

Universidad de Oviedo
Universidá d'Uviéu
University of Oviedo

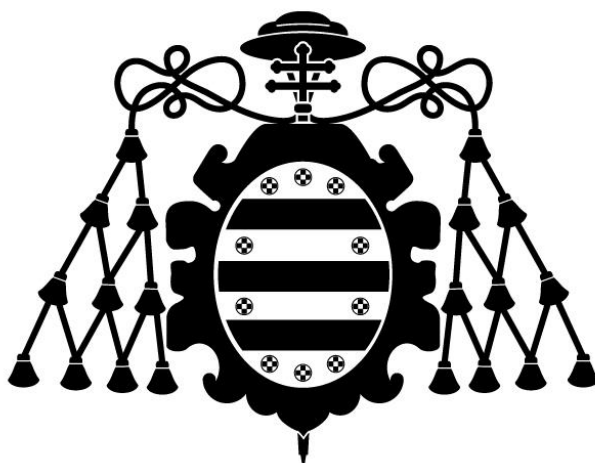
Programa de Doctorado de Materiales

TRANSFORMACIÓN DE LA MICROESTRUCTURA Y MEJORA DE
LAS PROPIEDADES MECÁNICAS EN ALEACIONES METÁLICAS
MEDIANTE TRATAMIENTOS DE SHOT PEENING
CONVENCIONALES Y SEVEROS

TESIS DOCTORAL

Juan González Suárez

Febrero 2020



Universidad de Oviedo

Universidá d'Uviéu

University of Oviedo

Programa de Doctorado en Materiales

TRANSFORMACIÓN DE LA MICROESTRUCTURA Y MEJORA DE
LAS PROPIEDADES MECÁNICAS EN ALEACIONES METÁLICAS
MEDIANTE TRATAMIENTOS DE SHOT PEENING
CONVENCIONALES Y SEVEROS

TESIS DOCTORAL

Inés Fernández Pariente

Jaime Aurelio Viña Olay



RESUMEN DEL CONTENIDO DE TESIS DOCTORAL

1.- Título de la Tesis	
Español: Transformación de la microestructura y mejora de las propiedades mecánicas en aleaciones metálicas mediante tratamientos de shot peening convencionales y severos.	Inglés: Transformation of the microstructure and improvement of mechanical properties in metal alloys by conventional and severe shot peening treatments.
2.- Autor	
Nombre: Juan González Suárez	
Programa de Doctorado: Materiales	
Órgano responsable: Comisión Académica Programa Doctorado en Materiales	

RESUMEN (en español)

Los fallos más extendidos en componentes industriales son los de fatiga y desgaste por lo que grandes esfuerzos se han llevado a cabo para realizar investigaciones que permitan desarrollar procesos de mejora de las propiedades de los materiales que componen estos elementos.

Es bien sabido que la mayoría de los fallos se producen en la superficie, por lo que si se mejora la resistencia superficial se mejorará la resistencia total de toda la pieza. Por ello las técnicas de deformación plástica han despertado interés de investigadores ya que permiten mejorar las propiedades mecánicas de una forma eficiente.

El shot peening es un tratamiento de deformación plástica comúnmente utilizado para mejorar el comportamiento a la fatiga de los componentes mecánicos. Consiste en bombardear superficies metálicas con proyectiles esféricos para inducir deformación plástica en la capa superficial del material.

La aplicación de los procesos convencionales de shot peening permiten mejorar la resistencia a fatiga ya que inducen tensiones residuales de compresión en la superficie, además de permitir aumentar la dureza debido al endurecimiento por deformación, lo que conlleva a aumentar también la resistencia al desgaste.

Por otro lado, se consideran tratamientos de shot peening severos o de altas energías a aquellos en los que se aplican parámetros severos. Estos tratamientos permiten aumentar la cantidad de energía transmitida y modifican enormemente la microestructura y propiedades finales en las capas superficiales.

El objetivo de esta investigación es el de estudiar el efecto de tratamientos de shot peening convencionales y severos en tres tipos de materiales distintos, a saber: Una aleación de aluminio, una aleación de acero y una fundición blanca altamente aleada.

Se estudiarán las propiedades finales de cada material y se realizarán ensayos de distintos tipos de fallo para poder observar cambios producidos tras la aplicación de los tratamientos y su posible uso en aplicaciones industriales.



RESUMEN (en Inglés)

Fatigue and wear are the most widespread failures in industry components, for that reason great efforts have been made to develop processes to improve the properties of these components materials.

It is well known that most of the work elements failures occur on the surface, so if the surface resistance is improved, the resistance of the entire piece will be improved. Thus, plastic deformation techniques have aroused the interest of researchers since they allow to improve the mechanical properties in an efficient way.

Shot peening is a plastic deformation treatment commonly used to improve the fatigue behavior of mechanical components. It consists of bombarding metal surfaces with spherical shots to induce plastic deformation in the surface layer.

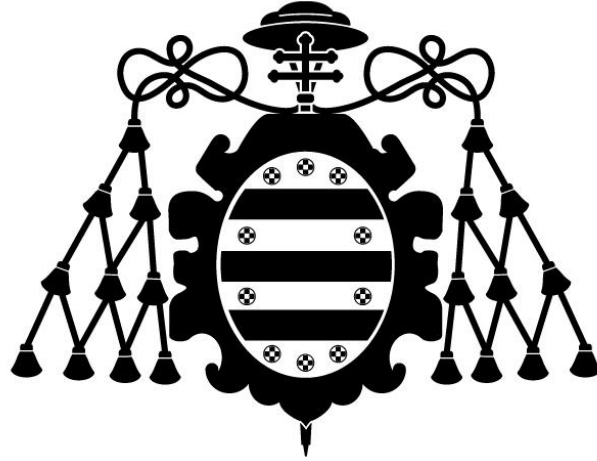
The application of conventional shot peening processes allows to improve fatigue resistance as they induce residual compression stresses on the surface, in addition to increasing hardness due to work hardening, which also leads to increased wear resistance.

On the other hand, severe or high-energy shot peening treatments are considered to be those in which severe parameters are applied. These treatments allow to increase the amount of energy transmitted and strongly modify the microstructure and final properties in the surface layers.

The objective of this research is to study the effect of conventional and severe shot peening treatments on three different types of materials: An aluminum alloy, a steel alloy and a high alloy white cast irons.

The final properties of each material will be studied and different types of failure tests will be carried out in order to observe the changes produced after the application of the treatments and their possible use in industrial applications.

**SR. PRESIDENTE DE LA COMISIÓN ACADÉMICA DEL PROGRAMA DE DOCTORADO
EN MATERIALES**



Universidad de Oviedo
Universidá d'Uviéu
University of Oviedo

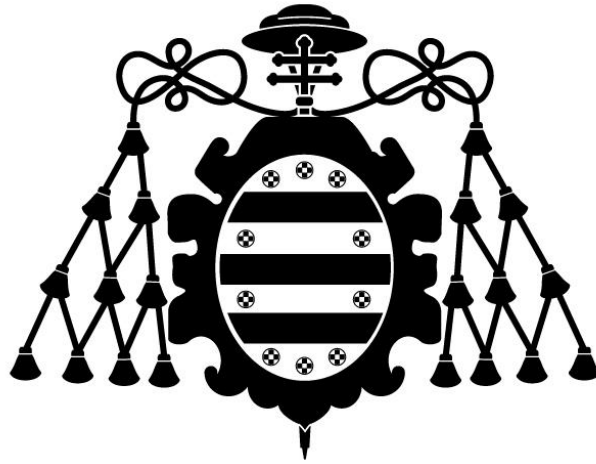
Programa de Doctorado de Materiales

TRANSFORMACIÓN DE LA MICROESTRUCTURA Y MEJORA DE LAS
PROPIEDADES MECÁNICAS EN ALEACIONES METÁLICAS
MEDIANTE TRATAMIENTOS DE SHOT PEENING
CONVENCIONALES Y SEVEROS

TESIS DOCTORAL

Juan González Suárez

Febrero 2020



Universidad de Oviedo
Universidá d'Uviéu
University of Oviedo

Programa de Doctorado en Materiales

TRANSFORMACIÓN DE LA MICROESTRUCTURA Y MEJORA DE LAS
PROPIEDADES MECÁNICAS EN ALEACIONES METÁLICAS
MEDIANTE TRATAMIENTOS DE SHOT PEENING
CONVENCIONALES Y SEVEROS

TESIS DOCTORAL

Inés Fernández Pariente

Jaime Aurelio Viña Olay

Agradecimientos.

Lo primero de todo es agradecer a mi familia, sobre todo a mis padres y mi hermana todo lo que han supuesto para mí desde siempre hasta hoy, pues todo lo que soy lo soy por ellos. A mis amigos y mi pareja, que han sabido durante todos estos años escucharme y apoyarme cuando las circunstancias fueron duras y por momentos parecía que no iba nunca a llegar el día de poder redactar estas palabras.

Al departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica de la Universidad de Oviedo y todo su equipo, que han permitido que yo tuviera todo lo necesario para poder llevar a cabo esta investigación, en especial a Ana, la secretaria del departamento, que ha sido una ayuda constante con su dedicación y profesionalidad intachables que, sin duda, me facilitaron muchísimo las cosas y a Jaime por ese trato cálido y cordial acompañado de una humildad que no ha hecho más que poner de manifiesto su auténtica grandeza como persona. También a Alfredo que siempre ha estado con su mejor sonrisa y su saludo y conversación agradable para hacerme sentir uno más del equipo.

No solo a este departamento debo dar las gracias, pues en la Universidad de Milán tres personas han estado prestando su incondicional apoyo a esta investigación y, sin duda, han añadido una calidad incalculable a la misma y ellos son: Chiara, Sara y Mario.

Pero ha habido dos personas que han estado desde el primer día y para los cuales no puedo tener más que palabras de agradecimiento. Por un lado, Borja, que ha conseguido de mí una admiración absoluta, pues pocas veces he podido encontrar a una persona tan profesional y con unos conocimientos tan amplios, pero nada comparado con su tremenda dedicación, desinteresada y siempre con una amabilidad intachable. Borja estuvo dispuesto a ayudarme y ha compartido conmigo muchas de sus horas sin esperar nada a cambio. Pocas veces puede uno tener la suerte de cruzarse con alguien así. Solo espero que en el futuro todos te acaben valorando como, sin duda, te mereces.

Y, como no, no podría estar aquí sin mi directora Inés. Inés ya demostró su calado profesional y moral siendo en su día (hace ya muchos años) parte de mi tribunal en el proyecto final de carrera. Y fue ese día cuando me propuso embarcarme en este doctorado que se acabó convirtiendo en un duro camino. Pero Inés pudo demostrarme en todos estos años el tipo de profesional que es. Desde el primer al último día se involucró en cada paso que di y estuvo para sostenerme y apoyarme. Su férrea voluntad ha sido una inspiración constante, sacando siempre tiempo para mí sin poner una sola objeción. Cuando hubo que ser exigente no dudó, pero cuando me enfrenté a periodos duros su comprensión fue infinita. Como docente puedo decir que la Universidad de Oviedo es afortunada de contar con una persona así.

Miro atrás y sólo puedo estar agradecido de haber tenido la suerte de contar con la mejor directora de tesis que ningún alumno o alumna de esta o de cualquier universidad puede tener jamás. Gracias Inés.

Índice

1. Introducción.....	1
1.1. Shot peening	4
1.1.1. Parámetros del SP.....	6
1.1.1.1. Proyectiles	6
1.1.1.2. Intensidad Almen	7
1.1.1.3. Cobertura	13
1.1.1.4. Velocidad y ángulo de impacto	16
1.1.2. Efectos del shot peening.....	16
1.1.2.1. Tensiones residuales.....	16
1.1.2.2. Dureza	17
1.1.2.3. Rugosidad.....	17
1.1.2.4. Cambios de fase.....	18
1.1.2.5. Afino de grano.....	18
1.1.3. Shot Peening Severo.....	21

2. Objetivos.....	22
3. Materiales de estudio	23
4. Resultados y discusión	25
4.1. Estudio de la evolución microestructural en un acero de baja aleación tras ser sometido a diferentes tratamientos de shot peening	26
4.1.1. Probetas, tratamientos y nomenclatura.....	26
4.1.2. Análisis microestructural.....	27
4.1.2.1. Microscopía óptica	28
4.1.2.2. Microscopía electrónica de barrido	30
4.1.3. Medidas de la rugosidad.....	33
4.1.4. Medidas de microdureza	34
4.1.5. Tensiones residuales y FWHM	35
4.1.6. Conclusiones.....	37
ARTÍCULO I.....	39
4.2. Influencia de diferentes tratamientos de shot peening en las propiedades superficiales y en el comportamiento a fatiga de la aleación de aluminio 6063.....	51

4.2.1.	Probetas, tratamientos de SP y nomenclatura	51
4.2.2.	Análisis microestructural.....	53
4.2.2.1.	Microscopía óptica	53
4.2.2.2.	Microscopía electrónica de barrido	55
4.2.2.3.	Microscopio electrónico de transmisión.....	58
4.2.3.	Análisis de la rugosidad	59
4.2.4.	Medidas de microdureza	60
4.2.5.	Tensiones residuales.....	61
4.2.6.	Full Width at half maximun (FWHM)	63
4.2.7.	Ensayos de fatiga.....	65
4.2.8.	Conclusiones.....	66
	ARTÍCULO II.....	68
4.3.	Influencia del tratamiento de shot peening en el comportamiento a desgaste por erosión de una aleación blanca altamente aleada con cromo.....	79
4.3.1.	Probetas, tratamientos y nomenclatura.....	79
4.3.1.1.	Tratamientos térmicos	79

4.3.1.2.	Tratamiento de shot peening	80
4.3.1.3.	Nomenclatura	81
4.3.2.	Análisis mediante microscopía óptica	81
4.3.3.	Análisis de las fases mediante difracción de rayos X y análisis mediante microscopía electrónica de barrido.....	83
4.3.4.	Medidas de rugosidad.....	86
4.3.5.	Medidas de microdureza	87
4.3.6.	Ensayos de desgaste por erosión	88
4.3.7.	Conclusiones.....	89
	ARTÍCULO III	91
5.	Conclusiones generales	104
6.	Referencias	105

1. Introducción

En el siglo XXI y en un mundo que avanza a gran velocidad, la mejora constante de los materiales y de los componentes que con ellos se fabrican es una exigencia del mercado. Se realizan continuos esfuerzos que conlleven a la mejora los procesos industriales con el fin de incrementar la productividad, optimizar recursos y minimizar tiempos de trabajo, y en todo ello la mejora de los materiales es fundamental. Fallos comunes como el desgaste superficial (por abrasión, erosión...), roturas por fatiga, la oxidación, la corrosión, etc., deben poder subsanarse o, al menos, minimizarse. Para ello se buscan nuevos materiales o tratamientos que modifiquen sus propiedades y mejoren su comportamiento (aumento de la resistencia mecánica, de la dureza, de la resistencia al desgaste, mejora de la conductividad...), con el fin de aumentar su eficiencia y su vida útil. [Estrin, 2010; Ueji, 2002; Valiev 1993; Liu, 2000; Alhamidi, 2014]

Dentro del mundo industrial los fenómenos de fatiga son una de las principales causas de fallo en componentes industriales. [Farrahi, 2002; Vaško, 2017] Por ello, ya en 1929 aparecen las primeras publicaciones sobre el tratamiento de shot peening (SP), capaz de mejorar de manera muy notable el comportamiento a fatiga de componentes industriales [Foppl, 1929]. Este tratamiento, muy utilizado en la actualidad, consiste en hacer impactar un flujo de esferas de un determinado tamaño contra una superficie metálica introduciendo en ella un campo de tensiones residuales de compresión y un aumento de la dureza en la capa más superficial, lo que contribuye a disminuir, y en muchos casos frenar, el crecimiento de las grietas, mejorando el comportamiento a fatiga a pesar del aumento de rugosidad inducido en la superficie. [Fernández, 2008] Más recientemente algunos autores han demostrado que este tratamiento, aplicado de manera no convencional, es capaz inducir transformaciones de fase y afino de grano en la capa superficial de los materiales tratados. [Hassani, 2015; Cheng, 2018] Estos hechos resultan de especial interés dado que el tamaño de grano y las fases presentes en la microestructura influyen directamente en las propiedades de los materiales metálicos y, por tanto, en su respuesta en servicio. [Valiev, 2006; Farahani, 2014; Suryanarayana, 2002; Suryanarayana, 2000]. Sin embargo, y a pesar de su interés, la relación de los parámetros del SP y los cambios que es capaz de inducir a nivel microestructural (tamaños de grano, transformaciones de fase y espesor de capa afectada) aún no han sido estudiados en profundidad.

Por todo ello, el trabajo de esta tesis se ha centrado en estudiar la influencia de los parámetros de SP (principalmente de la cantidad de energía comunicada al material a través de altos niveles de cobertura), en la disminución del tamaño de los granos inducida en la capa superficial de aleaciones metálicas de uso industrial. Además, también se ha evaluado la capacidad del tratamiento para conseguir inducir cambios de fase y modificar así la microestructura de la capa superficial. A lo largo del trabajo se han evaluado las

posibilidades que ofrece el tratamiento de SP para introducir este tipo de cambios, así como el espesor en el que es capaz de influir en función de los parámetros utilizados.

Además, se ha estudiado como afectan estos cambios microestructurales introducidos a propiedades tan comunes como el desgaste o la fatiga de materiales metálicos. *[Bagherifard, 2010; Farrahi, 2006]*

La tesis se presenta como un compendio de tres artículos publicados en revistas científicas internacionales, en los que se aborda la modificación de las características superficiales de tres materiales metálicos de uso industrial (acero, aluminio y fundición blanca alta en cromo) tratados mediante diversos tratamientos de SP (convencionales y severos), con el objetivo de evaluar la relación entre los parámetros de tratamiento utilizados y las modificaciones inducidas en el material a nivel de microestructura (tamaño de grano), rugosidad, dureza, tensiones residuales, relacionando estos factores con el comportamiento a fatiga y al desgaste. Además, se estudió la posibilidad de utilizar el tratamiento convencional de SP para inducir un cambio de fase en la zona superficial de una fundición blanca alta en cromo como posible alternativa a un tratamiento térmico de revenido, método comúnmente aplicado en la industria.

La tesis se divide en los siguientes apartados:

1. Introducción: en este apartado se justifica el motivo de la investigación y se describe el proceso de shot peening.
2. Objetivos: se describen los objetivos generales de esta investigación y los específicos de las tres publicaciones.
3. Materiales de estudio: se presentan las tres calidades de materiales que se han utilizado en este trabajo, sus características y aplicaciones.
4. Resultados y discusión: en este apartado se muestran y se analizan los resultados obtenidos de los ensayos y estudios realizados en todo el trabajo, separándolos en subapartados que recogen los análisis de cada una de los tres artículos con índice de impacto que componen el compendio de publicaciones de tesis, junto a sus conclusiones específicas.
5. Conclusiones generales: se exponen las conclusiones finales extraídas de este trabajo de investigación.
6. Referencias: este apartado recoge las referencias bibliográficas consultadas en la elaboración de este trabajo.

1.1. Shot peening

El tratamiento de shot peening (SP) se desarrolló independientemente en Alemania y en EE.UU. entre los años 1920 y 1930, y su fundamento se basaba en inducir una deformación plástica en frío en la superficie de materiales metálicos que generase en ellos un campo de tensiones residuales de compresión, con el fin de aumentar la vida a fatiga de las piezas tratadas.

El tratamiento consiste en hacer impactar un flujo de pequeñas esferas de un determinado tamaño y material, contra la superficie de la pieza metálica a tratar, con objeto de transmitir la energía cinética de los proyectiles desde la superficie hacia el interior de la pieza [Marsh, 1993]. El impacto de cada proyectil deforma el material mediante el aplastamiento de la capa más superficial, dejando una huella, alrededor de la cual, una vez retirado el proyectil, el material deformado elásticamente intenta recuperar su posición original. Esto es impedido por la deformación plástica de la huella, formándose de esta manera un campo de tensiones residuales de compresión en la capa superficial del material (Figura 1). Este campo, actúa de barrera protectora dificultando e incluso frenando la propagación de las grietas. Al mismo tiempo, el impacto de todos estos proyectiles produce un endurecimiento superficial por deformación debido al incremento de la densidad de dislocaciones. [Li, 2008] Estos efectos inducidos por el SP en la superficie de los materiales contribuyen, entre otras cosas, a mejorar el comportamiento a fatiga de componentes y equipos que estén sometidos a cargas cíclicas. [Fernández, 2008; Tian, 2007]

En 1929, en Alemania, O. Föppl publica el primer artículo en el que se observan los beneficios sobre la vida a fatiga derivados de la deformación plástica [Foppl, 1929] y en el año 1938 J.H. Frye y G.L. Kehl publican un artículo donde describían que los materiales que eran limpiados superficialmente mediante granallado veían mejorada su resistencia a fatiga [Frye, 1938]. Por entonces denominaban a este tratamiento “shot blasting”. En esa época J.O. Almen acuña el término “shot peening” por primera vez y pasa a ser el más reconocido investigador del proceso [Hawkinson, 1962], desarrollando una metodología para el análisis y control de los parámetros del SP que se verá más adelante. [Fernández, 2008; Marsh, 1993; Almen, 1963]. La Figura 1 representa el esquema del impacto de un proyectil.

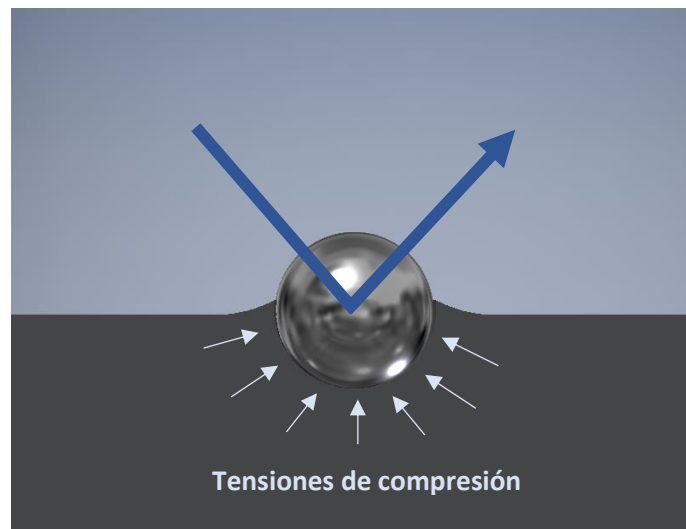


Figura 1. Esquema del impacto de un proyectil sobre superficie tratada

1.1.1. Parámetros del SP

Existen una serie de parámetros en el SP que deben ser controlados y optimizados en función de las características del material a tratar. Los tres parámetros principales son: los proyectiles utilizados, la intensidad y la cobertura. El control y cuantificación de estos parámetros se recoge en la norma SAE HS-84 y en otras normas SAE y AMS que se indicarán más adelante.

1.1.1.1. Proyectiles

En los procesos de SP se emplean como proyectiles esferas cuyo diámetro y composición varían en función de la aplicación y que deben cumplir las especificaciones recogidas en la norma SAE J444 y SAE J441. Entre los materiales más habituales se encuentran el acero obtenido a partir de alambre cortado y redondeado (denominados “cut wire”), el vidrio, el acero inoxidable (para aplicaciones donde se pretende evitar la contaminación de la superficie tratada) o los de circonita (para tratar materiales de alta dureza). La elevada dureza de éstos últimos da muy buenos resultados en componentes sometidos a fatiga. [Segurado, 2016]. En la Figura 2 se observa una muestra de los distintos tipos de proyectiles.



Figura 2. Proyectiles de vidrio y acero respectivamente

Para conseguir un tratamiento de calidad es imprescindible una selección adecuada de los proyectiles que se van a emplear. Los proyectiles deben cumplir una mínima calidad de dimensiones, dureza (mayor que la del material a tratar) y densidad según se recoge en la norma SAE HS-84 mencionada anteriormente. Los proyectiles deben ser lo más esféricos posible para garantizar que las huellas generadas sean circulares y homogéneas, ya que

un proyectil irregular, con aristas vivas, podría generar defectos superficiales que estropeen la superficie del material tratado, lo que haría contraproducente el proceso de SP. El grado de esfericidad y la homogeneidad son factores fundamentales, ya que son los que garantizan la reproductibilidad y la repetitividad de los tratamientos, según se recoge en la norma SAE J444.

Durante el tratamiento, debido a los impactos, suele producirse la rotura de algunos proyectiles. Estos deben ser eliminados del circuito, pues los bordes angulosos de dichos proyectiles podrían dañar la superficie del material. Por ello, las máquinas de SP cuentan con un ciclón dentro del sistema de recirculación de proyectiles que, por diferencia de pesos, desecha aquellos que no cumplen con la forma o tamaño adecuados según las recomendaciones de la norma SAE J244. [Kirk, 2003] Dado que este proceso se basa en transmitir la energía cinética de los proyectiles a la superficie de la pieza, la masa de cada proyectil es muy importante de modo que los proyectiles deben ser revisados y repuestos según se van desgastando. [Sharma, 1984]

1.1.1.2. Intensidad Almen

El parámetro que define el proceso de shot peening, el cual permite la reproductibilidad de las condiciones del tratamiento independientemente del equipo empleado, es la intensidad Almen, y viene normalizada en la norma SAE J442.

A continuación, se puede ver una esquematización (Figura 3) de un equipo de shot peening en donde se muestran los órganos principales que lo componen de forma general y el flujo de aire comprimido y proyectiles.

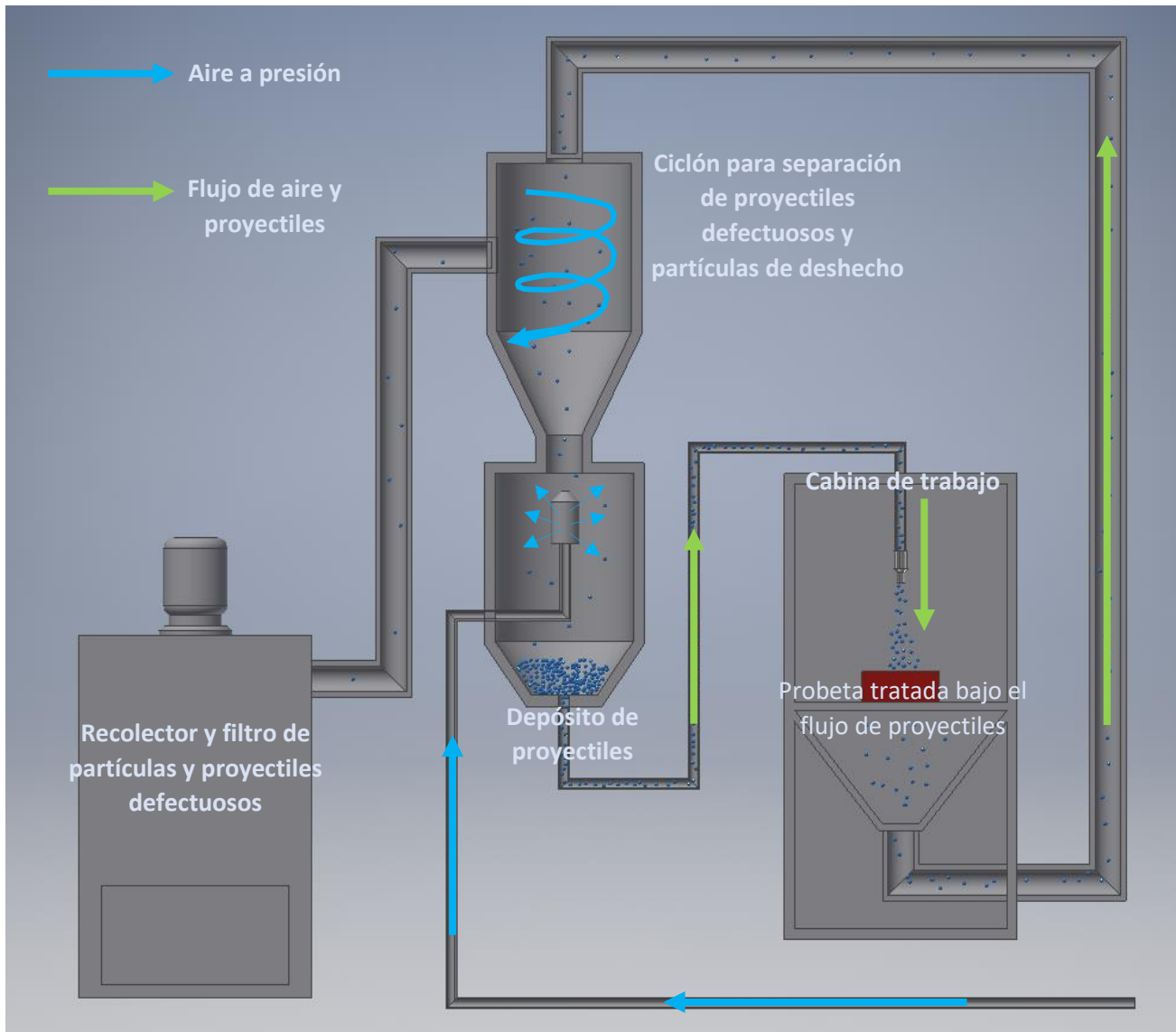


Figura 3. Esquema de un equipo genérico de shot peening y el flujo de proyectiles

La intensidad Almen es un parámetro que indica de manera cualitativa la cantidad de energía que es transmitida al material como consecuencia de la cesión de energía cinética de los proyectiles. Esta energía depende de la velocidad y de la masa del proyectil según la ecuación:

$$E_c = \frac{1}{2} \cdot m \cdot v^2$$

Dónde:

m = Masa del proyectil.

v = Velocidad del proyectil en el momento del impacto.

En este parámetro influyen además el nivel de presión, la distancia de proyección y el ángulo de impacto.

La dureza de los proyectiles también influye en la energía que se transfiere a la superficie. A mayor dureza, mayor cantidad de energía transferida, lo que se traduce en un mayor nivel de tensiones inducido en el material. La energía transmitida generará un campo de tensiones residuales en la capa superficial del material cuyo máximo valor se producirá unas micras por debajo de la superficie e irá disminuyendo hacia el interior hasta alcanzarse valores de tensiones de tracción, lo que denotará el espesor de la capa afectado por el tratamiento. La curva de tensiones residuales tiene un perfil característico que puede apreciarse en la Figura 4, que hace referencia al tratamiento de SP en el acero 41NiCrMo7-3-2. [González, 2013]

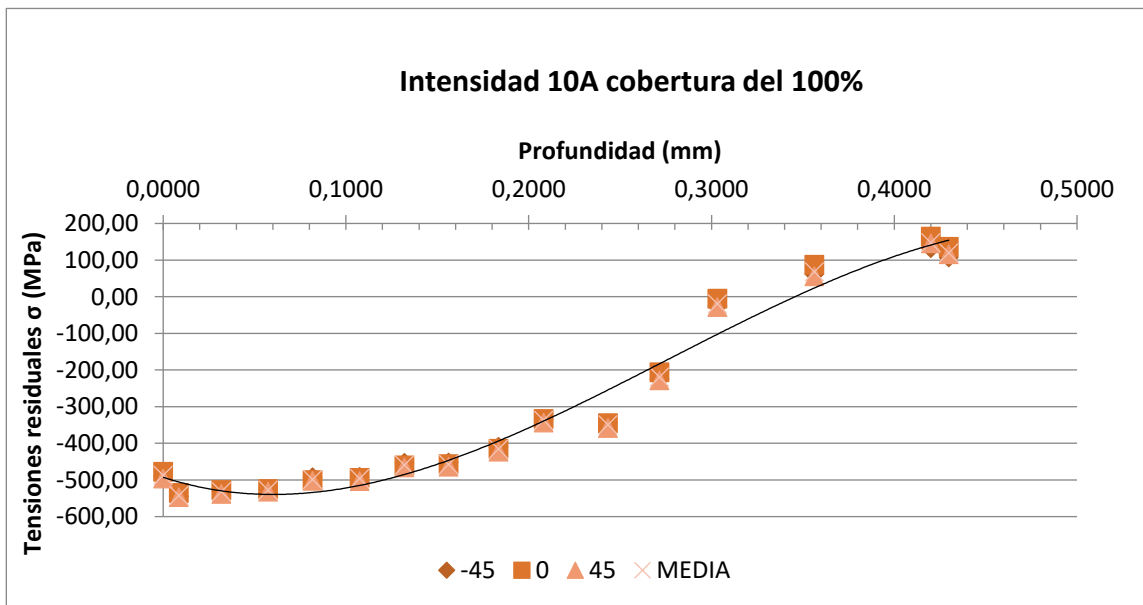


Figura 4. Perfil característico del nivel de tensiones residuales inducido por el tratamiento de shot peening en el acero 41NiCrMo7-3-2

La profundidad de la capa afectada dependerá de los parámetros del tratamiento (fundamentalmente de la Intensidad Almen y del nivel de cobertura) y también de la dureza del material a tratar: [Wandell, 1997; Miller, 1996] para los mismos parámetros de intensidad y cobertura, a menor dureza de éste, mayor deformación plástica induce

cada impacto, tal y como se aprecia en la Figura 5, que da cuenta de la evolución de la profundidad afectada en función de la intensidad del tratamiento y de la dureza de la superficie tratada. Del mismo modo, la dureza de los proyectiles influirá en que la energía transmitida y las tensiones residuales inducidas sean mayores cuanto mayor es ésta. [MIC, 2005]

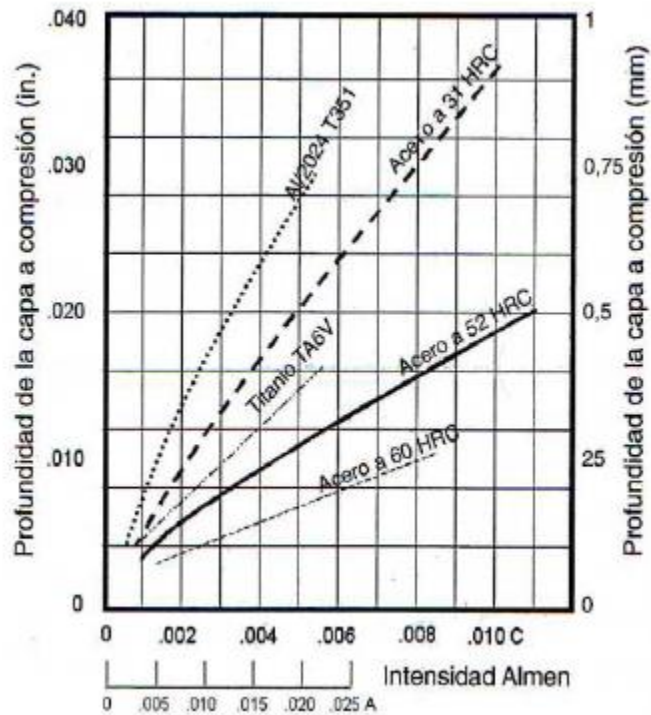


Figura 5. Profundidad afectada en función de la intensidad y la dureza del material.

[MIC, 2005]

Debido a la importancia que tiene la cantidad de energía transmitida al material en el tratamiento de SP, es importante conocer la Intensidad Almen de los tratamientos.

Con el fin de determinar la Intensidad de los ensayos, en 1944 John. O. Almen desarrolló un procedimiento indirecto para su cálculo. [Almen, 1942; Champaigne, 1992]

La intensidad se calcula en función de la flecha de unas placas, denominadas placas Almen cuyas características se recogen en la norma SAE J443. Las placas Almen son placas finas de acero SAE 1070 (44-50 HRC), que se someten a tratamiento de SP por uno de sus lados, de manera que la tensión de compresión generada produce una flecha en su punto central. La medida de esta flecha es directamente relacionada con la intensidad Almen del tratamiento, las normas AMS-S13165 y SAEJ442 recogen lo relacionado con este tipo ensayo. [Kirk, 2006]

Para determinar la intensidad Almen de un tratamiento de SP se someten varias probetas Almen al tratamiento durante diferentes tiempos y se mide la flecha inducida en las probetas mediante un medidor Almen (Figura 6). Los datos obtenidos se representan en una gráfica flecha-tiempo de exposición, denominada “curva de saturación” que se define en la norma SAE J442.



Figura 6. Medidor de placas Almen

A partir de la gráfica se cuantifica la intensidad Almen, definida como el valor del arco para el cual, tras duplicar el tiempo de exposición, la flecha aumenta un 10%. A ese valor del tiempo se conoce como “tiempo de saturación” (recogido en la norma SAE J2597). La Figura 7 representa un ejemplo de una curva para determinar la Intensidad Almen.

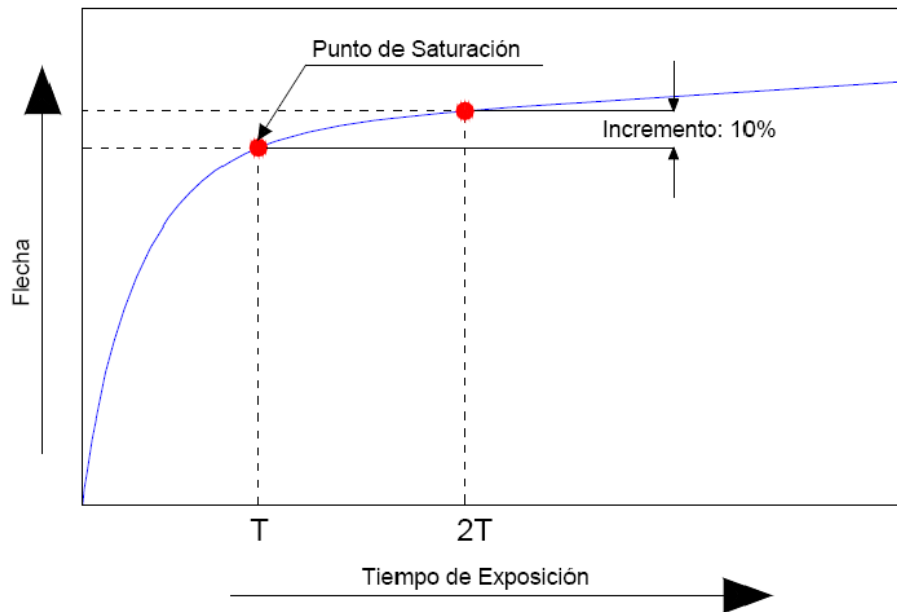


Figura 7. Curvatura para determinar la intensidad Almen

Existen tres tipos de probetas Almen normalizadas (recogido en la norma SAE J442), cuya diferencia es el espesor:

- Placas “N”: 0,79 mm de espesor.
- Placas “A”: 1,29 mm de espesor.
- Placas “C”: 2,39 mm de espesor.

La intensidad que se alcanza con una placa N es aproximadamente un tercio de la que se obtiene con una placa A, mientras que la intensidad que se alcanza con una placa C es tres veces superior a la de la placa A.

La intensidad de un tratamiento se designa por la flecha generada seguida de la letra de la placa utilizada (por ejemplo, 0,3 mm en una probeta tipo A equivalen a 30 A) aconsejándose el cambio a una placa Almen más gruesa cuando se alcanzan intensidades superiores a 0,51 mm, esto se recoge en las normas SAE J442 y AMS-S13165.

La Figura 8 representa un esquema del proceso para determinar la intensidad Almen de un tratamiento de SP.



Figura 8: Esquema del proceso para determinar de la intensidad Almen

1.1.1.3. Cobertura

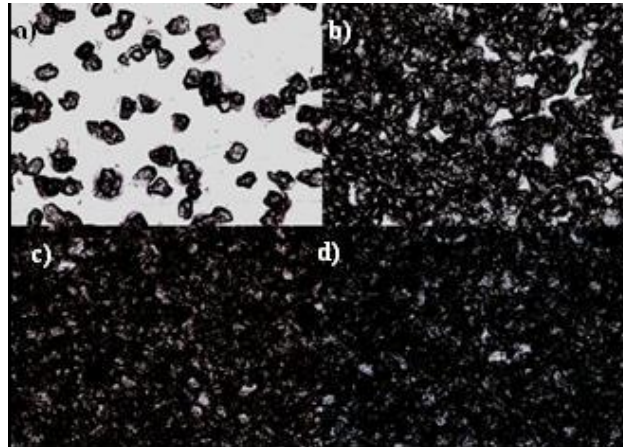
La cobertura representa el porcentaje de superficie que ha sido cubierta por impactos de proyectiles y es el parámetro, junto a la intensidad Almen, más importante en cualquier tratamiento de SP. [Bagherifard, 2012]

El tiempo para conseguir una determinada cobertura (medida en porcentaje de área impactada respecto a la superficie total) varía en función de la pieza, dependiendo de la dureza y plasticidad del material: cuanto menor es la dureza de éste, más rápidamente se alcanza la cobertura (cada impacto proporciona un área de huella mayor). [MIC, 2005]

La cobertura completa de una superficie tratada es esencial para realizar un proceso de SP de alta calidad. La cobertura no debe nunca ser inferior a un 100% ya que, en caso contrario, las grietas pueden desarrollarse en una zona sin tratar, aunque ésta sea mínima. Si bien es cierto que la zona afectada por una huella de un proyectil es mayor al tamaño

de dicha huella, es decir, zonas que no han sido impactadas se beneficiarían igualmente del campo de tensiones residuales inducido por las zonas que sí han sido alcanzadas por los proyectiles, [Prevéy, 2002] es siempre recomendable alcanzar este valor de cobertura completa. [Sanjurjo, 2012]

La determinación del grado de cobertura puede hacerse fácilmente examinando la superficie tratada durante distintos intervalos de tiempo con ayuda de un microscopio óptico. Debe tenerse en cuenta que, mientras el número de impactos es directamente proporcional al tiempo de exposición, la cobertura no lo es, ya que los impactos son aleatorios, por lo tanto, varios proyectiles pueden impactar en una misma huella o en las cercanías de la misma, lo que se conoce como “solapamiento de huellas”, de manera que habrá zonas sometidas a múltiples impactos antes de que se alcance el 100% de cobertura. En la Figura 9 se puede apreciar diferentes grados de cobertura de una probeta sometida a un proceso de shot peening [Vielma, 2013].



*Figura 9. Variación del grado de cobertura con el aumento del tiempo de exposición:
a) 31%; b) 91,8%; c) 100%; d) Superior al 100%.*

La evolución del porcentaje de cobertura durante un proceso de SP se representa mediante la ecuación de Avrami: [Abyaneh, 1996; Kirk, 1999]

$$C = 100 \cdot (1 - e^{-ARt})$$

C: Cobertura (%)

R: Velocidad de producción de impactos

A: Área de la huella

T: Tiempo de exposición

La ecuación define cómo aumenta el grado de cobertura alcanzado a lo largo del tiempo, teniendo en cuenta la velocidad del flujo de proyectiles y el tamaño de huella que éstos dejan. Teóricamente, no es posible alcanzar un porcentaje de cobertura total debido al solapamiento de huellas [Kirk, 1999], si bien se considera así una vez se alcance el 98% de cobertura. El motivo es debido a que existe una asíntota en el valor de 100% (valor, por tanto, imposible de alcanzar (Figura 10), por lo que se considera que se ha obtenido la cobertura completa cuando se llega al 98% de superficie cubierta. No obstante, esto no representa un problema ya que el efecto de un impacto es inducido no solo en la superficie de la huella sino también a la zona adyacente a ella.

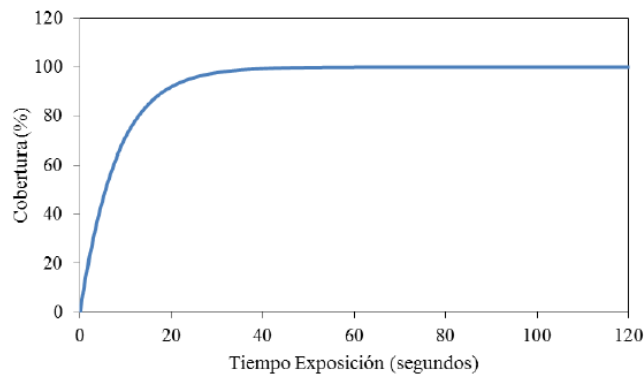


Figura 10. Evolución del grado de cobertura alcanzado en función del tiempo de exposición

Una vez alcanzado el 100% (98%) de cobertura, cuando se especifica una cobertura superior (por ejemplo 200%, 500%, etc.) significa que el tiempo de tratamiento será el tiempo para realizar el 100% multiplicado por ese factor. Por ejemplo, una cobertura de un 200% se conseguiría duplicando el tiempo necesario para obtener el 100%. Estos porcentajes de cobertura superiores al 100% se utilizan en los tratamientos de SP severos (SPS).

Además de estos tres parámetros principales, existen otro par de ellos que también influyen en el tratamiento de shot peening: la velocidad de los proyectiles y el ángulo de impacto.

1.1.1.4. Velocidad y ángulo de impacto

La velocidad de los proyectiles es uno de los factores físicos más importantes ya que de ésta depende directamente la energía transmitida a la superficie de trabajo. Ya que la intensidad Almen es una medida de la energía cinética por el proceso de SP, la masa del proyectil influye en dicha intensidad de forma directamente proporcional. Es de esperar que, por lo anteriormente mencionado, proyectiles de menor tamaño necesiten impactar a mayor velocidad para conseguir la misma intensidad Almen. Además, la velocidad de impacto, junto con el diámetro del proyectil, influyen de forma directa y proporcional en el tamaño de la huella. *[Timothy, 1981]*

Por otro lado, el ángulo de impacto es aquel que existe entre la superficie objetivo y la trayectoria que describe el flujo de proyectiles. Por lo tanto, 90° representa un impacto normal (perpendicular a la superficie) y 45° representa un impacto oblicuo. Para una intensidad deseada, la velocidad requerida se minimiza para ángulos de incidencia de 90° . Los ángulos de incidencia oblicua requieren velocidades de disparo más altas para alcanzar una intensidad dada.

El ángulo de impacto suele ser de 90° para materiales dúctiles ya que con ángulos oblicuos puede producirse erosión en la superficie, lo cual ocurre de forma inversa para materiales más frágiles donde un ángulo de incidencia completamente perpendicular provoca una mayor tasa de erosión. *[Iain, 1966 - Iain, 1992]*

Todos estos parámetros caracterizarán el tratamiento específico que se aplique sobre una pieza de trabajo y permitirán la repetitividad de futuras aplicaciones, con el objeto de garantizar que las condiciones de trabajo son siempre las mismas. *[Kirk, 2008 - Tufft, 1997]*

1.1.2. Efectos del shot peening

La energía transmitida por el flujo de proyectiles, además de la deformación superficial, provoca una serie de efectos que se describen a continuación.

1.1.2.1. Tensiones residuales

Los tratamientos de SP permiten inducir un campo de tensiones residuales de compresión en la capa superficial del material debido a los impactos de los proyectiles. El flujo de proyectiles provoca una deformación plástica en la capa más superficial, que se aprecia en forma de huellas. El material bajo la huella, deformado elásticamente durante el proceso, no puede recuperar su forma inicial por lo que se genera en esa zona un campo de tensiones residuales de compresión. Estas tensiones de compresión son responsables, entre otras cosas, de que la vida a fatiga de piezas tratadas mediante shot peening se vea mejorada. *[Benedetti, 2009]*

Las tensiones residuales en una pieza pueden afectar considerablemente a la resistencia de los materiales. En procesos de conformado tipo forja, laminación, soldaduras..., es habitual que provoquen gran cantidad de deformaciones que inducirán tensiones residuales de tracción. *[Smith, 200; Watkins, 1975; Myllymaki, 1987]* Dichas tensiones positivas favorecen la propagación de grietas, provocando así un fallo prematuro. En cambio, las tensiones de compresión ofrecen resistencia a la propagación de las grietas frente a cargas estáticas o cíclicas, retrasando o incluso frenando su crecimiento, *[Farrahi, 2006; Smith y Farrahi, 2001; Guechichi, 2006]* motivo por el cual las tensiones inducidas por los tratamientos de SP contribuirían a mejorar el comportamiento a fatiga de los componentes.

1.1.2.2. Dureza

La deformación plástica introducida en la superficie de los materiales por los tratamientos de SP produce un aumento de la dureza por deformación en la capa superficial. *[Hashemi, 2011]*

En tratamientos donde se transmiten grandes cantidades de energía (tratamientos severos), el incremento en la dureza puede producirse debido al propio endurecimiento por deformación plástica, al refinamiento del grano y a los cambios de fase producidos en la microestructura. *[Shen, 2010]*

1.1.2.3. Rugosidad

Un efecto inmediato del tratamiento de SP en una superficie simplemente cortada u obtenida por métodos de fabricación tradicionales, es el aumento de la rugosidad como consecuencia de las huellas que generan los impactos de los proyectiles. El grado de rugosidad depende del material tratado y aumenta directamente con la intensidad Almen aplicada. *[Bagherifard, 2014]* Sin embargo, este tratamiento es capaz de disminuir los

valores de la rugosidad de piezas obtenidas por fabricación aditiva mediante impresión 3D. [Rodríguez, 2019]

Una elevada rugosidad puede ser perjudicial ya que los valles pueden actuar como concentradores de tensión, donde es más probable que se generen pequeñas grietas superficiales que reduzcan la vida a fatiga, por lo que se los beneficios obtenidos gracias a las tensiones residuales inducidas por el tratamiento se verían mermados. [González, 2017 - Xiang, 2010] Por este motivo, en los casos en los que el tratamiento de SP induzca un alto nivel de rugosidad, se pueden aplicar segundos tratamientos (re-peening), utilizando en estos casos una menor intensidad y/o menores diámetros de proyectiles, con el fin de cerrar o eliminar parte de los defectos superficiales introducidos durante el primer tratamiento (el de mayor energía) y rebajar el grado de rugosidad en la superficie. De este modo se mantienen los beneficios inducidos por el primer tratamiento y a la vez que se disminuye el nivel de rugosidad superficial. [Bagherifard y Guagliano, 2012; Bagherifard, 2014; Segurado, 2016]

1.1.2.4. Cambios de fase

Dependiendo del material a tratar y de los parámetros del tratamiento, el SP es capaz de inducir cambios de fase en la microestructura de la pieza tratada. Song et al. comprobaron que tras aplicar SP a una aleación de titanio, aumentaba la densidad de dislocaciones en un estrato superficial de la muestra tratada, lo que permitiría mejorar la resistencia a fatiga [Song, 2014]. Benedetti et al. demostraron en su trabajo cómo la austenita retenida de un acero al carbono es transformada en martensita tras someterlo a un tratamiento de SP convencional [Benedetti, 2002], mientras Bagherifard et al. estudiaron ese mismo cambio de fase en un acero AISI 316L en el que se comprobó cómo la austenita se veía transformada en martensita tras un tratamiento de SP severo. [Bagherifard, 2016]

1.1.2.5. Afino de grano

El tamaño de grano promedio del material generalmente desempeña un papel muy importante y, a menudo, dominante en las propiedades mecánicas generales de éste. La resistencia de todos los materiales policristalinos está relacionada con el tamaño del grano. Se ha demostrado que la resistencia aumenta con una reducción del tamaño del grano y esto ha despertado un interés cada vez mayor en la fabricación de materiales con tamaños de grano extremadamente pequeños. [Valiev, 2006; Farahani, 2014; Leinonen, 2004; Takaki, 2001]

Diversos autores han realizado estudios de la influencia del tamaño del grano en distintas propiedades de los materiales. Tsuji et al. analizaron la resistencia y ductilidad de un aluminio y de un acero con tamaños de grano de entre 200nm y 20 μm , observando un aumento del límite elástico a medida que disminuía el tamaño del grano, si bien la ductilidad se veía perjudicada. Song et al. estudiaron la tenacidad y la resistencia mecánica en un acero con tamaños de grano estándar y tras su afino mediante laminación a tamaños de grano entre 1 μm y 3 μm , encontrando una mejora de ambas propiedades tras el afino del grano [Song, 2005; Song, 2006]. Balyanov et al. verificaron una mejora en el comportamiento a corrosión del titanio sometido a un proceso de afino de grano [Balyanov, 2004]. Tsuji et al. analizaron la resistencia y ductilidad de un aluminio y un acero con tamaños de grano de entre 200nm y 20 μm , observando un aumento del límite elástico a medida que disminuía el tamaño del grano, si bien la ductilidad se veía perjudicada. Shaw et al., compararon la efectividad de los tratamientos de SP convencionales y severos (coberturas superiores al 100%) para conseguir una transformación en la microestructura de una superaleación C-2000. Consiguieron un mayor afino de grano, hasta estructuras de escala nanométrica mediante la aplicación de parámetros severos, lo que además repercutió en mejores propiedades mecánicas en comparación con las estructuras de grano convencionales [Shaw, 2010].

En vista de la influencia del tamaño de los granos en las propiedades de los materiales y de las mejoras que aportan los menores tamaños, parece interesante continuar analizando procesos y condiciones de proceso que consigan inducir afinos en la microestructura y estudiar a su vez cómo afecta a las propiedades finales.

Existen diversos tipos de tratamiento capaces de inducir un afino de grano en los materiales, englobados bajo la definición de tratamientos de deformación plástica severa. Entre estos métodos se encuentra la presión en canal angular constante (ECAP: equal channel angular pressing), [Valiev, 200; Orlov, 2011; Qu, 2009; Gazder, 2008; Darling, 2014] la torsión a alta presión (high pressure torsion), [Valiev, 1993; Zhilyaev, 2003; Vorhauer, 2004; Sakai, 2005; Hebesberger, 2005; Harai, 2008] la molienda con bolas (ball milling) [Jang, 1990; Fecht, 1990; Moelle, 1995; Yin, 2001; Börner, 1997; Akhtar, 2008], el desgaste por deslizamiento (sliding wear) [Zhang, 2014; Heilmann, 1983; Hughes, 1995] y ultra sonic shot peening, [Tao, 1999; Liu, 2000; Wu, 2002] entre otros.

Umemoto estudió la obtención de materiales con estructura ultrafina nanocristalina (tamaños de grano entre 1 μm y 100 nm) mediante alguno de estos procesos (molienda con bolas, shot peening y ensayo de caída de bola), y además utilizó las máquinas tradicionales de SP, pero aplicando parámetros no convencionales, que implicaban mayores niveles de energía. A este tipo de tratamiento es al que se le conoce como SP severo o de altas energías. [Umemoto, 2003]

La Figura 11 muestra en esquema de los procesos de deformación plástica severa más comúnmente utilizados.

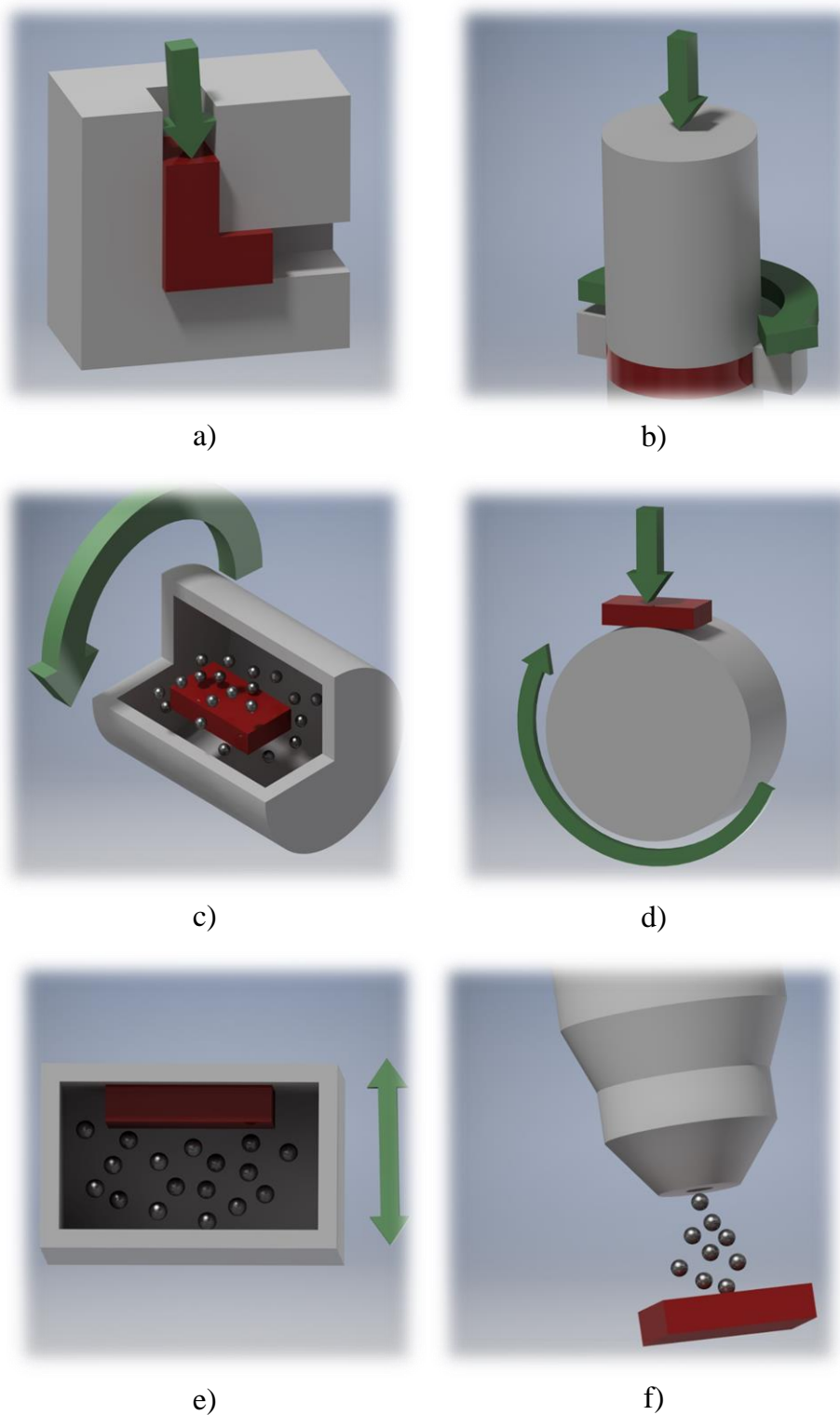


Figura 11. Tratamientos de deformación plástica severa: a) Canal angular constante; b) Torsión a alta presión; c) Ball milling; d) Desgaste por deslizamiento; e) Ultrasonic shot peening; f) Shot peening

El problema que presentan la mayoría de estos métodos es la concreta geometría y el reducido tamaño de las muestras susceptibles del tratamiento, muy alejadas del tamaño y geometría de los componentes industriales.

A día de hoy, debido a los grandes tamaños de las piezas industriales, es impensable conseguir estructuras ultra finas o nanocrystalinas en la totalidad de su volumen. Teniendo en cuenta que la mayoría de los fallos se inician en superficie y se propagan hacia el interior, podría ser interesante conseguir una mejora en las capas superficiales de los componentes, lo que contribuiría a la mejora del comportamiento general de la pieza [Hanlon, 2003].

Recientemente varios investigadores han demostrado que mediante el tratamiento de SP, pero aplicado con parámetros no convencionales, también es posible disminuir el tamaño de grano de la capa superficial del material tratado. [Unemoto, 2003; Bagherifard, 2009; Trško, 2014; Miková, 2013; Moridi, 2015] Para conseguir este efecto es necesario aplicar intensidades Almen elevadas, o mantener el tiempo de aplicación del flujo de proyectiles durante largos tiempos, lo que se traduciría en aplicar altas coberturas. A este tipo de tratamiento, para denotar las mayores energías implícitas, se les denomina shot peening severo, normalmente abreviado por sus siglas en inglés, SSP (Severe Shot Peening).

1.1.3. Shot Peening Severo

El tratamiento de shot peening severo se enmarca dentro de los tratamientos de deformación plástica severa. Se considera como shot peening severo a aquel proceso de SP en el que los tiempos de exposición, es decir, las coberturas aplicadas, son mucho mayores que en el convencional. Mientras que una cobertura del 100% es la habitual a aplicar en los tratamientos convencionales, como se ha mencionado anteriormente, en los denominados procesos de SP severos las coberturas son superiores.

Estos mayores tiempos de exposición se traducen en una mayor cantidad de energía transmitida al material, lo que implicará mayores modificaciones tanto en la microestructura como en las propiedades de la capa superficial.

La ventaja de este tratamiento frente al resto de procesos de deformación severa (ECAP, ultrasonic shot peening, ...) es que no tiene limitaciones de geometría o tamaño de la pieza. El tratamiento de SP es versátil y puede implementarse de forma sencilla para tratar una gran diversidad de piezas mecánicas.

Los tratamientos de SP severos han demostrado ser un proceso eficaz y eficiente para el afino de grano en la superficie de los materiales tratados, a la vez que aumentan el nivel de tensiones residuales, la profundidad de la capa afectada y el endurecimiento por

deformación, factores que afectarán directamente a las propiedades finales del material. [Bagherifard, 2018; Hassani 2015; Trško, 2014; Moridi, 2015; Bagherifard, 2016]

Pero a pesar de demostrarse todos estos efectos inducidos por los tratamientos de SP convencionales y severos en los materiales, aún no ha sido suficientemente estudiada la relación entre los parámetros del tratamiento y el alcance de los cambios inducidos, ni se ha evaluado una posible saturación del material. Tampoco se ha probado la posibilidad de utilizar este tipo de tratamientos mecánicos en sustitución de algunos tratamientos térmicos, con el fin de conseguir cambios de fase, a la vez que se produce un endurecimiento del material. Por ello la idea de esta tesis es aplicar tratamientos de shot peening convencionales y severos a distintas aleaciones utilizadas en el mundo industrial con el fin de estudiar dichos efectos.

2. Objetivos

El objeto principal de esta investigación ha sido utilizar los tratamientos de SP convencionales y severos, por su gran potencial y versatilidad, para alterar la microestructura y con ella las propiedades en distintas familias de materiales metálicos.

Se ha intentado focalizar la atención en aspectos menos estudiados hasta el momento como la evolución del afino de grano con la cobertura, valorando la influencia de estos cambios en el comportamiento a fatiga, o la posibilidad de conseguir cambios de fase mediante energía cinética como posible alternativa a tratamientos térmicos, mejorando el comportamiento a desgaste.

Estos estudios se han recogido en tres publicaciones, basadas en las siguientes ideas principales:

1. Aplicar el tratamiento de SP convencional y severo (5000 y 10.000% de cobertura) en un acero de uso industrial, con el fin de evaluar la influencia de los parámetros en el afino del grano y en el espesor de la capa afectada. La intención era conocer hasta qué punto, aumentando la cantidad de energía transmitida, se conseguía inducir cambios en el material, y qué tipo de cambios inducía. Se realizó un barrido microestructural mediante un microscopio electrónico de barrido (FEG-SEM) y mediante la técnica EBSD se revelaron los granos a lo largo de 400 μm en profundidad, para evaluar los cambios introducidos en función de los distintos niveles de cobertura. Se evaluó también la influencia de dichos parámetros en el nivel de tensiones residuales, rugosidad y endurecimiento superficial.

2. Evaluar la influencia de los tratamientos de SP convencionales y severos en el comportamiento a fatiga de una aleación de aluminio. En este último caso se utilizaron segundos tratamientos de SP (re-peening) con el fin de minimizar el nivel de daño inducido en la superficie por los tratamientos severos y evaluar la posible mejora en el comportamiento a fatiga. Los resultados se evaluaron desde el punto de vista de los cambios microestructurales, y de las propiedades superficiales (tensiones residuales, del endurecimiento por deformación y de la topografía superficial).
3. Estudiar la posibilidad de utilizar el tratamiento de SP como alternativa a tratamientos térmicos, para conseguir transformar la austenita residual de una fundición alta en cromo en martensita mediante energía cinética. Además, se ha evaluado el comportamiento a desgaste erosivo del material tras la transformación de la austenita por ambos medios (térmicos y mecánicos), por ser una de las condiciones de servicio habituales de este tipo de materiales. Los resultados se estudiaron desde el punto de vista del cambio de fase, y del endurecimiento superficial.

3. Materiales de estudio

Los estudios se llevaron a cabo en tres aleaciones metálicas de uso común en la industria: una aleación de aluminio Al-6063 empleada en aplicaciones estructurales, un acero aleado 39NiCrMo3 templado y revenido de extenso uso en la industria automovilística y una fundición blanca con alto contenido en cromo utilizada en piezas sometidas a condiciones de desgaste, como bolas de molienda o bombas de lodos abrasivos.

Las composiciones en porcentaje de peso proporcionadas por los fabricantes de cada uno de los tres materiales se recogen a continuación en las tablas 1, 2 y 3.

Tabla 1. Composición de la aleación de acero 39NiCrMo3 (% peso)

C	Mn	P	S	Cr	Si	Mo	Ni
0,35 - 0,43	0,50 - 0,80	Máx. 0,025	Máx. 0,035	0,60 - 1	Máx. 0,04	0,15 - 0,25	0,70 - 1

Tabla 2. Composición de la aleación de aluminio Al-6063 (% peso)

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Cd	Pb	Ti
0,41 - 0,47	0,16 - 0,22	0,03	0,05	0,45 - 0,55	0,03	0,03	0,01	0,03	0,03

Tabla 3. Composición de la fundición blanca altamente aleada (% peso)

C	Si	Mn	Cr	Mo
3,01	1,17	0,82	18,2	2,05

4. Resultados y discusión

En este apartado se exponen y se comentan los resultados obtenidos tras los análisis realizados en las tres familias de materiales mencionadas anteriormente sometidas a tratamientos convencionales y severos de SP, y publicados en revistas internacionales con índice de impacto.

4.1. Estudio de la evolución microestructural en un acero de baja aleación tras ser sometido a diferentes tratamientos de shot peening

(A study on the microstructural evolution of a low alloy steel by different shot peening treatments. Metals, 2018, 8, 187)

En los últimos tiempos ha quedado suficiente probado la mejora que confieren las estructuras nanocristalinas al comportamiento de las aleaciones metálicas en una gran variedad de aplicaciones, motivo por el que parece interesante conseguir materiales con cristales de ese orden de magnitud. El problema es que actualmente no es posible conseguir nanocristales en el volumen completo de componentes industriales, debido al gran tamaño de los mismos, pero si tenemos en cuenta que la mayoría de los fallos tienen su origen en superficie, podría resultar interesante conseguir este tipo de estructuras nanométricas al menos en la capa superficial de los componentes.

Existen diferentes tecnologías capaces de introducir cambios en el tamaño del grano de estructuras metálicas. Estas tecnologías se agrupan bajo el nombre de métodos de deformación plástica severa. El hándicap que presentan la mayoría de estas técnicas es su escasa versatilidad, ya que solo pueden tratar geometrías concretas y de pequeño tamaño. Por ello, en este trabajo se planteó la posibilidad de utilizar las máquinas tradicionales de shot peening, altamente difundidas a nivel industrial, pero utilizando parámetros no convencionales (tratamientos severos), con el fin de aumentar la cantidad de energía transmitida al material y estudiar la capacidad de estos tratamientos para modificar la estructura de la capa superficial. Esta técnica presentaría la ventaja de poder aplicarse a gran variedad de piezas, de diferentes tamaños y geometrías.

Como se comentó anteriormente, la posibilidad de obtener granos de tamaño nanométrico en la capa superficial de materiales metálicos utilizando tratamientos de shot peening severos ha sido estudiado por diferentes autores, pero hasta el momento no se ha prestado suficiente atención a la relación que existe entre el nivel de afino y el espesor de la capa con los parámetros de tratamiento utilizados. Por ello, la idea de este trabajo ha sido aplicar tratamientos de shot peening convencionales y severos a la calidad de acero 39NiCrMo3, de uso industrial, con el objetivo de estudiar la evolución microestructural inducida por los tratamientos en la capa superficial, así como las variaciones en las propiedades superficiales (rugosidad, dureza y nivel de tensiones residuales) en función de los niveles de cobertura, que de alguna manera representan el nivel de energía transmitida al material.

4.1.1. Probetas, tratamientos y nomenclatura

Para llevar a cabo el estudio se prepararon probetas de 16 x 6,5 x 10 mm³ sobre las que se realizaron los distintos tratamientos de SP en una máquina neumática, de la marca GUYSON Euroblast PF. Se utilizaron proyectiles de acero (cut wire) de 0,7 mm de diámetro y una intensidad almen de 19A. El alto diámetro del proyectil, así como el alto

valor de intensidad almen fueron escogidos para comunicar altos niveles de energía al acero.

Con esos parámetros, se llevaron a cabo tres tratamientos de shot peening diferentes, utilizando distintos valores de cobertura: 100% (tratamiento convencional), 5.000% y 10.000% (tratamientos severos). El tiempo de aplicación para el tratamiento convencional se calculó utilizando la ecuación de Avrami, [Abyaneh, 1996; Kirk, 1999] y el tiempo para aplicar los tratamientos de 5.000 y 10.000% se estimó multiplicando por 50 y 100 veces el tiempo del tratamiento convencional, respectivamente.

La Tabla 4 recoge los parámetros utilizados en los distintos tratamientos.

*Tabla 4. Parámetros aplicados en los tratamientos de shot peening
a) Tratamiento convencional (CSP); b) Tratamiento severo con un 5.000% de cobertura (SSP5); c) Tratamiento severo con un 10.000% de cobertura (SSP10)*

Tratamiento	Proyectiles	Cobertura (%)	Tiempo de exposición	Intensidad Almen
CSP	Acero 0,7 mm	100	17 s	19 A
SSP5	Acero 0,7 mm	5.000	14 min 10 s	19 A
SSP10	Acero 0,7 mm	10.000	28 min 20 s	19

Utilizaremos la nomenclatura mostrada en la Tabla para referirnos a las probetas sometidas a cada cobertura:

CSP: Tratamiento convencional

SSP5: Tratamiento severo con un 5.000% de cobertura

SSP10: Tratamiento severo con un 10.000% de cobertura

4.1.2. Análisis microestructural

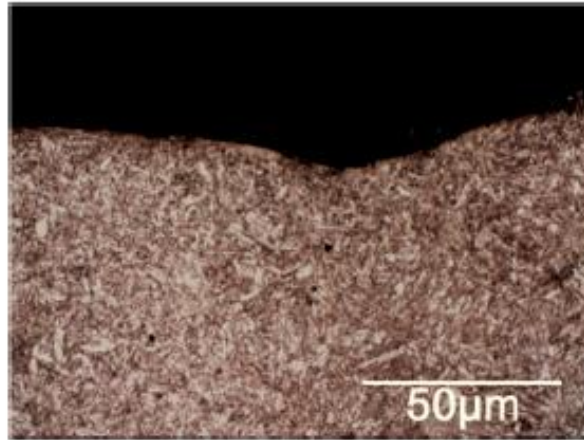
Tras someter las probetas a los tres tipos de tratamientos de shot peening de 100%, 5.000% y 10.000% de cobertura se procedió a su análisis microestructural mediante un microscopio óptico y un microscopio electrónico de barrido con cañón de electrones de emisión de campo (FEG-SEM) mediante la técnica EBSD. Para ello se realizaron cortes transversales en las muestras para poder analizar el material desde la superficie hacia el interior.

4.1.2.1. Microscopía óptica

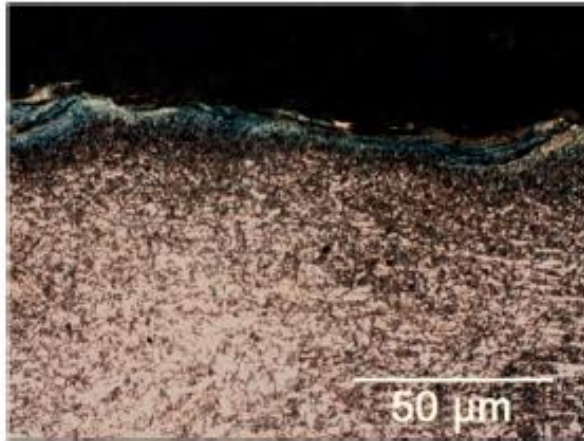
Se realizaron observaciones iniciales de las probetas mediante un microscopio óptico Nikon EIPHOY 200.

Las piezas cortadas a lo largo de su sección transversal fueron embutidas y desbastadas de forma secuencial, utilizando papel de lija de carburo de silicio hasta el papel de 1000. Tras el desbaste se procedió a realizar un pulido empleando paños de pulido y pasta de diamante de 6 μm en el pulido inicial y de 1 μm en la última etapa de pulido. Para una observación adecuada las superficies pulidas fueron atacadas con una solución al 2% de Nital.

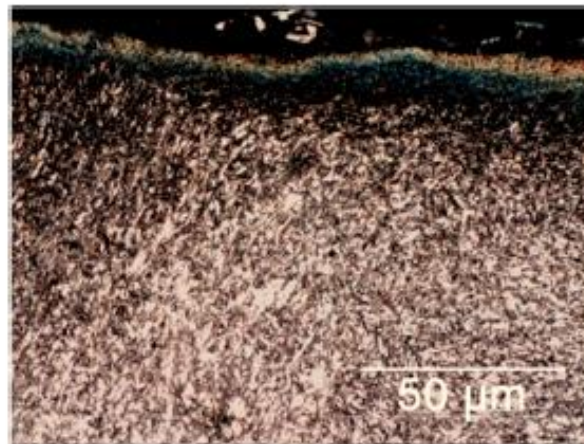
Las imágenes captadas en el microscopio óptico se muestran en la Figura 12, donde puede apreciarse un aplastamiento de los granos en la zona más superficial, siendo mayor el espesor de capa afectada en las probetas tratadas de forma severa, si bien no es apreciable una diferencia significativa entre ellas.



(a)



(b)



(c)

Figura 12. Imágenes obtenidas mediante microscopía óptica (1000x):

(a) SP; (b) SSP5; (c) SSP10

4.1.2.2. Microscopía electrónica de barrido

La microscopía óptica permitió estudiar de forma general la estructura de cada una de las tres series y comparar éstas entre sí, pero no ofrece la posibilidad de medir de manera exhaustiva el tamaño de grano y su distribución, y tampoco permite determinar de forma exacta la profundidad a la que cada uno de los tres tratamientos ha inducido cambios, objetivo primordial de esta investigación.

Por ello también se realizó un análisis utilizando un microscopio electrónico de barrido con cañón de electrones de emisión de campo (FEG-SEM) de la marca Plus Carl Zeiss, provisto del sistema HKL Channel 5 de Oxford Instruments que permite obtener imágenes mediante la técnica de difracción de retrodispersión de electrones (EBSD: Electron backscatter diffraction). Esta técnica de análisis cristalográfica y microestructural permite observar el límite y la orientación de los granos, revelando al mismo tiempo el tamaño de los mismos.

Para realizar el análisis por EBSD, las muestras se sometieron a una preparación metalográfica exhaustiva. Se lijó la superficie de todas las muestras siguiendo una secuencia de lijas de tamaño grueso a tamaño fino, hasta el papel de 1200. Posteriormente fueron pulidas con suspensiones policristalinas de diamante de 9 y 3 μm y finalmente con un paño de neopreno con suspensión de sílice coloidal de 0.25 μm .

Se ha estudiado un área de 30 μm de ancho y 400 μm en profundidad, partiendo de la superficie, empleando un paso de 200 nm. A pesar de que la norma ISO 13067 de 2011 recomienda utilizar un paso menor al 10% del tamaño promedio de grano estimado, debido al gran tamaño de la zona a estudiar, se ha utilizado un paso mayor del recomendado para no hacer excesivamente largos los tiempos de análisis. No obstante, el paso utilizado es suficiente como para poder evaluar cómo se transforma y evoluciona en profundidad el tamaño de grano en función del grado de cobertura. El análisis se realizó utilizando un potencial de 20 keV, con una distancia de trabajo de 10.5 mm y 70° de inclinación entre la muestra y el haz.

La Figura 13 muestra los análisis de la evolución del tamaño de grano obtenido mediante la técnica EBSD. Las flechas a la derecha de cada una de las figuras indican la superficie donde impactaron los proyectiles. A la derecha de estas flechas puede verse un detalle del análisis de la dimensión de los granos de la zona más superficial de cada muestra, de un área de 8 x 6 μm^2 , correspondientes a las zonas indicadas en la figura. El paso empleado en estos análisis fue de 25 nm para obtener una buena resolución. La escala de colores hace referencia a la dimensión de los granos.

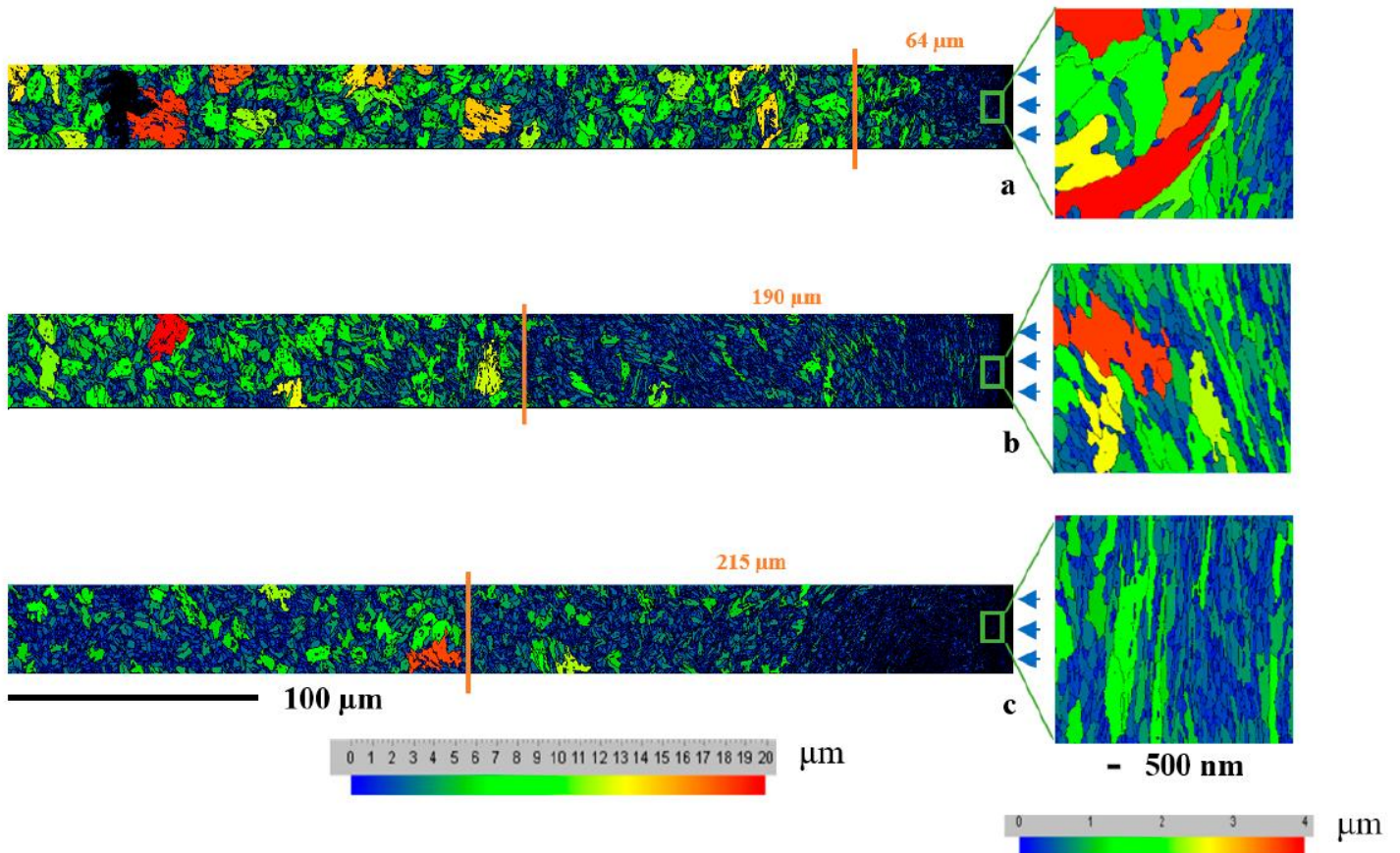


Figura 13. Estudio de la evolución del tamaño de grano mediante la técnica EBSD:

a) SPC; b) SSP5; c) SSP10

Las imágenes ponen de manifiesto un afino de grano en todas las muestras analizadas. Las profundidades máximas a las que se evidencia un claro afino de grano fueron de 64 μm para el tratamiento convencional y de 190 μm y 215 μm en el caso de las probetas tratadas con coberturas de 5.000% y 10.000% respectivamente. Las líneas verticales en la Figura 13 indican estas profundidades desde la superficie.

Si bien hay una clara diferencia entre la profundidad de capa afectada en las muestras tratadas de forma convencional y de forma severa, no se aprecia una gran diferencia entre las dos muestras tratadas de forma severa, aunque parece que por debajo de la profundidad citada como límite de afino de grano, la media de la dimensión del tamaño de los granos en las muestras tratadas con 10000% (Figura 13 c), es algo inferior que en el caso de la muestra tratada con 5000% (Figura 13 b) (más cantidad de granos marcados en azul ($<4 \mu\text{m}$) que en verde (5-10 μm)).

Con el fin de profundizar en el análisis de esta capa superficial, se midieron los tamaños de grano en las diferentes muestras. La media de los valores obtenidos se recoge en la Tabla 5, así como el tamaño máximo de grano y el número total de granos. Estos cálculos se realizaron sobre las áreas de trabajo de $8 \times 6 \mu\text{m}^2$ en las que se aplicó un paso de 25 nm.

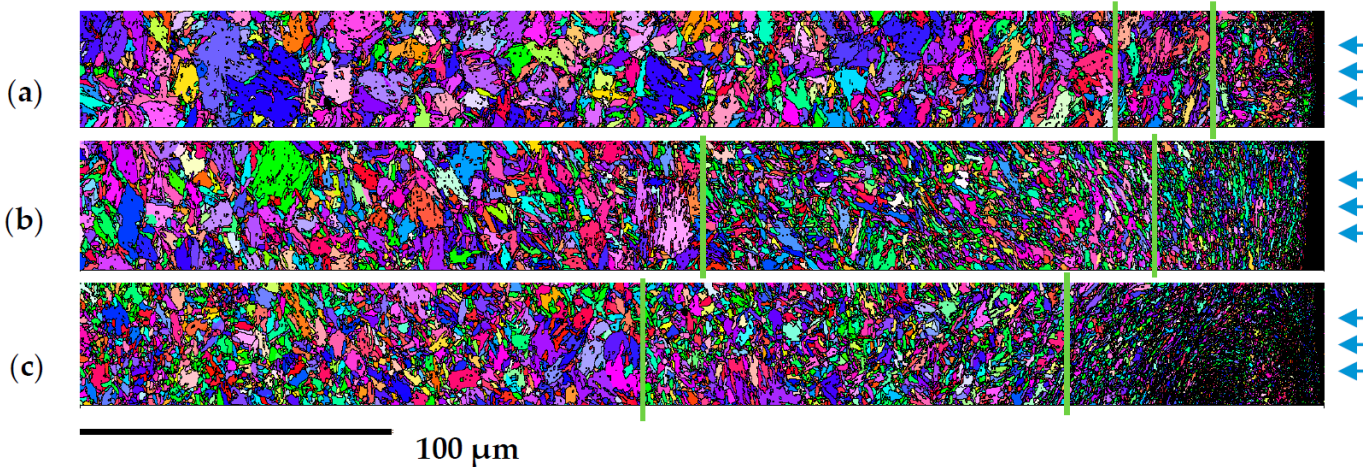
Tabla 5. Estudio del tamaño de grano y su distribución

a) CSP = Tratamiento convencional; b) SSP5 = Tratamiento severo con un 5.000% de cobertura; c) SSP10 = Tratamiento severo con un 10.000% de cobertura.

Tratamiento	Cobertura (%)	Tamaño medio de grano en la superficie (μm)	Diámetro máximo (μm)	Número total de granos	Profundidad de capa con afino de grano (μm)
CSP	100	$0,292 \pm 0,471$	3,9398	346	64
SSP5	5.000	$0,28 \pm 0,363$	3,6772	477	190
SSP10	10.000	$0,185 \pm 0,182$	1,9633	752	215

Los datos revelan un menor tamaño de grano en las muestras sometidas a los mayores valores de cobertura. Llama la atención la similitud de valores encontrados entre los parámetros de 100 y 5.000% de cobertura, a pesar de que el análisis visual de las muestras (Figura 13) evidencie menores tamaños en la muestra de 5.000%. Lo que sí está en consonancia con las imágenes son los menores valores de la dimensión de los granos que presentan los granos de las probetas SSP10.

Con esta misma técnica EBSD se han obtenido la figura de polos inversa de las muestras (Figura 14), donde aparecen coloreados con distinta tonalidad los granos según su orientación. Se consideraron granos distintos aquellos que muestran una desorientación de al menos 15° con respecto a los adyacentes. En estas imágenes se aprecia de manera más intuitiva y se hace más sencillo el análisis visual de la distribución y tamaño de grano. Se han marcado con líneas en color verde las profundidades de las capas más superficiales en las que se aprecia un mayor afino de grano, siendo estas de $35 \mu\text{m}$ para el tratamiento convencional, $46 \mu\text{m}$ en el tratamiento severo con un grado de cobertura de 5.000% y $80 \mu\text{m}$ en el caso del tratamiento severo con un 10.000% de cobertura.



*Figura 14. Figura de polos inversa:
a) SPC; b) SSP5; c) SSP10*

Tras la primera zona de afino de grano, existe una segunda zona donde también el tamaño medio de grano es menor al estándar de este material antes de ser tratado, si bien el tamaño medio no es tan reducido como el obtenido en la primera zona. La segunda línea vertical desde la derecha acota, junto a la primera línea, la segunda zona de afino de grano. La profundidad de estas segundas capas de afino de grano a partir de la primera es de 29 μm , 135 μm y 144 μm para el tratamiento convencional, severo con 5.000% de cobertura y severo con 10.000 de cobertura respectivamente.

A la vista de los resultados obtenidos tras el análisis mediante microscopia electrónica de barrido y la técnica EBSD, es innegable que los tratamientos de shot peening consiguen un afino de grano en las capas más superficiales, y que el afino y el espesor de capa afectada que se consigue con los tratamientos severos es mucho mayor. Sin embargo, las diferencias encontradas entre las dimensiones de los granos y el espesor de capa afectadas entre los dos tratamientos severos no son proporcionales a la cantidad de energía inducida. El afino y la profundidad de capa afectada es mayor en el caso de los tratamientos con coberturas del 10000%, pero la pequeña diferencia encontrada no es proporcional al exceso de energía que transmiten estos tratamientos.

4.1.3. Medidas de la rugosidad

Se estudió la rugosidad superficial que cada uno de los tratamientos generó en las muestras. Las medidas se realizaron en 8 posiciones aleatorias de las muestras, en una longitud de 4,8 mm, empleando un paso de 0,8 mm, con un rugosímetro Diavite DH-6.

Los principales parámetros de rugosidad, R_a , R_z y $R_{m\acute{a}x}$ se midieron en cada una de las muestras empleando la norma DIN 4786. La Tabla 6 recoge los resultados obtenidos.

Tabla 6: Valores de rugosidad obtenidos en las diferentes muestras CSP; SSP5; SSP10

Tratamiento	Cobertura (%)	R_a (μm)	R_z (μm)	$R_{m\acute{a}x}$ (μm)
CSP	100	$5,84 \pm 0,50$	$27,95 \pm 2,62$	$34,30 \pm 4,01$
SSP5	5.000	$7,05 \pm 0,89$	$33,75 \pm 3,31$	$44,37 \pm 5,81$
SSP10	10.000	$6,58 \pm 0,51$	$31,71 \pm 2,47$	$44,83 \pm 8,41$

Los datos revelan que en el caso de los tratamientos severos se alcanzan valores mayores de rugosidad en comparación con el convencional. Sin embargo, a pesar de que entre las dos muestras tratadas de forma severa el grado de cobertura, y por tanto el tiempo de exposición, se duplica de una a otra, no se observa diferencia entre los valores de rugosidad alcanzados.

4.1.4. Medidas de microdureza

Se realizaron medidas de las microdurezas utilizando un microdurómetro HV Buehler 2100 aplicando una carga de 200 gf durante 10 s. Las medidas se realizaron desde la superficie hasta una profundidad de 700 μm , generando así un perfil de dureza. Se realizaron tres perfiles por cada tratamiento, y los datos obtenidos se muestran en la Figura 15.

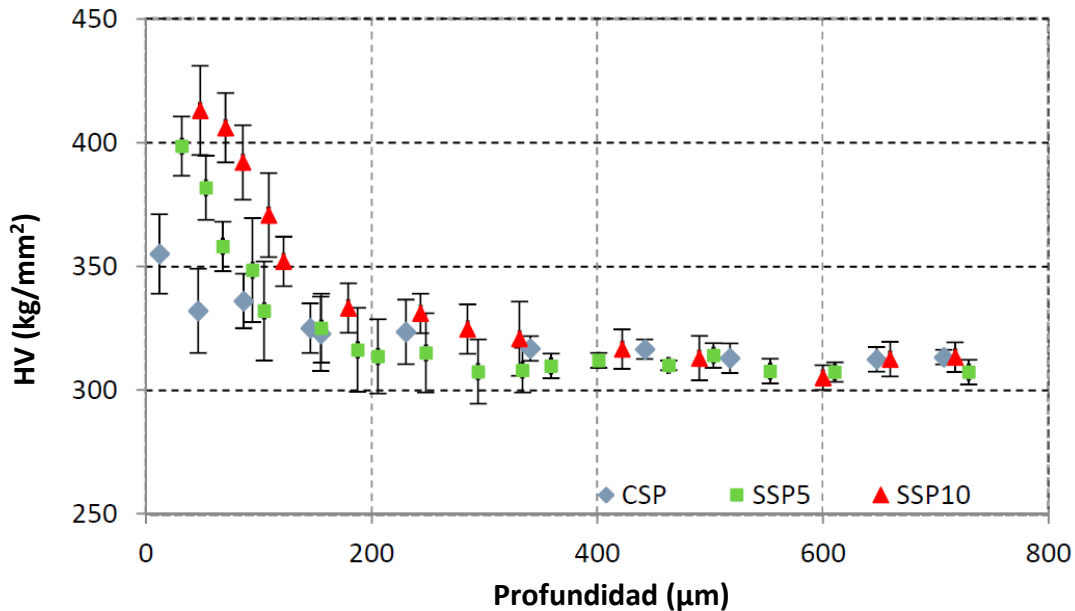


Figura 15. Perfiles de microdurezas

Comparando los tres perfiles se aprecia como los tratamientos severos inducen un mayor aumento de dureza en la superficie, alcanzándose mayores valores con los tratamientos de mayor cobertura (10000%). La mayor cantidad de energía inducida genera un mayor afino del grano y un mayor aumento de la dureza superficial, como ya señalaron Dai et al. en su estudio acerca de la relación entre el endurecimiento por deformación y el refinamiento de grano a escala nanométrica en la capa superficial de un metal, inducidos mediante procesos de shot peening. [Dai, 2007]

Si bien los valores de microdureza se diferencian claramente entre el tratamiento convencional y los tratamientos severos, no se aprecia ninguna diferencia entre las profundidades de capa afectada por el aumento de dureza, siendo la zona endurecida de aproximadamente 200 µm en los todos ellos.

4.1.5. Tensiones residuales y FWHM

Mediante un difractómetro de rayos X AST X-Stress G3R de la empresa Stresstech se determinó el nivel de tensiones residuales inducidos en cada serie. Se empleó el método $\sin^2(\psi)$ con un ángulo de difracción de $156,4^\circ$ y cinco lecturas en distintas inclinaciones entre -45° y 45° en las posiciones 0° , 45° y -45° . Se empleó un tiempo de exposición de 20 segundos con un colimador de 2 mm de diámetro.

Para obtener el perfil de tensiones se realizaron electropulidos entre medidas para ir eliminando material sin afectar al nivel de tensiones del material. Se aplicó una diferencia

de potencial de 45 voltios utilizando como medio reactivo una disolución de 96% de ácido acético y 4% de ácido perclórico. Para evitar errores derivados del electropulido las medias en profundidad fueron corregidas por el método descrito por Moore. [Moore, 1958]

La Figura 16 muestra los perfiles de tensiones residuales de cada una de las tres muestras. El máximo valor de tensión medido en las tres series es de unos -450 MPa, si bien el campo de tensiones negativas afecta a una mayor profundidad el caso de los dos tratamientos severos. Esta profundidad es muy similar en ambos tratamientos severos.

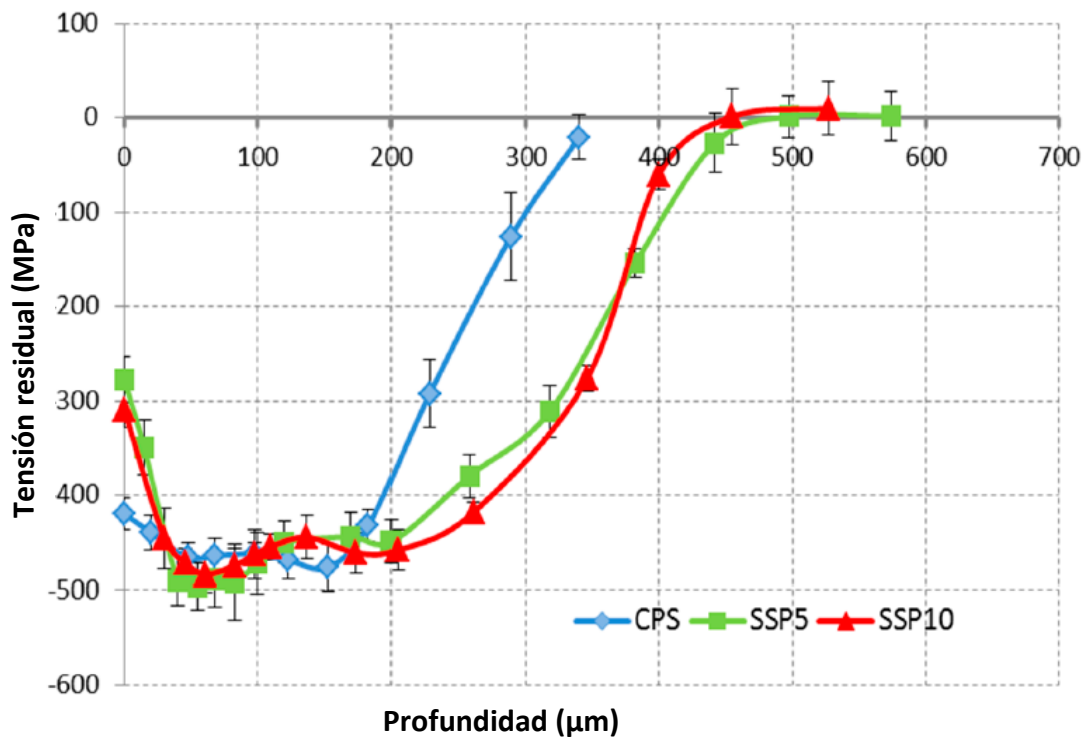


Figura 16. Perfil de tensiones residuales de las tres series

Además de las tensiones residuales, también se midió con el difractómetro el parámetro FWHM (Full Width at Half Maximum), que se corresponde con la anchura del pico a mitad de la altura y es un indicador de la densidad de dislocación y del endurecimiento por deformación [Noyan, 1987]. La Figura 17 muestra los perfiles del FWHM de las muestras tratadas, donde se aprecia un mayor endurecimiento en las muestras tratadas de manera severa, siendo prácticamente iguales las tendencias de ambos tratamientos severos.

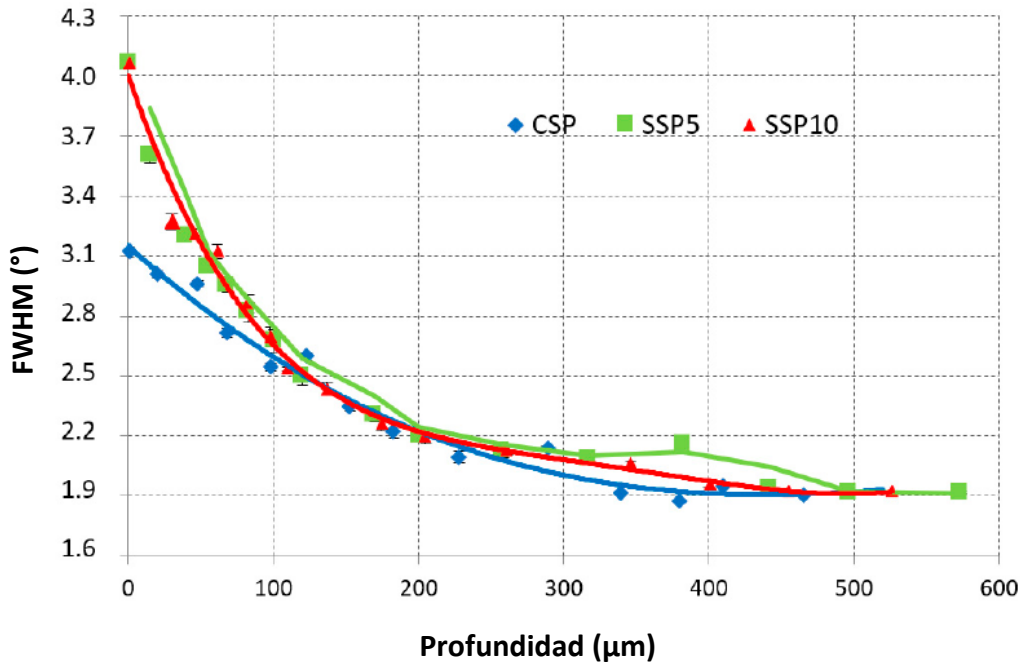


Figura 17. Perfil FWHM en las tres series

Todos los cambios inducidos en el material mediante los tratamientos de SP severos contribuyen a mejorar de manera muy notable (mejoras de hasta un 246%) el comportamiento fatiga de esta calidad de acero [Bagherifard, 2013]

4.1.6. Conclusiones

Se realizaron tres tratamientos de shot peening en la calidad de acero 39CrNiMo3, uno convencional empleando una cobertura del 100% y dos severos aplicando una cobertura de 5.000% y 10.000% respectivamente, manteniendo el resto de parámetros similares para todos los tratamientos, con la finalidad de estudiar la influencia de las mayores cantidades de energía transmitidas al material en los cambios microestructurales y en las propiedades superficiales del material (nivel de tensiones, endurecimiento superficial y rugosidad). Una vez realizado el estudio se pueden enumerar las siguientes conclusiones:

Con los tratamientos severos es posible conseguir un mayor afino de grano y mayores espesores capa (más del doble). Dentro de los tratamientos severos, con el de mayor cobertura se consiguen menores tamaños de grano y mayores espesores de capa, si bien la diferencia encontrada no es proporcional a la cantidad extra de energía aportada.

Los tratamientos de SP inducen un aumento de dureza superficial, siendo éste mayor en el caso de los tratamientos severos. El espesor de capa endurecida es similar en los tres casos, pero los valores de dureza alcanzados aumentaron con el nivel de cobertura.

Todos los tratamientos de SP, convencionales y severos, consiguen inducir el mismo valor máximo de tensión, si bien en los tratamientos severos cubre mayor profundidad de capa. En este caso, no se aprecia una diferencia notable entre ambos tratamientos severos, a pesar del doble de energía aportado.

El parámetro FWHM medido va en consonancia con los perfiles de dureza, mostrando un mayor endurecimiento de las piezas tratadas de manera severa. La diferencia entre las coberturas de 5.000 y 10.000% no es muy notable.

Todos los tratamientos de SP aumentan la rugosidad de las muestras, siendo mayores los valores de rugosidad de las muestras tratadas con altas coberturas. La rugosidad de las dos series tratadas de manera severa es similar.

De todo este análisis se deduce que la capacidad de transformación del material en términos de tamaño de grano no llega a alcanzar un límite de saturación, y que a pesar de no conseguirse transformaciones proporcionalmente al aumento de la cantidad de energía transmitida a las muestras, el afino de grano continúa con la duración de los tratamientos. También el endurecimiento del material va aumentando con el nivel de cobertura, no siendo este aumento proporcional a la cantidad de energía aportada. Sin embargo, desde el punto de vista del nivel de tensiones residuales inducido, el material sí parece alcanzar un valor máximo, y en nuestro estudio, no se produjo ningún cambio reseñable en los dos casos de tratamientos severos, pese a duplicar la cobertura. Lo mismo sucede con los valores de rugosidad. A partir de un valor de cobertura, los parámetros de rugosidad parecen estancarse, siendo superiores a los alcanzados con los tratamientos convencionales.

Tras todo lo recogido anteriormente, se puede concluir que la rugosidad y el nivel de tensiones parecen llegar a un punto máximo en el material, mientras que la posibilidad de afinar el grano y de endurecerlo es función del nivel de cobertura, aunque las modificaciones no se produzcan de manera proporcional a la cantidad de energía transmitida al material.

ARTÍCULO I



Article

A Study on the Microstructural Evolution of a Low Alloy Steel by Different Shot Peening Treatments

Juan González ^{1,*}, Luis-Borja Peral ¹, Chiara Colombo ² and Ines Fernández Pariente ¹

¹ Department of Material Science and Engineering, University of Oviedo, Campus de Gijón, Edificio Departamental Este, 33203 Gijón, Spain; UO195967@uniovi.es (L.-B.P.); inesfp@uniovi.es (I.F.P.)

² Department of Mechanical Engineering, Politecnico di Milano, via La Masa, 1, 20156 Milan, Italy; chiara.colombo@polimi.it

* Correspondence: UO156740@uniovi.es

Received: 26 February 2018; Accepted: 13 March 2018; Published: 15 March 2018

Abstract: Recent studies have shown that severe shot peening can be categorized as a severe plastic deformation surface treatment that is able to strongly modify the microstructure of the surface layer of materials, by both increasing the dislocation density and introducing a large number of defects that define new grain boundaries and form ultrafine structure. In this work, conventional shot peening and severe shot peening treatments were applied to 39NiCrMo3 steel samples. The samples were characterized in terms of microstructure, surface roughness, microhardness, residual stresses, and surface work-hardening as a function of surface coverage. Particular attention was focused on the analysis of the microstructure to assess the evolution of grain size from the surface to the inner material to capture the gradient microstructure. Severe shot peening proved to cause a more remarkable improvement of the general mechanical characteristics compared to conventional shot peening; more significant improvement was associated with the microstructural alteration induced by the treatment. Our data provide a detailed verification of the relationship between shot peening treatment parameters and the microstructure evolution from the treated surface to the core material.

Keywords: severe shot peening; nanostructures; grain refinement; EBSD technique

Highlights

- Conventional and severe shot peening was performed on a low-alloy varying the surface coverage and keeping Almen intensity constant.
- The surface state was examined and analyzed in terms of microstructure, roughness, hardness, residual stresses, and surface work hardening.
- The surface state is strongly influenced by the coverage, even if saturation is noted, when coverage exceeds 5000%
- It is possible to develop severe shot peening treatments targeted to particular applications.

1. Introduction

Mechanical properties of metallic alloys play an important role in the behavior of components. The microstructure of materials (i.e., grain's geometry, distribution, and dimension) has a big influence in defining physical and mechanical characteristics of the material. Because of that, during the last few decades, new technics and a lot of heat and mechanical treatments are being developed in order to enhance material properties [1–5]. Regarding grain dimension, structures can be classified as coarse grains, ultrafine grains, or nanocrystals, each inducing different material properties. Ultrafine grains are known for having at least one dimension between 1 μm and 100 nm, whereas nanocrystals present at least one dimension down to 100 nm [6]. The superior characteristics of nanostructured materials are largely related to the high amount of grain boundaries present in their structures (reported to be

ranging between 30–50% of the total crystal volume [7–9]), which provide the material with a high amount of energy that is responsible for its altered behavior [10].

Keeping in mind that, in most cases, mechanical failures initiate from the surface of the workpiece (e.g., fatigue, wear, etc.) and considering the complications of obtaining bulk nanocrystalline components, especially with large dimensions, severe plastic deformation (SPD) methods that are able to induce surface grain refinement have gained special attention due to their high potential to enhance some mechanical properties of components. Major surface grain refinement is known to lead to high hardness and a low friction coefficient in metals and alloys [11] that enhance wear resistance and tribological behavior, in turn [12–14]. Recently several studies have demonstrated that surface nanocrystallized structures show improved fatigue behavior [15,16] despite the relatively high surface roughness [17,18]. There are also some studies reporting that a smaller grain size could accelerate the corrosion process by forming more electrochemical cells between grains [19] and providing more active sites for preferential etching. In another study it is reported that the effect of the grain boundary density on corrosion resistance could be positive or negative, depending on the material composition, corrosion mechanism, and the surrounding environment [20]. Many other features such as diffusivity, electrical resistivity, specific heat, thermal expansion coefficient, and soft magnetic properties are also reported to be influenced directly by grain dimension [21–23].

Grain refinement induced by SPD techniques is due to the generation of defects and interfaces (grain boundaries), increasing of polycrystalline free energy, and inducing of grain refinement, through application of high strains at high strain rates. Processes such as ball milling [24–27], sliding wear [28,29], sand blasting and annealing [30,31], ultrasonic shot peening (USSP) [32–34], and severe shot peening (SSP) [17,35,36] are efficient examples of SPD techniques that induce grain refinement on the surface layer of metallic material. However, the application of most of the aforementioned techniques is limited to small scale samples and simple geometries.

Because of this, we have specifically focused our study on SSP as an interesting mechanical surface treatment due to its exclusive simplicity and flexibility in terms of size and geometrical restrictions that can offer high potential for industrial applications. Severe shot peening is derived from classical shot peening. This latter is a cold working process in which small spherical media impact the surface of a metallic part, creating small indentations on the impacted surface. Below the plastically deformed surface layer, the material tries to restore its original shape after the impact, thereby producing a hemisphere of cold-worked region which is highly stressed in compression. These effects induce compressive residual stresses that are useful to stop or prevent crack propagation [37,38]. Severe shot peening differs from classical shot peening mainly because of the higher Almen intensity and the longer time used to complete the process, which means more energy available for the deformation of the material. The Almen intensity is defined as the arc height of an Almen test strip measured at saturation point by using an Almen gauge. Regarding the coverage, it is defined as the percentage of the surface area impacted by shots, commonly referred to as “indentations” or “dimples”. Full (100%) coverage means that the whole surface has been impacted at least one time, while coverage beyond 100% is defined as multiples of the time to achieve 100% [39]. For example, a surface coverage of 1000% requires 10 times the exposure time for obtaining full (100%) coverage.

In more detail, recent studies have successfully revealed that SSP treatment, performed in classical shot peening machines, can generate ultrafine and nanosize grained structures in the surface layer of treated parts [36,40–43] by increasing the impact energy of the processes. This fact could be really interesting since the machines are widely used and are really versatile, making the application of this treatment possible to most of the industrial components.

As already mentioned, although several studies have demonstrated that SSP treatments are able to improve some mechanical and physical properties, there are few studies on the influence of SSP treatment on microstructural changes [41]. Thus, the aim of this work is to study the effect of very high surface coverage at a fixed Almen intensity to get grain refinement. The microstructural evolution of quenched and tempered low-alloy steel 39NiCrMo3 is analyzed after SSP treatments with different

surface coverage (100%, 5000%, and 10,000% coverage) while keeping the Almen intensity constant. These treatments have been performed on a laboratory shot peening machine, and the coverage percentages have been chosen to clearly differentiate conventional from severe shot peening.

Samples were analyzed with a field emission gun scanning electron (FEG-SEM) microscope using the electron backscatter diffraction (EBSD) technique. Grain size determination, thickness evaluations of the layer affected by shot peening, and topography modification, as well as distribution of residual stresses and work hardening, were studied after the applied treatments. The results are critically discussed to evidence the role of surface coverage in microstructural evolution induced by severe shot peening and to draw possible developments of the severe shot peening process.

2. Experimental Procedure

2.1. Material and Samples

Prismatic samples of $16 \times 10 \times 6.5 \text{ mm}^3$ were made of quenched and tempered low alloy steel 39NiCrMo3, the nominal chemical composition of which is shown in the Table 1. This steel is commonly used in mechanical parts of machines and in the automotive industry.

Table 1. Nominal chemical composition 39NiCrMo3 steel (wt %).

C		Mn		P	S	Cr		Si	Mo		Ni	
min	max	min	Max	Max	Max	min	Max	max	min	max	min	max
0.35	0.43	0.50	0.80	0.025	0.035	0.60	1.00	0.4	0.15	0.25	0.70	1.00

2.2. Shot Peening Treatment

Shot peening treatments were performed by means of a GUYSON Euroblast 4 PF laboratory machine. Three different series of samples were treated using cut wire steel shots of 0.7 mm diameter and an Almen intensity of 19 A but varying the surface coverage level. One series was treated with 100% coverage, considered as the conventionally shot peened series (CSP series) and two other series were severely treated with 5000% and 10,000% coverage, referred to as the SSP5 and SSP10 series, respectively. It is important to clarify that these treatments have been performed using a laboratory shot peening machine. We use these high coverage levels with the aim to transmit a large amount of energy to the treated material; however, in the industrial scale, the same quantity of energy can be induced at lower coverage levels, using a higher Almen intensity.

The Almen intensity was determined according to SAE J443 standard [39]. The time required to perform the treatments with 100% surface coverage (CSP treatment) was determined using the Avrami equation [44], assuming that a statistically random shot particle arrives at the component's surface at a constant rate and creating circular indents of similar size [45]. The treatment time to get 5000% and 10,000% coverage is 50 and 100 times the time to get 100% coverage, respectively.

2.3. Surface Roughness

Surface roughness measurements were performed on all samples using a Diavite DH-6 roughness tester. Measurements were performed in eight random positions and directions over a length of 4.8 mm using a cut-off length of 0.8 mm.

2.4. Microstructure

The microstructure after different treatments was characterized by a Nikon EPIPHOY 200 optical microscope. One sample of each series was cross sectioned, impregnated in mounting resin, ground sequentially with a range of SiC papers up to 1000 scratch size, subsequently polished using soft cloths with diamond paste abrasives (grain sizes of 6 μm and 1 μm), and chemically etched with a 2% Nital etching solution.

In order to estimate the grains dimension and the depth of grain-refined zone, samples were also analyzed by means of a FEG-SEM (Ultra Plus, Carl Zeiss) equipped with an EBSD system (HKL Channel 5) of Oxford Instruments. For EBSD analysis, the samples were subjected to a similar preparation going through different grinding stages and, subsequently, polished with polycrystalline diamond water-based suspensions of 9 and 3 μm using a neoprene cloth with a colloidal silica suspension of 0.25 μm . This last polishing step was prolonged for several minutes with the aim of eliminating the superficial deformations originating during the previous metallographic preparations. Inverse pole figure (IPF) maps were obtained using a potential of 20 keV, with 10.5 mm working distance and 70° of inclination between the sample and the beam.

In order to evaluate grain size evolution as a function of surface coverage, an area of 400 μm (depth) \times 30 μm (along the surface) was scanned using a step size of 200 nm. This step is higher than the one recommended by the ISO Standard 13067 (10% of the average grain size) for individual grain analysis. However, since the purpose of this analysis is to observe the overall grain size evolution as a function of surface coverage over quite a large area, this step size was chosen by prioritizing the size of the overall scan area and considering the extremely high scanning duration for smaller step sizes. Nevertheless, to obtain more precise information of grain size in the top surface layer, surface analysis was also performed over an 8 (depth) \times 6 (along the surface) μm^2 area using smaller step size of 25 nm in both vertical and horizontal directions.

2.5. Microhardness

The applied treatments are aimed at increasing the dislocation density and at decreasing the grain size [46]. Both effects have a direct relationship with the hardening process. In order to observe this effect, the microhardness trend from the surface to the inner core of the samples was studied in a transversal section using a HV Buehler 2100 microhardness tester with a 200 gf load and 10 s dwell time, up to a depth of 700 μm . Three measurements were performed at each depth.

2.6. Residual Stresses and Full Width at Half Maximum

The residual stress field induced by the applied treatments was measured by means of an X-ray diffraction technique. The distance between different crystalline planes measured with a diffractometer provides information about the residual stress field caused by shot peening treatments based on sample deformation and its Young modulus. X-ray diffraction (XRD) residual stress measurements were performed with an AST X-Stress G3R portable X-ray diffractometer using $\text{CrK}\alpha$ radiation ($\text{K}\alpha$ alpha = 2.2910 Å) source. The $\sin^2(\Psi)$ method was used to analyze the data collected at a diffraction angle (2θ) of 156.4° corresponding to [211]-reflex scanned with a total of five tilts in the range of -45° to 45° along three rotations of 0° , 45° , and -45° . The collimator used was 2 mm diameter and the exposure time was 20 s.

These measurements provide the full width at half maximum (FWHM) parameter, which is related to grain distortion, dislocation density, and residual microstress state and can be considered as a work hardening index [47].

To perform measurements in depth, material was removed from the surface before each measurement by electro-polishing, using a potential difference of 45 V and a reactive agent of 96% acetic acid and 4% perchloric acid.

3. Results and Discussion

3.1. Roughness

High surface roughness is a generally undesired side effect of shot peening that can decrease the fatigue life of the treated part [17]. That is why, normally, special attention is paid to the surface topography after shot peening. Previous studies have clearly indicated that SSP treatment, in general, increases surface roughness of treated materials [17,18]. Table 2 presents the average values of the

most representative roughness parameters (R_a , R_z , and R_{max}) of treated samples, measured following DIN Standard 4786. Also, in our study, roughness of samples submitted to SSP treatments were higher compared to the CSP samples due to the higher impact energy of the peening process. However, it seems that roughness tends to stabilize after a high level of coverage, as the roughness values of SSP5 samples are quite similar to those of the SSP10 ones.

Table 2. Roughness values of samples submitted to different shot peening treatments.

Series	Coverage (%)	R_a (μm)	R_z (μm)	R_{max} (μm)
CSP	100	5.84 ± 0.50	27.94 ± 2.62	34.30 ± 4.01
SSP5	5000	7.05 ± 0.89	33.75 ± 3.31	44.37 ± 5.81
SSP10	10,000	6.58 ± 0.51	31.71 ± 2.47	44.83 ± 8.41

3.2. Microstructure

3.2.1. Optical Analysis

Optical analysis was performed on CPS, SSP5, and SSP10 samples along a transversal section with the aim to analyze the evolution of the microstructure from the surface to the inner layers as shown in Figure 1. Microstructural observations reveal a highly deformed surface layer that is more evident and deeper in the case of SSP treatments. This is due to the higher plastic deformation generated by the larger number of high kinetic energy impacts in these series. According to our previous observations, this densely deformed layer indicates the grain refinement of the surface microstructure [35]. However, it is not possible to note a significant difference between SSP5 and SSP10 samples with optical microscopy, apart from a slight difference in the thickness of the dark surface layer.

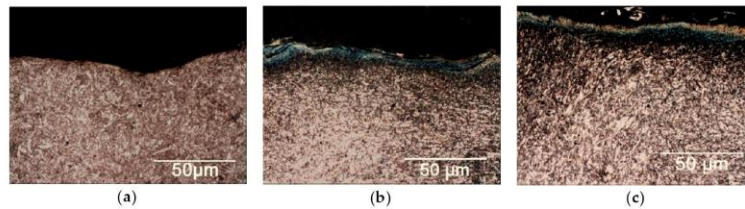


Figure 1. Surface microstructure of 39NiCrMo steel after shot peening treatment (1000 \times): (a) CSP (100% coverage), (b) SSP5 (5000% coverage), and (c) SSP10 (10,000% coverage).

3.2.2. FEGSEM Analysis

The EBSD technique was used to perform qualitative and quantitative microstructural analysis in samples submitted to different shot peening treatments in order to evaluate the grain size evolution from the surface layer down to a depth of 400 μm and to analyze the influence of the surface coverage on the grain refinement process.

Figure 2a–c shows the grain size evolution of samples submitted to different shot peening treatments. These maps were obtained considering a misorientation between grain boundaries equal or superior to 15° , in an area of $400 \times 30 \mu\text{m}^2$. The as-received material is quenched and tempered steel with an average grain size of around 10 μm showing, in some areas, grains as large as 20 μm as it can be observed at higher depths of the CSP sample (Figure 2a). The data obtained from this analysis presents a clear grain refinement of different depths from the surface of the shot peened samples, as evidenced by the color scale in Figure 2. The inset images of Figure 2 (shown on the right), obtained with a smaller step size of 25 nm, provide more detailed information on the structure

of surface grains, evidencing that all grains are smaller than 4 μm on the surface layer of all treated samples and, more specifically, smaller than 2 μm for the SSP10 (sample with the highest surface coverage). In all cases the straightening of the grains took place in the direction perpendicular to shot peening because of the impact strain. The presence of the nanograins on the top surface layer of all samples can also be confirmed considering the scale bar of 500 nm for the inset. Table 3 shows the quantitative analysis performed on the inset images of Figure 2, highlighting that surface grain refinement is a direct function of surface coverage.

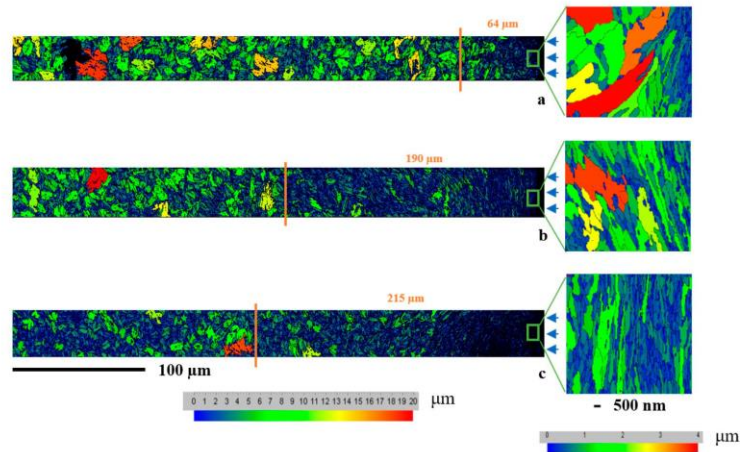


Figure 2. Grain size evolution in shot peened samples with a misorientation of $>15^\circ$, a scan area of $400 \times 30 \mu\text{m}^2$, and a step size of 200 nm. The inset is corresponding to an $8 \times 6 \mu\text{m}$ area scanned with a step size of 25 nm. The arrows are indicating the shot peening direction. (a) CSP, (b) SSP5, and (c) SSP10.

Table 3. Grain size distribution of treated sample surfaces calculated from the inset images of Figure 2.

Serie	Coverage (%)	Average Grain Size in Surface Layer (μm)	Max. Diameter (μm)	Total Number of Grains
CSP	100	0.292 ± 0.471	3.9398	346
SSP5	5000	0.28 ± 0.363	3.6772	477
SSP10	10,000	0.185 ± 0.182	1.9633	752

It is interesting to note that the thickness of the most evident refined layer is directly affected by surface coverage, estimated to be around 64 μm , 190 μm , and 215 μm for CSP, SSP5, and SSP10 samples, respectively (marked in Figure 2 with vertical solid lines). While SSP treatment is inducing a notable increase in the depth of the grain-refined layer compared to the CSP treatment, the thickness of the affected layer by SSP5 and SSP10 treatments are quite similar, suggesting the existence of a limit for the deformation of the treated material.

Figure 3 shows the IPF of the shot peened samples, which are normally used to analyze the material texture. Here, we are using this figure to provide a much clearer illustration of different zones in the refined layer, highlighting the individual grain size and orientation, considering a misorientation between grain boundaries equal to or greater than 15° . Two distinct layers with different extents of grain refinement can be easily separated with boundaries between them, as shown in Figure 3 for each individual sample. The thickness of the first zone with notable grain refinement is estimated to be

around 35 μm , 46 μm , and 80 μm for CSP, SSP5, and SSP10 samples, respectively. These extremely refined layers are followed by another, less refined underlying layer with the estimated thickness of 29 μm , 144 μm , and 135 μm for CSP, SSP5, and SSP10 samples, respectively. It is to be noted that, even at higher depths down to 400 μm , a clear grain refinement can be observed for both SSP samples compared to CSP samples, which is representing the as-received grain structure at such high depths.

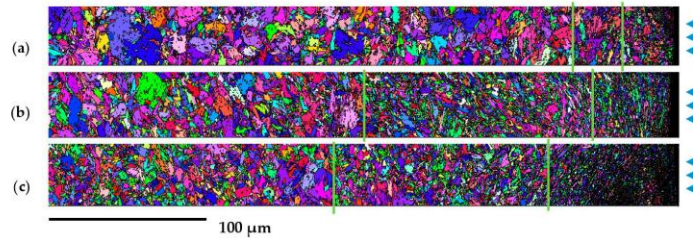


Figure 3. Inverse pole figure (IPF) of shot peened samples with a misorientation of $>15^\circ$, a scan area of $400 \times 30 \mu\text{m}^2$, and a step size of 200 nm. The arrows are indicating the shot peening direction, (a) CSP, (b) SSP5, and (c) SSP10.

Even if the indexing degree in the analysis of SSP samples does not exceed 75–80% on the surface, it can be considered acceptable given the high density of grain boundaries that exist in this area, which emphasizes the small size of the surface grains. The indexing degree increases up to 85–90% in the inner core material.

3.3. Microhardness Measurements

Figure 4 shows the microhardness trend on the cross section of the treated samples. The results indicate that higher coverage levels, i.e., higher exposure time, results in a greater increase of surface layer hardness compared to 100% coverage in the CSP sample. This microhardness increment in surface layers can be due to the grain refinement and increased dislocation density, as confirmed by the microstructural observations [43]. There is not a remarkable difference between the values obtained on SSP5 and SSP10 samples, again confirming the limited work hardening capacity of the material at excessively high surface coverage levels. On the other hand, the thickness of the hardened layer (approximately 200 μm for all samples) does not seem to be directly affected by the coverage level, as will be confirmed later with the FWHM diagram in Figure 5. We postulate that the increase of the depth of the affected zone becomes almost constant after a certain plastic deformation, although higher coverage results in slightly higher surface hardness values. The depth of the affected layer after SP treatments is not constant, and it depends on the SP parameters and material characteristics [48,49].

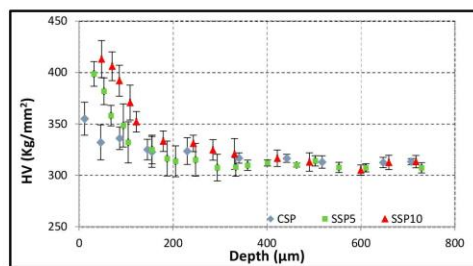


Figure 4. Microhardness trend of CSP, SSP5, and SSP10 samples.

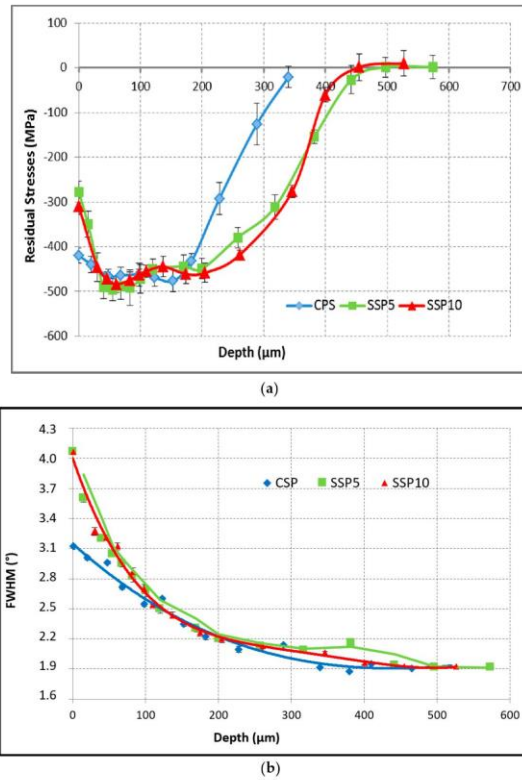


Figure 5. (a) Residual stress and (b) Full Width at Half Maximum trend for CSP, SSP5, and SSP10 samples.

3.4. XRD Measurements

3.4.1. Residual Stresses

One of the main effects of shot peening treatments is the generation of a compressive residual stress field on the surface layer of the material, which is mainly responsible for fatigue life improvement [17,35,36]. Figure 5a shows the in-depth residual stress trend of the treated samples after X-ray diffraction analysis. The maximum stress value is quite similar for all samples, measured at around -450 MPa, while the thickness of the layer with compressive residual stresses is higher for SSP samples compared to CSP samples; however, there is just a slight difference between the trend of SSP5 and SSP10 samples. A potential justification for the similarity of stress distribution in SSP5 and SSP10 samples can be the limited work hardening capacity of the material, as was also evidenced in microhardness measurements.

3.4.2. Full Width Half Maximum Measurements

FWHM trends shown in Figure 5b indicate a greater surface work hardening on samples submitted to SSP treatments in comparison with the CSP samples. This confirms that higher coverage increases hardening through larger accumulated plastic deformation, with respect to conventional treatment.

Similar trends were obtained for SSP5 and SSP10 samples, showing that further increasing the coverage does not induce additional hardening. A similar effect has been found in microhardness trends (Figure 4).

4. Conclusions

Three shot peening treatments, with conventional and severe parameters, were applied to 39NiCrMo3 low alloy steel samples in order to investigate the evolution of microstructural and mechanical characteristics by variation of surface coverage ranging between 100%, 5000%, and 10,000%, while keeping the Almen intensity constant.

The results indicate that surface roughness increases in all cases after shot peening, but higher values were found for the two severe treatments compared to the conventional one.

The shot peening treatments also increase microhardness in all cases. It was observed that higher exposure time resulted in a greater microhardness increment compared to conventional treatment (100% surface coverage), while there is almost no difference between the depths of the hardened layer after the two severe shot peening treatments. This fact can be indicative of a limit in the deformation of the 39NiCrMo3 steel surface layer.

X-ray diffraction measurements reveal higher residual stress in the case of severe processes compared to conventional shot peening, but slight differences between the two SSP treatments were observed.

Studying surface layer microstructure using the EBSD technique allowed for the development of a reliable analysis of the grain size distribution. The results showed a clear grain refinement in the surface layer of all treated samples. The extent of both grain refinement and thickness of the refined area were directly related to the exposure time, i.e., surface coverage. Maximum average grain size was measured to be smaller in severe treatments with higher thickness of the refined layer. Non-homogeneous grain size distribution was observed in all cases, while a slightly more homogeneous grain size distribution was found in the case of the 10,000% coverage.

In summary, it is possible to affirm that while roughness, hardness, and residual stresses greatly improves from 100% to 5000% coverage, no appreciable difference can be found when considering going from 5000% to 10,000% coverage. This makes it possible to affirm that the trend of the latter quantities are asymptotic, and the saturated value is obtained at a coverage of less than 5000%. This means that intermediate values of coverage should be investigated.

On the contrary, with regards to grain refinement, the depth affected by the treatment is not yet saturated at 10,000% coverage. A slight decrease of the grain size and a thicker affected zone is noted if the coverage increases. This indicates that the material has not been saturated from a grain refinement point of view.

The results of the present study also show that, by tuning the coverage and by using an appropriate Almen intensity, it is possible to obtain a surface state with controlled characteristics in terms of roughness, hardness and surface work hardening, residual stresses, and microstructure. This, thus, opens a view on targeted shot peening treatments that considers the final application of the treated part and the characteristics needed to emphasize particular required characteristics.

Author Contributions: Juan González, Luis-Borja Peral, Chiara Colombo and Inés Fernández Pariente conceived and designed the experiments; Juan González and Luis-Borja Peral performed the experiments; Juan González, Luis-Borja Peral analyzed the data together with Chiara Colombo and Inés Fernández Pariente; Juan González wrote the paper, under the supervision of Inés Fernández Pariente.

Conflicts of Interest: The authors declare no conflict of interest.

References

1. Yinsheng, H.; Keun-Bong, Y.; Houyu, M.; Keesam, S. Study of the austenitic stainless steel with gradient structured surface fabricated via shot peening. *Mater. Lett.* **2018**, *215*, 187–190.

2. Bandar, A.; Jenn-Ming, Y. Improving the surface quality and mechanical properties by shot-peening of 17-4 stainless steel fabricated by additive manufacturing. *Mater. Des.* **2016**, *110*, 914–924.
3. Benjamin, G.; Etienne, P.; Franck, M.; Catherine, V. A non-local approach to model the combined effects of forging defects and shot-peening on the fatigue strength of a pearlitic steel. *Theor. Appl. Fract. Mech.* **2018**, *93*, 19–32.
4. Bandar, A.; Jenn-Ming, Y. Integration of heat treatment with shot peening of 17-4 stainless steel fabricated by direct metal laser sintering. *JOM* **2017**, *11*, 2309–2313.
5. Segurado, E.; Belzunce, F.J.; Fernández-Pariente, I. Effects of low intensity shot peening treatments applied with different types of shots on the fatigue performance of a high-strength steel. *Surf. Coat. Technol.* **2018**, *340*, 25–35. [[CrossRef](#)]
6. Valiev, R.Z.; Estrin, Y.; Horita, Z.; Langdon, T.G.; Zechetbauer, M.J.; Zhu, Y.T. Producing bulk ultra-fine-grained materials by severe plastic deformation. *JOM* **2006**, *58*, 33–39. [[CrossRef](#)]
7. Qin, L.Y.; Lian, J.S.; Jiang, Q. Effect of grain size on corrosion behavior of electrodeposited bulk nanocrystalline Ni. *Trans. Nonferr. Met. Soc. China* **2010**, *20*, 82–89. [[CrossRef](#)]
8. Youssef, K.M.S.; Koch, C.C.; Fedkiw, P.S. Improved corrosion behavior of nanocrystalline zinc produced by pulse-current electrodeposition. *Corros. Sci.* **2004**, *46*, 51–64. [[CrossRef](#)]
9. Kim, H.S.; Bush, M.B. The effects of grain size and porosity on the elastic modulus of nanocrystalline materials. *Nanostruct. Mater.* **1999**, *11*, 361–367. [[CrossRef](#)]
10. Suryanarayana, C. The structure and properties of nanocrystalline materials: Issues and concerns. *JOM* **2002**, *54*, 24–27. [[CrossRef](#)]
11. Wang, Z.B.; Tao, N.R.; Li, S.; Wang, W.; Liu, G.; Luc, J.; Lua, K. Effect of surface nanocrystallization on friction and wear properties in low carbon steel. *Mater. Sci. Eng.* **2003**, *352*, 144–149. [[CrossRef](#)]
12. Vashghani Farahani, M.; Emadoddin, E.; Emamyb, M.; Honarbakhsh Raouf, A. Effect of grain refinement on mechanical properties and sliding wear resistance of extruded Sc-free 7042 aluminum alloy. *Mater. Des.* **2014**, *54*, 361–367. [[CrossRef](#)]
13. Li, G.; Chen, J.; Guan, D. Friction and wear behaviors of nanocrystalline surface layer of medium carbon steel. *Tribol. Int.* **2010**, *43*, 2216–2221. [[CrossRef](#)]
14. Palacios, M.; Bagherifard, S.; Guagliano, M.; Fernández Pariente, I. Influence of severe shot peening on wear behaviour of an aluminium alloy. *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* **2014**, *37*, 821–829. [[CrossRef](#)]
15. Bagherifard, S.; Guagliano, M. Fatigue behavior of a low-alloy steel with nanostructured surface obtained by severe shot peening. *Eng. Fract. Mech.* **2012**, *81*, 56–68. [[CrossRef](#)]
16. Bagherifard, S.; Fernández Pariente, I.; Ghelichi, R.; Guagliano, M. Fatigue properties of nanocrystallized surfaces obtained by high energy shot peening. *Procedia Eng.* **2010**, *2*, 1683–1690. [[CrossRef](#)]
17. Bagherifard, S.; Fernandez Pariente, I.; Ghelichi, R.; Guagliano, M. Effect of severe shot peening on microstructure and fatigue strength of cast iron. *Int. J. Fatigue* **2014**, *65*, 64–70. [[CrossRef](#)]
18. Tian, J.W.; Villegas, J.C.; Yuan, W.; Fielden, D.; Shaw, L.; Liaw, P.K.; Klarstrom, D.L. A study of the effect of nanostructured surface layers on the fatigue behaviors of a C-2000 superalloy. *Mater. Sci. Eng. A* **2007**, *468*, 164–170. [[CrossRef](#)]
19. Wang, L.; Lin, Y.; Zeng, Z.; Liu, W.; Xue, Q.; Hu, L.; Zhang, J. Electrochemical corrosion behavior of nanocrystalline Co coatings explained by higher grain boundary density. *Electrochim. Acta* **2007**, *52*, 4342–4350. [[CrossRef](#)]
20. Wang, L.; Zhang, J.; Gao, Y.; Xue, Q.; Hua, L.; Xu, T. Grain size effect in corrosion behavior of electrodeposited nanocrystalline Ni coatings in alkaline solution. *Scr. Mater.* **2006**, *55*, 657–660. [[CrossRef](#)]
21. Gleiter, H. Nanocrystalline materials. *Prog. Mater. Sci.* **1989**, *33*, 223–315. [[CrossRef](#)]
22. Tai, K.; Dillon, S.J. Scaling effects on grain boundary diffusivity; Au in Cu. *Acta Mater.* **2013**, *61*, 1851–1861. [[CrossRef](#)]
23. Lu, K.; Sui, M.L. Thermal expansion behaviors in nanocrystalline materials with a wide grain size range. *Acta Metall. Mater.* **1995**, *43*, 3325–3332. [[CrossRef](#)]
24. Jang, J.S.C.; Koch, C.C. The hall-petch relationship in nanocrystalline iron produced by ball milling. *Scr. Metall. Mater.* **1990**, *24*, 1599–1604. [[CrossRef](#)]
25. Fecht, H.J.; Hellstern, E.; Fu, Z.; Johnson, W.L. Nanocrystalline metals prepared by high-energy ball milling. *Metall. Mater. Trans. A* **1990**, *21*, 2333–2337. [[CrossRef](#)]

26. Moelle, C.H.; Fecht, H.J. Thermal stability of nanocrystalline iron prepared by mechanical attrition. *Nanostruct. Mater.* **1995**, *6*, 421–424. [[CrossRef](#)]
27. Yin, J.; Umemoto, M.; Liu, Z.G.; Tsuchiya, K. Formation mechanism and annealing behavior of nanocrystalline ferrite in pure Fe fabricated by ball milling. *ISIJ Int.* **2001**, *41*, 1389–1396. [[CrossRef](#)]
28. Heilmann, P.; Clark, W.A.T.; Rigney, D.A. Orientation determination of subsurface cells generated by sliding. *Acta Metall.* **1983**, *31*, 1293–1305. [[CrossRef](#)]
29. Hughes, D.A.; Dawson, D.B.; Korellis, J.S.; Weingarten, L.I. A microstructurally based method for stress estimates. *Wear* **1995**, *181*, 458–468. [[CrossRef](#)]
30. Jiang, X.P.; Wang, X.Y.; Li, J.X.; Li, D.Y.; Manc, C.S.; Shepard, M.J.; Zhai, T. Enhancement of fatigue and corrosion properties of pure Ti by sandblasting. *Mater. Sci. Eng. A* **2006**, *429*, 30–35. [[CrossRef](#)]
31. Wang, X.Y.; Li, D. Mechanical and electrochemical behavior of nanocrystalline surface of 304 stainless steel. *Electrochim. Acta* **2002**, *47*, 3939–3947. [[CrossRef](#)]
32. Tao, N.R.; Sui, M.L.; Lu, J.; Lua, K. Surface nanocrystallization of iron induced by ultrasonic shot peening. *Nanostruct. Mater.* **1999**, *11*, 433–440. [[CrossRef](#)]
33. Liu, G.; Lu, J.; Lu, K. Surface nanocrystallization of 316L stainless steel induced by ultrasonic shot peening. *Mater. Sci. Eng. A* **2000**, *286*, 91–95. [[CrossRef](#)]
34. Wu, X.; Tao, N.; Hong, Y.; Xu, B.; Lu, J.; Lu, K. Microstructure and evolution of mechanically-induced ultrafine grain in surface layer of AL-alloy subjected to USSP. *Acta Mater.* **2002**, *50*, 2075–2084. [[CrossRef](#)]
35. Bagherifard, S.; Fernandez Pariente, I.; Ghelichi, R.; Guagliano, M. Fatigue behavior of notched steel specimens with nanocrystallized surface obtained by severe shot peening. *Mater. Des.* **2013**, *45*, 497–503. [[CrossRef](#)]
36. Bagherifard, S.; Slawik, S.; Fernandez Pariente, I.; Pauly, C.; Mücklich, F.; Guagliano, M. Nanoscale surface modification of AISI 316L stainless steel by severe shot peening. *Mater. Des.* **2016**, *102*, 68–77. [[CrossRef](#)]
37. Guagliano, M.; Vergani, L. An approach for prediction of fatigue strength of shot peened components. *Eng. Fract. Mech.* **2004**, *71*, 501–512. [[CrossRef](#)]
38. Colombo, C.; Guagliano, M.; Vergani, L. Fatigue crack growth behaviour of nitrided and shot peened specimens. *SID* **2005**, *1*, 253–265.
39. *J443: Procedures for Using Standard Shot Peening Almen test Strip*; SAE Interational: New York, NY, USA, 2010.
40. Umemoto, M.; Todaka, Y.; Tsuchiya, K. Formation of nanocrystalline structure in steels by air blast shot peening. *Mater. Trans.* **2003**, *44*, 1488–1493. [[CrossRef](#)]
41. Bagherifard, S.; Guagliano, M. Review of shot peening processes to obtain nanocrystalline surfaces in metal alloys. *Surf. Eng.* **2009**, *25*, 3–14. [[CrossRef](#)]
42. Umemoto, M. Nanocrystallization of steels by severe plastic deformation. *Mater. Trans.* **2003**, *44*, 1900–1911. [[CrossRef](#)]
43. Dai, K.; Shaw, L. Comparison between shot peening and surface nanocrystallization and hardening processes. *Mater. Sci. Eng. A* **2007**, *463*, 46–53. [[CrossRef](#)]
44. Kirk, D.; Abyaneh, M.Y. Theoretical basis of shot peening coverage control. *Shot Peener* **1999**, *9*, 28–30.
45. Bagherifard, S.; Ghelichi, R.; Guagliano, M. On the shot peening surface coverage and its assessment by means of finite element simulation: A critical review and some original developments. *Appl. Surf. Sci.* **2012**, *259*, 186–194. [[CrossRef](#)]
46. Unal, O.; Varol, R. Almen intensity effect on microstructure and mechanical properties of low carbon steel subjected to severe shot peening. *Appl. Surf. Sci.* **2014**, *290*, 40–47. [[CrossRef](#)]
47. Noyan, I.C.; Cohen, J.B. *Residual Stress Measurement by Diffraction and Interpretation*; Springer: New York, NY, USA, 1987.
48. Sadegh, P.A.; Ali-Reza, K.R.; Abolfazl, B. Surface nanocrystallization and gradient microstructural evolutions in the surface layers of 321 stainless steel alloy treated via severe shot peening. *Vacuum* **2017**, *144*, 152–159.
49. Fernández-Pariente, I.; Bagherifard, S.; Guagliano, M.; Ghelichi, R. Fatigue behavior of nitrided and shot peened steel with artificial small surface defects. *Eng. Fract. Mech.* **2013**, *103*, 2–9. [[CrossRef](#)]



© 2018 by the authors. Licensee MDPI, Basel, Switzerland. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

4.2. Influencia de diferentes tratamientos de shot peening en las propiedades superficiales y en el comportamiento a fatiga de la aleación de aluminio 6063.

(Influence of different shot peening treatments on surface state and fatigue behaviour of Al 6063 alloy. Engineering Fracture Mechanics; 185 (2017) 72-81)

Con el fin de evaluar el efecto de los tratamientos de shot peening severos sobre un material de propiedades diferentes al acero, se sometió a este tipo de tratamientos la aleación de aluminio 6063, de menor dureza y resistencia. Los resultados fueron analizados desde el punto de vista de los cambios microestructurales, de la variación de las propiedades superficiales (endurecimiento por deformación, topografía superficial y nivel de tensiones residuales). También se estudió la influencia de los efectos inducidos por los tratamientos de SP en el comportamiento a fatiga de la aleación.

Debido a las bajas durezas del aluminio, los tratamientos de SP imprimen altos valores de rugosidad superficial, lo que suele derivar en defectos y daños superficiales que afectan de forma negativa al comportamiento a fatiga de la pieza tratada. Por ello, es habitual la aplicación de tratamientos posteriores al SP que tiendan a disminuir el efecto negativo de esa rugosidad. Una de las opciones es aplicar de nuevo tratamientos de SP (a los que nos referiremos como re-peening) utilizando bajas intensidades Almen y/o menores tamaños de proyectiles, con el fin de minimizar o cerrar los defectos inducidos en la superficie tras los tratamientos iniciales, de modo que las mejoras en las propiedades superficiales inducidas por estos tratamientos se mantengan, pero se reduzcan los defectos en la superficie.

En este trabajo se sometió la aleación de aluminio 6063 a tratamientos de SP convencionales y severos, con una cobertura del 5.000%, manteniendo el resto de los parámetros constantes en ambos tratamientos (intensidad Almen 13A, proyectiles de vidrio de 0,7mm de diámetro). Tras los tratamientos severos, a una serie de probetas se le realizó un tratamiento de SP posterior (re-peening) con el fin de reducir los valores de rugosidades superficiales y evaluar cómo influyen las modificaciones introducidas por los tratamientos de SP (nivel de tensiones residuales, endurecimiento superficial y rugosidad) en el comportamiento a fatiga en todas las series.

4.2.1. Probetas, tratamientos de SP y nomenclatura

Para la caracterización microestructural y de las propiedades superficiales se sometieron probetas de 12mm de diámetro y 6mm de espesor a tratamientos de SP. Los parámetros utilizados en los tratamientos convencionales y severos se recogen en la Tabla 7.

Con el objetivo de reducir el grado de rugosidad inducido en el tratamiento severo, se llevó a cabo un segundo tratamiento (re-peening) utilizando en este caso una intensidad de 7A y proyectiles de vidrio de 0,3 mm de diámetro. El tiempo necesario para aplicar una cobertura del 100% se calculó utilizando la ecuación de Avrami. [Abyaneh, 1996; Kirk, 1999] En la Tabla 7 se exponen los parámetros utilizados en cada uno de los tratamientos.

Tabla 7. Parámetros aplicados en cada tratamiento:

CSP = Serie tratada convencionalmente; SSP = Serie tratada de forma severa;

RSSP = Serie tratada de forma severa con proceso posterior de re-peening.

Tratamiento	Proyectiles	Cobertura (%)	Tiempo de exposición	Intensidad Almen
CSP	Acero 0,7 mm	100	19 s	13 A
SSP	Acero 0,7 mm	5.000	16 min	13 A
RSSP	Acero 0,7 mm + 0,3 mm	5.000 + 100	32 min 19 s	13 A + 7 A

Los tratamientos se realizaron en un equipo de shot peening de laboratorio, lo cual limita la intensidad Almen de trabajo y ésta es menor que las que pueden alcanzarse en máquinas de aplicación industrial, por lo tanto, los tiempos de exposición para obtener la misma cantidad de energía transmitida a la pieza que se logran en este estudio son menores en equipos industriales.

Esos mismos tratamientos se realizaron en probetas de fatiga a flexión rotativa. Un croquis de las probetas utilizadas se muestra en la Figura 18.

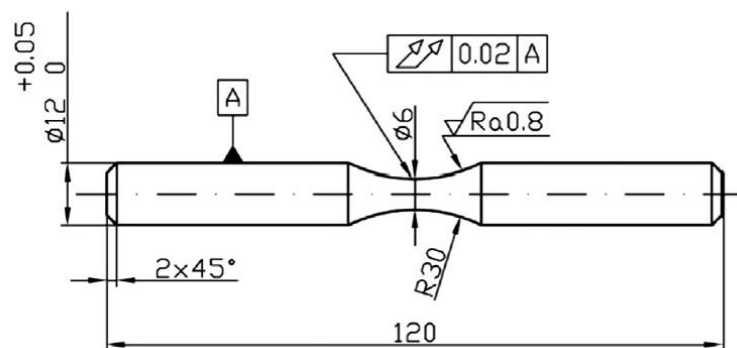


Figura 18. Esquema de las probetas de fatiga a flexión rotativa

La nomenclatura utilizada a partir de ahora para referirnos a las distintas series será la siguiente:

NP = Serie sin tratamiento

CSP=Serie tratada convencionalmente.

SSP=Serie tratada de forma severa (5000%).

RSSP=Serie tratada de forma severa con proceso posterior de re-peening (5000%+100%)

4.2.2. Análisis microestructural

Una vez realizados los tratamientos, se realizó su análisis microestructural mediante microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido con cañón de electrones de emisión de campo (FEG-SEM) y microscopía electrónica de transmisión (TEM). El estudio se realizó en la sección transversal de las probetas para poder analizar la evolución de la microestructura desde la superficie hacia el interior de la pieza. Es de esperar que los mayores cambios se den en las capas más cercanas a la superficie ya que es ahí donde se transmiten mayores cantidades de energía.

4.2.2.1. Microscopía óptica

Mediante un microscopio óptico Nikon Epithot 200 conectado a un ordenador con el programa Omnimet-Enterprise se llevó a cabo el análisis de la microestructura de la capa superficial y las subyacentes. Para ello las muestras fueron montadas en resina y tras un lijado secuencial y un pulido, se atacaron las superficies aplicando una solución de ácido fluorhídrico.

En el análisis se observa una deformación de la superficie de cada probeta, siendo ésta mucho más evidente en aquellas probetas que han sido tratadas bajo condiciones severas (Figura 19).

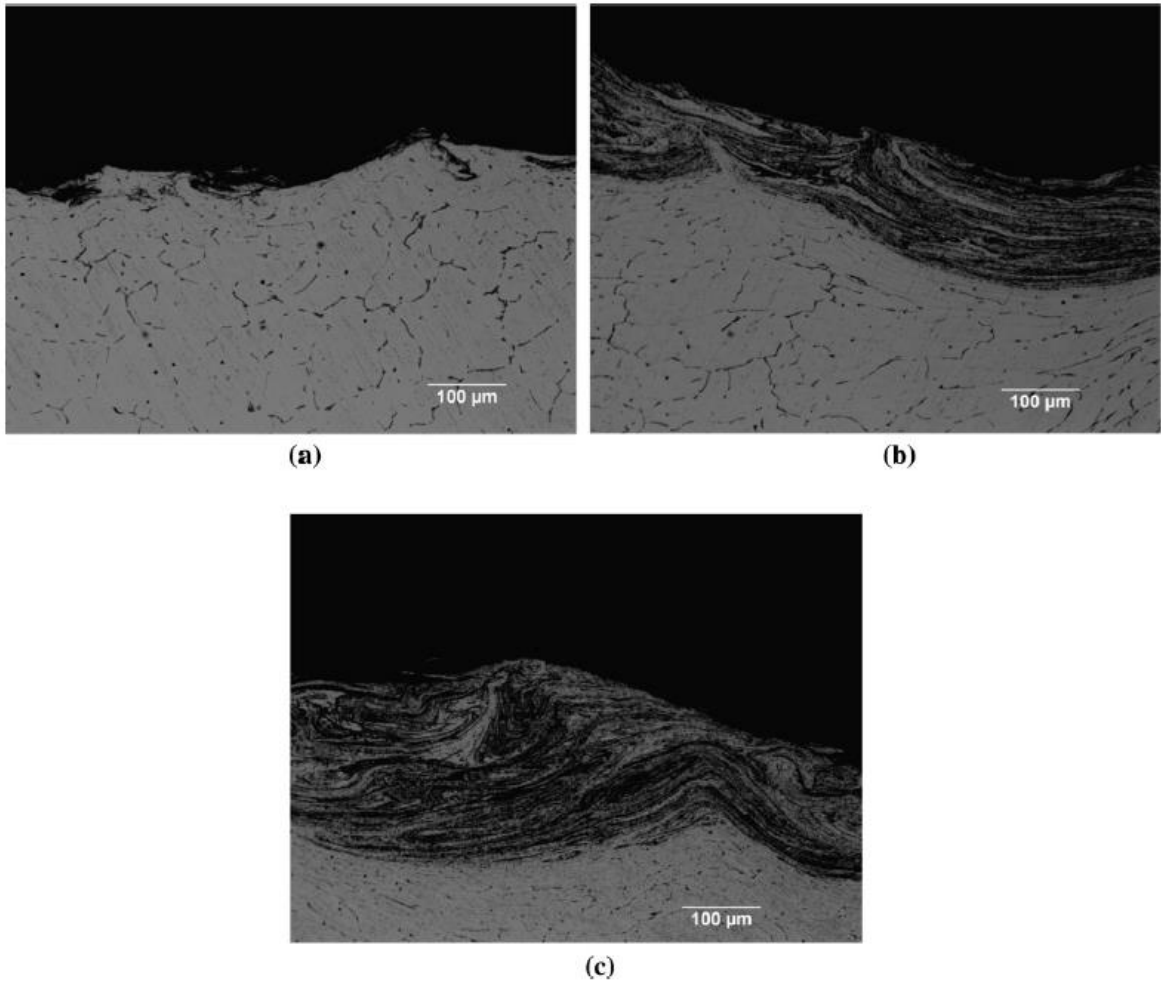


Figura 19. Imágenes obtenidas mediante microscopía óptica (200x):

a) SPC; b) SSP; c) RSSP

Las imágenes ponen en evidencia la diferencia entre la muestra tratada mediante parámetros convencionales y severos. Tras esto últimos se aprecia un mayor espesor de la zona con aplastamiento de los granos. En cambio, no se aprecian grandes diferencias desde el punto de vista microestructural en la muestra tratada de manera severa y la sometida posteriormente al tratamiento de re-peening.

4.2.2.2. Microscopía electrónica de barrido

Con el fin de conocer la evolución del tamaño de grano desde la superficie hacia el interior tras los diferentes tratamientos de SP, se empleó un microscopio de barrido con cañón de electrones de emisión de campo (FEG-SEM) de la marca Plus Carl Zeiss, provisto del sistema HKL Channel 5 de Oxford Instruments que permite obtener imágenes mediante la técnica de difracción de retrodispersión de electrones (EBSD: Electron backscatter diffraction). Esta técnica de análisis cristalográfica y microestructural permite observar el límite y la orientación de los granos, revelando al mismo tiempo el tamaño de los mismos.

Para realizar el análisis por EBSD, las muestras se sometieron a una preparación metalográfica exhaustiva. Se lijó la superficie de todas las muestras por etapas empleando lijas de grosores de grano cada vez más reducidos. Posteriormente fueron pulidas con suspensiones policristalinas de diamante de 9 y 3 μm y finalmente con un paño de neopreno con suspensión de sílice coloidal de 0.25 μm . Esta última etapa se prolongó durante varios minutos con el fin de eliminar las marcas de las anteriores etapas de preparación.

Para su análisis, se generaron mapas de contraste de banda donde se puede apreciar el tamaño y la distribución de los granos que conforman la estructura, quedando bien definida su evolución desde la superficie hacia las capas interiores. En este caso se ha empleado un potencial de 20 KeV con una distancia de trabajo de 10,5 mm y 70° de inclinación entre las muestras y el haz. (Figura 20a y 21b)

También se generaron las Figuras de polos inversas empleando de nuevo el mismo potencial, la misma distancia a las probetas y el mismo ángulo de incidencia (Figura 20b y 21b). El área analizada fue de 250 μm de profundidad desde la superficie y 30 μm de ancho total, en la que se aplicó una resolución de 0,1 μm . En este caso la imagen revela en distintos colores los granos con distinta orientación, siempre que ésta sea superior a 15°.

Además, en la muestra sometida a tratamiento severo se ha realizado un análisis de distribución según el tamaño de los granos. En este análisis los granos son coloreados por tonalidades según su tamaño, de acuerdo con la escala de colores que acompaña a la figura (Figura 20c y 21c).

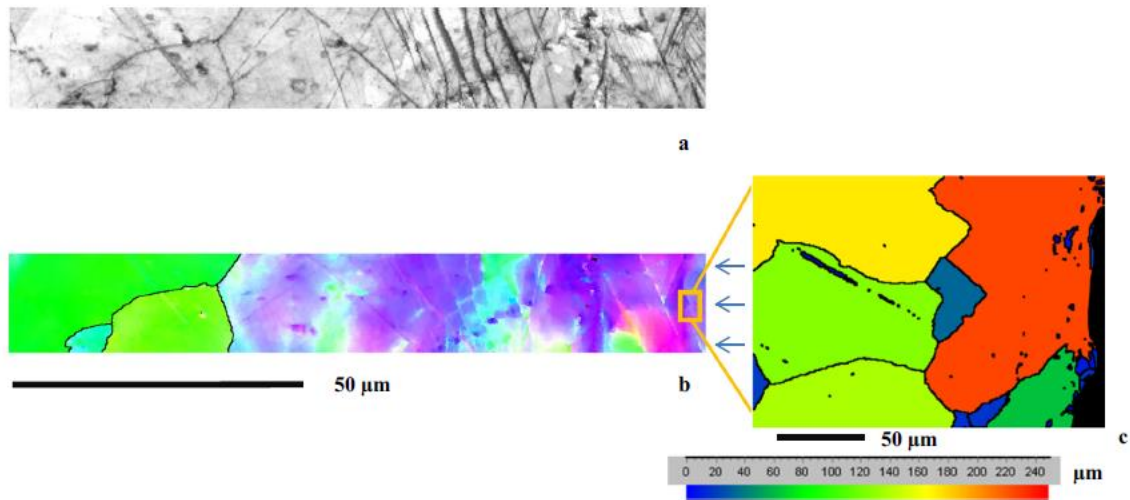


Figura 20. Análisis EBSD de la muestra tratada mediante shot peening convencional:
 a) mapa de contraste de banda; b) figura de polos inversa c) detalle de zona superficial.

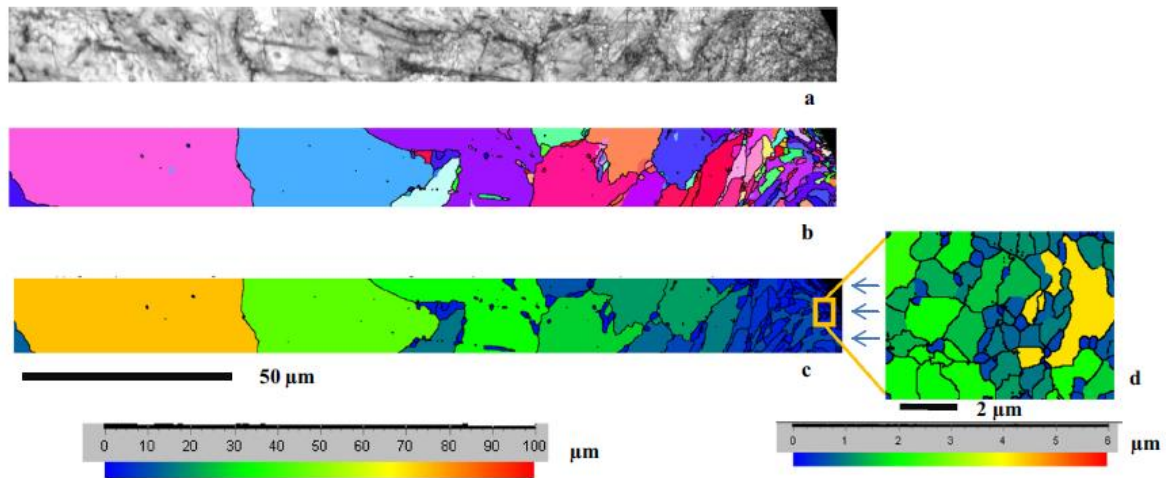


Figura 21. Análisis EBSD de la muestra tratada mediante shot peening severo:
 a) de contraste de banda; b) figura de polos inversa; c) distribución según tamaño de grano; d) detalle de zona superficial.

En los mapas de contraste de banda (Figura 20a y 21a), tanto en las muestras sometidas a SP convencional como severo, se puede observar una deformación en las capas superficiales debido a la energía inducida por los impactos de los proyectiles, siendo mayor esta deformación en las probetas tratadas de manera severa. En ambos

tratamientos, la deformación es mayor en las capas más cercanas a la superficie de las probetas.

Los mapas de polos inversos, (Figura 20b y 21b), proporcionan una visión más clara de la distribución y tamaño de los granos. Aunque generalmente esta técnica se utiliza para estudiar la orientación de los granos, dada la claridad con la que identifica cada uno de ellos, es de gran utilidad para estudiar la evolución del tamaño de grano desde la superficie hacia el interior de las muestras.

El estudio de las imágenes obtenidas mediante la técnica EBSD revela que no se produjo un afino de grano significativo en el caso de la muestra tratada bajo parámetros convencionales mientras que en la muestra sometida a tratamiento severo se observa un claro refinamiento de grano en los primeros 30 μm de profundidad aproximadamente (Figura 21b y 21c).

En la capa superficial de las muestras se realizó un segundo análisis con una resolución de 25 μm en una superficie de 8 μm de profundidad y un ancho de 6 μm , para poder obtener información más precisa de la transformación en la microestructura (Figura 20c y 21d). Los resultados revelan que en la muestra tratada bajo parámetros convencionales el tamaño de grano es de unos 100 μm aproximadamente, mientras que los parámetros severos permitieron conseguir granos de dimensiones entre 1 μm y 4 μm en las capas más superficiales, lo que demuestra que los tratamientos severos permiten reducir el tamaño de grano hasta valores mucho menores de los del material original.

4.2.2.3. Microscopio electrónico de transmisión

Con el fin de analizar aún más en profundidad la dimensión de los granos en la superficie de las muestras tratadas se recurrió a un análisis mediante microscopía electrónica de transmisión. El modelo de microscopio empleado fue un JEOL-JEM 2100F FEG (200KV).

Se realizaron cortes transversales de las muestras y se prepararon probetas cuadradas de 2,5 x 2,5 mm² y 1.4mm de espesor. A continuación, se desbastaron con lijas de carburo de silicio, siguiendo la secuencia habitual hasta el papel de 1200, para terminar con el proceso de pulido utilizando para ello paños y pasta de diamante de 3 μm y 1 μm sucesivamente. Tras todo el proceso se consiguió reducir el espesor de las muestras hasta los 40 μm, ya que éstas deben ser lo suficientemente finas como para ser atravesadas por un haz de electrones. Una vez preparadas, cada muestra se montó sobre la rejilla de cobre del microscopio empleando resina epoxi M-Bond 610.

La Figura 22 muestra las imágenes captadas de la zona transparente de las muestras tratadas de manera convencional y severa. En ambos casos se pudo constatar la presencia de nanocristales en la capa más superficial, de tamaños de unos 60 a 100 nm aproximadamente (Figura 22a y 22c). Sus correspondientes patrones de difracción (Figura 22b y 22d) muestran discontinuos anillos de difracción que indican la presencia de granos de tamaño reducido. Las distancias medidas entre anillos se corresponden con los de la fase Al₂O₃ según el archivo de difracción de polvo (Card-46-1212).

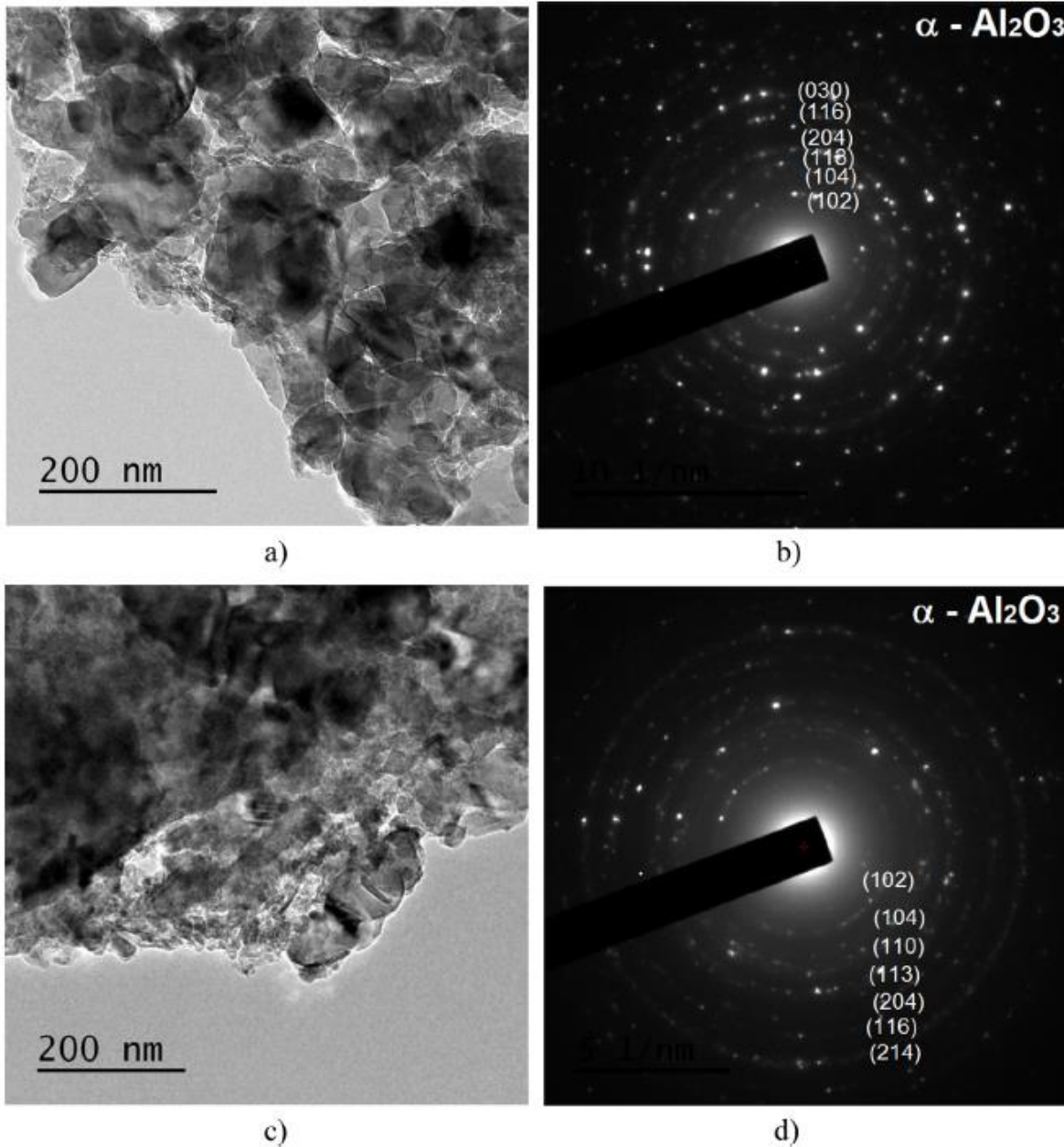


Figura 22. Análisis mediante microscopio electrónico de transmisión:

a) Imagen de la muestra CSP; b) Patrón de difracción (SAED) CSP; c) Imagen de la muestra SSP; d) Patrón de difracción (SAED) SSP

4.2.3. Análisis de la rugosidad

Como se ha mencionado con anterioridad, salvo en situaciones particulares (piezas con una elevada rugosidad de partida), un efecto inmediato de los tratamientos de SP es un

aumento de la rugosidad en la superficie tratada debido a las huellas generadas por los proyectiles.

Para medir la rugosidad de las muestras, en este estudio se empleó un rugosímetro de contacto Mahr Marsurf M300. Se midieron los valores principales de rugosidad: R_a (rugosidad media aritmética), R_{max} (profundidad máxima del valle del perfil) y R_z (media aritmética de la distancia entre las alturas globales máxima y mínima, también conocidas como pico a valle), y sus desviaciones estándar correspondientes, siguiendo la norma DIN 4768. Las medidas obtenidas para cada una de las series se muestran en la Tabla 8. En cada caso se realizaron cinco mediciones y se calculó la media aritmética con su desviación típica.

Tabla 8. Valores de rugosidad en cada una de las tres muestras.

Tratamiento	R_a (μm)	R_z (μm)	$R_{m\acute{a}x}$ (μm)
CSP	$9,24 \pm 0,62$	$50,35 \pm 2,17$	$55,3 \pm 34,37$
SSP	$21,08 \pm 3,28$	$104,41 \pm 12,1$	$112,11 \pm 7,66$
RSSP	$14,41 \pm 4,31$	$70,74 \pm 17,53$	$89,05 \pm 37,43$

Los resultados muestran un aumento claro de la rugosidad en las muestras tratadas de manera severa con respecto a las convencionales. Tras los tratamientos de re-peening se consigue disminuir la rugosidad de las muestras tratadas de manera severa en torno a un 33%.

4.2.4. Medidas de microdureza

Se realizaron perfiles de microdureza, desde las capas superficiales hacia el interior de las muestras sometidas a los diferentes tratamientos, con el fin de evaluar el endurecimiento inducido y la profundidad de la capa afectada por dicho endurecimiento. Las medidas se realizaron en un microdurómetro modelo HV Buehler 2100 utilizando una carga de 25 g durante 15 segundos siguiendo la norma ASTM E384. Los perfiles de dureza obtenidos se muestran en la Figura 23.

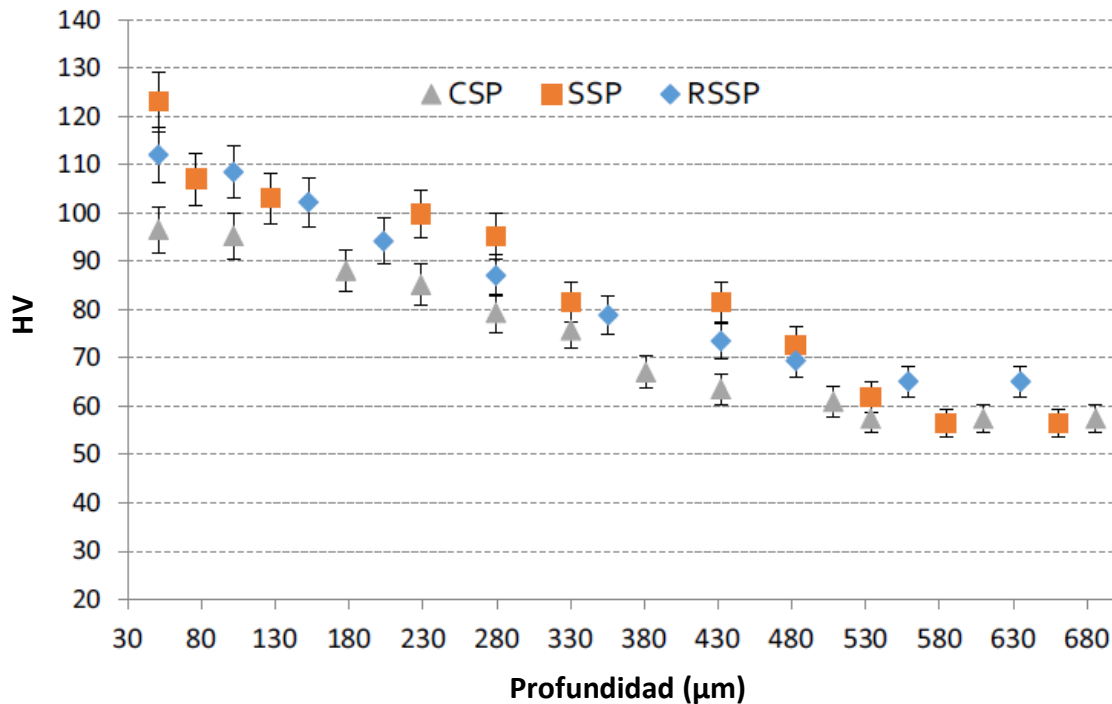


Figura 23. Perfil de microdurezas de cada una de las series desde la superficie

Los resultados muestran un gran aumento de la dureza en las tres probetas como consecuencia de los tratamientos. Esto es debido al endurecimiento por deformación que se genera en la capa superficial debido a los repetitivos impactos de los proyectiles. El tratamiento de SP severo induce un mayor endurecimiento, alcanzando valores en superficie de 120HV aproximadamente frente a los 95HV que consigue el tratamiento convencional, sobre los 58HV iniciales del material base.

El tratamiento de re-peening no afecta prácticamente a los valores obtenidos tras los tratamientos severos.

Si bien es significativa la diferencia de dureza inducida mediante parámetros severos y convencionales, el espesor de la capa endurecida es similar en todos ellos, rondando los 500 µm en todos los casos.

4.2.5. Tensiones residuales

Se realizaron medidas de tensiones residuales en superficie y en profundidad mediante medidas de difracción de rayos X, obteniéndose el perfil de tensiones. Para ello se utilizó

un difractómetro de rayos X modelo XSTRESS 3000 G3R de la empresa Stresstech, con un tubo Cr K α para generar la radiación sobre un área circular de 2 mm de diámetro. Se aplicó el método $\sin^2\psi$ con un ángulo 2Θ de 139° escaneado entre los ángulos de 45° a -45° .

Para poder tomar medidas en las capas bajo la superficie se retiró material mediante un proceso electroquímico para evitar afectar al campo de tensiones residuales ni a los posibles cambios inducidos por los tratamientos de shot peening. Para evitar errores derivados del electropulido las medias en profundidad fueron corregidas por el método descrito por Moore. [Moore, 1958]

Las capas retiradas deben ser lo suficientemente finas como para poder crear un perfil de tensiones con el mayor número de mediciones. En este caso se realizaron electropulidos, empleando una solución de ácido acético y ácido perclórico en una relación del 94% y 6% respectivamente. La Figura 24 muestra los perfiles de tensiones residuales obtenidos para cada probeta.

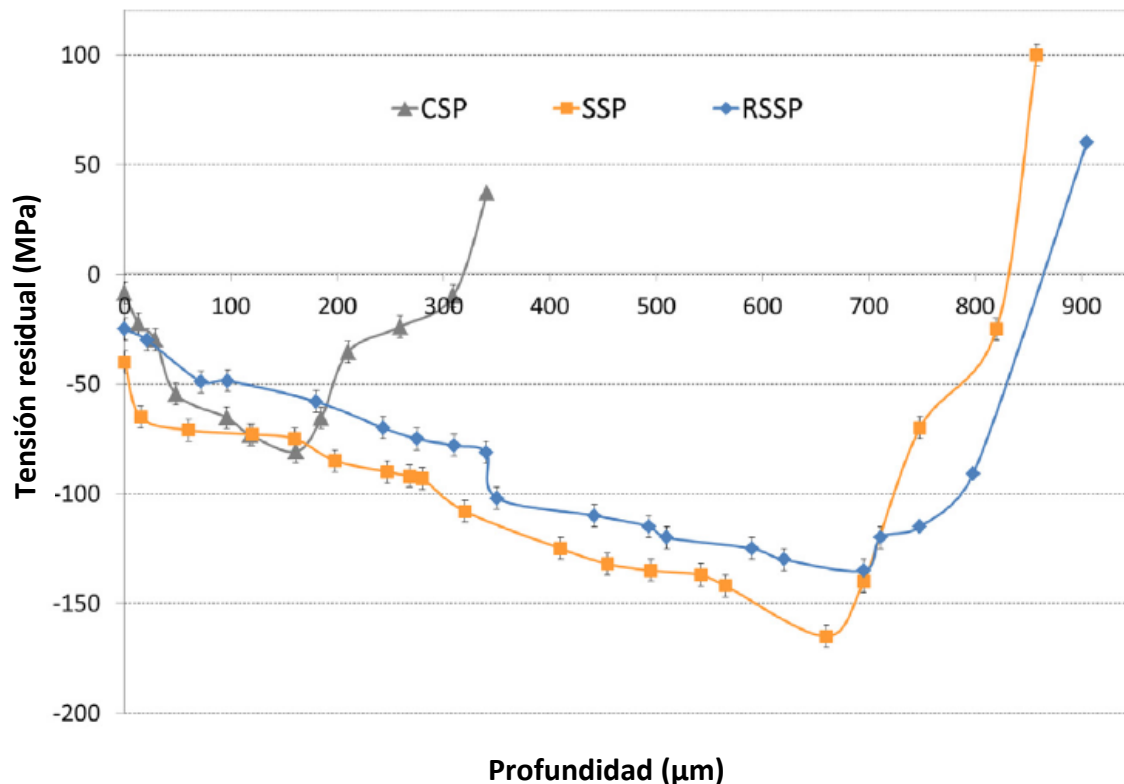


Figura 24. Perfil de tensiones residuales de las tres series desde la superficie

Los estudios revelan claramente que los parámetros severos permiten inducir un mayor grado de tensiones residuales y a una mayor profundidad. Mientras que el valor máximo de tensión obtenido en la muestra tratada de forma severa es de unos -80 MPa en el caso

de los dos tratamientos severos ronda valores de -150 MPa. El perfil de tensiones de la muestra tratada de manera severa y la reeeping es muy similar, indicando que el reeeping apenas afecta a las propiedades inducidas por los tratamientos severos, a excepción de la rugosidad.

En el caso de la profundidad de las capas afectadas se denota también una gran diferencia ya que ésta es de unos 0,15 mm en el caso del tratamiento convencional y de unos 0,7 mm en los severos.

4.2.6. Full Width at half maximum (FWHM)

El estudio del ancho de pico de difracción a la mitad de la intensidad máxima, denominado FWHM (Full Width at Half Maximum), es otro parámetro obtenido mediante difracción de rayos X relacionado con el endurecimiento por deformación que ha sufrido el material. [Noyan1987] La Figura 25 muestra el perfil del FWHM para las distintas series.

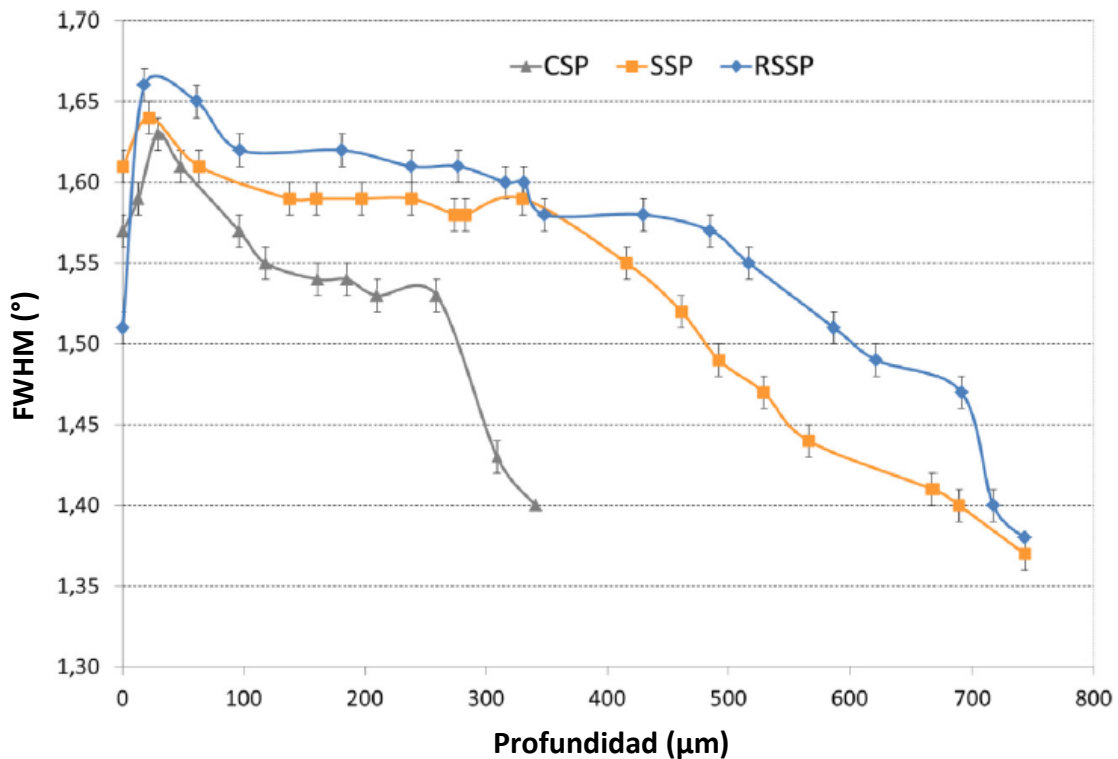


Figura 25. Perfil FWHM de las tres muestras desde la superficie

Una vez más, se deduce de la Figura 25 un endurecimiento significativo en los tres casos, siendo mayor en el caso de las dos probetas tratadas en condiciones severas, debido a la mayor cantidad de energía transmitida como consecuencia de un mayor tiempo de

exposición (mayor grado cobertura). En este caso el tratamiento de re-peening parece contribuir a un ligero aumento en el endurecimiento por deformación.

4.2.7. Ensayos de fatiga

Con el fin de caracterizar el comportamiento a fatiga, y de evaluar las diferencias en el comportamiento de las series en función de los tratamientos de SP, se llevaron a cabo ensayos de fatiga a flexión rotativa sobre series de probetas cuya geometría está recogida en el apartado 4.2.1 (Figura 18)

Con el objetivo de poder verificar la mejora de la resistencia a fatiga que proporcionan los distintos procesos de SP, se sometieron a ensayo cuatro series de probetas: probetas sin tratamiento, con el fin de poder cuantificar la mejoría inducida por los tratamientos de SP, probetas sometidas a tratamientos convencionales, probetas sometidas a tratamientos severos y probetas sometidos a tratamientos severos seguidos de un tratamiento de re-peening.

Los ensayos se realizaron en un equipo Italsigma, bajo una frecuencia de 20 Hz en la rotación y $R = -1$. Se ensayaron 11 probetas por cada serie. Se aplicó el método de Dixon y Massey [Dixon, 1969] con una tensión de paso de 20 MPa y un máximo de 3 millones de ciclos. La resistencia a fatiga se calculó mediante el procedimiento “up and down” de Hodge y Rosenblatt para esos 3 millones de ciclos. [Brownlee, 1953]

Tras llevar a cabo todos los ensayos en las cuatro series de probetas, se han recogido los resultados (Tabla 8), indicando el número de ciclos hasta la rotura o si la probeta alcanzaba el máximo de 3 millones de ciclos sin llegar a romperse.

Tabla 8. Resultados de los ensayos de fatiga:
B = Probeta rota; RO = 3 millones de ciclos

NP			CSP			SSP			RSSP		
$\Delta\sigma/2$ (MPa)	Number of cycles	Result	$\Delta\sigma/2$ (MPa)	Number of cycles	Result	$\Delta\sigma/2$ (MPa)	Number of cycles	Result	$\Delta\sigma/2$ (MPa)	Number of cycles	Result
80	2,540,033	B	100	3,000,000	RO	100	3,000,000	RO	80	3,000,000	RO
60	3,000,000	RO	120	433,929	B	120	765,450	B	100	1,874,134	B
80	2,114,560	B	100	2,355,823	B	100	2,654,786	B	80	3,000,000	RO
60	3,000,000	RO	80	3,000,000	RO	80	3,000,000	RO	100	2,323,004	B
80	3,000,000	RO	100	3,000,000	RO	100	2,347,098	B	80	3,000,000	RO
100	1,136,034	B	120	1,031,460	B	80	3,000,000	RO	100	2,267,980	B
80	3,000,000	RO	100	3,000,000	RO	100	3,000,000	RO	80	3,000,000	RO
100	1,234,871	B	120	2,773,470	B	120	3,000,000	RO	100	1,457,985	B
80	2,004,541	RO	100	3,000,000	RO	100	1,956,788	B	80	3,000,000	RO
100	1,456,908	B	120	2,563,981	B	80	3,000,000	RO	100	2,000,432	B
80	2,562,005	B	100	3,000,000	RO	100	3,000,000	RO	80	3,000,000	RO

De estos resultados, y mediante el método “up and down” se tratan los resultados para obtener el límite de fatiga de las distintas series, recogidos en la Tabla 9.

Tabla 9. Resistencia a fatiga estimada con el método “up and down”

Tratamiento	NP	CSP	SSP	RSSP
Resistencia a fatiga (MPa)	82	105	95	100
Mejora (%)	-	28	16	22

Los resultados muestran como los tratamientos de SP aumentan la resistencia a fatiga del material, debido al campo de tensiones residuales de compresión y del endurecimiento superficial inducido por los tratamientos, a pesar del aumento de la rugosidad superficial. [Fernández, 2008]

Sin embargo, llama la atención que sea el tratamiento convencional el que presente mejor comportamiento a fatiga, a pesar de que el mayor nivel de tensiones, de endurecimiento superficial y el mayor afino de grano se consiga con los tratamientos severos. La justificación está en los defectos y daños superficiales generados en el material durante los tratamientos severos. El hecho de que las muestras sometidas a un tratamiento de re-peening (en los que se logra rebajar el grado de rugosidad y cerrar parte de los defectos introducidos) muestren una ligera mejor resistencia a fatiga que las muestras tratadas de forma severa lo corroboran. De todos modos, y a pesar de la mejora, el proceso de re-peening parece no ser suficiente en la reducción de rugosidad y defectos superficiales que favorezcan el inicio de las grietas y su avance durante condiciones de fatiga, presentando peores resultados que el tratamiento convencional en el aluminio 6063. Esto pone de manifiesto la importancia del acabado superficial de las muestras.

4.2.8. Conclusiones

Tras someter la aleación de aluminio 6063 a dos procesos de shot peening, uno convencional y otro severo (5.000% de cobertura) se ha realizado la caracterización microestructural mediante microscopía óptica, y electrónica, de barrido y de transmisión, así como una caracterización de las propiedades superficiales (endurecimiento por deformación, nivel de tensiones residuales y topografía superficial). Además, se estudió el comportamiento a fatiga de la aleación mediante ensayos de fatiga a flexión rotativa para comprobar si los efectos del SP severos mejoraban dicho comportamiento.

Como en el comportamiento a fatiga influye de manera directa el acabado superficial de las muestras, con el fin de minimizar los daños superficiales tras estos tratamientos y mejorar el acabado superficial, a una de las series se le aplicó un segundo tratamiento de SP (re-peening) de menor cantidad de energía. Tras los análisis realizados se pueden enumerar las siguientes conclusiones:

- Tras los tratamientos de SP severos se produce un aplastamiento de la zona superficial de las muestras según revela la microscopía óptica. Este aplastamiento se traduce en un

afino de grano en las capas más superficiales como se puede observar del análisis realizado mediante microscopía electrónica de barrido, y la técnica EBSD. Este afino no se aprecia tras los tratamientos severos.

- En cambio, la microscopía de transmisión revela la existencia de nanocristales en la superficie de las muestras sometidas a cualquiera de los tratamientos de SP utilizados en este trabajo.
- Las microdurezas medidas en la capa más superficial de las muestras aumenta tras los tratamientos de SP, alcanzando valores mayores tras la aplicación de parámetros severos. Sin embargo, el espesor de capa en el que se consigue aumentar la dureza es similar en ambas series. Los tratamientos de re-peening no aportan cambios significativos a las muestras tratadas de manera severa.
- Los tratamientos de SP inducen un campo de tensiones de compresión en la capa superficial de las muestras, imprimiendo los tratamientos severos mayores valores de tensión y en espesores mayores. El tratamiento de re-peening no modifica este campo tensional del tratamiento severo inicial.
- La rugosidad superficial generada en las muestras es mayor en el caso de los tratamientos severos, aunque el posterior tratamiento de re-peening consiguió disminuirla.
- En todos los casos, los tratamientos de SP consiguieron mejorar el comportamiento a fatiga de las muestras. Los tratamientos severos, a pesar de inducir los mayores valores de dureza, de tensiones residuales de compresión y conseguir mayor afino del grano en el material, han sido los que menor beneficio han aportado. Esto seguramente es debido al mayor nivel de daño superficial inducido en la muestra por estos tratamientos, lo que contribuye a la propagación de grietas ante cargas cíclicas. Aunque el tratamiento de re-peening mejora la superficie de las muestras, la mejora no es suficiente para igualar el beneficio inducido por los tratamientos convencionales.

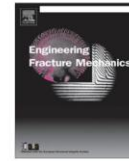
Todo esto permite concluir que la correcta elección de los parámetros de SP es necesaria para optimizar el potencial de los tratamientos, aumentando los beneficios derivados de la reducción del tamaño de grano, el aumento de dureza y de la profundidad del campo tensiones residuales inducidos.

ARTÍCULO II



Contents lists available at ScienceDirect

Engineering Fracture Mechanics

journal homepage: www.elsevier.com/locate/engfracmech

Influence of different shot peening treatments on surface state and fatigue behaviour of Al 6063 alloy



Juan González^a, Sara Bagherifard^b, Mario Guagliano^{b,*}, Ines Fernández Pariente^a

^aUniversity of Oviedo, Department of Materials Science and Metallurgical Engineering, Campus de Gijón, Edificio de Energía, 33203 Gijón, Spain

^bPolitecnico di Milano, Department of Mechanical Engineering, Via La Masa, 34, 20156 Milan, Italy

ARTICLE INFO

Article history:

Received 13 January 2017
 Received in revised form 11 March 2017
 Accepted 12 March 2017
 Available online 14 March 2017

Keywords:

Grain refinement
 Al 6063 alloy
 Severe shot peening
 Fatigue

ABSTRACT

Shot peening is a surface treatment commonly used to improve the fatigue behaviour of mechanical components. It consists in bombarding metallic surfaces with spherical shots to induce plastic deformation in the surface layer of the material. Recent studies have shown that, if applied with unconventional parameters, namely severe shot peening, it can be considered a severe plastic deformation surface treatment, able to strongly modify the microstructure of the surface layer of material by generating grains in the scale of nanometers. In this paper, different shot peening treatments with conventional and severe parameters were performed on aluminium 6063 alloy in order to assess the differences induced in the microstructure of the surface layer, and to evaluate their effects on fatigue behaviour. Rotating bending fatigue tests were performed on shot peened hourglass specimens. Specimens' microstructure, surface roughness, microhardness and residual stress profiles were carefully characterized. The obtained results evidence the notable influence of shot peening parameters on surface layer microstructure, which at the same time influences fatigue behaviour.

© 2017 Elsevier Ltd. All rights reserved.

1. Introduction

Recent industrial advancements require developing more functional and high-tech materials. Reduction of size and weight of work pieces with maintained or even improved mechanical properties are demanded by various technological fields, particularly automotive and aeronautic industry.

Attempting to obtain material with enhanced functionality, researchers have paid special attention to severe plastic deformation (SPD) techniques; since besides introduction of compressive residual stresses and work hardening, these methods are able to modify the grain size down to ultrafine grain range (grains with at least one dimension smaller than 1 μm), and in some cases even down to nanoscale (grains with at least one dimension smaller than 100 nm). Nanocrystals have steered materials community's interest during last years as they can present different and attractive chemical, physical and mechanical properties, contributing to improved wear [8,9], corrosion [10,11], fatigue behaviour [12–14], etc. The high plastic deformation induced by SPD methods in combination with large shear strains produce high density of crystal lattice defects, particularly dislocations, which can result in a significant grain refinement; this grain size variation is because of a multi-step process, based on dislocation rearrangement and formation during high strain application [1].

* Corresponding author.

E-mail addresses: sara.bagherifard@polimi.it (S. Bagherifard), mario.guagliano@polimi.it (M. Guagliano), inesfp@uniovi.es (I. Fernández Pariente).

Various SPD methods have been suggested for obtaining grain refinement including equal channel angular pressing (ECAP) [2–4], high pressure torsion (HPT) [5,6], repeated punching [7] and surface mechanical attrition treatment (SMAT) [8]. In all the aforementioned methods, initially dislocations are present in a random distribution, which is not a low-energy configuration. Because of the applied stress, this random distribution gives way to elongated cells. As the deformation continues and as the misorientation increases, these cells become elongated subgrains. Proceeding with the deformation, these elongated subgrains are plastically deformed leading to further breakup, becoming, eventually, approximately equiaxed micrograins [1].

The shortcoming of these approaches is that it is difficult to produce bulk nanocrystallized material especially in case of large industrial components; having in mind that in most cases the damage (no matter if this is due to wear, corrosion, fatigue, ...) initiates from the surface and propagates to interior, it is interesting to obtain the nanostructure in the surface layer of components leaving unchanged the bulk material. Severe shot peening (SSP) is one of the most versatile SPD methods that work on the surface layer of treated material and can be applied without any strict restriction with respect of the dimension and of the complexity of the geometry. SSP is derived from traditional shot peening treatment (that will be called herein conventional shot peening, CSP), a cold working process where a flux of small spheroidal shots impacts the surface of a part; each shot that strikes the material acts as a tiny peening hammer and imparts an indentation to the impacted surface. After the treatment, the plastic deformation generated on the superficial layer does not allow the underlying layer to recover to the initial position resulting in a compressive residual stress field, in surface work hardening and in modified surface roughness. In addition, many microstructural defects, mainly dislocations, are introduced into the microstructure, but generally they are not enough to recrystallize the surface material. The strain level generated is a function of the duration of the treatment that in the case of the CSP is estimated by means of Avrami equation [9]. This estimation supposes that each part of the surface has been covered by an impact at least one time (100% surface coverage) [10], where surface coverage is a measurable key parameter of shot peening defined as percentage of the indented surface to the total surface area [11]. Another important parameter of shot peening is the Almen intensity. This parameter is measured as the residual arc high of a steel strip shot peened on one side and is an index of the energy of the treatment. The Almen intensity and surface coverage are the important measuring parameters of shot peening that indicate the total kinetic energy of the process and are related to the total accumulated plastic strain. SSP considers increased Almen intensity values and coverage, with the aim to induce more quantity of defects that under continuous stress application tend to recrystallize the microstructure of the treated material [12].

Although there are several studies that show the possibility to obtain nanostructures by mean of SSP [13–18], the influence of the coverage on the surface microstructure modification is not still deeply investigated. In this study, an aluminium alloy was shot peened using different surface coverage (from 100% for CSP to 5000% for SSP treatment), keeping the rest of process parameters unchanged with the aim to evaluate the microstructural alterations on the top surface layer. In order to assess the influence of the roughness, a second shot peening treatment was performed on a series after severe shot peening, to moderate the surface roughness and surface defects caused by high energy impacts. Microstructure was analysed by means of optical microscopy, field-emission gun scanning electron microscopy (FEG-SEM), and transmission electron microscopy (TEM). Microhardness profile and surface roughness measurements were also performed to characterize the surface properties. Rotating bending fatigue test were then performed on hourglass specimens after different shot peening treatments in order to evaluate the influence of microstructure and surface properties (roughness, microhardness and residual stresses) on fatigue behaviour.

2. Material, specimens and treatments

The material used in this study is aluminium alloy Al-6063 (Alcoa S.A., Asturias, Spain) provided as extruded bars, with chemical composition shown in Table 1. This alloy is frequently used in structural applications but also in cases where certain amount of relative motion between adjacent parts can take place (i.e. joints, connections, etc.) that is why a localized application of shot peening can be considered of practical interest for this material.

Disk shaped specimens of 12 mm diameter and 6 mm thickness were cut and submitted to shot peening treatment in order to characterize microstructural, roughness, hardness and residual stresses changes induced by the treatment. Shot peening treatments were also performed on hourglass fatigue specimens as represented in Fig. 1.

The shot peening treatments were performed on the aluminium alloy by means of a Guyson Euroblast 4PF machine. In order to assess the influence of coverage on the surface microstructure, two different coverages were applied: 100% (conventional shot peening treatment, CSP) and 5000% (severe shot peening treatment, SSP), keeping the rest of the treatment parameters unchanged. This high coverage value was chosen bearing in mind previous results to be sure to induce grain refinement in a adequately thick surface layer [12]. All treatments were performed using glass shots (AGB 70) of 0.7 mm

Table 1
Chemical composition of Al-6063 (% in weight).

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Cd	Pb	Ti
0.41–0.47	0.16–0.22	0.03	0.05	0.45–0.55	0.03	0.03	0.01	0.03	0.03

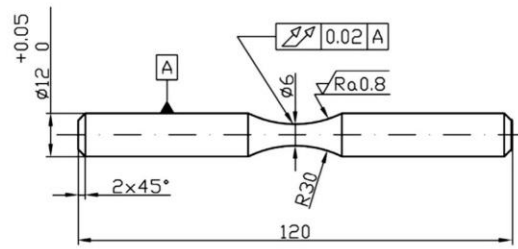


Fig. 1. Geometry of fatigue test specimens (all dimensions are in mm).

diameter, with a hardness of around 500–550HV and at an Almen intensity of 13A. Almen intensity was determined according to SAE J443 standard [19]. The time required to perform the treatments with 100% surface coverage (CSP treatment) was determined using Avrami equation [10], assuming that random shot particles arrive at the component's surface at a constant rate creating circular indents of similar size [11]. Repeening with soft parameters (shot diameter with 0.3 mm and Almen Intensity of 7A) were applied to one series of SSP specimens (named hereafter RSSP series) with the aim to decrease the surface roughness of the specimens and evaluate its influence on fatigue behaviour. The parameters used in different shot peening treatments and the applied nomenclature are presented in detail in Table 2.

It is important to clarify that these treatments have been performed using a laboratory shot peening machine. We used these high coverage levels with the aim to transmit a large amount of energy to the treated material; however, in industrial scale, the same quantity of energy can be induced at lower coverage levels, using higher Almen intensity.

3. Test procedures and results

3.1. Microstructural assessment

Shot peening treatments introduce plastic deformation on the material surface. Depending on the extent of deformation, different microstructural alterations take place on the surface layer. Optical, scanning and transmission electron microscopy were used with the aim to analyse such modifications.

3.1.1. Optical microscopy

Disk shaped CSP, SSP and RSSP specimens were cut along a transversal section to analyse the evolution of the microstructure from the treated surface to the inner layers. The cross sections were impregnated in mounting resin, polished and etched with hydrofluoric acid (40%) reagent. A Nikon Epithot 200 microscope connected to a computer with Omnimet-Enterprise program was used for imaging. Fig. 2 shows the cross section of specimens after different treatments. Microstructural observations reveal significant indications of deformation on the surface layer of the treated specimens, much more evident and deeper in the case of SSP treatments. However, no significant difference was observed between SSP and RSSP specimens' microstructure. Thus, the highly deformed layer was concluded to be mainly due to the higher plastic deformation generated by larger number of impacts of high kinetic energy, rather than the repeening process. According to the literature, this densely deformed layer is indicating the grain refinement of the surface microstructure [13,20].

3.1.2. Field-emission gun scanning electron microscopy

In order to observe the dimension of the grains on the top surface layer, specimens were analysed by means of an Ultra Plus Carl Zeiss FEG-SEM provided with HKL Channel 5 system from Oxford Instruments that permits obtaining images with EBSD (electron backscatter diffraction) technique, also known as backscatter Kikuchi diffraction (BKD). EBSD is a microstructural-crystallographic technique and can be used to index grain boundary and grain misorientation. Maps were obtained using a potential of 20 keV, with 10.5 mm working distance and an inclination of 70° between specimen and the beam. In

Table 2
Shot peening parameters.

Treatment	Shot	Coverage (%)	Exposure time	Almen intensity
CSP	AGB 70	100	19 s	13A
SSP	AGB 70	5000	16 min	13A
RSSP	AGB 70 + AGB 30	5000 + 100	32 min + 19 s	13A + 7A

CSP: conventional shot peening; SSP: severe shot peening and RSSP: repeened after SSP.

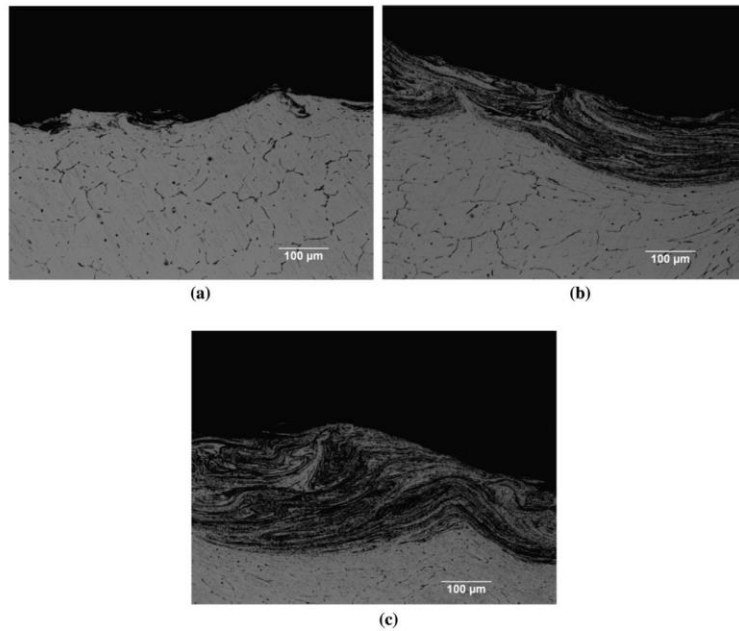


Fig. 2. Surface microstructure of Al-6063 after different shot peening treatments (200×) (a) CSP; (b) SSP; (c) RSSP.

order to evaluate grain size evolution as a function of surface coverage, an area of 250 μm (depth) maximum and around 30 μm (along surface) was scanned using a resolution of 0.1 μm.

For EBSD analysis the specimens were subjected a similar preparation as optical microscopy samples, i.e. going through different grinding stages, subsequently polished with polycrystalline diamond water based suspensions of 9 and 3 μm, and finally further polished using a neoprene cloth with colloidal silica suspension of 0.25 μm. This last polishing step was prolonged for several minutes with the aim of eliminating the surface deformations originated during the previous

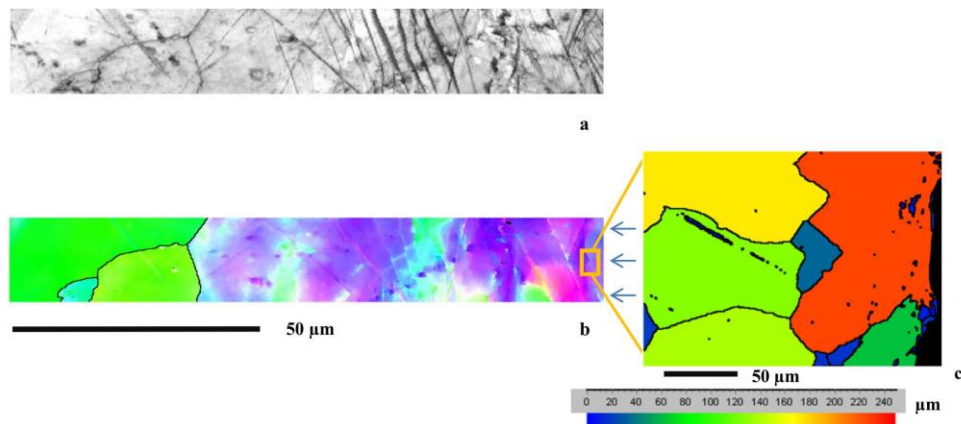


Fig. 3. CSP specimen: (a) band contrast map; (b) inverse pole figure; (c) detail of CSP surface.

metallographic preparations. Inverse pole figure maps (IPF) were obtained using a potential of 20 keV, with 10.5 mm working distance and 70° of inclination between specimen and the beam.

Figs. 3 and 4 show representative FEG-SEM scanning images from the surface to the inner material of CSP and SSP samples respectively, Figs. 3a and 4a representing the band contrast maps. In both cases, FEG-SEM observations illustrate the presence of deformation twins on the specimens' surface due to the applied strain during the shot peening treatments that is characterized with the dense layer close to the surface. Fig. 3b and 4b represent the IPF normally used to analyse the material texture. Here we are using these images to provide a more clear illustration of different zones in the refined layer, highlighting the individual grains size and orientation considering a misorientation between grain boundaries equal or superior than 15°. For CSP specimens (Fig. 3b) the misorientation between the twins is smaller than 15°, so they do not confirm a grain refinement in the treated material under the applied shot peening parameters; while for SSP specimens a notable grain refinement in a surface layer about 30 μm thick is clearly noted. To obtain more precise information, a grain size distribution image is shown in Fig. 4c, where it is possible to note in the surface layer that the dimension of the grains is in the order of less than 10 μm . With the aim to obtain more detailed information from the upper zone of the material, a surface analysis over an area of 8 (depth) \times 6 (along surface) μm^2 was performed in CSP (Fig. 3c) and SSP (Fig. 4d) specimens using a resolution of 25 nm in both vertical and horizontal directions. These images indicate that grain dimension on the CSP specimen's surface is around 100 μm , while in the case of SSP specimen the dimension of the top surface grains were estimated around 2–4 μm . This indicated apparent surface grain refinement compared to the bulk material.

3.1.3. Transmission electron microscopy

TEM cross-sectional specimens were prepared for surface imaging and phase identification. Specimens of $1.4 \times 2.5 \times 2.5 \text{ mm}^3$ were cut from shot peened material with a disk cutter. The cross sections were then ground with SiC sandpaper according to the sequence of 240, 400, 600 and 1200 grit size and finally polished using 3 μm and 1 μm diamond paste on cloth. Final thinning and polishing were completed by a disk grinder (Gatan Disk grinder, Model 623) using the same sequence of sandpaper grit size and diamond paste to reduce the thickness down to about 40 μm . The final thinning and polishing steps were necessary in order to produce an electron transparent specimen. M-Bond 610 epoxy was used for mounting the specimen on TEM slotted copper grid. A JEOL-JEM 2100F FEG (200KV) with the analytical capability was used for this study.

TEM analyses of CSP and SSP specimens revealed the presence of nanocrystals on the topmost surface layer of the material after shot peening treatments. Fig. 5 shows TEM representative images taken from an electron transparent portion of CSP and SSP specimens' surface respectively. In Fig. 5a and c, it is possible to observe nanocrystals with a mean size of 60–100 nm. Their corresponding SAED patterns (Fig. 5b and d) show discontinuous diffraction rings indicative of the presence of small grains. A good correspondence was found between d-spacings determined from all pattern rings and those of $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ based on Powder Diffraction File (Card 46-1212).

It is to be noted that although EBSD technique did not reveal a grain refinement on the surface layer of CSP specimens, TEM observations bring to light nanocrystals around 60–100 nm just on the upper layer of the CSP specimen.

3.2. Surface roughness

Shot peening is known to change also the surface topography. Main roughness parameters, R_a (arithmetic mean roughness), R_{max} (maximum profile valley depth) and R_z (arithmetic mean of the distance between global maximum and minimum

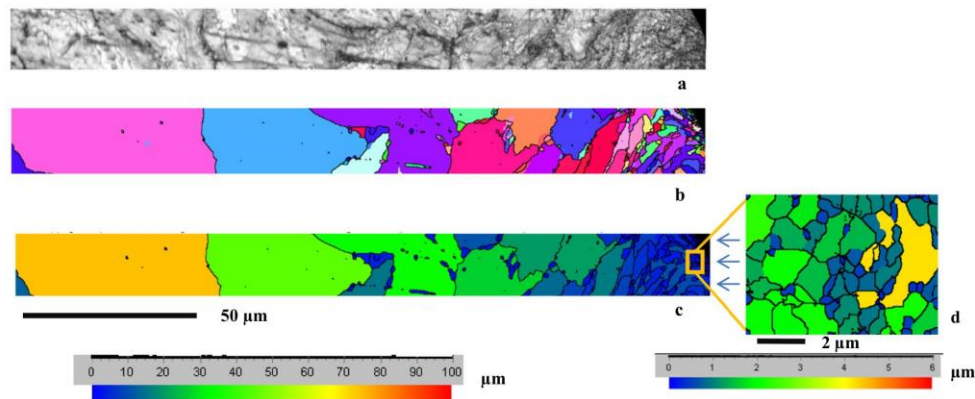


Fig. 4. SSP specimen: (a) band contrast map; (b) inverse pole figure; (c) grain size distribution; (d) detail of SSP surface.

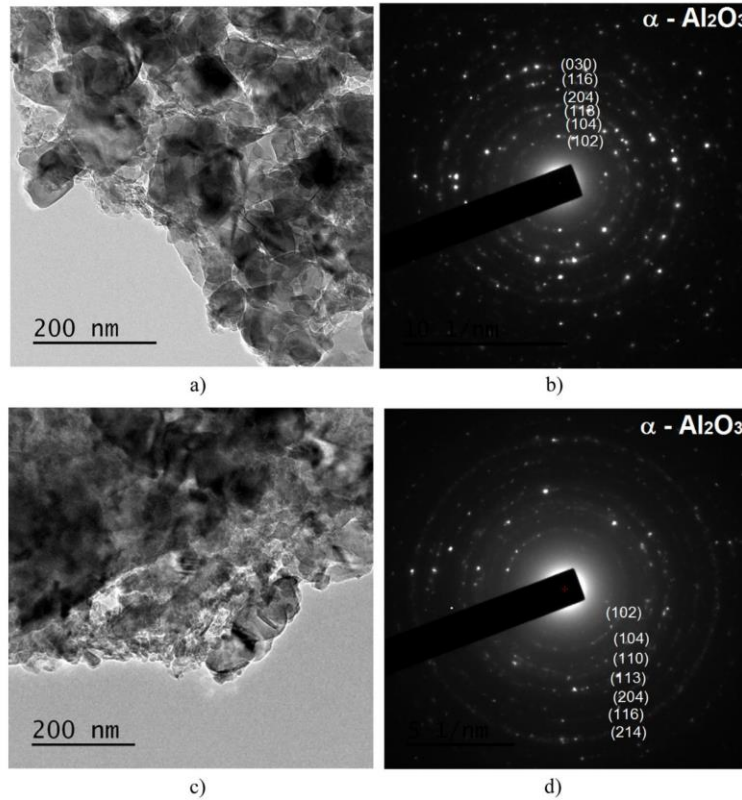


Fig. 5. TEM Image of shot peened samples showing nanocrystals of (α -Al₂O₃) on the top surface layer: (a) CSP; (c) SSP. Selected area electron diffraction pattern showing rings corresponding to α -Al₂O₃ crystal planes (b) CSP; (d) SSP.

heights also known as peak to valley) with the corresponding standard deviation are reported in Table 3. A contact roughness meter Mahr Marsurf M300 was used following DIN 4768 standard [21]. Five measurements on each specimen were averaged, using a Gaussian filter of 0.8 mm. The results show higher surface roughness and more irregularities in SSP treated specimens, as confirmed by the optical analysis of the transversal section. The results of RSSP specimen also confirm that the re-peening treatment decreased the surface roughness after SSP; however, still the CSP series have the lowest surface roughness.

3.3. . Microhardness measurements

Vickers microhardness tests were performed on the cross section of the specimens. Measurements were performed following ASTM E384 standard [22] using 25 g load and 15 s as dwell time. The results presented in Fig. 6, clearly show a

Table 3
Roughness values and standard deviation (DIN 4786).

Treatment	R _a (μm)	R _z (μm)	R _{max} (μm)
CCP	9.24 ± 0.62	50.35 ± 2.17	55.3 ± 34.37
SSP	21.08 ± 3.28	104.41 ± 12.10	112.11 ± 7.66
RSSP	14.41 ± 4.31	70.74 ± 17.53	89.05 ± 37.43

CSP, conventional shot peening; SSP, severe shot peening, RSSP retreatment after SSP.

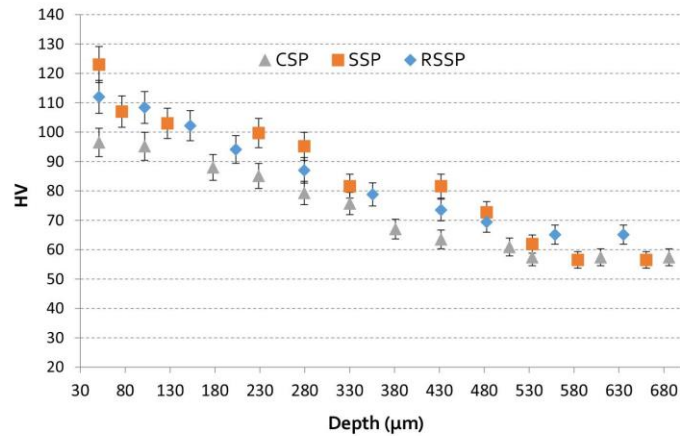


Fig. 6. Microhardness trend on the cross section of the shot peened specimens.

surface work hardening effect after shot peening treatments. Hardness increase is higher on SSP specimens with a maximum value around 120HV when compared to the CSP specimens with a maximum value of 95HV, due to the higher kinetic energy induced by the SSP treatment. There is not a notable difference in hardness profile of RSSP specimen with respect to SSP one. The depth of the work-hardened layer is around 500 µm for all treatments.

3.4. Residual stresses

Residual stress profile was measured in specimens by means of a XSTRESS 3000 G3R diffractometer from Stresstech using Cr K α radiation, circular irradiated area of 2 mm diameter, $\sin^2\psi$ method and diffraction angle $2\theta = 139^\circ$ scanned between 45° to -45° . Measurements were carried out in depth step by step removing a very thin layer of material using a solution of acetic acid (94%) and perchloric acid (6%) in order to obtain the in-depth profile of residual stresses. The distribution of residual stresses in different treated series is shown in Fig. 7. Results show that a considerable depth of material is characterized with high compressive residual stresses, much more notable in case of SSP and RSSP specimens when compared to CSP

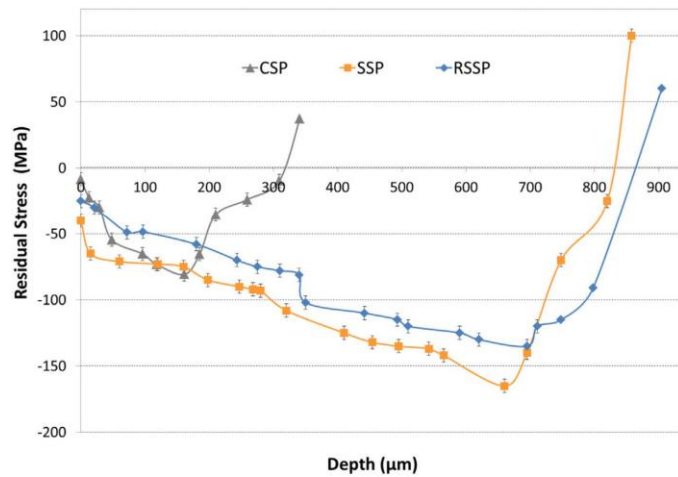


Fig. 7. Residual stresses trend on the cross section of the shot peened specimens.

series. Maximum value of residual stresses in CSP specimens is around -80 MPa at a depth of 0.15 mm approximately, while the maximum residual stress value after SSP and RSSP treatments is around -150 MPa at a depth of 0.7 mm.

By X-ray diffraction measurements also it is possible to obtain additional important information related to the surface state of material in terms of the width of the diffraction peak at half the maximum intensity (FWHM). This quantity is assumed as an index of hardening of the material [23]. Fig. 8 represents the average distribution of FWHM parameter for CSP and SSP specimens. A notable work-hardening effect can be observed for all shot peened specimens, although this enhancement is more significant in case of SSP and RSSP specimens; this is due to the higher amount of energy applied to the material, indicating that severe treatments have been more effective in work-hardening with respect to CSP treatment.

3.5. . Fatigue test results

Rotating bending fatigue tests (stress ratio $R = -1$) were carried out at room temperature at a nominal frequency of 20 Hz on as received (not peened, NP), CSP, SSP and RSSP specimens using an Italsigma test machine. Each series included 11 specimens and the run-out for the fatigue test was considered at 3 million cycles. Brief staircase method presented by Dixon and Massey [24] was used to perform the tests with a stress step of 20 MPa. Hodge–Rosenblatt [25] procedure was implemented to calculate the fatigue strength corresponding to 3 million cycles. The results of the single fatigue tests are presented in Table 4, while in Table 5 it is shown the calculation of the fatigue strength at 3 million cycles according to the test results. It can be noticed that all series of shot peened specimens show an improvement on fatigue behaviour major than 15% with respect to the as received material. Indeed, while it is clear that both the CSP and SSP series show the highest improvement of more than 15% , it is not possible to note any statistically meaningful difference between CSP, SSP and RSSP data, in spite of the much higher roughness induced by SSP. This can be interpreted as an evident sign of the effectiveness of the SSP treatment in terms of deeper residual stress profile and of the importance of grain refinement in achieving better fatigue performances. This also suggests that if the final roughness of the SSP could be somehow improved, the effectiveness of SSP could be much more appreciable.

In other words it is assumed that the fact that SSP treatment did not result in further improvement of fatigue strength when compared to CSP treatment can be due to the notable surface damage introduced by multiple high energy impacts, which could have favoured crack initiation by acting as stress raisers on the top surface layer of SSP treated specimens. Fig. 9 shows surface morphology observation of the shot peened specimens: (a) CSP, (b) SSP and (c) RSSP.

Anyway, RSSP, while allowing a limited decrease in the roughness, is not able to get any appreciable improvement of the fatigue strength. This means that the surface state after the second shot peening treatment has not changed enough and that the re-peening effect was not able to diminish the negative influence of the surface defects. Previous studies showed notable fatigue life enhancement after SSP treatment with notable difference between fatigue strength of CSP and SSP treated series for other materials as cast iron and low alloy steel [14,26]; taking into account that the surface roughness obtained on the latter materials after SSP was lower than that of SSP treated Aluminium in this research. Thus, it could be concluded that the higher ductility of aluminium material that resulted in excessive surface deformation and roughening could have overshadowed the role of grain refinement and notable compressive residual stress field in affecting fatigue behaviour of SSP treated specimens. That is to say that the combination of Almen intensity and coverage used in this case are too high for this

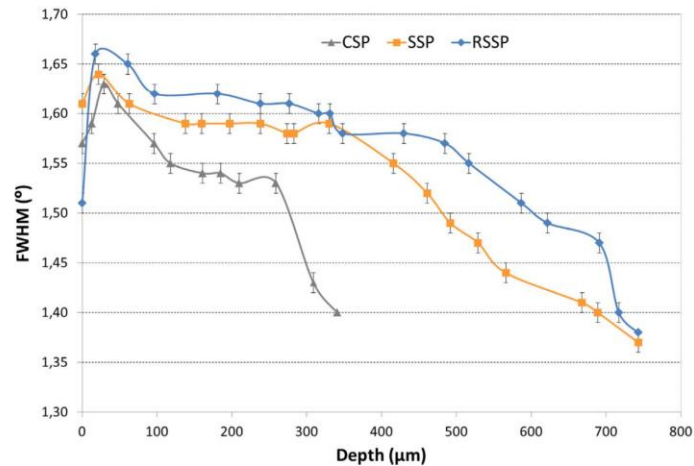


Fig. 8. FWHM trend on the cross section of the shot peened specimens.

Table 4

Fatigue test results. Rotating bending tests-Brief Stair-case procedure (B = Broken, RO = run-out) CSP, conventional shot peening; SSP, severe shot peening; RSSP re-peening after SSP.

NP			CSP			SSP			RSSP		
$\Delta\sigma/2$ (MPa)	Number of cycles	Result	$\Delta\sigma/2$ (MPa)	Number of cycles	Result	$\Delta\sigma/2$ (MPa)	Number of cycles	Result	$\Delta\sigma/2$ (MPa)	Number of cycles	Result
80	2,540,033	B	100	3,000,000	RO	100	3,000,000	RO	80	3,000,000	RO
60	3,000,000	RO	120	433,929	B	120	765,450	B	100	1,874,134	B
80	2,114,560	B	100	2,355,823	B	100	2,654,786	B	80	3,000,000	RO
60	3,000,000	RO	80	3,000,000	RO	80	3,000,000	RO	100	2,323,004	B
80	3,000,000	RO	100	3,000,000	RO	100	2,347,098	B	80	3,000,000	RO
100	1,136,034	B	120	1,031,460	B	80	3,000,000	RO	100	2,267,980	B
80	3,000,000	RO	100	3,000,000	RO	100	3,000,000	RO	80	3,000,000	RO
100	1,234,871	B	120	2,773,470	B	120	3,000,000	RO	100	1,457,985	B
80	2,004,541	RO	100	3,000,000	RO	100	1,956,788	B	80	3,000,000	RO
100	1,456,908	B	120	2,563,981	B	80	3,000,000	RO	100	2,000,432	B
80	2,562,005	B	100	3,000,000	RO	100	3,000,000	RO	80	3,000,000	RO

Table 5

Fatigue strength (3 million cycles) Rotating bending tests-Brief Stair case procedure.

Treatment	NP	CSP	SSP	RSSP
Fatigue strength (MPa)	82	105	95	100
Improvement (%)	-	28	16	22

CSP, conventional shot peening; SSP, severe shot peening; RSSP, re-peening after SSP.

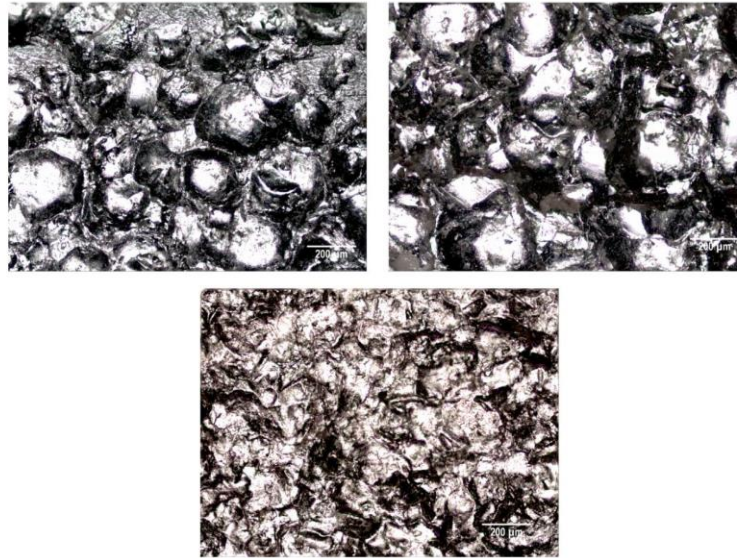


Fig. 9. Surface morphology of the shot peened specimens (100×) (a) CSP, (b) SSP and (c) RSSP.

Aluminium alloy resulting in a negative effect of the surface damage that is more notable than the beneficial effects due to the grain refinement and the compressive residual stresses.

4. Conclusions

The microstructural analysis of the surface layer of Aluminium 6063 alloy proved that severe shot peening treatment is able to induce significant grain refinement on the surface layer of the treated material and affect a thick surface layer with

considerable compressive residual stresses and work hardening. On the contrary, CSP is not able to induce an appreciable grain refinement while inducing compressive residual stress state, as expected. Since the Almen intensity was maintained the same for all of the shot peened samples, it can be argued that the generation for a surface layer with ultrafine grain size can be achieved by increasing the coverage, that is the total time of treatment.

At the same time, the surface topography of the different series of specimens reveals that SSP strongly affects the surface state by increasing roughness and introducing notable surface defects. This effect is much less pronounced for the CSP specimens. As regards the RSSP series, it is noted that the surface roughness is reduced with respect of the SSP specimen even if the final roughness values still remain largely superior than CSP sample.

The results of the fatigue tests show that the three treated series of specimens (CSP, SSP and RSSP) have a comparable fatigue strength. This can be interpreted as the result of the different aspects related to the applied treatments: grain refinement (more pronounced and deeper in the SSP and RSSP series), residual stresses (deeper in the SSP and RSSP specimens) and the surface topography and roughness (more pronounced in the SSP and the RSSP series). While the first two factors play a positive role with respect of fatigue strength, the latter is deleterious, and based on the obtained results, is found to be more relevant with respect of the other two factors. It can be concluded the aluminium alloy used in this study, which presents high ductility and low surface hardness with respect of other materials previously tested in the same conditions, is very sensitive to the applied combination of coverage and intensity.

Another conclusion is that, in spite of the higher surface roughness, the generation of a surface layer with ultrafine grains and a deeper compressive residual stress profile are able to balance the negative effect of the increased roughness.

This leads to the final conclusion that the research effort on SSP applied to aluminium alloys must be steered toward the definition of a set of Almen intensity and coverage able to generate a grain refined surface layer at nanoscale and a deep compressive residual stress field, not excessively increasing the final roughness of the surface and possibly improving the general surface topography, avoiding surface defects that can act as preferential sites for crack initiation.

Acknowledgements

This work was financially supported by Ministry of Science and Innovation of Spain under grant MAT2009-12308.

References

- [1] Zhu YT, Langdon TG. The fundamentals of nanostructured materials processed by severe plastic deformation. *JOM* 2014;56(10):58–63.
- [2] Mishra A, Kad BK, Gregori F, Meyers MA. Microstructural evolution in copper subjected to severe plastic deformation: experiments and analysis. *Acta Mater* 2007;55(1):13–28.
- [3] Mishra A, Richard V, Gregori F, Kad B, Asaro RJ, Meyers MA. Nanomaterials by severe plastic deformation. In: Horita Z, editor. *Trans Tech*, Switzerland; 2006. p. 19.
- [4] Xu C, Furukawa M, Horita Z, Langdon TG. Nanomaterials by severe plastic deformation. In: Horita Z, editor. *Nanomaterials by severe plastic deformation*. Japan; 2005. p. 19.
- [5] Zhilyaev AP, Langdon TG. Using high-pressure torsion for metal processing: fundamentals and applications. *Prog Mater Sci* 2008;53(6):893–979.
- [6] Ivanisenko Y, Lojkowski W, Valiev RZ, Fecht HJ. The mechanism of formation of nanostructure and dissolution of cementite in a pearlitic steel during high pressure torsion. *Acta Mater* 2003;51(18):5555–70.
- [7] Mao XY, Li DY, Fang F, Tan RS, Jiang JQ. Can severe plastic deformation alone generate a nanocrystalline structure? *Philos Mag Lett* 2010;90(5):349–60.
- [8] Zhu KY, Vassel A, Brisset F, Lu K, Lu J. Nanostructure formation mechanism of α -titanium using SMAT. *Acta Mater* 2004;52(14):4101–10.
- [9] Avrami M. Kinetics of phase change. I. General theory. *J Chem Phys* 1939;7(12):1103–12.
- [10] Kirk D, Abyaneh M. Theoretical basis of shot peening coverage control. *The Shot Peener* 1999;9(2):28–30.
- [11] Bagherifard S, Ghelichi R, Guagliano M. On the shot peening surface coverage and its assessment by means of finite element simulation: A critical review and some original developments. *Appl Surf Sci* 2012;259:186–94.
- [12] Bagherifard S, Fernandez-Pariente I, Ghelichi R, Guagliano M. Severe shot peening to obtain nanostructured surfaces: process and properties of the treated surfaces. In: Aliofkhaezraei Mahmood, editor. *Handbook of mechanical nanostructuring*. p. 299–323.
- [13] Bagherifard S, Fernandez-Pariente I, Ghelichi R, Guagliano M. Fatigue behavior of notched steel specimens with nanocrystallized surface obtained by severe shot peening. *Mater Des* 2013;45:497–503.
- [14] Bagherifard S, Fernandez-Pariente I, Ghelichi R, Guagliano M. Effect of severe shot peening on microstructure and fatigue strength of cast iron. *Int J Fatigue* 2014;65:64–70.
- [15] Umemoto M, Todaka Y, Tsuchiya K. Formation of nanocrystalline structure in steels by air blast shot peening. *Mater Trans* 2003;44(7):1488–93.
- [16] Guagliano M, Bagherifard S, Fernandez-Pariente I, Ghelichi R. Assessment of severe shot peening on surface characteristics of Al alloys. *Struct Durab Health Monit* 2010;6(1):31–42.
- [17] Hou L, Wei Y, Shu X, Xu B. Nanocrystalline structure of magnesium alloys subjected to high energy shot peening. *J Alloy Compd* 2010;492(1–2):347–50.
- [18] Bagherifard S, Slawik S, Fernández-Pariente I, Pauly C, Mücklich F, Guagliano M. Nanoscale surface modification of AISI 316L stainless steel by severe shot peening. *Mater Des* 2016;102:68–77.
- [19] SAE J443; procedures for using standard shot peening Almentest strip.
- [20] Unal O, Varol R. Almen Intensity effect on microstructure and mechanical properties of low carbon steel subjected to severe shot peening. *Appl Surf Sci* 2014;290:40–7.
- [21] DIN 4768. Determination of values of surface roughness parameters Ra, Rz, Rmax using electrical contact (stylus) instruments; concepts and measuring conditions, 1990-05.
- [22] ASTM E384-09. Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2009.
- [23] Noyan JC, Cohen JB. Residual stress- measurement by diffraction and interpretation. New York: Springer-Verlag; 1987.
- [24] Dixon W, Massey F. *Introduction to statistical analysis*. New York; 1969.
- [25] Brownlee KA, Hodges JL, Rosenblatt M. The up-and-down method with small samples. *J Am Stat Assoc* 1953;48:262–77.
- [26] Bagherifard S, Guagliano M. Fatigue behavior of a low-alloy steel with nanostructured surface obtained by severe shot peening. *Eng Fract Mech* 2012;81:56–68.

4.3. Influencia del tratamiento de shot peening en el comportamiento a desgaste por erosión de una aleación blanca altamente aleada con cromo

(Influence of shot peening treatment in Erosion wear behavior of high chromium white cast iron. Metals; 2019, 9, 933)

En este tercer estudio se sometió una fundición blanca con alto contenido en Cr, a tratamientos de SP con el fin principal de transformar la austenita retenida presente en su microestructura en martensita, utilizando la energía cinética del tratamiento.

Las fundiciones blancas de alto contenido en cromo, debido a su dureza, son comúnmente utilizadas en aplicaciones donde se exige una alta resistencia al desgaste. Habitualmente, este tipo de material es sometido a tratamientos térmicos con el objeto de eliminar la austenita residual presente en su microestructura inicial. Con la idea de que el tratamiento de SP es capaz de inducir cambios de fase y a la vez endurecimientos en la superficie de los materiales tratados, la propuesta de esta investigación ha sido someter una fundición blanca con 18% de Cr a tratamiento de SP con el fin de evaluar los cambios microestructurales que el tratamiento es capaz de inducir en este material, al tiempo que valorar el endurecimiento superficial por deformación. También se aplicarán los tratamientos térmicos más comunes empleados industrialmente a este tipo de material y se compararán los resultados con los obtenidos tras aplicar un tratamiento convencional de SP.

Además, dado que esta aleación es ampliamente utilizada en el campo de la minería, molienda de carbón, industria cementera... donde los componentes están sometidos a desgaste erosivo, se han sometido muestras originales, tras tratamiento térmico habitual y tras tratamiento de shot peening a ensayos de desgaste por erosión para ver en qué condiciones se obtienen los mejores resultados.

4.3.1. Probetas, tratamientos y nomenclatura

En este estudio se han sometido diversas muestras de fundición blanca con un 18% en Cr a diferentes tratamientos térmicos y de shot peening. Las probetas utilizadas han sido paralelepípedos de 10 x 10 x 80 mm³.

4.3.1.1. Tratamientos térmicos

Todas las muestras fueron inicialmente sometidas a un tratamiento de templado, utilizado en este tipo de aleación para aumentar la dureza. El tratamiento de temple se realizó en un horno a una temperatura de 1000°C durante 6 horas seguido de un enfriamiento al aire.

Tras el tratamiento de temple inicial, una serie de muestras se sometió a un tratamiento de revenido a 500°C durante 8 horas con el fin de transformar la austenita retenida (serie 18%Cr-WCI-T) y otra serie se sometió a un tratamiento de doble revenido bajo las mismas condiciones (500°C durante 8 horas) (18% Cr-WCI-2T). El tratamiento de doble revenido es de uso habitual en este tipo de material para transformar la austenita residual que no se ha haya podido transformar durante el primer revenido.

Todos estos tratamientos térmicos se realizaron en un horno marca Carbolite Gero.

4.3.1.2. Tratamiento de shot peening

Tras el primer tratamiento habitual de temple, otra de las series se sometió a tratamiento de SP. El equipo utilizado para este tratamiento fue una máquina neumática, modelo GUYSON Euroblast 4 PF con tanque tipo G27, ciclón motorizado tipo 75/16 y modelo de colector de polvo DC400. La intensidad Almen aplicada fue de 10A, valor comúnmente utilizado en materiales metálicos duros, y un grado de cobertura del 100%. Esta serie ha sido denominada como 18%Cr-WCI-SP.

Para tratar un material de una dureza elevada, como es el caso de las fundiciones blancas, se deben emplear proyectiles que también posean gran dureza para garantizar una transmisión efectiva de energía cinética, así como garantizar la durabilidad de los mismos evitando que éstos se deformen. En este trabajo se utilizaron proyectiles de circonita de 0,3 mm de diámetro cuya denominación comercial es Zirshot Y300. Su composición y propiedades mecánicas se reflejan en la Tabla 10.

Tabla 10. Composición química (%peso) y propiedades de los proyectiles empleados

Material de proyectil	Composición química	Diámetro de proyectiles	Densidad	Dureza
Circona	ZrO ₂ > 75% SiO ₂ < 25%	0.3 mm	4,6 (g/cm ³)	1000 HV

El tiempo necesario para aplicar una cobertura del 100% se calculó utilizando la ecuación de Avrami. [Abyaneh, 1996; Kirk, 1999] Los parámetros aplicados en los tratamientos de SP se recogen en la Tabla 11.

Tabla 11. Parámetros utilizados en el tratamiento de SP

Tratamiento	Cobertura	Tipo de proyectil	Diámetro de proyectiles	Intensidad Almen	Tiempo de exposición
Convencional	100%	ZirShot	0.3 mm	10 A	8 s

4.3.1.3. Nomenclatura

La Tabla 12 recoge la nomenclatura utilizada para hacer referencia a cada una de las series. La serie 18%Cr-WCI-Q hace referencia a la serie simplemente templada, que será la serie de referencia para establecer comparaciones con el resto de las series tratadas.

Tabla 12. Denominación y especificaciones de las cuatro series de muestras

18%Cr-WCI-Q	Temple a 1000°C durante 6 horas y enfriamiento al aire
18%Cr-WCI-T	Temple con posterior revenido a 500°C durante 8 horas
18%Cr-WCI-2T	Temple con doble revenido posterior a 500°C durante 8 horas
18%Cr-WCI-SP	Shot peening convencional a intensidad 10A y cobertura del 100%

4.3.2. Análisis mediante microscopía óptica

Para analizar la microestructura se realizó una preparación metalográfica de las muestras. En el caso de las sometidas a tratamiento de SP la preparación se realizó a lo largo de su sección transversal, al igual que en el caso de los estudios anteriores del acero y de la aleación de aluminio, para poder observar la evolución microestructural desde la superficie hacia el interior.

Para su estudio en microscopio óptico las probetas se montaron sobre resina y fueron desbastadas inicialmente con lijas de carburo de silicio de forma secuencial, partiendo de un papel de 120 y llegando hasta 1200. Posteriormente se realizaron dos etapas de pulido, con pasta de diamante de 6 y 1 μm . Por último, se atacó la superficie pulida con una disolución de nital al 2% para su observación en el microscopio.

La Figura 26 muestra una representación de la microestructura de cada una de las series.

La Figura 26a revela la microestructura resultante de aplicar el proceso de temple utilizando una temperatura de 1000°C durante 6 horas y enfriamiento al aire. En ella pueden observarse pequeños carburos K_2 (Cr_7C_3) en austenita /martensita proeutéctica y una matriz formada por carburos K_2 (Cr_7C_3) y austenita/martensita eutéctica.

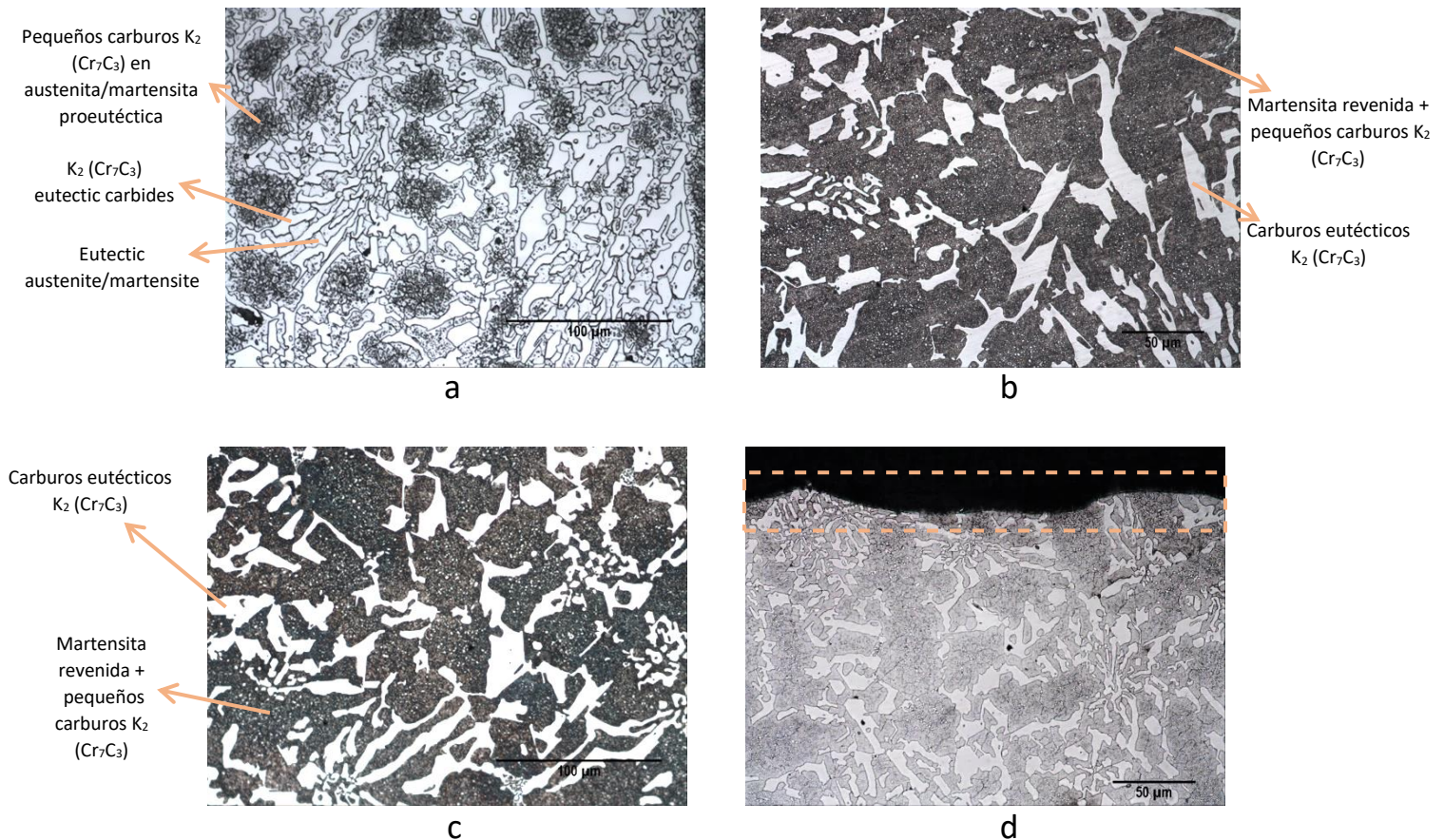


Figura 26. Micrografías obtenidas mediante microscopía óptica (500x)

a) 18%Cr-WCI-Q; b) 18%Cr-WCI-T; c) 18%Cr-WCI-2T; d) 18%Cr-WCI-SP

Tras el proceso de temple, una serie de probetas fueron sometidas a un tratamiento de revenido a 500°C durante 8 horas, lo cual originó una transformación de la microestructura. En ella se observan los carburos de pequeño tamaño K_2 (Cr_7C_3) repartidos de manera homogénea en una martensita revenida y los carburos de cromo K_2 (Cr_7C_3) eutécticos inalterados (Figura 26b).

La microestructura de las muestras sometidas a un doble tratamiento de revenido (500°C-8h) puede verse en la Figura 26c. Esta microestructura presenta una gran similitud con las de un solo revenido: carburos de cromo K_2 (Cr_7C_3) eutécticos inalterados, y pequeños

carburos K_2 (Cr_7C_3) repartidos de manera homogénea en una martensita revenida. Más adelante, en el estudio mediante difracción de rayos X, se justificará la presencia de carburos secundarios K_c (M_3C) junto con los pequeños carburos K_2 (Cr_7C_3) en la martensita revenida.

La Figura 26d, muestra la microestructura de la serie sometida a tratamiento de SP. En este caso la imagen se toma sobre un corte transversal en el que se revela la superficie y las capas subyacentes en las que el proceso de SP parece haber transformado la microestructura (recuadro de líneas discontinuas en la Figura 26d). Cabe destacar que la alta dureza del material conlleva que la profundidad de la zona afectada sea menor que en el caso de los materiales estudiados con anterioridad, siendo ésta de unos 10 μm aproximadamente.

En esa zona cercana a la superficie se puede observar una mayor presencia de carburos K_2 de pequeño tamaño presentes en austenita/martensita proeutéctica. Tras superar esos 10 μm iniciales la microestructura vuelve a ser similar a la inicial, simplemente templada.

Estas primeras observaciones serán corroboradas más adelante tras el análisis mediante difracción de rayos X y la observación mediante microscopía SEM.

4.3.3. Análisis de las fases mediante difracción de rayos X y análisis mediante microscopía electrónica de barrido

El estudio de la transformación de las fases presentes en la microestructura de la fundición tras cada uno de los tratamientos, tanto térmicos como de SP, es un punto importante en este estudio. Para ello se realizaron análisis mediante difracción de rayos X con el fin de caracterizar las fases presentes en cada una de las series. El equipo empleado fue un difractómetro Seifert XDR 3000 T/T.

En los análisis se utilizó la configuración óptica parfocal Bragg-Brentano con un movimiento Theta-Theta acoplado, es decir, rotación inversa del tubo y el detector (que se coloca al final de los brazos del difractómetro primario y secundario, respectivamente) y con la muestra fija en el centro del goniómetro.

La radiación se emite mediante un foco de molibdeno de línea delgada que trabaja a 40 kV y 40 mA y se monocromatiza al doblete $K\alpha$ ($1 = 0.709316 \text{ \AA}$ y $2 = 0.713607 \text{ \AA}$) por medio de un filtro primario de circonio y un monocromador secundario de grafito pirolítico altamente orientado (HOPG).

La colimación de la radiación se lleva a cabo mediante un conjunto de ventanas fijas: de divergencia, de dispersión y receptora de 0,1 mm. Por otro lado, los patrones fueron registrados por un detector (NaI (Tl)) entre 12° y 36° en 2 Theta en modo fijo, aplicando un paso 0.025° y un tiempo de exposición de 60 segundos por punto.

Utilizando el método de Rietveld se estimó el porcentaje final de cada una de las fases presentes en cada una de las muestras. La Figura 27 muestra los difractogramas y las cantidades de las fases presentes en cada una de las series. El resultado de estos análisis se apoya en las imágenes obtenidas mediante microscopio electrónico de barrido que se recogen en la Figura 28.

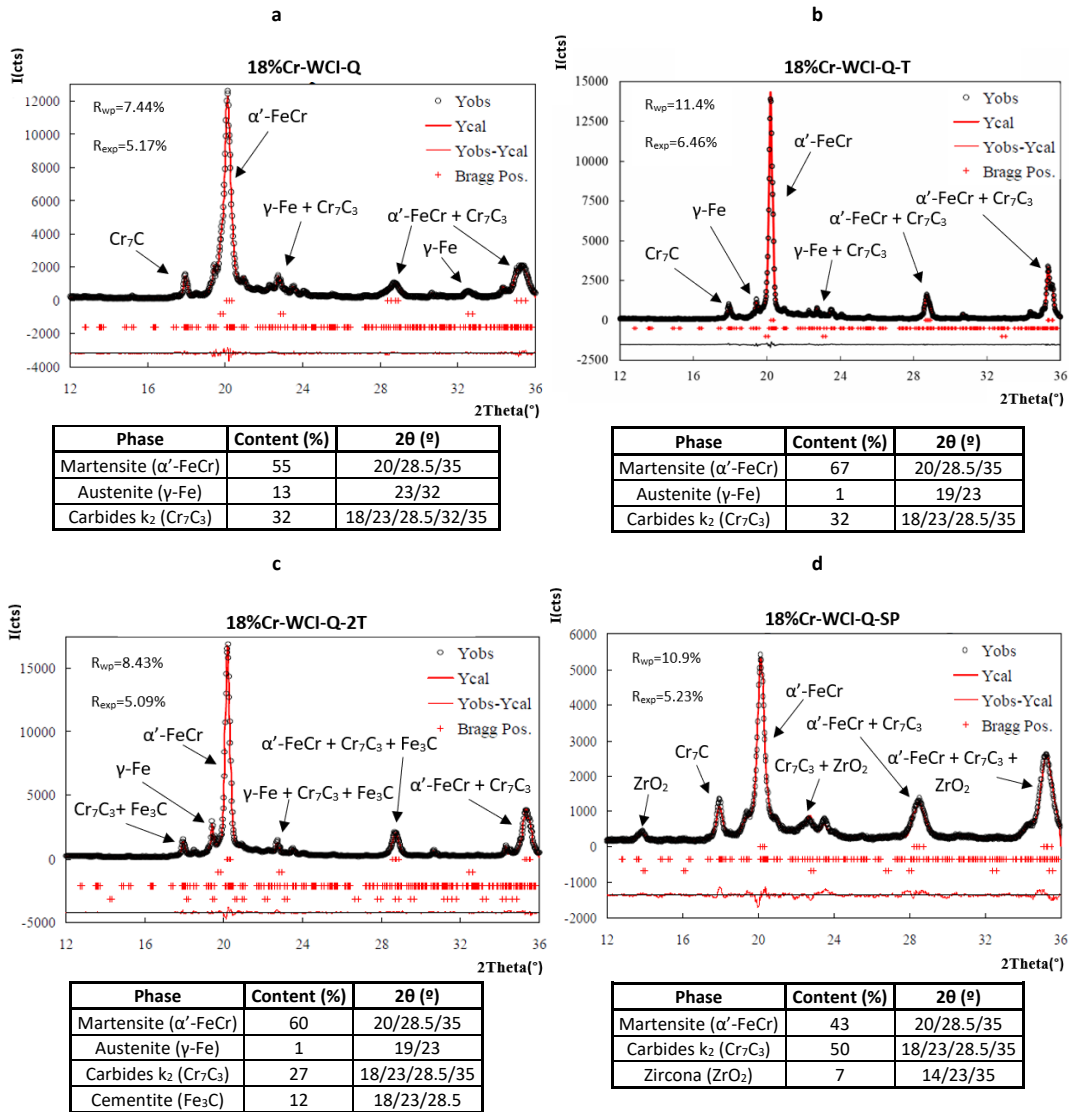


Figura 27. Difractogramas de las fases presentes en cada serie
 a) 18%Cr-WCI-Q; b) 18%Cr-WCI-T; c) 18%Cr-WCI-2T; d) 18%Cr-WCI-SP

El análisis de la serie 18%Cr-WCI-Q, simplemente templada, revela la presencia de martensita en un porcentaje del 55%, austenita en un 13% y carburos k₂ (Cr₇C₃) en un 32% (Figura 27a). La Figura 28a, obtenida mediante microscopía electrónica de barrido muestra la presencia de estas fases, observadas previamente en el análisis de microscopía óptica (Figura 26a): pequeños carburos K₂ (Cr₇C₃) en austenita /martensita proeutéctica y la matriz formada por carburos K₂ (Cr₇C₃) y austenita/martensita eutéctica.

El análisis de fases mediante difracción de rayos X revela una transformación de la austenita en martensita en la serie sometida al tratamiento de revenido (serie 18%Cr-WCI-T), quedando sólo el 1% sin transformar. Se produce por tanto un aumento en la cantidad de martensita, pasando de un 55% a un 67%, manteniéndose constante el porcentaje de carburos K_2 (Figura 27b). Estas fases se aprecian en la Figura 28b) obtenida mediante microscopía electrónica de barrido. Se aprecia una distribución más homogénea de los carburos de pequeño tamaño K_2 (Cr_7C_3) y unos carburos eutécticos de mayor tamaño K_2 (Cr_7C_3). Este análisis va en concordancia con el análisis obtenido mediante microscopía óptica (Figura 26b)

Tras el segundo tratamiento de revenido (serie 18%Cr-WCI-2T), la difracción por rayos X revela que la austenita permanece en un 1% y tanto los carburos K_2 (Cr_7C_3) como la martensita ven reducida su presencia (hasta 60% y 27% respectivamente) (Figura 27c) para dar paso a la aparición del carburo de hierro (Fe_3C) en un 12%. La Figura 28c, obtenida en el análisis de la muestra mediante microscopía electrónica de barrido, muestra la presencia de los carburos eutécticos K_2 (Cr_7C_3), que no han visto modificada su estructura (de mayor tamaño en color oscuro), y los carburos de pequeño tamaño K_2 (Cr_7C_3) dentro de la matriz de martensita junto a los nuevos carburos CFe_3 . De nuevo esta misma distribución de las fases coincide con el análisis realizado con el microscopio óptico (Figura 26c)

Por último, en la Figura 27d se recoge el difractograma de la serie tratada mediante SP (18%Cr-WCI-SP). Los datos revelan que en este caso se ha transformado la totalidad de la austenita retenida. Sin embargo, el análisis no presenta un aumento de la martensita, sino un aumento considerable el porcentaje de carburos (pasando del 32% al 50%). Parece que la desestabilización de la austenita ha dado lugar a la formación de pequeños carburos K_2 (Cr_7C_3), como también refleja su microestructura en el análisis realizado mediante microscopía electrónica de barrido (Figura 28d), y como también se observaba en el análisis realizado en el microscopio óptico (Figura 26c). El 7% de circonita que aparece en el análisis de esta muestra se debe a pequeños restos de material de los proyectiles que han quedado atrapados en la superficie el material tras el tratamiento de SP.

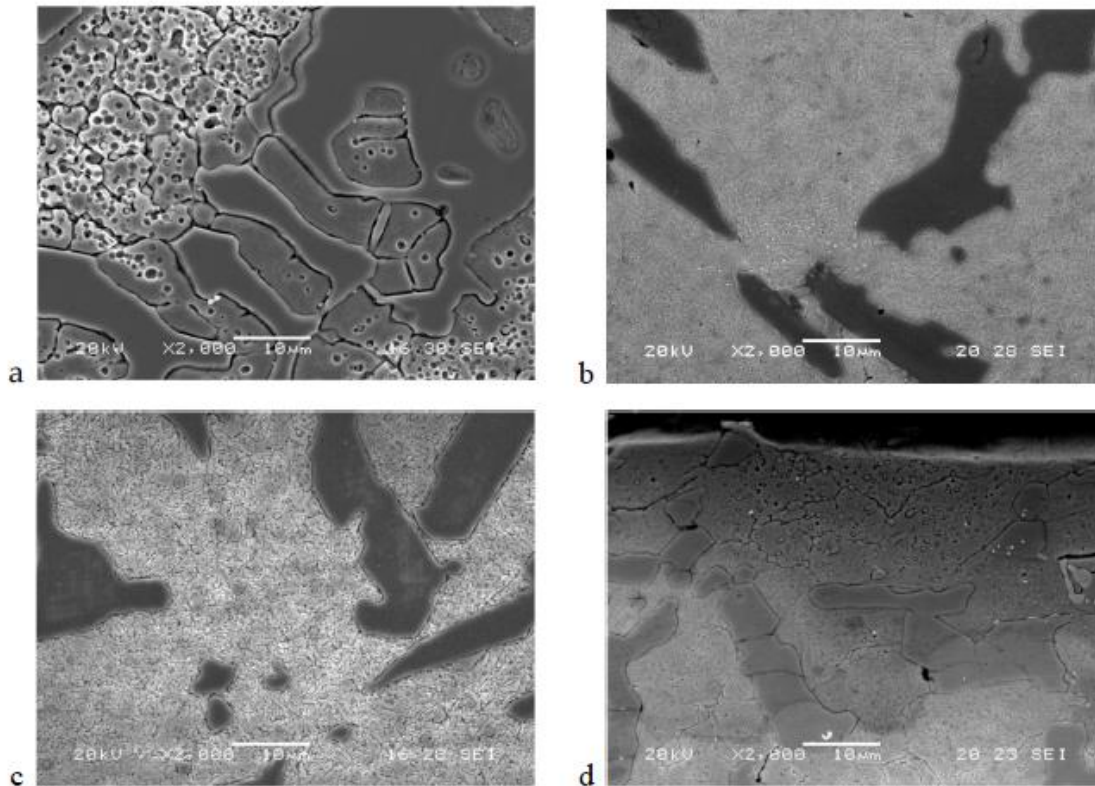


Figura 28. Análisis SEM de los tres tipos diferentes de muestras:
 a) 18%Cr-WCI-Q; b) 18%Cr-WCI-T; c) 18%Cr-WCI-2T; d) 18%Cr-WCI-SP

4.3.4. Medidas de rugosidad

Se midió el grado de rugosidad generado tras aplicar el tratamiento de Sp comparándolo con la rugosidad presente en cada una de las demás series tratadas térmicamente. Se utilizó un rugosímetro modelo Mahr Marsurf M300 y se midieron tres parámetros siguiendo la norma ISO 4287, ASME B46.1: R_a (rugosidad media aritmética), R_q (rugosidad media cuadrática) y R_z (rugosidad media). Los resultados se recogen en la Tabla 13.

Tabla 13. Valores de rugosidad de cada serie

Serie		Rugosidad (μm)
18%Cr-WCI-Q	R _a	0,172 \pm 0,087
	R _q	0,273 \pm 0,142
	R _z	1,272 \pm 0,544
18%Cr-WCI-T	R _a	0,143 \pm 0,091
	R _q	0,172 \pm 0,227
	R _z	0,970 \pm 0,599
18%Cr-WCI-2T	R _a	0,121 \pm 0,088
	R _q	0,152 \pm 0,121
	R _z	0,820 \pm 0,629
18%Cr-WCI-SP	R _a	0,213 \pm 0,025
	R _q	0,126 \pm 0,034
	R _z	0,662 \pm 0,259

Los resultados muestran un aumento de la rugosidad tras el tratamiento de SP.

4.3.5. Medidas de microdureza

Se realizaron medidas de microdureza en la matriz de las muestras para ver el efecto de los tratamientos, ya que la dureza de los carburos eutécticos no se vio afectada por ellos. La microdureza Vickers fue medida en un microdurómetro modelo Mahr GmbH en todas las muestras aplicando una fuerza de 100 gf de forma gradual durante 15 s. Los valores de durezas de las tres series de probetas tratadas térmicamente se muestran en la Tabla 14.

Tabla 14. Valores de microdurezas en las series tratadas térmicamente.

Serie	Dureza (HV)
18%Cr-WCI-Q	783 \pm 12
18%Cr-WCI-T	575 \pm 9
18%Cr-WCI-2T	700 \pm 39

En el caso de las muestras sometidas a tratamientos de SP, se realizó un perfil de microdurezas de la matriz de las muestras, desde la superficie hacia el interior de la pieza, ya que la dureza de los carburos eutécticos (los de mayor tamaño) no se ve afectada por los tratamientos de SP. La Figura 29 muestra el perfil de dureza de la serie 18%Cr-WCI-SP.

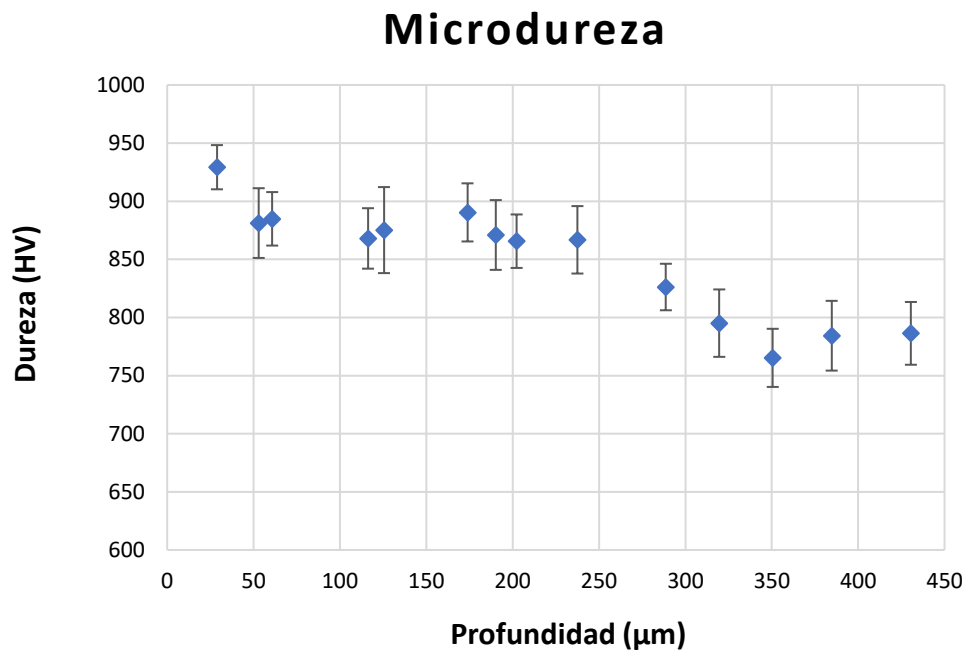


Figura 29. Perfil de microdurezas en las muestras sometidas a SP

A la vista de los resultados se puede observar que los tratamientos térmicos de revenido contribuyeron a reducir la dureza de las muestras, si bien el doble revenido consigue aumentarla frente al revenido simple, posiblemente debido a la formación de los carburos de hierro (CFe_3).

Los tratamientos de SP consiguen un aumento de dureza de un 18,6% en superficie. El espesor afectado por este endurecimiento superficial alcanza las 300 μm .

4.3.6. Ensayos de desgaste por erosión

Como una gran parte de las aplicaciones de la fundición blanca con un 18% en Cr están sometidas a condiciones a desgaste erosivo, se ha sometido a cada una de las series a ensayos de desgaste por erosión. Para ello se ha utilizado una máquina de erosión modelo MTDA/G76 de la empresa española Microtest S.A, que utiliza un chorro de material

abrasivo granulado (corindón en este caso). Muestras de todas las series fueron sometidas a este chorro de corindón a la presión de 1 bar.

La Figura 30 recoge los resultados de la pérdida de material por unidad de tiempo obtenidos tras aplicar distintos tiempos de exposición en cada serie.

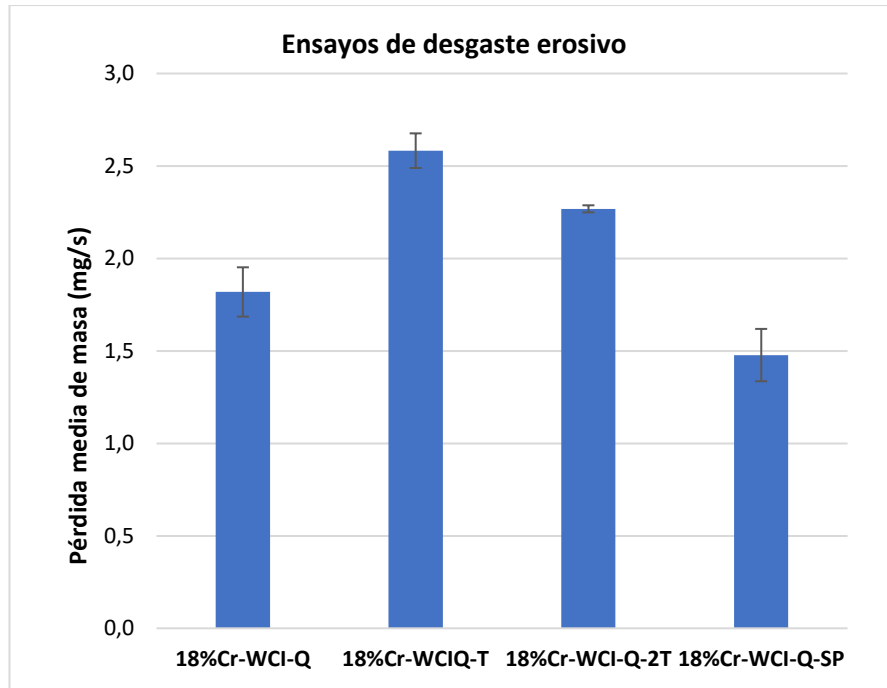


Figura 30. Ratio de pérdida de material bajo condiciones de erosión de cada serie

Los resultados muestran que las muestras sometidas a tratamientos de SP presentan una menor pérdida de material para las mismas condiciones erosivas, por lo que el aumento de microdureza en la capa superficial y la transformación de la austenita retenida en carburos propició la mejora del material ante este tipo de fallo.

Sin embargo, tras los tratamientos de revenido, simples y dobles, las muestras parecen mostrar un peor comportamiento al desgaste de tipo erosivo, incluso que las muestras simplemente templadas, posiblemente debido a la disminución de la dureza que inducen dichos tratamientos. Cabe destacable un mejor comportamiento en el caso de las muestras tratadas con doble revenido frente a las sometidas a un único revenido, debido a la menor dureza de esta última serie.

4.3.7. Conclusiones

Se ha sometido una fundición blanca con alto contenido en cromo a tratamientos térmicos de revenido y a tratamientos de SP con el fin de evaluar su comportamiento a desgaste

erosivo tras cada tipo de tratamiento. Los resultados se analizaron desde el punto de vista de las fases presentes, así como de la dureza del material modificada por los tratamientos. Tras el análisis de los resultados se pueden enumerar las siguientes conclusiones:

Tras el primer tratamiento de revenido (500°C-8h) realizado al material de partida (18%Cr-WCI-Q) se produjo una desestabilización casi total de la austenita que se transformó en martensita. El segundo tratamiento de revenido condujo a la disolución de los carburos K_2 de pequeño tamaño y la aparición del carburo CFe_3 .

El tratamiento de SP desestabilizó por completo la austenita presente en la capa superficial del material, dando lugar a un aumento de carburos K_2 de pequeño tamaño, por lo que se puede deducir que la energía cinética transmitida por los proyectiles permitió la precipitación de estos carburos de alta dureza transformando por completo la austenita retenida inicial.

La dureza de las muestras tras los tratamientos de revenido, simples y dobles, contribuyó a un descenso de la dureza de las muestras, mientras que los tratamientos de SP indujeron un endurecimiento por deformación en la capa superficial.

Debido al endurecimiento inducido en las muestras tras el tratamiento de SP estas presentan el mejor comportamiento a desgaste erosivo de todas las series, seguido de la serie templada, por ser la siguiente en dureza. El peor comportamiento lo presenta la serie tras un tratamiento de revenido por sufrir el mayor ablandamiento.

ARTÍCULO III



Article

Influence of Shot Peening Treatment in Erosion Wear Behavior of High Chromium White Cast Iron

Juan González *, Luis Borja Peral, Alfredo Zafra and Inés Fernández-Pariente

Department of Material Science and Engineering, Campus de Gijón, Edificio Departamental Este, University of Oviedo, 33203 Gijón, Spain

* Correspondence: uo156740@uniovi.es; Tel.: +34-6966-69-5134

Received: 9 July 2019; Accepted: 20 August 2019; Published: 27 August 2019



Abstract: High alloy white cast irons (WCI) play an important role in many industrial fields such as mining, cement industry, or grinding due to their high hardness and wear resistance. In all these processes, white cast iron components must work under erosion and abrasion conditions. Many investigations have been carried out with the aim of improving the mechanical properties of this type of alloys. Wear resistance depends on the mechanical properties, mainly hardness. Thus, the WCI are typically heat treated in order to modify its microstructure, improving its tribological and wear behavior. The aim of this study is to propose a mechanical surface treatment, shot peening, as an alternative to global heat treatments, due to its capacity to induce phase transformation and microstructural modification, at the same time that it improves the mechanical properties of materials. Characterization of different treated samples was performed by means of microstructural characterization, X-ray diffraction analysis, SEM observation, hardness and roughness measurements, and erosion tests. The results show that shot peening treatment is able to transform residual austenite and increase hardness in the top surface layer of the material. Both effects contribute to improve the erosion wear behavior of the WCI.

Keywords: shot peening; heat treatment; residual austenite; phase transformation; erosion wear resistance

1. Introduction

Cast irons have been used in industrial applications for several decades. This kind of materials were discovered in 1940 [1] and are defined as an iron alloy with a carbon content from 2.11% to 6.67% (commonly between 2.5% and 4.5%). Elements such as silicon, manganese, phosphorous, or sulfur are often present in their chemical composition [2]. Depending on the silicon content, cast irons are classified as white cast irons or grey cast irons, the latter having between 1% and 3% of silicon. In white cast irons, carbon appears in the form of cementite instead of graphite, as is the case in grey cast irons. Cementite makes white cast iron brittle and difficult to machine, but at the same time, it confers to the material an extreme hardness, which makes it interesting in erosion and abrasion wear applications. Hence, white cast irons are widely used in many wear resistant components such as grinding rods and balls, rock machining equipment, slurry pumps, brick dies, and mine equipment; that is the reason why they have a widespread use in mineral processing, cement production, and steel manufacturing industries [3–10].

Mechanical behavior of industrial components depends directly on the material's microstructure which, at the same time, depends on its specific chemical composition. With the aim to improve some properties, certain elements are usually added. Chromium is one of the most commonly used in white cast irons, since it improves corrosion resistance and contributes to increasing hardness level.

High-chromium white cast irons are ferrous alloys containing 1.8–3.6% C and 11–30% Cr, with variable percentages of molybdenum, manganese, copper, and nickel [11]. White cast iron microstructure depends specifically on three factors: Chemical composition, cooling rate during the solidification stage, and cooling rate after the solidification. Generally, at the end of the solidification, the high-chromium white cast iron is composed by a primary phase (dendritic austenite) and a eutectic compound formed by austenite and K_2 carbides (M_7C_3) and sometimes by small secondary carbides (K_2 (M_7C_3)) and/or K_c carbides (M_3C) [12,13].

Microstructural transformations during cooling depend on the cooling rate and the chemical composition of the cast iron [14,15]. Austenite (both dendrites and the eutectic compound), which is rich in carbon and chromium, can be transformed into martensite (usually partially), while eutectic carbides do not transform during cooling after solidification [16]. In addition, during the cooling stage and after the solidification process secondary carbides (smaller than eutectic ones) can precipitate in the austenitic/martensite matrix [17,18]. This usually occurs when the chromium content is greater than 15% [15]. In this case, the matrix constituent contains very hard precipitated secondary carbides K_c (M_3C) (1200–1600 HV) [19], which confer better wear resistance to the material in comparison with cast iron with less amount of chromium. In this case, the constituent matrix does not contain this kind of secondary carbides [20–23].

Another important parameter that influences the wear resistance is the amount of residual austenite. Wear resistance improves when the amount of residual austenite decreases [24]. In general, martensitic structures are supposed to be more wear resistant than austenitic ones [25].

In order to modify cast iron microstructures, heat treatments are often used, being the transformation ratio and hardening response highly dependent on the treatment conditions and chemical composition of the alloy [8]. Properties can also be controlled and modified by means of heat treatments. These can modify hardness, microstructure morphology, precipitated carbides type, and their distribution in the matrix. In other words, it is necessary to apply heat treatments to modify microstructure, phases, morphology, and carbides distribution, since they optimize the final properties by improving the microstructure of the material [3].

On the other hand, some recent researches have demonstrated that mechanical treatments, besides improving mechanical behavior of materials, can even induce phase transformation [26]. Among these treatments, shot peening (SP) is a popular and extended mechanical surface treatment that consists on impacting the surface of metallic materials by a flow of shots, with enough kinetic energy to induce plastic deformation, introducing compressive residual stresses into the upper layer of the material, which contribute to the surface hardening of the material. These effects are useful to stop or prevent crack propagation [27,28] and contribute to improve fatigue [29–35], corrosion [35,36] and wear [36,37] behavior of components.

In this context and considering that high chromium cast irons are used for wear applications, it could be interesting to increase their hardness, and therefore their wear behavior.

The proposal of this research is to submit an 18% Cr white cast iron (one of the most common alloys used as wear parts in slurry transport, mining, minerals, and cement industries) [38] to a shot peening treatment. The aim is to increase its hardness and, at the same time, transforming the residual austenite in the upper layer of the material. In this case, it is possible to obtain a material with a reinforced upper layer that can be useful for applications where surface hardness is required.

The effect of this surface treatment will be compared with the effect of global heat treatments in terms of microstructure, phase composition (XRD analysis), hardness, and wear resistance, by means of erosion tests.

2. Material, Specimens, Treatments, Experimental Procedures, and Results

2.1. Material and Specimens

A total of 18% chromium white cast iron specimens (18%Cr-WCI) were cut from an ingot with a parallelepiped geometry of $10 \times 10 \times 80 \text{ mm}^3$. The nominal chemical composition of the cast iron is presented in Table 1.

Table 1. Chemical composition of 18% chromium white cast iron specimens (18%Cr-WCI).

18%Cr-WCI	%C	%Si	%Mn	%Cr	%Mo
	3.01	1.17	0.82	18.2	2.05

Specimens were austenitized at 1000 °C for 6 h and then air quenched. As this is the typical heat treatment applied to this white cast iron, it will be considered as the reference treatment in this study (18%Cr-WCI-Q).

2.2. Treatments

With the aim to modify the mechanical properties of the quenched material, different series of specimens were submitted to heat and mechanical (shot peening) treatments.

2.2.1. Heat Treatments

One series of specimens were submitted to a tempering treatment, at 500 °C for 8 h, and the other series were submitted to a double tempering treatment, 500 °C for 8 h each, in a carbolite oven (Carbolite Gero, Hope, United Kingdom). The double treatment is common in this kind of material in order to transform the residual austenite that has not been transformed during the first tempering treatment. These series will be referenced in the text as 18%Cr-WCI-T and 18%Cr-WCI-2T, respectively.

2.2.2. Shot Peening Treatment

With the idea of evaluating the possible transformation of the residual austenite by means of plastic deformation, as well as increasing the surface hardness, other series of samples were submitted to shot peening treatments, after being quenched and tempered at 1000 °C-1 h + air cooling.

The specimens were subjected to SP treatment using an air blast SP machine, GUYSON Euroblast 4 PF model with tank type G27, motorized cyclone type 75/16 and DC400 dust collector model, (Materias Primas Abrasivas, S.L., Barcelona, Spain) with an Almen Intensity of 10A, commonly used in the industry for hard metallic materials, and conventional coverage (100%). Almen Intensity and surface coverage are the most important measuring parameters of SP; these are directly related with the total kinetic energy of the process and influence the total accumulated plastic strain. SP parameters are shown in Table 2. This series will be referenced in the text as 18%Cr-WCI-SP.

Table 2. Shot peening parameters.

Treatment	Shot Diameter (mm)	Almen Intensity (0.0001 in.)	Time of Treatment (s)	Surface Coverage (%)
Conventional shot peening	0.3	10A	8	100

Zirshot Y300 shots (Saint Gobain, Spain) were used in all peening treatments performed in this study. Chemical compositions and mechanical properties of shot peening projectiles presented in Table 3.

Table 3. Chemical composition (wt.%) and mechanical properties of shots.

Shots	Chemical Composition (%wt)	Diameter (mm)	Density (g/cm ³)	Hardness (HV)
Zirshot Y300	ZrO ₂ > 75% SiO ₂ < 25%	~0.3	4.6	1000

Table 4 summarizes the names of all the series and the treatment they were submitted to.

Table 4. Series designation and specifications.

18%Cr-WCI-Q	18%Cr-WCI + Austenizing (1000 °C-6 h) + Air Quenching
18%Cr-WCI-T	18%Cr-WCI-Q + Tempering (500 °C-8 h)
18%Cr-WCI-2T	18%Cr-WCI-Q + Double tempering (500 °C-8 h)
18%Cr-WCI-SP	18%Cr-WCI-Q + SP (100% coverage)

2.3. Optical Microscopy Analysis

To analyze microstructural changes after the different treatments, samples were metallographically prepared and observed by means of optical and electronic (SEM JEOL JSM 5600, Tokyo, Japan) microscopes. Some samples of each series were cross sectioned, impregnated in mounting resin, ground sequentially with a range of up to 1200 grit SiC sandpapers, subsequently polished using soft cloths with abrasive diamond paste (grain sizes of 6 µm and 1 µm), and finally etched with a 2% Nital solution.

Figure 1 shows the microstructures obtained from an optical analysis of 18%Cr-WCI specimens after all different treatments (thermal and mechanical). After 1000 °C-6 h quenching and air-cooling treatment, the microstructure reveals small carbides K₂ (Cr₇C₃) in proeutectic austenite/martensite, and a matrix formed by K₂ (Cr₇C₃) eutectic carbides and eutectic austenite/martensite (Figure 1a). After a tempering treatment (500 °C-8 h), the optical microstructure reveals small k₂(Cr₇C₃) carbides much more homogenous in a tempered martensite and unaltered eutectic K₂ (Cr₇C₃) carbides (Figure 1b). After a double tempering treatment (500 °C-8 h each) the microstructure, observed by optical microscopy, seems quite similar to the simple tempered one (Figure 1c). Results from the X-ray analysis (see point 2.3) also reveal the presence of secondary carbides Kc (M₃C).

Figure 1d shows the microstructure of quenched specimen with SP treatment. Because of the high hardness of the material, the thickness of the surface affected layer is not so large, around 10 µm (orange square in the micrograph). In this zone, a greater density of small K₂ carbides is present in proeutectic austenite/martensite. The rest of the microstructure is similar to the 18%Cr-WCI-Q.

All these data will be corroborated by X-ray diffraction analysis and SEM observation exposed in the next sections.

2.4. Phase Analysis by X-Ray Diffraction and SEM Observation

In order to support the aforementioned microstructural observations and to quantify phase changes caused by the different treatments, X-ray diffraction analysis was performed on the surface of the samples by means of a Seifert XRD 3000 T/T diffractometer (Seifert, Massillon, OH, USA). Parfocal Bragg-Brentano optical configuration was used with a coupled Theta-Theta movement, i.e., inverse rotation of tube and detector (being placed at the end of the primary and secondary diffractometer arms, respectively) and with the specimen fixed in the center of the goniometer. Furthermore, the radiation is emitted by a thin line molybdenum focus working at 40 kV × 40 mA, and it is then monochromatized to the Kα doublet (λ₁ = 0.709316 Å and λ₂ = 0.713607 Å) by means of a primary filter of zirconium and a secondary monochromator of highly oriented pyrolytic graphite (HOPG). Finally, the collimation of radiation is achieved by the following fixed slit set: 1°-divergence, 2°-antichatter, and 0.1 mm-receiving

slits. On the other hand, patterns were registered by a scintillation detector (NaI (Tl)) between 12° y 36° in 2 Theta on fixed mode, with steps of 0.025° and 60 s per point.

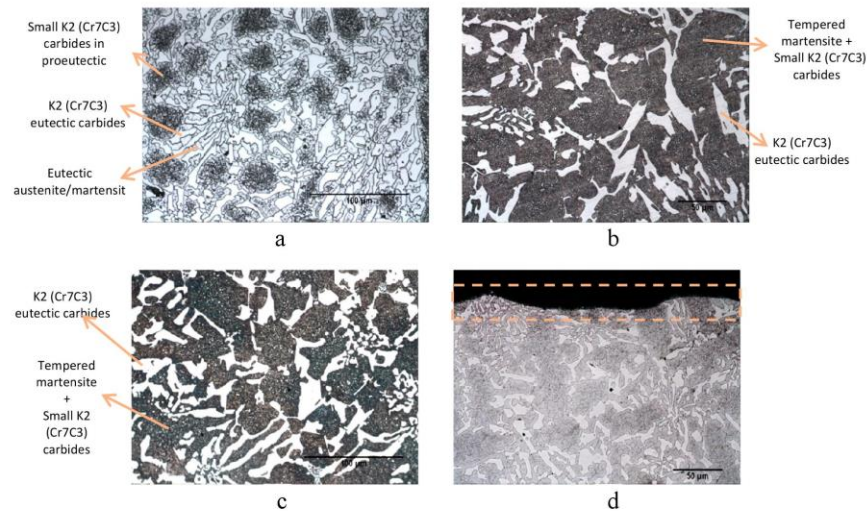


Figure 1. Microstructures (Optical microscope) of 18%Cr-WCI specimens after different treatments. (a) 18%Cr-WCI-Q (500 \times); (b) 18%Cr-WCI-T (500 \times); (c) 18%Cr-WCI-2T (500 \times); (d) 18%Cr-WCI-SP (500 \times).

A fraction of present phases was calculated by means of the analysis of the diffractograms obtained by X-ray analysis (Figure 2) using Rietveld structural refinement method [39]. These data are discussed, together with SEM analysis (Figure 3), to justify the obtained results.

X-ray analysis performed on 18%Cr-WCI-Q sample (Figure 2a) reveals the presence of martensite, austenite, and K_2 (Cr_7C_3) carbides in 55, 13, and 32% of the weight, respectively. These results are consistent with the SEM image (Figure 3a) where it is possible to see small K_2 (Cr_7C_3) carbides in proeutectic austenite/martensite, and a eutectic matrix form by K_2 (Cr_7C_3) eutectic carbides and eutectic austenite/martensite. This analysis matches the optical microscopic analysis exposed earlier.

After tempering treatment (500 $^\circ$ C-8h), destabilization of austenite took place. DRX analysis (Figure 2b) shows the disappearance of practically all the austenite (1% remaining) giving place to an increment of martensite (from 55% to 67%). The proportion of the k_2 (Cr_7C_3) carbides remains constant. SEM observation (Figure 3b), in agreement with optical analysis, shows a more homogenous distribution of small K_2 (Cr_7C_3) carbides.

After double tempering treatment (500 $^\circ$ C-8 h each) the residual austenite was still around 1%, while a partial redissolution of K_2 carbides took place, decreasing to 27%. On the other hand, superior bainite (CFe_3) (12%) is formed into the matrix (Figure 2c). SEM analysis of 18%Cr-WCI-2T sample allows to detect the above-mentioned phases (Figure 3c): Eutectic K_2 (Cr_7C_3) carbides (darker) and small K_2 (Cr_7C_3) (spherical) together with fine and elongated (CFe_3) carbides in a matrix of martensite.

Figure 2d shows the diffractogram of semiquantitative analysis of the 18%Cr-WCI-SP sample. Results show that plastic deformation induced by shot peening treatment induced the transformation of all the residual austenite. In this case, destabilization of the austenite tends to form small K_2 (Cr_7C_3) carbides on the top surface of the sample, as supported by the X-ray analysis. These carbides are also visible on SEM observation (Figure 3d). Zirconia (ZrO_2) phase is also present in the XRD analysis of this sample (7%) (Figure 2d). This is because the shots used in the shot peening treatment were made of Zirconia, which could be embedded on the material surface.

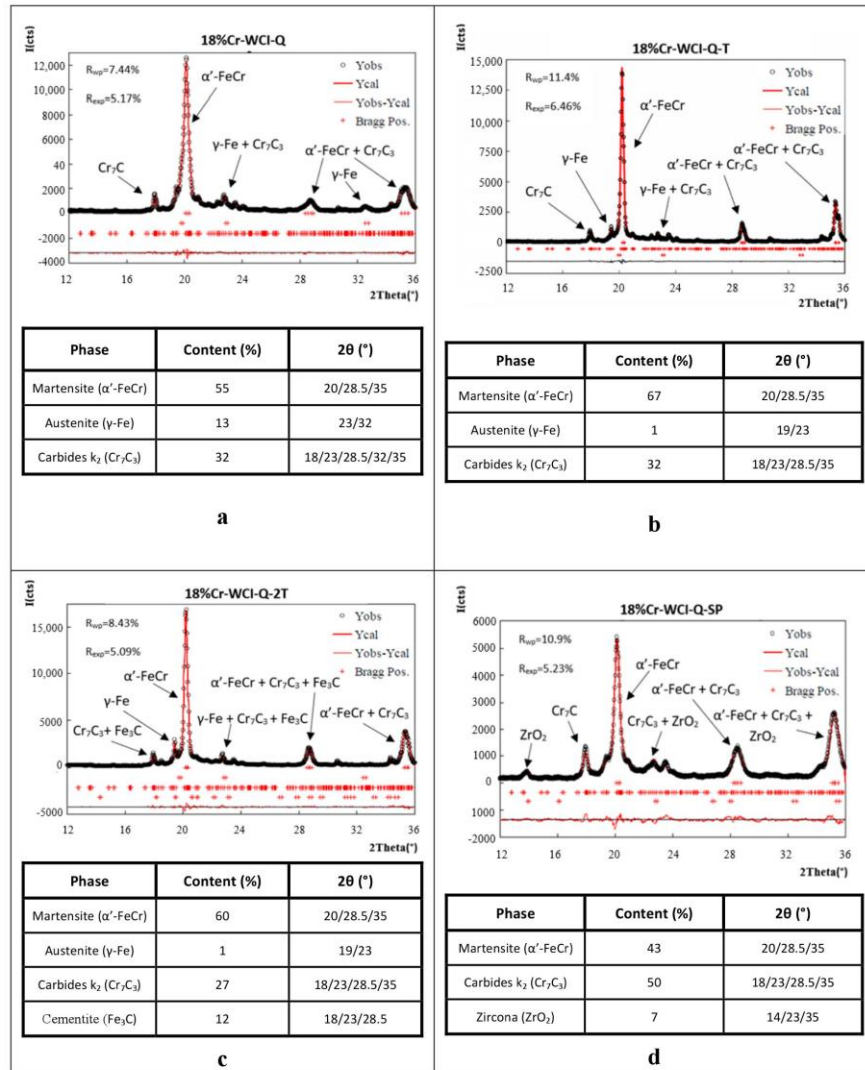


Figure 2. Phase analysis by X-ray diffraction after different treatments. (a)18%Cr-WCI-Q; (b) 18%Cr-WCI-T; (c) 18%Cr-WCI-2T; (d) 18%Cr-WCI-SP.

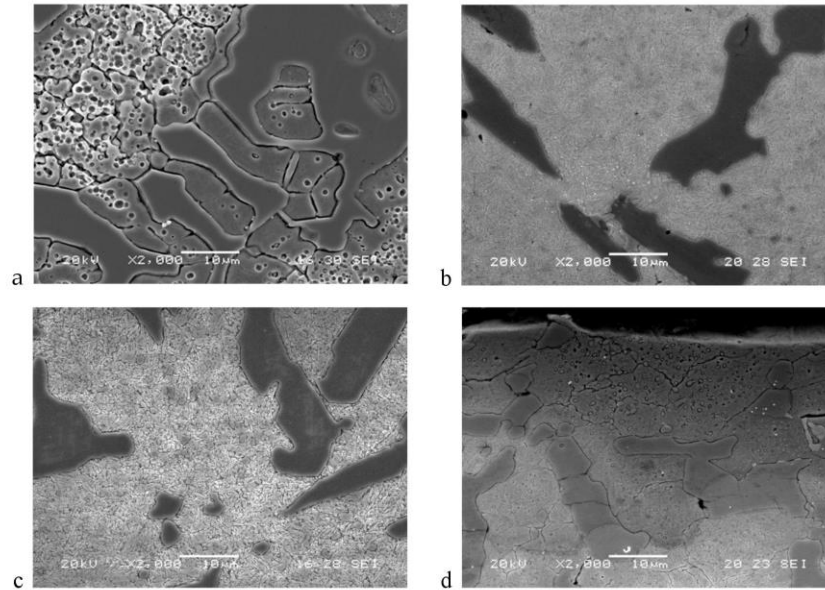


Figure 3. SEM microstructures of 18%Cr-WCI specimens after different treatments. (a) 18%Cr-WCI-Q; (b) 18%Cr-WCI-T; (c) 18%Cr-WCI-2T; (d) 18%Cr-WCI-SP.

In order to corroborate the results of residual austenite obtained by means of Seifert XRD 3000 T/T diffractometer analysis (Seifert, Massillon, OH, USA), new measurements were carried out with a Stresstech G3R diffractometer (Stresstech, Jyväskylä, Finland). Knowing the carbides percentage previously, the austenite measurements are based on the calculation of the area under the ferrite and austenite diffraction peaks. This area is proportional to the content of every phase [40]. The diffraction peak was detected in 45° position of the rotation angle, Ψ , and 20 different positions were measured around φ angle, which is located on the plane specimen, between -45° and $+45^\circ$ angle position. The measurements were taken considering four peaks (two for the ferrite and two for the austenite). Firstly, making use of the A and B detectors, the two austenite peaks located in 130° and 80° were measured respectively; after that, detectors were changed to the ferrite angles, 156.4° and 106.1°, and the measurements were repeated in the same 20 positions from -45° to $+45^\circ$, always in Ψ angle, 45° position. The parameters used are summarized in Table 5.

Table 5. Parameters used in residual austenite measurements with Stresstech G3R diffractometer.

Maximum Voltage (kV)	30	Maximum Intensity (mA)	6.7
Radiation	Cr K α . $\lambda = 0.2291$ nm	Carbides (%)	0–Vc *
Filter	Vanadio	Colimator diameter (mm)	5
Austenite plane	(220) (200)	Austenite diffraction angle ($2\theta^\circ$)	130 80
Ferrite plane	(211) (200)	Ferrite diffraction angle ($2\theta^\circ$)	156.4 106.1

* carbides content.

The values obtained in each series are shown in Figure 4 and the observed trend agrees with the measurements obtained using the Seifert device.

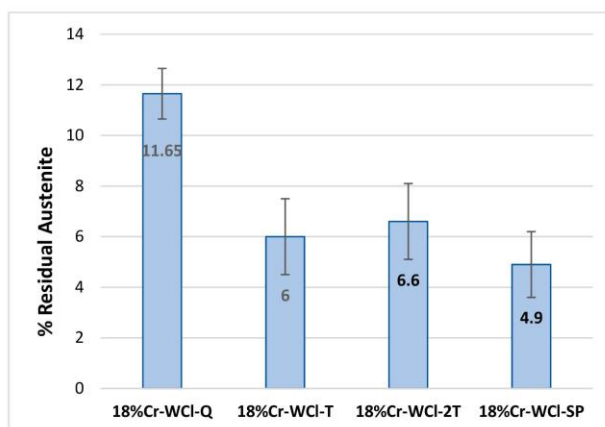


Figure 4. Residual austenite (%) in specimens after different treatments.

These results corroborate that SP treatments allow to reduce the amount of residual austenite obtained after quenching due to the induced plastic deformation. A similar effect was observed in the tempered samples but in this case due to the applied heat treatment.

2.5. Hardness Measurement

Hardness level after the applied treatments was measured by means of a Vickers microhardness tester (Mahr GmbH, Göttingen, Germany). Measurements were performed in the matrix because hardness of eutectic carbides remains constant after treatments. Hardness values of heat-treated series are shown in Table 6.

Table 6. Series designation and specifications.

Series	HV
18%Cr-WCI-Q	783 ± 12
18%Cr-WCI-T	575 ± 9
18%Cr-WCI-2T	700 ± 39

With the aim to assess the hardening induce by SP along the upper layer of the material, microhardness measurements were also taken on the transversal section of the shot peened specimens using a diamond Vickers indenter and applying a maximum force of 100 gf. The load was applied gradually at a constant rate of 1 N/s with a dwell time of 15 s. Three measurements were performed at each depth and the average value is reported considering the heterogeneity of the material and the error of the different measurements. Variations of the microhardness from the shot peened surface (0 µm in depth) to the bulk material are presented in Figure 5 for 18Cr-WCI-SP samples.

As can be observed from the presented results, tempering treatments contribute to decrease hardness of the samples, while SP treatment increases hardness in the upper layer of the material up to 300 µm in depth approximately. The work-hardening and the increase of the amount of small K_2 (Cr_7C_3) carbides induced by SP treatment (Figure 3d) are responsible of this increase. Hardness reaches a peak value of 929HV at 29 µm from the surface, and progressively decreases until reaching a hardness value similar to the tempered specimen, at a depth close to 300 µm.

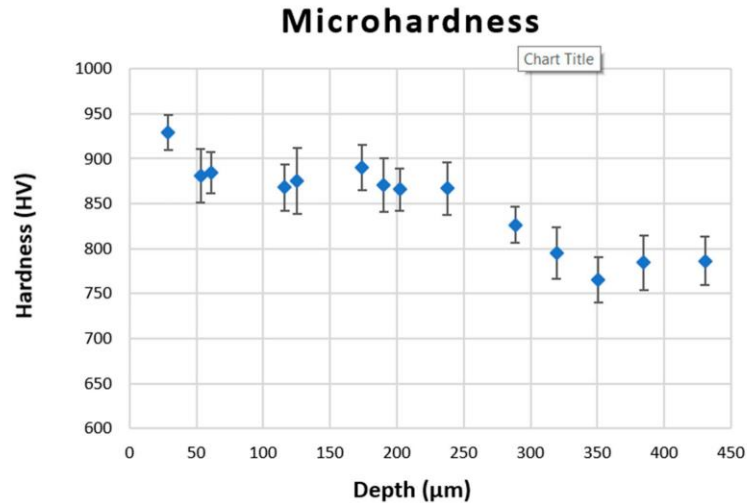


Figure 5. Hardness profile in shot peened specimen.

2.6. Roughness Measurement

Shot peening is also known to change the surface topography. Table 7 shows the main roughness parameters, including the arithmetic average of the deviations of the roughness profile from the centerline along the evaluation length (Ra), the quadratic average of the deviations of the roughness profile from the midline along the evaluation length (Rq), and the arithmetic mean of all the peak-valley values of the profile obtained (Rz), with the corresponding standard deviation. A contact roughness tester Mahr Marsurf M300 (Mahr GmbH, Göttingen, Germany) was used following ISO 4287, ASME B46.1/DIN 4768 standard. Five measurements on each specimen were averaged, using a Gaussian filter of 0.8 mm. The results show higher surface roughness and more irregularities in SP treated specimens, as confirmed by the optical analysis of the transversal section.

Table 7. Roughness values.

Sample	Roughnes Parameter	Average Values
18%Cr-WCI-Q	Ra	0.172 ± 0.087
	Rq	0.273 ± 0.142
	Rz	1.272 ± 0.544
18%Cr-WCI-T	Ra	0.143 ± 0.091
	Rq	0.172 ± 0.227
	Rz	0.970 ± 0.599
18%Cr-WCI-2T	Ra	0.121 ± 0.088
	Rq	0.152 ± 0.121
	Rz	0.820 ± 0.629
18%Cr-WCI-SP	Ra	0.213 ± 0.025
	Rq	0.116 ± 0.034
	Rz	0.662 ± 0.259

2.7. Erosion Tests

With the purpose of characterizing the influence of mechanical and heat treatments on erosion wear behavior of high chromium white cast irons, erosion tests were performed in a MTDA/G76

microtest machine (Microtest S.A., Madrid, Spain), following ASTM G76-04 standard. The test consists on impacting the sample surface with a compressed air flux containing corundum particles. The jet nozzle was located 100 mm over the specimen with an inclination of 90° from the horizontal. The flux was applied at 1 bar pressure. Even though ASTM G76-04 standard recommends rectangular geometry of samples, approximately $10 \times 30 \text{ mm}^2$ and 2 mm thick, in this study, the specimen's geometry was a parallelepiped of $20 \times 40 \text{ mm}^2$ section and 10 mm thick because of machine requirements. ASTM G76-04 standard accepts such modification as long as it is documented.

In this study, four tests were performed on each sample during different exposure times in different points of the surface sample. Three samples per each series were tested. The weight of the specimens was measured before and after each test in order to calculate weight loss. Erosion rate was calculated as a function of the weight loss over time and is shown in Figure 6. The lower erosion rate, the better erosion behavior.

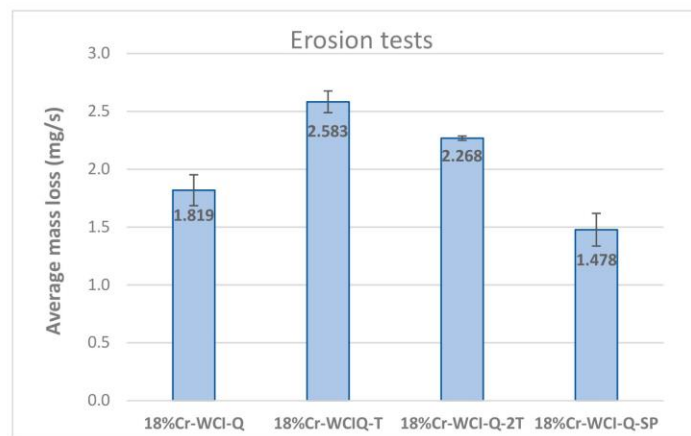


Figure 6. Erosion rate (weight loss over time).

The results show that the 18%-WCI-SP series presents the best erosion wear behavior. The effects induced by SP, surface hardening, and residual austenite transformation, contribute to improve erosion resistance of 18% white cast iron. However, series with a tempering and double tempering treatment after the quenching show a higher weight loss. On the other hand, and only comparing the tempered specimens, it is important to mention that in the case of double tempered specimen the estimated weight loss was lower, mainly due to the presence of very hard precipitated secondary carbides (Fe_3C).

3. Conclusions

A total of 18% chromium white cast iron, usually used in wear resistant parts (mineral processing, cement production, and steel manufacturing industries), was submitted to different treatments, thermal and mechanical, with the aim of improving its erosion wear behavior.

Samples submitted to shot peening treatment show the best erosion behavior of all series, due to the induced top surface hardening and the complete transformation of the residual austenite in the upper layer of the material because of the plastic deformation induced by the treatment.

Nevertheless, tempering treatment (500°C -8 h), which was applied after quenching in air (1000°C -6 h), produces the destabilization of austenite (slight amount remaining), resulting in an increase of martensite. After the second tempering treatment (500°C -8 h) the amount of residual austenite remains similar, while a partial redissolution of small K_2 carbides takes place and superior bainite (CFe_3) (12%) is formed. In both cases, after tempering, the material became softer and the

weight loss after erosion test was higher. Between these two series, double tempered specimens show better erosion wear behavior (lower weight loss) than simple tempered ones, mainly due to the presence of very hard precipitated secondary carbides (Fe_3C).

The analysis of the results indicates that shot peening could be an interesting treatment to improve erosion wear behavior of 18% chromium white cast iron components, while decreasing energetic costs and manufacturing times associated to long tempering treatments.

Author Contributions: Data curation, A.Z.; Formal analysis, L.B.P. and A.Z.; Investigation, J.G.; Methodology, J.G. and L.B.P.; Supervision, I.F.-P.; Validation, I.F.-P.; Writing – original draft, J.G.; Writing – review & editing, I.F.-P.

Funding: Resources of the department of materials science and metallurgical engineering of the University of Oviedo.

Conflicts of Interest: There are no conflicts of interest in this research.

References

- Rundman, K.B.; Lacoviello, F. *Cast Irons*, 2nd ed.; Elsevier Inc.: Amsterdam, The Netherlands, 2016.
- Singh, R. *Applied Welding Engineering; Processes; Codes and Standards*; Butterworth-Heinemann: Oxford, UK, 2015.
- Matsubara, Y.; Sasaguri, N.; Shimizu, K.; Yu, S.K. Solidification and abrasion wear of white cast irons alloyed with 20% carbide forming elements. *Wear* **2001**, *250*, 502–510. [[CrossRef](#)]
- Adler, T.A.; Dogan, Ö.N. Erosive wear and impact damage of high-chromium white cast irons. *Wear* **1999**, *225–229*, 174–180. [[CrossRef](#)]
- Çetinkaya, C. An investigation of the wear behaviours of white cast irons under different compositions. *Mater. Des.* **2006**, *27*, 437–445. [[CrossRef](#)]
- Jia, X.; Hao, Q.; Zuo, X.; Chen, N.; Rong, Y. High hardness and toughness of white cast iron: The proposal of a novel process. *Mater. Sci. Eng. A* **2014**, *618*, 96–103. [[CrossRef](#)]
- Karantzalis, A.E.; Lekatou, A.; Mavros, H. Microstructural Modifications of As-Cast High-Chromium White Iron by Heat Treatment. *J. Mater. Eng. Perform.* **2009**, *18*, 174–181. [[CrossRef](#)]
- Tabrett, C.P.; Sare, I.R. The effect of heat treatment on the abrasion resistance of alloy white irons. *Wear* **1997**, *203–204*, 206–219. [[CrossRef](#)]
- Wiengmoon, A.; Chairuangri, T.; Brown, A.; Brydson, R.; Edmonds, D.V.; Pearce, J.T.H. Microstructural and crystallographical study of carbides in 30wt.%Cr cast irons. *Acta Mater.* **2005**, *53*, 4143–4154. [[CrossRef](#)]
- Tang, X.H.; Chung, R.; Pang, C.J.; Li, D.Y.; Hinckley, B.; Dolman, K. Microstructure of high (45 wt.%) chromium cast irons and their resistances to wear and corrosion. *Wear* **2011**, *271*, 1426–1431. [[CrossRef](#)]
- Laird, G.; Gundlach, R.; Röhrig, K. *Abrasion-Resistant Cast Iron Handbook*; American Foundry Society: Schaumburg, IL, USA, 2000.
- Gundlach, R. High-alloy white irons. In *ASM Handbook Volume 15: Casting*, formerly 9th ed.; Metals Handbook; ASM International: Geauga County, OH, USA, 1988; pp. 395–448.
- Schön, C.; Sinatora, A. Simulation of solidification paths in high chromium white cast irons for wear applications. *Calphad* **1998**, *22*, 437–448. [[CrossRef](#)]
- Pero, J.; Plaza, D.; Verdeja, J.; Asensio, J. Metallographic Characterization of Hypoeutectic Martensitic White Cast Irons: Fe-C-Cr System. *Mater. Charact.* **1999**, *43*, 33–39. [[CrossRef](#)]
- Albertin, E.; Sinatora, A. Effect of carbide fraction and matrix microstructure on the wear of cast iron balls tested in a laboratory ball mill. *Wear* **2001**, *250*, 492–501. [[CrossRef](#)]
- Liu, F.; Jiang, Y.; Xiao, H.; Tan, J. Study on fragmentation and dissolution behavior of carbide in a hot-rolled hypereutectic high chromium cast iron. *J. Alloys Compd.* **2015**, *618*, 380–385. [[CrossRef](#)]
- Fernández-Pariente, I.; Belzunce-Varela, F.J. Influencia de diversos tratamientos térmicos en la microestructura de una fundición blanca con alto contenido en cromo. *Rev. Metal.* **2006**, *42*, 279–286.
- Dogan, O.N.; Hawk, J.A.; Laird, Y.G., II. Solidification structure and abrasion resistance of high chromium white irons. *Metall. Mater. Trans. A* **1997**, *28*, 1315–1328. [[CrossRef](#)]
- Fairhurst, W.; Röhrig, K. Abrasion resistant high chromium cast irons. *Foundry Trade J.* **1974**, *136*, 685–698.
- Pero, J.A. *Fundiciones Férricas*; Ed. Dossat: Madrid, Spain, 1994.

21. Heino, V.; Kallio, M.; Valtonen, K.; Kuokkala, V.-T. The role of microstructure in high stress abrasion of white cast irons. *Wear* **2017**, *388–389*, 119–125. [[CrossRef](#)]
22. Cui, W.; San-Martin, D.; Rivera, P.E.J. Stability of retained austenite in martensitic high carbon steels. Part I: Thermal stability. *Mater. Sci. Eng. A* **2018**, *711*, 683–695. [[CrossRef](#)]
23. Cui, W.; Gintalas, M.; Rivera, P.E.J. Stability of retained austenite in martensitic high carbon steels. Part II: Mechanical stability. *Mater. Sci. Eng. A* **2018**, *711*, 696–703. [[CrossRef](#)]
24. Gasan, H.; Ertuk, F. Effects of a destabilization heat treatment on the microstructure and abrasive wear behavior of high chromium white cast iron investigated using different characterization techniques. *Metall. Mater. Trans. A* **2013**, *44*, 4993–5005. [[CrossRef](#)]
25. Ribeiro, L.; Barbosa, A.; Viana, F.; Baptista, A.M.; Dias, C.; Ribeiro, C.A. Abrasion wear behaviour of alloyed and chilled cast irons. *Wear* **2011**, *270*, 535–540. [[CrossRef](#)]
26. Bagherifard, S.; Slawik, S.; Fernández, I.; Pauly, C.; Mücklich, F.; Guagliano, M. Nanoscale surface modification of AISI 316L stainless steel by severe shot peening. *Mater. Des.* **2016**, *102*, 68–77. [[CrossRef](#)]
27. Guagliano, M.; Vergani, L. An approach for prediction of fatigue strength of shot peened components. *Eng. Fract. Mech.* **2004**, *71*, 501–512. [[CrossRef](#)]
28. Colombo, C.; Guagliano, M.; Vergani, L. Fatigue Crack Growth Behaviour of nitrided and Shot Peened Specimens. *SID* **2005**, *1*, 253–265.
29. Almen, J.O.; Black, P.H. *Residual Stresses and Fatigue in Metals*; McGraw-Hill: New York, NY, USA, 1963.
30. Bagherifard, S.; Fernández-Pariente, I.; Ghelichi, R.; Guagliano, M. Effect of severe shot peening on microstructure and fatigue strength of cast iron. *Int. J. Fatigue* **2014**, *65*, 64–70. [[CrossRef](#)]
31. Liu, J.; Pang, M. Fatigue life prediction of shot-peened steel. *Int. J. Fatigue* **2012**, *43*, 134–141. [[CrossRef](#)]
32. Real, E.; Rodríguez, C.; Belzunce, F.J.; Sanjurjo, P.; Canteli, A.F.; Fernández, I. Fatigue behaviour of duplex stainless steel reinforcing bars subjected to shot peening. *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.* **2009**, *32*, 567–572. [[CrossRef](#)]
33. Bagherifard, S.; Fernández, I.; Ghelichi, R.; Guagliano, M. Fatigue behavior of notched steel specimens with nanocrystallized surface obtained by severe shot peening. *Mater. Des.* **2013**, *45*, 497–503. [[CrossRef](#)]
34. Fernández, I.; Guagliano, M. About the role of residual stresses and surface work hardening on fatigue ΔK_{th} of a nitrided and shot peened low-alloy steel. *Surf. Coat. Technol.* **2008**, *202*, 3072–3080. [[CrossRef](#)]
35. Mhaede, M. Influence of surface treatments on surface layer properties; fatigue and corrosion fatigue performance of AA7075 T73. *Mater. Des.* **2012**, *41*, 61–66. [[CrossRef](#)]
36. Hashemi, B.; Yazdi, M.R.; Azar, V. The wear and corrosion resistance of shot peened–nitrided 316L austenitic stainless steel. *Mater. Des.* **2011**, *32*, 3287–3292. [[CrossRef](#)]
37. González, J.; Bagherifard, S.; Guagliano, M.; Fernández, I. Influence of different shot peening treatments on surface state and fatigue behaviour of Al 6063 alloy. *Eng. Fract. Mech.* **2017**, *185*, 72–81. [[CrossRef](#)]
38. Imurai, S.; Thanachayanont, C.; Pearce, J.T.H.; Chairuangri, T. Microstructure and erosion-corrosion behaviour of as-cast high chromium white irons containing molybdenum in aqueous sulfuric-acid slurry. *Arch. Metal. Mater.* **2015**, *60*, 919–923. [[CrossRef](#)]
39. McCusker, L.B.; von Dreele, R.B.; Cox, D.E.; Louërd, D.; Scardie, P. Rietveld refinement guidelines. *J. Appl. Cryst.* **1999**, *32*, 36–50. [[CrossRef](#)]
40. ASTM. E975-03 Standard Practice for X-Ray Determination of Retained Austenite in Steel with Near Random Crystallographic Orientation. *ASTM Int.* **2008**, *E975-13*, 1–7.



© 2019 by the authors. Licensee MDPI, Basel, Switzerland. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

5. Conclusiones generales

Tras someter distintas aleaciones metálicas a tratamientos de SP convencionales y severos se han puesto de manifiesto ciertos cambios inducidos por los tratamientos que repercuten de manera directa en el comportamiento a fatiga y a desgaste de los materiales.

Es evidente que los tratamientos de SP inducen un campo de tensiones residuales en las muestras, y que el espesor que abarca este campo es superior tras aplicar tratamientos severos. En cambio, el valor máximo de tensión inducido puede no variar entre el tratamiento convencional y severo. Depende del material al que se le esté aplicando y cual sea el nivel de energía transmitido en el tratamiento convencional.

Además, los tratamientos de SP, tanto convencionales como severos consiguen inducir un endurecimiento por deformación en las capas más superficiales, aunque la profundidad de capa afectada por el endurecimiento suele ser similar en ambos casos.

Con los tratamientos severos, es posible conseguir afinos de grano en la capa superficial de los materiales, y tanto el afino como el espesor en el que se consigue, es función de la cantidad de energía que se transmite al material, pero no de manera directamente proporcional. Dobles cantidades de energía no consiguen el doble de afino ni el doble de profundidad, pero sí continúan afinando el grano y aumentando el espesor de la capa afectada.

Todos estos efectos contribuyen a mejorar el comportamiento a fatiga del material, pero esta mejoría se ve condicionada por el nivel de daño introducido en la superficie. Valores de tensiones residuales más altos, mayores valores de endurecimiento superficial y mayor afino del grano, pueden no ser todo lo beneficiosos que pudieran si los impactos son demasiado agresivos para el material y generan daños importantes. Es importante elegir parámetros acordes con las propiedades del material a tratar para conseguir los mejores resultados ante ciertas aplicaciones.

También se ha comprobado la capacidad del SP para contribuir al cambio de algunas fases, como la austenita. Esto puede ser muy interesante pues el tratamiento consigue eliminar algunas fases indeseables sin perder dureza, e incluso aumentándola, lo que lo hace potencialmente interesante para muchas aplicaciones, como por ejemplo, componentes sometidos a desgaste.

6. Referencias

Abyaneh, 1996.

M. Abyaneh. Fundamental Aspects of Shot Peening Coverage Control Part One: Formulation of Single and Multiple Impacting. Proceedings of the 6th International Conference on Shot Peening. USA. 1996. 438-447.

Akhtar, 2008.

S.K. Akhtar, F. Babak, T. Laszlo. Effect of grain refinement on mechanical properties of ball-milled bulk aluminum. Materials Science and Engineering: A. 2008. 489 (1-2). 77-84.

Alhamidi, 2014.

A. Alhamidi, Z. Horita. Application of high-pressure torsion to Al-6 %Cu-0.4 %Zr alloy for ultrafine-grain refinement and superplasticity. J Mater Sci. 2014. 49. 6689–6695.

Almen, 1942.

J.O. Almen. Shot blasting test. U.S. Patent 2, 350, 440. 1942.

Almen, 1963.

J.O. Almen, P.H. Black. Residual stresses and fatigue in metals. McGraw-Hill. New York. 1963.

Bagherifard y Guagliano, 2012.

Bagherifard S, Guagliano M. Fatigue behaviour of a low-alloy steel with a nanostructured surface obtained by severe shot peening. Eng Fract Mech. 2012. 81. 56-68.

Bagherifard, 2009.

S. Bagherifard, M. Guagliano. Review of shot peening processes to obtain nanocrystalline surfaces in metal alloys. Surface engineering. 2009. 25. 3-14.

Bagherifard, 2010.

S. Bagherifard, I. Fernández Pariente, R. Ghelichi, M. Guagliano. Fatigue properties of nanocrystallized surfaces obtained by high energy shot peening. Procedia engineering. 2010. 2. 1683-1690.

Bagherifard, 2012.

S. Bagherifard, R. Ghelichi, M. Guagliano. On the shot peening surface coverage and its assessment by means of finite element simulation: A critical review and some original developments. Applied Surface Science. 2012. 259. 186-194.

Bagherifard, 2014.

S. Bagherifard, I. Fernandez-Pariente, R. Ghelichi, M. Guagliano. Effect of severe shot peening on microstructure and fatigue strength of cast iron. International Journal of Fatigue. 2014. 65. 64-70.

Bagherifard, 2016.

S. Bagherifard, S. Slawik, I. Fernandez Pariente, C. Pauly, F. Mücklich, M. Guagliano. Nanoscale Surface modification of AISI 316L stainless steel by severe shot peening. Mater. Des. 2016. 102. 68-77.

Bagherifard, 2018.

S. Bagherifard, D.J. Hickey, S. Fintová, F. Pastorek, I. Fernández-Pariente, M. Bandini, T.J. Webster, M. Guagliano. Effects of nanofeatures induced by severe shot peening (SSP) on mechanical, corrosion and cytocompatibility properties of magnesium alloy AZ31. Acta Biomaterialia. 2018. 66. 93-108.

Balyanov, 2004.

A. Balyanov, J. Kutnyakova, N.A. Amirkhanova, V.V. Stolyarov, R.Z. Valiev, X.Z. Liao, Y.H. Zhao, Y.B. Jiang, H.F. Xu, T.C. Lowe, Y.T. Zhu. Corrosion resistance of ultra fine-grained Ti. Scripta Materialia. 2004. 51. 225-229.

Benedetti, 2002.

M. Benedetti, V. Fontanari, B. Hohn, P. Oster, T. Tobie. Influence of shot peening on bending tooth fatigue limit of case-hardened gears. Int J Fatigue 2002. 24. 1127-1136.

Benedetti, 2009.

M. Benedetti, V. Fontanari, P. Scardi, C.L.A. Ricardo, M. Bandini. Reverse bending fatigue of shot peened 7075-T651 aluminium alloy: The role of residual stress relaxation. International Journal of Fatigue. 2009. 31. 1225-1236.

Börner, 1997.

L. Börner, J. Eckert. Nanostructure formation and steady-state grain size of ball-milled iron powders. Materials Science and Engineering: A. 1997. 226-228. 541-545.

Brownlee, 1953.

K.A. Brownlee, J.L. Hodges, M. Rosenblatt. The up-and-down method with small samples. J Am Stat Assoc. 1953. 48. 262-77.

Champaigne, 1992.

J. Champaigne. Shot peening intensity measurement. The Shot Peener Magazine. 1992.

Cheng, 2018.

W. Cheng, W. Long, W. Xiaogui, X. Yangjian. Numerical study of grain refinement induced by severe shot peening. International Journal of Mechanical Sciences. 2018. 146-147. 280-294.

Dai, 2007.

K. Dai, L. Shaw. Comparison between shot peening and surface nanocrystallization and hardening processes. Mater. Sci. Eng: A. 2007. 463. 46-53.

Darling, 2014.

K.A. Darling, M.A. Tschopp, R.K. Guduru, W.H. Yin, Q. Wei, L.J. Kecskes. Microstructure and mechanical properties of bulk nanostructured Cu-Ta alloys consolidated by equal channel angular extrusion. Acta Materialia. 2014. 76. 168-185.

Dixon, 1969.

W. Dixon, F. Massey. Introduction to statistical analysis. New York. 1969.

Estrin, 2010.

Y. Estrin, A. Vinogradov. Fatigue behaviour of light alloys with ultrafine grain structure produced by severe plastic deformation: An overview. International Journal of Fatigue. 2010. 32. 898-907.

Farahani, 2014.

M.V. Farahani, E. Emadoddin, M. Emamy, A. H. Raouf. Effect of grain refinement on mechanical properties and sliding wear resistance of extruded Sc-free 7042 aluminum alloy. Materials and Design. 2014. 54. 361-367.

Farrahi, 2002.

G.H. Farrahi, D.J. Smith, W.X. Zhu, C.A. McMahon. Influence of residual stress on fatigue life of hot forged and shot blasted Steel components. IJE Transactions B: Applications. 2002. 15. 79-86.

Farrahi, 2006.

G.H. Farrahi, G.H. Majzoubi, F. Hosseinzadeh, S.M. Harati. *Experimental evaluation of the effect of residual stress field on crack growth behaviour in C(T) specimen. Engineering Fracture Mechanics.* 2006. 73. 1772-1782.

Farrahi, 2006.

G.H. Farrahi, H. Ghadbeigi. *An investigation into the effect of various Surface treatments on fatigue life of a tool steel. Journal of Materials Processing Technology.* 2006. 174. 318-324.

Fecht, 1990.

H.J. Fecht, E. Hellstern, Z. Fu, W.L. Johnson. *Nanocrystalline metals prepared by high-energy ball milling. Metall. Mater. Trans. A.* 1990. 21. 2333-2337.

Fernández, 2008.

I. Fernández-Pariente, M. Guagliano. *About the role of residual stresses and surface work hardening on fatigue ΔK_{th} of a nitrided and shot peened low-alloy steel. Surface & Coatings Technology.* 2008. 202. 3072-3080.

Foppl, 1929.

O. Foppl. *Compression of the Surface of Steel Machine Parts. Stahl und Eisen.* 1929. 49. 575-577.

Frye, 1938.

J. H. Frye, G. L. Kehl. *American Society for Metals Transactions.* 1938. 26. 192-218.

Gazder, 2008.

A.A. Gazder, C. Wenquan, C.H.J. Davies, E.V. Pereloma. *An EBSD investigation of interstitial-free steel subjected to equal channel angular extrusion. Materials Science and Engineering: A.* 2008. 497. 341-352.

González, 2013.

J. González. *Caracterización, por difracción de rayos, de las tensiones residuales generadas en procesos de shot peening. Departamento de ciencia de materiales e ingeniería metalúrgica de la Universidad de Oviedo.* 2013.

González, 2017.

Juan González, Sara Bagherifard, Mario Guagliano, Ines Fernández Pariente. *Influence of different shot peening treatments on surface state and fatigue behaviour of Al 6063 alloy. Engineering Fracture Mechanics.* 2017. 185. 72-81.

Guechichi, 2006.

H. Guechichi, L. Castex. Fatigue limits prediction of surface treated materials. Journal of Materials Processing Technology. 2006. 172. 381-387.

Hanlon, 2003.

T. Hanlon, Y.-N. Kwon, S. Suresh. Grain size effects on the fatigue response of nanocrystalline metals. Scripta Materialia. 49. 2003. 675-680.

Harai, 2008.

Y. Harai, Y. Ito, Z. Horita. High-pressure torsion using ring specimens. Scripta Materialia. 2008. 58 (6). 469-472.

Hashemi, 2011.

B. Hashemi, M. Rezaee Yazdi, V. Azar. The wear and corrosion resistance of shot peened–nitrided 316L austenitic stainless Steel. Materials and Design. 2011. 32. 3287-3292.

Hassani, 2015.

S. M. Hassani-Gangaraj, K. S. Cho, H.J.L. Voigt, M. Guagliano, C. A. Schuh. Experimental assessment and simulation of surface nanocrystallization by severe shot peening. Acta Materialia. 2015. 97. 105-115.

Hawkinson, 1962.

E.E. Hawkinson. Shot peening – history. SAE ISTC Division 20. Colorado. 1962.

Hebesberger, 2005.

T. Hebesberger, H.P. Stüwe, A. Vorhauer, F. Wetscher, R. Pippan. Structure of Cu deformed by high pressure torsion. Acta Materialia. 2005. 53 (2). 393-402.

Heilmann, 1983.

P. Heilmann, W.A.T. Clark, D.A. Rigney. Orientation determination of subsurface cells generated by sliding. Acta Metall. 1983. 31. 1293-1305.

Hughes, 1995.

D. A. Hughes, D. B. Dawson, J. S. Korellis and L. I. Weingarten: Wear, 1995, 181–183, 458–468.

Iain, 1966.

F. Iain, J. Wolak, Y. Kabil. Erosion of Metals by Solid Particles. Journal of Materials. 69th Annual Meeting of ASTM. 1966. 682-700.

Iain, 1992.

F. Iain, G.R. Stevick, J.R. Ridgely. The influence of impingement angle on the erosion of ductile metals by angular abrasive particles. Wear. 1992. 152. 91-98.

Jang, 1990.

SPD 7. J.S.C. Jang, C.C. Koch. The hall-petch relationship in nanocrystalline iron produced by ball milling. Scr. Metall. Mater. 1990. 24. 1599-1604.

Kirk, 1999.

D. Kirk, M. Abyaneh. Theoretical basis of shot peening coverage control. The Shot Peener. 13 (3). 1999.

Kirk, 2003.

D. Kirk. Shot particle shapes. The Shot Peener Magazine. 2003.

Kirk, 2006.

D. Kirk. Saturation curve analysis and quality control. The shot peener. 2006. 24-30.

Kirk, 2008.

D. Kirk. Control of Peened Layer Development. The Shot Peener. 2008. 22 (3).

Leinonen, 2004.

J.I. Leinonen. Superior properties of ultra-fine-grained steels. Acta Polytechnica. 2004. 44 (3). 37-40.

Li, 2008.

H. Li-feng, W. Ying-hui, L. Bao-sheng, X. Bing-she. Microstructure evolution of AZ91D induced by high energy shot peening. Trans. Nonferrous metals society of China. 18. 2008. 1053-1057.

Liu, 2000.

G. Liu, J. Lu b, K. Lu. Surface nanocrystallization of 316L stainless steel induced by ultrasonic shot peening. Materials Science and Engineering: A. 2000. 286. 91-95.

Liu, 2000.

G. Liu, J. Lu, K. Lu. Surface nanocrystallization of 316L stainless steel induced by ultrasonic shot peening. Mater. Sci. Eng. A. 2000. 286. 91-95.

Marsh, 1993.

K.J. Marsh. Shot Peening: Techniques and Applications. EMAS. London. 1993.

MIC, 2005.

Metal improvement company, INC. Shot Peening Aplicaciones. Metal Improvement Company. 2005.

Miková, 2013.

K. Miková, S. Bagherifard, O. Bokuvka, M. Guagliano. Fatigue behavior of X70 microalloyed steel after severe shot peening. International Journal of Fatigue. 2013. 55. 33-42.

Miller, 1996.

K. J. Miller, R. Akid. The Application of Microstructural Fracture Mechanics to Various Metal Surface States. University of Sheffield. UK. 1996.

Moelle, 1995.

C.H. Moelle, H.J. Fecht. Thermal stability of nanocrystalline iron prepared by mechanical attrition. Nanostruct. Mater. 1995, 6, 421–424.

Moore, 1958.

M.G. Moore, W.P. Evans. SAE Transact. 1958.

Moridi, 2015.

A. Moridi, S.M. Hassani-Gangaraja, S. Vezzú, L. Trško, M. Guagliano. Fatigue behavior of cold spray coatings: The effect of conventional and severe shot peening as pre-/post-treatment. Surface and Coatings Technology. 2015 283 (15). 247-254.

Myllymaki, 1987.

R. Myllymaki. Residual Stress in Design. American Society for Metals. Metals Park. OH. 1987. 137-141.

Noyan, 1987.

I.C. Noyan, J.B. Cohen. Residual stress measurement by diffraction and interpretation. New York: Springer-Verlag. 1987.

Orlov, 2011.

D. Orlov, K.D. Ralston, N. Birbilis, Y. Estrin. Enhanced corrosion resistance of Mg alloy ZK60 after processing by integrated extrusion and equal channel angular pressing. Acta Materialia. 2011. 59. 6176-6186.

Prevéy, 2002.

P.S. Prevéy, J.T. Cammett. The effect of shot peening coverage on residual stress, cold work and fatigue in a Ni-Cr-Mo low alloy Steel. Proceedings International Conference on Shot Peening 6. 2002.

Qu, 2009.

S. Qu, X.H. An, H.J. Yang, C.X. Huang, G. Yang, Q.S. Zang, Z.G. Wang, S.D. Wu, Z.F. Zhang. Microstructural evolution and mechanical properties of Cu–Al alloys subjected to equal channel angular pressing. Acta Materialia. 2009. 57. 1586-1601.

Rodríguez, 2019.

L. Rodríguez. Caracterización mecánica y microestructural de un acero maraging M3000 fabricado mediante impresión 3D. Influencia de los tratamientos de shot peening. Departamento de ciencia de materiales e ingeniería metalúrgica de la Universidad de Oviedo. 2019.

Sakai, 2005.

G. Sakai, Z. Horita, T.G. Langdon. Grain refinement and superplasticity in an aluminum alloy processed by high-pressure torsion. Materials Science and Engineering: A. 2005. 393 (1). 344-351.

Sanjurjo, 2012.

P.P. Sanjurjo Influencia del proceso de shot peening en el comportamiento a fatiga de un acero inoxidable dúplex Departamento de ciencia de materiales e ingeniería metalúrgica de la Universidad de Oviedo. 2012.

Segurado, 2016.

M.E. Segurado-Frutos. Mejora del comportamiento a fatiga del acero AISI 4340 mediante la combinación de tratamientos superficiales. Departamento de ciencia de materiales e ingeniería metalúrgica de la Universidad de Oviedo. 2016.

Sharma, 1984.

M. C. Sharma, A. Mubeen. Effects of shot size on peening intensity for local peening of different thickness samples. ICSP-2. 1984.

Shaw, 2010.

L.L. Shaw, J.W. Tian, A.L. Ortiz, K. Dai, J.C. Villegase, P.K. Liaw, R. Ren, D.L. Klarstrom. A direct comparison in the fatigue resistance enhanced by surface severe plastic deformation and shot peening in a C-2000 superalloy. Materials Science and Engineering: A. 2010. 527 (4-5). 986-994.

Shen, 2010.

L. Shen, L. Wang, Y. Wang, C. Wang. Plasma nitriding of AISI 304 austenitic stainless steel with pre-shot peening. Sur Coat Technol 2010. 204. 3222-3227.

Smith, 2001.

D.J. Smith, G.H. Farrahi, W.X. Zhu, C.A. McMahon. Obtaining multiaxial residual stress distributions from limited measurements. Materials Science and Engineering: A. 2001. 303. 281-291.

Smith y Farrahi, 2001.

D.J. Smith, G.H. Farrahi, W.X. Zhu, C.A. McMahon. Experimental measurement and finite element simulation of the interaction between residual stresses and mechanical loading. International Journal of Fatigue. 2001. 23. 293-302.

Song, 2005.

R. Song, D. Ponge, D. Raabe. Mechanical properties of an ultrafine grained C–Mn steel processed by warm deformation and annealing. Acta Materialia. 2005. 53. 4881-4892.

Song, 2006.

R. Song, D. Ponge, D. Raabe, J.G. Speer, D.K. Matlock. Overview of processing, microstructure and mechanical properties of ultrafine grained bcc steels. Materials Science and Engineering A. 2006. 441. 1-17.

Song, 2014.

Y. Song, Z. Zhao, F. Lu. Experimental study of the influence of shot peening on the microstructure and properties of surface layer of a TC21 titanium alloy. Atlas Journal of Materials Science. 2014. 1 (1) 17-23.

Suryanarayana, 2000.

C. Suryanarayana, C.C. Koch. Nanocrystalline materials – Current research and future directions. Hyperfine Interactions. 2000. 130. 5-44.

Suryanarayana, 2002.

C. Suryanarayana. The Structure and Properties of Nanocrystalline Materials: Issues and Concerns. JOM. 2002. 24-27.

Takaki, 2001.

S. Takaki, K. Kawasaki, Y. Kimura. Mechanical properties of ultra fine grained steels. Journal of materials processing technology. 2001. 117. 359-363.

Tao, 1999.

N.R. Tao, M.L. Sui, J. Lu, K. Lua. *Surface nanocrystallization of iron induced by ultrasonic shot peening. Nanostruct. Mater.* 1999. 11. 433-440.

Tian, 2007.

J.W. Tian, J.C. Villegas, W. Yuan, D. Fielden, L. Shaw, P.K. Liaw, D.L. Klarstrom. *A study of the effect of nanostructured surface layers on the fatigue. Materials Science and Engineering: A.* 2007. 468-470. 164-170.

Timothy, 1981.

S.P. Timothy, I.M. Hutchings. *Microstructural features associated with ballistic impact in Ti6Al4V. 7th International Conference on High Energy Rate Fabrication.* 1981. 19-28.

Trško, 2014.

L. Trško, O. Bokůvka, F. Nový, M. Guagliano. *Effect of severe shot peening on ultra-high-cycle fatigue of a low-alloy Steel. Materials & Design.* 2014. 57. 103-113.

Tufft, 1997.

M.K. Tufft. *Development of a Fracture Mechanics / Threshold Behavior Model to Assess the Effects of Competing Mechanisms Induced by Shot Peening on Cyclic Life of a Nickel-base Superalloy. University of Dayton.* 1997.

Ueji, 2002.

R. Ueji, N. Tsuji, Y. Minamino, Y. Koizumi. *Ultragrain refinement of plain low carbon steel by coldrolling and annealing of Martensite. Acta Materialia.* 2002. 50. 4177-4189.

Umemoto, 2003.

M. Umemoto. *Nanocrystallization of Steels by Severe Plastic Deformation. Materials Transactions.* 2003. 44 (10). 1900-1911.

Valiev, 1993.

R. Z. Valiev, A. V. Korznikov and R. R. Mulyukov. *Structure and properties of ultrafine-grained materials produced by severe plastic deformation. Materials Science and Engineering: A.* 1993. 168. 141-148.

Valiev, 2006.

R. Z. Valiev, T. G. Langdon. *Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. Progress in Materials Science.* 2006. 51. 881-981.

Váško, 2017.

A. Vaško, M. Vaško, J. Belan, E. Tillová. *Comparison of fatigue properties of nodular cast iron at low and high frequency cyclic loading. Procedia Engineering. 2017. 177. 576-581.*

Vielma, 2013.

Ana Teresa Vielma Mendoza. *Parámetros de shot peening y sus efectos en el comportamiento en el comportamiento a fatiga del acero F1272. Departamento de ciencia de materiales e ingeniería metalúrgica de la Universidad de Oviedo. 2013.*

Vorhauer, 2004.

A. Vorhauer, R. Pippan. *On the homogeneity of deformation by high pressure torsion. Scripta Materialia. 2004. 51 (9). 921-925.*

Wandell, 1997.

J.L. Wandell. Shot Peening of Engine Components. MIC. 97 ICE-45. ASME. 1997.

Watkins, 1975.

M.T. Watkins. Metal Forming. Oxford University Press. 1975.

Wu, 2002.

X. Wu, N. Tao, Y. Hong, B. Xu, J. Lu, K. Lu. Microstructure and evolution of mechanically-induced ultrafine grain in surface layer of AL-alloy subjected to USSP. Acta Mater. 2002. 50. 2075-2084.

Xiang, 2010.

Y. Xiang, Y. Liu. Mechanism modelling of shot peening effect on fatigue life prediction. Fatigue & Fracture of Engineering Materials and Structures. 2010. 33 (2). 116-125.

Yin, 2001.

J. Yin, M. Umemoto, Z.G. Liu, K. Tsuchiya. Formation mechanism and annealing behavior of nanocrystalline ferrite in pure Fe fabricated by ball milling. ISIJ Int. 2001. 41. 1389-1396.

Zhang, 2014.

Y.S. Zhang, P.X. Zhang, H.Z. Niu, C. Chen, G. Wang, D.H. Xiao, X.H. Chen, Z.T. Yu, S.B. Yuan, X.F. Bai. Surface nanocrystallization of Cu and Ta by sliding friction. Materials Science and Engineering: A. 2014. 607. 351-355.

Zhilyaev, 2003.

A.P. Zhilyaev, G.V. Nurislamova, B.K. Kim, M.D. Baró, J.A. Szpunar, T.G. Langdon. Experimental parameters influencing grain refinement and microstructural evolution during high-pressure torsion. Acta Materialia. 2003. 51 (3). 753-765.