

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 913 203**

51 Int. Cl.:

**C25F 3/24**

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **05.10.2016 PCT/GB2016/053101**

87 Fecha y número de publicación internacional: **13.04.2017 WO17060701**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.10.2016 E 16781170 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.03.2022 EP 3359712**

54 Título: **Alisado del acabado superficial de artículos de metal rugosos**

30 Prioridad:

**06.10.2015 GB 201517624**

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

**01.06.2022**

73 Titular/es:

**WALLWORK CAMBRIDGE LIMITED (100.0%)  
Buckingway Business Park Swavesey  
Cambridge CB24 4UG, GB**

72 Inventor/es:

**HOUSDEN, JONATHAN;  
GREENWELL, DANIEL y  
AVELAR BATISTA-WILSON, JUNIA CRISTINA**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

ES 2 913 203 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Alisado del acabado superficial de artículos de metal rugosos

5 **Campo técnico**

La invención se refiere a un proceso para alisar la superficie de una pieza de trabajo metálica fabricada.

10 **Antecedentes**

Los métodos de producción mediante ingeniería estándar proporcionan habitualmente artículos con una amplia gama de rugosidad superficial o acabado superficial. Una desventaja tecnológica que se encuentra a menudo en las piezas fabricadas es la reducción de su rugosidad superficial inicial hasta valores aceptables requeridos para una aplicación específica. Los métodos de producción mediante ingeniería estándar proporcionarán artículos con una amplia gama de rugosidad superficial o acabado superficial. El colado, la conformación, el mecanizado y la fabricación aditiva pueden producir acabados superficiales rugosos caracterizados por valores  $R_a$  por encima de  $2\text{ }\mu\text{m}$  (acabado macroscópico).

Sin embargo, una alta rugosidad superficial es habitualmente indeseable ya que a menudo tiene un efecto perjudicial sobre el rendimiento de desgaste y de corrosión. La alta rugosidad superficial es también habitualmente indeseable para artículos usados en las industrias aeroespacial, médica y de las herramientas debido a un desgaste aumentado y/o una resistencia a la corrosión reducida debido a una gran área nominal y el fomento de la propagación de microgrietas. Una operación posterior a la producción, denominada a menudo acabado, para reducir la rugosidad superficial inicial hasta un valor adecuado requerido para una aplicación específica se requiere a menudo en la ruta de fabricación de la mayoría de los componentes de ingeniería y médicos. Los métodos que reducen la rugosidad superficial todavía adicionalmente se denominan en ocasiones también pulido.

Métodos mecánicos tales como el bruñido, la rectificación y el pulido pueden reducir la rugosidad superficial inicial de artículos hasta un nivel de acabado microscópico (es decir  $0,01 < R_a < 2,00\text{ }\mu\text{m}$ ) (denominado en ocasiones rango de acabado microscópico).

Los métodos de acabado mecánicos (por ejemplo, la rectificación, el pulido) también tienen limitaciones de uniformidad cuando se usan en componentes de forma compleja. La uniformidad puede ser también un problema para componentes de forma compleja, especialmente para artículos de metal hechos de materiales tradicionalmente difíciles de pulir tal como titanio y sus aleaciones y superaleaciones de níquel.

Aunque pueden conseguirse superficies de tipo espejo en la mayoría de los artículos de metal mediante estos métodos mecánicos, estos procesos tienden a ser muy laboriosos y a menudo dejan la capa superficial distorsionada, sometida a un estrés alto y contaminada con medios de rectificación/pulido.

Además, si la rugosidad superficial inicial es alta, se requerirán varias etapas de rectificación/pulido con el fin de conseguir una reducción significativa en la rugosidad superficial, haciendo que estos procesos sean económicamente menos viables en ciertas aplicaciones.

El electropulido es una técnica de acabado adecuada para acabar y pulir componentes metálicos, especialmente materiales tales como superaleaciones de níquel y aleaciones de titanio que son difíciles de pulir mediante métodos convencionales. El electropulido requiere que la superficie esté limpia y generalmente libre de contaminantes. El electropulido produce una superficie libre de arañazos y un acabado uniforme sobre componentes de forma compleja. Es una técnica comercialmente viable, ya que puede procesar varias piezas de una vez y los tiempos de pulido son relativamente cortos. Este tratamiento electroquímico promueve el nivelado, el brillo y la pasivación de una superficie de metal que era originariamente mate y rugosa.

Sin embargo, el electropulido usa generalmente ácidos altamente concentrados (por ejemplo, sulfúrico y fosfórico) con alta viscosidad en la disolución de electrolito.

Como el electropulido está impulsado por la ley de Faraday, las asperezas (características extruidas) sobre la superficie se pulirán selectivamente de manera más severa. Aunque el electropulido proporciona un alisado selectivo de las características superficiales y conduce a un acabado superficial potenciado, la tasa de eliminación de material es considerablemente alta ( $10\text{-}30\text{ }\mu\text{m}$  por minuto, solicitud de patente estadounidense 2011/0120883A1). Esto tiene implicaciones de tolerancia sobre componentes de metal de alta precisión. Otra desventaja del electropulido es que los electrolitos usados normalmente (es decir disoluciones de ácido altamente concentradas) no son respetuosos con el medio ambiente y pueden ser difíciles de desechar. Debido a los bajos voltajes empleados, no se genera plasma.

Un proceso menos conocido denominado pulido por plasma electrolítico se ha sugerido también como técnica de pulido en piezas de trabajo que ya tienen un bajo nivel de rugosidad ( $R_a < 1,6\text{ }\mu\text{m}$ ) o para limpiar óxidos o eliminar

recubrimientos de una superficie de metal. Tras este tratamiento puede conseguirse una baja rugosidad superficial en el intervalo del acabado microscópico ( $R_a < 0,2 \mu\text{m}$ ).

Varias patentes relacionadas con la fabricación de equipamiento para realizar pulido por plasma electrolítico pueden encontrarse en la bibliografía (documentos CN 102658506 A, CN 20257656 U, CN 102658506 A, CN 102828186 A, CN 202576569 U, RU 2.268.326 C1, RU 2.323.279 C1, RU 2324769 C2, US 8.882.974 B2).

El documento US 6.585.875 B1 da a conocer un proceso electrolítico por plasma y un aparato para eliminar incrustaciones de óxido de superficies de metal (acero y cobre). Se han desarrollado y documentado procesos de pulido por plasma electrolíticos para diversos materiales ferrosos y no ferrosos en la bibliografía. Las condiciones de pulido por plasma (temperatura, voltaje, electrolito, etc.) se han establecido y adaptado para materiales específicos. Por ejemplo, el documento CN 103484928A da a conocer un proceso de pulido de herrumbre por plasma para piezas de hierro y acero para eliminar incrustaciones de óxido superficiales. Tras el pulido por plasma electrolítico, la rugosidad superficial (valor  $R_a$ ) se redujo de  $1,67 \mu\text{m}$  (valor inicial) a  $0,27 \mu\text{m}$ . Otro proceso por plasma electrolítico para pulir piezas hechas de titanio o aleaciones de titanio se da a conocer en el documento DE 10 207 632 A1. El proceso de pulido aspira a eliminar todos los tipos de residuo superficial tal como herrumbre, óxidos, pinturas y barnices usando una mezcla de cloruro de amonio ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) y fluoruro de amonio ( $\text{NH}_4\text{F}$ ) como electrolito. La solicitud estadounidense 2010/0200424 se ocupa de procesos electrolíticos por plasma para aceros inoxidables series 300 y 400), cobre y aleaciones de titanio para voltajes de CC que no superan los 80 V. Un método de pulido por plasma electrolítico de múltiples fases de titanio y aleaciones de titanio se da a conocer en el documento RU 2373306 C2. Se asegura que los procesos de pulido notificados para estos materiales no rugosifican la superficie a valores  $R_a$  superiores a  $0,08\text{-}0,12 \mu\text{m}$ .

Un tratamiento por plasma electrolítico para superficies de metal que comprenden un ánodo de aleación de aluminio o que contiene aluminio y un cátodo de acero chapado con cobre se documenta en el documento RU 2550393 C1. El ánodo de aleación de aluminio o que contiene aluminio y el cátodo chapado con cobre se sumergen en una disolución electrolítica para pulir el artículo de aluminio o que contiene aluminio (ánodo) hasta un brillo especular y eliminar simultáneamente la capa de cobre del cátodo de acero. El documento RU2355829 C2 da a conocer un método para el pulido por plasma electrolítico de piezas de metal fabricadas de aceros inoxidables que portan cromo y titanio o aleación de titanio, principalmente para el tratamiento de palas de turbomáquinas.

Otro proceso de pulido por plasma electrolítico para artículos de titanio o aleación de titanio se documenta en el documento CN 1534113 A. El electrolito es una mezcla de cloruro de amonio y fluoruro de amonio; los intervalos de voltaje de CC y de temperatura para el proceso por plasma de pulido son 210 V-420 V y  $60^\circ\text{C}$ - $98^\circ\text{C}$ , respectivamente. Aunque no se cuantifica la rugosidad superficial, se notifica que se ha conseguido un acabado liso (probablemente haciendo referencia a una superficie brillante en el rango de acabado microscópico).

El documento US 8.444.914 B2 da a conocer un proceso de pulido por plasma para la fabricación de prótesis dentales de cobalto-cromo con el fin de obtener una rugosidad superficial reproducible sin ningún acabado adicional. El proceso implica voltajes de CC de 300-380 V y densidades de corriente de  $0,25\text{-}0,50 \text{ A/cm}^2$ . Sin embargo, la reducción en la rugosidad superficial después del pulido por plasma no se ha cuantificado.

Por tanto, serían deseables métodos mejorados de acabado y/o pulido de piezas de trabajo metálicas rugosas o muy rugosas.

## Sumario de la invención

Los presentes inventores han descubierto que el pulido por plasma electrolítico puede aplicarse de manera innovadora a piezas de trabajo con superficies muy rugosas y conseguir una reducción excelente en la rugosidad de una manera más conveniente.

La invención se refiere a un proceso para alisar la superficie de una pieza de trabajo metálica fabricada, teniendo la pieza de trabajo una región que tiene una rugosidad inicial ( $R_a$ ) de más de  $2,0 \mu\text{m}$ , implicando el proceso (1) situar la pieza de trabajo metálica como ánodo en una celda electroquímica, (2) disponer que la temperatura del electrolito en la proximidad del ánodo sea de al menos  $50^\circ\text{C}$ , (3) aplicar un voltaje de desde 100 V hasta 1000 V a través de la celda electroquímica, para generar de ese modo una membrana de plasma sobre la superficie de la pieza de trabajo metálica que actúa para eliminar material de la superficie de la pieza de trabajo metálica, (4) mantener la membrana de plasma durante un periodo efectivo para provocar que se reduzca la rugosidad de la pieza de trabajo.

Normalmente, sustancialmente toda la pieza de trabajo tiene una rugosidad inicial ( $R_a$ ) de más de  $2,0 \mu\text{m}$ . Sin embargo, puede ser que solo una parte de la pieza de trabajo tenga este valor de rugosidad que necesite tratamiento.

A diferencia del electropulido, el pulido por plasma electrolítico se hace funcionar de una manera tal, que se establece una descarga de arco eléctrico (es decir electroplasma) en la superficie de la pieza de trabajo. Normalmente se usan disoluciones acuosas de ácidos, sales o álcali a concentraciones bajas ( $< 20\%$  en peso), haciendo que el proceso sea

respetuoso con el medio ambiente ya que los electrolitos son habitualmente no tóxicos y fáciles de reciclar o de desechar.

Al principio del proceso, una alta densidad de corriente en el ánodo conduce a una evaporación de electrolito intensa (corriente de gas), envolviendo toda la superficie de la pieza de trabajo y conduciendo a la formación de una membrana de plasma. La pérdida de material típica es de alrededor de 2  $\mu\text{m}$  por minuto, que es de 5 a 20 veces menor que la conseguida mediante el electropulido. Por tanto, es sorprendente que se haya encontrado que la presente invención es efectiva en superficies rugosas y no necesita varias fases de tratamiento como los tratamiento de tipo pulido similares conocidos en la técnica.

Preferiblemente, la tasa de eliminación de material es de desde 1 hasta 12  $\mu\text{m}/\text{min}$ , más preferiblemente desde 2 hasta 10  $\mu\text{m}/\text{min}$ .

El objetivo de la invención es proporcionar un método de tratamiento por plasma electrolítico para reducir la rugosidad superficial de artículos de metal rugosos caracterizados por un valor  $R_a$  (o valor  $S_a$ ) inicial en el intervalo de 2  $\mu\text{m}$  a 100  $\mu\text{m}$  y/o valores  $R_z$  (o valores  $S_z$ ) de entre 2 y 150  $\mu\text{m}$ , aspirando a un acabado superficial resultante libre de una textura heterogénea y/o que presente un valor de rugosidad superficial considerablemente menor después del tratamiento por plasma electrolítico. Un tratamiento por plasma electrolítico de este tipo puede ser de gran interés para procesos de fabricación mediante ingeniería en los que el artículo resultante tiene una textura superficial muy rugosa e irregular (tal como componentes impresos en 3D, superficies sometidas a chorro de manera gruesa, piezas sinterizadas muy rugosas).

La invención está relacionada con la mejora del acabado superficial de artículos muy rugosos (que presentan valores  $R_a$  por encima de 2  $\mu\text{m}$ , es decir artículos en el rango de acabado macroscópico) producidos mediante métodos de producción mediante ingeniería tales como corte con llama, eliminación de virutas, chorro grueso, conformación e impresión 3D (fabricación aditiva). La presente invención es particularmente adecuada para la fabricación aditiva, ya que esta produce un acabado rugoso y la presente invención lidiar con la amplia gama de geometrías que pueden producirse mediante este método de fabricación.

Sin embargo, la rugosidad inicial ( $R_a$ ) de la pieza de trabajo es generalmente también menor de 400  $\mu\text{m}$ , más preferiblemente menor de 300  $\mu\text{m}$ , lo más preferiblemente menor de 200  $\mu\text{m}$ .

Una lista de técnicas de fabricación adecuadas y los niveles de rugosidad que producen normalmente es tal como sigue:

|                                                                              |                                  |
|------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------|
| • Moldeado en arena                                                          | $R_a = 10\text{-}50 \mu\text{m}$ |
| • Moldeado con cera                                                          | $R_a = 2\text{-}10 \mu\text{m}$  |
| • Fabricación aditiva                                                        | $R_a = 10\text{-}50 \mu\text{m}$ |
| • Corte de metal (aserrado, conformación, perforación, nivelación, torneado) | $R_a = 2\text{-}25 \mu\text{m}$  |
| • Laminado en caliente                                                       | $R_a = 12\text{-}25 \mu\text{m}$ |
| • Forjado                                                                    | $R_a = 3\text{-}12 \mu\text{m}$  |
| • Corte con llama                                                            | $R_a = 12\text{-}25 \mu\text{m}$ |

El tratamiento por plasma electrolítico aspira a un acabado superficial resultante libre de una textura heterogénea y/o que presente un valor de rugosidad superficial considerablemente menor en comparación con su valor de rugosidad superficial inicial.

Los métodos de metrología adecuados para cuantificar la rugosidad superficial incluyen perfilometría de aguja superficial (de la que los parámetros  $R_a$  y  $R_z$  se derivan de un perfil (línea)) y perfilometría superficial óptica 3D (de la que los parámetros  $S_a$  y  $S_z$  se derivan de un área superficial).

En la invención, la pieza de metal rugosa que debe tratarse/pulirse (pieza de trabajo) se polariza anódicamente y se sitúa en un baño electrolítico con un cátodo de metal. El proceso se hace funcionar de una manera tal, que se establece un electroplasma (es decir descarga de arco eléctrico) en la superficie de la pieza de trabajo.

Los artículos de metal rugosos adecuados que deben tratarse en esta invención pueden estar hechos de cualquier metal incluyendo aceros inoxidables, aceros al carbono, aceros para herramientas, titanio y aleaciones de titanio, aleaciones de magnesio, níquel-cromo y sus aleaciones, superaleaciones de níquel, aleaciones de cobalto-cromo, aleaciones de cobalto-cromo-molibdeno, cobre y aleaciones de cobre (incluyendo bronce), latón y sus aleaciones y hierro fundido. Otros materiales pueden incluir aluminio, vanadio, cromo, manganeso, cobalto, níquel, cobre, niobio, molibdeno, plata, hafnio, tungsteno, platino y oro.

El proceso es adecuado para la aplicación a una o más piezas de trabajo sumergidas en el electrolito al mismo tiempo.

La superficie de cátodo es de manera deseable de 2 a 20 veces mayor que la del área superficial de ánodo (es decir el área superficial de pieza de trabajo), preferiblemente de 5 a 10 veces mayor. Un cátodo de metal adecuado es el tanque electrolítico en el que se sumerge la al menos una pieza de trabajo de ánodo (es decir piezas rugosas que deben tratarse) en la disolución electrolítica. Los materiales de metal adecuados para el cátodo incluyen acero inoxidable, plomo, cobre o cualquier otro metal que presente una buena conductividad y resistencia a la corrosión.

Debe usarse un suministro de potencia pulsada o de CC (controlado por voltaje o por corriente) para polarizar ambos electrodos (es decir el cátodo y las piezas de trabajo de ánodo). El proceso se lleva a cabo a densidades de corriente de 0,01 A/cm<sup>2</sup> a 1,00 A/cm<sup>2</sup>, preferiblemente de 0,1 A/cm<sup>2</sup> a 0,5 A/cm<sup>2</sup>.

Preferiblemente, el voltaje aplicado a través de la celda electroquímica es de desde 150 hasta 700 V, más preferiblemente desde 200 hasta 400 V.

Productos químicos adecuados (solutos) que deben usarse en el proceso de tratamiento por plasma electrolítico son disoluciones acuosas de sales (por ejemplo, sulfato de amonio ((NH<sub>4</sub>)SO<sub>4</sub>), bicarbonato de sodio (NaHCO<sub>3</sub>), nitrato de sodio (NaNO<sub>3</sub>), carbonato de sodio (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>)), cloruros (por ejemplo, cloruro de amonio (NH<sub>4</sub>Cl), cloruro de sodio (NaCl), cloruro de potasio (KCl)), fluoruros (por ejemplo, fluoruro de amonio (NH<sub>4</sub>F), fluoruro de sodio (NaF), fluoruro de potasio (KF)), ácidos (por ejemplo, ácido fosfórico (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>), ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)), álcalis (por ejemplo, hidróxido de sodio (NaOH), hidróxido de potasio (KOH)) o una mezcla de estos.

Las concentraciones de disolución en el electrolito pueden variar desde el 1% hasta el 25% (es decir de 1 g a 25 g de productos químicos en 100 ml de agua), preferiblemente desde el 2% hasta el 10%. La concentración de disolución depende del tipo de artículo de metal que debe tratarse (por ejemplo, acero inoxidable, acero al carbono, superaleaciones de níquel, titanio o aleaciones de titanio, aleaciones de cobalto-cromo) y del tiempo de tratamiento electrolítico.

Los tiempos de tratamiento pueden variar desde 1 hasta 120 minutos, preferiblemente de 1 a 30 minutos. Cuanto mayor sea el tiempo de tratamiento, mayor debe ser la concentración de la disolución para evitar la herrumbre de las piezas tratadas. Puede añadirse ácido fosfórico en hasta un 10% para eliminar manchas.

El pH de la disolución de electrolito durante el proceso es preferiblemente de entre 2,0 y 14,0, más preferiblemente de 3,0 a 12,0, más preferiblemente desde 4,0 hasta 8,0, más preferiblemente desde 5,0 hasta 7,0. La temperatura de (la disolución de) electrolito debe mantenerse a desde 50°C hasta 100°C, preferiblemente de 60°C a 90°C.

El umbral de temperatura de tratamiento más bajo se refiere a la conductividad eléctrica mínima del electrolito, que depende también de la concentración de disolución. La conductividad eléctrica de la disolución electrolítica debe ser no menor de 0,1 S.

Con el fin de mantener el intervalo de temperatura de tratamiento, normalmente se requieren métodos de enfriamiento. A pequeña escala (escala de laboratorio o de desarrollo), un baño de agua/agua con hielo en el que se sumerge un vaso de precipitados que contiene electrodos y disolución electrolítica debería ser suficiente para este propósito.

A gran escala (es decir proceso comercial), la recirculación de la disolución electrolítica y el enfriamiento de la misma por medio de una unidad de enfriamiento adecuada debería ser más adecuado. Además de esto, deberían usarse filtros para recoger residuo de metal/óxido de metal de la disolución electrolítica.

La invención se ilustrará ahora, haciendo referencia a las siguientes figuras, en las que:

Las Figuras 1a a d son fotomicrografías que muestran el aspecto superficial de probetas de AISI 316: (a) textura superficial inicial (superficie sometida a chorro) antes del tratamiento por plasma electrolítico; (b) después del tratamiento por plasma electrolítico durante 5 minutos; (c) después del tratamiento por plasma electrolítico durante 10 minutos y (d) después del tratamiento por plasma electrolítico durante 15 minutos.

Las Figuras 2a y b muestran datos de eliminación de material para el tratamiento por plasma electrolítico de acero inoxidable AISI 316. (a) Pérdida de masa frente a tiempo de tratamiento por plasma electrolítico (EPT, *electrolytic plasma treatment*) y (b) pérdida de grosor frente a tiempo de tratamiento por plasma electrolítico (EPT). Disolución electrolítica: disolución acuosa de (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 2,5%.

Las Figuras 3a y b muestran parámetros de rugosidad 3D obtenidos mediante perfilometría de superficies 3D en probetas de acero AISI 316 sometidas a chorro de manera gruesa antes y después de diversos tiempos de tratamiento por plasma electrolítico. (a) S<sub>a</sub> y S<sub>q</sub>; (b) S<sub>z</sub>.

Las Figuras 4a a d muestran imágenes superficiales 3D y perfiles lineales de probetas de acero AISI 316: (a) antes de tratamientos por plasma electrolíticos (es decir superficie sometida a chorro inicial); (b) después del tratamiento

por plasma electrolítico durante 5 minutos; (c) después del tratamiento por plasma electrolítico durante 10 minutos y (d) después del tratamiento por plasma electrolítico durante 15 minutos.

La Figura 5 es una fotomacrografía que muestra el aspecto superficial de un componente de acero 15-5 PH impreso en 3D. Región (a): textura superficial inicial de la superficie impresa en 3D. Región (b): después del tratamiento por plasma electrolítico (EPT) durante 15 minutos.

Las Figuras 6a y b son gráficos que muestran parámetros de rugosidad 3D obtenidos mediante perfilometría de superficies 3D en un componente de acero 15-5 impreso en 3D antes y después del tratamiento por plasma electrolítico (EPT) durante 15 minutos. (a)  $S_a$  y  $S_q$ ; (b)  $S_z$ .

Las Figuras 7a y b son imágenes superficiales 3D y perfiles lineales de un componente de acero 15-5 impreso en 3D antes (a) y después (b) del tratamiento por plasma electrolítico (EPT) durante 15 minutos.

## Ejemplos

Los siguientes ejemplos demostrarán cómo el tratamiento por plasma electrolítico usado en esta invención puede mejorar significativamente el acabado superficial de superficies de artículos muy rugosas (que presentan valores de rugosidad superficial iniciales de  $S_a$  y  $S_z \geq 2 \mu\text{m}$  (es decir en el rango de acabado macroscópico)) reduciendo significativamente los valores  $S_a$  y  $S_z$  iniciales.

### Ejemplo 1: Tratamiento por plasma electrolítico en muestras de acero inoxidable AISI 316 sometidas a chorro de manera gruesa

Se sometieron a chorro de manera gruesa muestras de acero inoxidable AISI 316 (3,0 cm × 2,5 cm × 0,2 cm) con alúmina rosa de granalla de 120-150 para conseguir valores  $S_a$  y  $S_z$  promedio iniciales de  $2,4 \pm 0,1 \mu\text{m}$  y  $52 \pm 5 \mu\text{m}$  respectivamente.

La configuración de tratamiento por plasma electrolítico consistía en un vaso de precipitados de vidrio de 2 litros en el que se enrolló un cátodo hecho de una lámina de acero inoxidable AISI 316 (37 cm × 10,5 cm × 0,1 cm) y se envolvió alrededor de la pared interna del vaso de precipitados. El área superficial efectiva del cátodo era de 388,5 cm<sup>2</sup>. La disolución electrolítica de 1,5 litros usada para tratar por plasma las probetas era una disolución acuosa de (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 2,5% (37,5 g de (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en 1500 ml de agua). La disposición de vaso de precipitados se situó dentro de un baño de agua a una temperatura de  $18 \pm 1^\circ\text{C}$ . El volumen de baño de agua era de 17490 cm<sup>3</sup>. La temperatura de la disolución se monitorizó hasta que alcanzó un valor de  $T = 60 \pm 1^\circ\text{C}$  antes de que comenzara el tratamiento por plasma electrolítico. El pH de la disolución a esta temperatura era de 6,5.

Se usó un suministro de potencia CC de 30 kW Advanced Energy MDX II en el modo controlado por voltaje. La probeta de AISI 316 era la pieza de trabajo de ánodo. El voltaje se fijó a un valor de 250 V en el suministro de potencia, que entonces se encendió. La pieza de trabajo de ánodo "energizada" (probeta de acero AISI 316) se sumergió completamente en la disolución electrolítica y se trató durante un tiempo específico. El voltaje y la corriente resultantes durante el tratamiento por plasma electrolítico eran de 160-250 V CC y 25-40 A, respectivamente. Se produjeron oscilaciones en el voltaje y la corriente debido a microdescargas que tienen lugar durante el proceso (se formó una envuelta de plasma alrededor de la probeta). Este intervalo de corriente correspondía a una densidad de corriente de  $\sim 0,1 \text{ A/cm}^2$ .

Las probetas de acero AISI 316 se trataron por plasma electrolíticamente durante 5 minutos, 10 minutos y 15 minutos en la disolución acuosa de (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 2,5%. Las muestras se pesaron antes y después de cada tratamiento por plasma electrolítico para estimar la pérdida de volumen (obtenida dividiendo la pérdida de masa entre la densidad del acero AISI 316, 7,99 g/cm<sup>3</sup>). También se determinó la pérdida de grosor dividiendo la pérdida de volumen entre el área superficial nominal total de las probetas (17,2 cm<sup>2</sup>). Finalmente se estimó la tasa de eliminación de material a partir del gradiente del gráfico entre la pérdida de volumen o la pérdida de grosor y el tiempo de tratamiento por plasma electrolítico. Los parámetros de rugosidad superficial ( $S_a$ ,  $S_q$  y  $S_z$ ) se midieron antes y después de los tratamientos por plasma electrolíticos usando un perfilador superficial 3D Zometrics ZeScope. El área muestreada era de  $449 \mu\text{m} \times 335 \mu\text{m}$  para todas las mediciones de rugosidad superficial 3D.

Fotomacrografías que muestran la textura superficial inicial de la superficie de acero AISI 316 sometida a chorro de manera gruesa y después de los tratamientos por plasma electrolíticos durante 5, 10 y 15 minutos se muestran en la Fig. 1. El aspecto mate y rugoso de la superficie sometida a chorro (Fig. 1a) mejora progresivamente a un aspecto de plata y brillante de derecha a izquierda tras un tratamiento por plasma electrolítico total de 15 minutos (Fig. 1d). Los datos de eliminación de material para el acero inoxidable AISI 316 para los tratamientos por plasma electrolíticos en una disolución acuosa de (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> al 2,5% se ilustran en la Fig. 2. En las condiciones experimentales notificadas en el presente documento, se obtuvo como resultado una tasa de eliminación de material pequeña de 3,2  $\mu\text{m/minuto}$ , lo que sugiere que tales tratamientos por plasma electrolíticos tienen un gran potencial para aplicarse a piezas de alta precisión en las que tienen que conservarse tolerancias pequeñas.

Datos de rugosidad superficial 3D para el acero inoxidable AISI 316 sometido a chorro de manera gruesa se representan en la Fig. 3. Los valores  $S_a$  y  $S_z$  iniciales (superiores a  $2\text{ }\mu\text{m}$  y  $50\text{ }\mu\text{m}$ , respectivamente) se redujeron significativamente después de un tratamiento por plasma electrolítico (EPT) durante 15 minutos. Se consiguieron reducciones de tres y cinco veces en los valores  $S_a$  y  $S_z$  tras un tratamiento de 15 minutos. Además, se muestran imágenes 3D y perfiles lineales de estas muestras en la Fig. 4. Se produce una reducción sistemática en los picos de perfil a medida que aumenta la duración del tratamiento por plasma electrolítico. Tras un tratamiento de 15 minutos (Fig. 4d), la textura superficial resultante es considerablemente más regular y lisa en comparación con la de la superficie no tratada, que era muy rugosa e irregular (Fig. 4a).

## Ejemplo 2: Tratamiento por plasma electrolítico en un componente de acero 15-5 impreso en 3D

También se sometió a ensayo en esta invención un componente de 15-5PH fabricado mediante impresión 3D. La rugosidad superficial posterior a la fabricación de este componente era muy alta, caracterizada por  $S_a = 6,5 \pm 1,7\text{ }\mu\text{m}$  y  $S_z = 57,1 \pm 8,3\text{ }\mu\text{m}$  (superficie muy rugosa). Altas desviaciones estándar en ambos valores  $S_a$  y  $S_z$  reflejan el carácter irregular de la textura superficial del componente.

Se usó una configuración experimental similar a la descrita en el ejemplo 1. Se usó una disolución acuosa de 1,5 litros de  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  al 2,5% ( $37,5\text{ g}$  de  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  en  $1500\text{ ml}$  de agua) para tratar por plasma el componente impreso en 3D. La disposición de vaso de precipitados se situó dentro de un baño de agua a una temperatura de  $20 \pm 1^\circ\text{C}$  (el volumen de baño de agua era también  $17490\text{ cm}^3$ ). La temperatura de la disolución se monitorizó hasta que alcanzó un valor de  $T = 62 \pm 1^\circ\text{C}$  antes de que comenzara el tratamiento por plasma electrolítico. El pH de la disolución a esta temperatura era de 6,5. Se usó un suministro de potencia de  $30\text{ kW}$  Advanced Energy MDX II en el modo controlado por voltaje. El componente de acero 15-5 impreso en 3D era la pieza de trabajo de ánodo. El voltaje se fijó a un valor de  $230\text{ V}$  en el suministro de potencia. El suministro de potencia se encendió para energizar el componente de acero 15-5 impreso en 3D (pieza de trabajo de ánodo). Entonces se sumergió el tercio inferior del componente en la disolución electrolítica y se trató durante 15 minutos. Los dos tercios superiores restantes del componente se mantuvieron fuera de la disolución electrolítica (es decir se dejaron sin tratar). El voltaje y la corriente resultantes durante el tratamiento por plasma electrolítico eran de  $170\text{-}230\text{ V CC}$  y  $25\text{-}35\text{ A}$ , respectivamente. Estas condiciones condujeron a la formación de una envuelta de plasma alrededor de la parte sumergida del componente y estaban presentes microdescargas (formación de arco). Los parámetros de rugosidad superficial ( $S_a$ ,  $S_q$  y  $S_z$ ) se midieron antes y después de los tratamientos por plasma electrolíticos usando un perfilador superficial 3D Zometrics ZeScope. El área muestreada era de  $449\text{ }\mu\text{m} \times 335\text{ }\mu\text{m}$  para todas las mediciones de rugosidad superficial 3D.

La Fig. 5 representa una fotomacrografía del componente impreso en 3D que muestra áreas tratadas (región a) y no tratadas (región b) por plasma electrolíticamente. El área tratada (región a) presenta un aspecto brillante en comparación con el área no tratada más bien mate y sin brillo (región b). Este hallazgo se confirmó mediante mediciones de perfilometría de superficies 3D (Fig. 6). Se consiguió una reducción considerable en  $S_a$  y  $S_z$  después del tratamiento por plasma electrolítico (EPT) durante 15 minutos ( $S_a$  disminuyó de  $6,5 \pm 1,7\text{ }\mu\text{m}$  a  $1,7 \pm 0,1\text{ }\mu\text{m}$  y  $S_z$  disminuyó de  $57,1 \pm 8,3\text{ }\mu\text{m}$  a  $14,5 \pm 0,4\text{ }\mu\text{m}$ , dando como resultado una superficie significativamente más lisa y más brillante. Imágenes 3D y perfiles lineales (Fig. 7) corroboran el beneficio del tratamiento por plasma electrolítico sobre el componente impreso en 3D muy rugoso. Un perfil mucho más regular caracterizado por una reducción considerable en la rugosidad superficial resultó tras el tratamiento por plasma electrolítico de 15 minutos (Fig. 7b) en comparación con la parte de componente impreso en 3D no tratada (Fig. 7a).

# REIVINDICACIONES

- 5 1.- Un proceso para alisar la superficie de una pieza de trabajo metálica fabricada, teniendo la pieza de trabajo una región que tiene una rugosidad inicial (Ra) de más de 2,0  $\mu\text{m}$ , implicando el proceso (1) situar la pieza de trabajo metálica como ánodo en una celda electroquímica, (2) disponer que la temperatura del electrolito en la proximidad del ánodo sea de al menos 50°C, (3) aplicar un voltaje de desde 100 V hasta 1000 V a través de la celda electroquímica, para generar de ese modo una membrana de plasma sobre la superficie de la pieza de trabajo metálica que actúa para eliminar material de la superficie de la pieza de trabajo metálica, (4) mantener la membrana de plasma durante un periodo efectivo para provocar que se reduzca la rugosidad de la pieza de trabajo.
- 10 2.- Un proceso según la reivindicación 1, en el que la rugosidad inicial (Ra) de la pieza de trabajo es mayor de 4,0  $\mu\text{m}$ , más preferiblemente mayor de 10,0  $\mu\text{m}$ , lo más preferiblemente mayor de 20,0  $\mu\text{m}$ .
- 15 3.- Un proceso según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que el área superficial de cátodo es de 2 a 20 veces mayor que la del área superficial de ánodo (es decir el área superficial de pieza de trabajo), preferiblemente de 5 a 10 veces mayor.
- 20 4.- Un proceso según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que la rugosidad inicial (Ra) de la pieza de trabajo es menor de 400  $\mu\text{m}$ , más preferiblemente menor de 300  $\mu\text{m}$ , lo más preferiblemente menor de 200  $\mu\text{m}$ .
- 25 5.- Un proceso según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la temperatura del electrolito en la proximidad del ánodo es de desde 50 hasta 100°C, más preferiblemente desde 60 hasta 90°C.
- 6.- Un proceso según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el voltaje aplicado a través de la celda electroquímica es de desde 150 hasta 700 V, más preferiblemente desde 200 hasta 400 V.
- 30 7.- Un proceso según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, llevado a cabo con una densidad de corriente en el ánodo de 0,01 A/cm<sup>2</sup> a 1,00 A/cm<sup>2</sup>, preferiblemente de 0,1 A/cm<sup>2</sup> a 0,5 A/cm<sup>2</sup>.
- 8.- Un proceso según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la tasa de eliminación de material es de desde 1 hasta 12  $\mu\text{m}/\text{min}$ , más preferiblemente desde 2 hasta 10  $\mu\text{m}/\text{min}$ .
- 35 9.- Un proceso según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la membrana de plasma se mantiene durante desde 1 hasta 120 minutos, preferiblemente de 1 a 30 minutos.
- 10.- Un proceso según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el pH del electrolito es de desde 3,0 hasta 12,0, más preferiblemente desde 4,0 hasta 8,0, más preferiblemente desde 5,0 hasta 7,0.
- 40 11.- Un proceso según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la concentración de disolución de electrolito es de desde el 1% hasta el 25% p/v (es decir de 1 g a 25 g de productos químicos en 100 ml de agua), preferiblemente desde el 2% hasta el 10% p/v.
- 45 12.- Un proceso según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la pieza de trabajo tiene una rugosidad inicial como resultado de fabricarse mediante uno cualquiera de los siguientes métodos: moldeado en arena, moldeado con cera, fabricación aditiva, corte de metal, tal como aserrado de metal, conformación de metal, perforación de metal, nivelación de metal o torneado de metal, laminado en caliente, forjado, corte con llama, preferiblemente fabricación aditiva. laminado, forjado, corte con llama, preferiblemente fabricación aditiva.

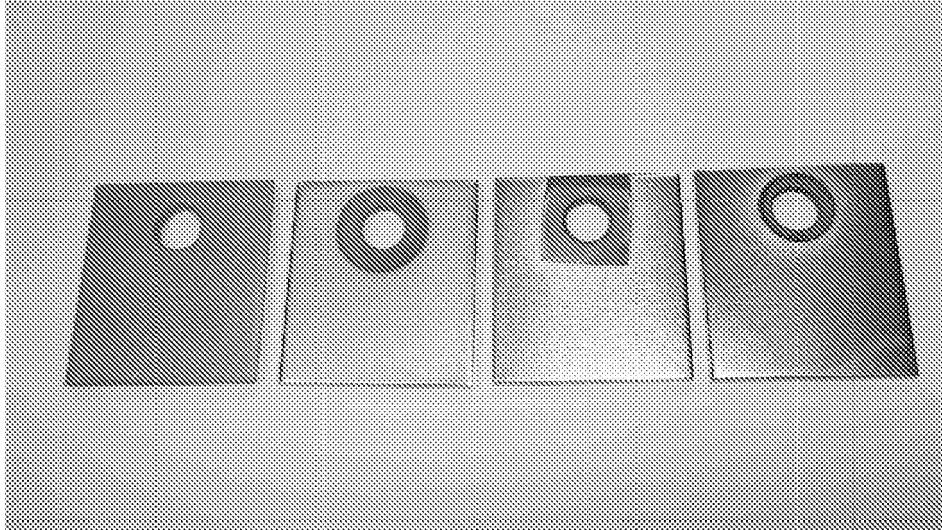


(a)

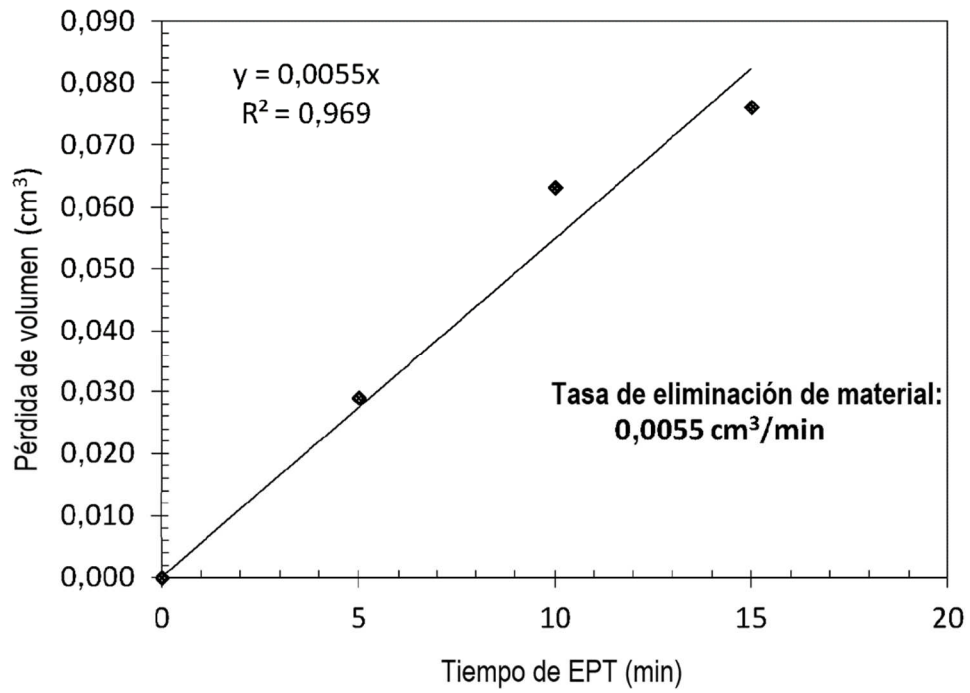
(b)

(c)

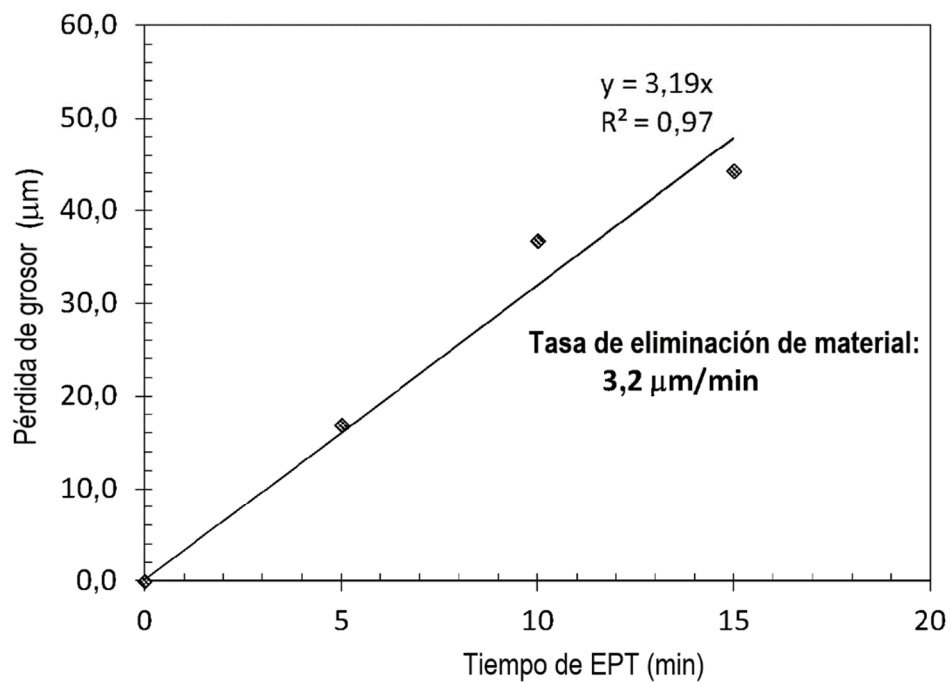
(d)



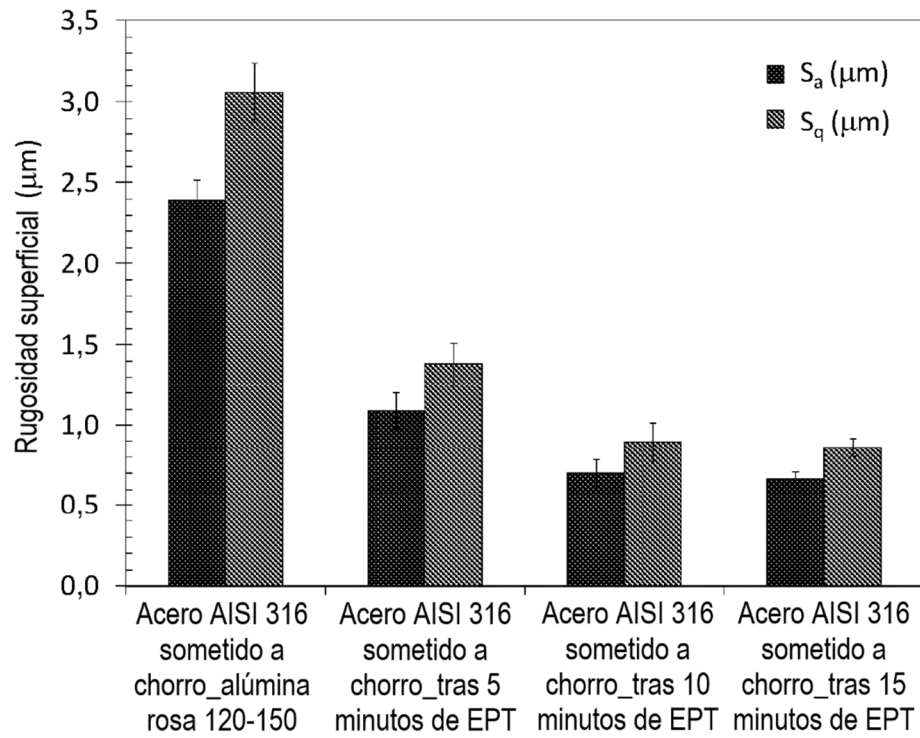
***Fig. 1***



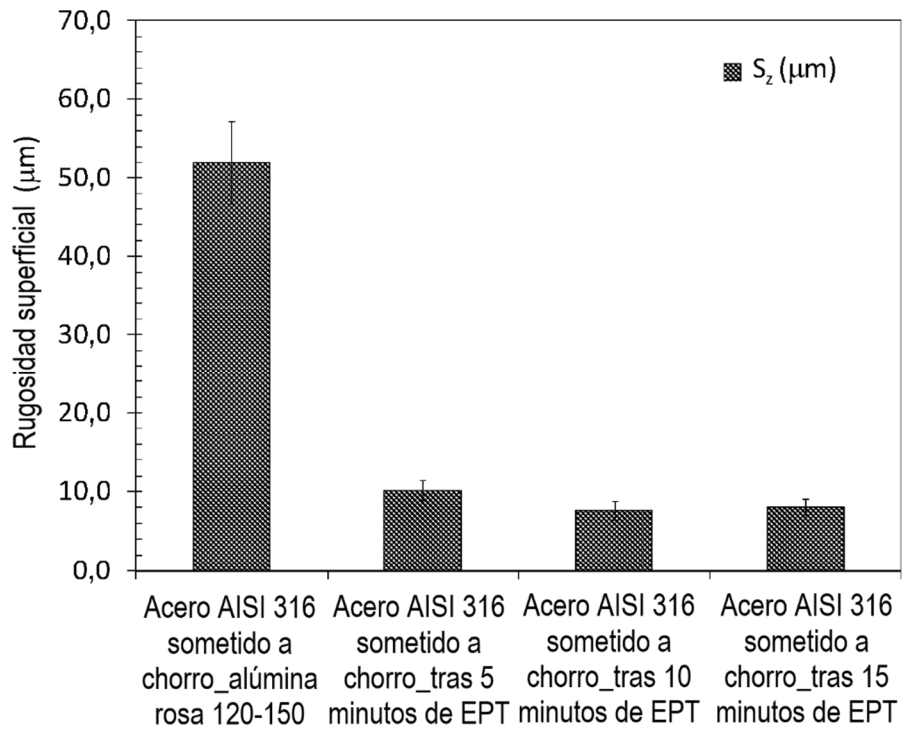
**Fig. 2a**



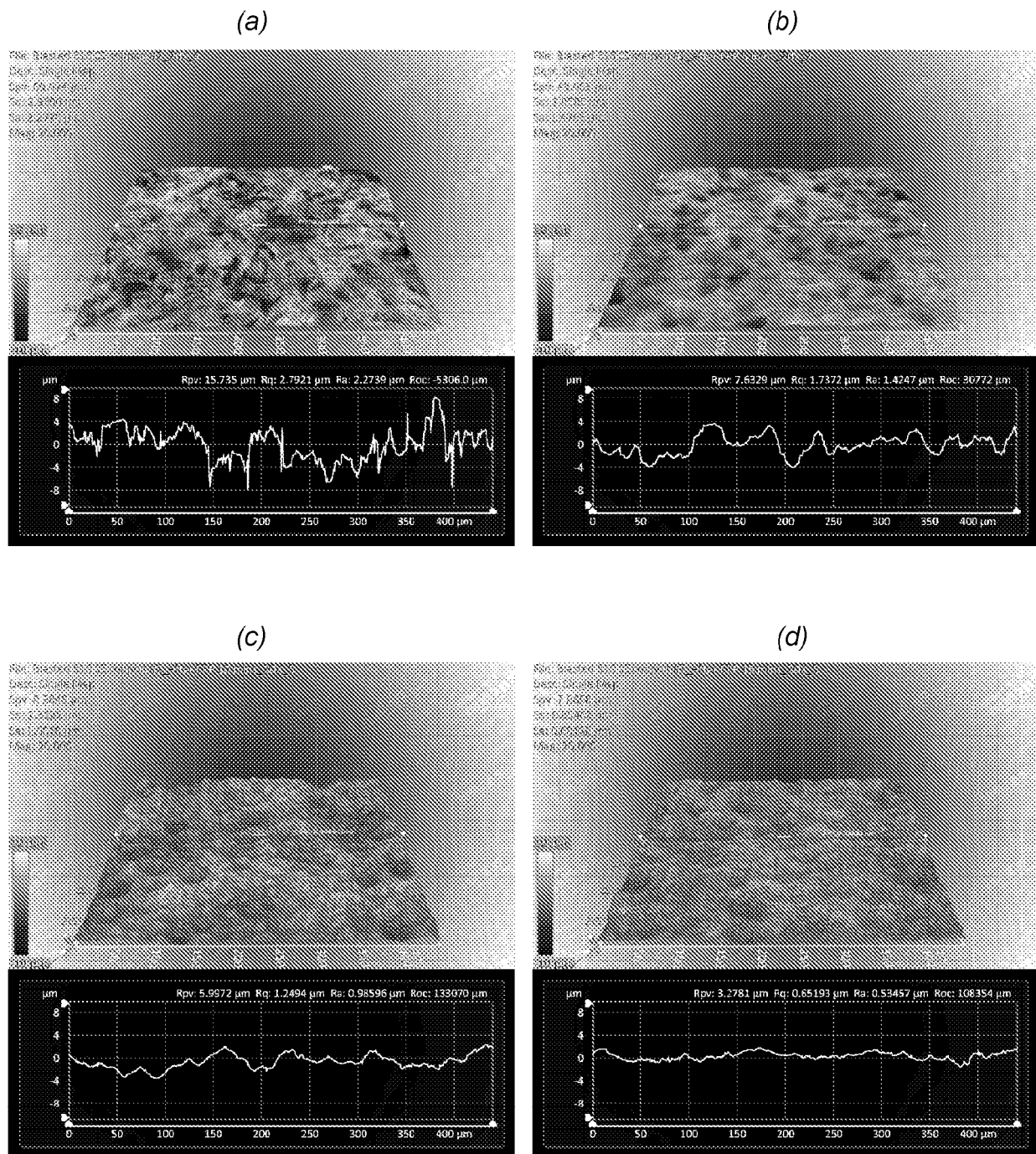
**Fig. 2b**



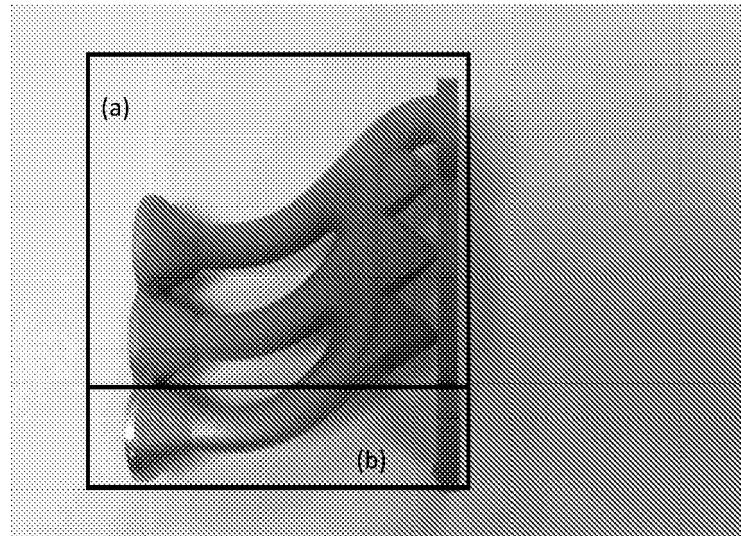
**Fig. 3a**



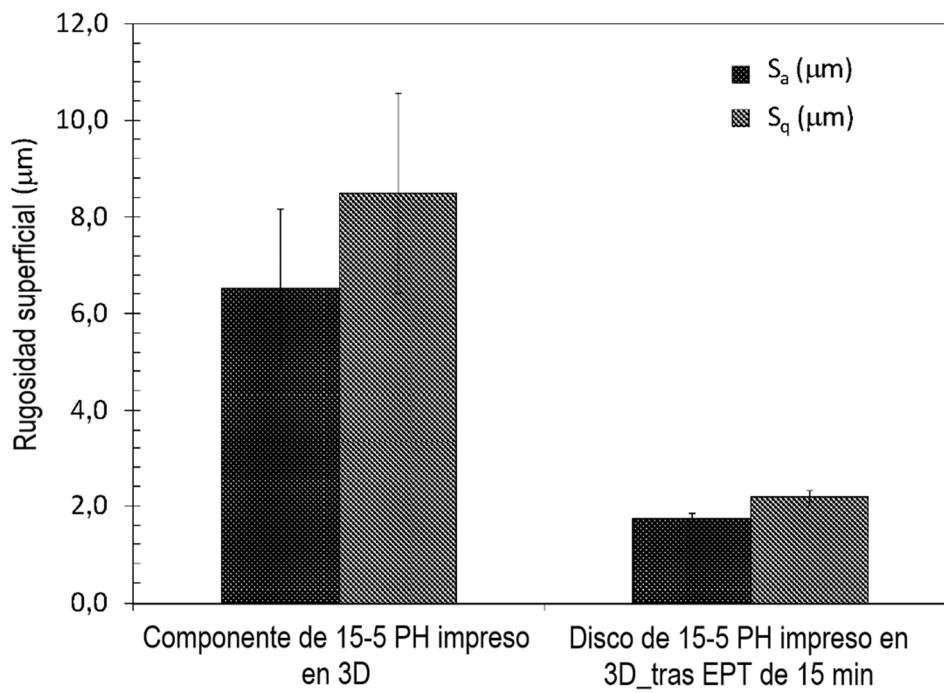
**Fig. 3b**



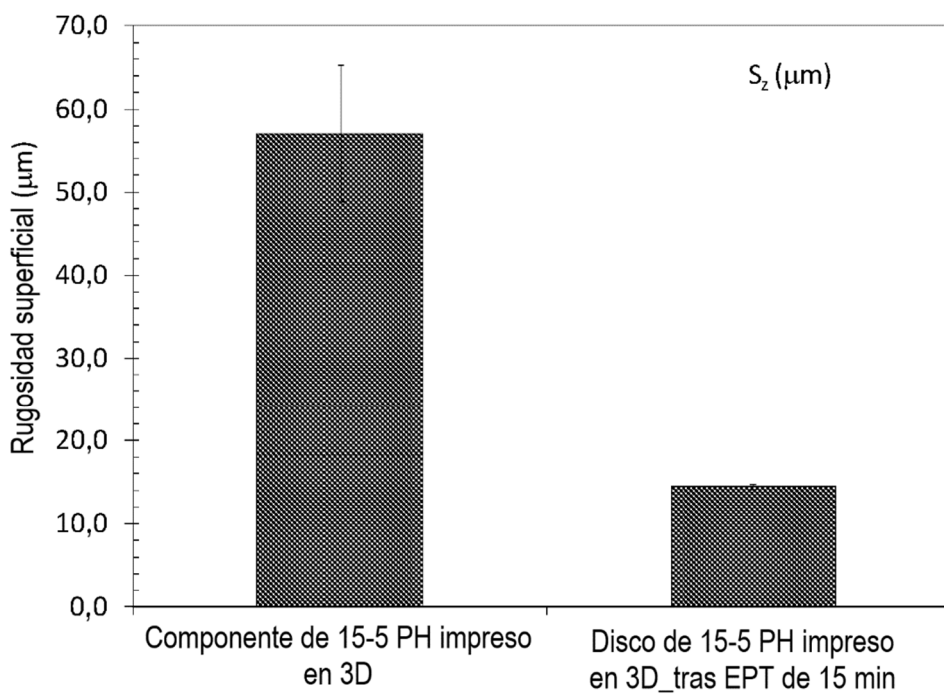
**Fig. 4**



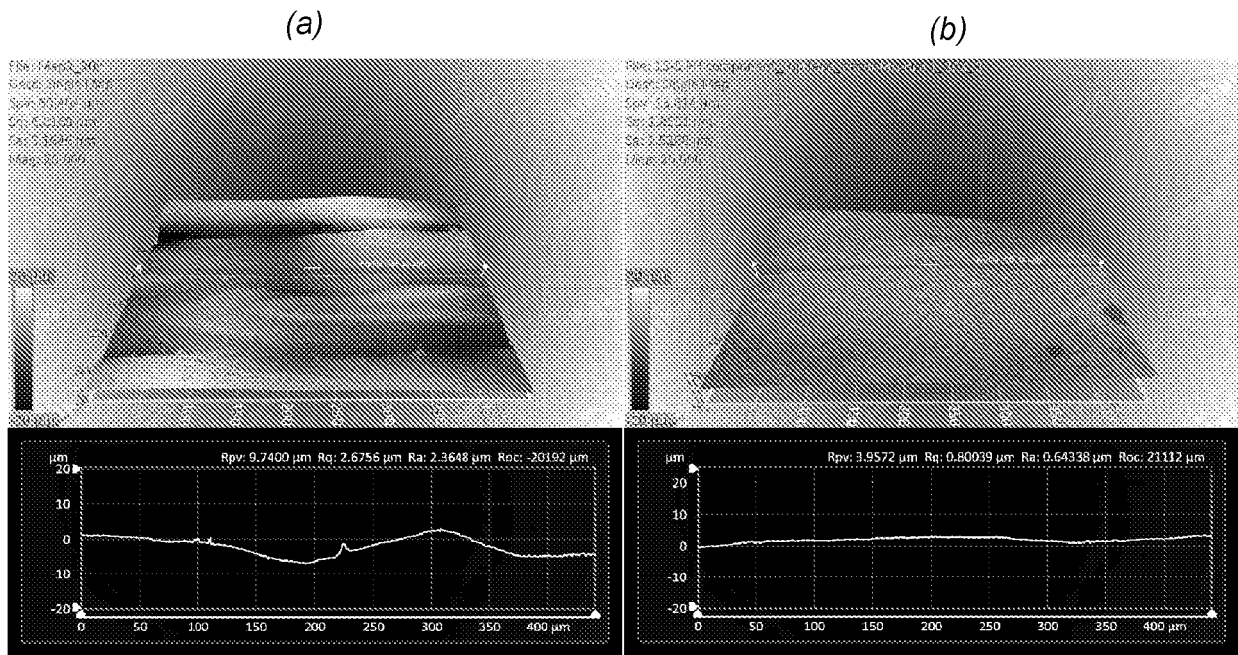
***Fig. 5***



**Fig. 6a**



**Fig. 6b**



**Fig. 7**