



Universidad de
Oviedo

CENTRO INTERNACIONAL DE POSTGRADO

**MÁSTER EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE LOS
MATERIALES**

**ÁREA DE CIENCIA DE LOS MATERIALES E INGENIERÍA
METALÚRGICA**

**CARACTERIZACIÓN DE LA ALEACIÓN DE TITANIO Ti6Al7Nb
SOMETIDA A TRATAMIENTOS DE SHOT PEENING**

**D^{ña}. GUTIÉRREZ GARCÍA, Cristina
TUTORA: D^{ña}. INÉS FERNÁNDEZ PARIENTE**

Junio 2016

*Gracias a todas las personas
que hacen que el esfuerzo
merezca la pena y en especial
a Inés por su apoyo y por
creer en mí.*

Cristina Gutiérrez García-Junio 2016



1. HIPÓTESIS DE PARTIDA Y OBJETIVO	1
1.1. ANTECEDENTES	1
1.2. OBJETIVO	2
2. ESTADO DEL CONOCIMIENTO	5
2.1. BIOMATERIALES	5
2.1.1. HISTORIA DE LOS BIOMATERIALES	5
2.1.2. GENERACIONES DE BIOMATERIALES	5
2.1.3. CARACTERÍSTICAS DE LOS BIOMATERIALES	6
2.1.4. APLICACIONES DE LOS BIOMATERIALES	7
2.2. TITANIO Y ALEACIONES	8
2.2.1. PROPIEDADES DEL TITANIO	8
2.2.2. ALEACIONES DE TITANIO	9
2.2.2.1. Efecto de las impurezas	10
2.2.2.2. Efecto de los elementos de aleación	10
2.2.2.3. Clasificación de las aleaciones de titanio	12
2.2.3. ALEACIONES PARA USO BIOMÉDICO	13
2.3. TRATAMIENTO SUPERFICIAL: SHOT PEENING Y SEVERE SHOT PEENING	14
2.3.1. CARACTERÍSTICAS DEL TRATAMIENTO	14
2.3.1.1. Tensiones residuales	15
2.3.1.2. Distorsión microestructural y endurecimiento por deformación	16
2.3.1.2.1. Superficies nanocristalinas	17
2.3.1.3. Rugosidad	17
2.3.2. PARÁMETROS DEL TRATAMIENTO	17
2.3.2.1. Parámetros básicos	18
2.3.2.1.1. Tipo de proyectiles	18
2.3.2.1.2. Intensidad Almen	19
2.3.2.1.3. Grado de cobertura	21
2.3.2.2. Parámetros de proceso	21
2.3.2.2.1. Velocidad de los proyectiles	21
2.3.2.2.2. Flujo de proyectiles	22
2.3.2.2.3. Ángulo de impacto	22
2.4. SEGUNDOS TRATAMIENTOS: VIBRACIÓN Y GRANALLADO	23
2.4.1. ACABADO POR VIBRACIÓN	23
2.4.1.1. Intensidad y amplitud de la vibración	24



2.4.1.2. Medio abrasivo	24
2.4.1.3. Compuestos	25
2.4.1.4. Tiempo de aplicación	25
2.4.2. GRANALLADO CON CORINDÓN	25
3. MATERIAL	27
3.1. COMPOSICIÓN QUÍMICA	27
3.2. MICROESTRUCTURA	28
3.3. PROPIEDADES MECÁNICAS	30
4. METODOLOGÍA DE TRABAJO	31
4.1. PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS	31
4.2. TRATAMIENTOS DE SHOT PEENING Y SEVERE SHOT PEENING	33
4.2.1. PROYECTILES UTILIZADOS	34
4.2.2. DETERMINACIÓN DE LA INTENSIDAD ALMEN	35
4.2.3. DETERMINACIÓN DE LA COBERTURA	35
4.3. SEGUNDOS TRATAMIENTOS: VIBRACIÓN Y GRANALLADO	37
4.3.1. ACABADO POR VIBRACIÓN	37
4.3.2. TRATAMIENTOS DE GRANALLADO CON CORINDÓN	38
4.4. CARACTERIZACIÓN SUPERFICIAL DE LAS MUESTRAS TRAS LOS TRATAMIENTOS	40
4.4.1. RUGOSIDAD	40
4.4.1.1. Parámetro R_a	41
4.4.1.2. Parámetro R_{max}	42
4.4.2. MODIFICACIONES EN LA MICROESTRUCTURA	42
4.4.3. PERFIL DE MICRODUREZAS	45
4.4.4. PERFIL DE TENSIONES RESIDUALES MEDIANTE DIFRACCIÓN DE RAYOS X	46
4.4.4.1. Electropulido	47
4.4.4.2. Medida difracción de rayos X	48
4.4.4.3. Calibración del equipo	51
4.4.5. PARÁMETRO FULL WIDTH HALF MAXIMUM MEDIANTE DIFRACCIÓN DE RAYOS X	52
5. RESULTADOS	53
5.1. TRATAMIENTOS DE SHOT PEENING Y SEVERE SHOT PEENING	53
5.1.1. PARÁMETROS DE SHOT PEENING	53
5.1.1.1. Projectiles	53



5.1.1.2. Intensidad Almen	53
5.1.1.3. Cobertura	54
5.2. SEGUNDOS TRATAMIENTOS: VIBRACIÓN Y GRANALLADO	56
5.2.1. ACABADO POR VIBRACIÓN	56
5.2.2. GRANALLADO	56
5.3. CARACTERIZACIÓN DE LAS SUPERFICIES TRAS LOS TRATAMIENTOS	57
5.3.1. MEDIDAS DE RUGOSIDAD	58
5.3.2. ESTUDIO MICROESTRUCTURAL	60
5.3.3. PERFIL DE MICRODUREZAS	61
5.3.4. PERFILES DE TENSIONES RESIDUALES MEDIANTE DIFRACCIÓN DE RAYOS X	62
5.3.5. PERFILES FWHM MEDIANTE DIFRACCIÓN DE RAYOS X	63
6. CONCLUSIONES	65
7. BIBLIOGRAFÍA	67





1. Hipótesis de partida y objetivo

1.1. ANTECEDENTES

Durante las últimas décadas, las sociedades buscan un aumento en la calidad de la vida de las personas, dotándolas de una buena alimentación, sanidad e higiene, entre otras, lo que contribuye a un progresivo aumento de la esperanza de vida. Según datos de la OMS, en 2020 más de 1.000 millones de personas en el mundo superarán los 60 años, y de ellos 710 millones vivirán en países desarrollados [1].

Este aumento en la esperanza de vida, requiere cada vez más del uso de endoprótesis y elementos de fijación para tratar fisuras y roturas de los huesos, tanto de gente joven como de personas en edad avanzada, donde la probabilidad de sufrir pérdida de masa ósea aumenta.

Los implantes hechos de titanio comercialmente puro se han utilizado con éxito en la práctica clínica desde hace varias décadas ya que posee una serie de propiedades que lo hacen óptimo para este tipo de aplicaciones: es químicamente estable, es decir, no presentar degradación, presenta una resistencia adecuada tanto mecánica como a la fatiga y una densidad y peso adecuado para su uso, además, la experiencia clínica demuestra que el tejido adyacente a los implantes de titanio vasculiza en condiciones que pueden ayudar a reducir la propagación de bacterias y aumentar la resistencia a las infecciones, no existiendo indicios de comportamiento cancerígeno o tóxico en pacientes.[2,3].

Aun así, las propiedades mecánicas del titanio comercialmente puro no siempre son suficientes para prótesis de gran tamaño como las de cadera, por lo que se recurre a aleaciones. La aleación Ti6Al4V-ELI (con menor cantidad de elementos intersticiales) es la más utilizada de entre todas las de titanio para aplicaciones biomédicas, ya que la presencia de vanadio en la aleación, la hace bifásica ($\alpha+\beta$) mejorando de manera muy significativa su resistencia y su conformación por deformación plástica para los diferentes tipos de prótesis [3].



Sin embargo, los elementos de aleación se encuentran en entredicho por el efecto que pueden tener en el ser humano, atribuyéndoseles desde efectos cancerígenos a considerarlos estimuladores del Alzheimer, motivo por el cual, en algunos países como en Estados Unidos, el vanadio de esta aleación se empieza a sustituir por el niobio siendo la aleación Ti6Al7Nb.[4-7]

Varios estudios demuestran la influencia de las propiedades superficiales del material de las prótesis con la correcta interacción de la prótesis con el cuerpo humano. La rugosidad y energía superficial son dos de ellas que intervienen en la actividad celular, favoreciendo la colonización y la expansión celular, mejorando su osteointegración y reduciendo la respuesta de cuerpo extraño. Para modificar las propiedades superficiales se utilizan varias técnicas, como los medios mecánicos (desbaste, mecanizado, granallado,...), métodos químicos (limpieza con disolventes, ataques ácidos o alcalinos, anodizado,...) y métodos de recubrimientos entre otros [8].

1.2. OBJETIVO

El objetivo de este proyecto es caracterizar superficialmente la aleación Ti6Al7Nb sometida a tratamientos superficiales. Para ello se realizará la caracterización microestructural y de las propiedades superficiales de rugosidad, perfil de microdurezas, tensiones residuales y Full Width at Half Maximum (FWHM) tras someter la aleación a tratamientos de Shot Peening y Severe Shot Peening, así como segundos tratamientos de vibración y granallado con corindón sobre muestras previamente tratadas con Severe Shot Peening. El proyecto se estructuró de la siguiente manera

- Tratamiento de SP y SSP con bolas de circonita
 - Elección de parámetros de tratamiento.
 - Ejecución de tratamientos con coberturas 100% y 5000%
- Reducción de la rugosidad sobre muestras tratadas al 5000% de cobertura
 - Segundo tratamiento de acabado con vibración



- Segundo tratamientos de granallado con polvo de corindón (Al_2O_3)
- Caracterización de las modificaciones producidas por los tratamientos
 - Rugosidad
 - Caracterización microestructural
 - Perfil de microdurezas
 - Perfil de tensiones residuales
 - Perfil de parámetro FWHM relacionado con el endurecimiento por deformación

Los perfiles de tensiones residuales, FWHM y microdurezas no se repetirán después de los tratamienstos de vibración y granallado pues no se espera que estos tratamientos afecten al nivel de tensiones ni durezas [9,10].

- Evaluación de los resultados obtenidos





2. Estado del conocimiento

2.1. BIOMATERIALES

Actualmente la Sociedad Europea de Biomateriales (ESB) define biomaterial como todo material destinado a interactuar con los sistemas biológicos para evaluar, tratar, aumentar o reemplazar algún tejido, órgano o función del cuerpo, de todas formas, esta definición ha ido cambiando a lo largo de la historia de los biomateriales [11].

2.1.1. Historia de los biomateriales

El primer caso conocido de la adaptación de una persona a una pieza de material externo al cuerpo alojado en sus caderas es el llamado “hombre de Kennewick”, el cual se cree que tiene una antigüedad de 9000 años. [12].

Existen referencias del uso de los materiales en medicina en épocas antiguas, tales como telas adhesivas, suturas y entablillados, según referencia el papiro de Edwin Smith, fechado en el siglo XVII antes de la era cristiana [13] otro hecho conocido es el uso de oro en cirugía dental hace más de 2000 años por los fenicios, etruscos, chinos y aztecas [12].

Estos materiales avanzaron con el paso de los años, desarrollando biomateriales que interactuaban de distintas formas con el cuerpo humano, pasando de un comportamiento bioinerte a un objetivo bioactivo, que influencia los procesos biológicos. Esta transición se considera que se produjo en tres etapas o generaciones.

2.1.2. Generaciones de biomateriales

El paso de un comportamiento bioinerte, en el que el único objetivo es minimizar la respuesta inmunitaria, hacia el desarrollo actual, se buscan materiales que estimulen la respuesta celular, y posteriormente se reabsorban. Esta evolución se divide en las tres generaciones que se describen a continuación:

- *Primera generación de biomateriales, biomateriales inertes*: se desarrolla en los años sesenta y setenta. En ella se desarrollan materiales para su uso en el



medio fisiológico. Deben tener una combinación de propiedades físicas para reemplazar el tejido con una respuesta tóxica mínima. Este principio de reducir la respuesta inmunitaria sigue presente en todas las generaciones.

- *Segunda generación de biomateriales, bioactivos o reabsorbibles:* se produjeron dos tipos de materiales, los bioactivos, que crean una superficie de hidrogenocarbonato de apatita (HCA) equivalente a una fase ósea inorgánica mineral y generan un ambiente ideal para la colonización de osteoblastos, creciendo así sobre ella hueso natural, y por otra parte los reabsorbibles, como algunos polímeros que se descomponen formando dióxido de carbono (CO_2) y agua (H_2O).
- *Tercera generación de biomateriales, bioactivos y reabsorbibles:* se busca la combinación de las dos características obtenidas en la segunda generación a la vez que estimular respuestas celulares específicas (a la vez sea reabsorbible) [14].

2.1.3. Características de los biomateriales

Cualquier material puede ser considerado como biomaterial siempre que cumpla las siguientes características:

- *Biocompatible.* Debe ser aceptado por el organismo sin provocar el desarrollo de sistemas de rechazo ante su presencia.
- *No ser tóxico ni carcinógeno.*
- *Químicamente estable e inerte.* No presentar degradación en el tiempo excepto que se trate de un biodegradable.
- *Tener una resistencia mecánica y a fatiga adecuada a su función.*
- *Tener una densidad y peso acorde con su función.*
- *Ser relativamente económico, reproducible y fácil de fabricar y procesar para su producción a gran escala [1].*



2.1.4. Aplicaciones de los biomateriales

Los biomateriales son empleados con distintas funciones. En la Tabla 2.1 se muestran algunas de las aplicaciones más comunes y los materiales generalmente utilizados:

Tabla 2.1. Ejemplo de aplicaciones de biomateriales [12,15]

<i>Aplicación</i>	<i>Materiales</i>
Reemplazo de articulaciones	Aleaciones de titanio, acero inoxidable o polietileno
Placas para la fijación de fracturas	Acero inoxidable, aleación cobalto-cromo
Ligamentos y tendones artificiales	Teflón, Dacrón
Implantes dentales	Titanio, alúmina, fosfato de calcio
Prótesis vasculares	Dacrón, Teflón, poliuretano
Válvulas de corazón	Tejido reprocesado, acero inoxidable, Dacrón
Corazón artificial	Poliuretano
Placas para reparación de la piel	Materiales compuestos de silicona-colágeno
Riñón artificial	Celulosa, poliacrilonitrilo
Respiradores artificiales	Goma de silicona
Lentes de contacto	Silicona-acrilato, hidrogeles

Como se puede ver, existen multitud de materiales con aplicación en la medicina. En este trabajo estudiaremos el cambio introducido en las propiedades superficiales de la aleación Ti6Al7Nb tras someterla a tratamiento superficial de shot peening .



2.2. TITANIO Y ALEACIONES

El titanio se han utilizado con éxito en la práctica clínica como implante desde hace varias décadas debido a sus propiedades de químicas, físicas, mecánicas y de biocompatibilidad. El titanio comercialmente puro es químicamente estable, presenta una resistencia adecuada tanto mecánica como a la fatiga y una densidad y peso adecuado para su uso en aplicaciones como los pernos dentales. Además, el tejido adyacente a los implantes de titanio vasculiza en condiciones que pueden ayudar a reducir la propagación de bacterias y aumentar la resistencia a las infecciones, no existiendo indicios de comportamiento cancerígeno o tóxico en pacientes [2,4].

Sin embargo, sus propiedades mecánicas no siempre son suficientes y prótesis con mayores sollicitaciones requieren del uso de otros materiales con mejores propiedades mecánicas. En estos casos se recurre a la adición de elementos de aleación, como en la aleación Ti6Al4V (la más utilizada actualmente). Por otro lado, estos elementos están siendo estudiados por su relación con el alzheimer y efectos cancerígenos, por lo que se desarrollan aleaciones como la Ti6Al7Nb donde se ha suprimido el vanadio [4-7].

2.2.1. Propiedades del titanio

El titanio es un metal de transición, con baja densidad y alto punto de fusión, de color plateado grisáceo. Es un material paramagnético, es decir, no se imanta debido a su estructura electrónica. Presenta poca conductividad térmica y eléctrica. Además presenta una alta resistencia a la corrosión, resistiendo a ácidos como el ácido sulfúrico y clorhídrico a temperatura ambiente, así como ácidos orgánicos. También es resistente a las bases incluso en caliente. Se disuelve en ácido fluorhídrico u otros ácidos en caliente. Estas propiedades hacen que sean un material interesante con múltiples aplicaciones (en sectores como el biomédico, energético y aeronáutico entre otros) [16].

El titanio presenta dos estados alotrópicos: solidifica a 1670°C en una estructura cúbica centrada en el cuerpo (bcc), denominada fase β y se transforma en un sistema hexagonal compacto (hcp) denominada fase α a los 883°C [17, 18].

Desde el punto de vista mecánico, el titanio se enmarca dentro de los metales ligeros, siendo el más pesado de estos, con una densidad de $4,5 \text{ g/cm}^3$. Las aleaciones de base titanio tienen un ratio rigidez/peso y resistencia/peso superior al del acero [17,19].

Aún así, únicamente entre el 20% y el 30% de los usos son cubiertos por titanio no aleado, debiendo adicionarse otros elementos para mejorar sus propiedades.

2.2.2. Aleaciones de titanio

Las aleaciones de titanio se pueden endurecer por solución sólida. El titanio permite solubilizar en su estructura varios elementos, como se reflejan en la Figura 2.1, en la que se representan los elementos químicos solubles en el titanio en estado sólido así como la aleación que forman [18,19].

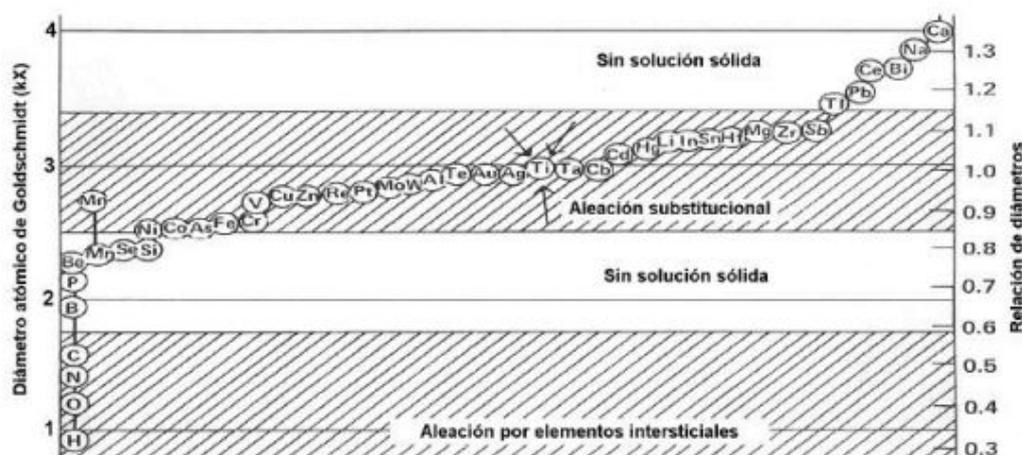


Figura 2.1. Elementos solubles en titanio metálico[8]

También es endurecible por maduración (aunque no tanto como el aluminio). Este tratamiento se basa en una primera etapa de solubilización a alta temperatura, hasta una zona en la que existan ambas fases α y β seguido de un temple, donde la fase β podrá o no transformarse en α según las condiciones de tratamiento. Los enfriamientos simples general microestructuras laminares, posteriormente, durante un calentamiento a menor temperatura, maduran en las juntas de grano, dentro de las láminas de β retenidas o ya transformadas.



Tras esto un tratamiento de recristalización dará lugar a una microestructura equiáxica, con distintos tamaños de grano [17, 19, 20].

Como parte negativa los tratamientos térmicos se deben realizar en atmósfera inerte o vacío ya que el titanio presenta gran facilidad para formar soluciones sólidas intersticiales con el oxígeno, carbono, nitrógeno e hidrógeno (estos elementos son de por sí impureza presentes en el material) y que tienen gran influencia en las propiedades mecánicas del titanio[18].

2.2.2.1. Efecto de las impurezas

El titanio es un material muy influenciado por pequeñas modificaciones, en su composición de forma que pequeñas impurezas intersticiales de carbono, oxígeno, hidrógeno o nitrógeno perjudican las propiedades mecánicas reduciendo el alargamiento y la tenacidad, aunque aumenta el límite elástico, la resistencia a tracción y el ratio entre ellos. Esto se ve claramente en la diferencia de las propiedades mecánicas del titanio muy puro y del titanio comercialmente puro, donde el muy puro tiene una resistencia a tracción de 100MPa mientras que el de calidad comercial llega a valores 500MPa [21, 23].

Además de estas impurezas, las cuales son muy difíciles de eliminar de la composición, también se pueden añadir elementos de aleación, modificando así voluntariamente las propiedades del material.

2.2.2.2. Efecto de los elementos de aleación

Los elementos de aleación del titanio son clasificados según la solubilidad y la fase que estabilizan. Se nombran con la letra A los elementos que presentan gran solubilidad en el titanio y los de tipo B tienen baja solubilidad y tienden a formar titanuros. A esta letra le precede el número I o II según la fase a estabilizar, los de tipo I estabilizan la fase α y los de tipo II estabilizan la fase β . También se utiliza para referirse a estas clases sus transformaciones como α -peritética (I-A), β -peritectoide (I-B), β -isomorfa (II-A), y β -eutectoide (II-B) [18,21].

La Figura 2.2 muestra un esquema de las aleaciones binarias del titanio, según si se añade estabilizador de fase β o α y el tipo de estos, así como los elementos más utilizados para ello.

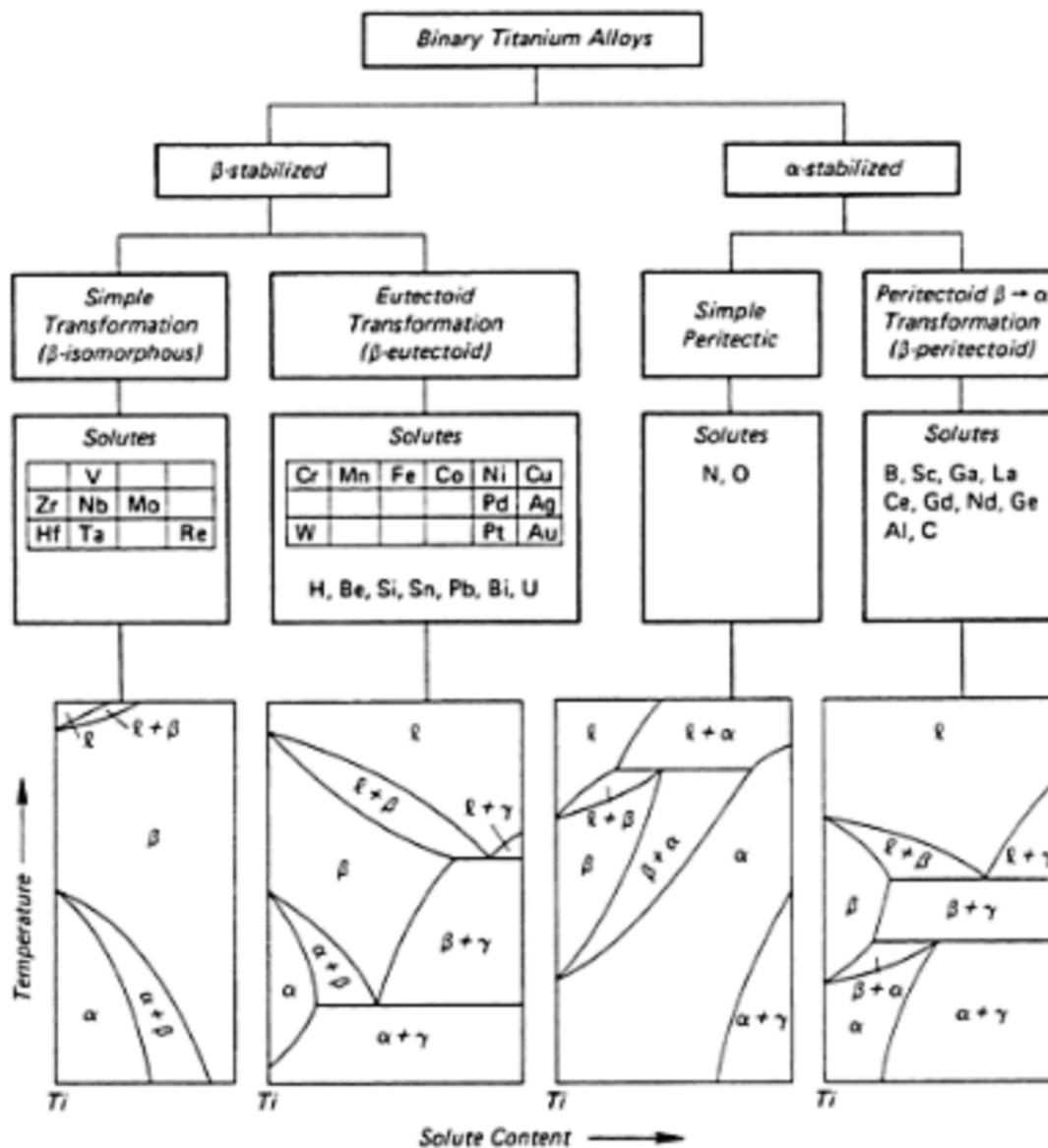


Figura 2.2. Elementos de aleación del titanio. Tipos

La adición de uno o varios elementos dan lugar a distintos tipos de aleaciones, que se clasifican según las fases presentes.

2.2.2.3. Clasificación de las aleaciones de titanio

Las aleaciones de titanio se clasifican según las fases presentes y las características de estas como α , casi α , $\alpha+\beta$, β metaestable y β . La Figura 2.3 muestra de forma esquemática estos grupos; en los ejes inferiores se muestra el porcentaje de aluminio y de vanadio [17].

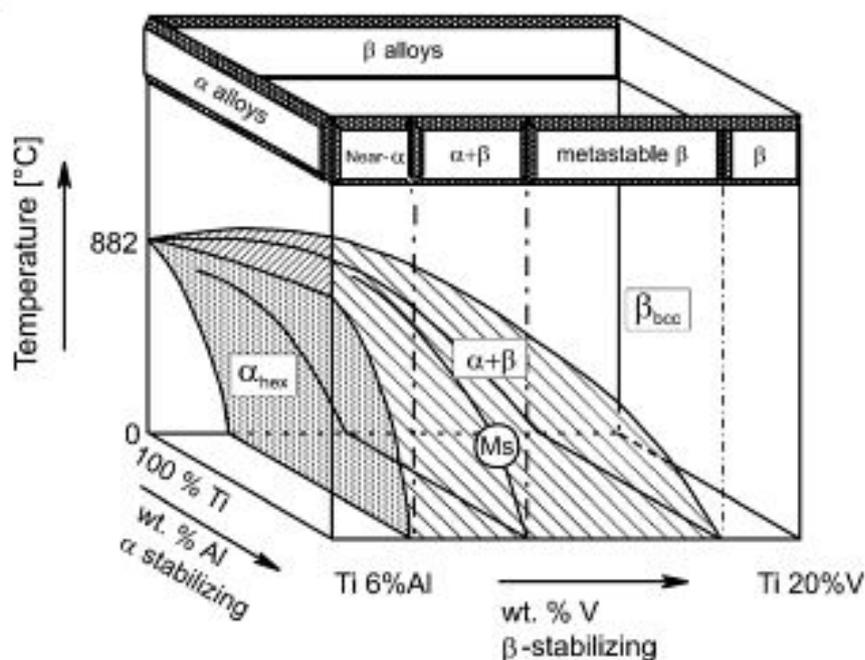


Figura 2.3. Clases de aleaciones de titanio[17]

Las aleaciones α comprenden los grados de titanio puro y las aleaciones con únicamente aleantes estabilizadores de fase α o neutros, si a las aleaciones α se le añade pequeñas fracciones de betágenos serán referidas como casi- α . Las aleaciones $\alpha + \beta$ (las más utilizadas) presentan una fracción en volumen de β de entre el 5 y el 40%, si la adición de elementos estabilizadores de fase β inhibe la transformación martensítica, aunque existan ambas fases se habla de aleaciones β metaestable, solamente con una única fase β se denominan aleaciones β [17].

Actualmente, se han desarrollado más de 100 aleaciones distintas de titanio, sin embargo, no todas han llegado al mercado, únicamente 20 o 30 se consideran comerciales, de entre estas, la aleación Ti6Al4V cubre más del 50% de los usos, sin embargo, el uso de estas aleaciones para el sector biomédico requiere de características especiales [19].



2.2.3. Aleaciones para uso biomédico

El titanio comercialmente puro (es decir, sin aleantes) es normalmente la primera opción en aplicaciones biomédicas. Sin embargo, las propiedades mecánicas de éste no siempre son suficientes para prótesis de gran tamaño como las de cadera, por lo que se recurre a aleaciones bifásicas $\alpha + \beta$, presentando un comportamiento adecuado para prótesis de mayor tamaño ya que combinan las propiedades de ambas fases (la fase α presenta mejor resistencia a la oxidación, a la corrosión y a la fluencia además de una mayor tenacidad mientras que la fase β presenta buena resistencia mecánica en frío es deformable, isótropa y mejora sus propiedades al ser tratada térmicamente) [17,18,20].

La aleación Ti6Al4V es la más utilizada de entre todas las de titanio para aplicaciones biomédicas, ya que la presencia de vanadio en la aleación, la hace bifásica, lo que mejora de manera muy significativa su resistencia y su conformación por deformación plástica. [4].

Aun así, esta aleación se encuentra en entredicho por el efecto que los elementos de aleación pueden tener en el ser humano; a ellos se les atribuye desde efectos carcinogénicos a estimuladores del alzheimer motivo s por los que se busca eliminarlos. Una reciente alternativa parece ser la aleación Ti6Al7Nb con propiedades mecánicas similares a la aleación Ti6Al4V [4-7]. Esa aleación será la estudiada en este proyecto y descrita en el apartado 3.

2.3. TRATAMIENTO SUPERFICIAL: SHOT PEENING y SEVERE SHOT PEENING

El Shot Peening (SP) es un tratamiento superficial mecánico realizado en frío que consiste en proyectar sobre la superficie de una pieza metálica un haz de proyectiles de forma controlada a alta velocidad (40-100m/s). En la Figura 2.4 se muestra una imagen del proceso de Shot Peening [24].

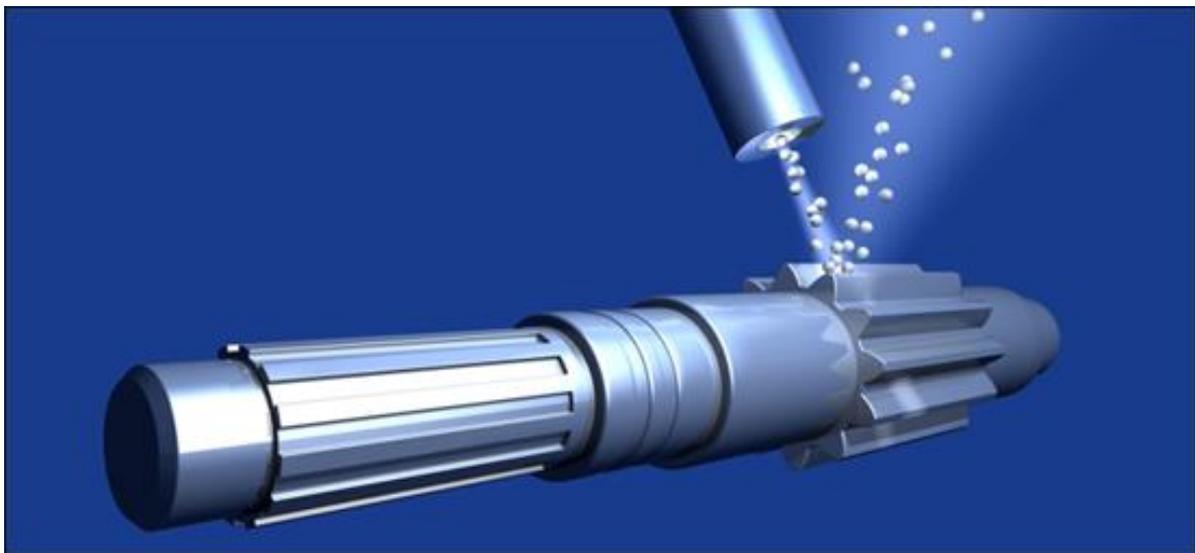


Figura 2.4. Esquema tratamiento de SP [25]

Actualmente, el SP es un método con múltiples aplicaciones,. Se utiliza en muelles, bielas, piezas con zonas de entalla, soldaduras , engranajes..., con el fin de aumentar y mejorar su comportamiento a fatiga [26].

2.3.1. Características del tratamiento

El impacto de los proyectiles en la superficie de los materiales provoca una deformación plástica de la la capa más superficial que afecta a unas décimas de milímetro. La capa contigua a ésta se deforma pero sólo de manera elástica, intentando recuperar su posición tras la retirada de los proyectiles. Esto es impedido por la deformación plástica de la capa más superficial, generándose así un campo residual de tensiones de compresión. Además produce otras modificaciones, como cambios en la microestructura, aumentos de

dureza y alteraciones en la topografía de las superficies (rugosidad) [24]. A continuación se detallarán estos efectos.

2.3.1.1. Tensiones residuales

El SP genera el perfil de tensiones residuales debido a dos efectos:

- *Presión de Hertz o presión de contacto*, la cual produce la plastificación de los estratos superficiales y subsuperficiales.
- *Estiramiento de capas superficiales*, derivada del equilibrio entre la capa superficial y la capa subsuperficial [24].

La Figura 2.5 representa un esquema de la zona deformada superficialmente y de las tensiones residuales inducidas por el tratamiento.

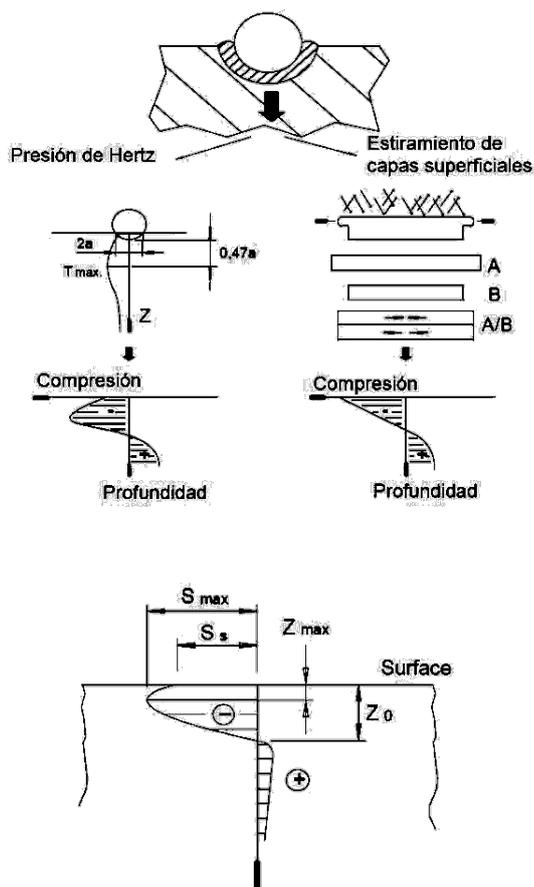


Figura 2.5. Tensiones generadas en el tratamiento de SP [24]

Estas tensiones se superpondrán al estado tensional derivado de las cargas externas, reduciendo el valor de la tensión máxima de tracción, como se muestra en la Figura 2.6 y resultando una tensión media de compresión, retardando o imposibilitando así la propagación de grietas [24].

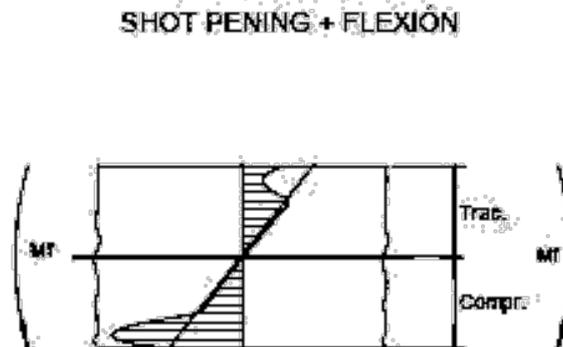


Figura 2.6. Superposición de las tensiones SP y externas en una pieza sometida a flexión [24]

2.3.1.2. Distorsión microestructural y endurecimiento por deformación

El SP también provoca una modificación en la microestructura de la zona superficial, resultado de una alta deformación plástica inducida por los impactos. Esta deformación, además produce un aumento de la dureza en las capas superficiales, como se muestra en la Figura 2.7 [27].

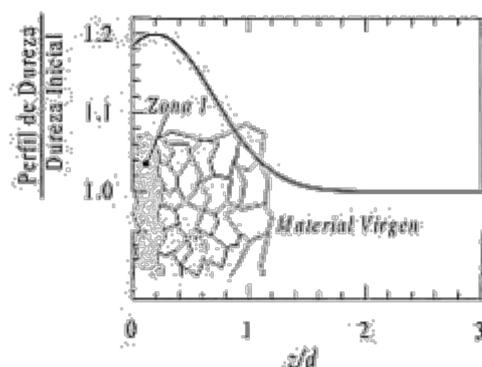


Figura 2.7. Modificación superficie. Perfil de dureza y cambio microestructura [27]



2.3.1.2.1. Superficies nanocristalinas

Combinaciones especiales de los parámetros de SP que multipliquen la energía cinética (aumentando los tiempos de exposición), pueden llegar a transformar la microestructura, obteniéndose granos ultrafinos o nanocristales. Estos procesos se denominan Severe Shot Peening [28-30].

Estas superficies nanocristalinas tienen efectos en varias propiedades:

- *Fatiga*: las estructuras nanocristalinas presentan mayor cantidad de borde de grano, dificultando el crecimiento de la grieta a través del material, lo que contribuye a la mejora en el comportamiento a fatiga
- *Modulo elástico*, aumenta debido a que el movimiento de dislocaciones se ve dificultado por la mayor cantidad de bordes de grano.
- *Cinética de las reacciones químicas*, debido a la mayor cantidad de energía almacenada en las juntas de grano de la superficie.
- *Corrosión*, el aumento de la densidad de fronteras de grano es beneficioso para la formación de una capa de óxido (capa pasivada), que restringe el movimiento de los iones metálicos [29].

2.3.1.3. Rugosidad

El SP modifica la topografía y la rugosidad de las muestras según el tamaño, la forma y la energía cinética de los proyectiles. La rugosidad es uno de los parámetros que influye en la osteointegración y la adhesión bacteriana de los materiales implantables [31,32].

2.3.2. Parámetros del tratamiento

Los parámetros del tratamiento de Shot Peening se pueden clasificar en parámetros básicos y parámetros de procesos.

2.3.2.1. Parámetros básicos

Existen tres parámetros básicos que permiten controlar el proceso de SP, estos son el tipo de proyectil, la intensidad Almen y el grado de cobertura [33-36].

2.3.2.1.1. Tipo de proyectiles

Los proyectiles utilizados en el tratamiento de Shot Peening son pequeñas bolas esféricas ($\varnothing < 1,3mm$). Pueden ser de distintos materiales: metálicas (de acero colado y redondeado generalmente), cerámicas, de vidrio, etc.

Las principales características a tener en cuenta de estos proyectiles son el tamaño, la forma, la densidad, la dureza y la durabilidad de estas. Puesto que el máximo trabajo realizado por estas bolas será igual a su energía cinética, se buscara tener una muestra de bolas lo más homogénea posible.

Además es muy importante que las bolas sean lo más esféricas posible, puesto que el uso de proyectiles no esféricos fomentarían la aparición de defectos superficiales que afectarían negativamente a la vida a fatiga. La Figura 2.8 muestra las bolas y los efectos de estas aceptables y no aceptables para el tratamiento de Shot Peening [35].

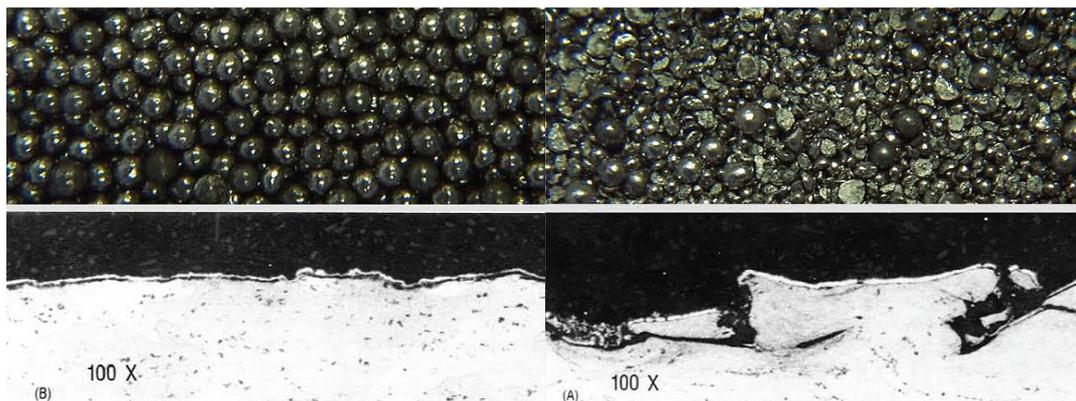


Figura 2. 8. Formas y efectos de las bolas de SP
A la izquierda las aceptables y a la derecha las no aceptables [37]



La dureza de los proyectiles debe ser siempre superior a la del material a tratar. La densidad es otro parámetro que mejora la vida útil de los proyectiles confiriendo una mayor resistencia a la fractura, induciendo mayores intensidades y menores daños superficiales.

La durabilidad se debe analizar desde dos puntos de vista:

- *La vida útil*, el número de ciclos de trabajo que soportan los proyectiles antes de deformarse y adoptar una forma no inaceptable.
- *Resistencia a fractura*, el tiempo que resiste antes de romperse originando aristas afiladas y que perjudicarían en el tratamiento [33-35].

Para separar las bolas aceptadas de las rotas las máquinas de Shot Peening suelen disponer de un ciclón, que aplicando la diferencia de la energía existente debido a la disminución de masa que supone la rotura separa las bolas rotas del resto.

2.3.2.1.2. Intensidad Almen

La intensidad Almen está relacionada directamente con la energía cinética trasferida por los proyectiles durante el choque contra la pieza de trabajo. Se trata de un procedimiento indirecto para definir la energía del flujo de proyectiles.

Para determinar el valor de la “intensidad Almen” existe un ensayo normalizado basado en someter al menos 4 placas normalizadas de acero SAE 1070 (acero de muelle deformado en frío con durezas entre 44 y 50 HRC) durante tiempo distintos al flujo de proyectiles previamente definidos sus parámetros de tratamiento (proyectiles, presión, caudal, ángulo, etc.) y medir la curvatura inducida. Según la energía se utilizan tres tipos de placas, las N (de espesor 0,79mm), A (de espesor 1,29mm) y las C (de espesor 2,39mm) [33-35]. La Figura 2.9 muestra un esquema del método para determinar la intensidad Almen.

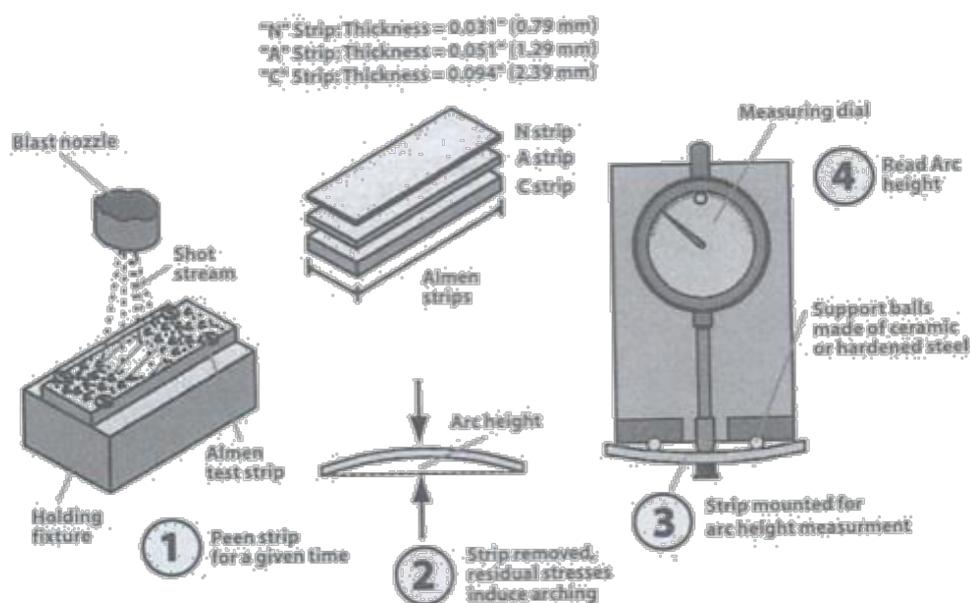


Figura 2.9. Esquema determinación curvatura placas Almen [33]

A continuación se representa gráficamente la curva medida en el centro de cada placa frente al tiempo de exposición y se construye la “curva de saturación” que es la curva de ajuste que representa la evolución de la curvatura en función del tiempo de exposición al chorro de proyectiles siguiendo las ecuaciones 2.1 a 2.3.

$$h = a \cdot (1 - e^{-b \cdot t}) \quad \text{Ecuación 2.1}$$

$$h = a \cdot (1 - e^{-b \cdot t^c}) \quad \text{Ecuación 2.2}$$

$$h = a \cdot (1 - e^{-b \cdot t^c}) + d \cdot t \quad \text{Ecuación 2.3}$$

Donde h es la curvatura, t es el tiempo de exposición y el resto son parámetros relacionados con distintos fenómenos (a con el tamaño y velocidad de proyectiles, b con el caudal del flujo de los proyectiles, c con el endurecimiento por deformación y d con el ablandamiento y autorrevenido) [33-35].

La ordenada del primero punto en que al doblar el tiempo de exposición, la flecha aumente un 10% seguido de la letra del tipo de placa utilizada será la intensidad Almen. Esta intensidad es propia del tratamiento, sin depender del material a tratar.



2.3.2.1.3. Grado de cobertura

El grado de cobertura es el porcentaje de superficie que ha recibido al menos un impacto. Su evolución a lo largo de un tratamiento de Shot Peening queda perfectamente representada mediante la ecuación de Avrami, mostrada en la ecuación 2.4.

$$C = 100 \cdot (1 - e^{-ARt}) \quad \text{Ecuación 2.4}$$

Donde C es el porcentaje de cobertura, A el área de cada huella de cada impacto, R el flujo de proyectiles, t es el tiempo de exposición.

Puesto que esta ecuación es asintótica respecto al 100% de cobertura, se ha decidido elegir un grado de cobertura del 98% como cobertura total.

Para obtener coberturas superiores, del 500% o del 1000%, por ejemplo, se conseguirían respectivamente utilizando tiempos de tratamiento cinco y diez veces superior al necesario para la cobertura del 100% respectivamente [33-35].

2.3.2.2. Parámetros de proceso

El tratamiento de Shot Peening se controla con los parámetros mencionados previamente, sin embargo, estos parámetros están relacionados con las variables de proceso, velocidad de impacto de los proyectiles, flujo de proyectiles y ángulo de impacto [33-35].

2.3.2.2.1. Velocidad de los proyectiles

La expresión de la velocidad está determinada por el tipo de máquina empleado en el proceso de Shot Peening. Puesto que la energía de las partículas aumenta con la velocidad, a mayor velocidad de impacto, mayor es la tensión máxima de compresión alcanzada y la profundidad de la capa afectada [33-35].



2.3.2.2.2. Flujo de proyectiles

El flujo de los proyectiles es muy importante. Un flujo irregular puede causar un campo de tensiones residuales no uniforme [33-35].

2.3.2.2.3. Ángulo de impacto

El ángulo formado entre la superficie y la dirección de partículas, siendo 90° la vertical y disminuyendo hacia ambos lados, se denomina ángulo de impacto. Este ángulo condiciona la intensidad Almen y la energía absorbida por la superficie de la pieza en los impactos. Variando el ángulo varía también la dureza, la rugosidad superficial y la profundidad que alcanzan las tensiones residuales de compresión, debiéndose aumentar el tamaño de partícula o la velocidad para mantener la intensidad [33-35].

2.4. SEGUNDOS TRATAMIENTOS: VIBRACIÓN Y GRANALLADO

2.4.1. Acabado por vibración

El acabado a vibración es una tecnología que se emplea principalmente para el tratamiento de la superficie de los componentes de metal, pero los procesos de acabado por vibración también se pueden utilizar para el acabado de la superficie de las piezas hechas de plástico, madera, vidrio y diversos tipos de piedra [37].

Estos procesos se basan en procesos de arranque de material con una base químico-mecánica. Para ello se utiliza una cuba de trabajo vibratoria, ya sea lineal o circular como la que se ve en la Figura 2.10 junto con abrasivos a base de cerámica, plástico o metal a los que se le añade aditivos químicos (compuestos). Un motor vibratorio induce un movimiento oscilante o giratorio de las piezas y los abrasivos dentro de la cuba de trabajo, los compuestos ablandan la superficie, mientras que la acción de frotamiento constante entre abrasivos y piezas, causa la eliminación de material de las piezas.



Figura 2.10. Máquina rotativa circular

Los parámetros característicos de este proceso son la amplitud de la vibración aplicada, el medio abrasivo empleado, la pasta abrasiva utilizada, las revoluciones por minuto aplicadas y el tiempo de duración del tratamiento [9,37].

2.4.1.1. Intensidad y amplitud de la vibración

La vibración obtenida sigue un movimiento senoidal, la variación máxima del desplazamiento, amplitud, y la velocidad de giro está relacionada con las fuerzas que intervienen en el arranque de material. A mayor amplitud y velocidad, el movimiento relativo entre pieza y abrasivo se producirá a mayor velocidad, provocando mayores fuerzas de corte y arranque da material [9,37,38].

2.4.1.2. Medio abrasivo

El abrasivo se selecciona de acuerdo a 3 factores:

- Calidad: esta determina su función de pulido y el efecto de acabado superficial, en esta se incluye el material y el acabado del abrasivo. Existen chips cerámicos, plásticos y metálicas.
- Forma: el correcto ajuste entre el abrasivo y el componente asegura que todas las superficies sean acabadas uniformemente, además, la forma tiene influencia en el comportamiento de pulido, formas redondeadas actúan con mejor agresividad que los que disponen de puntas. Tienen distintas formas, como se puede ver en la Figura 2.11 cónico, cilindro, cilindro biselado, paraboloides, cuña, estrella, piramidal o bolas entre otros.



Figura 2.11. Ejemplo de abrasivos disponibles para el acabado por vibración



- **Tamaño:** la medida y el peso determinan el rendimiento de la vibración. Cuanto más grande y pesado es el abrasivo mayor agresividad tendrá el tratamiento. Además tratamientos agresivos dejan mayor rugosidad en la superficie, con lo que para acabados pulidos se requiere abrasivos pequeños y ligeros. Para cada forma y calidad existen varios tamaños disponibles [38].

2.4.1.3. Compuestos

El compuesto se selecciona de acuerdo con las aplicaciones del proceso, ya sea pulido, desbarbado, redondeado, afinado, desengrase o decapado [38].

2.4.1.4. Tiempo de aplicación

Normalmente, el acabado a vibración es un proceso en lote, el proceso se lleva a cabo durante un ciclo de tiempo predeterminado, generalmente determinado por la duración de los compuestos. Actualmente, se han desarrollado sistemas de sistemas de separación permitiendo realizar el proceso en continuo y de forma automatizada [37].

2.4.2. Granallado con corindón

El granallado es un método que se utiliza para limpiar, fortalecer (peening) o pulir el metal, se utiliza en casi todas las industrias que utilizan metales, incluyendo la aeronáutica, la del automóvil, la de la construcción, la de fundición, la naval, la del ferrocarril y otras muchas. Hay dos tecnologías que se utilizan: el granallado por turbina o el chorreado por aire. En este trabajo se utilizará el chorreado por aire [39].

La granalla puede ser de distintos materiales, acero inoxidable, fundición dura, poliamida, alambre y corindón entre otros, pero a diferencia de los tratamientos de Shot Peening, en los tratamientos de granallado los proyectiles tienen formas angulosas, de forma que se produce arranque de material de la capa superficial del material, alterando la rugosidad superficial [10,39].





3. Material

El material de estudio en este proyecto ha sido la aleación de titanio Ti6Al7Nb, por empezar a utilizarse en prótesis biomédicas en sustitución de la Ti6Al4V que se viene utilizando hasta ahora.

Las características de la aleación Ti6Al7Nb para su uso en implantes biomédicos están incluidas en la norma ISO 5832-11:2014, debiendo ésta cumplir unas condiciones de composición, microestructura, y propiedades mecánicas.

3.1. COMPOSICIÓN QUÍMICA

La normativa ISO 5832-11 y ASTM F1295 fijan una composición química para la aleación Ti6Al7Nb determinada, con los límites mostrados en la Tabla 3.1 [40,41].

Tabla 3.1. Composición química Ti6Al7Nb

<i>Elemento</i>	<i>Composición [%]</i>
Aluminio (Al)	5,5-6,5
Niobio (Nb)	6,5-7,5
Tantalio (Ta)	Máx. 0,5
Hierro (Fe)	Máx. 0,25
Oxígeno (O)	Máx. 0,20
Carbono (C)	Máx. 0,08
Nitrógeno (N)	Máx. 0,05
Hidrógeno (H)	Máx. 0,009
Titanio (Ti)	Balance

3.2. MICROESTRUCTURA

La aleación Ti6Al7Nb presenta una microestructura $\alpha+\beta$. Para el uso en aplicaciones biomédicas la microestructura debe coincidir con las reflejadas en la ISO 20160, microestructuras A1 a A9 para estado recocido. Estas microestructuras se muestran en la Figura 3.1 [42].

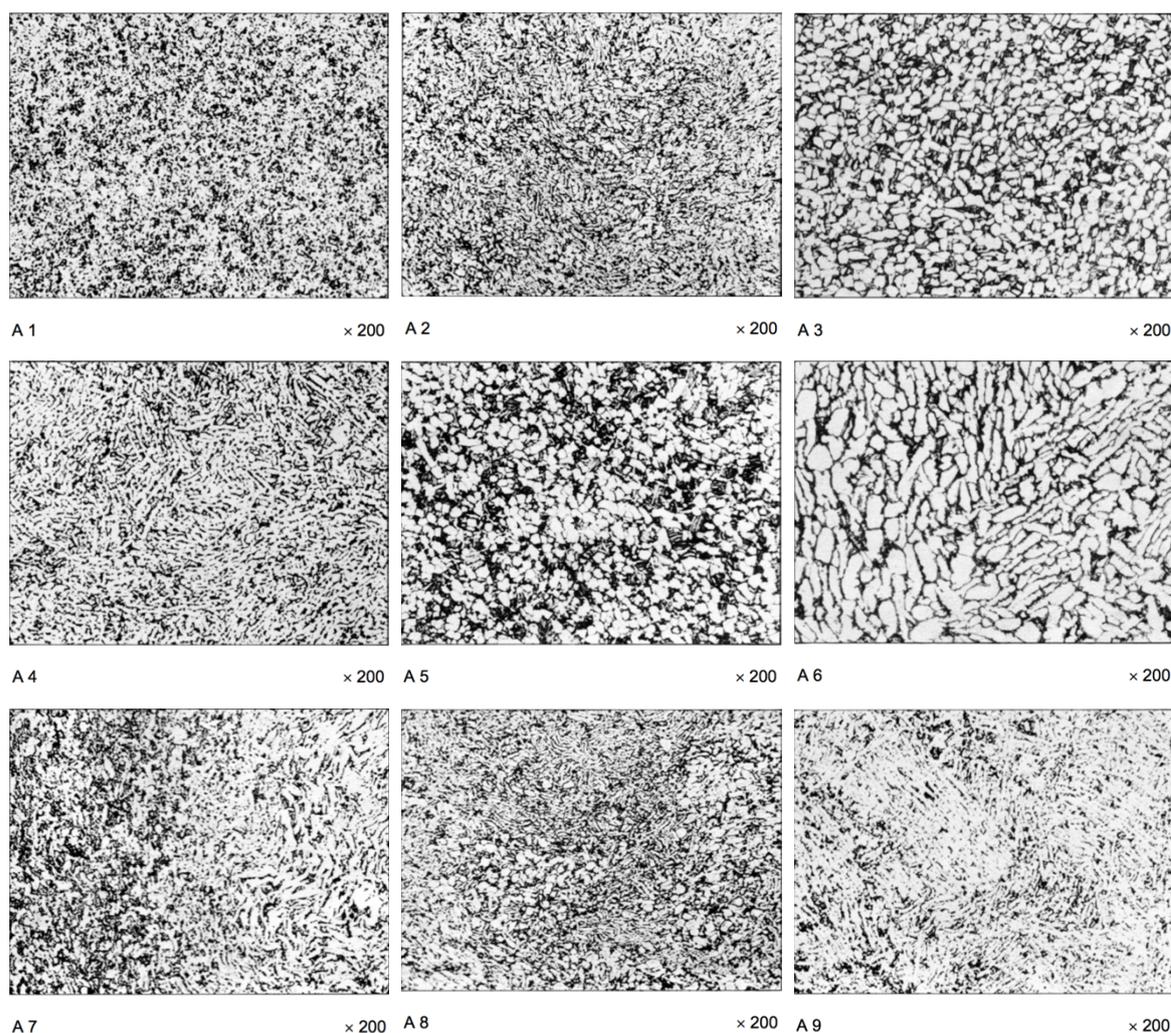


Figura 3.1. Microestructuras de aleaciones de tipo $\alpha+\beta$ aceptables para aplicaciones biomédicas

Nuestra aleación, cuya microestructura se puede observar en la Figura 3.2, coincide con la microestructura A6 deformada debido al proceso de conformado. Su microestructura consiste en dos fases α (fase clara) y β (fase oscura), similar a la aleación Ti6Al4V. Estudios muestran una cantidad de fase β entre 10% y 12%, mientras que para la aleación Ti6Al4V estos valores están en el rango de 9% a 12,5% [41].

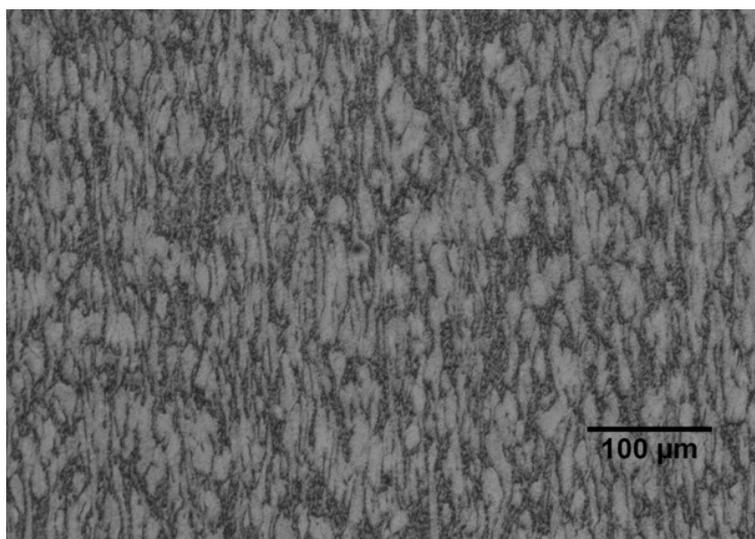


Figura 3.2. Microestructura material de estudio

3.3. PROPIEDADES MECÁNICAS

La norma fija unas propiedades mínimas para el caso de la aleación en estado recocido. En la Tabla 3.2 se muestran estas propiedades mecánicas mínimas según la normativa ISO [40].

Tabla 3.2. Propiedades mecánicas Ti6Al7Nb

	<i>Valores mínimos según ISO 5832-11</i>
Límite elástico	800MPa
Tensión de rotura	900MPa
Elongación	10%
Reducción de área	25%

La Tabla 3.3 muestra las propiedades mecánicas del material de estudio.

Tabla 3.3. Propiedades mecánicas material de estudio

<i>Límite elástico</i>	900MPa
<i>Tensión de rotura</i>	1000MPa
<i>Elongación</i>	12%
<i>Reducción de área</i>	35%
<i>Módulo elástico</i>	105GPa
<i>Coefficiente de Poisson</i>	0,36
<i>Resistencia máxima a flexión</i>	1180MPa
<i>Deformación a flexión</i>	1,85%

4. Metodología de trabajo

En este proyecto se estudia la modificación de la microestructura y de las propiedades superficiales de la aleación Ti6Al7Nb utilizada en aplicaciones biomédicas. Para ello se sometieron diversas muestras a tratamientos de Shot Peening(SP) y Severe Shot Peening (SSP) utilizando bolas de circona. Posteriormente, con el fin de disminuir la rugosidad inducida por los tratamientos, se una serie de muestras sometidas previamente a SSP se someten a un tratamientos de acabado por vibración y otra serie a un granallado con polvo corindón(Al_2O_3) .

Obtenidas todas las series de muestras, se caracterizan microestructuralmente mediante microscopía óptica y se mide la rugosidad en todas las muestras tratadas. Además, se miden las microdurezas, las tensiones residuales y parámetro FWHM en las muestras con tratamientos de SP y SSP (otros estudios han mostrado que los segundos tratamientos desplazan las curvas de tensiones, FWHM y microdurezas una distancia igual al espesor eliminado) [9,10].

Se trataron series de tres probetas con cada secuencia y otras series con los mismos tratamientos sobre Ti6Al4V ELI destinadas a ensayos de crecimiento de bacterias.

4.1. PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS

Las muestras disponibles eran circulares de 25mm de diámetro y espesor entorno a 2mm, para las muestras destinadas a caracterización y ensayos biológicos se procedió a cortar cada disco en 4 partes como se ve en la Figura 4.1.

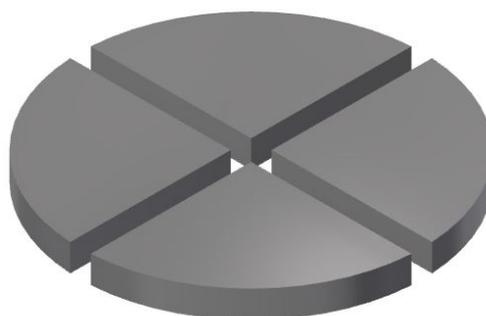


Figura 4.1. Corte de las muestras

El corte se realiza utilizando una cortadora manual Buehler modelo Abrasimet 2, que se muestra en la Figura 4.2.



Figura 4.2. Cortadora manual Buehler

Se utilizará un disco abrasivo como el que se ve en la figura 4.3 de carburo de silicio, de 1,5mm de espesor, siempre lubricado, para evitar el sobrecalentamiento del disco y de la muestra, mejorando así la vida de la herramienta y mejorando el acabado superficial.



Figura 4.3. Disco abrasivo 102507P para corte de titanio

4.2. TRATAMIENTOS DE SHOT PEENING Y SEVERE SHOT PEENING

Se realizaron dos tipos de tratamientos, un tratamiento con cobertura del 100%, llamado Shot Peening Convencional o simplemente Shot Peening, y un tratamiento con parámetro del tiempo no convencional, 50 veces superior al de cobertura total y que equivaldría a una cobertura del 5000% denominado Severe Shot Peening (SSP).

Para llevar a cabo este tratamiento se utiliza una máquina neumática de proyección por presión directa. Está compuesta por una cabina Guyson modelo Euroblast 4 PF, un depósito tipo G27, y un ciclón motorizado tipo 75/16. También consta de colector de polvo modelo DC400, este equipamiento permite operar entre 1,5 y 6 bar de presión.

Este equipamiento se puede ver en la Figura 4.4.



Figura 4. 4. Máquina de Shot Peening

El flujo de aire que produce la presión necesaria para correcto funcionamiento se produce mediante un motor eléctrico, que acciona un rotor. Este flujo de aire provoca, al accionar el pedal, un ciclo de bolas desde el depósito hasta la parrilla de trabajo, donde se encuentra la pieza a tratar, y posteriormente son conducidas de nuevo al ciclón separador, donde por diferencia de pesos y energías se descartan las bolas deterioradas, que pasan al cajón de recolección de polvo, de las aceptables para el proceso, que pasan de nuevo al

depósito a presión. El esquema de este proceso se puede ver en la Figura 4.5 donde se muestra mediante flechas los ciclos de las bolas, en azul las bolas en buen estado y en rojo las bolas rotas o deformadas en exceso.

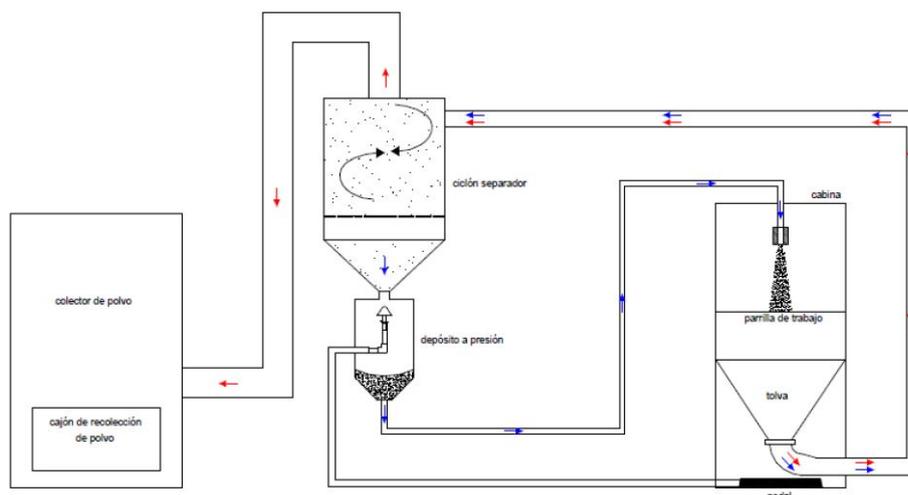


Figura 4.5. Esquema funcionamiento máquina de Shot Peening

4.2.1. proyectiles utilizados

Los tratamientos se realizaron con proyectiles esféricos de circona de la marca Saint Gobain, modelo Zirshot Y300, con las propiedades mostradas en la Tabla 4.1. [43].

Tabla 4.1. Características de los proyectiles utilizados para los tratamientos de SP y SSP

<i>Zirshot Y300 Saint Gobain</i>	
<i>Composición</i>	> 75% Circona parcialmente estabilizada < 25% sílice no cristina
<i>Densidad</i>	4,6g/cm ³
<i>Dureza Vickers</i>	1000HV
<i>Rango de diámetros de los proyectiles</i>	300μm – 425μm



4.2.2. Determinación de la intensidad Almen

La determinación de la intensidad Almen con las bolas de circona de 0.3mm de diámetro se realizaron en un proyecto anterior dentro del departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica. Estos estudios se resumen a continuación en la Tabla 4.2. Se debe hacer notar que como la máquina utilizada no permite medir el caudal, la manera de controlarlo es mediante la apertura de una válvula, medida en forma de vueltas.

Tabla 4. 2. Resultados ensayos Almen Zirshot Y300

<i>Intensidad obtenida</i>	<i>8^a</i>	<i>9A</i>	<i>10A</i>
<i>Caudal (*)</i>	2vueltas	2vueltas	2vueltas
<i>Distancia boquilla</i>	23cm	23cm	23cm
<i>Presión</i>	2bar	3bar	4bar

* Al no disponer de otro canal de medición del caudal, en este caso lo medimos por vueltas de la válvula para tener alguna referencia

En este proyecto los tratamientos se realizan con una intensidad 10A.

4.2.3. Determinación de la cobertura

Para determinar el tiempo de exposición al que deben ser sometidas las probetas se utiliza la ecuación de Avrami (ecuación 4.1).

$$C = 100 \cdot (1 - e^{-A \cdot R \cdot t}) \quad \text{Ecuación 4.1}$$

Para obtener el tiempo para una cobertura determinada necesitamos conocer el parámetro $A \cdot R$, por lo que se realiza un tratamiento de tiempo muy limitado (entre 1 y 3 segundos según la intensidad utilizada y las características del material) sobre una muestra del material con una superficie desbastada para evitar confundir las zonas impactadas de los daños previos en la superficie, y se evaluará de forma gráfica la cobertura obtenida utilizando

para ello el microscopio óptico Nikon Epiphot 200 y el procesador de imágenes Enterprise Omnimet de BUEHLER.

Posteriormente se acondiciona marcando las zonas impactadas en color negro y las no impactadas en color blanco, utilizando un software de dibujo para posteriormente aplicarle una rutina del procesador de imágenes que permite determinar la cobertura. La Figura 4.6 muestra un ejemplo de estos pasos.



Figura 4.6. Superficie expuesta al flujo de proyectiles durante 1s.

Izquierda: Imagen original

Centro: Imagen marcada utilizando un software

Derecha: Imagen procesada con una rutina mediante Enterprise Omnimet.

Se obtienen y procesan 5 imágenes de distintas zonas de la muestra tratada y tras esto, se obtiene el parámetro $A \cdot R$. Con él se calcula el tiempo necesario para una cobertura del 98%, que se asume como cobertura total, al ser la ecuación de Avrami asintótica al 100%. Se utilizará como tiempo el entero inmediatamente superior en segundos.

Para la cobertura del 5000% simplemente se multiplica por 50 el tiempo necesario para la cobertura del 100%.

Las muestras se colocan perpendiculares a la trayectoria de las bolas y se tratan utilizando como tiempos de exposición los obtenidos mediante el método explicado anteriormente, garantizando que el flujo este estabilizado antes de permitir que los proyectiles impacten sobre las muestras y controlando que exista un flujo continuo durante el proceso.

4.3. SEGUNDOS TRATAMIENTOS: VIBRACIÓN Y GRANALLADO

La adhesión bacteriana se ve influenciada por varios factores superficiales, entre ellos la rugosidad y el material con el que se realizan los tratamientos superficiales de Shot Peening o granallado, por ello se estudian dos formas de reducir la rugosidad, por un lado un acabado por vibración y por otro un granallado. Con esto se busca por un lado las tensiones residuales de un tratamiento severo de circona pero modificando la rugosidad de la superficie hacia otros valores de cara a mejorar la osteointegración [8]. C. Aparicio et al. demuestran que en el caso del titanio comercialmente puro la granalla utilizada influía en el crecimiento osteoblástico, presentando las superficies tratadas con corindón un mayor crecimiento osteoblástico que las no tratadas y las tratadas con circona, por lo que en este trabajo se utiliza corindón (Al_2O_3) como granalla en uno de los acabados [44].

4.3.1. Acabado por vibración

El ensayo de acabado por vibración se realiza en una máquina vibratoria Rösler Mini 30, utilizando como velocidad de giro 1500rpm. Como abrasivo se utiliza 25kg de abrasivo de forma cilíndrica biselada de 10mm de longitud y 3 de diámetro de la calidad RP Keramo Finish para procesos de acabado y pulido (referencia RP 03/10 ZS de Rösler) que se puede ver el abrasivo en la figura 4.7.



Figura 4.7. Abrasivo RP 03/10 ZS

Inicialmente se humedece el abrasivo y posteriormente se añade el compuesto, se recomienda entre uno y dos kilogramos de pasta por cada cien kilogramos de abrasivo, utilizando los mismos valores que otros estudios realizados en el departamento se utilizan 300gramos de pasta abrasiva de SiC (referencia RSP 508S de Rösler) para los 25kg de abrasivo. El tiempo de aplicación del tratamiento es de 8 horas. La Figura 4.8 muestra el equipo durante su funcionamiento.



Figura 4.8. Rösler Mini 30 en funcionamiento

Una vez finalizado el tratamiento, se elimina el compuesto mediante un lavado con agua y posteriormente con el jabón FC 120 de Rösler con efecto limpiado, pulido y anti-corrosión.

4.3.2. Tratamientos de granallado con corindón

El tratamiento de granallado se lleva a cabo con el mismo equipamiento que los tratamientos de Shot Peening. Como en este punto únicamente nos interesa una modificación de la superficie por un lado modificando su rugosidad y por otro conseguir un acabado con corindón, se utlizaron la misma presión, la misma abertura de la válvula de caudal y los mismos tiempos que los tratamiento de Shot Peening convencional.

El abrasivo utilizado para este proceso sin embargo será polvo de corindón (White Corundum Cristalba) con menos del 5% de partículas por encima de $150\mu\text{m}$ y la mayoría por debajo de $45\mu\text{m}$ (CAR 0/0,1mm). La Tabla 4.3 refleja su composición.

Tabla 4.3. Composición química del corindón

<i>Elemento</i>	<i>Composición [%]</i>
Alumina (Al_2O_3)	99,70
Óxido de sodio(Na_2O)	0,20
Silice (SiO_2)	0,02
Hematita (Fe_2O_3)	0,02

Como se ve en la Figura 4.9 se trata de alúmina muy fina y con formas angulosas, lo que consigue arrancar material, reduciendo los picos más superficiales y por tanto la rugosidad en las probetas previamente tratadas.

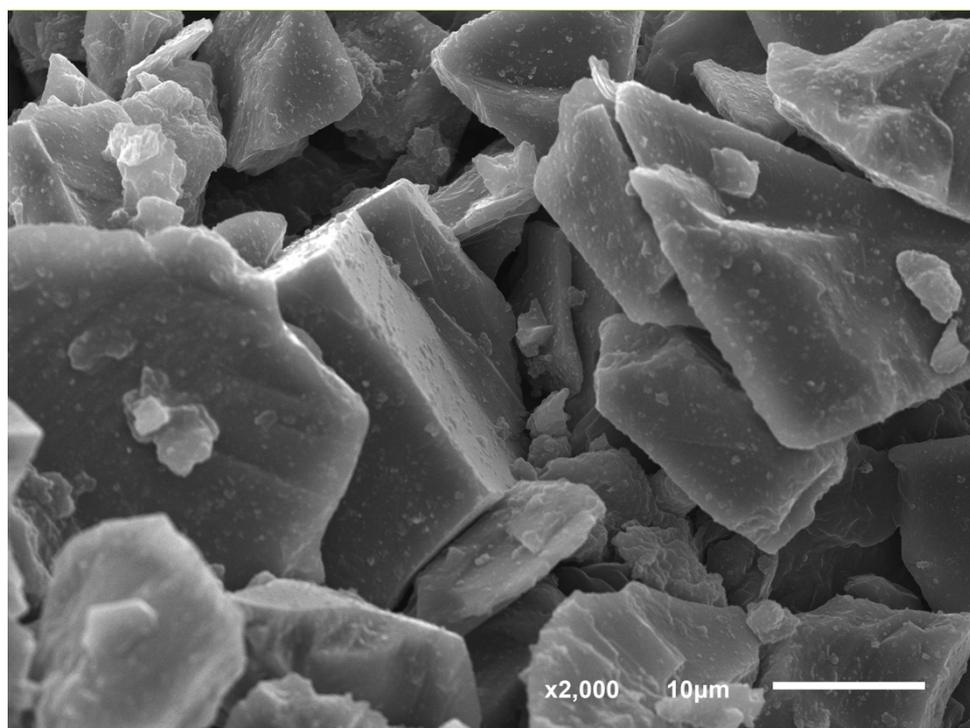


Figura 4.9. Abrasivo de corindón [10]

4.4. CARACTERIZACIÓN SUPERFICIAL DE LAS MUESTRAS TRAS LOS TRATAMIENTOS

La caracterización de la superficie incluye medidas de rugosidad, por ser este un valor importante en el caso de la osteointegración y la adhesión bacteriana, relacionadas con el crecimiento del hueso y las reacciones de cuerpo extraño. Además, tras los tratamientos de Shot Peening y Severe Shot Peening se observa la microestructura de la superficie en una sección transversal, comprobando las diferencias microestructurales producidas tras la deformación plástica. Se realizan también medidas de microdureza, tensiones residuales y FWHM (parámetro relacionado con el endurecimiento por deformación) en la sección perfil superficial de las muestras. Los valores de estos parámetros no se verán prácticamente afectados tras los tratamientos sucesivos con corindón o desgaste por vibración. Éstos tratamientos posteriores afectan solo a la rugosidad.

4.4.1. Rugosidad

Para la determinación de la rugosidad se utiliza un rugosímetro Mahr Surf M300 inalámbrico como el que se ve en la Figura 4.10. [45]



Figura 4.10. Rugosímetro Mahr Surf M300

Este rugosímetro permite medir los parámetros del perfil de rugosidad, tras la aplicación del filtro de perfil automáticamente para eliminar la componente de ondulación. Se pueden determinar parámetros como R_a , R_q , R_z , R_{max} y R_p entre otros. En este caso se prestará atención únicamente en los valores R_a y R_{max} por ser los más representativos. Se

medirá una longitud de $l_t = 5,6mm$ en 7 tramos de 0,8mm y se analizarán los 5 tramos centrales, dando una longitud de evaluación de $l_n = 4mm$ [45, 46].

Las rugosidades se midieron sobre las muestras destinadas a ensayos biológicos, tanto sin tratar como con tratamiento. Se realizarán 5 medidas en cada muestra, buscando cubrir toda la superficie.

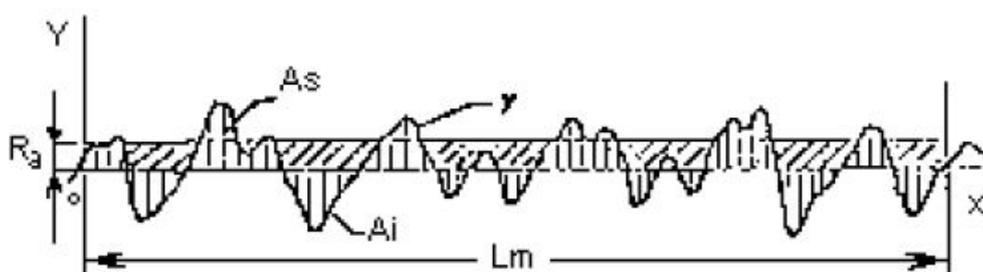
A continuación se muestran la definición y la expresión de los parámetros valores R_a y R_{max} según la norma ISO 4287

4.4.1.1. Parámetro R_a

Desviación media aritmética. Es la media aritmética de los valores absolutos de las ordenadas $Z(x)$ comprendidas en la longitud de muestreo. Se evalúa utilizando la ecuación 4.2 [46].

$$R_a = \frac{1}{l} \cdot \int_0^l |Z(x)| dx \quad \text{Ecuación 4.2}$$

La Figura 4.11 muestra representado el valor R_a en un perfil de rugosidad.



$A_s =$ Areas superiores	$\sum A_s = \sum A_i$
$A_i =$ Areas inferiores	
$A_g =$ Area total	$A_g = \sum A_s + \sum A_i$

Figura 4.11. Representación gráfica del parámetro R_a [46]

4.4.1.2. Parámetro R_{max}

Máxima altura parcial. Es el máximo de las rugosidades parciales que presenta el perfil en el tramo de medición. La Figura 4.12 muestra la representación de las rugosidades parciales (Z_i) y de la rugosidad máxima según la norma ISO 4287.

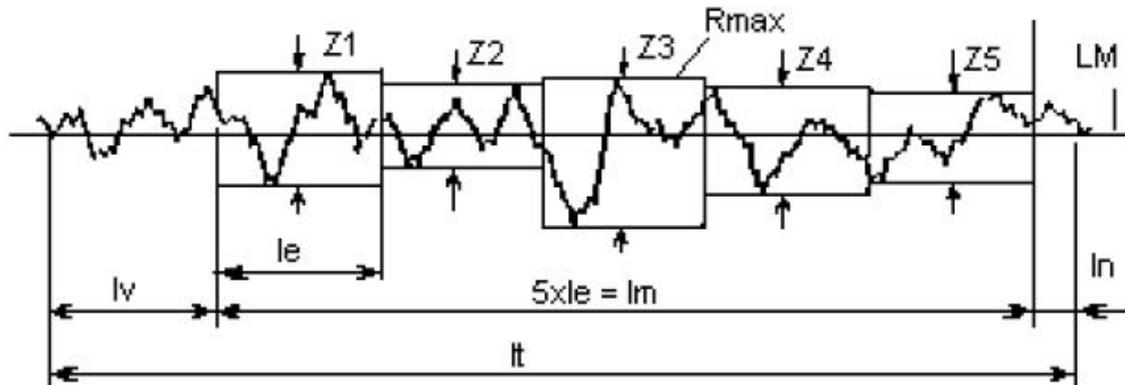


Figura 4.12. Representación gráfica del parámetro R_{max} [46]

4.4.2. Modificaciones en la microestructura

El estudio de la microestructura se realiza en un plano perpendicular al tratamiento, en una sección transversal a la superficie tratada. Para poder preparar metalográficamente las muestras, debido a su reducido tamaño, se embuten en caliente con una resina epoxi mediante el equipo SimpliMet serie 1000 de la marca Buehler, que se puede ver en la Figura 4.13.



Figura 4.13. Embutidora SimpliMet 1000 de la marca Buehler.

Para la preparación de las superficies a visualizar se procede con la siguiente secuencia de desbastado y pulido:

- *Desbaste con lijas de carburo de silicio (SiC) de 180, 240, 320, 400, 600 y 1200 grit.*
- *Pulido con paños y pasta de diamante de 6 μ m y 1 μ m. Lubricado con aceite.*

El desbaste y el pulido se realizan en una pulidora automática PowerPro 4000 de Buehler, que se puede ver en la Figura 4.14, aclarando las muestras con agua al cambiar de lija y con heptano al cambiar de paño. Antes de pasar al siguiente paño, las muestras se secan con aire comprimido.



Figura 4.14. Pulidora automática PowerPro 4000 de la marca Buehler

Tras el proceso de pulido, se procede a atacar las probetas para revelar su microestructura. Para ello utilizaremos el reactivo de Kroll cuya composición se puede ver en la Tabla 4.4.

Tabla 4.4. Composición reactivo de Kroll

Reactivo de Kroll	3 mL HF
	6 mL HNO ₃
	100 mL H ₂ O



El ataque se realiza durante 2-3 segundos, moviendo la muestra para garantizar una distribución por toda la superficie del reactivo evitando que existan ataques diferenciales. Se aclara la probeta con agua y comprueba que haya perdido la superficie especular. Si no es así se repite el proceso de ataque.

Para el estudio microestructural se utilizó un microscopio óptico. Este se basa en la reflexión y la refracción de la luz. Una radiación (luz) incide sobre la superficie de la muestra y parte de esta será reflejada, además, mediante distintas lentes, se consigue un aumento en el tamaño de la imagen. Según la lente utilizada se conseguirá una imagen más o menos ampliada de la realidad, sin embargo esta técnica se encuentra limitada por la resolución, dependiente de la longitud de onda y de la apertura numérica, como se refleja en la Ecuación 4.3.

$$\delta = \frac{\lambda_l}{2 \cdot AN} \quad \text{Ecuación 4.3}$$

Donde δ es la resolución expresada en micrómetros, λ_l es la longitud de onda de la luz empleada y AN es la apertura numérica del sistema, que se calcula mediante la ecuación 4.4.

$$AN = n_r \cdot \text{sen}\alpha \quad \text{Ecuación 4.4}$$

Donde n_r es el índice de refracción del medio entre el objeto y el objeto ($n_r = 1$ para el aire y $n_r = 1,51$ para el vidrio o aceite) y α es el ángulo entre la normal de la muestra y el haz de luz reflejada [47]. El esquema del funcionamiento se puede ver en la Figura 4.15.

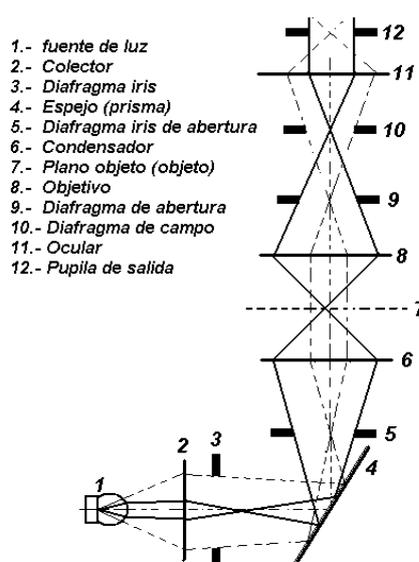


Figura 4.15. Esquema funcionamiento microscopio óptico

Para ello se utilizará el microscopio óptico de la marca Nikon modelo EPIPHOT 200 conectado a un ordenador con capacidad para tomar imágenes mediante el procesador de imágenes Enterprise Omnimet de BUEHLER (Figura 4.16).



Figura 4.16. Microscopio óptico y ordenador con Enterprise Omnimet.

4.4.3. Perfil de microdurezas

Las medidas de dureza se realizan en una sección transversal a la aplicación del tratamiento. Debido al tamaño de muestra las medidas deben ser de microdurezas. Estas se realizaron en un microdurómetro Vickers (como el que se ve en la Figura 4.17) bajo una carga de 200g durante 15s.

La dureza se define como la resistencia que opone el material a la penetración. Se expresa como el coeficiente entre la carga aplicada y el área de la impresión piramidal. La ecuación 4.5 muestra la relación matemática entre la dureza, la fuerza aplicada y las diagonales de la huella obtenida, según el ensayo Vickers [48].

$$HV = 1,8544 \cdot \frac{P_d}{d_m^2} \quad \text{Ecuación 4.5}$$

Donde HV es la dureza Vickers expresada en kg/mm^2 , P_d es la fuerza aplicada en la penetración, y d_m es la media de las medidas de las diagonales.



Figura 4.17. Microdurómetro Buehler

4.4.4. Perfil de tensiones residuales mediante difracción de rayos X

Para conocer el nivel de tensiones residuales inducidos por estos tratamientos, se realizan medidas de tensiones mediante difracción de rayos X. Para poder medir las tensiones en profundidad se elimina material por capas mediante la técnica del electropulido para no alterar prácticamente el estado tensional.

4.4.4.1. Electropulido

Para realizar el electropulido se utiliza el equipo Polimat 2, de Beuhler, compuesto por una celda galvánica y una fuente eléctrica. Este equipamiento se puede ver en la Figura 4.18



Figura 4.18. Fuente eléctrica y celda galvánica utilizada para electropulido

Los parámetros de electropulido se reflejan en la tabla 4.5

Tabla 4.5. Parámetros de electropulido

Electrolito	94% ácido acético 6% ácido perclórico
Voltaje	45V

Este método introduce una pequeña relajación de tensiones, estudiada por Sikarskie, que pueden ser corregidas según la siguiente ecuación [49]:

$$\sigma(z_1) = \sigma_m(z_1) - 4 \cdot \sigma_m(H) \cdot \frac{\Delta z_1}{H} \quad \text{Ecuación 4.6}$$

Donde $\sigma(z_1)$ es la tensión corregida a la profundidad z_1 , $\sigma_m(z_1)$ es la tensión medida a esa profundidad, $\sigma_m(H)$ es la tensión medida en la superficie de la muestra, H es el espesor inicial de la muestra y Δz_1 es el espesor eliminado, calculado con la ecuación 4.7

$$\Delta z_1 = H - z_1 \quad \text{Ecuación 47}$$

En este proyecto no se corrigen las tensiones ya que el valor de la corrección es despreciable respecto al valor medido.

Para controlar los espesores eliminados mediante electropulido se utiliza un micrómetro vertical Mitutoyo ID-H0560. Se muestra en la Figura 4.19.



Figura 4.19. Micrómetro vertical Mitutoyo ID-H0560

De cara a medir siempre en el mismo punto, y que esta medida no esté afectada por irregularidades de la muestra colocaremos unas guías sobre la mesa de medida.

4.4.4.2. Medida difracción de rayos X

La cuantificación de las tensiones residuales se realiza mediante difracción de rayos X. Para ello se emite un haz de rayos X sobre una zona de la muestra y se analiza la difracción de las ondas emitidas por los electrones de los átomos de la muestra, que se producirá únicamente cuando se encuentren en fase. La Figura 4.20 muestra un esquema de la difracción de los rayos X.

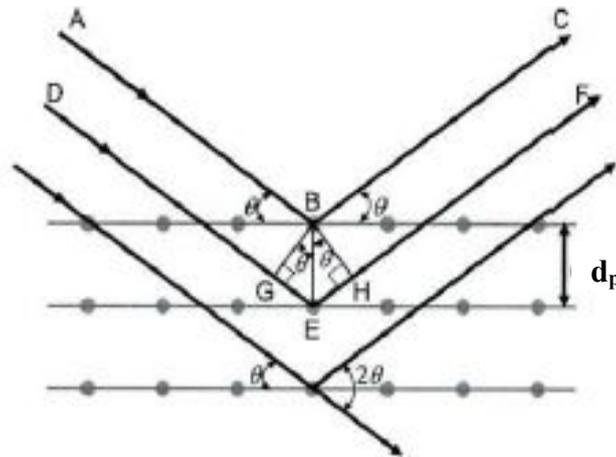


Figura 4.20. Difracción de rayos X en un sólido cristalino.

Bragg formuló una relación teniendo en cuenta varias premisas:

- El haz incidente, el haz normal a la superficie de reflejo y el haz difractado son siempre coplanares.
- El ángulo entre el haz difractado y el haz transmitido es siempre 2θ , el cual será el medido experimentalmente.
- La difracción solo ocurre cuando la longitud de onda está en el mismo orden de magnitud que la distancia entre los núcleos de los átomos.

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d_p \cdot \text{sen}\theta \quad \text{Ecuación 4.8}$$

Donde n es el orden de reflexión, λ es la longitud de onda de la radiación incidente, d_p es la distancia interplanar, θ ángulo de incidencia.

Una tensión uniforme provoca una distorsión en la distancia interplanar d_p respecto al valor d_{p0} medido sin tensiones sobre el mismo plano. La distancia interplanar será inferior si el esfuerzo es de compresión o superior si el esfuerzo es de tracción, a partir de esta deformación se puede calcular la deformación inducida (ε) como:

$$\varepsilon = \frac{d_p - d_{p0}}{d_{p0}} \quad \text{Ecuación 4.9}$$

Con esto se puede determinar el valor de la tensión, conociendo los valores de las constantes elásticas (E y ν) del material en el plano de medida $\{hkl\}$, mediante la ecuación 4.10.

$$\sigma = -\frac{E}{2 \cdot \nu} \cdot \varepsilon = -\frac{E}{2 \cdot \nu} \cdot \frac{d_p - d_{p0}}{d_{p0}} \quad \text{Ecuación 4.10}$$

La Tabla 4.6 refleja los valores de las constantes elásticas del material, además de la radiación utilizada para realizar las medidas.

Tabla 4.6. Parámetros de difracción utilizados para la aleación Ti6Al7Nb

<i>Material</i>	<i>Radiación</i>	<i>Plano de medida</i>	<i>Ángulo difracción (2θ)</i>	$\frac{E}{1 + \nu}$
Ti6Al7Nb	Cu $K\alpha$	$\{213\}$	139,5°	77,2 GPa

Estas medidas se realizaron utilizando para ello un difractómetro de rayos X portátil modelo Xtress 3000 G3R de la casa Stresstech Group, compuesto por una unidad principal, un goniómetro y un conjunto colimador-arco-detector. Este equipo se puede ver en la Figura 4.21.



Figura 4. 21. Equipo Xtress 3000 G3R para difracción de rayos X

En la Tabla 4.7 se muestran los parámetros de trabajo utilizados en las medidas mediante difracción de rayos X, con la técnica χ modificado (asumiendo tensiones

isotrópicas y estado biaxial de esfuerzos en el plano con los dos esfuerzos principales iguales) y el ajuste de los picos obtenidos.

Tabla 4.7. Parámetros de trabajo para las medidas de difracción de rayos X

<i>Filtro de la radiación</i>	Niquel
<i>Potencia máxima</i>	30 kV
<i>Intensidad máxima</i>	6,7 mA
<i>Tiempo de exposición</i>	230 s
<i>Diámetro colimador</i>	3 mm
<i>Tilt Ψ</i>	9 puntos entre -45° y 45°
<i>Eliminación del ruido</i>	Lineal
<i>Ajuste del pico</i>	Pseudo-Voigt

Antes de medir las tensiones, se debe calibrar el equipo. Para ello se sigue el procedimiento explicado en el punto siguiente.

4.4.4.3. Calibración del equipo

Para la calibración del equipo se utiliza un patrón de polvos del material o de la fase mayoritaria, en nuestro caso titanio de fase alfa, correspondiente al material sin tensiones residuales. La figura 4.22 muestra un esquema del conjunto colimador-arco-detectores.

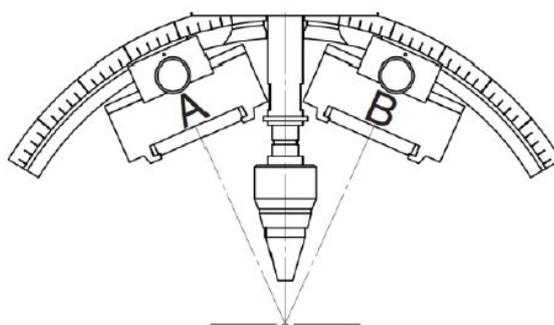


Figura 4.22. Conjunto colimador-arco-detectores A y B.



Una vez colocados los detectores (A y B) y el colimador, se inicia la calibración sobre un patrón de titanio, que únicamente presenta fase alfa y sin tensiones residuales. El equipo busca la distancia adecuada entre colimador y muestra que haga que la difracción se produzca exactamente en $139,5^\circ$ (que es el ángulo de difracción para la fase alfa en el plano {213}) el equipo realiza medidas sucesivas hasta que la tensión residual sea de 0 ± 10 MPa, considerando el ratio $\frac{E}{1+\nu}$ de 90,3GPa, valor que toma para la fase α del titanio puro del patrón. Esta distancia está cerca de los 12mm.

4.4.5. Parámetro Full Width Half Maximum mediante difracción de rayos X

Las tensiones no uniformes, producidas por el endurecimiento por deformación plástica, conllevan una ligera oscilación alrededor de su posición normal y un ensanchamiento del pico de difracción. Estas deformaciones se evalúan mediante el parámetro Full Width at Half Maximum (FWHM), relacionado con el endurecimiento por deformación inducido en el material. Este parámetro será mayor cuanto mayor sea la distorsión en la red cristalina [50].



5. Resultados

Este proyecto tiene como objetivo estudiar la modificación de la microestructura y de las propiedades superficiales de la aleación Ti6Al7Nb utilizada en aplicaciones biomédicas, sometida a tratamientos de Shot Peening, Severe Shot Peening. Estos tratamientos fueron caracterizados mediante el estudio microestructural, medidas de rugosidad en la superficie, y perfiles de microdurezas, tensiones residuales y FWHM en una sección transversal de las muestras. Además, dos series sometidas a SSP fueron posteriormente tratadas con el fin de reducir su rugosidad superficial. Para ellos una serie se sometió a un tratamiento de granallado utilizando corindón como proyectil, y otra serie fue sometida a tratamiento de vibración con el fin de disminuir los picos más superficiales. En todas estas series se midió la rugosidad superficial, considerando que en nivel de microdurezas, tensiones residuales y FWHM no variaba con respecto al de la serie sometida únicamente al tratamiento de SSP, como se deduce de otros proyectos [9,10].

A continuación se exponen los resultados obtenidos:

5.1. TRATAMIENTOS DE SHOT PEENING Y SEVERE SHOT PEENING

5.1.1. Parámetros de Shot Peening

5.1.1.1. Proyectiles

Se utilizaron como proyectiles bolas de zirshot Y300, con un tamaño entre 300 y 425 μ m en todos los tratamientos de SP y SSP.

5.1.1.2. Intensidad Almen

La intensidad Almen determinada ha sido de 10A, utilizando como parámetros de la máquina una presión de 4bar, con una abertura del caudal de 2 vueltas de válvula (al no disponer de otro canal de medición del caudal, en este caso lo medimos por vueltas de la

válvula para tener alguna referencia). La Figura 5.1 muestra la curva de saturación para estos parámetros.

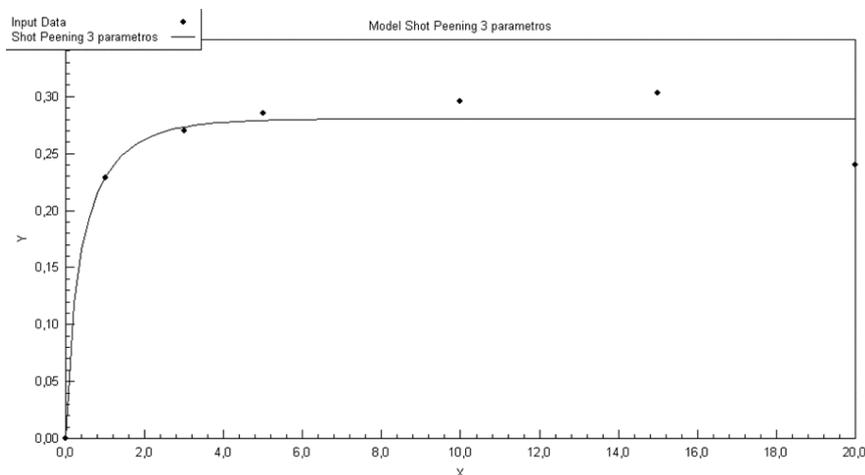


Figura 5.1. Curva saturación

5.1.1.3. Cobertura

Para determinar la cobertura se trató una probeta durante un segundo y se obtuvieron imágenes de la superficie. Tras procesarlas y aplicarles una rutina se obtuvieron las coberturas, siendo la cobertura media de 58,62% para un tiempo de 1 segundo, que introducido en la fórmula 5.1 y despejando $A \cdot R$ se obtiene un valor de 0,8823

$$C = 100 \cdot (1 - e^{-A \cdot R \cdot t}) \quad \text{Ecuación 5.1}$$

Con la misma fórmula se calculó el tiempo necesario para la cobertura total del 98%, que se asume como cobertura total o del 100%, dando un valor de 5 segundos, que multiplicado por 50, da el tiempo necesario para la cobertura de 5000%, que es de 250 segundos (4 minutos 10 segundos).

La Tabla 5.1 muestra los parámetros utilizados en los tratamientos de SP y SSP.



Tabla 5.1. Parámetros de Shot Peening

	<i>SP</i>	<i>SSP</i>
<i>Proyectil</i>	Zirshot Y300 (proyectiles entre 300 y 425 μ m de diámetro)	
<i>Intensidad Almen</i>	10 A	
Presión	4 bar	
Caudal	2 vueltas*	
<i>Cobertura</i>	100%	5000%
Tiempo de exposición	5 segundos	250 segundos

* Al no disponer de otro canal de medición del caudal, en este caso lo medimos por vueltas de la válvula para tener alguna referencia.

5.2. SEGUNDOS TRATAMIENTOS: VIBRACIÓN Y GRANALLADO

5.2.1. Acabado por vibración

El acabado por vibración se realizó utilizando los parámetros de la tabla 5.2

Tabla 5.2. Parámetros tratamiento de acabado por vibración

<i>Equipamiento</i>	Máquina vibradora Rösler Mini 30
<i>Abrasivo</i>	RP 03/10 ZS (25Kg) Abrasivo cerámico cilíndrico biselado para acabado y pulido
<i>Compuestos</i>	RSP 508S (300g) Pasta abrasiva SiC
<i>Velocidad de giro</i>	1500rpm
<i>Tiempo de tratamiento</i>	8horas
<i>Jabón limpiador</i>	FC120 Rösler Efecto limpiado, pulido y anti-corrosión

5.2.2. Granallado

El tratamiento de granallado se realizó con polvo de corindón CAR 0/0,1, con los mismos parámetros de presión, tiempo y caudal que los tratamientos de Shot Peening convencional. Estos parámetros se resumen en la Tabla 5.3

Tabla 5.3. Parámetros tratamiento de granallado

<i>Abrasivo</i>	Corindón blanco CAR 0/0,1
<i>Presión</i>	4 bar
<i>Caudal</i>	2 vueltas*
<i>Tiempo</i>	5segundos

* Al no disponer de otro canal de medición del caudal, lo medimos por vueltas de la válvula para tener alguna referencia.

5.3. CARACTERIZACIÓN DE LAS SUPERFICIESTRAS LOS TRATAMIENTOS

Los distintos tratamientos dan lugar a distintas superficies, incluso macroscópicamente, como se puede ver en la figura 5.2.

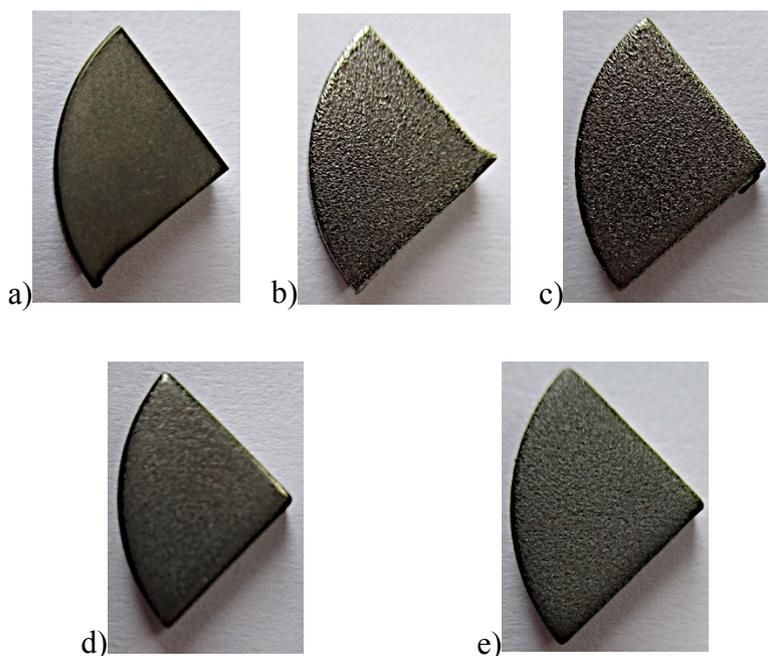


Figura 5.2. Superficies macroscópicas muestras Ti6Al7Nb

a) sin tratamiento

b) SP-zirshot Y300

c) SSP-zirshot Y300

d) SSP-zirshot Y300 y acabado por vibración

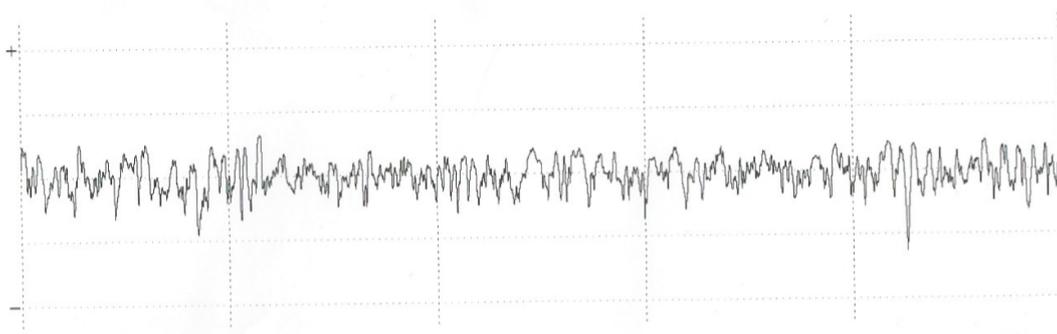
e) SSP-zirshot Y300 y granallado con corindón

Para caracterizar las modificaciones que induce el tratamiento en la superficie se realizaron diversos ensayos. Inicialmente se midió la rugosidad que generan los distintos tratamientos, puesto que este parámetro, en el caso del uso de este material para prótesis, influye en la adhesión bacteriana y en la osteointegración. También se realizó un estudio microestructural de las muestras tratadas con Shot Peening y Severe Shot Peening, utilizando para ello un plano perpendicular a la capa tratada. En este mismo plano se realizaron medidas de microdurezas, puesto que la deformación plástica y el aumento de las dislocaciones conlleva un aumento en la dureza del material. Por último se midieron mediante difracción

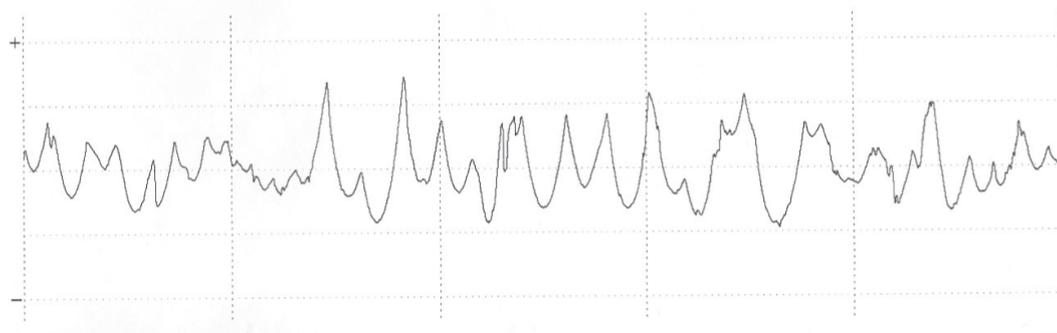
de rayos X las tensiones residuales y el parámetro FWHM (relacionado con el endurecimiento por deformación).

5.3.1. Medidas de rugosidad

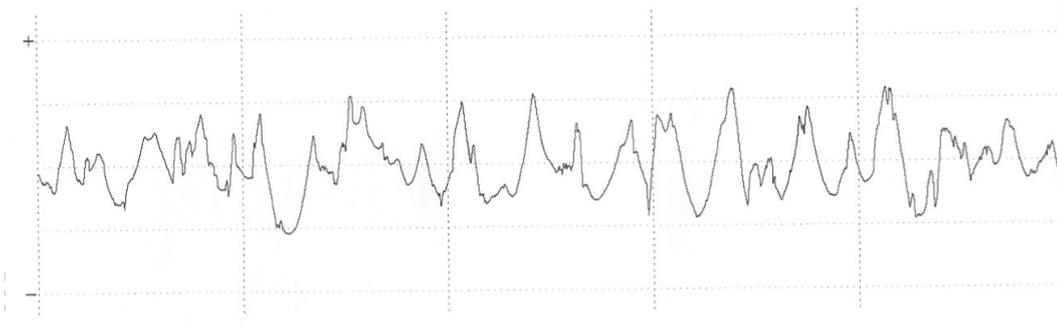
Se realizaron cinco medidas de rugosidad en la superficie de cada muestra. Un ejemplo del perfil de cada una de las muestras se muestra en las Figuras 5.3 a 5.6.



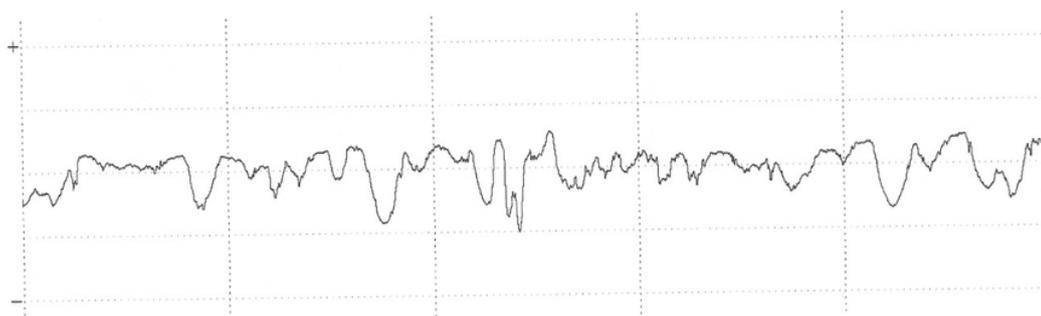
**Figura 5.3. Perfil de rugosidad muestra sin tratamiento
(Escala: horizontal 0,8μm, vertical 5μm)**



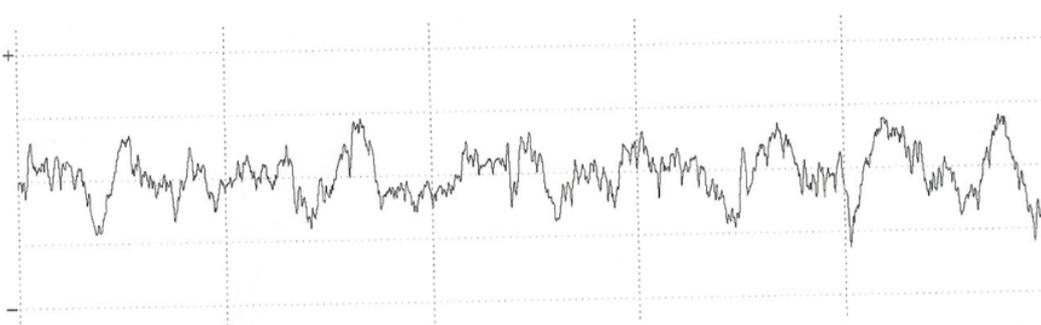
**Figura 5.4. Perfil de rugosidad muestra sometida a Shot Peening
(Escala: horizontal 0,8μm, vertical 10μm)**



**Figura 5.5. Perfil de rugosidad muestra sometida a Severe Shot Peening
(Escala: horizontal 0,8μm, vertical 10μm)**



**Figura 5.6. Perfil de rugosidad muestra sometida a Severe Shot Peening y acabado por vibración
(Escala: horizontal 0,8μm, vertical 10μm)**



**Figura 5.7. Perfil de rugosidad muestra sometida a Severe Shot Peening y granallado con corindón
(Escala: horizontal 0,8μm, vertical 10μm)**

A la vista de estas imágenes se observa que todos los tratamientos realizados aumentan la rugosidad de las muestras respecto a su estado de recepción. Por otro lado, se observa que la rugosidad es similar en los tratamientos de Shot Peening y Severe Shot Peening, como además confirman los valores medios de los parámetros mostrados en la Tabla 5.4. Pese a la mayor cobertura no se producen incrementos notables en los valores de rugosidad, como ocurre en otros materiales (Acero 316L-acero cut wire, la aleación Ti6Al4V-acero cut wire) [35,51]

También en estos perfiles se puede observar la modificación que provocan los segundos tratamientos. El tratamiento de acabado por vibración reduce los picos del perfil creando zonas horizontales en las crestas mientras que el tratamiento de granallado genera una mayor cantidad de picos.

La Tabla 5.4, que recoge los parámetros de rugosidad, refleja que los segundos tratamientos afectan tanto al parámetro R_a como a R_{max} , obteniéndose la menor rugosidad en las muestras sometidas a vibración, como también ocurre en acero [9, 10].

Tabla 5.4. Valores rugosidad muestras Ti6Al7Nb

<i>Tratamiento</i>	R_a	R_{max}
Sin tratamiento	$0,85 \pm 0,09\mu m$	$7,1 \pm 1,1\mu m$
SP (100%)	$3,6 \pm 0,4\mu m$	$25,4 \pm 3,8 \mu m$
SSP (5000%)	$3,7 \pm 0,5\mu m$	$25,4 \pm 4,2 \mu m$
SSP +Vibración	$2,4 \pm 0,3\mu m$	$15,2 \pm 2,3\mu m$
SSP+ Corindón	$2,9 \pm 0,4\mu m$	$20,8 \pm 2,7\mu m$

5.3.2. Estudio microestructural

Se prepararon las probetas para su visualización en una sección transversal a la capa tratada. Las microestructuras obtenidas se pueden ver en las Figuras 5.8 y 5.9.

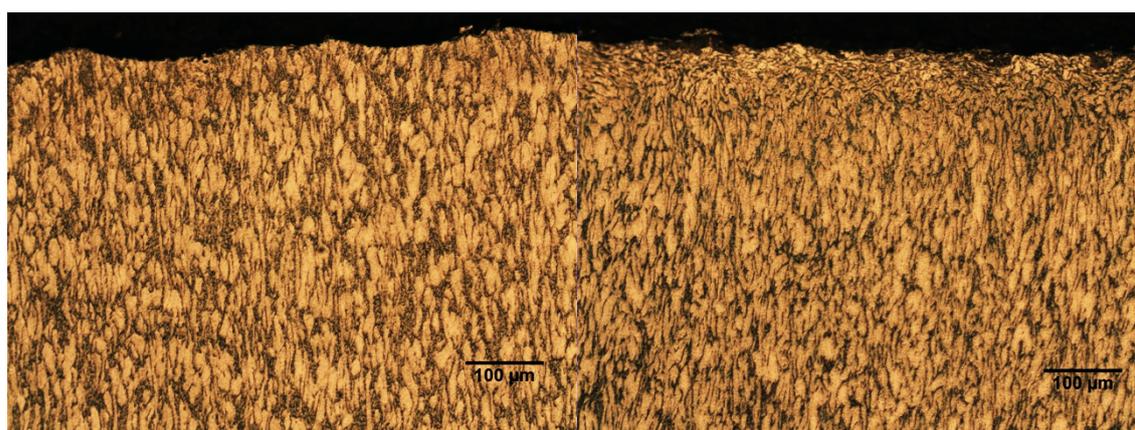


Figura 5.8. Microestructuras capa superficial tratada(200x)
Izquierda: tratamiento SP
Derecha: tratamiento SSP

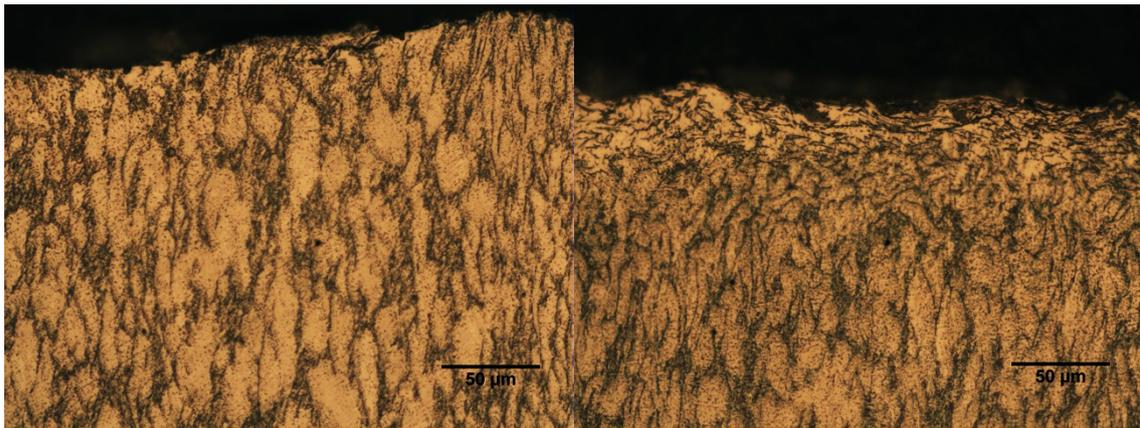


Figura 5.9. Microestructuras capa superficial tratada (500x)
Izquierda: tratamiento SP
Derecha: tratamiento SSP

A la vista de las micrografías se observa la deformación de los granos superficiales en las muestras tratadas con parámetros severos en un espesor en torno a las 50μm. Sin embargo, esta deformación no se observa en el caso de las muestras sometidas a tratamiento convencional.

5.3.3. Perfil de microdurezas

La Figura 5.10 muestra los perfiles de microdurezas los tratamientos de Shot Peening y Severe Shot Peening. Las medidas están realizadas en una sección transversal de las muestras tratadas.

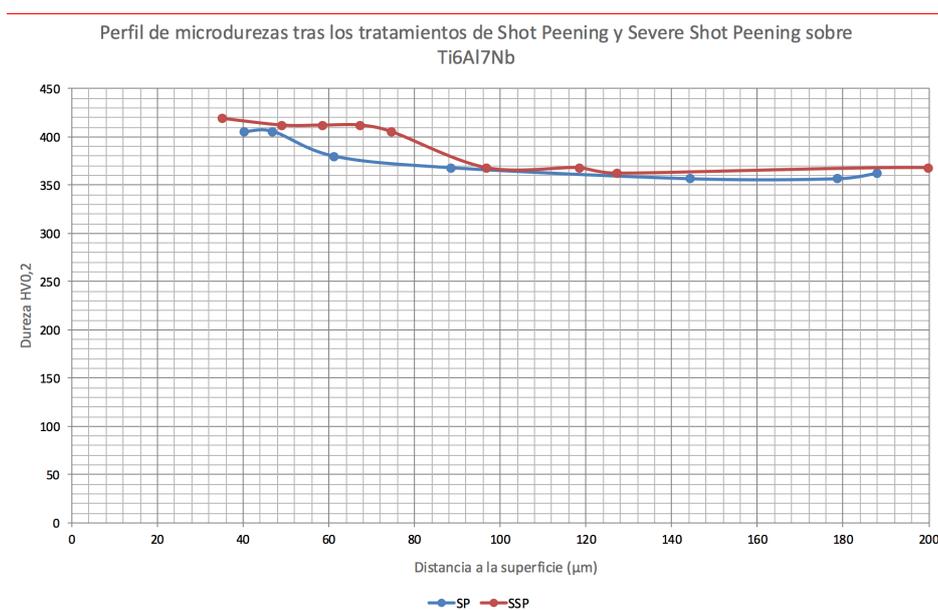


Figura 5. 10. Perfil de microdurezas tras el tratamiento

Se puede ver como el endurecimiento por deformación es ligeramente superior en el caso del tratamiento severo al igual que la profundidad del tratamiento (alrededor de $60\mu\text{m}$ en el tratamiento convencional frente a $90\mu\text{m}$ del tratamiento severo)

5.3.4. Perfiles de tensiones residuales mediante difracción de rayos X

Mediante difracción de rayos X se obtuvieron los perfiles de tensiones residuales tras los tratamientos de SP y SSP. Para obtener estos perfiles se utilizó el electropulido de cara a eliminar capas de material sin afectar significativamente estas tensiones. Los perfiles de tensiones pueden verse en la Figura 5.11.

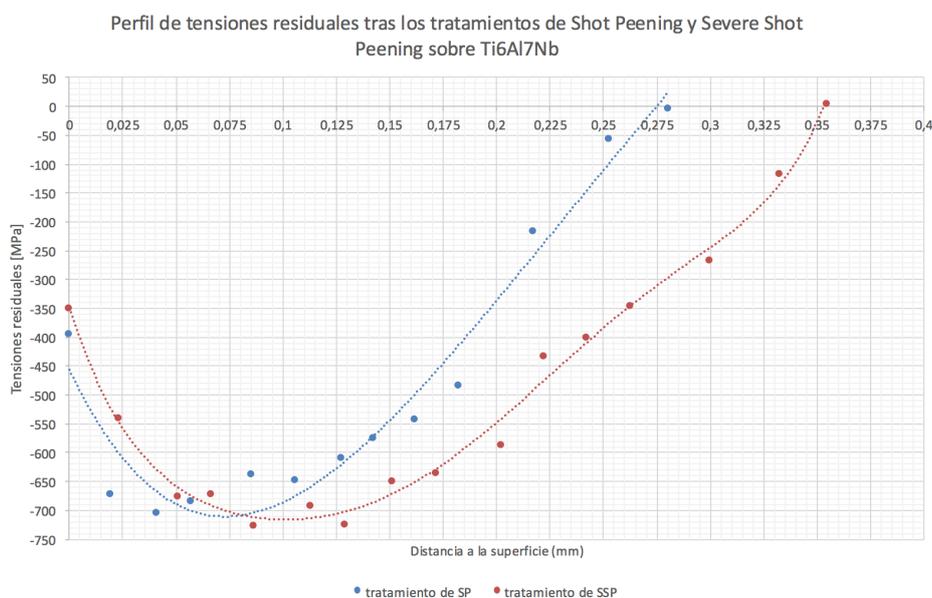


Figura 5.11. Perfil de tensiones residuales tras el tratamiento

Ambos tratamientos inducen tensiones residuales de compresión en torno a los 700MPa, siendo el espesor de capa afectada superior en el caso de las muestras sometidos a tratamientos severos ($350\mu\text{m}$ del severo frente $275\mu\text{m}$ del convencional). El espesor de la capa sometida a altas tensiones de compresión también es superior en el caso de los tratamientos severos.

5.3.5. Perfiles FWHM mediante difracción de rayos X

Otro parámetro estudiado es la evolución del parámetro FWHM (Full Width at Half Maximum, el cual es determinado como la anchura del pico de difracción a la altura media), relacionado con el endurecimiento por deformación [33,34].

La Figura 5.12 muestra la evolución de este parámetro con respecto a la profundidad.



Figura 5.12. Evolución del parámetro FWHM tras el tratamiento

El parámetro FWHM en la superficie es superior para el caso del tratamiento severo, además de estabilizar a mayor profundidad, lo que implica un mayor endurecimiento por deformación y mayor espesor de capa endurecida.





6. Conclusiones

En este proyecto se modificó superficialmente la aleación de titanio Ti6Al7Nb utilizada en material de prótesis, sometiendo a diferentes tratamientos superficiales: Shot Peening (SP) y Severe Shot Peening (SSP), utilizando como proyectiles esferas de circonita de 0,3mm de diámetro y una intensidad de 10A. Con el fin de modificar el acabado superficial de las muestras sometidas a tratamientos severos, dos series de probetas fueron sometidas a segundos tratamientos. Una serie se sometió a tratamiento de vibración y otra a un granallado con polvo de corindón, ya que estudios manifiestan la mejora de este acabado en la osteointegración. Los tratamientos fueron caracterizados microestructuralmente mediante microscopía óptica y mecánicamente mediante medidas de rugosidad, perfiles de microdurezas, de tensiones residuales y de Full Width at Half Maximum (FWHM), parámetro relacionado con el endurecimiento por deformación. Por analogía con otros proyectos, se supone que los segundos tratamientos no alteran los valores de tensiones residuales, microdurezas ni FWHM.

A la vista de los resultados obtenidos se pueden enumerar las siguientes conclusiones:

- Tras los tratamientos de SP y SSP se produce un aumento de la rugosidad, no habiendo apenas diferencia entre los valores obtenidos en las muestras sometidas a tratamientos convencionales y severos con los parámetros utilizados. Tras el granallado con polvo de corindón y el tratamiento de vibración, estos valores disminuyen.
- El perfil de rugosidad de las muestras sometidas a tratamiento de vibración muestran un perfil con zonas horizontales, mientras que los perfiles de las muestras con granallado final presentan mayor cantidad de picos y valles.
- El estudio microestructural mediante microscopía óptica de las muestras sometida a tratamiento de Shot Peening no revela aplastamiento ni deformación de los granos



superficiales, sin embargo, el tratamiento de Severe Shot Peening muestra una evidente distorsión en las primeras $50\mu\text{m}$.

- El endurecimiento superficial es ligeramente superior en el caso del tratamiento severo $55\text{kg}/\text{mm}^2$, frente a $50\text{kg}/\text{mm}^2$ para el convencional. El espesor de la capa endurecida es superior en las probetas sometidas a tratamiento severo ($90\mu\text{m}$ frente a $60\mu\text{m}$ en el convencional).
- Ambos tratamientos inducen un nivel de tensiones residuales de compresión similar, entorno a los -700MPa , presentando menor tensión en la superficie el tratamiento severo, pero afectando a más profundidad el tratamiento (para el tratamiento de SP las tensiones desaparecen entorno a las $275\mu\text{m}$ mientras que el tratamiento de SSP afecta $350\mu\text{m}$).
- El parámetro FWHM en la superficie es superior para el caso del tratamiento severo, además de estabilizar a mayor profundidad, lo que implica mayor espesor endurecido por deformación.



7. Bibliografía

- [1] A. Morato, I. Naváez, C. Toribio. Ciencias de la Salud. *El futuro de los biomateriales. Tendencias tecnológicas a medio y largo plazo*. Ministerio de industria, Turismo y comercio, Fenin y Fundación OPTI. Noviembre 2004
- [2] Synthes. *Catalog Trauma 2011*. West Chester.
- [3] F.J. Gil, M.P. Ginebra, J.A. Planell. *Metales y aleaciones para la sustitución de tejidos duros*. Biomecánica. 1999
- [4] R. Hudak, M. Penhaker, J. Majernik. *Biomedical Engineering-Technical Applications in Medicine*. Capítulo 3. *Fatigue of Ti-6Al-4V* (S. Hosseini). InTech 2012.
- [5] R. Bisbal, P.Dávila, F. Gomez, S.Camero, M. Pérez, G.González. *Efecto del Ta en la aleación Ti6Al4V tratada térmicamente*. Revista de la Facultad Ingeniería Universidad Central deVenezuela. Vol 27, nº4. Caracas Dic 2012.
- [6] C.C: Gomes, L.M Mareira, V.J.S.V. Santos, A.S. Ramos, J.P.Lyon, C.P. Soares, F.V. Santos. *Assessment of the genetic risks of a metallic alloy used in medical implants. Genetics and Molecular Biology*. Enero-Marzo 2014.
- [7] K. Rokosz, T. Hryniewicz, S. Raaen. *Develompent of plasma electrolytic oxidation for improved Ti6Al4V biomaterial Surface properties*. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology.
- [8] Conrado Aparicio. *Tratamientos de superficie sobre titanio comercialmente puro para la mejora de la osteointegración de los implantes dentales*. Tesis doctoral. Universitat politécnica de Catalunya, 2004.
- [9] E.Segurado, J. Belzunce. *Uso de dobles tratamientos superficiales (shot peening+acabado por vibración) con la finalidad de incrementar la vida a fatiga de aceros templados y revenidos de alta resistencia*. XIV Congreso nacional de tratamientos térmicos y de superficies. Octubre 2015.



- [10] E. Segurado, F.J. Belzunce. *Uso de dobles tratamientos superficiales (Shot Peening+granallado) con la finalidad de incrementar la vida a fatiga de aceros templados y revenidos de alta resistencia*. Anales de la Mecánica de la fractura. XXXII Encuentro del Grupo Español de Fractura. Abril 2015
- [11] K. C. Dee, D.A. Puleo, R. Bizios. *An introduction to Tissue-Biomaterial Interactions*. Willey-Liss. USA 2002.
- [12] G.Duffo. *Materiales y materias primas. Capítulo 8: Biomateriales*. Guía Didáctica. Ministerio de Educación República Argentina. 2011
- [13] R.F. González Fisher, P.L. Flores Shaw. *El papiro quirúrgico de Edwin Smith*. Anales médicos Vol 50 n°1. 2005
- [14] Larry L. Hench, Julia M. Polak. *Third-Generation Biomedical Materials*. Science 295. 2002.
- [15] Joon B. Park, Joseph D. Bronzino. *Biomaterials, Principles and applications*. CRC Press LLC. 2003.
- [16] Método de Kroll para la obtención de titanio puro. disponible en www.uclm.es/profesorado/afantinolo/docencia/inorganica/tema12/TransT12IQ.pdf
Último acceso 3-noviembre-2014
- [17] Cristoph Leyens, Manfred Peters. *Titanium and Titanium alloys. Fundamentals and applications*. Wiley-VCH
- [18] Segundo Barroso Herrero, Joaquín Ibáñez Ulargui. *Cuadernos UNED: Introducción al conocimiento de materiales*. UNED
- [19] Michael F. Ashby, David R. H. Jones. *Materiales para ingeniería 2. Introducción a la microestructura, el procesamiento y el diseño*. Reverté.
- [20] Apuntes CESOL. *Tema 2.21 Titanio y otros metales y aleaciones*. IWE-Módulo 2
- [21] Gerhard Welsch, Rodney Boyer, E.W. Collings. *Materials Properties Handbook: Titanium Alloys*. ASM International.



- [22] P. Molera Solà. *Tratamientos térmicos de los metales*. S.A. Marcombo 1991.
- [23] International Organization for Standardization. ISO 5832-11. *Implant for surgery- Metallic Materials. Part 11. Wrought titanium 6-aluminium 7-niobium alloy*. 2014. Suiza.
- [24] AIAS. *El Shot Peening y sus aplicaciones. AIAS se suma a las iniciativas patronales*. AIAS Abril 2009 nº79.
- [25] Tri-Process. Metal finishing specialist. Último acceso 08/06/2015. <http://www.tri-processcompany.com/capabilities.asp>
- [26] Superior Shot Peening, Inc. Último acceso 07/06/2015 www.superiorshotpeening.com
- [27] C. Vallellano, A. Navarro. *Una aproximación microestructural al estudio de la fatiga en entallas con tratamiento de granallado*. Anales de mecánica de la fractura. Vol 16. 1999.
- [28] S.M. Hassani-Gangaraj, A. Moridi, M Guagliano. *From conventional to severe shot peening to generate nanostructured surface layer: A numerical study*. IOP Conf. Serie: Materials Science and Engineering 63, 2014.
- [29] S. Bagherifard, M. Guagliano. *Effects of surface nanocrystallization induced by shot peening on material properties: a Review*. Frattura ed Intefrità Strutturale, . 2009.
- [30] S. Bagherifard, I. Fernández Pariente, M. Guagliano. *Fatigue behavior of notched Low-alloy steel specimens subjected to conventional and severe shot peening treatments*. Anales de mecanica de la fractura 28. Vol 1. 2011.
- [31] M. Multigher, P. Fernández-Castrillo, S. Ferreira, Barragans, G. González-Docel, J.L. González-Carrasco. *Influencia del arenado de la aleación Ti6Al4V en la dureza subsuperficial y estado de tensiones residuales*. Revista de metalurgia 45.2009
- [32] C. Aparicio, D. Rodríguez, F.J. Gil, C. Fonseca, M. Barbosa, G. Nussbaum, A. García, J.A. Planell. *Comportamiento a la corrosión de implantes de titanio granallados*. Biomecánica. VII. 1999.



- [33] Ana Teresa Vielma Mendoza. *Parámetros de Shot Peening y sus efectos en el comportamiento a fatiga del acero F1272*. Tesis Doctoral. Universidad de Oviedo. 2013
- [34] Víctor Llana Menéndez. *Control de los parámetros de Shot Peening con objeto de optimizar estos tratamientos sobre materiales industriales*. Tesis Doctoral. Universidad de Oviedo. 2014
- [35] Itziar Buruchaga Lahera. *Efecto de la rugosidad sobre las propiedades del acero inoxidable 316L sometido a distintos tratamientos de Shot Peening*. Trabajo fin de master. Universidad de Oviedo 2013
- [36] Marcos Pérez Rodríguez. *Estudio del tratamiento de Shot Peening en el acero F1272 templado y revenido a 200°C*. Proyecto fin de carrera. Universidad de Oviedo 2012.
- [37] Rösler Oberflächentechnik GmbH. *Acabado por vibración*. Disponible en <http://www.rosler.es/novedades/datos-de-interes/acabado-a-vibracion/> Último acceso 27-mayo-2016.
- [38] Rösler Oberflächentechnik GmbH. *Catálogo de Consumibles*. Disponible en <http://www.rosler.es/descargas/catalogos/> Último acceso 27-mayo-2016
- [39] Wheelabrator. Shaping Industry. *Soluciones de granallado*. Disponible en http://staging.norican.sequence.co.uk/es/sites/wheelabrator/content/wheelabrator_home.aspx Último acceso 27-mayo-2016
- [40] Synthes. *Implant Materials. Titanium-6% Aluminium-7% Niobium*. Second edition. November 2008 West Chester.
- [41] International Organization for Standardization. ISO 5832-11. *Implant for surgery- Metallic Materials. Part 11. Wrought titanium 6-aluminium 7-niobium alloy*. 2014. Suiza.
- [42] International Organization for Standardization. ISO 20160. *Classification of microstructures for alpha+beta titanium alloy bars*. 2006. Suiza.



- [43] ZirPro. Zirshot technical data sheet. SEPR Saint-Gobain ZirPro. 2012 Disponible en www.zirpro.com
- [44] C.Aparicio, F.J. Gil, F. J. Peña, J.A. Planell. *Mejora del comportamiento a fatiga y de la osteointegración de implantes dentales de Ti arenados*. Anales de mecánica de la fractura. Vol 19. 2002.
- [45] Mahr GmbH. Último acceso 24/06/2015. www.mahr.com/es/Home/
- [46] AENOR. UNE-EN ISO 4287. *Especificación geométrica de productos (GPS) Calidad superficial: método del perfil. Términos, definiciones y parámetros del estado superficial*. Madrid. 1999. España
- [47] Universidad de los Andes. Medicina. *La microscopía*. Último acceso 20/06/2015. <http://www.medic.ula.ve/histologia/anexos/microscopweb/MONOWEB/inicio.htm>
- [48] ASTM International. *Standard Test Method for knoop and Vickers Hardness of Materials. E384*. West Conshohocken. 2011. Estados Unidos.
- [49] D. L. Sikarskie. *On a series from of correction to stress in removed layer in X ray diffraction*. AIME transactions. Vol 239. 1967.
- [50] B.D. Cullity. *Elements of X Ray Diffraction*. Addison-Wesley Publishing Company, Inc. 1956
- [51] Rebeca Orviz Palacio. *Caracterización de una aleación de titanio sometida a diferentes tratamientos de SP de altas energías*. Proyecto fin de carrera. Universidad de Oviedo. Julio 2013.