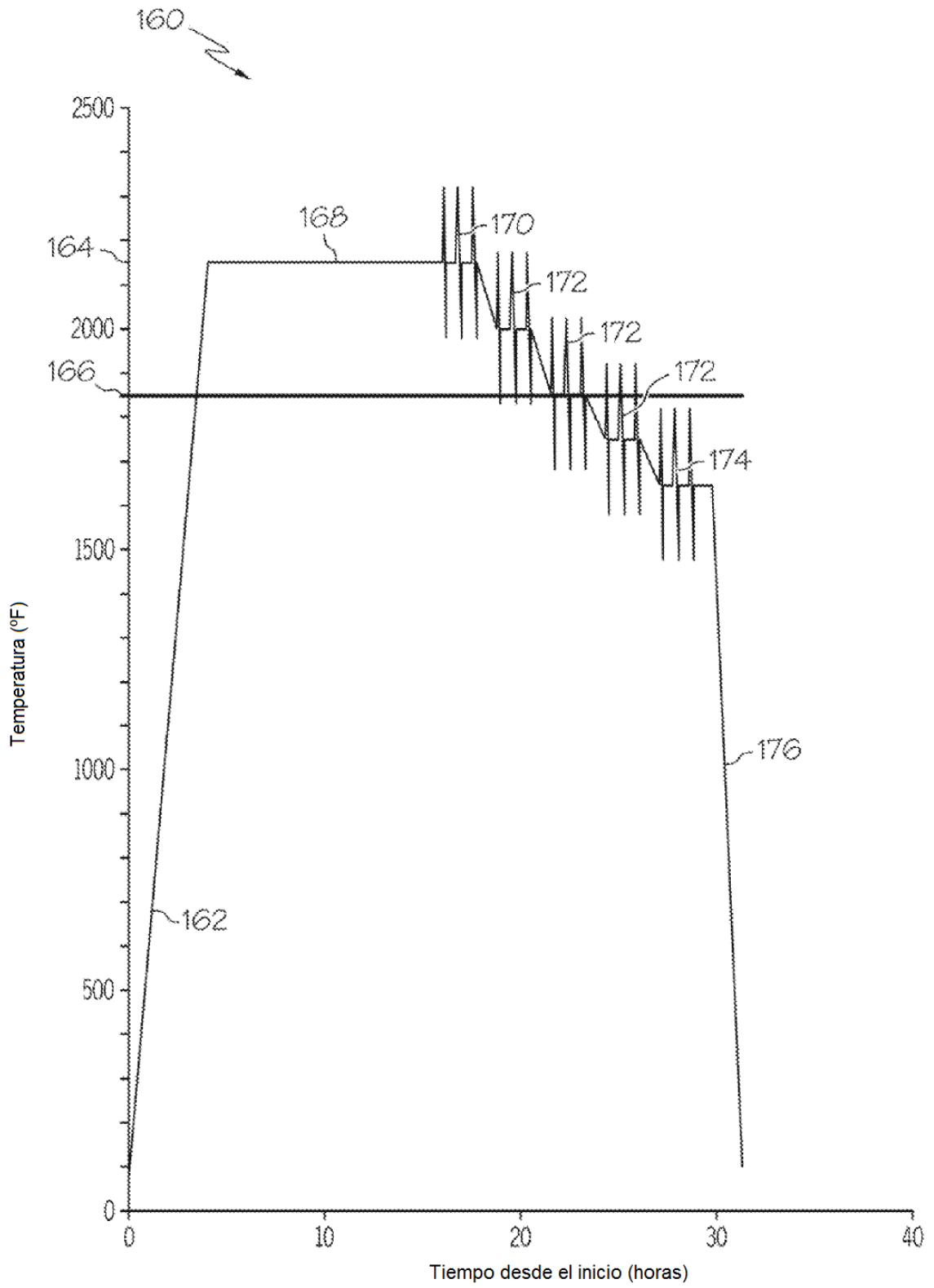


FIG. 6

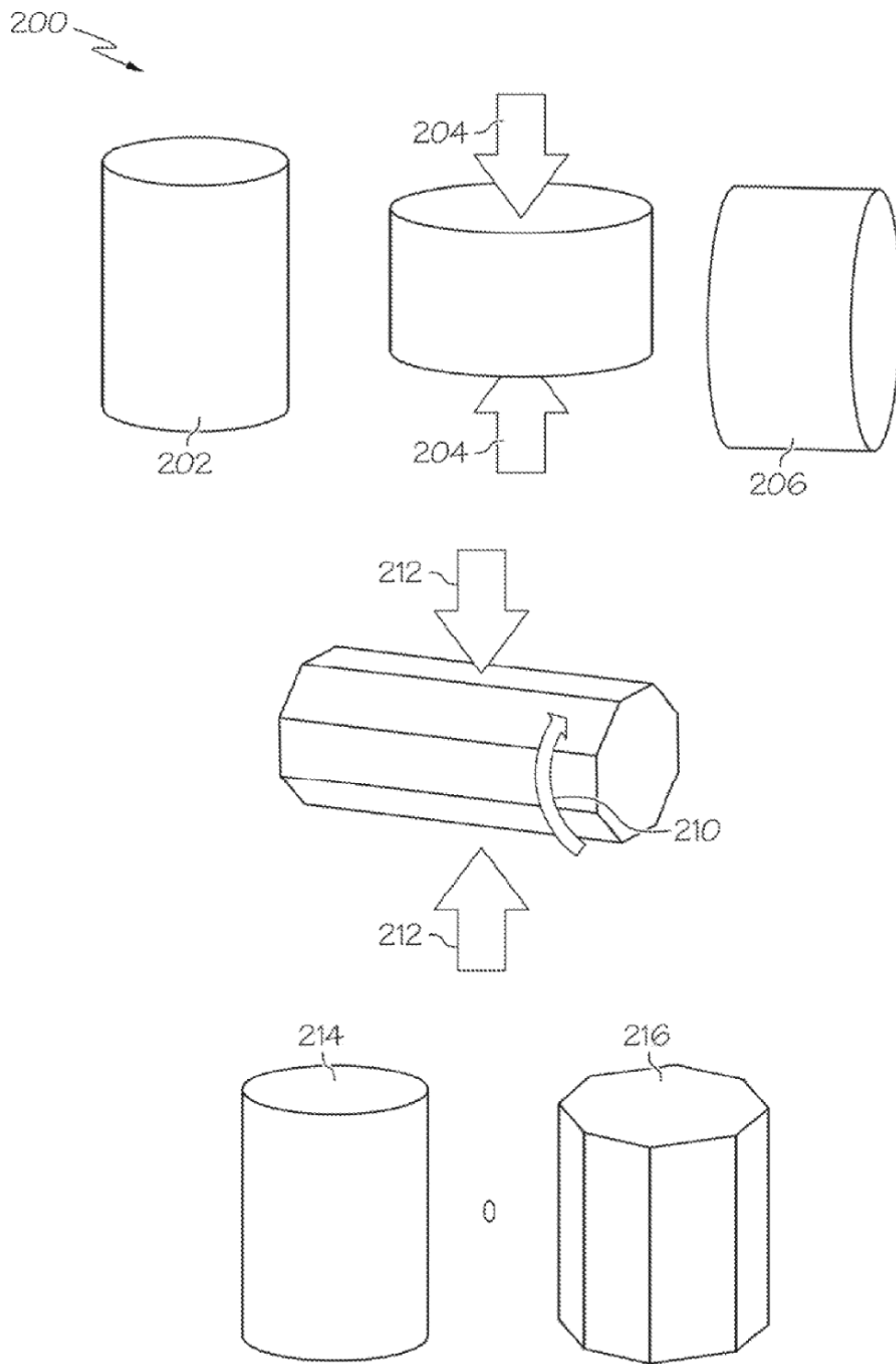


FIG. 7

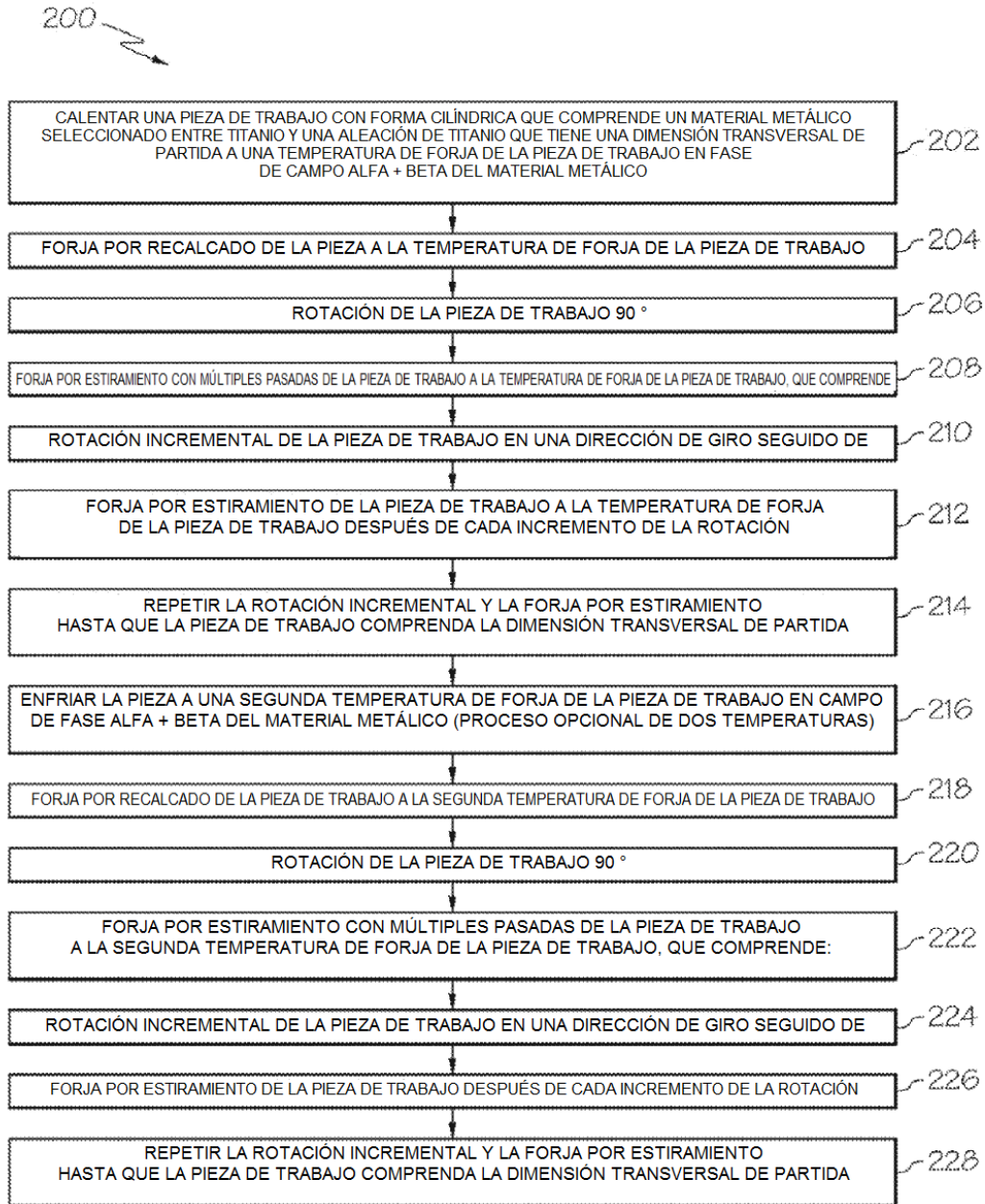


FIG. 8

CENTRO

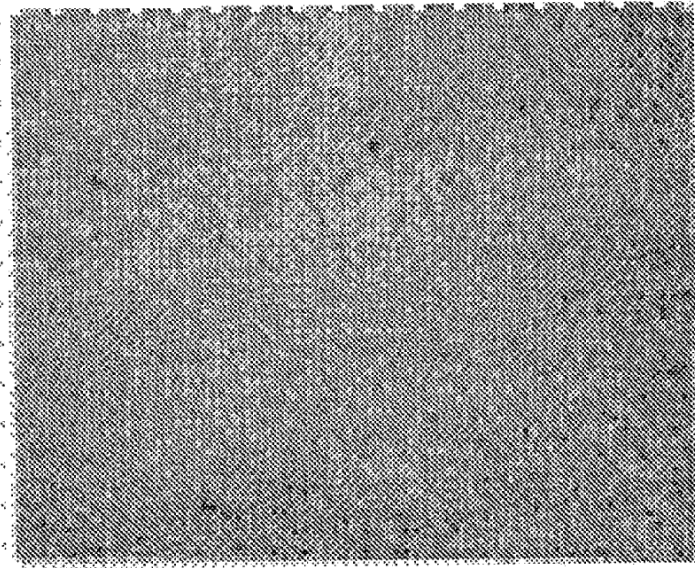


FIG. 9A

SUPERFICIE

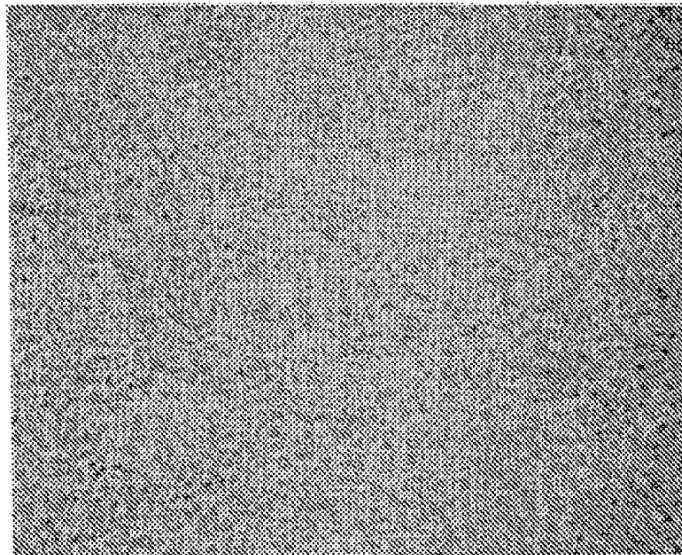


FIG. 9B

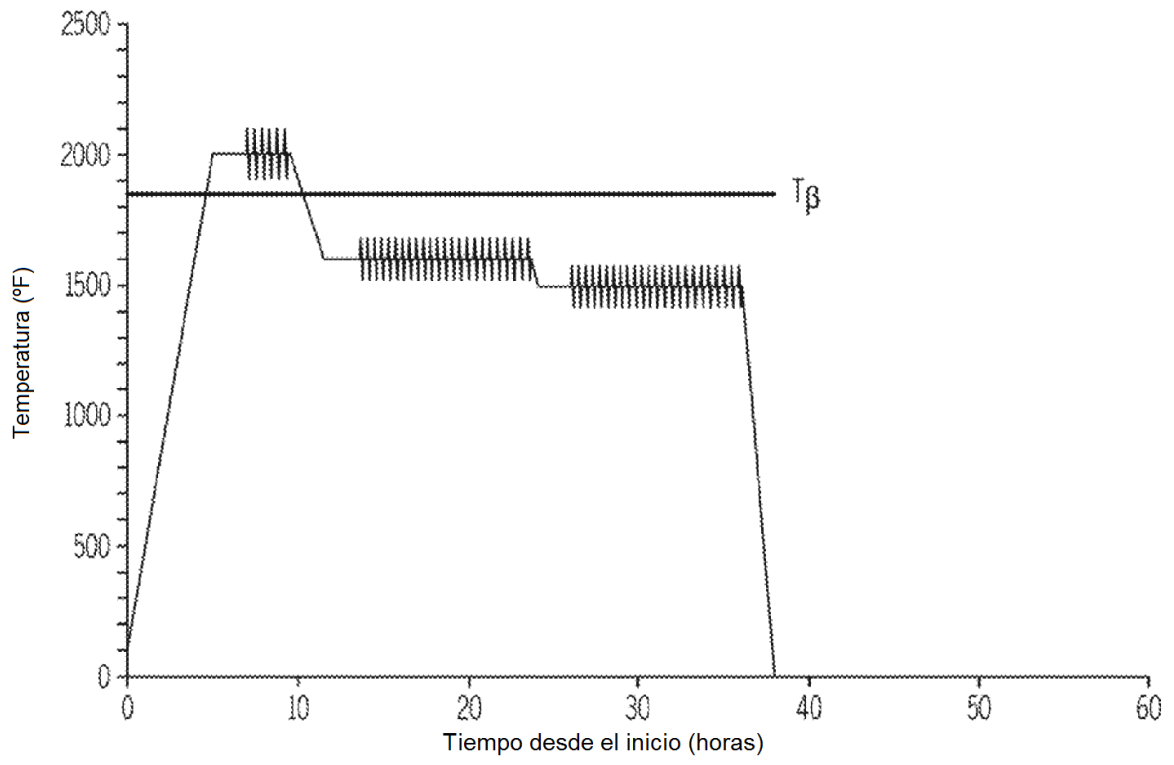


FIG.10

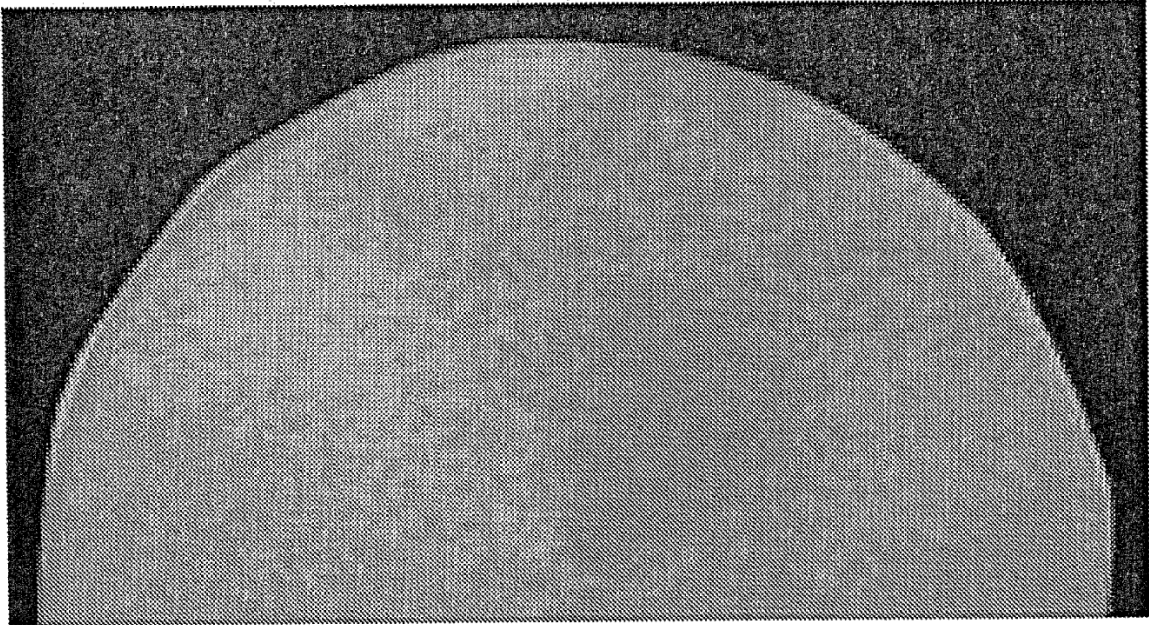


FIG. 11

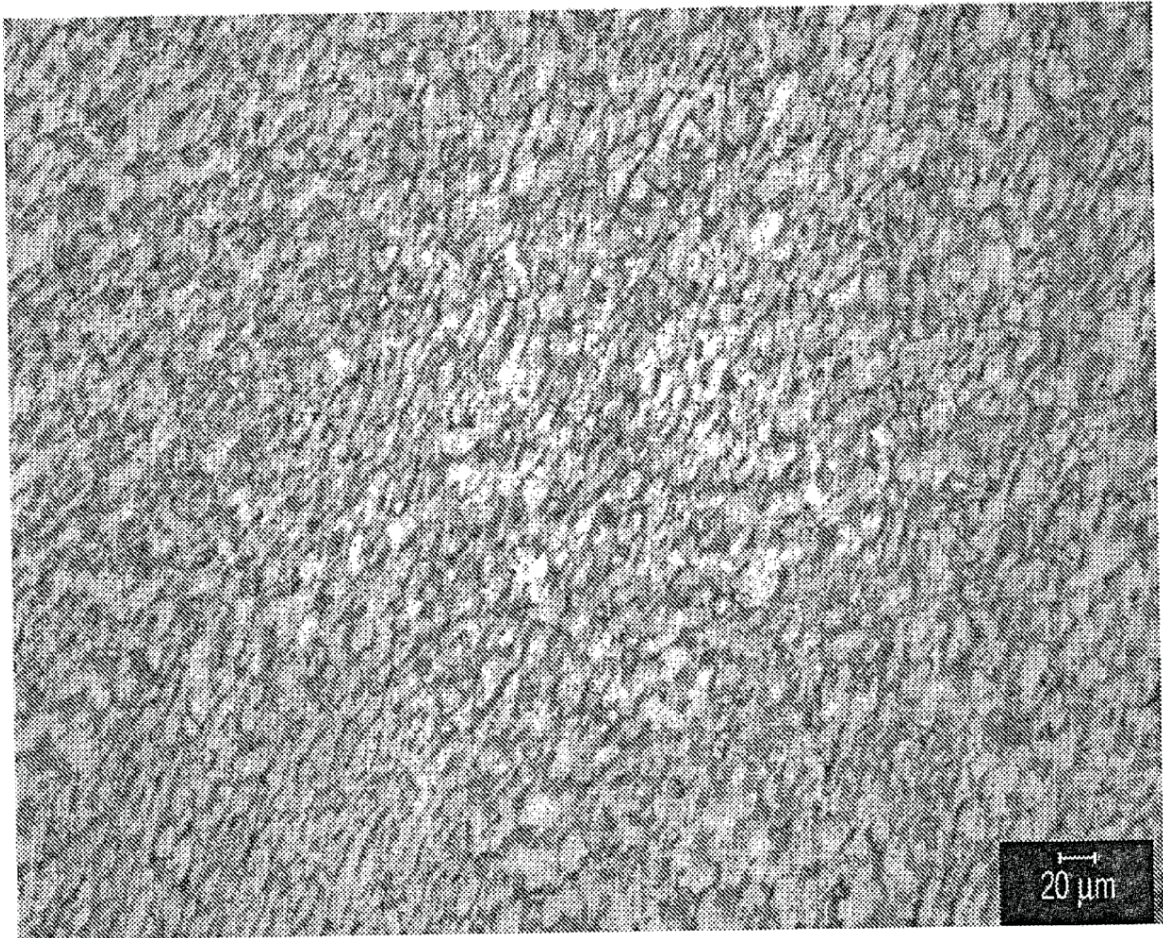


FIG. 12

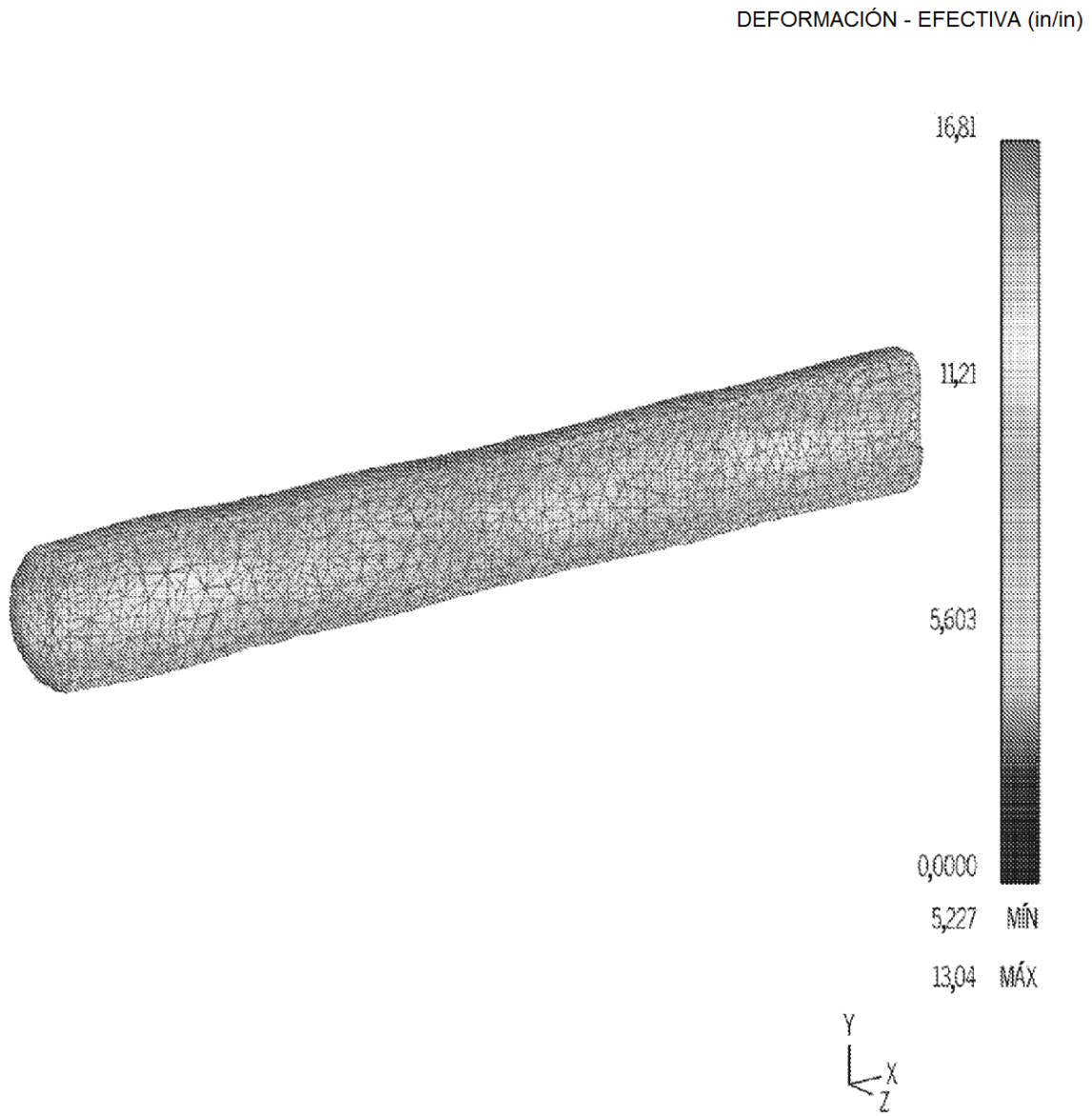


FIG. 13