

Universidad de Oviedo Universidá d'Uviéu University of Oviedo

DEPARTAMENTO CIENCIA DE LOS MATERIALES E INGENIERÍA METALÚRGICA

Trabajo Final De Grado:

SHOT PEENING COMO MÉTODO DE MODIFICACIÓN DE

LAS PROPIEDADES SUPERFICIALES DE UN ACERO

AUSTENÍTICO INOXIDABLE 304

Jesús Cristian González Bada

Tutores:

Inés Fernández Pariente

Sonia Álvarez García

ÍNDICE

1.	Resumen	1
2.	Introducción	3
3.	Estado del conocimiento	5
	3.1 BIOPELÍCULAS BACTERIANAS O BIOFILMS	5
	3.1.1 BIOFOULING E IMPLICACIONES	6
	3.1.2 SOLUCIONES AL BIOFOULING	7
	3.2 INFLUENCIA DE LA RUGOSIDAD SUPERFICIAL EN LA ADHERENCIA BACTERIANA	9
	3.3 TÉCNICAS DE MODIFICACIÓN SUPERFICIAL 1	11
	3.3.1 PULIDO CONVENCIONAL 1	11
	3.3.2 ELECTROPULIDO1	11
	3.3.3 PULIDO LÁSER 1	12
	3.3.4 SHOT PEENING O GRANALLADO 1	13
	3.4 SHOT PEENING	13
	3.4.1 EL PROCESO DE SHOT PEENING	14
	3.4.2 PARÁMETROS DEL SHOT PEENING	15
	3.5.1 AIR BLAST SHOT PEENING (ABSP)	24
	3.5.2 WHEEL BLAST SHOT PEENING (WBSP)	24
	3.5.3 ULTRASONIC SHOT PEENING (USSP)2	25
	3.5.4 HIGH ENERGY SHOT PEENING (HESP) O SEVERE SHOT PEENING (SSP) 2	26
4.	Materiales	30
	4.1 APLICACIONES	32
	4.1.1 APLICACIONES EN LA INDUSTRIA ALIMENTARIA	32
5.	Técnicas experimentales	33
I	5.1 PROCESO DE SHOT PEENING	33

5.1.1 PROYECTILES	. 34
5.1.2 PARÁMETROS	. 34
5.1.3 CÁLCULO DE LA COBERTURA	. 35
5.2 CARACTERIZACIÓN DE LAS PROBETAS TRATADAS	. 37
5.2.1 RUGOSIDAD	. 37
5.2.2 OBSERVACIÓN MICROSCÓPICA	. 39
5.2.3 TENSIONES RESIDUALES	. 43
5.2.4 MICRODUREZAS	. 47
6. Resultados	. 49
6.1 RUGOSIDAD	. 49
6.2 OBSERVACIÓN MICROSCÓPICA	. 51
6.3 TENSIONES RESIDUALES	. 55
6.4 MICRODUREZAS	. 56
7. Conclusiones	. 58
8. Presupuesto	. 60
9. Bibliografía	. 62
10. Anexo I: Determinación de la cobertura	. 67
11. Anexo II. Medidas de rugosidad	. 69
12. Anexo III. Micrografías	. 73
13. Anexo IV. Tensiones residuales	. 78
14. Anexo V. Medidas de microdurezas	. 79



1. Resumen

Uno de los principales retos a los que se enfrentan en la actualidad, entre otras, la industria alimentaria y farmacéutica, es la adherencia de bacterias a la superficie de los materiales, lo que provoca la contaminación de grandes cantidades de productos y también pérdidas económicas muy significativas.

Hoy en día aún no se conoce con exactitud los mecanismos que influyen en la adherencia bacteriana a una superficie, pero los estudios realizados muestran que la superficie del material (textura, naturaleza química, carácter hidrofílico o hidrofóbico, etc.) juega un papel importante. Por tanto, aquellas técnicas susceptibles de modificar la superficie de un material podrían emplearse como método preventivo de cara a disminuir la adherencia bacteriana en la superficie del material.

Este estudio evalúa la técnica denominada *shot peening* como método de modificación de las propiedades superficiales de un acero inoxidable 304, típicamente utilizado en la industria alimentaria, buscando que condiciones de tratamiento son más adecuadas para disminuir la adherencia bacteriana en la superficie del material. Para ello, probetas de dichos aceros han sido sometidas a diferentes tratamientos de *shot peening* γ su textura superficial ha sido caracterizada de forma exhaustiva.



ABSTRACT

One of the main challenges currently facing, inter alia, the food and pharmaceutical industry, is the biofouling, which causes the contamination of big amounts of equipment and very high economic losses.

Nowadays, it's not exactly known the mechanisms which influences in the biofouling, but the studies show that the surface of the material (texture, chemical nature, hydrophilic characteristics, etc.) plays an important role. So, those techniques likely to modify the surface of a material could be used as preventive method in order to decrease the biofouling in material's surface.

This study evaluates the technique called shot peening as a method to modify the surface's properties of a stainless steel 304, usually used in the food industry, in order to find which conditions of treatment are better to decrease the biofouling. To reach that, test pieces have been subjected to different shot peening treatments and their superficial texture has been analysed thoroughly.



2. Introducción

La investigación realizada en este trabajo forma parte de un proyecto mucho más amplio, financiado en la convocatoria HORIZON 2020, titulado "Breaking Bad Biofilms. Innovative Analysis and Design Rules for Next-Generation Antifouling Interfaces". El objetivo global del proyecto europeo es desarrollar estrategias integradas de prevención, detección y eliminación de "biofilms" en la superficie de materiales. Para ello se están estudiando los mecanismos biológicos y fisicoquímicos de la formación de biopelículas microbianas resistentes a antibióticos, que permitan desarrollar metodologías de control, prevención y destrucción de dichas películas en aquellas áreas donde su presencia es perjudicial. Los estudios ya realizados ^[8ª, 9ª, 10ª, 11ª, 12ª] apuntan a que la microtextura superficial de los materiales puede jugar un papel importante en el mecanismo de adhesión bacteriana a la superficie. Es por ello, que este trabajo se centra en los efectos que produce un tratamiento de modificación superficial, como es el *shot peening*, en la textura superficial de un acero inoxidable 304 ampliamente utilizado en la industria alimentaria, una de las más perjudicadas por la formación de biopelículas no deseadas.

El objetivo principal de este TFG es, por tanto, tratar el acero seleccionado con diferentes técnicas de *shot peening*, con la finalidad de dotar a las muestras de diferentes texturas superficiales. Todas las muestras serán caracterizadas de la forma más exhaustiva posible a nivel superficial. En una etapa posterior, las probetas con diferentes superficies serán inoculadas en un laboratorio bioquímico con diferentes cepas bacterianas, con la finalidad de seguir el crecimiento de colonias y poder correlacionar el grado de adherencia bacteriano con la textura superficial. A la hora de tratar el acero 304, en este trabajo se seguirán los siguientes pasos:

1) Aplicación de diferentes tratamientos de SP y evaluación de la idoneidad de éstos.

2) Preparación de probetas metalográficas del acero sometido a los diferentes tratamientos, para su posterior análisis.



 Análisis microestructural y estudio del grado de deformación mediante microscopio óptico y SEM.

4) Análisis tensional de las probetas, utilizando un difractómetro de rayos X.

5) Análisis de microdurezas, mediante microdurómetro.

Como se ha indicado, las probetas sometidas a los diferentes tratamientos, una vez realizada su caracterización textural, se enviaron a un laboratorio bioquímico, co-participante en el Proyecto Europeo BREAK BIOFILMS donde se está evaluando el grado de adherencia bacteriana a cada una de ellas. Esta segunda etapa, de inoculación de las probetas, aún están en periodo de realización, por lo que los resultados no están disponibles ni se presentan en este trabajo. Los resultados de las pruebas de adherencia proporcionados por este laboratorio permitirán establecer, en un trabajo posterior, relaciones entre tratamiento de *shot peening* (grado de modificación superficial) y grado de adherencia bacteriana.



3. Estado del conocimiento

3.1.- BIOPELÍCULAS BACTERIANAS O BIOFILMS

Algunos microrganismos y bacterias tienen la capacidad de adherirse y crecer en los compuestos orgánicos y/o en las superficies que están en contacto con ellos formando biopelículas, o como son habitualmente conocidos, "biofilms". En estas biopelículas, las células crecen en agregados multicelulares que forman parte de una matriz extracelular producida por las propias bacterias. Las fases de formación de "biofilms" son las siguientes (*Figura 1*) ^[1ª]:

- Absorción: es la etapa inicial en la que la célula se adhiere sobre una superficie.
 Está fase dependerá tanto de factores ambientales (pH y temperatura) como de factores genéticos propios de la cepa bacteriana (motilidad, sensibilidad ambiental, presencia de proteínas).
- Adhesión a la superficie: en esta etapa hay dos fases, una primera reversible y otra segunda irreversible. En la primera, la bacteria se une débilmente con el sustrato y puede ser eliminada fácilmente. En la segunda fase, las bacterias sintetizan la matriz para así conseguir establecer contacto físico con la superficie. Es necesario un tiempo de contacto mínimo entre las bacterias y la superficie para que se pueda dar esta fase irreversible.
- Crecimiento y maduración: cuando la bacteria ya se ha adherido a la superficie comienza a dividirse y las células bacterianas hijas formarán una microcolonia similar.
- Dispersión de células: en último lugar, algunas de las bacterias de la matriz se liberan para poder repetir el proceso de colonización en otra zona del material. Es la parte del proceso que menos se conoce.





Figura 1. Etapas de la formación de "biofilms". ^[1ª]

Dichos "biofilms" suelen tener una estrecha relación con la mala salubridad y contaminación de productos e instalaciones de la industria alimentaria y generan uno de los principales quebraderos de cabeza en estas industrias, siendo fuente de importantes pérdidas económicas. Actualmente, se emplean "técnicas correctivas" como el uso de detergentes agresivos y soluciones antibióticas para tratar los "biofilms", pero estos procedimientos no siempre son efectivos. Además, su utilización implica tener que parar las líneas de producción o alternar periodos de fabricación con periodos de limpieza, con la consecuente pérdida de productividad. Es por ello, que muchos de los esfuerzos actuales en esta área, se centran en conseguir "métodos de prevención" de la formación de biopelículas. Los métodos preventivos se basan en la modificación de la superficie de los materiales, de modo que se impida o dificulte la adherencia de bacterias a los mismos. Esto puede realizarse a través de la modificación de la propia superficie del material o añadiendo algún tipo de recubrimiento con propiedades antibacterianas, que proteja la superficie del material. ^[2ª, 3ª]

3.1.1.- BIOFOULING E IMPLICACIONES

La adhesión de las bacterias a la superficie de los aceros inoxidables y su retención en las superficies puede aumentar la corrosión del acero presentándose como una de las



fuentes de la contaminación en la industria del procesamiento alimentario, causando problemas de salud y disminución del rendimiento del equipamiento, además de provocar pérdidas económicas.

Los microorganismos en general se adhieren rápidamente a las superficies con las que entran en contacto, lo que les permite aumentar su crecimiento y supervivencia. En la industria de la alimentación la contaminación microbiológica se origina principalmente por los microorganismos presentes en las materias primas, equipamientos, entornos y en el agua. Los dos procesos más representativos mediante los cuales los microorganismos se adhieren son los siguientes:

a) por una sedimentación en la superficie, provocada por fuerzas gravitatorias, predominantes en depósitos de fermentación

 b) por la turbulencia de un líquido en suspensión, que puede encontrarse en una línea de tubería.

El procedimiento de adhesión bacteriana a las superficies es conocido como "biofouling". [^{3ª, 4ª,5ª}]

3.1.2.- SOLUCIONES AL BIOFOULING

En lo que a técnicas de eliminación del "biofouling" se refiere, es habitual encontrar principalmente dos tipos de actuaciones, en función de si se emplean métodos químicos o físicos de limpieza:

Limpieza mediante métodos químicos: es muy importante conocer qué tipo de microorganismos y qué tipo de sistemas hidráulicos se emplean para garantizar la exitosa aplicación de los métodos químicos. Los biocidas, que son sustancias o compuestos químicos de origen natural o microorganismos, son la principal herramienta utilizada para prevenir, evitar o eliminar el crecimiento microbiano. Estos deben ser aplicados en su correcta concentración y en su frecuencia adecuada ya que de lo contrario no darán buenos resultados.

Jesús Cristian González Bada



Se dividen en dos grupos predominantes:

- Antibióticos: que se generan de manera natural y están principalmente producidos por organismos procariotas.
- Antisépticos, desinfectantes y conservantes: que no se generan de manera natural.

Generalmente se utilizan compuesto de cloro, como el hipoclorito de sodio (comúnmente conocidos como lejías) el fenol, ozono o cloraminas entre otros. ^[1ª,6ª,7ª]



Figura 2. Mecanismos de desactivación mediante biocidas, CRA's = chlorine-releasing agents, QAC's = quaternary ammonium compounds.^[79]

Limpieza mediante métodos físicos: estos métodos tratan de desinfectar la superficie físicamente. Se pueden encontrar diferentes procedimientos ^[18]:

 El más habitual es el uso de irradiación ultravioleta, con fotones en una longitud de onda determinada, que son capaces de destruir moléculas de ADN y ARN, además de matar las bacterias sin añadir compuestos químicos a la superficie.



- Filtración: aplicable en la esterilización de líquidos. El principal inconveniente de estas técnicas es que los filtros actuales son eficaces para retener bacterias, pero no microorganismos de menor tamaño, como virus o micoplasmas.
- Desinfección solar catalítica: utiliza la energía solar para destruir los microorganismos. Reúne los efectos de la radiación UV y del calor, combinándolos para aumentar la efectividad de cada uno por separado.

3.2.- INFLUENCIA DE LA RUGOSIDAD SUPERFICIAL EN LA ADHERENCIA BACTERIANA

En general, hay muchos factores que influyen la adhesión de las bacterias a un acero inoxidable, no existiendo acuerdo en la comunidad científica, con los conocimientos actuales, de cuáles son los más importantes.

Los factores que tienen que ver con las propiedades del material son los siguientes: la rugosidad superficial, la topografía, la composición química y la energía superficial pueden favorecer o evitar la adhesión y el crecimiento de las bacterias. De los factores anteriormente mencionados, la rugosidad superficial y la topografía son habitualmente considerados como los más cruciales, especialmente cuando la composición de la superficie se puede comparar con el tamaño de las bacterias. Una modificación superficial ayuda a reducir la adhesión bacteriana inicial en la superficie. ^[8ª]

Se han realizado un gran número de estudios tratando de correlacionar la rugosidad superficial con la adherencia bacteriana. Sin embargo, los resultados disponibles en la bibliografía no son coincidentes entre sí, siendo éste un tema que genera gran controversia. Actualmente, existen dos corrientes claras y contradictorias entre sí.

En primer lugar, hay estudios que muestran que la rugosidad superficial sí que influye en la adherencia bacteriana, tal y como se refleja en los trabajos citados a continuación:

- En un estudio realizado sobre el comportamiento y eliminación de una bacteria, en concreto la "Pseudomonas aeruginosa", en superficies de acero inoxidable AISI 304, se demostró que la influencia de la rugosidad superficial es patente, depositándose una



mayor densidad de bacterias en las superficies más rugosas. Este estudio también refleja que en las superficies menos rugosas la capacidad de eliminación de dicha bacteria era mayor, (es decir, se eliminaba en un menor tiempo). ^[10^a]

- Un estudio de 2016 ^[9ª], confirma la importancia de la rugosidad superficial, que tiene un impacto crucial en la densidad de bacterias adheridas, pero puntualizan que los resultados obtenidos pueden estar influenciados por otros aspectos de la morfología del material que no se han tenido en cuenta, como la dimensión de las características individuales como pueden ser los arañazos, huecos o cavidades.

- El estudio de Tylor et al. ^[11^a] concluyó que disminuyendo la rugosidad de 1.24 a 0.04μm, la superficie es menos propensa a la adhesión bacteriana en estudios realizados con determinados tipos de bacterias, como las "P. aeruginosa" y "S. aureus", pero se sabe que con otros tipos esta afirmación podría no ser tan verdadera.

Por otro lado, diversos estudios parecen indicar que no existe relación demostrable entre la adherencia bacteriana y la rugosidad superficial:

-Ya en 1990, uno de los primeros estudios realizados en el campo con aceros inoxidables AISI 316 y AISI 304 ^[10ª], evidenciaba que no se podía encontrar una correlación clara entre la adherencia de bacterias, ya que la diferencia en la tasa de adherencia entre dos superficies, en las cuales la rugosidad era 9 veces mayor en una que en la otra, no era sustancial.

- En el 2000 un grupo de científicos pertenecientes a la rama de ingeniería alimentaria de universidades de Nueva Zelanda, realizaron un estudio con muestras de acero inoxidable 304 preparadas mediante rectificado y pulido con valores de rugosidad oscilantes entre 0,5 y 3,3 μ m y con "estreptococos" como las bacterias susceptibles a la adhesión, no encontraron una relación entre la rugosidad de la superficie y la adhesión de la bacteria. Sin embargo, sí que determinaron que la adhesión máxima se produce a 0.9 μ m, sugiriendo que podrían quedar atrapadas en las distintas irregularidades de la superficie. Curiosamente el tamaño de las bacterias era de 1.0 μ m, lo cual apoyaba la tesis de que las bacterias quedarían atrapadas en las irregularidades debido a que las bacterias tenían un tamaño similar a la rugosidad. ^[12ª]



En el presente trabajo se realizará una modificación superficial de un acero inoxidable AISI 304 con la principal finalidad de obtener diferentes rugosidades. A posteriori, y como continuación a este trabajo, se realizará un análisis bioquímico de adherencia bacteriana, en el que se evaluará en cuál de las superficies tratadas la adherencia es menor.

3.3.- TÉCNICAS DE MODIFICACIÓN SUPERFICIAL

En este apartado se realizará un breve repaso de las técnicas más comunes para la modificación superficial, concretamente las que son habitualmente aplicadas en aceros.

3.3.1.- PULIDO CONVENCIONAL

El proceso básico del pulido se realiza mediante discos o bandas fabricadas a partir de materiales textiles y recubiertas con polvos finos de óxido de aluminio o diamante, estos discos pueden ir montados sobre un eje rotatorio o por el contrario se usan las bandas para pulido manual. ^[13ª]

3.3.2.- ELECTROPULIDO

El electropulido es un proceso electroquímico en el cual se busca la eliminación de material en su zona superficial mediante la aplicación de una corriente con la pieza sumergida en un electrolito determinado. En este proceso la propia pieza se desgasta añadiendo iones del metal a la solución electrolítica. Como se puede observar en la *Figura 3,* durante el electropulido el metal se disuelve desde el ánodo, generando así una sal soluble del propio metal. En los aceros inoxidables todos los componentes principales sufren esta reacción simultáneamente. Es importante tener en cuenta que

Jesús Cristian González Bada



para aplicar el tratamiento la pieza no debe contener aceites ni residuos y que después de su aplicación deben eliminarse el electrolito residual y los productos secundarios de la reacción.

El electropulido además posee la ventaja de no introducir tensiones en el material. Sin embargo, los valores de rugosidad no tienen una relación directa con la facilidad con que una superficie electropulida se pueda limpiar después de su uso o con sus propiedades de no contaminación, la ausencia de partículas o su antiadherencia. ^[14ª, 15ª]



Figura 3. Instalación de electropulido y componentes. [14ª]

3.3.3.- PULIDO LÁSER



Figura 4. Esquema del pulido láser. [16º]

Jesús Cristian González Bada



El proceso de pulido láser se fundamenta principalmente en la fusión y posterior solidificación de una capa microscópica de la superficie en cuestión mediante la utilización de un haz láser. Se puede observar dicho proceso en la *Figura 4.* ^[16ª]

Habitualmente no es una técnica muy utilizada debido al gran coste de aplicación puesto que requiere una alta cantidad de energía, sin embargo se obtienen muy buenos resultados en lo que a rugosidad superficial se refiere, consiguiendo en algunos casos, como con la técnica de SLS (Selective Laser Sintering), tasas de reducción de la rugosidad de un 80% y un valor final de Ra, rugosidad media, por debajo de 1 μm. ^[17ª]

3.3.4.- SHOT PEENING O GRANALLADO

El *shot peening*, también conocido como granallado, es una técnica de trabajo en frío, consistente en golpear una superficie con un disparo con fuerza suficiente para crear deformación plástica. De este modo se produce una capa de tensión residual de compresión, se modifican las propiedades mecánicas del material y así se consigue además de aumentar la vida a fatiga de los materiales, una menor rugosidad superficial si se aplica correctamente. ^[18ª]

3.4.- SHOT PEENING

En el presente TFG, la técnica seleccionada para realizar la modificación superficial del acero 304 es el *shot peening*, por lo que, se procederá a describir con más detalle dicho tratamiento (tipos de *shot peening* más habituales, parámetros y componentes que lo conforman y efectos que provoca en las superficies y piezas tratadas).



3.4.1.- EL PROCESO DE SHOT PEENING

El *shot peening* es un procedimiento de deformación en frío que consiste en martillear la superficie de la pieza con pequeñas bolas esféricas. Cada bola deja un impacto sobre la superficie de forma redondeada como si fuese un minúsculo martillo. Para que se forme esa huella, es necesario que la capa esté deformada en superficie en tracción, tal y como se muestra en la *Figura 5*.



Figura 5. Deformación plástica en el punto de impacto. ^[18ª]

Bajo la superficie, el material comprimido intenta volver a su volumen inicial, creando así tensiones de compresión de fuerte amplitud visibles en la *Figura 6,* conocidas como tensiones residuales. El recubrimiento de las huellas permite obtener una tensión residual de compresión isotrópica y uniforme.



Figura 6. Representación de tensiones residuales de compresión. ^[18º]

Se sabe que las grietas no se inician ni se propagan en un volumen de compresión ^[18ª]. Ya que la mayor parte de roturas por fatiga y corrosión bajo tensión tienen su origen en la superficie o la cercanía de la superficie, las tensiones residuales de compresión introducidas por *shot peening* aumentará sensiblemente la duración de vida de las

Jesús Cristian González Bada



piezas metálicas. La amplitud de las tensiones residuales producidas por *shot peening* es superior a la mitad del límite elástico del material deformado por este método. [18ª]

El denominador común de la mayoría de los modos de rotura a largo plazo es la tensión de tracción. Esas tensiones pueden resultar de las solicitaciones externas o ser residuales, es decir permanentes, creadas por procesos de fabricación como la soldadura, la rectificación y el mecanizado. Las tensiones de tracción tienden a estirar la superficie y pueden producir el inicio de grietas (*Figura 7*). Las tensiones residuales de compresión aprietan las juntas de granos y retrasan o bloquean el inicio de grieta. Ya que la propagación de las grietas se modera por la capa de compresión, aumentando la profundidad de la compresión se aumenta la resistencia a la formación de grietas. El *Shot Peening* es el método más económico y práctico para introducir tensiones residuales de compresión.^[18ª]



Figura 7. Iniciación de Grieta y Propagación Bajo Tensión de Tracción ^[18ª]

3.4.2.- PARÁMETROS DEL SHOT PEENING

El grado de modificación de la superficie impactada mediante la técnica de *shot peening* se puede controlar modificando diversos parámetros de operación, que se engloban en dos categorías: parámetros de control y parámetros de proceso. Ambas categorías serán detalladas a continuación.

3.4.2.1.- PARÁMETROS DE CONTROL

Los parámetros de control son aquellos que deben ser manejados de manera precisa para obtener resultados metódicos y fiables, dependerán del material a tratar y de los



objetivos, los más representativos son: tipo de proyectiles, intensidad de Almen y cobertura.

3.4.2.1.1.- TIPO DE PROYECTILES

Posiblemente, el tipo de proyectil sea el parámetro más a tener en cuenta si se desea una buena optimización del proceso.

Los proyectiles que se usan para el *Shot Peening* en la mayoría de las ocasiones son pequeñas esferas de acero colado de cerámica o de vidrio (*Figura 8*).

En el caso de que sea necesario evitar la contaminación de la superficie se acudirá a materiales como son el acero inoxidable o el vidrio. Los proyectiles de vidrio generalmente son más pequeños y ligeros que otro tipo de bolas y se pueden utilizar para tratar pequeños radios en fondo de las roscas así como para tratar piezas delicadas para las cuales se preconiza intensidades bajas.





Figura 8. Diferentes proyectiles usados en shot peening (a) acero y (b) vidrio





Figura 9. Influencia de la dureza de los proyectiles en las tensiones residuales generadas.^[18ª]

La principal y más importante característica de los proyectiles es su dureza, ya que esta influye sobre la amplitud de la tensión residual generada. La dureza de los proyectiles debe ser al menos equivalente a la de las piezas a tratar, excepto si el acabado superficial es crítico. Se puede observar dicha influencia en la *Figura 9*, estos perfiles se obtienen mediante el uso de un difractómetro de rayos X, que es capaz de medir las tensiones residuales en las probetas tratadas. ^[18ª]

3.4.2.1.2.- INTENSIDAD DE ALMEN

La intensidad del proceso se mide usando probetas de Almen, ésta es una medida indirecta de la energía de un chorro de proyectiles que impacta contra la superficie. La probeta es una placa de acero de muelle SAE1070 "shot-peenizada" por un solo lado. La tensión residual de compresión del *shot peening* doblará la probeta Almen formando un arco con respecto a la superficie shot peenizada (*Figura 10*). La altura de la flecha de la probeta Almen depende de la energía del chorro de las bolas y su medida es muy fiable.

Existen tres tipos de probetas Almen utilizadas según la aplicación del *shot peening* como se puede observar en la *Figura 10*, la única diferencia es su espesor. Cuanto más intenso es el *shot peening*, más espesa es la probeta. ^[18ª]



Figura 10. Método de control Almen y tipos de probetas Almen. [18ª]

En la *Figura 11* se puede observar un medidor de Almen, que cuantificará la flecha generada en la probeta.



Figura 11. Medidor de Almen.

Jesús Cristian González Bada



En resumen, la intensidad Almen es la altura de la flecha medida por el comparador o medidor Almen seguida de la letra de la probeta.



Figura 12. Curva de saturación. [18ª]

Es necesario tener un control del proceso de granallado, esto se hace mediante una curva de saturación, que establece la intensidad real del chorro de proyectiles en una zona específica de la pieza y permite un ajuste más preciso de la máquina de *shot peening*. El tiempo de saturación está definido en el primer punto de la curva a partir del cual, duplicando el tiempo de aplicación, la altura de arco aumentará sólo de un 10%. La curva de saturación se define "shot peenizando" una serie de probetas en una máquina ajustada para determinar el tiempo de saturación. Dicha curva se puede observar en la siguiente *Figura 12*. ^[18ª]

3.4.2.1.3.- COBERTURA

En el proceso de *shot peening* una de las variables más importantes es la cobertura. Se puede definir la cobertura como el porcentaje del área que ha sido impactada en al menos una ocasión, en un tiempo determinado. El control de la cobertura es una característica esencial para la aplicación correcta del *shot peening*.



Los proyectiles inciden aleatoriamente sobre la superficie, creando huellas circulares en la misma. En los primeros instantes no se obtiene superposición de las huellas, pero esta sí se producirá y se incrementará linealmente con el tiempo. A medida que la superficie se va cubriendo aumenta la probabilidad de superposición, con lo que la tasa de cobertura decrece por el hecho de que haya impactos sobre zonas ya impactadas. Si se tiene en cuenta esto, la cobertura del 100% es teóricamente imposible. En la *Figura 13* se puede denotar el fenómeno de la superposición. ^[19ª]



Figura 13. A la izquierda, primeros instantes y a la derecha el avance progresivo de la superposición de impactos ^[19ª]

Para la obtención del porcentaje de cobertura se utiliza la ecuación matemática de Avrami, también conocida como la ecuación JMAK (de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov). La *Ecuación 1* describe como los sólidos se transforman de una fase a otra a temperatura constante debido a fenómenos de nanocristalización.^[20ª]

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

Ecuación 1. Ecuación de Avrami para el cálculo de la cobertura.

donde:

"t" es el tiempo de tratamiento

"C" es el porcentaje de cobertura en un tiempo "t"

"A·*R" es la tasa de impacto en la superficie. Este valor es característico de cada material para unas condiciones de impacto determinadas

Jesús Cristian González Bada



Realizando un ensayo un tiempo concreto, para el que se mide el grado de cobertura, es posible determinar el valor del coeficiente AR para un tipo de material y condiciones concretas, según la *Ecuación 2*:



Ecuación 2. Valor del parámetro AR despejado.

Es importante señalar que existen equipos bastante innovadores que obtienen por medida directa el porcentaje o tasa de cobertura, estos equipos se conocen como "Coverage Checker". Consiguen una precisión mayor que el cálculo mediante equipos informáticos y observación de superficies, si bien se debe calibrar el equipo para cada tipo de pieza a medir. Se puede visualizar un ejemplo en la *Figura 14*. ^[21ª]



Figura 14.Coverage Checker. ^[21ª]



3.4.2.2.- PARÁMETROS DE PROCESO

Además de los parámetros de control o parámetros básicos (proyectiles, intensidad de Almen y cobertura) se puede encontrar otro tipo de parámetros relacionados entre sí y que también es necesario tener en cuenta para la correcta aplicación del método del *shot peening*. Son los conocidos como parámetros de proceso.

Se encuentran tres principales como los más representativos: flujo másico de proyectiles, ángulo de incidencia y velocidad de disparo.

3.4.2.2.1.- FLUJO MÁSICO DE PROYECTILES

El flujo másico es un parámetro cuyo control es relevante si se desea obtener un resultado fiable. En todo momento se debe aplicar un flujo regular de proyectiles sobre la superficie, ya que de no ser así se crearía un perfil de tensiones no uniforme. Así pues es necesario operar con un flujo y una presión constante durante todo el tratamiento. [22^a]

3.4.2.2.2.- ÁNGULO DE INCIDENCIA

Hay que tener en cuenta que en el tratamiento de *shot peening* los proyectiles inciden con un cierto ángulo y al rebotar salen con otro ángulo. El ángulo de incidencia debe ser aquel que consiga maximizar la energía absorbida por la superficie de la pieza tratada. Habitualmente dicho ángulo es de 90° para tratamientos óptimos, con lo que es importante que la boquilla esté situada perpendicularmente a la superficie para garantizar así el ángulo de incidencia. Como se puede observar en la *Figura 15* la intensidad del tratamiento aumenta conforme el ángulo se acerca a 90°. ^[22ª]





Figura 15. Intensidad Almen resultante en función del ángulo de incidencia [22ª]

3.4.2.2.3.- VELOCIDAD DE DISPARO

La velocidad de disparo está relacionada con la energía que se entrega a la superficie, así pues controla el perfil de la superficie y también la profundidad que alcanza la capa de tensiones residuales.

Es posible obtener, a partir de los ensayos Almen, la energía cinética aplicada a los proyectiles, mediante la *Ecuación 3*. La velocidad de los proyectiles, que aparece en la *Ecuación 3* se puede hallar conociendo la densidad y volumen de los proyectiles. ^[23ª]

$$E_c = \frac{1}{2}mv^2$$

Ecuación 3. Energía cinética en función de la masa y la velocidad.

3.5.- TIPOS DE SHOT PEENING

Existen diferentes técnicas de *Shot Peening* o granallado ya sea en función del equipo utilizado o el procedimiento de propulsión de los proyectiles. A continuación se realizará un repaso de las más comunes y se expondrán brevemente.



3.5.1.- AIR BLAST SHOT PEENING (ABSP)

Este tipo de tratamientos utilizan aire comprimido para propulsar los proyectiles, habitualmente se emplean cuando solo es necesario tratar un área específica de la pieza, ya que el disparo se enfoca en un área muy acotada y su aplicación requiere controlar la corriente de aire para conseguir una cobertura mayor o menor.

En la *Figura 16* se puede observar un esquema de dicho tratamiento. ^[24ª,25ª]



Figura 16. Esquema del tratamiento de ABSP.^[25ª]

Existen dos tipos de ABSP:

- *Suction:* se utilizan para tratamientos en los que se requiere una intensidad menor y el tamaño de los proyectiles es muy pequeño.
- *Pressure*: se utilizan para tratamientos donde se demanda mayor intensidad.

3.5.2.- WHEEL BLAST SHOT PEENING (WBSP)





Figura 17. Proceso de WBSP. [26ª]

Este tipo de tratamientos utilizan una turbina, que es la responsable de impulsar los proyectiles (*Figura 17*). Generalmente se usa esta técnica cuando se desea tratar grandes cantidades de piezas similares y el área tratada es grande. Requiere una mayor intensidad que el ABSP. El método de aplicación es bastante sencillo, las ruedas giran en un plano perpendicular a la superficie a tratar, mientras mediante una tubería entra un flujo constante de proyectiles que son impulsados por las paletas de las ruedas y lanzados sobre la superficie requerida. Habitualmente se suelen desplazar por cintas transportadoras cuya velocidad estará relacionada con el tiempo de aplicación del tratamiento. Este método suele utilizarse para limpieza superficial de piezas metálicas y eliminación de la corrosión. ^[25ª,26ª]

3.5.3.- ULTRASONIC SHOT PEENING (USSP)

El *shot peening ultrasónico*, también conocido como "surface mechanical attrition treatment" (SMAT) es un proceso de *shot peening* en el que los proyectiles son disparados como consecuencia de la vibración generada por un campo eléctrico. El procedimiento se fundamenta en la transmisión de energía cinética a los proyectiles



mediante la generación de un campo eléctrico senoidal. Inicialmente se crea un campo eléctrico senoidal mediante un generador, la energía eléctrica que genera se transforma utilizando un piezo-transmisor en una vibración ultrasónica que se amplificará y por último será transferida a las bolas proyectadas por sonótrodo. Los choques de los proyectiles son aleatorios debido a las direcciones también aleatorias que describen los mismos en la cámara de vibración. Como consecuencia de los impactos multidireccionales se obtiene una alta tasa de deformación en la superficie y un refinamiento del grano. Se puede observar la maquinaria necesaria para este proceso en la *Figura 18*.^[25ª]



Figura 18. Esquema del tratamiento de USSP.^[27ª]

3.5.4.- HIGH ENERGY SHOT PEENING (HESP) O SEVERE SHOT PEENING (SSP)

El shot peening severo o severe shot peening es una variante del shot peening que se usa principalmente para obtener una deformación plástica que genere nuevas aplicaciones usando metales ordinarios, aumentando su vida útil. Los principios del HESP son muy similares a los del USSP, las diferencias tienen que ver con la frecuencia y con disparos más grandes. Se utiliza una maquinaria similar a la del shot peening convencional. El requerimiento principal de este tratamiento es poder conseguir mayores coberturas que en el SP convencional. ^[25ª,28ª]

3.5.5.- EFECTOS DEL SHOT PEENING SEVERO

Al igual que en el SP convencional, el SSP provoca: endurecimiento superficial debido al impacto de las bolas sobre la superficie, deformación superficial debido a las muescas que dejan las bolas al impactar, también se induce un campo de tensiones residuales de compresión que consigue aumentar la vida a fatiga de las piezas tratadas y en último lugar una modificación de la rugosidad superficial. La diferencia principal que tiene con el SP convencional es que los efectos son más pronunciados debido a que se emplea una mayor cantidad de energía, lo cual genera mayores deformaciones, mayores campos de tensiones y mayor modificación superficial.

3.5.5.1.- TENSIONES RESIDUALES DEL SHOT PEENING.

Las tensiones residuales introducidas por *Shot Peening* son tensiones de compresión. Esas tensiones residuales de compresión se substraen de las tensiones aplicadas y pueden incluso hasta anularlas. Cuantas menos tensiones haya, más grande es la duración de vida del material. Un perfil típico de tensión residual de *Shot Peening* está representado en la *Figura 19*. Dichos perfiles se trazan tomando medidas de la tensión cada cierta profundidad con el difractómetro, para lo cual se irá puliendo la superficie progresivamente y se irá midiendo la tensión a esa profundidad hasta que la tensión obtenida sobrepase el valor de 0. ^[18ª]





Figura 19. Perfil típico de tensiones residuales de Shot Peening.^[18ª]

3.5.5.1.1- PROFUNDIDAD DE LAS TENSIONES RESIDUALES



Figura 20. Representación gráfica de la profundidad de las tensiones residuales. ^[29ª]

Al aplicar el proceso de *shot peening* las tensiones residuales que se generan, son negativas (es decir, de compresión) hasta cierta distancia, a partir de la cual se generan tensiones de tracción más pequeñas y constantes, como se puede ver en la *Figura 20*. Además las tensiones residuales son prácticamente constantes en la región central de la superficie. ^[29ª]



Página **29** de **80**

3.5.5.2.- RUGOSIDAD SUPERFICIAL

Habitualmente los procesos de *shot peening* tienden a provocar un notable aumento de la rugosidad superficial, ya que el propio procedimiento de chorreado de bolas de modo aleatorio sobre la superficie crea diferentes cráteres. Esto ocurre de forma más notable en los procesos de *shot peening* severos o de alta energía, debido a la gran energía cinética generada en los impactos. La rugosidad superficial aumenta directamente en función del porcentaje de cobertura. Además, dependiendo del equipo utilizado para la aplicación del tratamiento, la cantidad de energía aplicada en cada disparo puede ser diferente, lo que acarreará que los cráteres generados tengan diferentes tamaños. [30ª,31ª]

El parámetro limitante en los procesos de *shot peening* suele ser el aumento de la rugosidad superficial, para ello se puede recurrir a la aplicación de un proceso de bruñido, que producen el efecto contrario al proceso de *shot peening*, disminuyendo la rugosidad superficial. El bruñido se realiza de forma habitual para reducir el nivel de rugosidad ocasionado por el *shot peening* sin perder la dureza originada en el material "shotpeenizado". ^[30ª]



4. Materiales

El material que ha sido utilizado para realizar el estudio mediante *shot peening* es un acero inoxidable que contiene un alto porcentaje de cromo y níquel, concretamente el acero AISI 304 Fe/Cr18/Ni10, austenítico de uso general con una estructura cúbica de caras centradas, FCC. Se ha elegido dicho acero debido a su uso extendido en la industria alimentaria, que es una de las industrias más afectadas por la formación de biopelículas bacterianas. En la *Tabla 1* se puede observar su composición y en la *Tabla 2* aparecen reflejadas sus propiedades físicas. ^[32ª]

CARBONO (C)	≤0.08%
SILICIO (Si)	≤1.00%
MANGANESO (Mn)	≤2.00%
CROMO (Cr)	18-20%
NIQUEL (Ni)	8-10.5%

Tabla 1. Composición química del acero AISI 304. [33ª]

PESO ESPECÍFICO A 20ºC (densidad)	(g/cm³)	7.9
MÓDULO ELASTICIDAD	(N/mm²)	193.000
ESTRUCTURA		AUSTENÍTICA
CALOR ESPECÍFICO A 20ºC	(J/Kg K)	500
COEFICIENTE DE DILATACIÓN A 100ºC	(x 10 ⁶ °C ⁻¹)	16.0 - 17.30
INTERVALO DE FUSIÓN	(°C)	1398-1454

Tabla 2. Propiedades físicas del acero AISI 304. [33ª]

Los aceros inoxidables aleados con cromo, níquel y bajo contenido de carbono presentan una buena resistencia a la corrosión. No requiere un tratamiento posterior al



proceso de soldadura, no es templable ni magnético. Puede ser fácilmente trabajado en frío (por ejemplo, doblado, cilindrado, embutido profundo, etc.) Sin embargo, el alto grado de endurecimiento que alcanza por trabajo en frio, comparado con aceros de baja aleación, hace que requiera de mayores esfuerzos para su proceso de conformado. Las propiedades mecánicas resumidas se muestran en la *Tabla 3*.

	RECOCIDO	CON DEFORMACIÓN
		EN FRÍO
DUREZA BRINELL (HB)	130-150	180-210
DUREZA ROCKWELL	(HRB) 70-88	(HRC) 10-35
RESISTENCIA A LA TRACCIÓN Rm	520 - 720	540 - 750
(N/mm²)		
ELASTICIDAD Rp (N/mm ²)	210	230
ELONGACIÓN (As) MIN (%)	≥45	
RESISTENCIA KCUL / KVL (J/cm ²)	160 / 180	

Tabla 3. Propiedades mecánicas del acero AISI 304 a 20 °C. [33ª]

El acero estudiado es suministrado en forma de barras de palanquilla de 1 cm de diámetro. Las probetas que serán posteriormente sometidas a los tratamientos de *shot peening*, se obtienen cortando las barras transversalmente con una tronzadora con disco abrasivo Buehler Abrasimet 2. En la *Figura 21* se muestran las probetas ya cortadas.



Figura 21. Probetas cortadas. Jesús Cristian González Bada



4.1.- APLICACIONES

Debido a su buena resistencia a la corrosión, conformado en frío y soldabilidad, este acero es usado extensivamente para las siguientes aplicaciones: ^[34ª]

- Arquitectura.
- Industria automotriz.
- Fabricación de utensilios domésticos.
- Construcción de estructuras y/o contenedores para las industrias procesadoras de alimentación y para la industria química de producción del nitrógeno.
- Recipientes y componentes criogénicos.

4.1.1.- APLICACIONES EN LA INDUSTRIA ALIMENTARIA

El acero AISI 304 y el acero AISI 316 son usados frecuentemente en la industria alimentaria debido a su resistencia a la corrosión, que es uno de los principales factores a evitar en esta industria, además de soportar los cambios térmicos que se pueden producir. Ambos aceros cumplen con la normativa UNE-EN ISO 1672 que se refiere a "Maquinaria para procesado de alimentos: conceptos básicos y requisitos de higiene".^[35a,36a]

Estos aceros se emplean habitualmente para la fabricación de:

- Cubas
- Cuencos
- Tuberías
- Partes de maquinaria


5. Técnicas experimentales

5.1.- PROCESO DE SHOT PEENING

Para la aplicación de los tratamientos de *shot peening* se trabaja con un equipo neumático de proyección por presión directa, formado por una cabina de chorreado modelo GUYSON Euroblast 4 PF con depósito tipo G27, ciclón motorizado tipo 75/16 y colector de polvo modelo DC400, suministrado por Materias Primas Abrasivas, S.L., puede operar con presiones de trabajo entre 1.5 y 6 bar, en este caso se opera con 3 bar. El equipo se muestra en la *Figura 22*.



Figura 22. Equipo Shot Peening Euroblast 4 PF.

Los pasos a seguir en la aplicación del tratamiento del *shot peening* han sido los siguientes:

1) Encendido del circuito cerrado de realimentación de los proyectiles, se enciende el ciclón y se abre el paso de aire.



- 2) Disposición de la probeta sobre una plataforma plana que sea estable para que el flujo de proyectiles sea perpendicular a la superficie. En este caso se utilizó una plataforma rectangular con un pequeño hueco del tamaño de la probeta, en dicho hueco se introdujo cinta de doble cara para mantener la probeta unida a la plataforma y evitar movimientos de esta a causa de la gran velocidad de impacto de los proyectiles.
- 3) Cierre de la compuerta.
- 4) Manipulación de la plataforma, empleando los guantes de caucho que permiten trabajar manualmente desde fuera de la cabina. Disposición de otra chapa que cubra por completo la probeta para comenzar a proyectar el *shot peening*. Este granallado inicial se realiza durante unos 5 segundos, para conseguir un flujo estable de proyectiles y controlar la dirección concreta en la que impactan, para así conseguir una mejor cobertura de toda la superficie. Bombardeo con proyectiles sobre la probeta, cronometrando el tiempo de exposición deseado.
- Repetición de los pasos 2 al 4, por la otra cara de la probeta cilíndrica
 Nota: los ensayos se realizan por triplicado (tres probetas de cada cobertura).

5.1.1.- PROYECTILES

Los proyectiles utilizados para el *shot peening* en este caso han sido bolas de óxido de zirconio, también conocidos como zirconia (ZrO₂), se denominan con la letra Z seguida por un número que indica su diámetro en milésimas de milímetro, en este caso Z150.

5.1.2.- PARÁMETROS

Los parámetros de trabajo que se han utilizado han sido los siguientes:

1) Presión: 3 bar



- 2) Altura plataforma: 23 cm
- 3) Tiempo de exposición: en función del porcentaje de cobertura
- 100% → 2 segundos
- 500% \rightarrow 10 segundos
- 1000% → 20 segundos

5.1.3.- CÁLCULO DE LA COBERTURA

Para calcular la cobertura de la superficie "shot-peenizada" se realiza un ensayo con una probeta del material y con un tiempo "x" aleatorio de aplicación, siempre teniendo en cuenta que sea razonable, en este caso se seleccionó como tiempo de ensayo 3 segundos.

En segundo lugar, tras aplicar el tratamiento se analiza la probeta en el microscopio. En este caso, utilizando el programa Enterprise de análisis de imágenes, se utiliza un contraste de colores para diferenciar las zonas que han sido impactadas de las que no y se realizan 3 capturas en diferentes zonas de la superficie, con lo que se consigue mayor precisión. Es importante señala que el centro de cada huella creada por los proyectiles por la configuración del programa se tomará como si fuera zona sin impactar, tal y como se observa en la *Figura 23,* con lo que la cobertura real será menor de lo que calcularemos. El propio programa nos da un informe de la superficie cubierta como se puede comprobar en el *Anexo I,* lo cual se traducirá en el porcentaje de cobertura mediante *shot peening.* El valor de cobertura considerada se corresponde con la media de las coberturas obtenidas para las tres medidas realizadas.





Figura 23. Captura contrastada de la superficie.

En nuestro ensayo, al conocer el porcentaje de cobertura y el tiempo de tratamiento, (ver Anexo I) despejando en la *Ecuación 4* hallamos el valor de AR.

$$AR = \frac{\ln\left(1 - \frac{Cmedida}{100}\right)}{-t}$$

Ecuación 4. Valor despejado del parámetro AR.

Una vez se conoce el valor de AR, que se obtiene mediante una simple operación utilizando el programa informático Microsoft Excel y cuyo resultado es 1.71 aproximadamente, ya es posible obtener el tiempo necesario de operación para cualquier porcentaje de cobertura que se demande.

Elegimos pues tres porcentajes de cobertura distintos, que fueron 100%, 500% y 1000%. Aplicando la ecuación de Avrami se obtuvieron los diferentes tiempos de tratamiento:

- 100% → 2s
- 500% → 10s
- 1000% → 20s



5.2.- CARACTERIZACIÓN DE LAS PROBETAS TRATADAS

Las probetas que han sido modificadas mediante los diferentes tratamientos de *shot peening* se sometieron a las técnicas de caracterización superficial que se detallan a continuación.

5.2.1.- RUGOSIDAD

Para evaluar la influencia que tiene el método de *shot peening* sobre la rugosidad del material se realizan diversas medidas de rugosidad en cada una de las diferentes probetas, en este caso se ha usado un rugosímetro marca Mahr modelo Marsurf RD 18. Se realizan las mediciones según la norma UNE 82301:1986, tres medidas con una longitud de muestreo de 4mm, que divide en 5 tramos y una medida con una longitud de muestreo de 12.5mm que divide en cinco tramos. El procedimiento a seguir consiste en colocar el rugosímetro a la altura de la superficie a medir, a continuación, se debe colocar el sensor de forma totalmente paralela a la superficie a medir, se pulsa START y el equipo realiza la medición. Se muestra el equipo utilizado en las *Figuras 24 y 25*.



Figura 24. Rugosímetro marca Mahr modelo Marsurf RD 18





Figura 25. Detalle de la metodología de la medición de la rugosidad

El rugosímetro proporciona los valores de Ra, Rz y Rmax, cuyo significado se indica a continuación:

Ra: Altura media aritmética (µm)

La altura media aritmética, también conocida como el promedio de la línea central. Es el parámetro de rugosidad más utilizado universalmente para control general de la calidad. Se define como la desviación media absoluta de la irregulares superficiales desde la línea media sobre una superficie muestreada, como se muestra en la *Figura 26*. Este parámetro es fácil de definir y de medir y da una buena descripción general de las variaciones de altura.



Figura 26. Definición de la altura media aritmética (Ra)



Rz: Altura de los diez puntos más altos (µm)

Este parámetro es más sensible a los picos ocasionales que Ra. Está definido por dos métodos en función del sistema. El sistema internacional ISO define este parámetro como la diferencia de alturas entre la media de los cinco picos más altos y los cinco valles más bajos a lo largo de la longitud del perfil. El sistema alemán DIN lo define como la media del sumatorio de los cinco picos más altos y los cinco valles más bajos.

Las expresiones matemáticas que permiten conocer estos parámetros, según las Normas ISO y DIN (ISO 4287, DIN 4768) se muestran a continuación en la *Ecuación 5*:

$$\begin{split} R_{z(\text{ISO})} &= \frac{1}{n} \left(\sum_{i=1}^{n} p_i - \sum_{i=1}^{n} v_i \right) \\ R_{z(\text{DIN})} &= \frac{1}{2n} \left(\sum_{i=1}^{n} p_i + \sum_{i=1}^{n} v_i \right) \end{split}$$

Ecuación 5. Expresiones matemáticas de Rz.

Donde "n" es el número de muestreos realizados a lo largo de la longitud de análisis.

Rmax: Máxima altura del perfil (µm)

Este parámetro es muy sensible a los picos altos o a los rasguños profundos. Se define como la distancia vertical entre el pico más alto y el valle más bajo a lo largo de la longitud evaluada del perfil. ^[37ª]

5.2.2.- OBSERVACIÓN MICROSCÓPICA

Con la finalidad de observar microscópicamente como ha afectado el *shot peening* a la superficie y a la microestructura de las probetas se empleó un microscopio óptico. Como paso previo a la microscopía es necesario preparar metalográficamente las muestras.

Los pasos que se deben seguir son los siguientes:

- Inicialmente, la probeta es cortada longitudinalmente, así es posible ver la deformación generada por el *shot peening* y también la variación en la forma del grano. El corte se realizó con una tronzadora con disco abrasivo Buehler Abrasimet 2 (*Figura 27*) que es la



misma tronzadora con la que se cortó para barra de palanquilla para obtener las probetas de acero sobre las que se aplicó el *shot peening*.



Figura 27. Máquina cortadora abrasiva de banco con una acción de corte manual.



Figura 28. Embutidora Buehler Simplimet 1000.



- Después, se procede a la embutición de la probeta en resina, teniendo especial cuidado en colocar la superficie rectangular longitudinal hacia afuera, para que sea posible observar dicha cara. Concretamente se utiliza una resina plástica y una embutidora Buehler Simplimet 1000 que se puede observar en la *Figura 28*.

- A continuación, se debe preparar la cara que se tiene en la probeta embutida, para ello se realiza un lijado o desbaste a partir de discos de lijado de mayor a menor rugosidad, comenzando por las lijas de grano más grueso de 240 y 320 μm, continuando por lijas de grano más fino de 400 y 600 μm, y por último, llevando la probeta a las pulidoras de 6μm y 1 μm respectivamente. Este procedimiento se puede realizar manualmente en lijadoras rotativas y por último pulidoras rotativas o si no mediante una máquina pulidora automática, en este caso la pulidora Buehler PowerPro 4000 de la *Figura 29*.



Figura 29. Pulidora automática Buehler PowerPro 4000.

Posteriormente, una vez que la probeta está lijada y pulida (*Figura 31*), observamos que no existan rayas, planos o imperfecciones en el microscopio analógico (*Figura 30*).
Una vez se han obtenido superficies con brillo especular se procede al ataque



metalográfico sumergiendo la probeta en el reactivo, en este caso se realizó un ataque electroquímico, mediante el reactivo V2A cuya composición es 100 ml de H₂O, 100 ml de HCl y 10 ml de HNO₃, ya que revelaba más claramente la microestructura. Dicho ataque debe realizarse a 50 °C mediante el uso de un pequeño hornillo alimentado por corriente eléctrica y con sumo cuidado, ya que si se excede el tiempo de exposición la superficie podría "quemarse" y no mostraría perfectamente la microestructura en el microscopio óptico. Por ello, se ataca la probeta en cortos periodos de tiempo y se va observando en el microscopio de mano hasta obtener un resultado aceptable. En este caso, el tiempo de ataque óptimo fue de aproximadamente 45 s. Durante el proceso, es importante que se manipule la probeta con guantes para evitar rayados. Tras el ataque ácido se lava la probeta con agua abundante y posteriormente con acetona (C₃H₆O) o con heptano (C₇H₁₆) para arrastrar la humedad, en última instancia se seca con chorro de aire o se deja secar a temperatura ambiente.



Figura 30. Microscopio Nikon Optiphot.





Figura 31. Probetas pulidas.

 Finalmente, se analizaron las superficies tratadas mediante un microscopio invertido específico para metalurgia marca Nikon modelo Eclipse MA200 que se puede observar en la *Figura 32*. También se realizaron observaciones mediante el microscopio electrónico de barrido (SEM).



Figura 32. Microscopio óptico Nikon Eclipse MA200.

5.2.3.- TENSIONES RESIDUALES

La medida de tensiones residuales se realiza mediante el uso de un difractómetro de rayos X de la marca Xtress modelo G3 (*Figura 33*). Se realiza después de cada medida un



pulido electrolítico automático con el equipo Buehler Polimat 2 que ataca la superficie de la probeta con un electrolito (96% ácido acélico, 4% acido perclórico) (*Figura 34*) de modo que se rebaje la superficie unas 20 micras, hasta llegar a una tensión residual positiva, es decir, de tracción. El objetivo es trazar una curva de tensiones residualesprofundidad y así poder analizar la incidencia de este tratamiento.



Figura 33. Difractómetro Xtress G3.







Figura 34. Equipo de pulido electrolítico automático.

El procedimiento para la medida de tensiones residuales mediante el difractómetro es el siguiente:

- En primer lugar, se encenderán todos los equipos necesarios, véase el regulador automático de tensión, el difractómetro, el tanque refrigerante mediante accionamiento por llave y por último el equipo informático.

A continuación, se inicia el programa de medida, que en este caso ha sido el programa
 Xtronic y se fijan los parámetros necesarios.

- Finalmente, se conecta el equipo para que alcance los 20KV de tensión y se acciona la medida, que el equipo realiza automáticamente. Para calcular los esfuerzos residuales el equipo utiliza la técnica de precisión del parámetro de red. En esta técnica se asume que el esfuerzo, σ , es isotrópico, que hay un estado biaxial de esfuerzos en el plano y que los dos esfuerzos principales son iguales. Los esfuerzos residuales se obtienen de la *Ecuación 6.* ^[38ª]

$$\sigma = \left(\frac{E}{2\nu}\right) \left(\frac{a_0 - a}{a_0}\right)$$

Ecuación 6. Fórmula para la obtención de las tensiones residuales.





Donde:

E es el módulo de Young,

v es el coeficiente de Poisson,

 a_0 y a son las medidas del parámetro de red del patrón libre de esfuerzos y de la muestra tratada con *shot peening* respectivamente.

Los cálculos se realizaron utilizando los valores de E = 211000 MPa, v = 0,3 obtenidos de la base de datos del software empleado.

- Se repite el proceso tras haber realizado un pulido electrolítico de unas 20 micras con el equipo de electropulido aplicando 20V un tiempo aproximado de 30 segundos, habiendo medido dicho rebaje de material mediante el micrómetro de alta precisión Mitutoyi ID-H0530/0560 de la *Figura 35*, hasta conseguir así obtener una tensión residual positiva.



Figura 35. Micrómetro Mitutoyi.

Para la medida de tensiones residuales se trabaja usando los siguientes parámetros del difractómetro:

- Material: Austenita

- Tube type: Cr



-Tiempo de exposición: 25 (teóricamente a mayor tiempo de exposición se consigue mayor precisión, pero a partir de 25-30s las diferencias ya no son significativas).

Número de rotaciones: 3, se realizarán 5 medidas por cada cara en los ángulos de -45,
0 y 45 grados.

-Aproximación: parabólica

-Voltaje: 20KV

5.2.4.- MICRODUREZAS

Para la medida de las microdurezas se ha utilizado un microdurómetro HV Buehler Serie 2100 Manual, aplicando una carga de 200 gf durante quince segundos. Las huellas se realizaron desde la superficie hacía el interior de la probeta para así poder obtener una gráfica que represente verazmente la relación entre la profundidad y la dureza y ver hasta que profundidad se generaron las tensiones residuales. Entre una huella y la siguiente se deja un espacio para que el tamaño de ésta sea real y no se vea condicionado. Se realizan 2 conjuntos de huellas en cada probeta, consiguiendo así resultados más precisos y fiables.

Una vez están realizadas las huellas se procede a la medición de las diagonales de las huellas con el programa de análisis de imagen y usando el microscopio óptico, ya que estas medidas nos darán mediante una tabla el valor de dureza Vickers (HV) de cada probeta. Se miden también las profundidades de las huellas. Este proceso de medición también podría hacerse mediante el propio microdurómetro de la *Figura 36*, pero es mucho más preciso en el microscopio óptico con la ayuda del programa de análisis de imagen y usando la *Ecuación 7*.





Figura 36. Microdurómetro Buehler Serie 2100 Manual.

$$HV = \frac{2\sin 68^\circ F}{d^2} \approx \frac{1,8544F}{d^2}$$

Ecuación 7. Fórmula matemática para el cálculo de la dureza Vickers.



6. Resultados

En este apartado se presentarán los resultados obtenidos mediante la caracterización de las probetas sometidas a los diferentes tratamientos de *shot peening*. Se comenzará exponiendo los resultados referentes a la rugosidad superficial, después se comentarán las micrografías obtenidas y se presentarán las gráficas de tensiones residuales y sus tendencias. En último lugar se comentarán las microdurezas obtenidas en las diferentes coberturas.

6.1.- RUGOSIDAD

En la *Tabla 4* se presentan los valores promedio de rugosidad superficial obtenidos para las probetas sometidas a tratamientos de SP con un 100%, 500% y 1000% de cobertura. Se puede observar como la rugosidad altura aritmética media (Ra), el parámetro más representativo de la rugosidad superficial, disminuye al aumentar el grado de cobertura de la superficie. Con respecto a Rz y Rmax no es posible obtener conclusiones a partir del tratamiento de SP realizado, ya que los valores obtenidos no son correlativos. En el Anexo II se muestra la *Tabla 5* con todos los valores obtenidos para las diferentes probetas ensayadas

	Ra (µm)	Rz (µm)	Rmax (µm)
100%	4.342	23.7	29.57
500%	4.182↓	24.63	31.5
1000%	3.912 ↓↓	22.93	28.5

Tabla 4. Valores de rugosidad obtenidos para las probetas granalladas.

Se adjuntan también los perfiles de las diferentes coberturas observados en microscopio óptico (*Figura 37*).





Figura 37. Micrografía obtenida a 100 aumentos para los grados de cobertura 100% (a), 500% (b) y 1000% (c)



Comparando las tres micrografías se puede observar la disminución de la rugosidad superficial, más en concreto la diferencia de alturas entre valles y crestas de la superficie. Las imágenes corroboran, por tanto, lo medido con el rugosímetro: la rugosidad disminuye al aumentar el grado de cobertura aunque lo hace en unos márgenes muy pequeños.

6.2.- OBSERVACIÓN MICROSCÓPICA

En este apartado se muestran los resultados de la observación microscópica atendiendo a la forma de la microestructura en lo que al grano se refiere, diferencias en la capa de endurecimiento superficial y también se tratará la huella generada con cada grado de cobertura.

En primer lugar, se aportan micrografías a 100 y 200 aumentos, en las que se puede observar la estructura austenítica del acero empleado en este estudio y sus granos perfectamente definidos y diferenciados, estos granos son equiáxicos y no tienen un tamaño uniforme como se puede ver en la *Figura 38*.



Figura 38. Estructura austenítica del acero (500% cobertura) a 100 (izquierda) y 200 aumentos (derecha).





Figura 39. Micrografías a 200 aumentos de las probetas con grado de cobertura 100%, 500% y 1000%.



En la *Figura 39* se muestran las micrografías obtenidas a 200 aumentos para las probetas tratadas para los tres grados de cobertura. En cada micrografía se determinó el espesor de la capa afectada, pudiéndose observar que la profundidad de la capa afectada por el SP aumenta con el grado de cobertura. Los valores en micras del espesor afectado aparecen reflejados en la gráfica de la *Figura 40*. Estos valores se ven corroborados por la micrografía de la *Figura 41* tomada con el SEM, en la que se puede observar aproximadamente el espesor de la capa deformada por el SP.



Figura 40. Espesor de la capa deformada para cada cobertura.



Figura 41. Probeta tratada para 500 aumentos.



El espesor de la capa deformada varía más de 500% a 1000% que de 100% a 500%, esto se puede deber principalmente a la energía aplicada, es decir, es inherente del porcentaje de cobertura en sí y no es lineal.

En el Anexo III se pueden encontrar micrografías obtenidas a otros aumentos, en concreto a 100 y a 500.



Figura 42. Huellas de impacto generadas en la superficie por SP para diferentes grados de cobertura. Las imágenes han sido tomadas a 10 aumentos.



En la *Figura 42* se muestran las huellas generadas en cada caso, obtenidas mediante microscopio óptico (las zonas no impactadas se verán en negro), mostrándose que cuanto mayor es el porcentaje de la cobertura, mayor es el número de huellas y la superficie cubierta, en consecuencia. También se puede observar que cuando se trabaja con sobrecoberturas, es decir, con coberturas mayores al 100%, es inevitable que los impactos se superpongan, así como las huellas que estos generan.

6.3.- TENSIONES RESIDUALES

En la *Figura 43* se muestran los diferentes perfiles de tensión residual obtenidos mediante la medida con el difractómetro. Se observa que cuanto mayor es el tiempo de aplicación del tratamiento, y consecuentemente el grado de cobertura, las tensiones residuales son más profundas y alcanzan un valor mayor.



Figura 43. Perfiles de las tensiones residuales de las distintas coberturas.



En los perfiles se denota que ante una mayor aplicación del tratamiento de SP, es decir, un mayor % de cobertura, la tensión residual de compresión máxima aumenta, así se ve la variación entre -640 MPa para 100%, -900 MPa para 1000% aproximadamente. Por otra parte también se puede ver que, ante una mayor cobertura, la profundidad que alcanzan las tensiones generadas es superior, así, mientras que para una cobertura del 100% las tensiones generadas solo se producen en las primeras 220 μ m, para una cobertura del 1000% llegan a observarse tensiones residuales a una distancia de la superficie de 320 μ m.

6.4.- MICRODUREZAS

A partir de las medidas de las microdurezas realizadas, se ha obtenido un perfil de durezas Vickers (HV) en función de la profundidad (μm), que es mostrado en la *Figura 44*. Los valores de dureza mostrados son valores medios, ya que las medidas para cada grado de cobertura y profundidad se realizaron por triplicado. Los valores concretos obtenidos para cada una de dichas medidas se muestran en el ANEXO V.

El perfil de microdurezas muestra como, en las zonas más cercanas a la superficie, la dureza es mayor cuando aumenta el grado de cobertura. Por ejemplo, para un espesor de 100 µm la dureza es de 440HV cuando la cobertura es del 1000%, mientras que disminuye hasta 400HV para 500% de cobertura y hasta 375HV para 100% de cobertura. También se observa que, a partir aproximadamente de 200-250 µm de espesor, la dureza es prácticamente constante, rondando los 350HV, independientemente del grado de cobertura. Esto es debido a que el *shot peening* es un tratamiento superficial, que no provoca modificaciones a partir de esa profundidad, con lo cual los cambios de dureza solo se observan en las capas más superficiales





Figura 44. Gráfica de la dureza Vickers (HV) en función de la profundidad.



7. Conclusiones

En este trabajo fin de grado se han aplicado tratamientos de *shot peening* convencional y *shot peening* severo a probetas cilíndricas de un acero inoxidable austenítico AISI 304 con la finalidad de modificar su superficie. El objetivo final de la investigación llevada a cabo es averiguar cómo afecta la textura superficial de dicho acero (rugosidad, dureza, estado tensional) a la adhesión bacteriana que da lugar al fenómeno indeseado conocido como "biofouling".

Para obtener diferentes texturas superficiales en el acero, las probetas se sometieron a SPS con tres grados de cobertura diferente (100%, 500% y 1000%). Las modificaciones superficiales generadas fueron caracterizadas mediante medidas de rugosidad, análisis micrográfico microestructural (utilizando microscopía óptica y electrónica), medidas de microdurezas y tensiones residuales. Una vez analizados dichos resultados se pueden enumerar las siguientes conclusiones:

- Se observa una disminución de la rugosidad media en función de la cobertura, con lo que se puede afirmar que la aplicación del SP reduce la rugosidad superficial.
- A medida que aumenta la duración del tratamiento de SPS se produce una ligera mejoría en la regularidad superficial del acero.
- La profundidad de la zona deformada por el SP aumenta al aumentar el grado de cobertura, aunque este aumento no es lineal.
- El tratamiento de SP induce tensiones residuales de compresión, mayores cuanto mayor es el grado de cobertura. Adicionalmente, las tensiones residuales provocadas alcanzan espesores mayores (se observan a mayor distancia de la superficie) cuando el grado de cobertura aumenta.



 Finalmente, se observa un endurecimiento superficial en todas las probetas tratadas. El aumento de dureza en las primeras capas aumenta al aumentar el grado de cobertura. Este aumento de dureza sólo se produce en las primeras 200-250 micras, independientemente del grado de cobertura de la probeta.

Una vez finalizada esta parte del estudio, como trabajo futuro se plantea:

- Realizar tratamientos de *shot peening* intermedios entre los realizados (coberturas de 250% y 750%) para poder restablecer mejores correlaciones entre el grado de cobertura, la dureza y la rugosidad.
- Someter a las probetas, con diferentes texturas superficiales, a análisis de adherencia bacteriana, tratando de establecer relaciones entre el grado de adherencia y la rugosidad superficial.



8. Presupuesto

A continuación, se presenta un presupuesto que da cuenta de los gastos derivados del presente trabajo de investigación.

ELEMENTO	Coste unitario	Unidades	TOTAL	
MATERIAL			1300,00 €	
Barra de palanquilla de acero AISI 304, proyectiles zircona				
TRATAMIENTO SHOT			1440,00€	
PEENING				
Tratamiento SP	100€/probeta	12	1200,00€	
Salario técnico	40€/h	6	240,00€	
PREPARACIÓN	50€/probeta	3	150,00€	
METALOGRÁFICA				
Resina de embutición, Dise	cos de lijado, pañ	íos pulido, a	ceite lubricante,	
pasta de diamante (0.5 μ m, 0.1 μ m), red aire comprimido, suministro de				
8	agua y electricida	ıd.		
CARACTERIZACIÓN			2437,00€	
MECÁNICA				
Medida microdurezas	19 €/probeta	3	57,00€	
Medida tensiones	74 € /hora	18	1332,00€	
residuales				
Medida rugosidad	16 €/probeta	3	48,00€	
Salario técnico	40€/h	25	1000,00€	
ANÁLISIS		I	1100,00€	
MICROSCÓPICO				
Microscopía óptica	50€/h	10	500,00€	
Microscopía SEM	60€/h	2	120,00€	
Salario técnico	40€/h	12	480,00€	



REDACCIÓN DE INFORMES TÉCNICOS			800,00€
Salario técnico	40€/h	200	800,00€
TOTAL (presupuesto de ejecución)		7227,00€	
GASTOS GENERALES (10%)		722,70€	
SUMA			7949,70€
BENEFICIO INDUSTRIAL (5%)		397,49€	
TOTAL (presupuesto total)		8347,19€	
IVA (21%)		1752,91€	
PRESUPUESTO FINAL		10100,10€	



9. Bibliografía

[1^a] Informe del Comité Científico de la Agencia Española de Seguridad Alimentaria y Nutrición (AESAN) en relación a los biofilms y su repercusión en la seguridad alimentaria, revista del comité científico nº 12 (2010)

[2^a] Okan Unal, Remzi Varol. Surface severe plastic deformation of AISI 304 via conventional shot peening, severe shot peening and repeening. (2015)

[3^a] Daniel López, Hera Vlamakis, Roberto Kolter. Biofilms. Cold Spring Harbor Perspectives in Biology. (2010)

[4^a] Laurence Boulané-Petermann. Processes of bioadhesion on stainless steel surfaces and cleanability: A review with special reference to the food industry, Biofouling: The Journal of Bioadhesion and Biofilm Research, (1996). 10:4, P. 275-300

[5ª] G. Wirtanen, H. Ahola, T. Mattila-Sandholm. Evaluation of cleaning procedures in elimination of biofilm from stainless steel surfaces in open process equipment. Transactions in International Chemical Engineering, 73 (1995). P. 1-9.

[6^a] E. Eguia, T.F. Vidart, J.A. Bezanilla, J.J. Amieva, P.M. Otero, M.A. Giron, B. Rio-Calonge & M. Ruiz Elimination of biofouling in heat exchangers condensers by different chemical methods Department of Sciences and Techniques of Navigation and Ship Construction, University of Cantabria (1998)

[7ª] Cloete, T., Jacobs, L. & Brözel, V. The chemical control of biofouling in industrial water systems. Biodegradation 9, (1998). P. 23–37

[8ª] Navia, Diana Paola; Castillo, Héctor Samuel Villada; Sánchez, Silvio Andrés Mosquera. Las biopelículas en la industria de alimentos. Biotecnología en el sector Agropecuario y Agroindustrial, (2010), vol. 8, nº 2, P. 118-128.

[9^a] Klemen Bohinc, Goran Dražić, Anže Abram, Mojca Jevšnik, Barbara Jeršek, Damijan Nipič, Marija Kurinčič, Peter Raspor. Metal surface characteristics dictate bacterial adhesion capacity. International Journal of Adhesion and Adhesives. Volume 68. (2016). P. 39-46.



[10^a] Vanhaecke E, Remon JP, Moors M, Raes F, De Rudder D, Van Peteghem A. Kinetics of Pseudomonas aeruginosa adhesion to 304 and 316-L stainless steel: role of cell surface hydrophobicity. Appl Environ Microbiol. (1990). 56(3) P. 788-795.

[11^a] R. L. Taylor, J. Verran, G. C. Lees, A. J. P. Ward. The influence of substratum topography on bacterial adhesion to polymethyl methacrylate. (1998) P. 17-22.

[12^a] S.H. Flint, J.D. Brooks, P.J. Bremer. Properties of the stainless steel substrate, influencing the adhesion of thermo resistant streptococci. (2000) P 235-242.

[13^ª] S. Kalpakjian S. Kalpakjian, S. R. Schmid. Manufactura, Ingeniería y Tecnología. 5^ª ed. Pearson-Prentice Hall. (2008). P. 820-825

[15^a] Euro Inox, The European Stainless-Steel Development Association. Electropulido de Aceros Inoxidables. Series de Materiales y Aplicaciones, Volumen 11. (2010) P 4-8.

[16^a] A. Lamikiz, J.A. Sánchez, L.N. López de Lacalle, J.L. Arana, Laser polishing of parts built up by selective laser sintering, International Journal of Machine Tools and Manufacture, Volume 47, Issues 12–13, (2007). P. 2040-2050

[17^a] E. Ukar, A. Lamikiz, L.N. López de Lacalle, D. del Pozo, J.L. Arana, Laser polishing of tool steel with CO2 laser and high-power diode laser, International Journal of Machine Tools and Manufacture, Volume 50, Issue 1, /2010). P. 115-125

[18ª] Metal improvement company, inc.: shoot peening aplicaciones (2001)

[19^a] Kirk, D. and Abyaneh, M.Y. Theoretical Basis of Shot Peening Coverage Control, Volume 9, (1993). P. 90-183

[22ª] Vielma Mendoza, Ana Teresa, Belzunce Varela, Francisco Javier, Parámetros de shot peening y sus efectos en el comportamiento a fatiga del acero F1272. (2013) P 23-25

[23^ª] I. Buruchaga Lahera, I. Fernández Pariente, Efecto de la rugosidad sobre las propiedades del acero inoxidable 316L sometido a distintos tratamientos de shot peening. (2013) P. 24.



[24^a] Mahagaonkar, S.B., Brahmankar, P.K. & Seemikeri, C.Y. Some investigations into development of nozzle and suction system for air blast shot peening machine. Int J Adv Manuf Technol 44. (2009). P. 306–317

[25^a] S. Bagheri & M. Guagliano. Review of shot peening processes to obtain nanocrystalline surfaces in metal alloys, Surface Engineering, 25:1, (2009) P. 3-14

[26^ª] Tim Heston, The basics of wheel blasting. The fabricator. (2013)

[28^ª] T. Chaise, J. Li, D. Nélias, R. Kubler, S. Taheri, G. Douchet, V. Robin, P. Gilles. Modelling of multiple impacts for the prediction of distortions and residual stresses induced by ultrasonic shot peening (USP), Journal of Materials Processing Technology, Volume 212, Issue 10, (2012). P. 2080-2090.

[29^a] Menig, L Pintschovius, V Schulze, O Vöhringer. Depth profiles of macro residual stresses in thin shot peened steel plates determined by X-ray and neutron diffraction. Scripta Materialia. Volume 45, Issue 8. (2001). P 977-983

[30^a] Matej Hocevar, Monika Jenko, Matjaz Godec, Damjana Drobne. An overview of the influence of stainless-steel surface properties on bacterial adhesion. (2014).

[31^ª] Chaib, Mohammed & Megueni, Abdelkader & Ziadi, Abdelkader & Guagliano, M. & Belzunce, Francisco. Experimental study of the shot peening treatment effect on austenitic stainless steel. International Journal of Materials and Product Technology. (2016).

[32^a] P. T. Iswanto, E.U. K. Maliwemu, v. Malau, F. Imaduddin, H. M. Sadida. Surface roughness, hardness, and fatigue-corrosion characteristic of aisi 316l by shot peening. (2019).

[33ª] Carbone stainless steel, ficha técnica del acero inoxidable serie 300 P.2.

[35^a] HASSAN, Adel Mahmood; MOMANI, Amer MS. Further improvements in some properties of shot peened components using the burnishing process. International Journal of Machine Tools and Manufacture. (2000), vol. 40, n^o 12, P. 1775-1786.



[37^a] E.S. Gadelmawla, M.M. Koura, T.M.A. Maksoud, I.M. Elewa, H.H. Soliman.
Roughness parameters. Journal of Materials Processing Technology. Volume 123, Issue
1. (2002). P. 133-145

[38^ª] Mónica Monsalve, Esperanza López, Juan Meza, Fabio Vargas. "Study by X-ray diffraction of the residual stress produced during deposition of TiN thin films on metallic substrates". Revista de la Facultad de Ingeniería de Antioquía. (2010).



Páginas web consultadas:

[14^a]<u>https://www.worldstainless.org/Files/issf/non-image</u> files/PDF/Euro Inox/Electropolishing SP.pdf (14/07/2020)

[20^a] Ipar Blast S.L. The Shot Peener's Corner, №30. P.5. <u>http://www.ipar-blast.com/upload/SHOT PEENING COVERAGE REQUIREMENTS.pdf</u> (07/03/2020)

[21ª]https://sonats-et.com/en/shot-peening/shot-peening-accessories/coveragechecker/#:~:text=Coverage%20Checker%E2%84%A2%20for%20shot%20peening%20% E2%80%93%20Measures%20coverage%20rate,Coverage%20Checker%E2%84%A2%20(Japan). (25/06/2020)

[27^a] <u>https://www.shotpeener.com/library/pdf/2013041.pdf</u> (03/08/2020)

[34^ª]<u>https://nks.com/es/distribuidor-de-acero-inoxidable/acero-inoxidable-304/</u> (29/03/20)

[36ª] https://www.bssa.org.uk/topics.php?article=45 (07/07/2020)

[39^a] <u>http://alsimet.es/es/noticias/acero-inoxidable-industria-alimentaria</u> (20/08/20)



Anexo I: Determinación de la cobertura

Para la determinación de los tiempos de cobertura, se trata una probeta durante un tiempo de 2 segundos y se mide, para dicha probeta, la cobertura obtenida. A partir de ese tiempo y grado de cobertura se obtienen los parámetros necesarios de la ecuación de Avrami, que permitirán establecer los tiempos de aplicación para distintos porcentajes de cobertura. La medida del grado de cobertura de la probeta se realiza en tres zonas diferentes, para obtener así un valor más preciso. En cada área se extrae un reporte de resultados como el siguiente:

Result Report – relative area measure

Sample	ID:
--------	-----

Date:

2020-02-11

Calibration factor: Magnification: 1,4124 µm/pixel N/A



Captured image



Detected image



Área Relativa al bitplano : Impacto, No impacto



Measurement name: Área Relativa al bitplano

Statistics

Impacto:	86,28%	No impacto:	13,41%
No fields of view:	21	Total area analyzed:	$6275370,37 \ \mu m^2$

Una vez que se han obtenido los tres valores, se realiza la media y en este caso se concluye que **la cobertura es del 81.98%,** lo que quiere decir que el tiempo de aplicación necesario para al menos una cobertura completa, del 100%, será superior a 2 segundos.

Para ello se utiliza la ecuación de Avrami, donde mediante la cobertura obtenida y el tiempo usado se hallan los valores de A y R:

$$C = 100 * (e^{-ARt})$$

Se obtiene que el tiempo necesario para una cobertura del 100% es de 2.3 segundos aproximadamente.

Si se desean sobrecoberturas, es decir, superiores al 100% habrá solamente que sustituir "C"," A" y" R" en la ecuación de Avrami para hallar el tiempo "t".


Anexo II. Medidas de rugosidad

A continuación, se muestran las gráficas proporcionadas por el software del equipo de medida de rugosidades, para los diferentes grados de cobertura del tratamiento de SP:

• Probetas con un 100% de cobertura:



Figura 45. Perfil de rugosidad probeta 100%.



• Probetas con un 500% de cobertura:



Figura 46. Perfil de rugosidad probeta 500%.



• Probetas con un 1000% de cobertura:



Figura 47. Perfil de rugosidad probeta 1000%.



A partir de dichas gráficas se han obtenidos los siguientes parámetros de rugosidad para las probetas con los diferentes grados de cobertura:

Grado de cobertura de la probeta	Recorrido	Medida	Ra (µm)	Rz (µm)	Rmax (µm)
100 %	0.8	1	4.001	22.7	29.5
		2	4.607	24.7	28.4
		3	4.417	23.7	30.8
		MEDIA	4.342	23.7	29.57
	2.5	4	5.934	35	35
500%	0.8	1	4.316	26.2	29.3
		2	4.119	23.2	31.7
		3	4.112	24.5	33.5
		MEDIA	4.182	24.63	31.5
	2.5	4	5.334	37.3	37.3
1000%	0.8	1	3.775	25.3	30.2
		2	3.748	21.1	28.7
		3	4.213	22.4	26.6
		MEDIA	3.912	22.93	28.5
	2.5	4	4.785	27.9	27.9

Tabla 5. Valores de rugosidad para cada porcentaje de cobertura.



Anexo III. Micrografías

A continuación, se muestran las micrografías obtenidas para las probetas con diferentes grados de cobertura.







Figura 48. Micrografías obtenidas a 100 aumentos para los diferentes grados de cobertura.





Figura 49. Micrografías obtenidas a 200 aumentos para los diferentes grados de cobertura.





Figura 50. Micrografías obtenidas a 500 aumentos para los diferentes grados de cobertura.





Figura 51. Micrografías obtenidas a 500 aumentos con el microscopio electrónico de barrido (SEM).



Anexo IV. Tensiones residuales

A continuación, se exponen las gráficas de las tensiones residuales obtenidas para cada grado de cobertura:



Figura 52. Perfil tensiones residuales para 100% cobertura.



Figura 53. Perfil tensiones residuales para 1000% cobertura.



Anexo V. Medidas de microdurezas

Se muestran a continuación los valores de microdurezas obtenidos, en función de la profundidad, para las probetas tratadas por SP con diferentes grados de cobertura. Se muestra una gráfica diferente por cada grado de cobertura, con las medidas hechas por triplicado.



Figura 54. Dureza en función de la profundidad para un 100% cobertura.





Figura 55. Dureza en función de la profundidad para un 500% cobertura.



Figura 56. Dureza en función de la profundidad para un 1000% cobertura.