UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE INGENIERÍA

“ESTUDIO SOBRE EL PROCESO DE ANODIZADO DE ALUMINIO Y DE UNA ALEACIÓN Al-Mg-Si”

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE

INGENIERO MECÁNICO

PRESENTA:

ABRAHAM MAURICIO BELTRÁN MARTÍNEZ

Asesor:

Dr. Arturo Barba Pingarrón

México Ciudad Universitaria 2014.

Universidad Nacional Autónoma de México
UNAM
Biblioteca Central
Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

Agradecimientos

A mi madre, Hortensia Martínez, por su paciencia, su entendimiento, su amor, sus consejos; por ser mi guía a lo largo de mi vida y de este paso tan impórtate para mí.

A mi familia, en especial a alguien que fue un pilar impórtate para que tomara la decisión de estudiar la carrera de ingeniería, mi tío que ya no se encuentra conmigo, pero lo recuerdo con mucho aprecio Aarón Martínez, otro de mis tíos al cual agradezco sus consejos y sapiencia es Porfirio Martínez, además de mis demás tíos y a la que considero como mi abuela, Altagracia López a la que quiero muchísimo.

A mis Amigos de la universidad, que me bridaron momentos que no olvidaré, Diana Hurtado, Angélica García, Héctor Medina, Dulce Ma. Martínez, Carlos Duran, Víctor Alemán, Josué Celis, Iván López y Ángel García mi gran amigo desde la infancia.

A mis Profesores que después de ello se convirtieron en mis grades amigos, Francisco Sánchez, Roberto Cisneros, Jorge Romero, Efraín Ramos, Osvaldo Ruiz, Ignacio Cuevas, Armado Ortiz V., Lázaro Morales, Carlos Alberto González, Billy Arturo Flores, Guadalupe Bañuelos (CCADET) y al profesor que más agradezco por brindarme su apoyo el Dr. Armado Ortiz Prado.

A mi Tutor el Dr. Arturo Barba Pingarron, por su apoyo y paciencia para guiar este trabajo, hasta su culminación.

A mi Facultad de Ingeniería que forma parte de la grandiosa UNAM, que no por citarla al último es menos impórtate, ya que gracias a quienes la conforman es una de las más importantes a nivel mundial y gracias a ello forma grades profesionista de alto renombre.

Deseamos manifestar un reconocimiento a la Dirección General de Asuntos del Personal Académico (DGAPA), de la UNAM, por el apoyo brindado para la realización de este trabajo de Tesis, a través del proyecto PAPIIT IT102612, "Desarrollo de Tecnologías de Modificación Superficial para la Optimización del Rendimiento de Materiales".

Agradecimientos*……*ii

ÍNDICE……iv

Resumen……vii

Hipótesis……ix

Objetivo……x

CAPÍTULO I. INTRODUCCIÓN

I.I Motivación……**1**

I.2 Introducción……**2**

1.3 Marco Teórico……**6**

1.4 Corrosión (definición)……**6**

1.5 Importancia de la Corrosión……**7**

1.6 Tipos de Corrosión……**8**

1.7 Propiedades del aluminio……**8**

1.7.1 Propiedades físicas……**10**

1.7.2 Propiedades químicas……**11**

1.7.3 Propiedades mecánicas……**12**

1.8 Aleaciones modernas de Aluminio……**14**

1.9 Propiedades de la aleación Al, Mg y Si……**15**

1.10 Corrosión del aluminio y sus aleaciones……**15**

1.11 Protección del aluminio contra la corrosión……**17**

1.12 Anodizado……**18**

1.12.1 Tipos de Anodizado……**19**

1.13 Descripción del proceso de anodizado a nivel industrial……**20**

1.14 Aplicaciones del aluminio 6061 anodizado……**24**

CAPITULO II. METODOLOGIA EXPERIMETAL

2. Metodología para el proceso de anodizado sobre aluminio**……26**
2.1. Selección del material**……..……..…..26**
2.2 Probetas a anodizar **……..…..27**
2.3 Cálculo de la intensidad de corriente a utilizar,selección del dispositivo generador y dispositivos de control**……..……..…….28**
2.4 Dispositivos complementarios para el proceso de anodizado**……30**
2.5 Preparación del electrolito de trabajo**……..……32**
2.6 Preparación de la muestra y limpieza de la superficie**……..……..33**
2.7 Anodizado**……..……..34**
2.8 Métodos de determinación de los espesores de la capa anódica**…….……..……36**
2.8.1 Medición de espesores por técnica de ultrasonido**……..36**
2.8.2 Medición mediante microscopia óptica (MO)**…..……..……..40**
2.8.3 Medición de espesores de capa mediante microscopia electrónica de barrido (MEB)**……41**
2.9 Determinación de otras características de la capa anódica**……..……42**

CAPITULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3. Efecto de diversas variables en la formación de la capa anódica**…….……..44**
3.1 Resultados con la concentración del electrolito al 5% de H_2SO_4**……48**
3.2 Resultados con una concentración de electrolito al 10% v/v H_2SO_4**……56**
3.3 Resultados del crecimiento de espesor de capa a una concentración de 20% v/v H_2SO_4**…….61**
3.4 Análisis químico de las capas elaboradas**……..……..68**

CAPITULO V. CONCLUSIONES……..……..…74

RESUMEN

El presente documento ha sido elaborado con la finalidad de estudiar el efecto de una serie de parámetros de operación que intervienen en la realización del proceso de anodizado sobre aluminio puro y de una aleación de aluminio 6061–T6, estos parámetros son: concentración del electrolito [%V], densidad de corriente [A/cm^2], voltaje [V], temperatura [^oC] y tiempo de inmersión [min]. Para ello, se realizaron pruebas bajo diversas condiciones para la obtención de capas anódicas en los dos materiales citados. Previo al proceso de anodizado las probetas de trabajo se sometieron a diferentes pasos que a continuación se enuncia, con el propósito de optimizar la superficie de trabajo, el primer paso consistió de un desbaste mecánico limpiando el material con lijas abrasivas de carburo de silicio (SiC) numero 220 hasta una 1200, posteriormente se le realizó tratamiento químico de desengrasado en una solución alcalina, posteriormente un tratamiento de decapado en una solución al 3 [%V] de ácido sulfúrico, a continuación un enjuagado con agua bi-destilada, con el propósito de remover algún resto de los tratamientos previos. Para el anodizado se emplearon 3 soluciones como electrolito las cuales corresponden a: 5%, 10% y 20%; volumen, de ácido sulfúrico. Se utilizó como cátodo la placa de aluminio (6061-T6) con, área de los especímenes 1.76 cm^2, 250 mL de electrolito, aplicando una intensidad de corriente entre (100mA a 1A), acorde con el área a trabajar, los potenciales aplicados fluctuaban de 2 a 4[V], los períodos de tiempo de inmersión de 10, 15, 25, 35, 45 y 60 min. Finalmente, el sellado de la capa anódica se realizó por medio de agua destilada a 97 ºC por un periodo de 15 min.

Por lo anterior, para la obtención de la películas, se trabajó con los parámetros: concentración del electrolito, intensidad de corriente, potencial aplicado, temperatura y tiempo de inmersión.

Como resultado en este trabajo, se obtuvieron espesores de capa anódica de l0.25 [µm] como mínimo, para tiempos de inmersión de 10 min., hasta los 41.62 [µm] para tiempos de inmersión de 60 [min] para el electrolito de 5% en [Vol.] de ácido sulfúrico (H_2SO_4), con temperaturas de 25 [^oC], potenciales de 4[V] e intensidad de corriente de 1[A]; denotando también como resultado uniformada y adherencia en la capa anódica, para observar estas características de las capas se implementaron la siguientes técnicas: Microscopía

electrónica de barrido (MEB), imágenes con microscopio óptico (MO), microdurómetros y medidores topográficos por medio de microscopia de fuerza atómica (AFM).

Hipótesis

Hipótesis principal

- Es posible conseguir capas de diferentes espesores de óxido de aluminio (Al_2O_3), de adecuada calidad (mayores a 10 µm), sobre aluminio y una aleación de aluminio, aplicando intensidades de corriente de 100mA a 1A y potenciales de 2 a 4 V, en conjunto, con diferentes tiempos de inmersión y usando una adecuada concentración de electrolito (H_2SO_4).

Hipótesis particulares

- Con una capa de mayor espesor de anodizado es viable mejorar las características superficiales como la resistencia al desgaste y el aumento de micro dureza de una aleación de aluminio comercial.

- Para mejorar el proceso de anodizado, la superficie deberá presentar una adecuada rugosidad, ya que de esta manera se conseguirá mejor adherencia.

OBJETIVOS

Objetivo general:

- Evaluar el efecto de diversos parámetros experimentales en la obtención de una capa de anodizado sobre una placa aluminio puro y de una aleación de aluminio (Al-Mg-Si), a fin de, determinar las condiciones más propicias para generar una capa de óxido de aluminio (Al_2O_3), de calidad apropiada (uniforme, adherente y con un espesor 30 µm como mínimo).

Objetivos particulares:

- Evaluar la calidad, morfología y aspecto de la superficie metálica tratada y relacionar estos factores con los parámetros de operación para desarrollar relaciones que permitan, optimizar el proceso de anodizado.

- Observar mediante microscopia electrónica de barrido (MEB) y microscopía de fuerza atómica (MFA), la morfología. Determinar mediante microsonda la composición química de la capa de anodizado y valorar su microdureza y rugosidad para relacionar estos resultados con diferentes parámetros de operación utilizados y establecer propuestas tendientes, a partir del análisis realizado, que colaboren a comprender y optimizar el proceso.

Capítulo 1

1. MOTIVACIÓN

El acabado superficial en las aleaciones de aluminio de alta resistencia es un factor de gran importancia, cuando estos materiales se utilizan en componentes que se encuentras expuestos a factores climáticos normales o abruptos, como ocurre en el caso de las aleaciones utilizadas en la industria aeroespacial, marítima, automotriz y arquitectónica.

Debido a las propiedades físico-químicas que posee el aluminio en su estado puro es utilizado de manera intensiva, después del acero ya que haciendo un balance costo-beneficios es redituable para diferentes giros industriales. El aluminio puro tiene una excelente resistencia a la corrosión, pero ésta disminuye según se aumente el contenido de elementos aleantes (Mg, Mn, Cu, Si y Zn). La microestructura heterogénea de las aleaciones favorece la corrosión[4]. En particular, las aleaciones de aluminio utilizadas como componentes estructurales en el giro de la construcción, automotriz y marítimo como son las aleaciones 6061-T6, 2024T6 ó 7075-T6, son susceptibles de sufrir picaduras por corrosión. .

En consecuencia, resulta fundamental en diversas industrias el uso de técnicas de protección frente a la corrosión en las aleaciones que son utilizadas como componentes estructurales y que estén sometidos a condiciones ambientales severas.

Para mejorar la resistencia de las aleaciones de aluminio frente al fenómeno de la corrosión, la técnica de protección superficial más empleada hasta el momento es el anodizado[5, 6,9]. Las ventajas frente a otros métodos de recubrimiento son básicamente, la sencillez de la metodología, la manera controlada con la que se crecen las películas de óxidos (capa protectora de alúmina) sobre la superficie, y los buenos resultados obtenidos como método de protección frente a la corrosión y al desgaste[7]. Una de las características fundamentales del anodizado es que puede ser realizado utilizando diferentes medios (ácidos sulfúrico, crómico y fosfórico), y en función del tipo de

electrolito utilizado, el crecimiento de la película de alúmina (oxido de aluminio) se realizará en diferentes condiciones y sus características de porosidad y estructura variarán según haya sido el tipo de anodizado. En consecuencia, las superficies de las aleaciones de aluminio anodizadas presentarán diferentes morfologías y acabados superficiales, en función del proceso de anodizado.

FUNDAMENTOS TEÓRICOS

1.2. INTRODUCCIÓN

Desde tiempos remotos el hombre ha observado, que la mayoría de materiales metálicos suelen presentar en su superficie cambios al exponerse al medio ambiente los cambios más comunes son: el color, la textura, el espesor, composición química y las propiedades físicas. Debido a esto se ha tratado de contrarrestar desde la antigüedad el fenómeno de la corrosión, utilizando pinturas o algunos métodos electroquímicos que puedan retrasar o impedir la aparición de este fenómeno.

Los últimos estudios llevados a cabo sobre el impacto económico de la corrosión muestran resultados muy preocupantes. De 1999 a 2001, Estados Unidos tuvo un total anual de costos directos de aproximadamente 276 mil millones de dólares, algo así como 3.1% del PIB de ese país. De la misma manera, en Perú, de acuerdo con la empresa Teknoquímica, en el año 2000 las pérdidas por corrosión representaron 8% del PIB, es decir, aproximadamente 1,200 millones de dólares. En México todavía no se ha hecho ningún estudio detallado para estimar los gastos que representan las pérdidas por corrosión. Pese a este desconocimiento, se pueden palpar los problemas debidos a este fenómeno, por lo que es clara entonces la necesidad de instrumentar las medidas pertinentes. Hay diferentes razones por las que el fenómeno no se ha controlado de manera apropiada, que van desde las climáticas hasta las políticas. La situación, como es de suponerse, afecta por igual a la mayoría de países latinoamericanos en que los gobiernos y las condiciones medioambientales son similares. Y es que el Estado prácticamente no presta atención suficiente al problema de la corrosión, no por falta de

personal capacitado sino por la falta de una política de mantenimiento de obras[3] adecuada, entre otras razones.

El empleo de métodos familiares a este proceso que promueven la protección del material ante la corrosión son: la electro-depositación, las pinturas o barnices; pero estos procesos son más comúnmente aplicables a otros metales como el acero, ya que en el aluminio y sus aleaciones es complejo realizar estos procesos. Para recubrir el aluminio con cromo, níquel o cobre es necesario eliminar primero la capa de óxido, lo que complica el tratamiento y aumenta el coste, mientras las pinturas y barnices no adhieren bien, inicialmente, sobre la superficie[1,2].

El aluminio posee una combinación de propiedades atractivas, tales como su baja densidad de 2.7 kg/m^3, su alta resistencia a la corrosión, es buen conductor de la electricidad o se maquina con facilidad, por mencionar algunas. Mediante la aleación y el trabajado en frío adecuado se puede aumentar marcadamente su resistencia mecánica hasta 690 [MPa]. Por todo esto, es el metal más utilizado después del acero.

Además de presentar un fenómeno de oxidación en contacto con el medio ambiente y sus condiciones atípicas, las capas de óxido que se presentan suelen ser de un espesor que van de los 40 a 50 Angstroms. Dicha capa le confiere cierto grado de pasividad[1]. A pesar de su finura, porosidad y baja resistencia mecánica, es capaz de proteger al metal contra la corrosión[4].

El proceso de anodizado puede realizarse en un punto o en un lugar sobre la superficie del metal que se requiera proteger formando gruesas capas de óxido, que darán mayor resistencia a la corrosión[10].

La oxidación anódica es un proceso electrolítico mediante el cual se origina una capa de óxido sobre la superficie del aluminio, con la intervención de una fuente externa de corriente eléctrica. Usualmente, el sistema está formado por dos electrodos de aluminio conectados a una fuente de corriente continua. En medios ácidos, cuando pasa la corriente, en lugar de que el oxígeno se libere en el ánodo como un gas, se combina con el aluminio para formar una capa de óxido de aluminio.

La protección o el incremento en resistencia y durabilidad del aluminio, dependerán, en gran medida, del espesor de esta capa anódica.

El nombre del proceso deriva del hecho que la pieza a tratar está conectada al ánodo del circuito eléctrico en este proceso electrolítico. La anodización es usada frecuentemente para proteger el aluminio del desgaste y la corrosión, y también para aplicaciones decorativas cuando es coloreado en una amplia variedad de opciones.

Los espesores de las capas anódicas varían de acuerdo a los parámetros: densidad de corriente, temperatura, área superficial, volumen de la solución y tiempos de inmersión.

En general, en el proceso electrolítico, ocurren las siguientes reacciones (fig.1):

- En el ánodo se desprende oxígeno, se disuelve el metal y se origina una película, continua y porosa, principalmente de óxido de aluminio.

- En el cátodo se desprende hidrógeno y se reducen especies oxidadas.

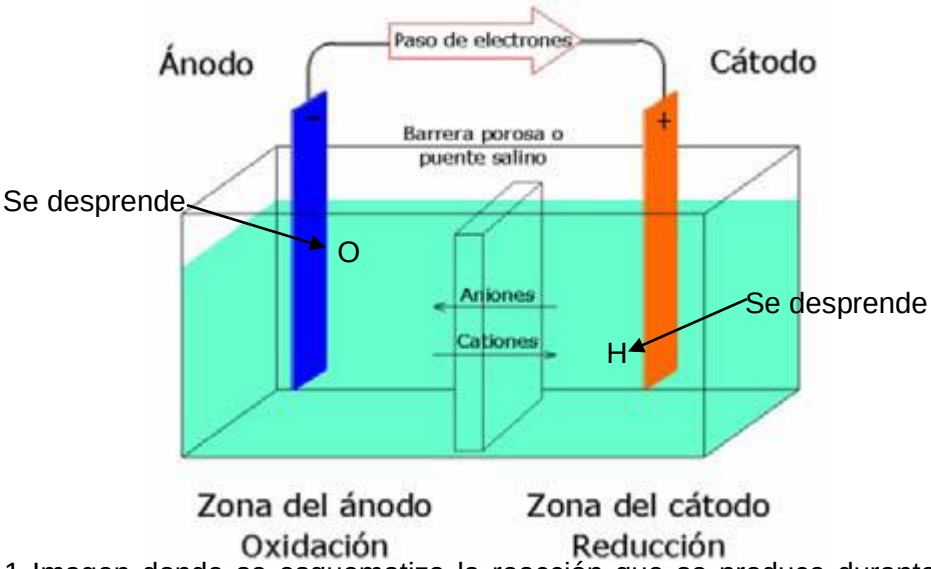

Fig.1 Imagen donde se esquematiza la reacción que se produce durante el proceso de anodizado [(1)].

$$2Al \longrightarrow 2Al^{3+} + 6e^-$$
$$2Al^{3+} + 3H_2O \longrightarrow Al_2O_3 + 6H^+$$
$$6H^+ + 6e^- \longrightarrow 3H_2$$

$$2Al + 3H_2O \longrightarrow Al_2O_3 + 3H_2$$

Las capas de óxido obtenidas anódicamente presentan propiedades características dentro de las cuales está la acción protectora frente a la corrosión. Las capas mejoran, en estado compacto, la capacidad de resistencia de las superficies de aluminio con respecto a las influencias externas atmosféricas y al ataque por sustancias químicas (fig.1.2).

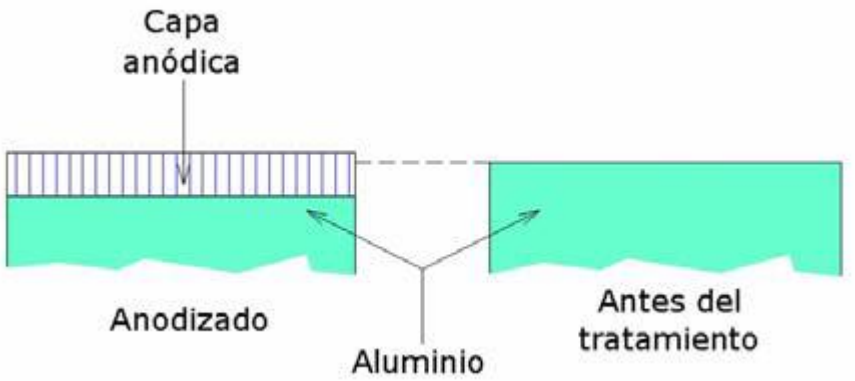

Fig.1.2 Imagen donde se muestra la capa creada de alúmina (izq.) y el sustrato base (der.)[1].

Los electrólitos más comunes se elaboran con ácido sulfúrico, pero en la industria del aluminio también se emplean otros ácidos como el crómico, fosfórico y oxálico.

La película de óxido, obtenida al anodizar con ácido sulfúrico, es extremadamente adherente y la textura original de la superficie del metal, brillante o mate, no se altera por el tratamiento anódico, aunque los defectos superficiales como las inclusiones no metálicas, las ralladuras, etc., tienden a acentuarse. Dentro de este proceso es importante medir la capa de óxido que naturalmente se forma sobre las aleaciones de aluminio y aluminio puro mediante cortes transversales de las probetas, la cual establece la norma **NMX-W-118-SCFI-2004 e ISO1400**[14] y así mediante el MEB se puede determinar espesor de la

capa conseguida dependiendo de la concentración del electrolito, el voltaje suministrado y el tiempo de exposición.

1.3. Marco Teórico

En este capítulo, se presentan algunos conceptos como corrosión, prevención de la corrosión (con recubrimientos), que nos servirán para detallar el propósito del anodizado en los materiales, además se enunciaran las propiedades del aluminio y sus aleaciones en general, con el propósito de formar una idea de las características del material a trabajar y de sus propiedades físicas y químicas.

El proceso de anodizado mejora las propiedades de los aluminios y sus aleaciones, para este caso se trabajará con una aleación de aluminio 6061-T6, por ser ésta una de las más utilizadas en el país, por lo cual se presentan las aplicaciones de esta aleación anodizada.

1.4. Corrosión

La corrosión se puede definir como la degradación de un material a causa de la acción del medio ambiente en que está inmerso. Esta degradación se debe al resultado de las interacciones del material y el ambiente bajo condiciones de exposición determinada[7].

En el estudio de la corrosión, no solo es importante investigar la tendencia a la corrosión de los diferentes materiales en diferentes ambientes, sino la velocidad del proceso, para poder determinar la vida media del material en cada ambiente.

La oxidación de los metales y sus aleaciones por reacción química directa del oxigeno se debe a la formación de óxidos estables. En algunos metales, el recubrimiento del óxido es tenaz y proporciona protección ante un ataque adicional del ambiente (caso del material con el se trabajará, esto es el Al y sus aleaciones).

1.5. Importancia de la corrosión

En términos económicos se estima que aproximadamente entre el 3 y el 5% del producto interno bruto (P.I.B.) de un país industrializado se gasta directa e indirectamente en prevenir y corregir problemas relacionados con la corrosión metálica.

Las pérdidas económicas derivadas de la corrosión pueden dividirse en pérdidas directas y pérdidas indirectas:

Entre las primeras pueden destacarse:

- Costes de mantenimiento
- Costes de reposición (material, transporte y mano de obra).
- Costes por averías imprevistas
- Costes directos por daños accidentales

El alcance de las pérdidas indirectas por causa de la corrosión es más difícil evaluarlas, sin embargo, algunas de las circunstancias más frecuentes que pueden conducir a este tipo de pérdidas, son:

- Interrupción en la producción
- Pérdidas de producto
- Pérdidas de rendimiento
- Contaminación de los productos
- Sobredimensionado
- Costes indirectos por daños accidentales

Cuando el factor primordial a considerar es la seguridad, los daños que puede ocasionar la corrosión sobrepasan a cualquier predicción.

1.6. Tipos de corrosión[6]

- **Atmosférica**
  - **Industriales**
  - **Marinos**
  - **Rurales**
- **Galvánica**
- **Corrosión a altas temperaturas**
- **Corrosión localizada**
  - **La corrosión en hendiduras (*crevice)* o por fisuras**
  - ***Corrosión por picadura o "Pitting"***

1.7. Propiedades del Aluminio.

El aluminio es un elemento químico, de símbolo Al y número atómico 13. Se trata de un metal no ferroso. Los compuestos de aluminio forman el 8% de la corteza de la Tierra y se encuentran presentes en la mayoría de las rocas, de la vegetación y de los animales. Como metal se extrae del mineral conocido con el nombre de bauxita, primero se transforma en alúmina mediante el proceso Bayer y a continuación en aluminio mediante electrólisis.

El aluminio fue aislado por primera vez en 1825 por el físico danés H.C. Oersted. El principal inconveniente para su obtención reside en la elevada cantidad de energía eléctrica que requiere su producción. Este problema se compensa por su bajo costo de reciclado y su larga vida útil.

El proceso Hall-Heroult (fig.1.3), para la reducción electrolítica del Al_2O_3 hacia metal líquido, permitió que el aluminio se convirtiera en uno de los materiales de ingeniería más ampliamente utilizado.

En este proceso la alúmina (Al_2O_3) es disuelta dentro de una cuba electrolítica revestida interiormente de grafito en un baño electrolítico con criolita (Na_3AlF_6) fundida. La pared de la cuba actúa como cátodo, mientras que como ánodos se suelen utilizar unos electrodos de grafito.

La reacción química total es la siguiente:

$$2\ Al_2O_3\,(l) + 3\ C(s) \rightarrow 4\ Al\ (l) + 3\ CO_2$$

La alúmina se descompone en aluminio y oxígeno molecular. Como el aluminio líquido es más denso que la criolita se deposita en el fondo de la cuba, de forma que queda protegido de la oxidación a altas temperaturas. El oxígeno se deposita sobre los electrodos de grafito, quemándose y produciendo el CO_2.

Parámetros comunes del proceso son los siguientes:

- Tensión: 5-6 V.
- Densidad de corriente: 1,5-3 A/cm^2, lo que supone una corriente del orden de 150, 000 amperios.
- Los electrodos han de estar siempre a la misma altura, por lo que hay que regularlos ya que se van descomponiendo durante la reacción.
- Hay que controlar que la proporción de alúmina sea constante durante el proceso, por lo que habrá que ir vertiendo más según avance el proceso.

Este proceso fue descubierto independientemente en 1886 por el estadounidense Charles Martin Hall y el francés Paul Héroult. Resulta curioso que ambos científicos naciesen y muriesen en las mismas fechas y que patentaran su descubrimiento con tan poca diferencia sin conocerse.

Este proceso se usa en todo el mundo y es el único utilizado actualmente por la industria para producir aluminio a nivel comercial.

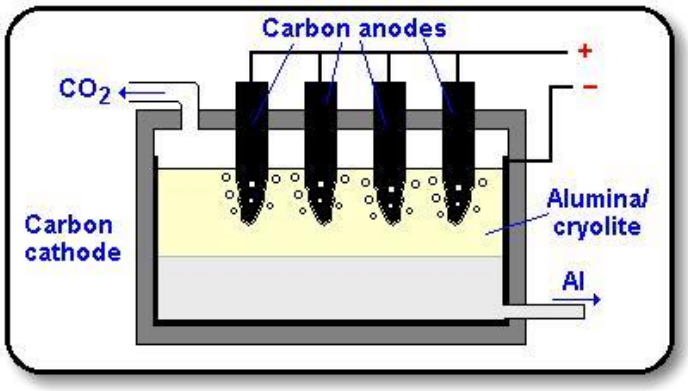

Fig.1.3 Esquema de la producción del aluminio en una celda electrolítica [(4)].

El aluminio posee una combinación de propiedades que lo hacen muy útil en ingeniería mecánica, tales como su baja densidad de 2.7 kg/m3 y su alta resistencia a la corrosión. Mediante la aleación adecuada y apropiados tratamientos se puede aumentar sensiblemente su resistencia mecánica (hasta los 690 MPa). Es buen conductor de la electricidad, se maquina con facilidad y es relativamente barato. Por todo ello es el metal que más se utiliza después del acero.

También, el aluminio responde satisfactoriamente a algunos mecanismos de endurecimiento. Unas aleaciones de aluminio pueden ser 30 veces más resistentes que el aluminio puro.

1.7.1. CARACTERÍSTICAS FÍSICAS

Las propiedades más importantes del aluminio son su alta conductividad eléctrica y térmica, comportamiento no magnético y excelente resistencia a la corrosión, amén de su baja densidad, (tabla 1.2). Este elemento reacciona con el oxígeno, incluso a temperatura ambiente, para producir una capa extremadamente delgada de óxido de aluminio que protege el metal interno de muchos entornos corrosivos.

Tabla 1.2 Resumen de las propiedades físicas del aluminio [4,6].

Propiedades	Valores o características
Color	**Blanco- Plata**
Estructura cristalográfica	**Cubica centrada en las caras**
Densidad a 20 ^{o}C	**2.699 g/cm^{3}**
Cambio volumétrico durante la solidificación	**6.7%**
Temperatura de fusión	**660.2 ^{o}C**
Temperatura de ebullición	**2057-2480 ^{o}C**
Calor especifico a 20 ^{o}C	**930 J**
Coeficiente lineal de expansión térmico X10^{6}	**23 (20-100 ^{o}C)**
Conductividad térmica a 0 ^{o}C	**209.3 W/m*K**
Conductividad térmica a 100 ^{o}C	**207 W/m*K**
Resistividad eléctrica a 20 ^{o}C	**269 μΩ* cm**

1.7.2. PROPIEDADES QUÍMICAS

El aluminio puro y sus aleaciones presentan una gran resistencia a la corrosión debido a la formación de una capa fina (~ 4 - 5 μm de espesor) y adherente, de óxido de aluminio sobre la superficie del metal. Esta capa constituye una película impermeable que impide la difusión del oxígeno hacia el metal base, haciendo al aluminio y sus aleaciones muy resistentes a la corrosión.

Sí en determinadas aplicaciones industriales se necesita una mayor resistencia a la corrosión, ésta se puede conseguir aumentando el espesor artificialmente de la capa por un procedimiento de oxidación profunda y, posteriormente, colmatado por inmersión en agua caliente, lo que se conoce como Anodizado.

Según el efecto que tienen los elementos aleantes sobre la resistencia a la corrosión del aluminio, éstos se pueden clasificar en:

i) Elementos que la mejoran: cromo, magnesio y manganeso.

ii) Elementos que la disminuyen: cobre, hierro, níquel, estaño, plomo y cobalto.

iii) Elementos que tienen poca influencia: silicio, titanio, zinc, antimonio, cadmio y circonio.

1.7.3. CARACTERÍSTICAS MECÁNICAS

Entre las características mecánicas del aluminio se pueden señalar las siguientes:

i) Fácil de maquinar.

ii) Muy maleable y dúctil, permite la producción de láminas muy delgadas y filamentos.

iii) Material blando (escala de Mohs: 2-3). Límite de resistencia a la tracción: 160-200 MPa en condición puro y en condición aleado en el intervalo de 140-600 MPa. El duraluminio es una aleación particularmente resistente.

iv) Forma aleaciones con otros metales para mejorar las propiedades mecánicas.

v) Permite la fabricación de piezas por fundición, forja y extrusión.

vi) Soldable, bajo ciertas condiciones.

Es importante destacar que una pequeña variación en el porcentaje de pureza del aluminio, influye en las propiedades de éste. Si a esto se le agrega un tratamiento térmico o trabajado en frío, dicho esfuerzo cambia, (fig. 1.4).

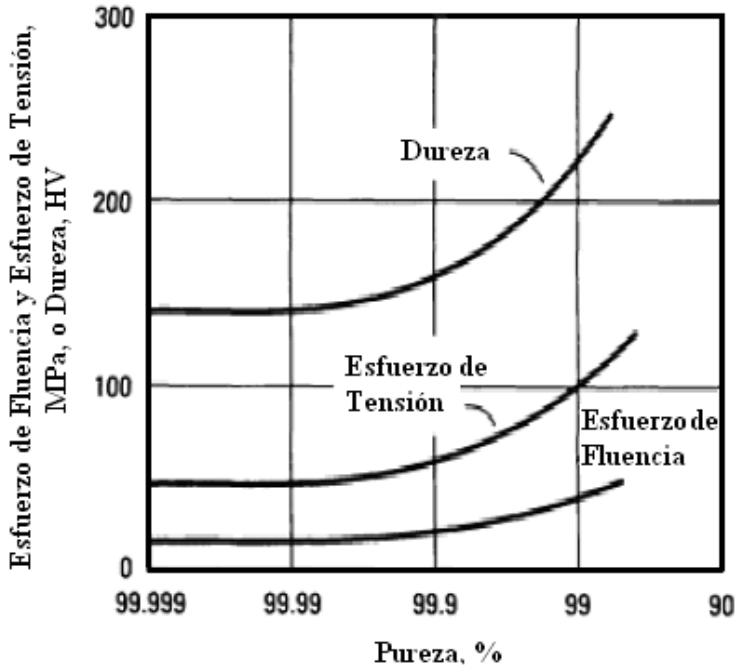

Fig. 1.4 Propiedades mecánicas en función de la pureza del aluminio [4].

Dentro de cada grupo principal se pueden dividir las aleaciones en dos subgrupos: las tratables térmicamente y las no tratables térmicamente.

Las aleaciones de aluminio se clasifican siguiendo el sistema de numeración que se presenta en la (Tabla 1.3). El primer número define los principales elementos de aleación y los números restantes se refieren a la composición específica de la misma.

Los números que siguen a la T o a la H indican el nivel de endurecimiento por deformación, el tipo exacto de tratamiento térmico u otros aspectos especiales del procesamiento de la aleación.

Tabla 1.3 Sistema de clasificación numérica para aleaciones de aluminio [6,7].

Aleaciones para forja	
1XXX	**Aluminio comercial(>99%Al) No se endurece por envejecimiento**
2XXX(Al-Cu y Al-Li)	**Se endurece por envejecimiento**
3XXX(Al-Mn)	**No se endurece por envejecimiento**
4XXX(Al-Si)	**No se endurece por envejecimiento**

5XXX(Al-Mg)	**No se endurece por envejecimiento**
6XXX(Al-Mg-Si)	**Se endurece por envejecimiento**
7XXX(Al-Mg-Zn)	**Se endurece por envejecimiento**
8XXX(Al-Li-Sn-Zn)	**Se endurece por envejecimiento**
Aleaciones para fundición	
1XX	**Aluminio comercial puro al 99%**
2XX(Al-Cu)	**No se endurece por envejecimiento**
3XX(Al-Si-Cu o Al-Mn-Si)	**Se endurece por envejecimiento**
4XX(Al-Si)	**Algunos se endurece por envejecimiento**
5XX(Al-Mg)	**No se endurece por envejecimiento**
6XX(Al-Mg-Si)	**Se endurece por envejecimiento**
7XX(Al-Mg-Zn)	**No se endurece por envejecimiento**
8XX(Al-Sn)	**Se endurece por envejecimiento**

1.80. Aleaciones modernas de aluminio

Se han introducido aleaciones que contienen litio, particularmente para la industria aeroespacial. El litio tiene una densidad de 0.534 g/cm^3, en consecuencia, la densidad de las aleaciones Al -Li puede tener una densidad de 10% menor que la de las tradicionales.

Así mismo, aumenta el módulo de elasticidad y la resistencia a la tracción puede ser igual o mayor que la de las convencionales. Estas aleaciones tienen un mejor comportamiento a la fatiga, debido a una baja velocidad de crecimiento de grietas por fatiga, y una buena tenacidad a temperaturas criogénicas. También, son superplastico por lo cual se les encuentra en aplicaciones de pisos, cubiertas y bastidores de aeronaves militares y comerciales.

La alta resistencia de las aleaciones Al-Li es el resultado del endurecimiento por envejecimiento. Las que contienen hasta 2.5% Li se pueden tratar térmicamente con los métodos convencionales. También, un proceso de solidificación rápida es posible al introducir una mayor cantidad de Li (hasta un 4%), incrementando aún más la ligereza y la resistencia a la tracción.

Existe un grupo de aleaciones de aluminio que contiene elementos de transición como el hierro y el cromo, además de minúsculos compuestos inter metálicos (dispersoides) como el Al-Fe. Aunque las propiedades de estas avanzadas aleaciones a temperatura ambiente

son parecidas a las convencionales, los dispersoides son estables a temperaturas más altas, consiguiendo así buenas propiedades a temperatura donde, de otra forma, ocurriría sobre envejecimiento. Las aplicaciones potenciales incluyes una diversidad de componentes estructurales aeroespaciales.

1.9. Propiedades de la aleación de aluminio 6061 (Al, Mg y Si)

Las aleaciones de esta serie están compuestas por silicio y magnesio en proporciones tales de obtener siliciuro de magnesio, lo cual lo hace tratable térmicamente.

Las resistencias mecánicas se mejoran con los tratamientos térmicos. Una de las aleaciones de esta serie utilizada en aeronáutica (particularmente en la experimental) es la 6061 a la cual se le realiza, normalmente, un tratamiento térmico de solución y envejecido natural (T4) y hasta un tratamiento térmico de solución con envejecimiento artificial (T6). Se logran resistencias mecánicas menores comparadas con las que se podrían obtener con las aleaciones de las series 2XXX o 7XXX, posee buena resistencia a la corrosión, buena formabilidad y buena capacidad para ser mecanizada. La aleación 6016 T6 es utilizada en estructuras tubulares en la mayoría de las aeronaves experimentales como ultralivianos y aeronaves semejantes.

1.10. Corrosión del Aluminio y sus aleaciones.

La velocidad a la que el aluminio se corroe, en un principio, es más rápida que en el caso del acero, debido a la mayor afinidad del oxigeno con el aluminio, pero una vez formada la capa de óxido en la superficie, ésta actúa como un escudo, ya que es muy dura y compacta, evitando de esta forma la progresión de la oxidación en el aluminio. No ocurriría lo mismo en el acero, ya que está seguiría avanzando hasta provocar el deterioro de la pieza, por la porosidad del tipo de óxidos y compuestos formados sobre el hierro.

Se denomina alúmina, al óxido de aluminio, que se forma en la pieza compuesta de este material, siendo una característica muy importante del aluminio, ya que se produce de modo espontáneo en la superficie de la pieza.

Esta capa de alúmina tiene la propiedad de que posee una temperatura de fusión muy elevada, de unos 2050ºC, en comparación con los 660ºC del aluminio.

Las piezas de aleación de aluminio no deben estar en contacto con otras piezas metálicas, porque el aluminio es anódico con respecto a la mayor parte de los restantes metales corrientes y si sucede una acción electrolítica, es el aluminio el que sufre el ataque en mayor medida. Para prevenir esta corrosión de contacto del aluminio, este debe estar aislado todo lo posible de otros metales mediante pinturas epoxi, o imprimaciones de cinc. A su vez, para prevenir problemas de corrosión por contacto en las carrocerías de aluminio, se utilizan unos tornillos especiales que llevan un tratamiento o recubrimiento especial de polvo de zinc.

En resumen, el aluminio se comporta, respecto a la corrosión, de una forma muy apropiada frente a muchos y diversos ambientes, sin embargo, frente al contacto con otros metales, sufre la corrosión de un modo más agudo que el acero, por este motivo, a la hora de su reparación, será necesario utilizar adhesivos que no sean conductores de la electricidad, así como elementos de unión que dispongan de un recubrimiento de zinc en el caso de que sean de acero.

1.11. Protección del aluminio contra el fenómeno de corrosión.

A fin de mejorar el comportamiento frente a la corrosión del aluminio se pueden utilizar las siguientes medidas de protección superficial: películas protectoras químicas por cromatado y fosfatado, oxidación anódica, esmaltado y pintado[10y13].

Como capa protectora se designa a la capa formada a partir de los productos de reacción durante el proceso de corrosión, la cual recubre, más o menos regularmente, la superficie. De esta manera puede aminorarse la velocidad de corrosión.

Una capa de recubrimiento es solamente protectora cuando se halla distribuida uniformemente y aminora esencialmente la corrosión. A veces, la velocidad de corrosión, después de un periodo de activación puede llegar a ser constante.

Recubrimientos de pinturas.

En términos generales, un recubrimiento anticorrosivo de tipo de pintura se define como una mezcla o dispersión relativamente estable de un pigmento en una solución de resinas y aditivos. Su composición o formulación debe ser tal que al ser aplicada una capa delgada sobre un substrato metálico, sea capaz de formar una película seca uniforme que actúe como una barrera flexible, adherente y con máxima eficiencia de protección contra la corrosión

La durabilidad de la película depende fundamentalmente de su resistencia al medio corrosivo y de la facultad de permanecer adherida al substrato metálico; la eficiencia de protección contra la corrosión además de considerar los factores anteriores depende de la habilidad de la película de recubrimiento para impedir el acceso de los agentes corrosivos al substrato metálico[13].

Otros tipos de recubrimientos para Aluminio y sus aleaciones.

Para necesidades concretas se recubre el aluminio, en muchos casos, con capas de metal o de plástico. De esta manera se mejoran la acción protectora contra la corrosión y el aspecto decorativo o se obtiene superficies funcionales desde el punto de vista técnico.

Para el aluminio existen varias técnicas de recubrimiento y se enunciarán a continuación:

- **Cobreado o Cobrizado**
- **Niquelado**

- **Cromado**
- **cincado**
- **estañado**
- **latonado**
- **plateado**
- **dorado**

1.12. Anodizado

Es una técnica utilizada para modificar la superficie del aluminio. Se conoce como anodizado a la formación de la capa de protectora de óxido de aluminio, conocida como alúmina, la cual se puede producir natural o artificialmente mediante procedimientos electrolítico, de manera que se consigue una mayor resistencia y durabilidad del aluminio[2,5,11,15].

Con estos procedimientos se consigue la oxidación de la superficie del aluminio, creando una capa de alúmina que protege la pieza. La protección del aluminio dependerá en gran medida del espesor de esta capa.

El ácido clorhídrico, fluorhídrico y sulfúrico concentrado pueden atacar fácilmente al aluminio y a sus aleaciones, mientras que en soluciones de ácido nítrico, amoníaco y en la mayoría de ácidos orgánicos reaccionan ligeramente.

Aleantes como el silicio o el zinc hasta 1 % afectan muy débilmente sobre la resistencia a la corrosión, mientras variaciones del 0.1% con aleantes como el cobre o el níquel, de elevado número atómico, afectan fuertemente la resistencia a la corrosión.

El nombre del proceso deriva del hecho que la pieza a tratar está conectada al ánodo del circuito eléctrico en este proceso electrolítico. La anodización es usada frecuentemente para proteger el aluminio y el titanio de la abrasión y la corrosión, y también para poder ser coloreado en una amplia variedad.

Las técnicas de anodizado han evolucionado mucho con el paso del tiempo y la competencia de los mercados, por lo que se pasa de una capa de óxido de aluminio con el color gris propio de este óxido hasta la coloración posterior a la formación de la capa, obteniendo colores tales como oro, bronce, negro y rojo. Las últimas técnicas basadas en procesos de interferencia óptica pueden proporcionar acabados tales como azul, gris perla y verde.

1.12.1. Tipos de Anodizado

Las clasificaciones de tipos de anodizado, se basan principalmente en los espesores de capa generadas a partir del proceso, sin importar el medio acuoso donde se desarrolla el proceso, y sin tomar en cuenta los tiempo o corrientes aplicadas en el proceso [2, 3,5 y7].

Los anodizados se clasifican básicamente en 2 tipos:

i) **Anodizado blando**, que consiste en tener espesores de capa ≤ 30 μm, son utilizadas para aplicaciones estéticas y decorativas como perfiles.

ii) **Anodizado duro**, el cual consiste en espesores de capa de 30 hasta 100 μm, son utilizados en aplicaciones industriales.

Estas capas de óxido se clasifican en dos tipos: capas tipo barrera y capas tipo poroso. Las primeras se generan a corriente constante y se caracterizan por un aumento del voltaje aproximadamente lineal con el tiempo, desde el inicio del anodizado hasta llegar a un voltaje de ruptura. Estas películas tienen baja conductividad electrónica, pero una alta conductividad iónica, por lo tanto, bajo la influencia de un campo eléctrico, la conducción iónica es el modo predominante de transporte de carga. Estas películas son generalmente compactas y con espesores uniformes. Por el contrario, las películas de tipo porosa se forman debido a que el electrolito tiene una acción apreciable sobre la película de óxido, provocando cierto grado de solubilidad y por lo tanto, porosidad en la interfase óxido/electrolito. Estas películas se forman en soluciones acuosas de ciertos ácidos.

1.13. Descripción del proceso de anodizado a nivel industrial

La protección anódica está fundamentada en la pasivación de un metal cuando se le somete a un potencial más positivo que el de corrosión, E°. Para ciertos metales y electrolitos sucede lo indicado en la (fig.1.5). Al aumentar el potencial, U^e, aumenta fuertemente la oxidación hasta alcanzar una intensidad máxima, $i_{crít}$. A partir de este punto y para pequeños incrementos de U^e la densidad de corriente disminuye hasta la i pasiva, i_{ps}, que indica unos valores bajos de corrosión. Este bajo nivel de oxidación se mantiene para valores de la tensión mayores a Up, pero no tanto, para llegar entonces a la destrucción de la capa pasiva, transpasiva[19, 7, 8 y 9].

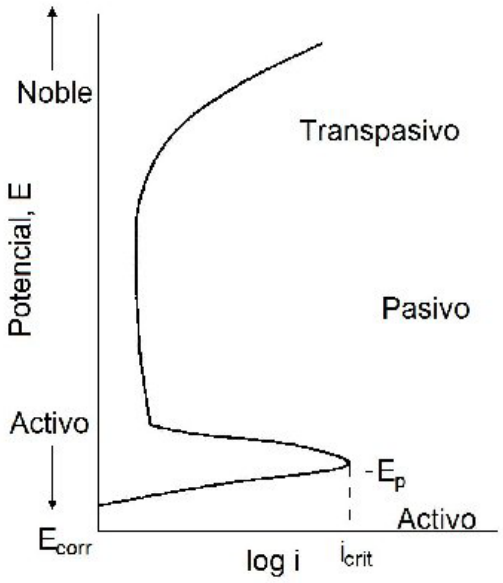

Fig.1.5 Imagen del comportamiento potenciostatico de oxidación anódica para algunos metales incluyendo el aluminio [10,11].

Esta capa de óxido, llamada capa anódica o anodizada, se forma a expensas del mismo metal.

Varios electrolitos son usados para producir la oxidación del metal. Los más comunes son el ácido sulfúrico (H_2SO_4), ácido fosfórico (H_3PO_4) y ácido crómico ($HCrO_3$), aunque con diversas concentraciones que determinan procesos diferenciados.

La estructura y características de la capa anódica puede modificarse en función de diferentes parámetros: Naturaleza del electrolito, composición, temperatura del electrólito, tiempo de tratamiento y voltaje de aplicación.

El mecanismo de oxidación anódica es complejo. Por estudios de microscopía electrónica se ha observado que la película anodizada está formada por 2 capas. Una capa interna fina, densa, dieléctricamente y compacta, llamada capa barrera o capa dieléctrica, que corresponde entre 0.1 a 2 % del espesor total de la capa anódica. Su espesor depende de la composición del electrolito y de las condiciones de trabajo: voltaje, tiempo, temperatura, entre otros. En la imagen (fig.1.6) se presenta un esquema del corte de la capa anódica descrita.

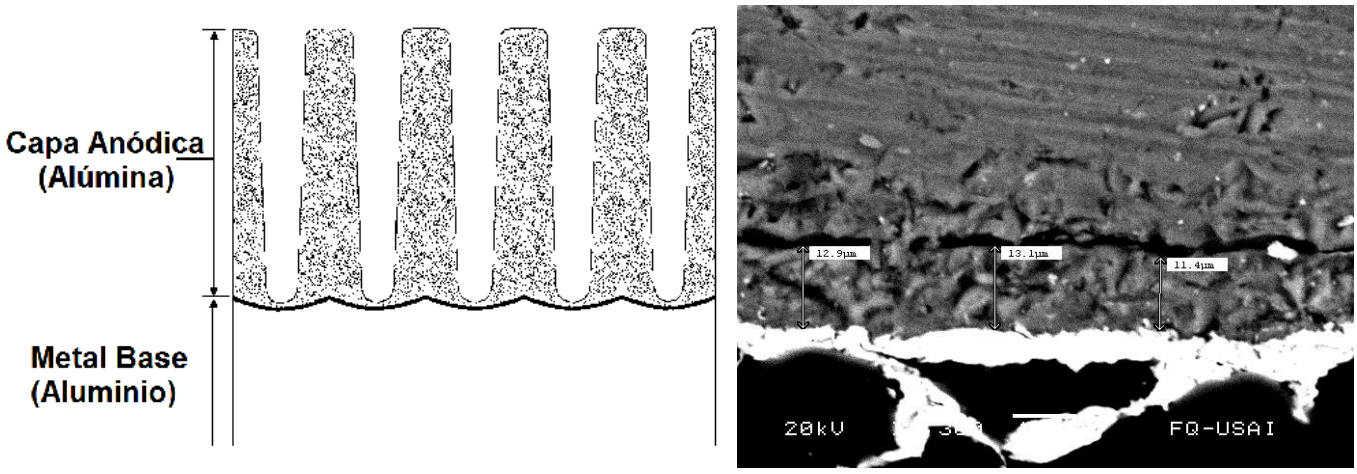

Fig. 1.6 Sección esquemática (izq.) y visualización en MEB (der.) de la capa barrera o anódica [(10)].

Esta capa barrera se forma en los primeros minutos del proceso de anodizado a una elevada tensión. Su espesor varía directamente con el voltaje de trabajo e inversamente con la velocidad de disolución del óxido en el electrolito. Esta capa barrera no es porosa y conduce la corriente a causa de su delgadez y defectos micro estructurales.

Sobre la capa barrera se forma una capa porosa o capa externa, la cual tiene punto de crecimiento en la parte inferior de los poros, siendo el ión aluminio el que emigra a través de la capa barrera. Los poros que se van formando son en forma de celdillas paralelas y normales a la superficie del metal.

La porosidad de la capa externa, así como su espesor, varía con la velocidad de disolución por parte del electrolito y con la velocidad de crecimiento en el proceso de oxidación, dependiendo ambos factores del tipo de electrolito y condiciones de trabajo. El número de poros y su volumen dependen en gran medida del voltaje de formación y el tipo de electrolito.

Como los poros son siempre un camino más fácil para los procesos corrosivos, la completa protección anódica requiere la eliminación de los poros. En el caso del aluminio se logra en la operación de sellado, el cual consiste básicamente en la hidratación de la alúmina por inmersión en agua caliente.

CARACTERIZACIÓN DE LA CAPA ANÓDICA

Se describen las variables de control de la capa que permite analizar la bondad de los procesos:

- Apariencia externa: Debe ser continua en color y grano. Discontinuidades como rayas o manchas representan defectos de tipo decorativos.
- Resistencia a la corrosión: Se ensaya con la cámara de niebla salina, habitualmente 336 horas y se observan las picaduras de corrosión.
- Resistencia al desgaste: Se ensaya con un ciclo abrasivo midiendo la pérdida de peso en la abrasión.
- Espesor de la capa de óxido: Se determina bien por métodos de observación al microscopio (**MEB**) por una sección de perfil de capa, o también por ensayos no destructivos basados en **corriente de Eddy**.

Anodizado con electrólito de ácido sulfúrico

El proceso de anodizado más ampliamente utilizado es el que se utiliza como electrólito una solución de ácido sulfúrico, entre 5 a 20 %.

En el proceso estándar las densidades de corriente oscilan entre 1 a 1.8 A/dm2 y entre 14 a 20 V de corriente continua. Los baños de anodizado para conseguir capas de buenas características de protección y decorativas trabajan a temperaturas de 20 ºC y el proceso dura entre 10 a 60 min, obteniendo espesores entre 5 a 30 µm según condiciones de trabajo empleadas. Su espesor está limitado por la solubilidad relativamente alta del electrólito. Los recubrimientos obtenidos en ácido sulfúrico son incoloros sobre aluminio sin alear y gran parte de sus aleaciones de Al-Mg. Para aleaciones con alto contenido de Mn o Si, el recubrimiento resulta grisáceo.

Los parámetros de trabajo influyen en las propiedades del recubrimiento. Las soluciones diluidas y temperaturas más bajas dan lugar a recubrimientos duros y soluciones más concentradas con aumento de temperatura o tiempo, que son factores que facilitan la disolución del recubrimiento que se va formando, dan lugar a recubrimientos blandos.

Sellado de la capa anódica del aluminio

Existen dos métodos para el sellado de la capa anodizada: por agua caliente y con vapor.

- El sellado por agua caliente consiste en introducir el aluminio anodizado, una vez bien enjuagado, en baño de agua bi-destilada caliente, entre 95 a 98 ºC, durante un período de tiempo que oscila entre 2 a 3 min por cada 1 µm de espesor de la capa anódica.

Durante el proceso de sellado se produce la hidratación de la alúmina, formándose la bohemita (Al_2O_3-H_2O). Esta transformación a la forma hidratada va acompañada de un aumento de volumen el cual cierra la estructura porosa.

- El proceso de sellado con vapor es una variedad del proceso de sellado por hidratación, ya que el mecanismo es el mismo.

Presenta las siguientes ventajas frente al agua hirviendo:

a. La hidratación es más rápida.

b. Se necesita menos control, al no haber problemas de arrastres que puedan bajar el pH o contaminar el agua.

Sobre ambos tipos de sellado existe el fenómeno conocido como polvo de sello, que consiste en formación de un polvo fino sobre la superficie de la capa anódica como consecuencia de la reacción en la formación de cristales de bohemita.

1.14. Aplicaciones del aluminio 6061 anodizado.

El aluminio y sus aleaciones tienen un amplio espectro de aplicaciones en diversas áreas de interés tecnológico debido a sus propiedades físicas y químicas. La gran utilización de estos materiales los ha situado a la cabeza de los metales no ferrosos en la industria aeroespacial, ya que con su baja densidad dispone de una elevada energía libre de formación del óxido de aluminio que junto con las características de refracción de la película formada hace que se comporte como un metal noble. La película de óxido de aluminio generada es transparente, adhesiva y compacta.

Aunque el anodizado del aluminio en un medio ácido ha ayudado a la creación de una nueva generación de aluminios que presentan una mejora sustancial en sus propiedades mecánicas, pero una de las más importantes es el aumento en la resistencia al desgaste y el aumento en la dureza de los aluminios.

Las mejoras en las propiedades mecánicas producidas por el proceso de anodizado en los aluminios de la serie 6061, les permite la aplicación de éstos en procesos industriales dentro de los cuales se pueden mencionar:

i) Moldes para la industria del calzado

ii) Moldes para el moldeo de botellas de plástico por soplado

iii) Moldes para termo conformado

iv) Moldes para la industria de caucho

v) Moldes y matrices para la industria en general

vi) Modelos para la fundición y placas

vii) De uso general en la construcción de maquinaria industrial, armamento y blindaje

viii) Automoción: Vehículos industriales

ix) Plantillas.

Una de las principales aplicaciones del aluminio anodizado, que tiene una mención especial son los usos de estos procesos en la industria aeroespacial[10, 11].

Áreas de aplicación más usuales de los aluminios anodizados [(21)].

Industria de la construcción (45.3%), la industria metalmecánica (38.9%), el transporte (6.5%) y la automoción (9.3%) son los principales sectores.

CAPÍTULO II

METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

2. METODOLOGÍA PARA EL PROCESO DE ANODIZADO SOBRE ALUMINIO.

Para la realización del anodizado se tomaron en cuenta algunos parámetros, tales como: intensidad de corriente [A], potencial [V], temperatura [^{o}C], área superficial de las muestras [cm^{2}], concentración del electrolito [%V] y tiempos de inmersión [min].

2.1 SELECCIÓN DEL MATERIAL DE TRABAJO (Al 6061-T6).

La aleación Al-Mg-Si, objeto de estudio fue la 6061-T6, utilizada principalmente como componente estructural en el sector marítimo, automotriz y arquitectónico debido a la excelente relación resistencia/peso. La composición de la aleación utilizada en este trabajo se muestra en la (tabla 2.1). En la (tabla 2.2) se presenta un resumen de las propiedades mecánicas más importantes de la aleación Al 6061 endurecida por precipitación mediante el tratamiento térmico T6, con el que se consigue aumentar la tenacidad a fractura y resistencia a tracción.

Tabla 2.1.Composicion química de la aleación Al 6061[(4)].

%	Al	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti
Min		0.40		0.15		0.80	0.04		
Max	Resto	0.80	0.70	0.40	0.15	1.20	0.35	0.25	0.15

Tabla 2.2. Propiedades físicas de la aleación Al 6061[(4)].

Densidad	Módulo de elasticidad	Coeficiente de Poisson	Carga de rotura Rm	Límite Elástico Rp-0.2	Dureza
2.7 (gr/cm^{3})	70 GPa	0.33	150 MPa	110 MPa	91 HV

Para la selección de este aluminio se tomaron en consideración los siguientes parámetros:

i. **Fácil adquisición en el mercado local**
ii. **Aplicaciones de este material para distintas industrias**
iii. **Diversas geometrías existenciales en el mercado.**
iv. **Bajo costo.**
v. **Buenas propiedades metal-mecánicas.**
vi. **Alta durabilidad.**
vii. **Buena maquinabilidad.**

2.2 PROBETAS A ANODIZAR

Se adquirió una solera de tamaño comercial (0.635x2.54x366 cm) de aluminio 6061-T6, a partir de esta se elaboraron probetas acorde con el tamaño de la celda electroquímica, quedando las muestras con dimensiones de (6.35 X 25.4 X 19.05 [mm]), (fig.2.1).

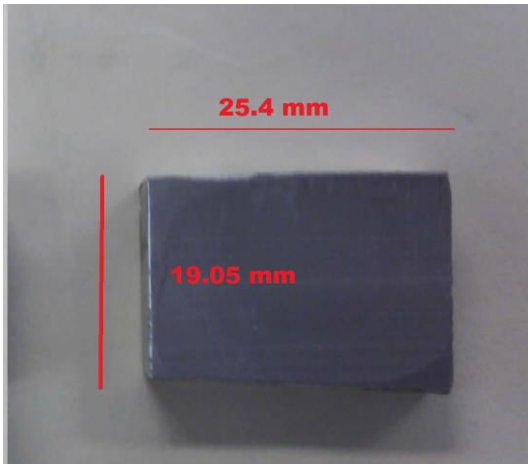

fig.2.1 Probeta seccionada al tamaño deseado.

2.3. CÁLCULO DE LA INTENSIDAD DE CORRIENTE A UTILIZAR, SELECCIÓN DEL DISPOSITIVO GENERADOR Y DISPOSITIVOS DE CONTROL.

La ecuación que representa la relación del porcentaje de concentración del electrolito con el potencial aplicado es la ley de Ohm que es representada por:

$$V=R*i$$

Dónde:

V=potencial aplicado por el potencio-galvanostato [V].

R=resistencia del electrolito dependiendo su concentración [Ω].

i=intensidad de corriente que es aplicada desde el potencio-galvanostato [A].

Tomando la ecuación anterior se relaciona de manera proporcional la densidad de corriente que se aplicará a la muestra para así provocar la reacción electroquímica adecuada para que se logre la formación de la capa pasiva.

$$i=\int j* dS$$

Dónde:

j= densidad de corriente [A/dm^2]

dS = Área de la muestra [dm^2]

i= intensidad de corriente [A]

Con esta relación y mediante curvas de caracterización también llamada curvas de polarización o de Tafel (fig.2), se logró saber de manera puntual donde se presentaba la

zona de pasividad, es decir donde comienza a crecer la capa anódica sobre el sustrato; El equipo utilizado para este proceso fue un potenciostato, marca: Radiometer-Copenhagen, modelo: PGP201, (ver figura 2.3).

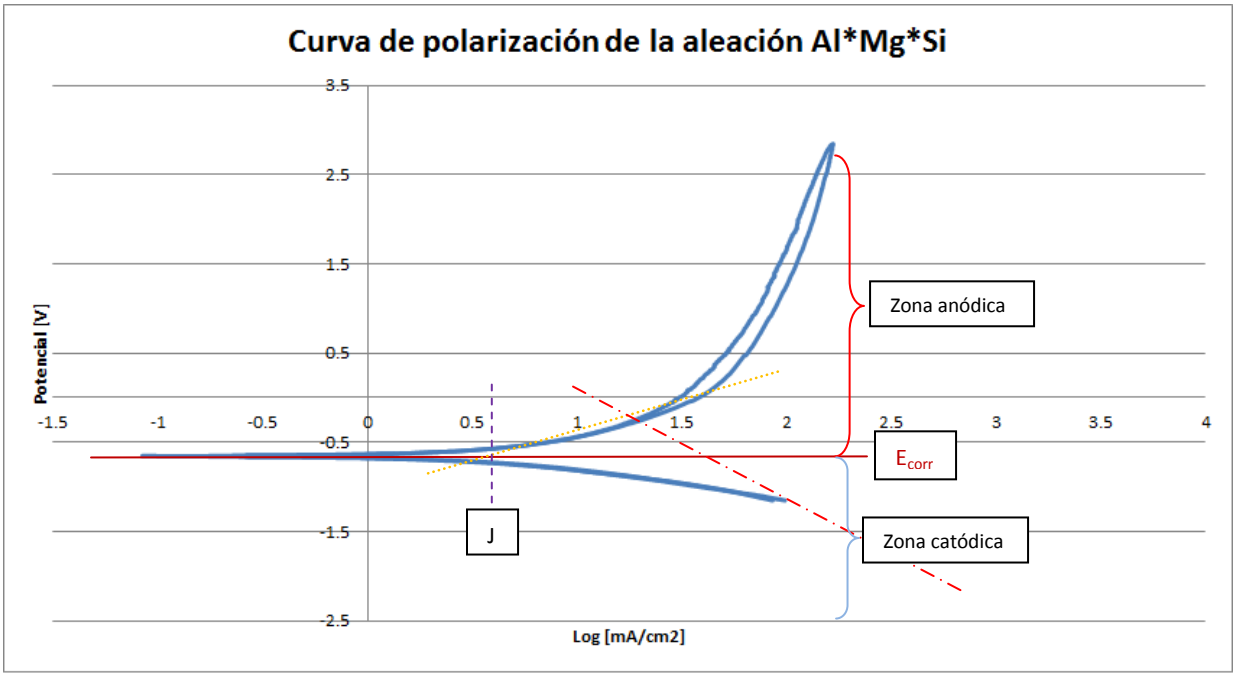

Fig. 2.2. Representación grafica de la zona anódica de la aleación Al 6061-T6.

Para el cálculo de la corriente necesaria para el proceso, influyen directamente el tamaño de las muestras, el volumen de la solución de trabajo, es decir el electrolito y las diversas concentraciones del medio acuoso (5,10 y 20 % V de H_2SO_4).

El área perimetral de la muestra es de 1.76 cm^2. Se obtuvo que la densidad de corriente óptima donde se inicia la pasivación de la aleación del aluminio, la cual fue de 1.2 mA/cm^2 aproximadamente, este dato fue obtenido por la curva de polarización lograda con el potenciostato marca: Radiometer-Copenhagen, modelo: PGP201,(fig.2.3); complementado con su software de adquisición gráfica Volta Master4, (fig.2.4); ambos se encuentran ubicados en el Centro de Ingeniería de Superficies y Acabados (CENISA),

Edificio T, 2o Nivel, Unidad de Posgrado, Sección Mecánica, de la Facultad de Ingeniería UNAM.

De la misma interface, se obtuvo que el potencial adecuado que se debía aplicar para que se presente el crecimiento de la capa de óxido de aluminio (Al_2O_3), se encuentra dentro del intervalo de 0.5 a 2.8 [V], pero se modificó este debido a que se presentaron fallas en las pruebas . La problemática se identificó como fallas por picaduras en la superficie del sustrato, este problema se eliminó aumentando el potencial aplicado a 4 [V].

2.4. DISPOSITIVOS COMPLEMENTARIOS PARA EL PROCESO DE ANODIZADO

Para llevar a cabo este proceso se necesitaron distintos dispositivos secundarios pero no menos importantes como son:

i. ***Cables caimán-caimán (para paso de corriente y sujeción de muestras).***
ii. ***Multímetro Digital (para censar de la variabilidad de voltaje durante el proceso de anodizado).***
iii. ***Termómetro de mercurio (para censar la temperatura presente durante el proceso).***
iv. ***Barra de grafito (contra electrodo).***
v. ***Electrodo de referencia "Calomel" (KCl).***
vi. ***Cámara electroquímica (6X6X7 cm).***

SELECCIÓN DE DISPOSITIVO PARA EL SUMINISTRO DE CORRIENTE ELÉCTRICA

El sistema de suministro de corriente eléctrica debe satisfacer las necesidades siguientes:

i) ***Proporcionar una lectura precisa y rápida***
ii) ***Poseer opciones de selección de valores máximo y mínimos***
iii) ***Ser de fácil manejo***
iv) ***Contar con un display legible***
v) ***Contar con una interfaz módulo-PC, para la extracción de datos***

Fig. 2.3. Potencio-galvanostato utilizado para el proceso de anodizado.

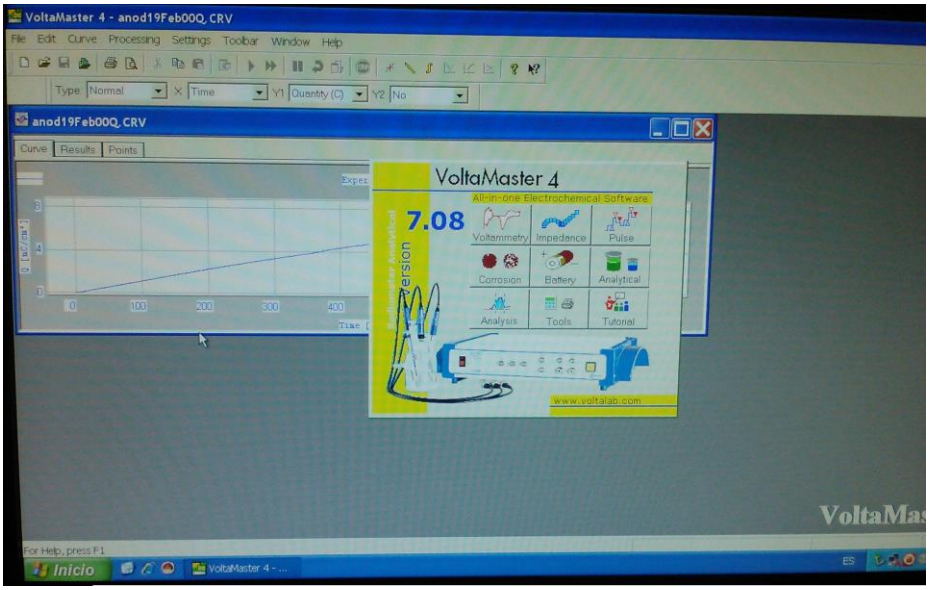

Fig.2.4. Software que sirve como interfaz gráfica para la visualización de resultados

2.5. PREPARACIÓN DE LOS ELECTROLITOS DE TRABAJO

Al mezclar ácido sulfúrico con agua se libera una considerable cantidad de energía en forma de calor. Una libra de ácido sulfúrico (0.45 kg o 0.25 µl) a una concentración del 100% disuelto al 90% libera 84.404 [kJ] y diluido al 20% se llega a una liberación de energía de 316.516 [MJ] [(19)]. El ácido sulfúrico en su estado de 100% de concentración es un agente bastante corrosivo, es por esa razón que se debe manipular con mucha precaución en el momento de preparación del electrolito.

Sabiendo y tomando en consideración lo antes descrito se procede a la preparación del electrolito, este proceso se realizó dentro de una campana extractora, debido a la emanación de vapores durante la reacción química. En el interior de la campana se montó una parrilla con agitador magnético, cuya función fue homogeneizar la disolución, mediante una barra de agitación que se encontraba dentro de un vaso de precipitado de 250 ml de volumen marca PYREX® e inmersa en agua, para controlar la elevación de la temperatura durante la reacción, (fig. 2.5).

fig.2.5. Preparación del electrolito.

2.6. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA Y LIMPIEZA DE LA SUPERFICIE

Este proceso consistió en eliminar las impurezas que se encuentran en la superficie de la probeta de la aleación (6061-T6), como son residuos de otros materiales con los que se haya tenido contacto, eliminación de imperfecciones superficiales, eliminación de su capa de óxido natura, por citar algunas. La preparación de la superficie de nuestras probetas, consta de 5 etapas, las cuales se describen a continuación:

i. ***Limpieza mecánica mediante la utilización de lijas de carburo de Silicio (SiC) marca Fandeli® que van desde la número 220, 360,500 ,600 ,800 hasta la 1200 para remover cualquier impureza en la superficie y darle un adecuado acabado superficial para el proceso de anodizado.***

ii. ***Se procede a un enjuague con abundante agua destilada y jabón líquido, que remueva los residuos en forma de polvo que se liberaron durante el proceso anterior.***

iii. ***Limpieza química. Consiste en eliminar sobre todo óxidos de la superficie, que puedan estar presentes en la superficie de la muestra, la limpieza consiste en sumergir las muestras en una solución de 97% de agua destilada y 3% de ácido sulfúrico, durante 3 minutos aproximadamente, los especímenes se deberán agitar de manera uniforme dentro de la solución para promover una limpieza apropiada de dicha superficie, en este paso las muestras son sostenidas por unas pinzas de laboratorio de 6" para evitar el contacto con ellas.***

iv. ***Segundo enjuague que se realiza para remover los residuos de ácido sulfúrico existentes en la muestra, así como también para remover los restos de los contaminantes presentes en la superficie, este proceso se realiza mediante una botella despachadora la cual cuenta con una piseta y es su interior el agua destilada que saldrá a una presión media, lo cual ayuda a que sea mejor el proceso de enjuague.***

v. ***Para concluir esta etapa, se procede a bañar la muestra con metanol para retrasar la aparición de la capa de óxido natural del aluminio,***

complementado con un secado a alta presión con una secadora de la cual emana aire seco; marca: XLERATOR, quedando así lista para someterla al proceso de anodizado.

2.7. ANODIZADO

Para realizar el proceso, se procede a armar la celda electroquímica con todos sus complementos que son: un electrodo de referencia calomel (KCl), electrodo auxiliar o también llamado contra electrodo que consta de una barra de grafito, estos son conectados a un potenciostato el cual suministrara la intensidad de corriente y voltaje (fig. 2.6).

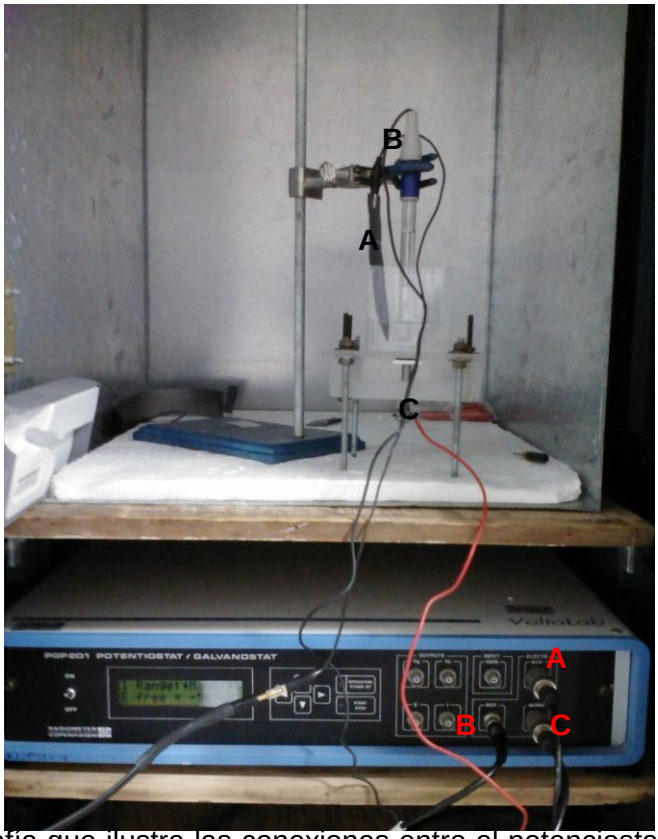

Fig.2.6) Fotografía que ilustra las conexiones entre el potenciostato con los componentes de la celda electroquímica, A) electrodo auxiliar (grafito), B) electro de referencia (KCl) y C) electrodo de trabajo (aluminio 6061-T6).

El paso siguiente fue indicar los valores de trabajo, los cuales se introducen en el software Volta Master4 que es la interfaz con el potenciostato, en nuestro caso de estudio se manejaron los siguientes valores de prueba de 10mA – 1A y de 4 [V]; los tiempos que se manejaron fueron 10, 15, 25, 35, 45 y 60 min.

Una vez concluido el tiempo de paso de corriente, se procedió a apagar el potenciostato para evitar algún corto eléctrico y ocasionar daño al equipo, posteriormente se retira la muestra y se enjuaga con abundante agua bi-destilada para remover el excedente de ácido, se seca y se observa mediante un microscopio óptico (fig.2.7),marca: Nikon®, modelo Eclipse L150, esto se realiza para verificar que no se presenten fallas en la capa anódica, si se observa una capa uniforme se procede a realizar el sellado, el equipo antes mencionado se encuentra adscrito a la Unidad de Investigación y Asistencia Técnica en Materiales (UDIATEM), ubicado en el edificio O, Laboratorios de Ingeniería Mecánica “Ing. Alberto Camacho Sánchez”, Facultad de Ingeniería, UNAM.

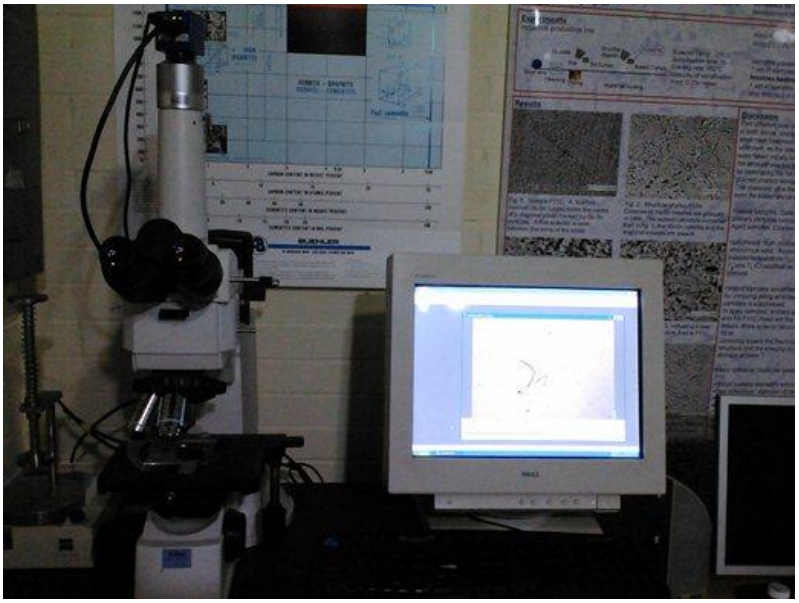

Fig. 2.7. Microscopio óptico utilizado para visualizar y evaluar las capas anódicas.

El proceso de sellado, consta en sumergir las muestras anodizadas en un recipiente con agua bi-destilada a 92^{o}C por un periodo de tiempo de 15 min. Esta operación de sellado es la que permite cerrar los poros de la capa anódica producida. En este proceso el

mecanismo operante es que se transforma el óxido de aluminio en alúmina monohidratada, con lo cual se dilata produciendo un mayor volumen, y así, se cierran herméticamente los poros de la capa anódica.

2.8. MÉTODOS DE DETERMINACIÓN DE LOS ESPESORES DE LA CAPA ANÓDICA.

Una vez consumado el proceso de anodizado se procede a medir los espesores logrados, para realizar esta acción se contó con 3 metodologías para realizar una comparativa entre cada una de ellas: microscopia óptica (MO) [22,24,25,26], microscopia electrónica de barrido (MEB) [20, 21, 22,23,25], y medición por ultrasonido.

2.8.1 MEDICIÓN DE ESPESORES POR TÉCNICA DE ULTRASONIDO

Este es el principio de funcionamiento del equipo que se utilizó para la determinación de espesor de capa, para ello se tuvo que investigar la velocidad de propagación y la frecuencia del aluminio 6061-T6, esto era requisito para introducir los valores en el equipo y arrojara resultados acordes con las propiedades del material de trabajo, estos valores fueron 6380 m/s y 5 MHz, el equipo que se utilizó para las mediciones fue un Digital Ultrasonic Thickness Gilde, Modelo: TT340 (fig.2.8).

La técnica de medición por ultrasonido se dividió en tres etapas las cuales se citan a continuación:

i. ***Insertar en el equipo valores de velocidad de propagación y frecuencia de la aleación de aluminio (6061-T6).***
ii. ***Colocar gel para ultrasonido en la sonda que se pondrá en contacto con la superficie o en nuestro caso el recubrimiento. Medición de una probeta base (sin anodizar)***
iii. ***Medición de probetas con el proceso de anodizado y comparación contra la probeta base, para determinar la dimensión de capa.***

Fig. 2.8. Equipo que se utilizó para la medición de espesores por ultrasonido.

PREPARACIÓN DE MUESTRA PARA OBSERVACIÓN MEDIANTE MICROSCOPIA

Para la visualización mediante técnicas microscópicas la muestras se deben preparan previamente, este proceso consta de cortarla en su geometría longitudinal media al recubrimiento, (fig. 2.9 a y b).

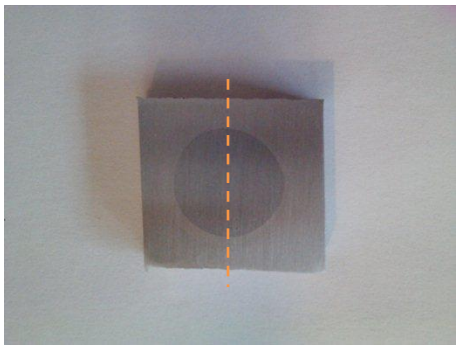

Fig.2.9 a) Fotografía donde se muestra como se debe cortar la probeta.

fig. 2.9 b) Probeta ya seccionada.

Este proceso de corte se lleva a cabo mediante una cortadora de precisión la cual cuenta con un disco de diamante, para que sea más uniforme el corte y no afecte la capa anódica, este equipo de corte fue una ISO Met®, marca BUEHLER (fig.2.10) la cual se encuentra adscrita a la Unidad de Investigación y Asistencia Técnica en Materiales

(UDIATEM), ubicado en el edificio O, Laboratorios de Ingeniería Mecánica “Ing. Alberto Camacho Sánchez”, Facultad de Ingeniería, UNAM.

Fig.2.10. Cortadora de precisión que se utilizó para seccionar las muestras anodizadas.

Una vez cortadas las probetas a la mitad requieren ser encapsuladas en una agente conductor, para ser visualizadas con la técnica de microscopia electrónica de barrido, este medio de encapsulado o empastillado en caliente se realizó con baquelita conductora marca: KonductoMet®, la cual se encuentra en el mercado en forma de polvo y se tiene que someter a una proceso de elevar su temperatura e incrementar su presión para que nuestra muestra quede embebida dentro de ella en estado sólido.

Para elevar su temperatura y compactarla mediante alta presión se utilizó una empastilladora, marca MetKon®, modelo Metapress-A® (fig.2.11), en la cual se utilizaron 300lb_f y 190 ^oC, este equipo se encuentra asignado a la Unidad de Investigación y Asistencia Técnica en Materiales (UDIATEM), ubicado en el edificio O, Laboratorios de Ingeniería Mecánica “Ing. Alberto Camacho Sánchez”, Facultad de Ingeniería, UNAM.

fig.2.11. Equipo encapsulador de alta presión.

Una vez que se obtuvieron las muestras ya encapsuladas, se someten a un proceso de desbaste, mediante papel lija de carburo de silicio (SiC) de los números 220, 320, 500, 600, 800, 1200 y culminando con alúmina de 0.1 micras, esté proceso se llevó a cabo con una pulidora marca Metko®, modelo Forcipol® 2V,este equipo se encuentra en la Unidad de Investigación y Asistencia Técnica en Materiales (UDIATEM), ubicado en el edificio O, Laboratorios de Ingeniería Mecánica “Ing. Alberto Camacho Sánchez”, Facultad de Ingeniería, UNAM., con este equipo se llegó al acabado espejo de la probeta (ver fig.2.12), esto para que se pueda visualizar su micro estructura mediante técnicas de microscopia.

fig. 2.12 Muestra encapsulada en baquelita y pulida hasta acabado espejo**.**

Cuando las muestras se terminaron de encapsular y de pulir fue posible visualizar por medio de microscopia óptica y electrónica el espesor de la capa de anodizado.

2.8.2. MEDICIÓN MEDIANTE MICROSCOPIA ÓPTICA (MO).

La medición del espesor de capa mediante esta técnica, fue posible gracias a que el microscopio óptico utilizado de la marca Nikon®, modelo Eclipse L150, cuenta con una cámara Zeizz®, modelo Axio cam iCc3, la cual transmite en formato en vivo la imagen que se está observando en el cañón mediante un monitor de computadora, permitiendo así enfocar y tomar una imagen estática para después manipularla con el software ligado a la cámara llamado Axio 4.0, con el cual se pueden sacar escalas a la cual se tomó la imagen y posteriormente obtener las medidas correspondientes de la película pasiva como se muestra en la (fig.2.13).

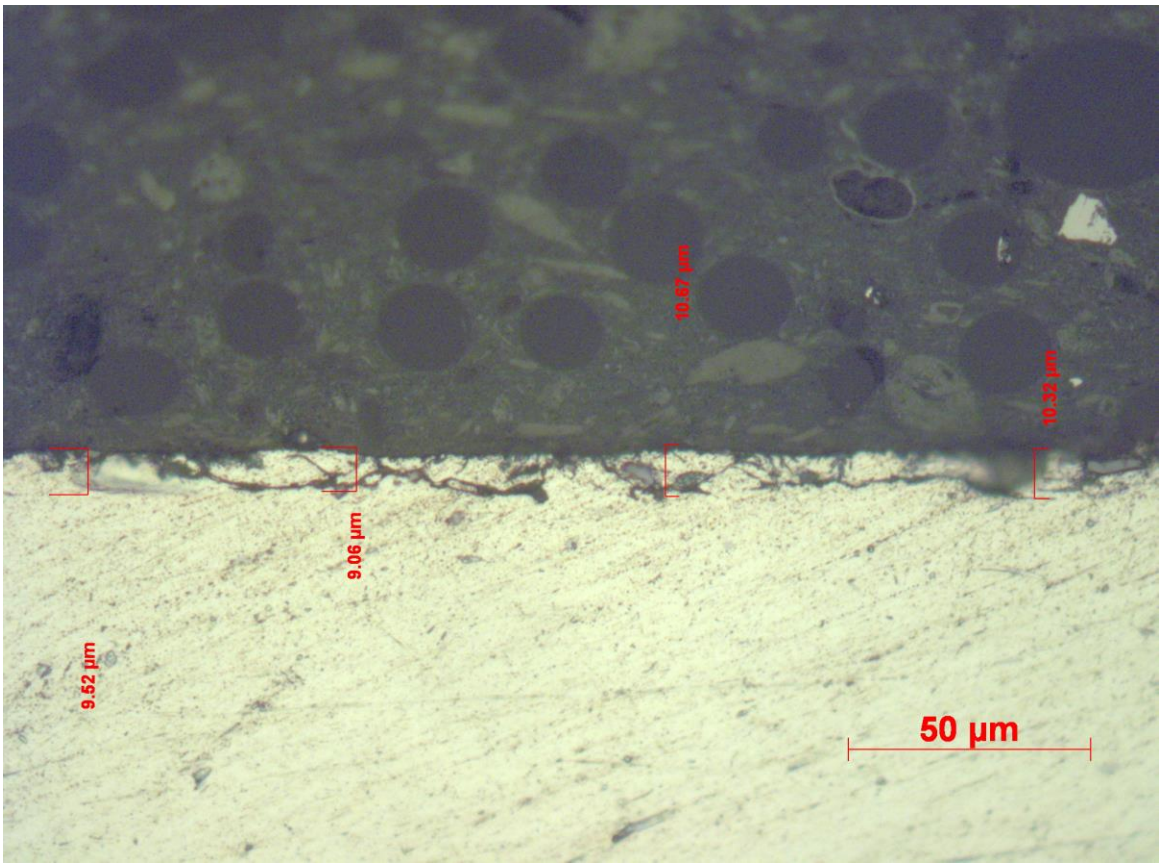

Fig.2.13 Fotografía tomada mediante la cámara Zeizz® que se encuentra montada en el microscopio óptico Nikon, la cual cuenta con medidas y escalas provistas por el software de la cámara. Se observa la capa de anodizado de aproximadamente 10 micrómetros.

2.8.3. MEDICIÓN DE ESPESORES DE CAPA MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB) [21,23].

Una vez conocida la técnica para la visualización en MEB, se procedió a colocar las muestran en una platina que se colocaría dentro de la cámara de vacío del microscopio, ya contaban con un medio conductor que era la baquelita, se procedió a realizar su visualización mediante electrones secundarios y electrones retrodispersados. Posteriormente se fueron obteniendo imágenes estáticas para poder realizar una medición de la capa anódica. En un segundo MEB que contaba con analizador químico, se constató que se originó una capa de óxido de aluminio (Al_2O_3). El primer equipo utilizado para solo medir las capas de anódicas fue un MEB, marca Philips, serie –XL20(fig.2.14), este equipo se encuentra en la Unidad de Investigación y Asistencia Técnica en Materiales (UDIATEM), ubicado en el edificio O, Laboratorios de Ingeniería Mecánica, "Ing. Alberto Camacho Sánchez", Facultad de Ingeniería, UNAM. El segundo equipo utilizado para hacer el análisis químico fue SEM, marca JEOL, modelo JSM-7600F, este se encuentra en el Instituto de Investigaciones en Materiales (IIM), Área de Microscopia Electrónica.

Fig.2.14. Microscopio Electrónico de Barrido marca Philips XL 20 empleado para la medición del espesor de la capa de anodizado.

2.9. DETERMINACIÓN DE OTRAS CARACTERÍSTICAS DE LA CAPA ANÓDICA

En las características mecánicas se evaluó la microdureza de la capa formada, este proceso se realizó mediante un micro durómetro de la marca SHIMADZU®, modelo MHV-2T,estas mediciones se lograron con las siguientes condiciones de trabajo, carga de prueba: 245.2nN, tiempo de aplicación de carga 15 [s], número de pruebas consecutivas 3, identador romboidal y aplicado en superficie plana, para este proceso se tenía que contar con una capa de espesor mayor o igual a 30 [um], de lo contrario sería imposible confiar en los datos obtenidos de esta prueba, este equipo utilizado se encuentra ubicado en el Edificio “D”, Departamento de Ingeniería Metalúrgica, de la Facultad de Química, UNAM.

ANALISIS TOPOGRÁFICO DE LA CAPA ANODICA

Existen dos tipos de pruebas que se realizan mediante la, Microscopía de fuerza atómica (MFA), una es por contacto y la otro por no contacto. Esté ensayo se realizó en 2 pasos, el primero se produjo analizando la topografía de la parte sin anodizar y el segundo caso fue el análisis de la topografía de la parte anodizada, para llevarlo a cabo se tuvieron que seccionar las probetas en 4 partes para que pudiesen caber en la platina base (fig 2.15), el dispositivo con el que se hizo este análisis es un Microscopio de Fuerza Atómica, marca: Park Scientific Instruments, modelo AutoProbe CP, se encuentra en el Centro de Ciencias Aplicadas y Desarrollo Tecnológico (CCADET), UNAM. Los parámetros de prueba que se utilizaron fue aplicación de una carga de 0.05N/m, con una frecuencia de resonancia de 22 kHz, con una sonda Mricrolever Sharpened Cantilever tipo A y el barrido se realizó longitudinalmente.

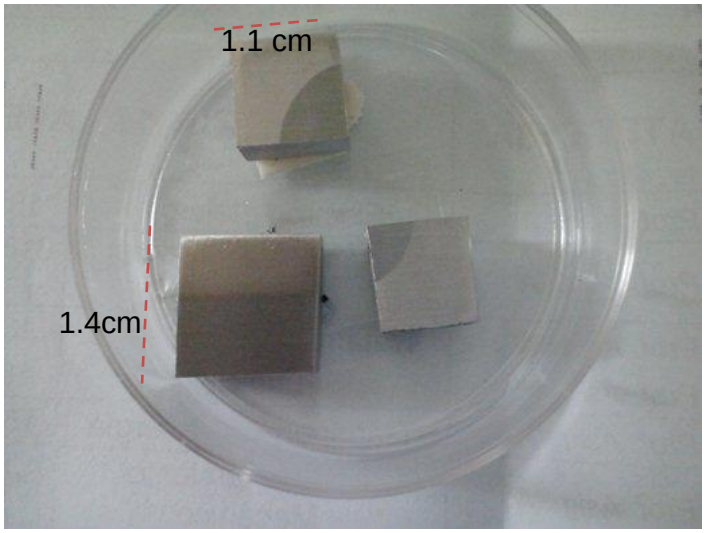

Fig.2.15. Muestras seccionadas y que se sometieron a MFA.

CAPITULO III

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3. EFECTO DE DIVERSAS VARIABLES EN LA FORMACION DE LA CAPA ANODICA

Durante el proceso de anodizado que se realizó, se varió la intensidad de corriente, el voltaje, la concentración del electrolito y el tiempo de inmersión.

Para la experimentación se prepararon 3 disoluciones de concentraciones 5%, 10% y 20% en Vol. de H_2SO_4. Los periodos de tiempo aplicados para cada concentración de ácido sulfúrico fueron 10, 15, 25, 35, 45 y 60 min, los resultados se visualiza a continuación (tabla.3.1).

Para las primeras pruebas que se realizaron fueron considerados los parámetros más bajos de trabajo, esto significa que se tomó un acabado superficial medio llevando a una preparación mecánica con lija de SiC número 600, con el electrolito de 5% en V/V de H_2SO_4, 10 min de inmersión, 1.5 [V] y 10 a 100 [mA]. El resultado de este primer caso fue fallido debido a que se presentaron picaduras en la película (fig.3.1), la falla se adjudicó al mal acabado superficial de la muestra y a que se encontraban en una zona muy cercana a la $E_{corrosion}$.

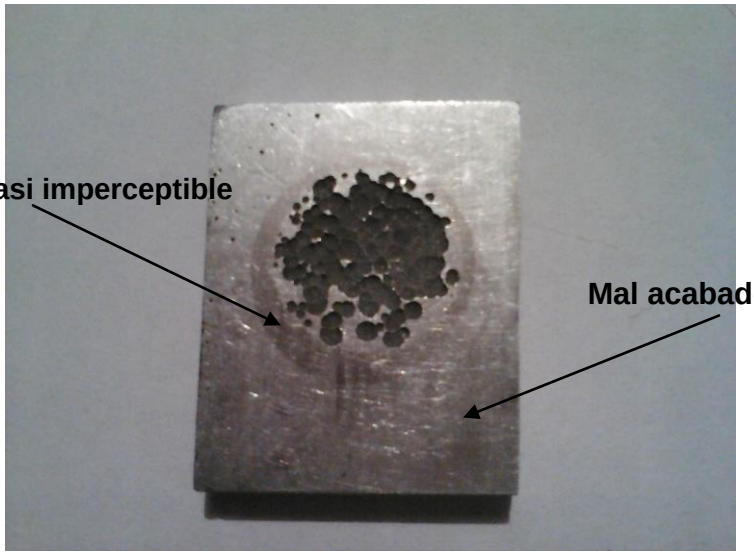

Fig.3.1. Falla en la formación de la capa anodiza por aparición de picaduras.

Tabla 3.1 Bitácora en la cual se engloba los resultados obtenidos para cada concentración de electrolito.

Concentración	Voltaje [V]	Corriente	Tiempo	Resultado	Espesor logrado (um)
10% en Vol. H2SO4	1.5V	1mA-100mA	10 min	Capa perceptible y picada	6.4
10% en Vol. H2SO4	4V	1 A	10 min	Capa perceptible	8.32
10% en Vol. H2SO4	4V	1 A	15min	Capa perceptible	13.1
10% en Vol. H2SO4	1.5 V	1mA-100mA	15 min	Capa perceptible y picada	8.9
10% en Vol. H2SO4	1.5V	1mA-100mA	25 min	Capa perceptible	13.2
10% en Vol. H2SO4	4V	1 A	25 min	Capa perceptible	17.9
10% en Vol. H2SO4	1V	1mA-100mA	35 min	Capa perceptible y picada	16.5
10% en Vol. H2SO4	4V	1 A	35 min	Capa perceptible	24.1
10% en Vol. H2SO4	4V	1 A	45 min	Capa perceptible	27.6
10% en Vol. H2SO4	1.5V	1mA-100mA	45 min	Capa perceptible y picada	23.6
10% en Vol. H2SO4	1.5V	1mA-100mA	60 min	Capa perceptible y picada	26.3
10% en Vol. H2SO4	4V	1 A	60 min	Capa muy perceptible	31.7
20% en Vol.H2SO4	1.5V	1mA-100mA	10min	Capa tenue y picada	3.31
20% en Vol.H2SO4	4V	1 A	10min	Capa tenue	3.84
20% en Vol.H2SO4	1.5V	1mA-100mA	15min	Capa perceptible y picada	5.7
20% en Vol.H2SO4	4V	1 A	15min	Capa tenue	6.92
20% en Vol.H2SO4	1.5V	1mA-100mA	25min	Capa perceptible y picada	8.7
20% en Vol.H2SO4	4V	1 A	25min	Capa perceptible	9.72
20% en Vol.H2SO4	1.5V	1mA-100mA	35min	Capa perceptible y picada	10.7
20% en Vol.H2SO4	4V	1 A	35min	Capa perceptible	12.35
20% en Vol.H2SO4	1.5V	1mA-100mA	45min	Capa perceptible y picada	13.27
20% en Vol.H2SO4	4V	1 A	45min	Capa perceptible	15.61
20% en Vol.H2SO4	1.5 V	1mA-100mA	60min	Capa perceptible	18.7
20% en Vol.H2SO4	4V	1 A	60min	Capa muy perceptible	20.57
5% en Vol.H2SO4	1.5V	1mA-100mA	10min	Capa visible muy picada	8.97
5% en Vol.H2SO4	2.5V	100mA-1A	10min	Capa visible pero picada	9.8
5% en Vol.H2SO4	4V	1 A	10min	Capa visible	10.2
5% en Vol.H2SO4	4V	1A	15min	Capa visible	14.72
5% en Vol.H2SO4	1.5V	1mA-100mA	25min	Capa visible	16.87

5% en Vol.H2SO4	4V	1 A	25min	Capa remarcada	17.96
5% en Vol.H2SO4	1.5V	1mA-100mA	35min	Capa remarcada	20.62
5% en Vol.H2SO4	4V	1 A	35min	Capa remarcada	23.17
5% en Vol.H2SO4	1.5V	1mA-100mA	45min	Capa remarcada	30.42
5% en Vol.H2SO4	4V	1 A	45min	Capa muy remarcada	35.56
5% en Vol.H2SO4	1.5V	1mA-100mA	60min	Capa remarcada	32.14
5% en Vol.H2SO4	4V	1 A	60min	Capa bastante visible	41.65

Se procedió a realizar una segunda prueba con los parámetros siguientes: concentración del electrolito 5% en Vol., 10 min en inmersión, 100[mA] a 1 [A], mismo acabado superficial que la prueba anterior, pero variando el potencial a 2.5 [V]. El resultado fue mejor, debido a que disminuyo la presencia de picaduras sobre el recubrimiento, además que se hacía más notoria la visualización de la capa (fig.3.2).

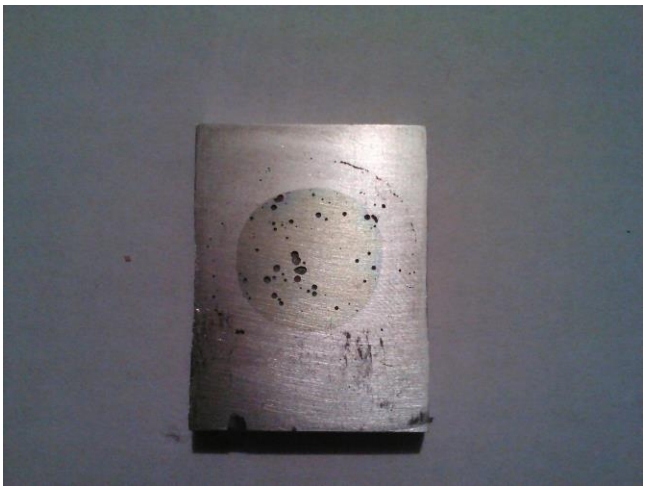

Fig.3.2. fotografía donde se muestra el decremento de picaduras y la formación de una capa más notoria.

Se realizó otra prueba en el cual nuevamente se varió el potencial llevándolo a 4 [V], conservando los otros parámetros constantes, el resultado fue apropiado, ya que se observó una película bien definida sin la presencia de fallas en la zona anodizada (fig.3.3).

Fig.3.3 fotografía en la cual se muestran los resultados del proceso de anodizado a 4 V y 100mA a 1 A, en el cual ya no se presentan fallas superficiales.

Partiendo de estos resultados, se determinó realizar una prueba que tomaba los valores más altos para una concentración de 5%, los cuales fueron 60 [min] de inmersión, 4 [V], 1 [A] mejorado también el acabado superficial a la muestra, esto se consiguió con un papel lija de SiC número 1200, el resultado fue satisfactorio ya que se presentó una capa bastante remarcada a la vista y sin presencia de discontinuidades en el recubrimiento (fig.3.4) y (fig. 3.5).

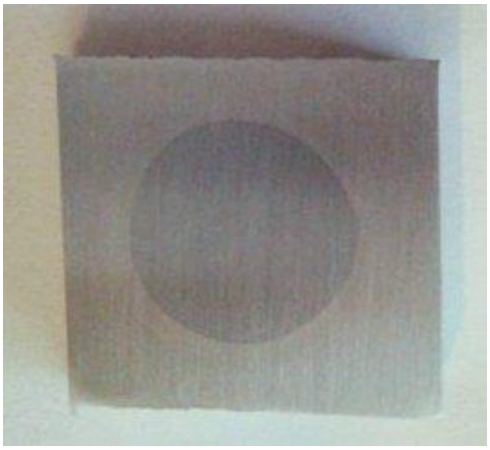

Fig.3.4. fotografía de la prueba de anodizado a valores máximos, 4V, 60 min, 100mA a 1A y con una concentración de electrolito de 5% en V/V.

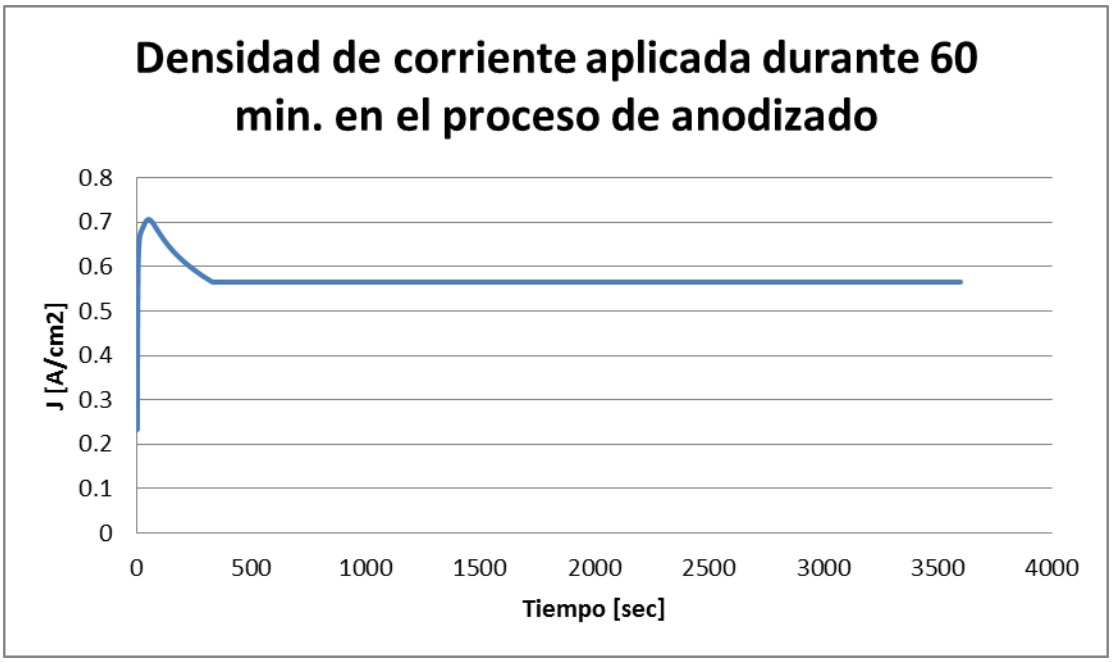

Fig.3.5. grafica donde se observa el comportamiento de la densidad de corriente en el proceso de anodizado a 60 minutos de inmersión.

3.1 RESULTADOS CON LA CONCENTRACION DEL ELECTROLITO AL 5% DE H_2SO_4.

Una vez establecidos los parámetros correctos de aplicación de corriente y potencial, se comenzaron a realizar las pruebas siguientes, variando el tiempo de inmersión, los resultados que se obtuvieron fueron satisfactorios. Se presentaron capas uniformes, sin falla en el recubrimiento y se pudo establecer una correlación con respecto al tiempo de inmersión y un color adquirido por el recubrimiento, estos colores presentados en la capa anódica fue desde un verde tenue hasta un tono morado tenue.

El primer lote de pruebas constaba de 6 muestras, todas llevadas hasta un acabado superficial con papel lija 1200 de SiC, con tiempos de inmersión de 10, 15, 25, 35 ,45 y 60 minutos y 5% de concentración de H_2SO_4. Se obtuvieron los resultados siguientes (fig. 3.6) se muestra una foto donde se observan los resultados que se presentaron en los diferentes tiempos de inmersión a simple vista y donde se percibió color de la capa crecida y en la (fig.3.7), se es una fotografía donde se observan los resultados del proceso de anodizado a bajo potencial, 4V y 1 A; con un tiempo de inmersión de 60 minutos, y se percibe una capa uniforme, bien remarcada a la vista, con una tonalidad violeta(morada) y sin ningún rasgo de falla superficial.

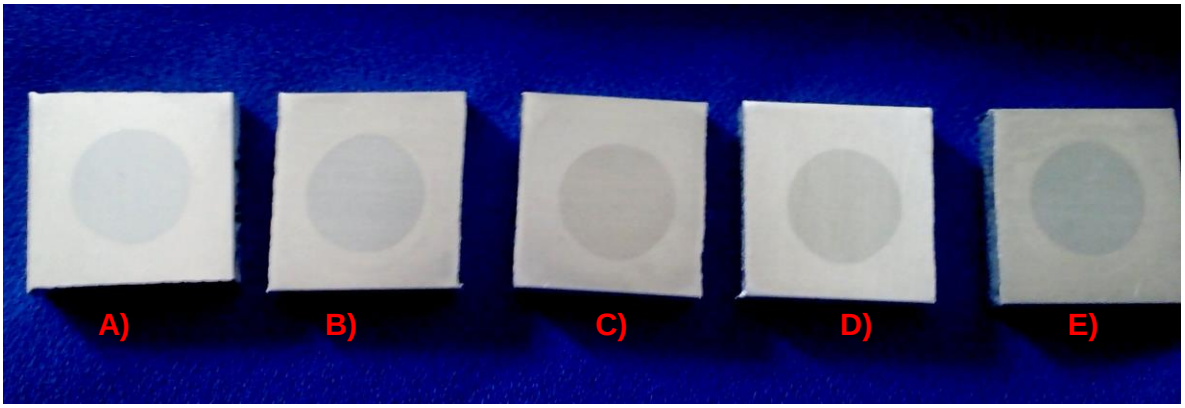

Fig.3.6. Resultados obtenidos del proceso de anodizado a distintos tiempos de inmersión, A) 10 min, B) 15 min, C) 25 min, D) 35 min y E) 45 min.

Fig.3.7.Capa anódica con una tonalidad acentuada y tintes morados, se obtuvo a 60 min, 5% en concentración de H2SO4, 4V y 1A.

Una vez sellada la capa anódica se procedió a realizar la medición por medio de ultrasonido, una vez terminado este proceso se seccionaron y encapsularon una de las mitades de la probeta para realizar la medición e inspección por los siguientes dos métodos que a continuación se citaran y los resultados que se muestran en la siguiente tabla (3.2), señalan los valores arrojados por el medidor ultrasónico.

Tabla 3.2. Resultados del crecimiento de la capa anódica al 5% de concentración de H_2SO_4, mediante ultrasonido.

Tiempo de Inmersión	Espesor de Capa
10 min	10.3 µm
15 min	14.7 µm
25 min	17.5 µm
35 min	22.9 µm
45 min	33.4 µm
60 min	41.1 µm

Se realizaron también otros 2 métodos para la medición de estos espesores uno de ellos fue mediante microscopia óptica (MO) y el otro mediante microscopia electrónica de barrido (MEB), esto para realizar una comparativa y una confirmación del espesor logrado de la capa durante el proceso de anodizado, el resultado que se obtuvo en (MO) se ilustra en la siguiente (tabla 3.3) y en la imagen (fig.3.8), se observa la diferencia que existe entre el sustrato base y la capa que creció sobre él.

Tabla 3.3 Resultados de la medición de espesores mediante (MO).

Tiempo de Inmersión	Espesor medido
10 min	10.12 µm
15 min	14.68 µm
25 min	17.89 µm
35 min	23.14 µm
45 min	33.7 µm
60 min	41.65 µm

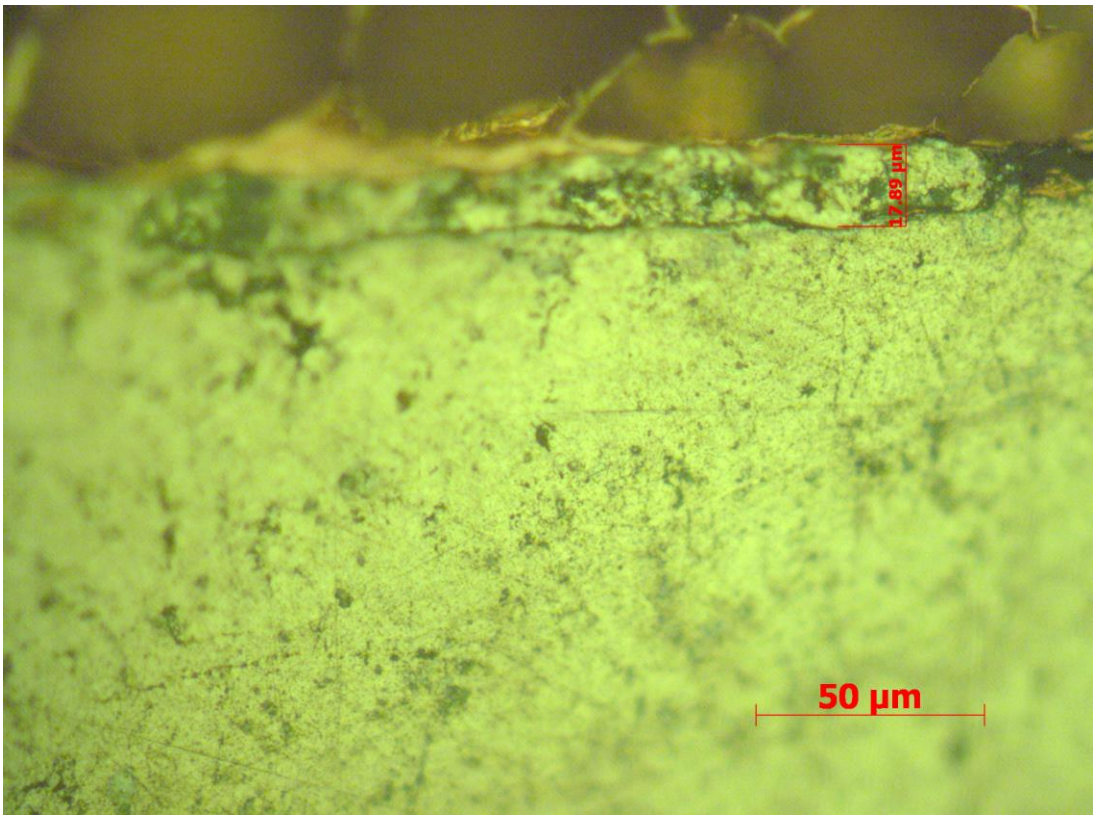

Fig.3.8 Fotografía tomada por (MO) a 50X, donde se midió el espesor de la capa anódica obtenida.

Los resultados obtenidos mediante la técnica de (MEB), en cuestión de medición espesores se consideraron como los más exactos, ya que en comparación con la técnica de ultrasonido su rango y su precisión podían variar si no se encontraba en un cuarto sin alteraciones vibratorias o alguna señal parasita; por parte de la técnica de (MO), el rango de amplificación no cumplía con lo requerido ya que a más aumentos se iba perdiendo nitidez y resolución en algunas zonas, es por eso que optó por darle mayor certeza a la técnica de (MEB), combinada con la acción de electrones retrodispersados ya que por la técnica de electrones secundarios se observaba muy poca diferencia entre el sustrato y la capa de alúmina debido a la interpretación de contrastes que se percibía en la imagen tabla.3.4 y (fig.3.9).

Tabla3.4 Resultados de la medición de espesor mediante técnica MEB.

Tiempo de inmersión	Espesor medido
10 min	10.2 µm
15 min	14.72 µm
25 min	17.96 µm
35 min	23.17 µm
45 min	35.56 µm
60 min	41.62 µm

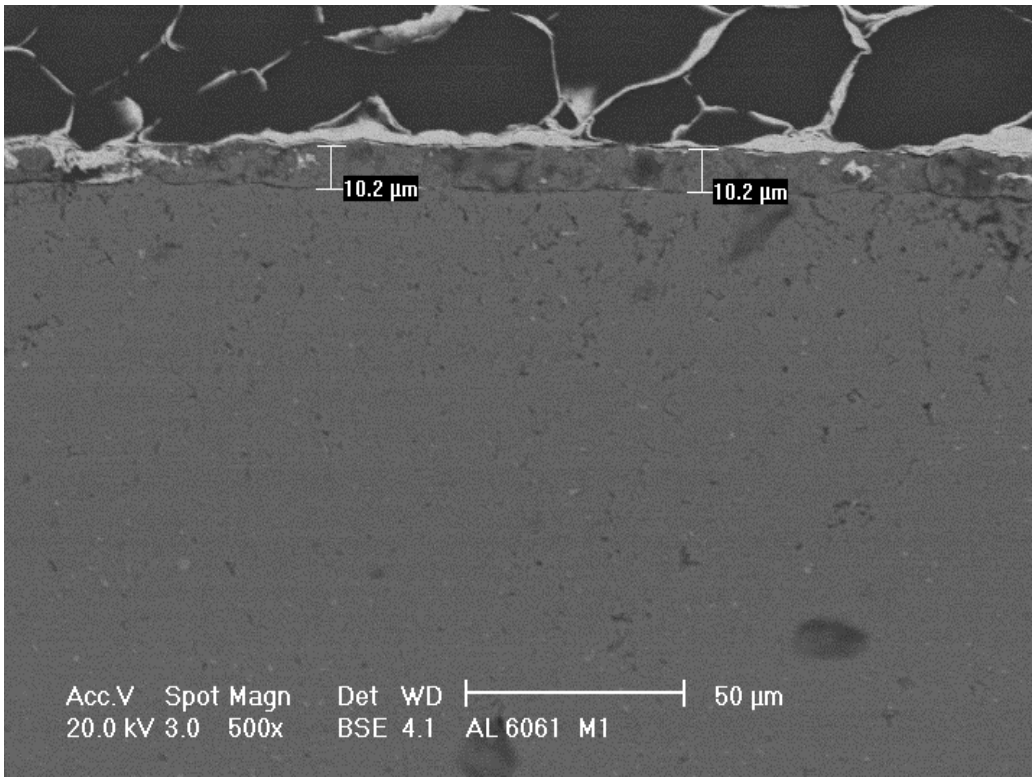

Fig.3.9 Imagen de la capa anódica acotada mediante SEM, con electrones retrodispersados, BSE, 500X.

En la imagen 3.9 se observa el crecimiento de una capa que al parecer es óxido de aluminio, con espesores que oscilan las 10 µ, y que se puede diferenciar perfectamente del sustrato base y la baquelita en la que se encuentra encapsulada la muestra.

Reuniendo los datos obtenidos de los diferentes métodos de medición para la primera concentración de electrolito de trabajo se obtuvo que límite máximo de crecimiento de capa, fue de 41.65 µm sobre el sustrato base (fig.3.10).

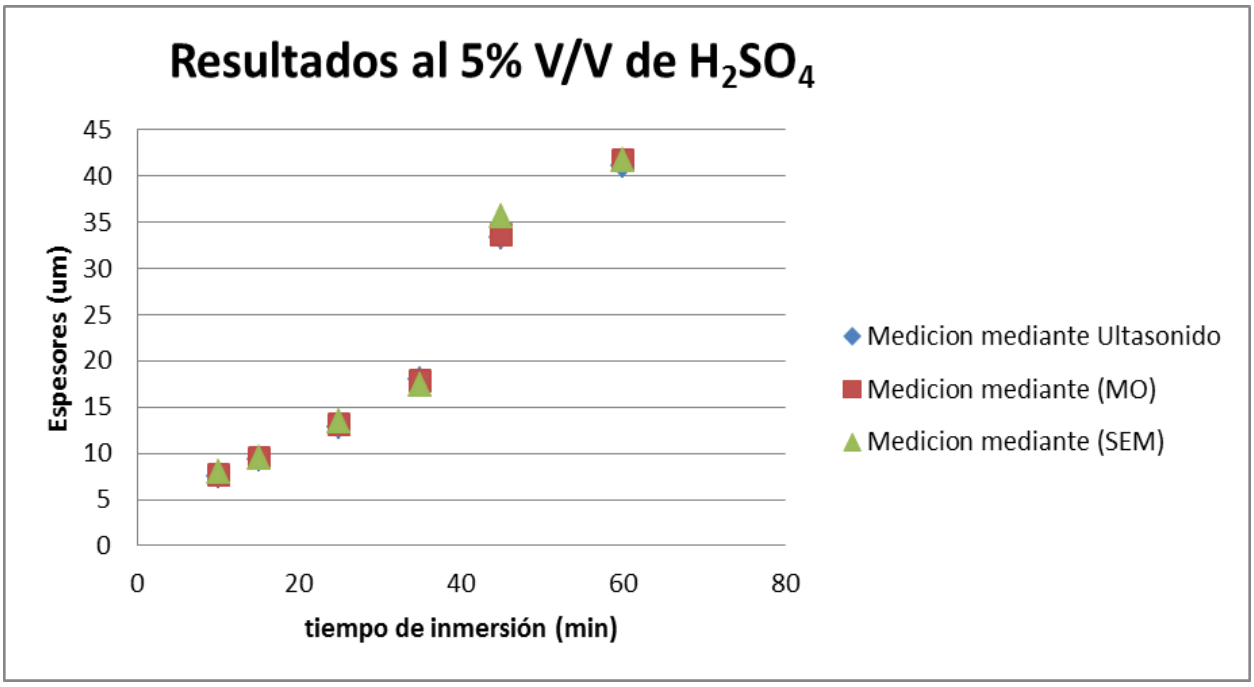

Fig.3.10 Grafica de resultados de crecimiento de espesor a 5% Vol. de H_2SO_4.

En la imagen (fig.3.11), se muestra una fotografía obtenida mediante microscopia electrónica de barrido, en la que se visualiza el espesor de mayor rango que se logró durante el proceso de anodizado a concentraciones de 5% en Vol. de ácido sulfúrico, con tiempos de inmersión de 60 min.

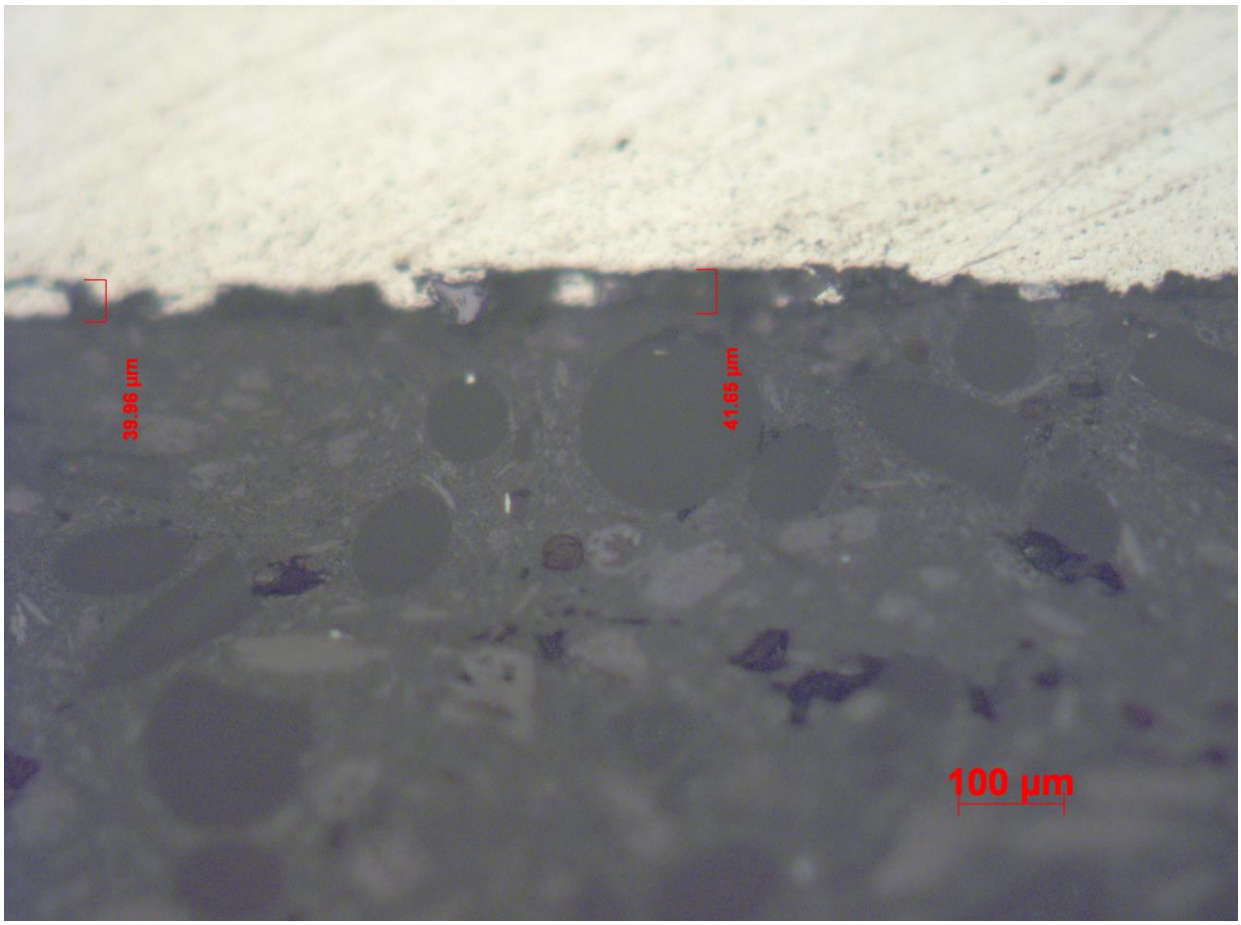

Fig.3.11 Imagen del Microscopio Óptico a 10X, donde se observa un espesor de 41.65 [um], que se logró a 5%V/V, 60 min, 1A y 4V.

Como se mencionó anteriormente, se realizó una prueba que arrojo una propiedad mecánica modificada, como lo es la micro dureza. En su origen, la microdureza de la aleación Al-Mg-Si 6061-T6 es de 96 HV, después del proceso de anodizado a 60 minutos se obtuvo una microdureza de 169 HV 25. Este resultado se obtuvo de una muestra ya encapsulada tomando la medición en el límite de la probeta donde se formó la capa de óxido de aluminio (fig.3.12); esto se refiere a que ha aumentado en un 43.2 %, con respecto a la dureza del sustrato, pero comparando la dureza con otras ya publicadas en artículos y textos científicos [4,6,12,13],las cuales especifican y señalan que la dureza del (Al_2O_3), está comprendida entre 150 a 179 HV 60.

En este trabajo, con las condiciones experimentales, empleadas, se enfocaban directamente a establecer los parámetros pertinentes para lograr el crecimiento de óxido de aluminio a bajo voltaje en discusión con los ya predispuestos en libros, manuales y otros artículos que trabajan con pruebas similares a la que se realizó en el presente trabajo. Los parámetros donde se encuentran las diferencias principales son: la intensidad de corriente y el potencial aplicado, ya que en procesos industriales se manejan potenciales de 12 a 15 [V] y corrientes de 4 a 6 [A] y ello, que influyó en las características de las capas generadas en la experimentación de esta tesis.

La capa en su zona de interface, arroja una topografía rugosa como se muestra, (fig.3.13), donde no se observa con claridad, la formación de una capa porosa, sino simplemente de una superficie con irregularidad a la que corresponde una morfología de una capa intermedia entre el sustrato y la formación de la capa porosa de óxido de aluminio.

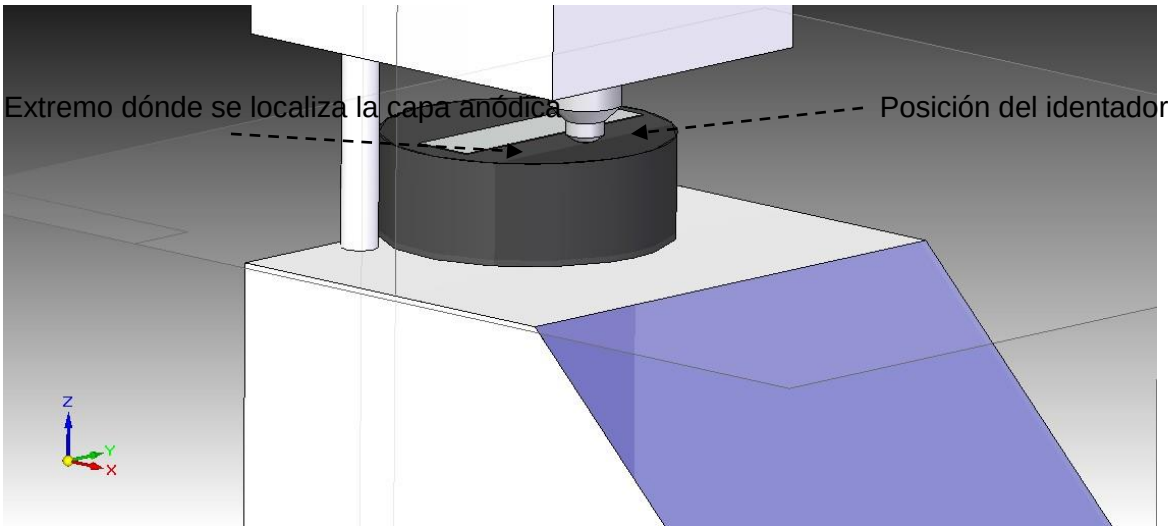

Fig.3.12 imagen donde se observa en qué posición se coloca la probeta para determinar la microdureza en escala Vickers.

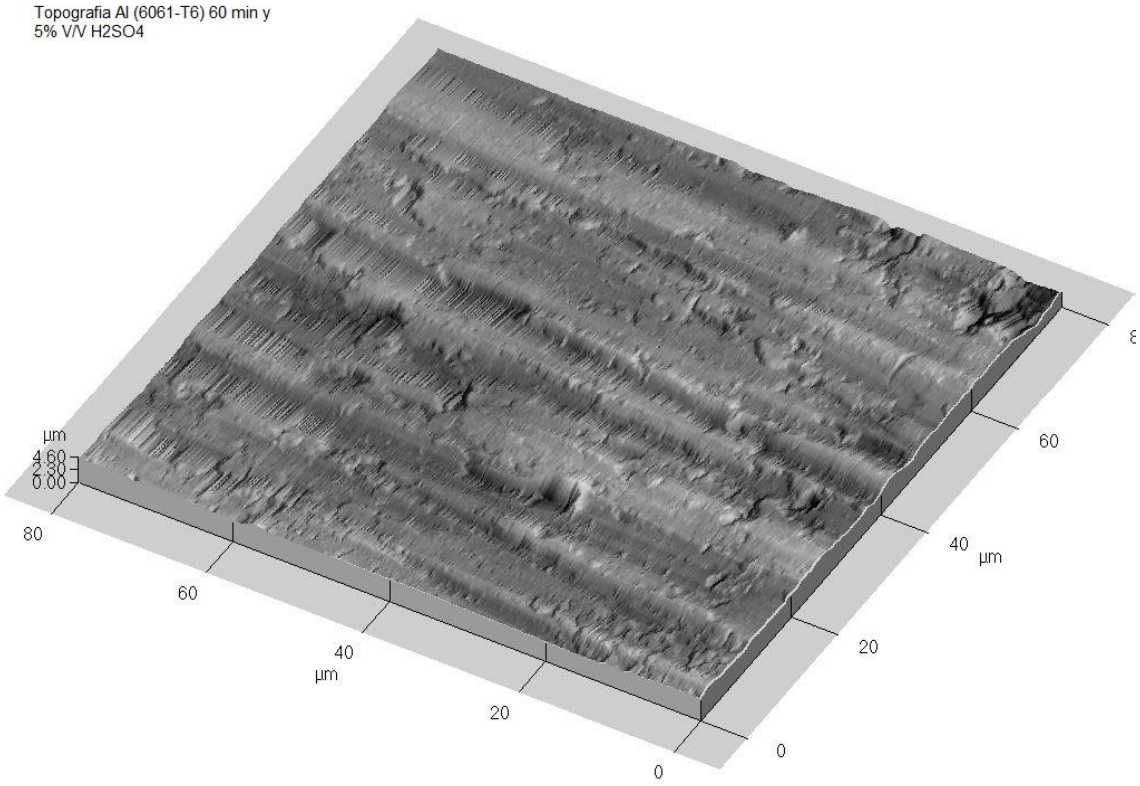

Fig.3.13.Imagen topográfica de la capa anódica obtenida a 5% V/V de H_2SO_4 y 60min de inmersión. AFM.

3.2 RESULTADOS CON UNA CONCENTRACIÓN DE ELECTROLITO AL 10% V/V H_2SO_4.

Para la concentración del electrolito a 10% V/V de H_2SO_4, se mantuvieron los parámetros de intensidad de corriente y potencial con valores máximos de trabajo es decir 1 [A] y 4 [V], mismas condiciones de limpieza de la probeta de ensayo, al igual que mismo acabado superficial ya que se consideró que si se variaba algún parámetro se corría el riesgo de que pudieran presentarse nuevamente fallas en la superficie del recubrimiento. De esta manera los resultados que se obtuvieron, se relacionaron solo con la variación del tiempo de inmersión, como se puede observar en la imagen. (fig.3.14), donde indica el comportamiento estable presente de la intensidad de corriente durante el proceso.

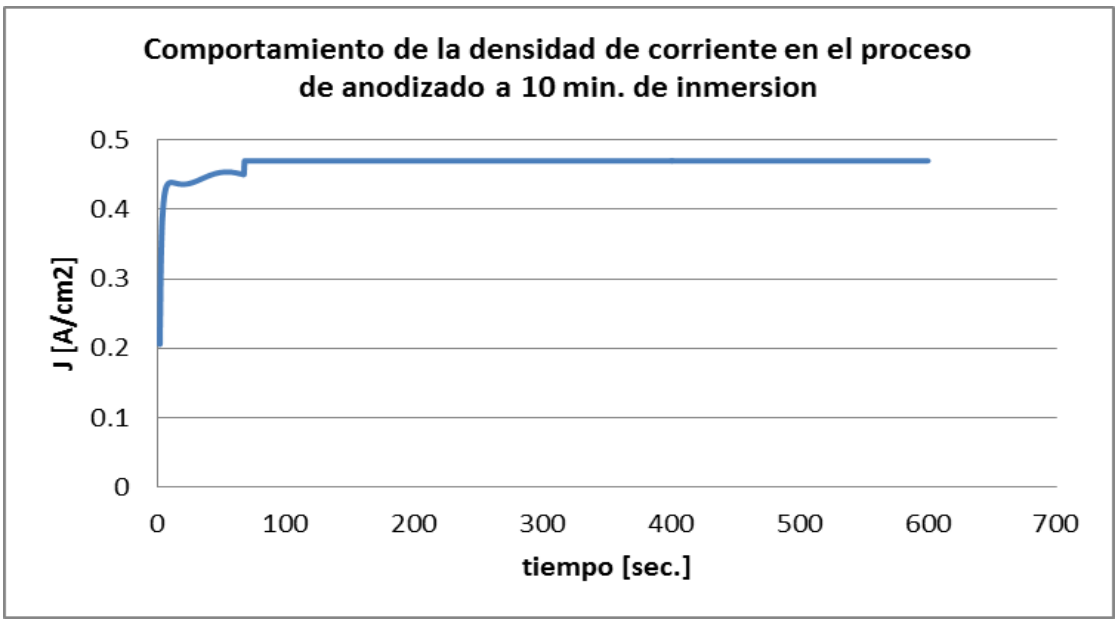

Fig.3.14. Estabilidad de la intensidad de corriente y su comportamiento en relación con el tiempo de inmersión, en una prueba de anodizado.

Los resultados obtenidos de la evaluación del espesor mediante la técnica de medición por ultrasonido para concentración de electrolito al 10% Vol., son presentados en la siguiente tabla (Tabla.3.5).

Tabla. 3.5 Resultados obtenidos de la medición mediante ultrasonido.

Tiempo de inmersión	Espesores logrados
10 min	**8.3 µm**
15 min	**13.1 µm**
25 min	**17.9 µm**
35 min	**24.1 µm**
45 min	**27.6 µm**
60 min	**31.7 µm**

La cual denota que existió un crecimiento menor de espesor de capa con respecto al que se visualizó los resultados de la concentración del electrolito de 5% en Vol., de ácido sulfúrico.

Como anteriormente se señaló también se utilizó la técnica de medición de espesores mediante Microscopia Óptica (MO), para ratificar y comparar con respecto al método anterior, por lo que se obtuvieron las siguientes acotaciones del crecimiento de espesor de la capa (tabla.3.6).

Tabla.3.6 resultados del crecimiento de la capa anódica al 10 % V/V de ácido sulfúrico.

Tiempo de inmersión	Espesores logrados
10 min	**8.49 µm**
15 min	**13.23 µm**
25 min	**17.76 µm**
35 min	**23.83 µm**
45 min	**27.58 µm**
60 min	**31.52 µm**

En la imagen (fig.3.15), se muestra una foto donde se aprecia una capa delgada que se sitúa por encima de la aleación de aluminio (sustrato), la cual parece ser oxido de aluminio y la cual mediante un análisis químico se corroborara si en verdad se trata de una capa de alúmina o es un desprendimiento del sustrato base o alguna otra irregularidad que pueda visualizarse.

Se estableció como comparativa 50X, en la técnica de microscopia óptica (MO), ya que a mayor aumento se presentaban una inestabilidad en la nitidez y en la visualización de las muestras encapsuladas.

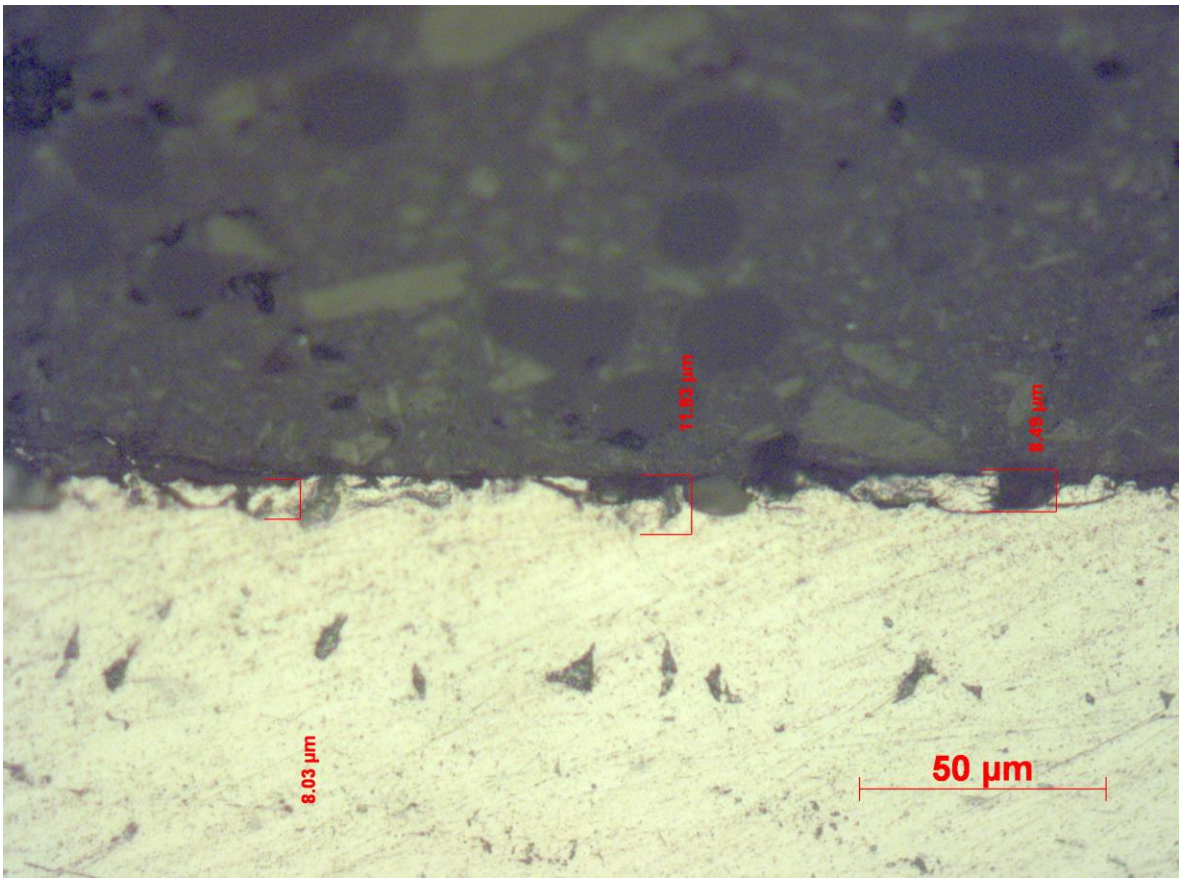

Fig.3.15 Fotografía de (MO) a 50X, donde se observa el espesor de capa anódica, obtenida a una concentración de 10% en V/V de ácido sulfúrico y 10 min. de inmersión.

Mediante la técnica de Microscopia electrónica de Barrido (MEB), los resultados que se obtuvieron del espesor de capa pasiva se muestran como (tabla.3.7).

Tabla.3.7 Resultados de la medición de espesores de capa mediante (MEB).

Tiempo de inmersión	Espesores logrados
10 min	8.32 µm
15 min	13.1 µm
25 min	17.9 µm
35 min	24.1 µm
45 min	27.6 µm
60 min	31.7 µm

En la imagen (fig.3.16), se muestra el espesor de capa logrado, médiate la visualización de técnica MEB, la cual indica que en verdad creció esta capa en un rango de 8 a 11 µm, como lo indicaba la medición por la técnica MO.

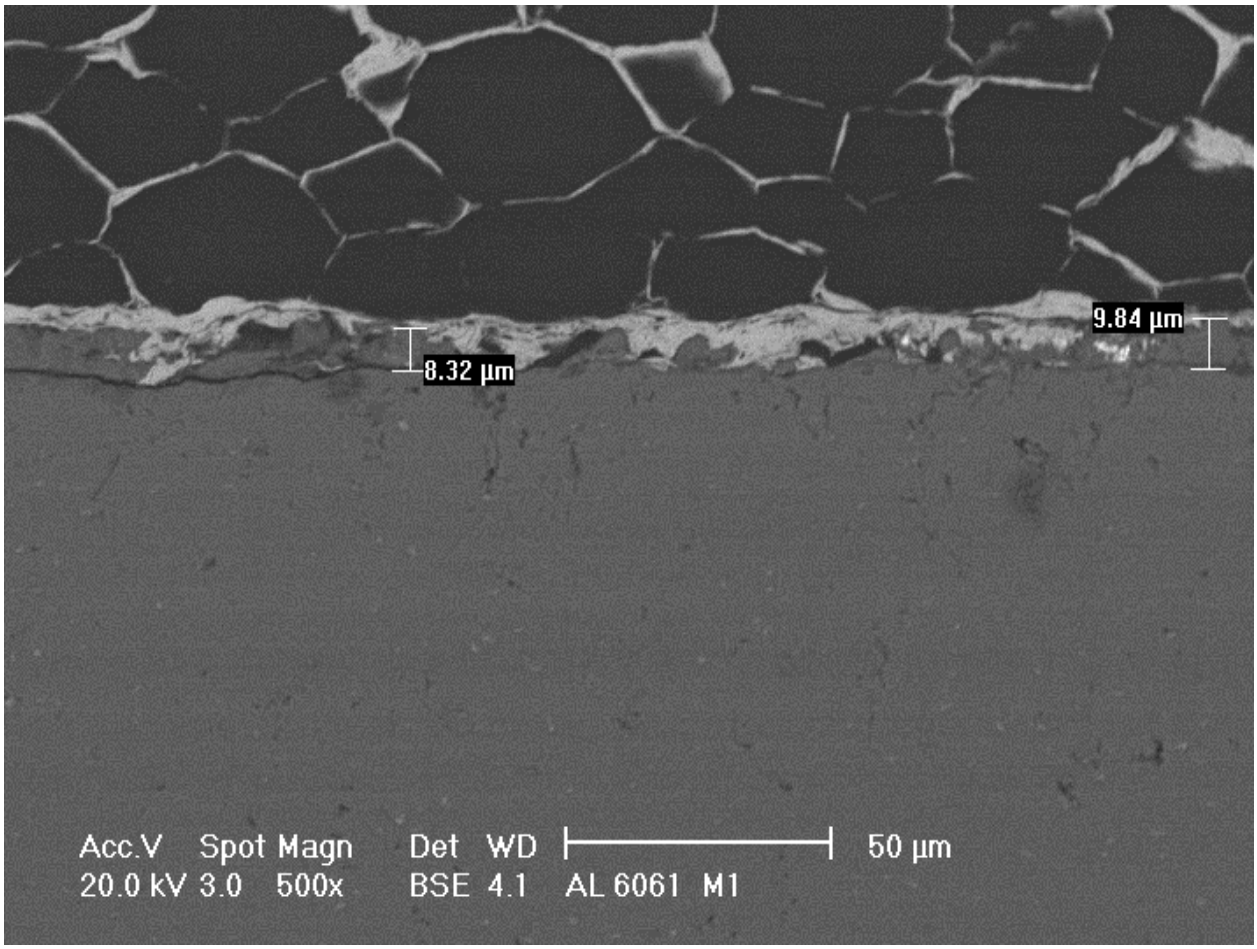

Fig.3.16 imagen obtenida y acotada mediante técnica SEM con electrones retrodispersados. BSE a 500X.

Se realizó la medición de la micro dureza con la misma metodología, pero ahora con la muestra que se consiguió una concentración de 10% de H_2SO_4, 60 minutos de inmersión, 4 Volts y 1 Ampere, el resultado arrojado de esta prueba fue una micro dureza de 168.5 HV 25, con respecto a la dureza del sustrato y se presenta variaciones mínimas con respecto a la micro dureza habitual que presenta el óxido de aluminio, en analogía de una concentración de 5% a una 10% en Vol., de H_2SO_4, las variaciones de la capa anódica

lograda son muy próximas relativamente al igual que el margen topográfico del recubrimiento logrado a la concentración ya mencionada. (fig. 3.17).

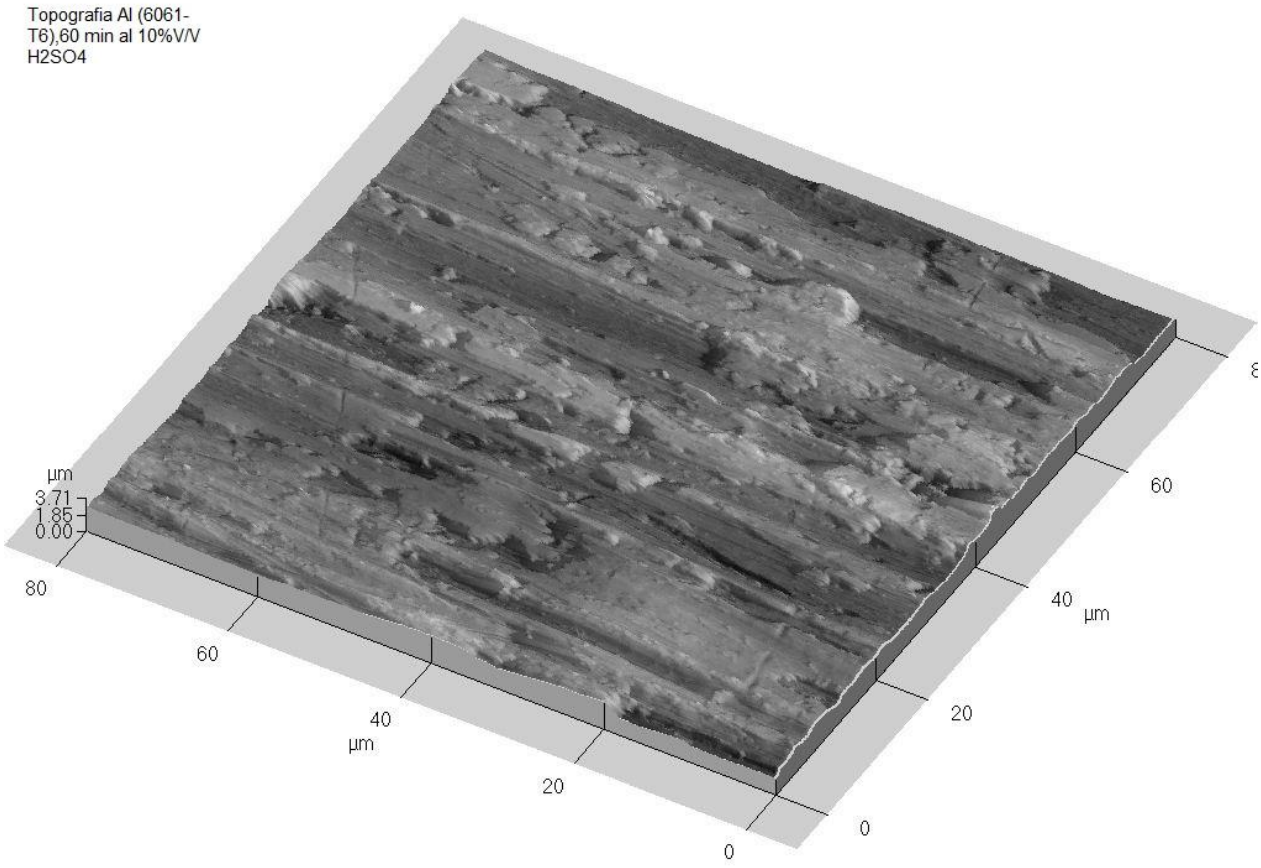

Fig.3.17. Topografía del crecimiento de la capa anódica a un tiempo máximo de inmersión de 60 min. AFM.

3.3 RESULTADOS DEL CRECIMIENTO DE ESPESOR DE CAPA A UNA CONCENTRACIÓN DE 20% Vol. H_2SO_4.

Para este último caso de estudio se obtuvo un crecimiento de espesor menor que con la concentración anterior, los resultados de medición de la capa mediante ultrasonido fueron los siguientes (tabla.3.8):

Tabla 3.8. Medición de espesores mediante ultrasonido.

Tiempo de inmersión	Espesores logrados
10 min	**3.6 µm**
15 min	**6.7 µm**
25 min	**9.3 µm**
35 min	**11.7 µm**
45 min	**15.2 µm**
60 min	**19.1 µm**

Mediante Microscopia Óptica (MO), los datos obtenidos de las mediciones fueron, parecidos a los de ultrasonido donde se encontró un espesor mínimo de capa de aproximadamente 3.56 µm, (fig. 3.18), por consiguiente el valor máximo de espesor fue de 19.21 µm, a continuación se citan los valores obtenidos (tabla.3.9).

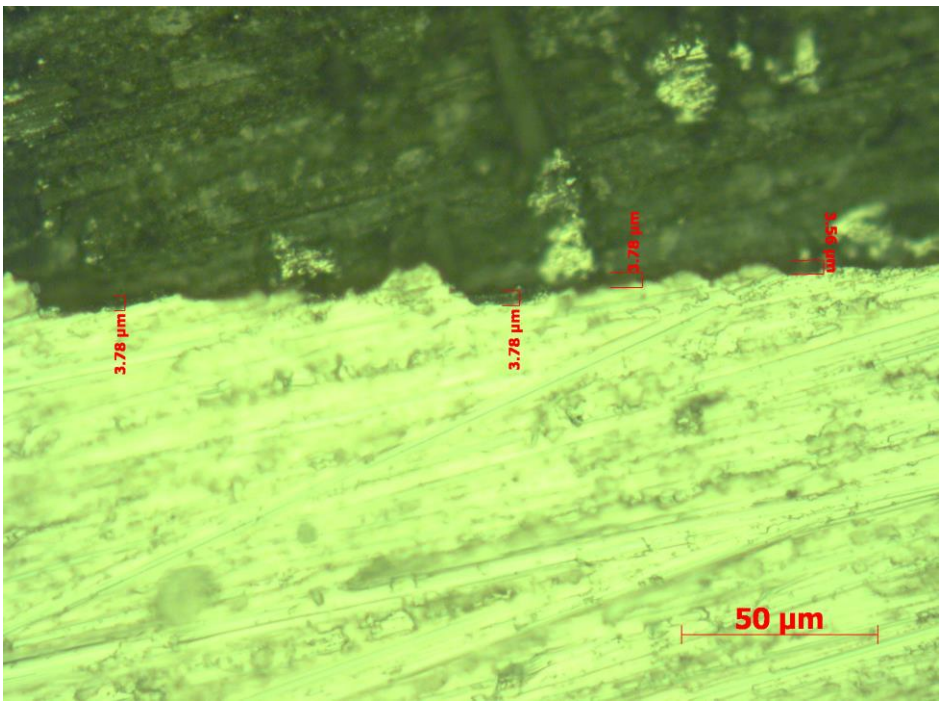

Fig.3.18 imagen a 5X, donde se aprecia el mínimo de espesor que se logró durante el proceso de anodizado con una concentración de H_2SO_4 al 20% en V/V.

Tabla.3.9 Datos de mediciones obtenidos mediante (MO).

Tiempo de inmersión	Espesores logrados
10 min	**3.57 µm**
15 min	**6.81 µm**
25 min	**9.42 µm**
35 min	**12.11 µm**
45 min	**15.74 µm**
60 min	**20.04 µm**

Para los resultados obtenidos mediante Microscopia Electrónica de Barrido, se presentaron los resultados que se presentan a continuación (tabla.3.10):

Tabla.3.10 Resultados de los espesores obtuvieron en una concentración al 20% de H_2SO_4.

Tiempo de inmersión	Espesores logrados
10 min	**3.84 µm**
15 min	**6.92µm**
25 min	**9.72 µm**
35 min	**12.35 µm**
45 min	**15.61 µm**
60 min	**20.57 µm**

Como se pudo observar, el crecimiento de la capa anódica fue inferior a los anteriores en el mismo lapso de tiempo es decir 10 minutos, en las imágenes (fig. 3.18 y 3.19) se muestra que, con una intensidad de corriente de 1A, un potencial suministrado de 4V y una concentración de electrólito de 20% de ácido sulfúrico por 80% de agua bi-destilada, no creció como en los casos de concentraciones más bajas.

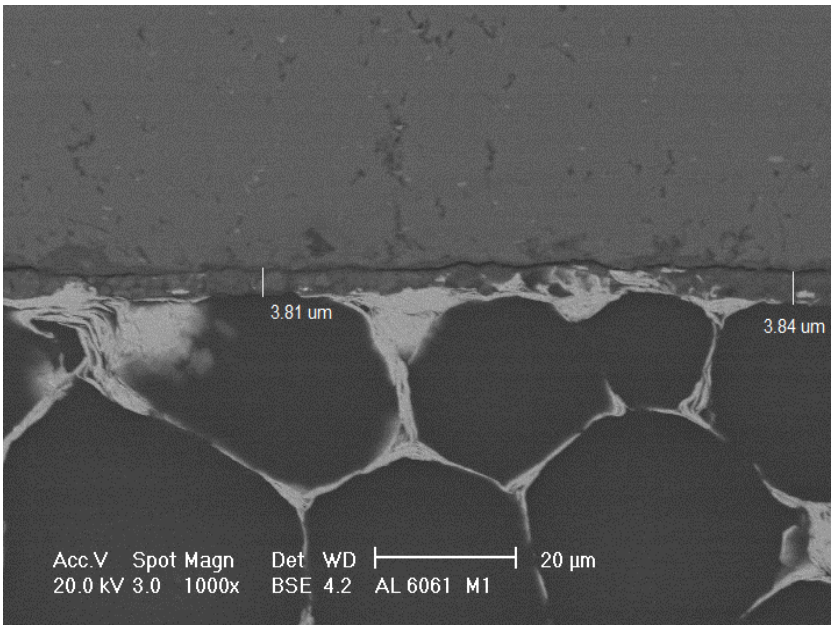

Fig.3.19 Imagen donde se observa el crecimiento de capa durante el proceso de anodizado a 20%, 10min, 1A y 4V, BSE a 1000X.

Para la última prueba de análisis se realizó la micro dureza a la probeta generada en la condición de 20% en Vol. de ácido sulfúrico, 60 minutos de inmersión, 1 Ampere y 4 Volts el requerimiento mínimo de espesor para realizar la prueba de micro dureza es de 30 µm, ya que es por lo general el tamaño mínimo promedio de la huella que produce el indentador así en este último caso de estudio, se decidió no aplicar el ensayo de microdureza.

El relación a la topografía del recubrimiento, se presentó una rugosidad mínima esto puede indicar que el crecimiento de la capa anódica se iba presentando con mayor lentitud o puede indicar que posiblemente se presentó algún desprendimiento de capa al no ser tan estable e uniforme, en comparación con la de las concentraciones anteriores, aun con los parámetros máximos de operación es decir 60 minutos de inmersión, 1 A y 4V. (fig.3.20).

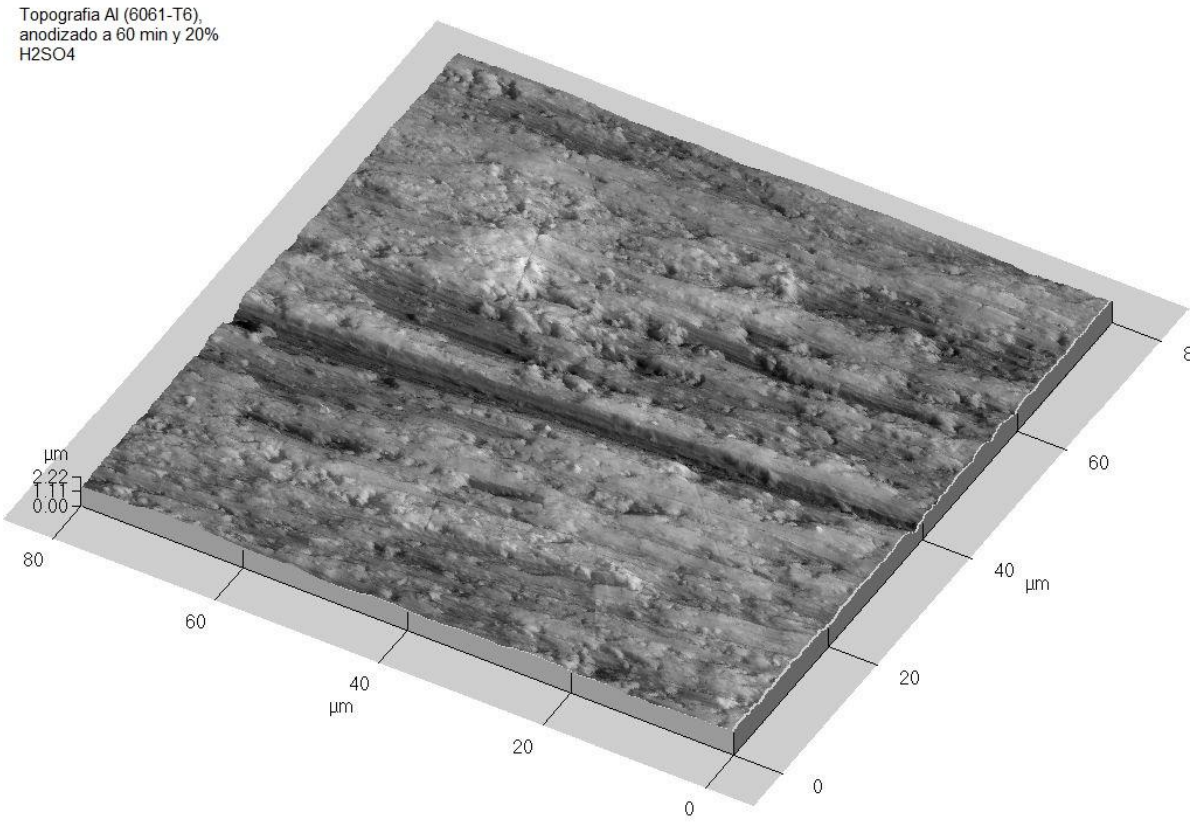

Fig.3.20 Imagen donde se muestra la superficie anodizada a 60 min y 20% de H_2SO_4. AFM.

Después de recopilar la información del crecimiento de espesor a las diferentes concentraciones del electrolito, se pudo graficar el comportamiento que se presentó y se pudo relacionar el tiempo de inmersión con el espesor obtenido, esto se observa en la siguiente imagen (fig.3.21).

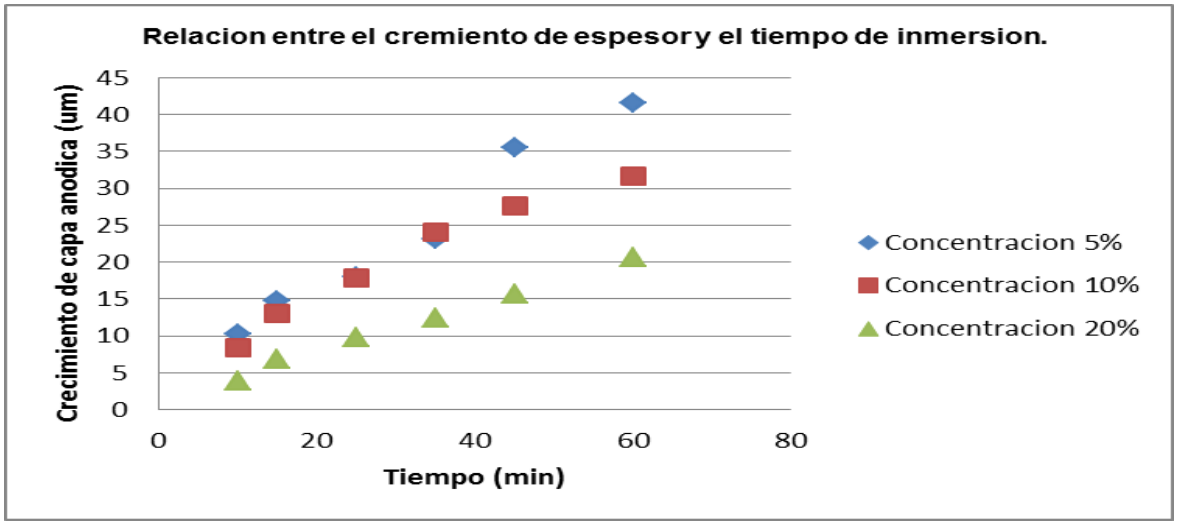

Fig.3.21 Grafico donde se presenta la comparación de crecimiento de espesor en distintos lapsos de tiempo y diferentes concentraciones de electrolito.

Otro resultado que se pudo identificar durante la experimentación fue que existía un aumento de densidad de corriente hasta su un punto de estabilización propuesta por el potenciostato, la capa pasiva crece de manera importante y efectiva, es decir el crecimiento de espesor es directamente proporcional a aumento de densidad de corriente (fig.3.22), para la concepción de este grafico se tomaron valores promedios de los 3 casos de estudio.

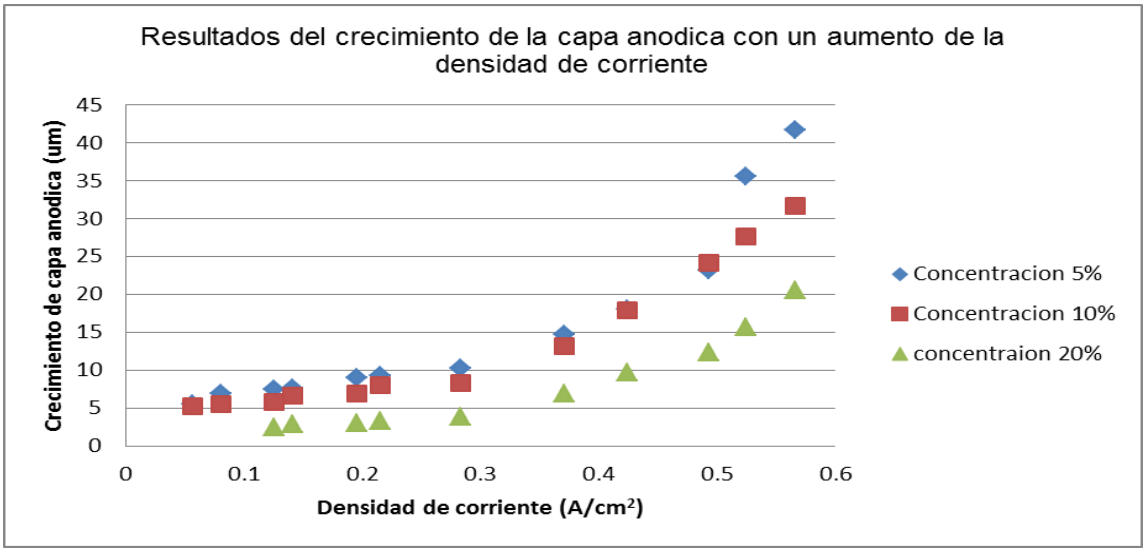

Fig.3.22 Gráfico donde se observa la correlación del aumento de la densidad de corriente y el crecimiento de espesor de capa.

Gracias a las gráficas anteriores (fig.3.21 y fig.3.22), se logró obtener unos modelos matemáticos que relaciona de manera lineal el crecimiento de la capa anódica con respecto a la concentración del electrolito y otros que la relación con la intensidad de corriente aplicada.

- **Para la primera grafica (fig. 3.21),este fue el resultado de modelado de acuerdo a cada concentración de electrolito; para la concentración de 5% fue: Y[µm]=0.6418[µm/min] *X [min] +3.5482**
- **Para la concentración de 10% la ecuación representativa es: Y[µm]=0.4646[µm/min] *X [min] +5.7408**
- **Y para 20% la ecuación que vincula le crecimiento de espesor de capa con el tiempo de inmersión quedo modelada como: Y[µm]=0.3189 [µm/min] *X [min] +1.4018.**

- **Para el modelo que se obtuvo del grafico (fig.3.22), para un 5% en concentración de electrolito, la ecuación que relaciona el crecimiento de capa anódica con la densidad de corriente proporcionada está dada por; Y[µm]=59.923[(cm^2*µm)/A] *X [A/cm^2] – 1.633.**
- **Para el caso del 10 % esta ecuación que relaciona las variables antes mencionadas estuvo dada por; Y[µm]=50.23 [(cm^2*µm)/A] *X [A/cm^2] – 1.177.**
- **Y para el último caso de prueba 20% se obtuvo que la relación era la siguiente; Y[µm]=36.473[(cm^2*µm)/A] *X [A/cm^2] – 4.1324.**

Para el análisis topográfico que se efectuó, solo se estudiaron las 3 probetas que se consideraron que contaban con las propiedades más representativas de cada proceso de anodizado es decir a 5, 10 y 20 % en Vol., de ácido sulfúrico. El análisis topográfico de las otras pruebas a tiempos menores de inmersión se realizaron pero no se percibió gran diferencia superficial entre la de 10 minutos a la de 60 minutos de inmersión, los resultados, donde se observa que existe una diferencia en la rugosidad aparente solo se concibió variando la concentración de 5% en V/V de ácido sulfúrico a la obtenida a una concentración de 20% Vol., de ácido sulfúrico.

3.4 ANÁLISIS QUIMICO DE LAS CAPAS ELABORADAS.

Para la confirmación de que efectivamente fuera una capa de óxido de aluminio lo que crecía sobre el sustrato, se implementó el análisis químico con el cual se confirmó que existía presencia de oxígeno y aluminio en la capa analizada. Para este proceso de análisis se realizaron en tres partes de la probeta, una de estas zonas de análisis era la capa base o sustrato, la segunda zona de análisis fue una interface o fase de transición donde en teoría se observaría la poca presencia de oxígeno y en la última zona de análisis que tendría que estar conformada de alúmina (Al_2O_3).

Los resultados que se obtuvieron en la primera zona de análisis es decir en la zona base o sustrato se observan en las 2 imágenes subsiguientes (fig.3.23) con los porcentajes evidenciados de cada elemento presente en el análisis químico, (tabla. 3.11) donde se expresan los porcentajes en peso y porcentaje en masa atómica de cada elemento presente en el análisis.

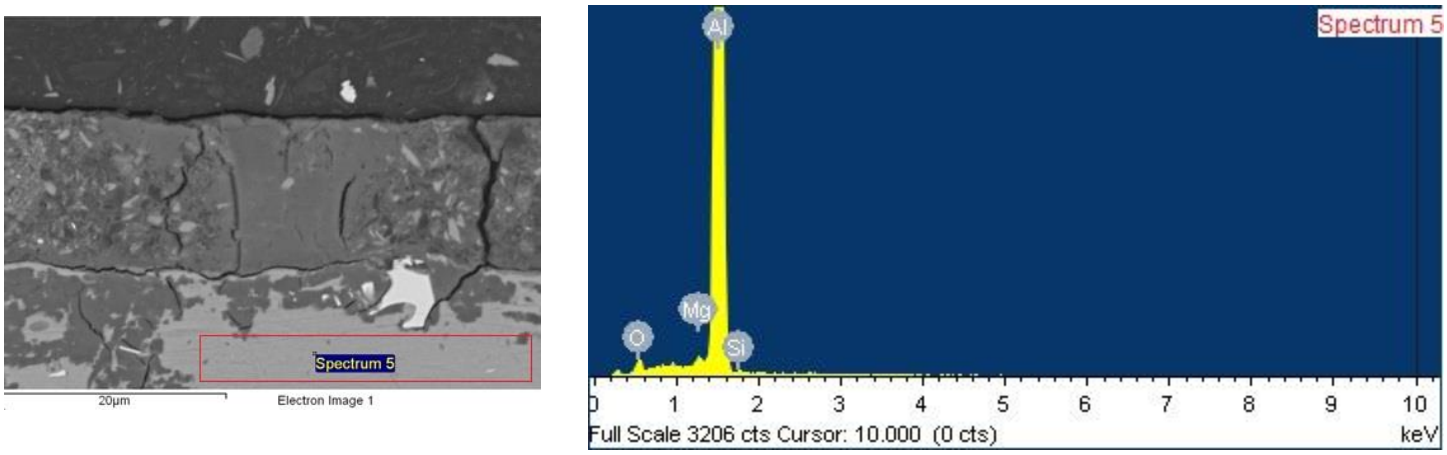

Fig.3.23. Imágenes, a la izquierda se observa la zona donde se realizó el análisis químico y a la derecha el grafico en donde se observa el espectro resultante que indica que elementos se encuentran presentes.

Tabla. 3.11. Análisis químico en peso y masa atómica de cada elemento presente en la zona del material base.

Elemento	% Peso	%atómico
O	2.99	4.94
Mg	0.37	0.40
Al	96.26	94.30
Si	0.38	0.36
Total	100.00	

Como se mencionó anteriormente los resultados presentados se obtuvieron por el análisis de región es decir en una zona específica elegida y en el otro, en una análisis puntual de una región seleccionada, en las imágenes anteriores donde se ilustra los resultados del análisis químico se puede observar que predomina en un mayor porcentaje el elemento aluminio, seguido del magnesio y silicio, confirmando con esto que se trata de una aleación de Al (6061).

Para la zona de análisis dos, la interface o fase de transición se efectuó el mismo procedimiento de análisis, la primera consistió en seleccionar una región y efectuar el análisis (fig3.24), dando como resultado la aparición de pequeñas proliferaciones de oxígeno en esta región estudiada como se puede observar en el representativo (tabla 3.12).

El resultado que se obtuvo en el análisis de forma puntual de la misma región que anteriormente se había realizado, un análisis por zona, se presenta en la foto (fig.3.25) y en el representativo (tabla.3.13) donde en ambos casos de resultados se puede observar claramente la presencia de elemento oxígeno en bajas proporciones.

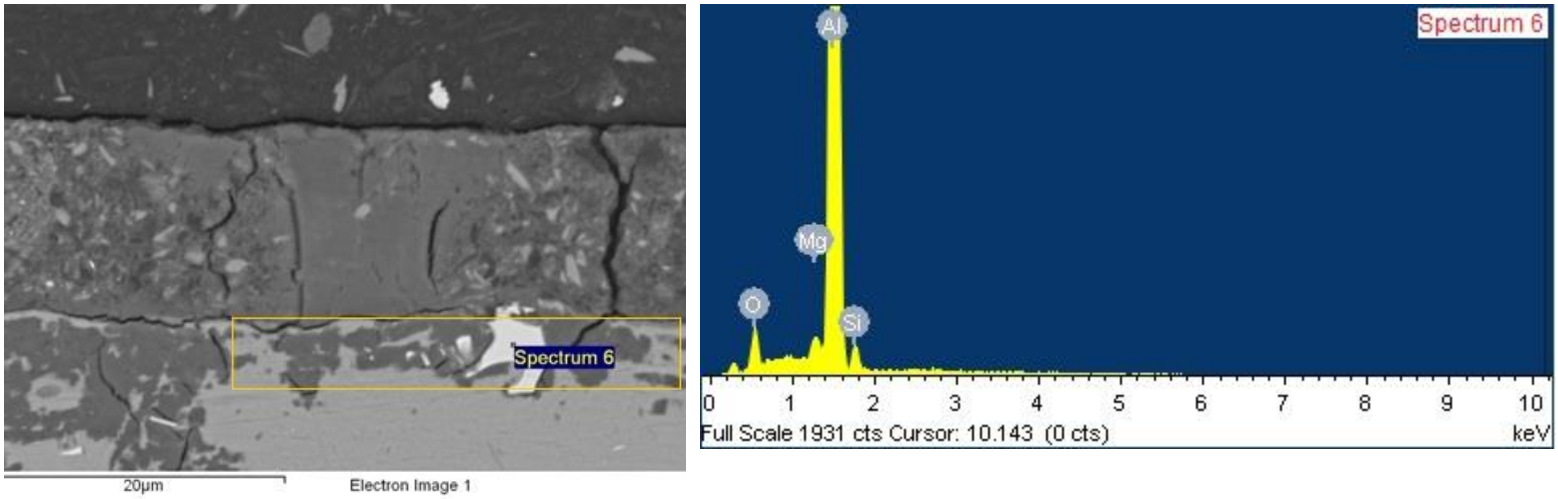

Fig. 3.24. Imágenes, del lado izquierdo se observa el análisis por zona que se realizó a la fase de transición y del lado derecho los componentes presentes en dicho análisis.

Tabla.3.12. Porcentajes registrados durante el análisis químico en una región en la zona de transición.

Elemento	% Peso	% atómico
O	5.51	8.96
Mg	0.65	0.70
Al	91.82	88.48
Si	2.01	1.86
Total	100	

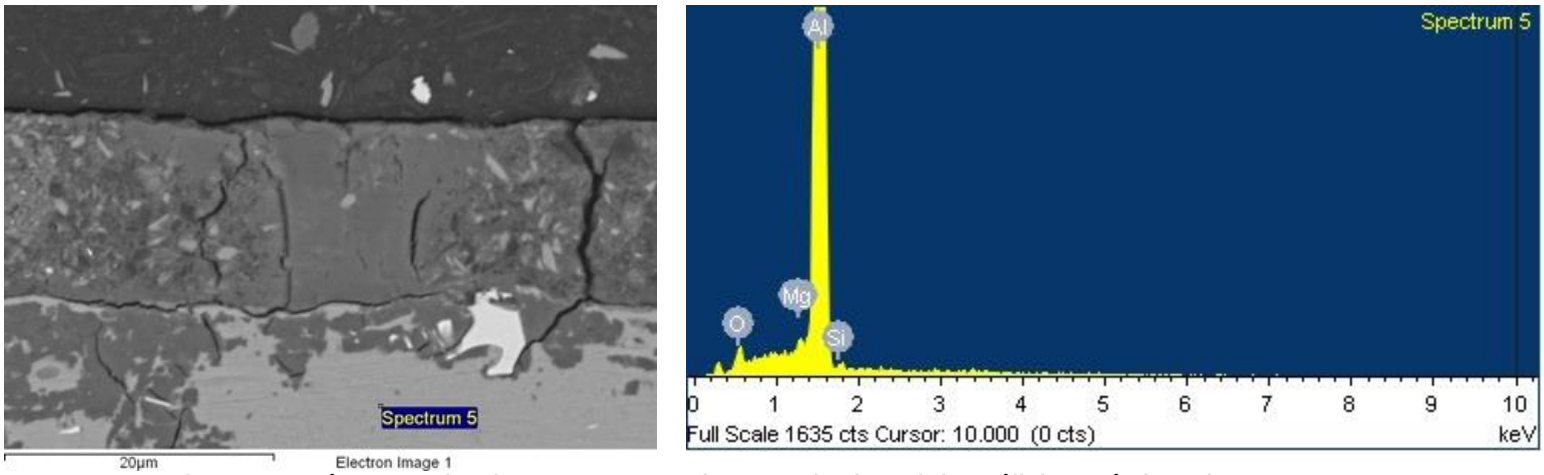

Fig.3.25 Imágenes donde se muestra los resultados del análisis químico de manera puntual en la zona de transición.

Tabla. 3.13 Porcentajes registrados durante el análisis químico de manera puntual en la zona de transición.

Elemento	% Peso	% atómico
O	2.25	3.73
Mg	0.28	0.30
Al	97.17	95.68
Si	0.30	0.28
Total	100	

En el tercer caso de análisis, se realizó en una zona donde se observó consolidación de lo que se presume es la capa anódica. La zona que se seleccionó, fue justo al centro de la probeta en donde el crecimiento del recubrimiento se observa con mayor uniformidad, ya que a las orillas, es decir al alejarse del centro de la probeta, la capa anódica se presentaba de manera más delgada a comparación de la lograda en el centro de la muestra. En la zona céntrica podría encontrarse un espesor de 41.62 µm y en las bordes donde terminaba la zona pasiva, se encontró un espesor de 39.82 µm.

Los resultados que se presentaron en la tercera zona de estudio, en su análisis por zona se presentan en la imagen (fig.3.26), donde se puede observar que existe una gran cantidad de oxígeno, esto evidencia que efectivamente se trata de una capa anódica conformada por aluminio y oxígeno (tabla 3.14).

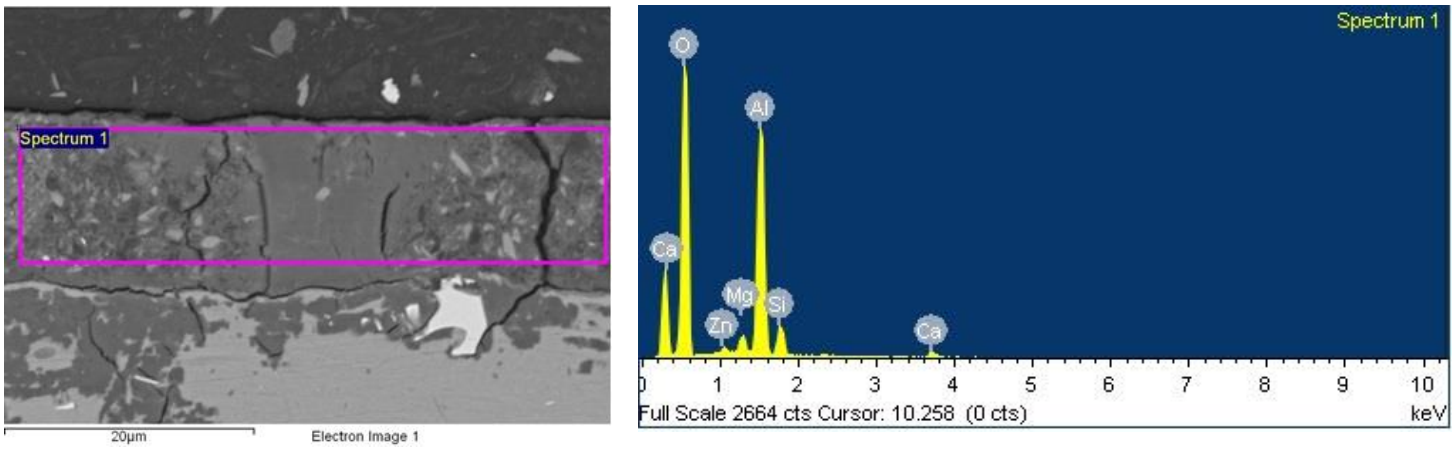

Fig.3.26. Imágenes donde se observa del lado izq. el análisis por zona que se realizó a la capa anódica consolidada y del lado derecho el espectro que reporta los componentes químicos de la que está compuesta.

Tabla.3.14. Porcentajes registrados durante el análisis químico por zona de la capa anódica ya formada.

Elemento	% Peso	% atómico
O	61.05	73.33
Mg	1.98	1.57
Al	28.19	20.08
Si	5.05	3.46
Ca	2.60	1.25
Zn	1.12	0.33
Total	100	

Para el análisis en forma puntual, los resultados arrojaban que efectivamente existía la presencia significativa de oxígeno en esta capa analizada (fig.3.27), y que en cantidades porcentuales se asentaba una presencia del 42.45 % en peso de oxígeno y un 33.45 % de aluminio (tabla 3.15), por lo que se confirmó que se trataba de una película de óxido de aluminio (Al_2O_3).

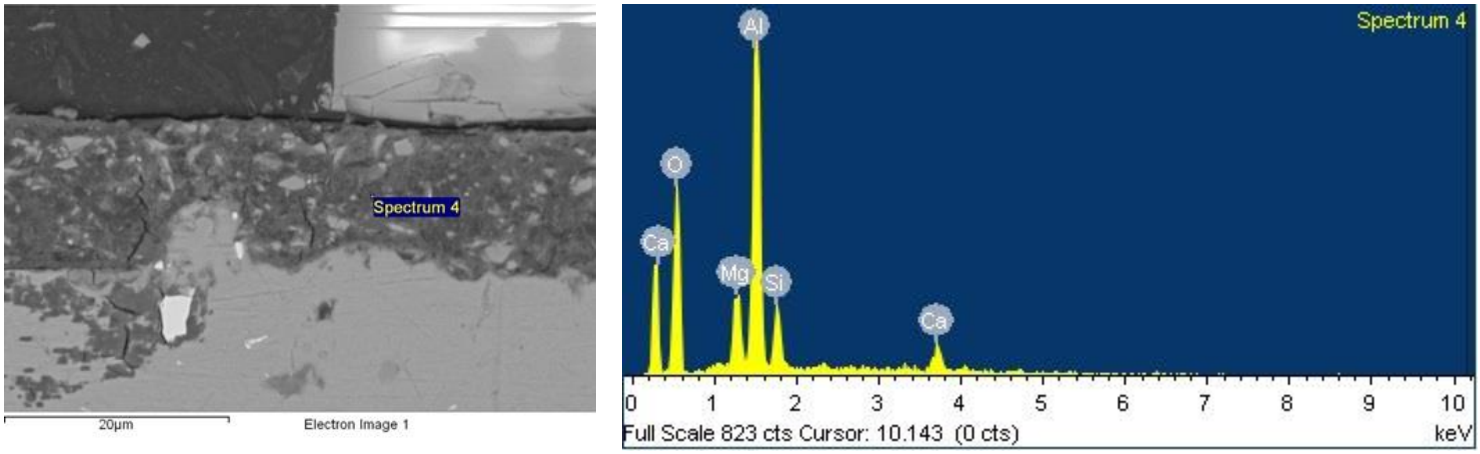

Fig.3.27 Imágenes donde se visualizan los resultados obtenidos durante el análisis químico de manera puntual sobre la capa anódica, de lado izq. zona analizada y del lado der. elementos presentes.

Tabla. 3.15. Porcentajes registrados durante el análisis químico de manera puntual en la zona donde se formó por completo la capa anódica.

Elemento	% Peso	% atómico
O	42.45	56.50
Mg	6.77	5.93
Al	33.45	26.40
Si	8.67	6.57
Ca	8.65	4.60
Total	100	

Con estos resultados se puede realizar una comparación de los elementos que se pueden presentar tanto en la forma de estudio perimetral y en la forma de estudio puntual, dando como resultado, confirmaciones de los elementos presentes durante el mapeo, en este caso una presencia de alto porcentaje de oxígeno seguido de aluminio, más los elementos aleantes presentes en la aleación de trabajo aluminio 6061, conlleva a afirmar que se logró un crecimiento de una capa conformada, muy probablemente, en forma primordial, por óxido de aluminio (Al_2O_3), sobre el sustrato de aluminio-magnesio-silicio.

CAPITULO IV
CONCLUSIONES

A las conclusiones que se llegó en el presente trabajo se exponen a continuación, las primeras se enfocará en la preparación de las muestras previo al proceso de anodizado, la segunda parte se enfocará a lo logrado durante y posterior al proceso de anodizado.

- La preparación superficial de los especímenes, previo al proceso de anodizado, es un factor esencial ya que si la superficie ya que si no se presenta una adecuada rugosidad, una buena limpieza (desengrase y remoción de impurezas), no crecerá de manera uniforme la capa y afectara de forma directa a la adherencia de la capa sobre el sustrato.
- El decapado es otro paso importante, ya que con este proceso previo se logra retardar la aparición de la capa de óxido natural que se forma en contacto con el medio ambiente, la cual afecta en la adherencia y crecimiento de la capa anódica que se forma de manera artificial, este proceso se logró sumergiendo las muestras en ácido sulfúrico al 3% en Vol., lo que permitió detener por un lapso de tiempo moderado en lo que se realiza el proceso de anodizado sobre la muestra de trabajo.

- Los otros parámetros óptimos para que se lograra el crecimiento de capas de espesores mayores a 30 μm de óxido de aluminio, estuvieron dados por la utilización de un electrolito al 5% en Vol., de ácido sulfúrico (H_2SO_4) mas, el suministro estable de un potencial 4 Volts, aunado con una intensidad de corriente estable a un 1 Ampere o lo más cercano a este valor, por ultimo mantenerlo a un tiempo de inmersión de 60 minutos.
- Se logró generar películas de óxido de aluminio con potenciales e intensidad de corriente relativamente bajos a comparación de los implementados en los procesos industriales.
- Se denota también que es directamente proporcional el aumento de la densidad de corriente con el crecimiento de la capa anódica y ésta se mejora si se llega a una

estabilización rápida para posteriormente mantenerla constante hasta que culmine el tiempo de inmersión propuesto.

- ❖ Se pudo obtener algunos modelos matemáticos en los que se relaciona la intensidad e corriente y tiempo de inmersión con el crecimiento de capa anódica para así poder llevar un control del crecimiento de espesor deseado.

Después de presentarse el crecimiento de espesor de capa en diferentes magnitudes se pudo establecer:

- Una de las propiedades mecánicas superficiales que se logró mejorar esencialmente, fue la micro dureza la cual se logró un aumento del 43% aproximadamente, con respecto a la dureza del sustrato es decir a la de la aleación 6061-T6, pero en comparación con el valor estimado para el óxido de aluminio se encuentra dentro de los valores publicados ya que estos valores oscila entre 150 a 170 HV 60 y se logró un valor de 169 en promedio.
- Se logró una apariencia estética sin necesidad de someter los especímenes a un proceso posterior de teñido al proceso de anodizado, ya que este teñido natural se logró controlando 2 factores durante el proceso de anodizado estas fueron, la intensidad de corriente y el potencial aplicado.

Referencias.

1. Lizarbe, R., “Oxidación anódica, coloración y sellado del aluminio”, Teoría y Práctica de la Lucha Contra la Corrosión, Consejo Superior de Investigaciones Científicas (C.S.I.C.), 1°Edición, Grafimad.S.A., Madrid, (1984).

2. Wernick, S., Pinner, R., Sheasby, P. G., “The Surface Treatment and Finishing of Aluminium abd its Alloys”, Ed. 5ª, Vol.2, pp. 112-140,England, 1996.

3. Ricardo Orozco., “Corrosión fenómeno natural, visible y catastrófico”, Revista de divulgación científica y tecnológica de la Universidad de Veracruz, Vol. XX No. 2, 2005.

4. Hufnagel, W., “Manual del Aluminio”, 2ª Edición, Reverté, España, (1992). of Aluminium and its Alloys”, Cap.9 y 11, 5a Edición, Vol. 1, ASM International Metals Park, Ohio, USA., Finishing Publications Ltd., England, (1987).

5. Feliu, S., Adrade, Ma. , “Corrosión y protección metálica”, Vol. 1, Consejo superior de Investigación Científica, pp. 635-730, 2000.

6. ASM Specialty Handbook, “Aluminum and Aluminum Alloys”, 1ª Edición, Ed. ASM International, United Stated, (1998).

7. Ferrer, G. C., Amigo, B. V., “Aleaciones ligeras”, Tecnología de materiales, pp.23-54, Ed. Universidad Politécnica de Valencia, 2001.

8. De Garmo, E. P., Black, J.T., “Materiales y procesos de fabricación Vol.1”, 2ª Edición, Ed. Reverte, 2003.

9. Fedotiev, N. P., “Electropulido y anodización de metales”, pp. 286-320, Ed. Gustavo Gilli, S.A., Barcelona, 1989.

10. Csokán, P., “Some Observations on the Growth Mechanism of Hard Anodic Oxide Coatings on Aluminium”, 6th International Metal Finishing Conference, Vol. 41, pp. 51-56, (1964).

11. Scott, B. A., “Decorative and Protective Finishes Produced on Aluminium by Hard Anodizing” , Trans. Institute Metal Finishing,, Research Laboratories British Aluminium Co Ltd, Vol 43, pp.1-8, Chalfont Park, Buckinghamshire, (1965).

12. Thompson, G. E. y Wood, G. C., “Anodic Films on Aluminium”, Treatise on Material Science and Technology, 1ª Edición , Vol. 23, Cap. 5, Ed. J. C. Scully, Academic Press, London, (1983).

13. Bailey, G. and Wood, G. C., “The Morphology of Anodic Films Formed on Aluminium in Oxalic Acid”, Trans. Inst. Metal Finish, Vol. 52, pp.187-199, (1974).

14. Dirección general de normas, “Normas para recubrimientos y acabados”, Comité técnico de normalización nacional del aluminio y sus aleaciones, D. O. F, 18 de marzo de 2004.

15. J. V., “Anodización del titanio para la mejora ante la degradación química de material quirúrgico”, Universidad Politécnica de Cataluña Barcelona, Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, pp. 24-30, 2004.

16. Barajas. R., “Desarrollo de un proceso de anodizado electrolítico sobre duraluminio en H_3PO_4 con electrodeposición de níquel”, Scientia et Technica, Universidad Tecnologica de Pereira, pp. 279-283, 2007.

17. Elvers B, Hawkins S. Ullman´s Encyclopedia of Industrial Chemistry;Vol. 24; Quinta edición, Editorial VCH; New York, USA; 1989.

18. Enviroment Protection Agency (EPA). Sulfuric Acid Chemical Profile and Emergency First Aid Treatment. Abril 26 del 2003.

19. Centro de Información de Seguridad sobre Productos Químicos, “Hoja de datos de seguridad Ácido Sulfúrico”, pp. 1-5, 2005

20. Douglas, A. Skoog., F. James Hollery., “Microscopia Electrónica de Barrido y microscopia de sonda de barrido”, Principios de análisis instrumental, sexta edición, Ed. Cengage Learning, pp. 607-621, 2008.

21. Vázquez, Nin, G., Echeverria, O., “Introducción a la Microscopia Electrónica Aplicada a la Biología”, Primera edición, Ed. Fondo de Cultura Económica, 2000.

22. González, Mancera, G., Noguez, Amaya, M., “Principios de microscopía electrónica de barrido y microanálisis por rayos X característicos”, Primera edición, Ed. Facultad de Química, UNAM, 2006.

23. Vaamonde, Vázquez, J.,De Damborenea, González, J., “Ciencia e Ingeniería de las Superficies de los Materiales Metálicos”, Primera edición, Ed. CSIC, 2001.

24. Albella, J., M., Cintas, A., M., Introducción a la Ciencia de Materiales, “Microscopia óptica, electrónica y por efecto túnel”, pp. 555-590, Primera edición, Ed. CSIC, 1993.

25. Morral, F., R., Metalurgia General, “Métodos Metalográficos”, Tomo II, pp. 710-734, Ed. Reverté S.A., 2009.

26. Gil, Mur, F., Manero, Planella, M., Metalografía, “Preparación de muestras para visualización con técnicas de microscopia”, pp. 20-33, Primera edición, Ed. UPC, 2005.

27. A.,Giudice, C., M., Pereyra, A., Protección de materiales, “Anodizado de Aluminio”, Universidad Tecnológica Nacional, Facultad Regional la Plata, pp. 1-22, 2003.

28. Hurtado, M., Álvarez, J., The Anodic Oxidation of Aluminium: Fabrication and Characterization, Universidad Autónoma de Madrid, Facultad de Ciencia, Departamento de Química-Física Aplicada, pp. 153- 162, 2007.

29. Pérez, G., J., Vidal, G., M., Valoración de los principales parámetros que definen la calidad de las superficies anodizadas en piezas de aluminio para la construcción, Universidad de Vigo, España, Área de Ingeniería de los Procesos de Fabricación, pp. 21-26, 2003.

30. Brace, S., P., G., Sheasby, “The Technology of Anodizing Aluminium”, Segunda edición, Capitulo 16, Ed. Technicopy Limited, England; 1979.

31. Hao, L., “Sealing Processes of Anodic Coatings-Past, Present, and Future”, Aluminium Finishing, METALAST International Inc., pp. 1-11, 2000.

32. Bartolomé, Ma., Contribution of electron microscopy to the study of sealing processes in oxalic anodized aluminium, Revista de Metalurgia, No. 43, pp. 209-214, 2007.