

**EFFECTO DE LA SOLUCIÓN DE ANODIZADO EN LA FORMACIÓN DE  
PELÍCULAS ANÓDICAS EN LA ALEACIÓN AA 7075**

**JHAROLD NAVARRO BARÓN**

**LINA PATRICIA GAITÁN CARO**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER**

**FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO-QUÍMICAS**

**ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE LOS MATERIALES**

**BUCARAMANGA**

**2013**

**EFFECTO DE LA SOLUCIÓN DE ANODIZADO EN LA FORMACIÓN DE  
PELÍCULAS ANÓDICAS EN LA ALEACIÓN AA 7075**

**JHAROLD NAVARRO BARÓN**

**LINA PATRICIA GAITÁN CARO**

**Tesis de grado, presentada como requisito para optar al título de Ingeniero  
Metalúrgico**

**Directora:**

**Ph.D SANDRA JUDITH GARCÍA VERGARA**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER**

**FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO-QUÍMICAS**

**ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE LOS MATERIALES**

**BUCARAMANGA**

**2013**

## **DEDICATORIA**

*Con toda la humildad dedico este trabajo principalmente a **Dios**, por haberme dado la vida y fortaleza para llegar hasta este momento tan importante de mi formación profesional.*

*A mi madre **Omaira Barón**, quien me educo con buenos hábitos y valores, mostrando su perseverancia y dedicación en todo momento, por demostrarme siempre su cariño y apoyo incondicional. Te amo mamá.*

*A mi padre **Lumar Navarro**, a pesar de nuestra distancia siento que gracias a ti forme un carácter fuerte e independiente.*

*A mi hermano **Alejandro Cañas**, porque te quiero mucho y espero ser un buen ejemplo en tu formación.*

*A toda mi familia, porque me han brindado su apoyo incondicional y por compartir conmigo mis alegrías y tristezas.*

*A mi amigos más cercanos **Carlos Galán, Andrea Pabón, Leidy Quintero, Gabriela Acevedo**, porque de cada uno de ustedes he aprendido muchas cosas y me han motivado en los días difíciles.*

*A mi amiga y compañera de tesis **Lina Gaitán**, por su entrega y dedicación a este trabajo.*

**Jharold Navarro Barón**

## **DEDICATORIA**

*Primero que todo a **Dios**, por mi vida y las bendiciones con que cada día me cobija a mí y a mis seres queridos y por permitirme celebrar este logro con cada uno de ellos.*

*A mis nonitos **Lucila Arenas y Héctor Gaitán**, por todo el apoyo y ayuda incondicional en mi vida hasta ahora, por ser los mejores nonos que pudiera desear, los quiero mucho, mil gracias.*

*A mi madre **Cristina Caro**, por siempre estar conmigo en todo momento alentándome y cuidándome, por ser mi gran motivación y un gran ejemplo a seguir, la amo muchísimo.*

*A mi padre **Luis Emiro Gaitán**, por su ayuda en todo este proceso y en mi vida diaria.*

*A mi hermano **Andrés Felipe Gaitán** y demás familiares, por todo su apoyo, los quiero.*

*A mi novio **Ramón Alexis** y a mis mejores amigas y amigos **Gabriela Acevedo, Dayana Vélez, Andrés Quintero y Andrés Gómez**, infinitas gracias por todas sus palabras de ánimos, apoyo, comprensión y por siempre estar hay para mí en los mejores y peores momentos, los quiero mucho.*

**Lina Patricia Gaitán Caro**

## **AGRADECIMIENTOS**

Primero que todo queremos agradecer a Dios, por habernos permitido culminar este logro tan importante en nuestras vidas.

Al proyecto “5455, Desarrollo de recubrimiento anódicos sobre una aleación Al-Cu para su potencial aplicación biomédica” por la financiación de nuestro trabajo de investigación.

A la profesora Sandra Judith García Vergara, por todo su apoyo y acompañamiento en este proceso.

A los profesores Darío Yesid Peña, Custodio Vásquez y al Grupo de Investigación de Corrosión (GIC), por sus asesorías y préstamos de equipos para la realización de las pruebas.

A los Ingenieros David Quintero y Andrés Felipe Quintero, por toda su incondicional ayuda.

A todo el personal de la escuela de Ingeniería Metalurgia, en especial sus técnicos Ambrosio Carrillo, Domingo y Javier Gaitán, por toda la colaboración y disposición de ayuda prestada en todo momento.

## TABLA DE CONTENIDO

	<b>Pág.</b>
<b>INTRODUCCIÓN</b> .....	17
<b>1. OBJETIVOS</b> .....	19
1.1. OBJETIVO GENERAL .....	19
1.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	19
<b>2. MARCO TEÓRICO</b> .....	20
2.1. ALUMINIO Y SUS ALEACIONES .....	20
2.2. ALEACIÓN AA 7075 .....	22
2.2.1. Composición química .....	22
2.2.2. Propiedades mecánicas y resistencia a la corrosión.....	23
2.3. CORROSIÓN DEL ALUMINIO .....	24
2.4. MÉTODOS DE PROTECCIÓN CONTRA LA CORROSIÓN PARA LAS ALEACIONES DE ALUMINIO.....	25
2.4.1. Oxidación anódica.....	25
2.4.1.1. Estructura y propiedades de los recubrimientos anódicos.....	27
2.4.1.2. Formación y mecanismo de crecimiento del poro .....	28
2.4.1.2.1. Modelo de disolución química .....	28
2.4.1.2.2. Modelo flujo plástico.....	29
<b>3. METODOLOGÍA</b> .....	30
3.1. PREPARACIÓN SUPERFICIAL.....	31
3.2. OXIDACIÓN ANÓDICA.....	32
3.3. MEDIDAS DE ESPESOR.....	33
3.4. CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA .....	34
3.5. PRUEBAS DE INMERSIÓN.....	34
3.6. MICROSCOPIA ÓPTICA .....	34
<b>4. RESULTADOS Y ANÁLISIS</b> .....	35
4.1. CARACTERIZACIÓN INICIAL .....	35

4.2. CURVAS DENSIDAD DE CORRIENTE – TIEMPO .....	36
4.2.1. Solución de ácido sulfúrico .....	36
4.2.2. Solución de ácido fosfórico .....	37
4.2.3. Solución de ácido crómico .....	39
4.3. MEDICIÓN DEL ESPESOR DE LAS PELÍCULAS ANÓDICAS .....	40
4.4. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM) .....	43
4.5. INMERSIÓN DE LAS CAPAS ANÓDICAS EN SOLUCIÓN CON 0.60% NaCl Y 0.40% ÚREA.....	50
4.5.1. Inspección visual de las probetas anodizadas sin inmersión.....	50
4.5.2. Inspección visual de las probetas anodizadas e inmersas en solución 0.6% NaCl y 0.4% de Úrea. ....	51
4.6. MICROSCOPIA ÓPTICA DE LAS PROBETAS ANODIZADAS EN ÁCIDOS SULFÚRICO, FOSFÓRICO Y CRÓMICO E INMERSAS DURANTE 10, 20 Y 30 DIAS EN SOLUCIÓN SALINA 0.6% NaCl Y 0.4% ÚREA.....	53
<b>5. CONCLUSIONES .....</b>	<b>61</b>
<b>6. RECOMENDACIONES .....</b>	<b>63</b>
<b>REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>64</b>

## LISTA DE FIGURAS

	Pág.
<b>Figura 1.</b> Efecto dimensional del anodizado. ....	26
<b>Figura 2.</b> Diagrama esquemático de la Alúmina tipo barrera (izquierda) y de la Alúmina tipo porosa (derecha).....	27
<b>Figura 3.</b> Representaciones esquemáticas de la estructura de (a) una celda individual asimétrica (b) de varias celdas con estructura hexagonal ideal.....	28
<b>Figura 4.</b> Metodología usada para el desarrollo del presente trabajo de investigación. ....	30
<b>Figura 5.</b> Esquema de las muestras utilizadas.....	31
<b>Figura 6.</b> Montaje de las celdas utilizadas para anodizar muestras de la aleación AA 7075 en a) $H_2SO_4$ y $H_3PO_4$ y b) $H_2CrO_3$ .....	33
<b>Figura 7.</b> Micrografías ópticas de la aleación AA 7075 a diferentes aumentos (a) 50X, (b) 100X y (c) 200X. Atacadas con reactivo keller.....	36
<b>Figura 8.</b> Curva densidad de corriente vs tiempo para la aleación AA 7075 anodizada en 0.4 M de ácido sulfúrico a 20 V por 1800, 3600 y 5400 s. ....	37
<b>Figura 9.</b> Curva densidad de corriente vs tiempo para la aleación AA 7075 anodizada en 0.4 M de ácido fosfórico a 40V por 1800, 3600 y 5400 s.....	38
<b>Figura 10.</b> Curva densidad de corriente vs tiempo para la aleación AA 7075 anodizada a 40 V en 0.25 M de ácido crómico a 40°C por 1800, 3600 y 5400 s...	39
<b>Figura 11.</b> Gráfica del espesor de la capa anódica Vs tiempo de inmersión.....	43
<b>Figura 12.</b> Micrografías SEM de la aleación AA 7075 anodizada a 1800 s en solución de 0.4M de ácido sulfúrico a 20 V.....	44
<b>Figura 13.</b> Micrografías SEM de la aleación AA 7075 anodizada a 1800s en solución 0.4 M de ácido sulfúrico a 20 V.....	45
<b>Figura 14.</b> Micrografías SEM de la aleación AA 7075 anodizada en solución 0.4M ácido fosfórico a 40 V durante a) 1800 s, b) 3600 s y c) 5400 s. ....	46

<b>Figura 15.</b> Micrografías SEM de la aleación AA 7075 anodizada en solución 0.4M de ácido fosfórico a 40 V durante a) 1800 s, b) 3600 s, c) 5400 s.....	47
<b>Figura 16.</b> Micrografías SEM de la aleación AA 7075 anodizada a 3600 s en solución 0.25 M de ácido crómico a 40 V a a) 2.000X, b) 60.000X y c) 120.000X.	48
<b>Figura 17.</b> Comparación del aspecto superficial de la aleación AA 7075 a) decapada y anodizada en b) ácido fosfórico, c) ácido crómico y d) ácido sulfúrico. .....	51
<b>Figura 18.</b> Fotografía de muestras de aleación AA 7075 anodizadas en ácidos (a) fosfórico, (b) crómico y (c) sulfúrico a 5400, 3600 y 1800 s respectivamente, luego de ser inmersas en una solución salina de 0.60% NaCl y 0.40% Úrea por 10 días. .....	51
<b>Figura 19.</b> Fotografía de muestras de aleación AA 7075 anodizadas en ácidos (a) fosfórico, (b) crómico y (c) sulfúrico a 5400, 3600 y 1800 s respectivamente, luego de ser inmersas en una solución salina de 0.60% NaCl y 0.40% Úrea por 20 días. .....	52
<b>Figura 20.</b> Fotografía de muestras de aleación AA 7075 anodizadas en ácidos (a) fosfórico, (b) crómico y (c) sulfúrico a 5400, 3600 y 1800 s respectivamente, luego de ser inmersas en una solución salina de 0.60% NaCl y 0.40% Úrea por 30 días. .....	52
<b>Figura 21.</b> Micrografía óptica de la superficie de la aleación AA 7075 decapada en solución de 0.5M NaOH a 60°C por 120 s. ....	54
<b>Figura 22.</b> Micrografía óptica de la superficie de la aleación AA 7075 anodizada en ácidos (a) fosfórico, (b) crómico y (c) sulfúrico a 5400, 3600 y 1800 s, respectivamente.....	55
<b>Figura 23.</b> Micrografía óptica de la superficie de la aleación AA 7075 anodizada en ácidos (a) fosfórico, (b) crómico y (c) sulfúrico a 5400, 3600 y 1800 s respectivamente, inmersas en una solución salina de 0.6% NaCl y 0.4% Úrea por 10 días. ....	56
<b>Figura 24.</b> Micrografía óptica de la superficie de la aleación AA 7075 anodizadas en ácidos (a) fosfórico, (b) crómico y (c) sulfúrico a 5400, 3600 y 1800 s respectivamente, inmersas en una solución salina de 0.6% NaCl y 0.4% Úrea por 20 días. ....	57
<b>Figura 25.</b> Micrografía óptica de la superficie de la aleación AA 7075 anodizadas en ácidos (a) fosfórico, (b) crómico y (c) sulfúrico a 5400, 3600 y 1800 s respectivamente, inmersas en una solución salina de 0.6% NaCl y 0.4% Úrea por 30 días. ....	58

## LISTA DE TABLAS

	Pág.
<b>Tabla 1.</b> Tipo de conformación de las aleaciones de aluminio. ....	21
<b>Tabla 2.</b> Composición de la aleación de aluminio.....	23
<b>Tabla 3.</b> Propiedades mecánicas en tracción.....	23
<b>Tabla 4.</b> Condiciones establecidas para la obtención de películas anódicas. ....	32
<b>Tabla 5.</b> Composición química específica de la aleación AA 7075.....	35
<b>Tabla 6.</b> Resumen de los parámetros obtenidos en las curvas densidad de corriente- tiempo para probetas de la aleación AA 7075 anodizadas en ácidos sulfúrico, fosfórico y crómico por 1800, 3600 y 5400 s.....	40
<b>Tabla 7.</b> Espesores de las capas anódicas formadas en ácidos sulfúrico, fosfórico y crómico sobre la aleación AA 7075 a 1800, 3600 y 5400 s. ....	41

## RESUMEN

**TITULO:** EFECTO DE LA SOLUCIÓN DE ANODIZADO EN LA FORMACIÓN DE PELÍCULAS ANÓDICAS EN LA ALEACIÓN AA 7075. \*

**AUTORES:** GAITÁN CARO, Lina Patricia y NAVARRO BARÓN, Jharold. \*\*

**PALABRAS CLAVES:** AA 7075, Anodizado, Ácido sulfúrico, Ácido fosfórico, Ácido crómico, Películas anódicas.

### DESCRIPCIÓN

Las propiedades mecánicas del aluminio se ven mejoradas por la adición de elementos aleantes como Zn, Mg y Cu, presentes en la aleación AA 7075; sin embargo, estos a su vez disminuyen la resistencia a la corrosión. Esta resistencia es mejorada mediante la aplicación del tratamiento de oxidación anódica (Anodizado), en el cual una solución electrolítica genera una capa de óxido de aluminio con características dependientes de factores como la composición de la aleación y el electrolito empleado, dichas características pueden conferir una acción más protectora, para potenciales usos como biomateriales. En este trabajo de investigación se estudia el efecto de la solución de anodizado en la formación de películas anódicas en la aleación AA 7075. Para ello se realizaron anodizados en soluciones de ácidos sulfúrico, fosfórico y crómico, a concentraciones y voltajes fijos por 1800, 3600 y 5400 s. Además, se efectuaron pruebas de inmersión en un ambiente salino agresivo por periodos hasta de 30 días. Los espesores de las películas anódicas se determinaron utilizando un medidor digital basado en el método de corrientes de Eddy, para la caracterización morfológica se utilizó la técnica de microscopía electrónica de barrido (SEM) y el estudio superficial de las pruebas en inmersión se efectuó mediante microscopía óptica. De lo anterior se observó mediante SEM que los anodizados en las tres soluciones ácidas producen películas anódicas porosa, así mismos se mostró que el diámetro de los poros está relacionado con el tipo de electrolito empleado. Además, se encontró que el espesor de estas películas anódicas depende de la acción del electrolito sobre las partículas intermetálicas y del tiempo de inmersión en el proceso de anodizado, generando mejores resultados en cuanto al espesor en las muestras anodizadas en ácido sulfúrico y en la resistencia a la corrosión en las muestras anodizadas en ácido crómico.

---

\*Proyecto de grado

\*\*Facultad de ingenierías Físicoquímicas. Escuela de ingeniería metalúrgica y ciencia de materiales.  
Directora: Ph.D. GARCIA VERGARA, Sandra Judith.

## ABSTRACT

**TITLE:** EFFECT OF THE SOLUTION OF ANODIZED IN THE FORMATION OF ANODIC FILMS IN ALLOY AA 7075.\*

**AUTHORS:** GAITAN CARO, Lina Patricia y NAVARRO BARÓN, Jharold. \*\*

**KEYWORDS:** AA 7075, Anodized, Sulfuric acid, Phosphoric acid, Chromic acid, Anodic films.

## DESCRIPTION

Aluminum mechanical properties are improved by the addition of alloying elements such as Zn, Mg and Cu, present in the alloy AA 7075; however, these in turn decrease the corrosion resistance. This resistance is enhanced by applying anodic oxidation treatment (anodized), in which an electrolyte solution generates an aluminum oxide layer with characteristics dependent on factors such as alloy composition and the electrolyte employed, these characteristics may confer protective action, for potential use as biomaterials. In this work of investigation we study the effect of the anodizing solution in the anodic film formation in the alloy AA 7075. For this were made anodized in solutions the acid sulfuric, phosphoric and chromic, concentrations and fixed voltages 1800, 3600 and 5400 s. Furthermore, immersion tests were performed in aggressive saline environment for periods up to 30 days. The anodic film thicknesses were determined using a digital meter based on the eddy current method, for morphological characterization technique used scanning electron microscopy (SEM) and surface study immersion test was carried out by optical microscopy. The above was observed by SEM that the anodized three acidic solutions produce porous anodic films, likewise showed that the pore diameter is related to the type of electrolyte employed. Furthermore, it was found that thickness of these films anodic depends on the action electrolyte on intermetallic particles and the immersion time in the anodizing process, generating better results in terms of thickness in the samples anodized in sulfuric acid and the corrosion resistance in samples chromic acid anodized.

---

\* Graduation Project

\*\*Faculty Physical Chemistry of Engineering. School of metallurgical engineering and materials science. Director: Ph.D. GARCIA VERGARA, Sandra Judith.

## INTRODUCCIÓN

El aluminio posee una combinación de propiedades, tales como su baja densidad, su buena resistencia a la corrosión, su conductividad eléctrica, fácil de maquinar y es relativamente económico. Así mismo mediante el uso de aleantes y el trabajado en frío se pueden mejorar las propiedades químicas y mecánicas, específicamente su resistencia mecánica. Por todo esto, es el metal más utilizado después del acero en industrias como la aeronáutica, construcción, eléctrica y electrónica, entre otras [19, 22]. Otra de las ventajas más sobresalientes del aluminio ha sido la capacidad para mejorar sus propiedades superficiales, mediante la aplicación del tratamiento de oxidación anódica (Anodizado); en el cual una solución electrolítica adecuada genera una capa de óxido, con una alta resistencia a la corrosión [32]. Con esto se extiende el campo de aplicación del aluminio y sus aleaciones, permitiéndose en la actualidad su uso como biomaterial, en la elaboración de tornillos, fijadores intramedulares y dispositivos extraoseos, en los cuales es fundamental la relación resistencia/peso y la resistencia a la corrosión [15]. Por lo expuesto anteriormente, el estudio de los mecanismo de formación de las capas anódicas de alúmina, se vuelven un papel fundamental, para el mejoramiento de las propiedades del aluminio [36].

El aluminio presenta una tendencia natural de oxidarse cuando se encuentra expuesto a la atmósfera, formando una delgada película de óxido de aluminio compuesta principalmente por una capa de alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), con un espesor aproximado de 1 a 2 nm, la cual le confiere una capacidad impermeable que impide la difusión del oxígeno hacia el metal base proporcionándole buena resistencia a la corrosión. Sin embargo se pueden obtener películas de óxido artificialmente mucho más gruesas y de características distintas a las de la capa natural, con un carácter más protector. Estas películas son obtenidas por la oxidación electroquímica del aluminio, la cual consiste en un arreglo estructural de

celdas hexagonales, sensibles a parámetros experimentales como la composición del aluminio, el voltaje aplicado, la temperatura, y el electrolito usado en el proceso de oxidación [10, 23]. El control de estos parámetros genera películas con estructuras compactas y ordenadas, permitiéndole al aluminio ser empleado para aplicaciones frente a fluidos agresivos [7].

En el presente trabajo se estudió la formación de películas anódicas sobre la aleación AA 7075 en soluciones de ácidos sulfúrico, crómico y fosfórico variando el tiempo de anodizado, con el propósito de evaluar el efecto del electrolito sobre la morfología del óxido formado. Además muestras selectas fueron expuestas a inmersión en un medio salino por periodos hasta de 30 días. El proceso de anodizado se monitoreó por medio de la respuesta densidad de corriente/ tiempo. Para las medidas del espesor de las películas anódicas se utilizó un medidor digital basado en la técnica de corrientes de Eddy (Positector 6000). A su vez las películas anódicas fueron caracterizadas antes y después de su inmersión en solución salina por medio de técnicas de microscopia electrónica de barrido (SEM) y microscopia óptica.

## **1. OBJETIVOS**

### **1.1. OBJETIVO GENERAL**

- Evaluar el efecto de la solución de anodizado en la formación de películas anódicas en la aleación AA 7075.

### **1.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- Desarrollar películas anódicas sobre la aleación AA 7075 en soluciones de ácidos sulfúrico, fosfórico y crómico.
- Determinar el espesor de las películas anódicas producidas sobre la aleación AA 7075 en soluciones ácidas.
- Evaluar la resistencia a la corrosión de las probetas anodizadas mediante pruebas de inmersión en un fluido biológico por periodos de 10, 20 y 30 días.

## 2. MARCO TEÓRICO

### 2.1. ALUMINIO Y SUS ALEACIONES

El aluminio puro (99% de pureza o mayor) en estado metálico presenta una superficie relativamente lustrosa y de color plateado. Su estructura cristalina es cúbica con caras centradas, de aquí la abundancia de planos de deslizamiento que lo hacen muy maleable y dúctil [39]. Este material es un buen conductor de la electricidad y del calor, provee una buena superficie reflectora, es resistente a la corrosión y es liviano si se lo compara con los materiales ferrosos (como el acero) o con la mayoría de los materiales estructurales. Cuenta con una densidad de  $2.7 \text{ g/cm}^3$  y excelente fuerza específica, aunque su baja resistencia a la tracción es una de sus mayores desventajas, la cual está en el orden de los  $6,32 \text{ kg/mm}^2$ , pero puede ser mejorada sin reducir demasiado otras propiedades deseables tales como ductilidad y peso con los elementos de aleación [39].

Los principales elementos aleantes en las aleaciones de aluminio son el Cobre (Cu), Silicio (Si), Magnesio (Mg), Manganeseo (Mn) y Zinc (Zn) y en menores porcentajes existen frecuentemente como impurezas o aditivos, el Hierro (Fe), Cromo (Cr) y Titanio (Ti) [1, 15].

Estos elementos aleantes proporcionan ciertas ventajas y desventajas como:

- **Cromo (Cr).** Aumenta la resistencia mecánica cuando está combinado con otros elementos como Cu, Mn, Mg.
- **Cobre (Cu).** Aumenta las propiedades mecánicas pero reduce la resistencia a la corrosión.
- **Hierro (Fe).** Aumenta la resistencia mecánica.
- **Magnesio (Mg).** Produce alta resistencia tras el conformado en frío.

- **Manganeso (Mn).** Aumenta las propiedades mecánicas y reduce la calidad de embutición.
- **Silicio (Si).** Combinado con magnesio (Mg), logra mayor resistencia mecánica.
- **Titanio (Ti).** Aumenta la resistencia mecánica.
- **Zinc (Zn).** Aumenta la resistencia a la corrosión [1].

Por otra parte, el aluminio y sus aleaciones se pueden dividir en dos grandes grupos dependiendo de su conformación: forja y fundición, y dentro de esta división algunos son tratados térmicamente y otros no. En la Tabla 1 se puede ver esta división [15].

**Tabla 1.** Tipo de conformación de las aleaciones de aluminio.

<b>Aleaciones por Forja</b>	<b>*</b>	<b>Aleaciones por Fundición</b>	<b>*</b>
1xxx Al comercial puro (>90%)	STT	1xx.x Al comercial puro	STT
2xxx Al-Cu y Al-Cu-Li	TT	2xx.x Al-Cu	TT
3xxx Al-Mn	STT	3xx.x Al-Si-Cu y Al-Mg-Si	ATT
4xxx Al-Si y Al-Mg-Si	TT	4xx.x Al-Si	STT
5xxx Al-Mg	STT	5xx.x Al-Mg	STT
6xxx Al-Mg-Si	TT	7xx.x Al-Mg-Zn	TT
7xxx Al-Mg-Zn	TT	8xx.x Al-Sn	TT
8xxx Al-Mg-Zn o B	TT		
*STT= Sin tratamiento térmico		*TT= Tratado térmicamente	

**Fuente:** [http://catarina.udlap.mx/u\\_dl\\_a/tales/documentos/lmt/rayon\\_f\\_a/capitulo4.pdf](http://catarina.udlap.mx/u_dl_a/tales/documentos/lmt/rayon_f_a/capitulo4.pdf). [15]

En el caso particular de las aleaciones tratables térmicamente (ej.: serie 7xxx), el procesado térmico al que son sometidas genera una fina dispersión de partículas de segunda fase en la matriz [18]. Estos precipitados generados en el tratamiento térmico disminuyen la movilidad de las dislocaciones (deslizamiento) y en consecuencia se reduce significativamente la conformabilidad de la aleación [5]. Este mismo efecto está acompañado de un aumento considerable de la

resistencia, que combinado con los bajos valores de densidad, dan lugar a aleaciones con una resistencia específica similar a la del acero.

El aluminio puro y las aleaciones de aluminio no tratables térmicamente exhiben una alta resistencia a la corrosión generalizada. En cambio, en las aleaciones tratables térmicamente, como son las series 6000, consideradas de media resistencia, y las series 2000 y 7000 de alta resistencia mecánica, la respuesta frente al fenómeno de la corrosión es menor. Por este motivo, estas aleaciones se utilizan en aplicaciones aeronáuticas donde la resistencia a la corrosión es un aspecto secundario frente a la resistencia mecánica [18].

## **2.2. ALEACIÓN AA 7075**

La aleación AA 7075 es una de las aleaciones más sólidas de la ingeniería en general. Los elevados valores de resistencia mecánica y baja densidad son los factores claves que determinan su uso en componentes estructurales que estén sometidos a elevadas tensiones y sea necesaria una buena respuesta frente a la corrosión [18]. Estas aleaciones son sustitutas de los aceros en estructuras que soportan sobrecarga, donde se pueden explotar las ventajas del peso menor, la rigidez específica y las correlaciones altas de la resistencia al peso. Los principales usos se encuentran en la industria aeroespacial, militar y nuclear, así como se ha querido implementar en la medicina como dispositivos extra óseos [18].

**2.2.1. Composición química.** La aleación de aluminio AA 7075 es una aleación de forja de la serie 7000. Es la más importante de este grupo, su composición química se presenta en la Tabla 2.

**Tabla 2.** Composición de la aleación de aluminio.

%	Al	Zn	Cu	Mg	Mn
7075	Bal	5.1-6.1	1.2-2	2.1-2.9	0.3

**Fuente:** TOLEDANO, M; ARENAS, A; GALÁN, J.J; RAMÍREZ, L; BORJA, S; CONDE, A y MONSALVE, A. Resistencia a fatiga de la aleación de aluminio 7075-t6 en función del tipo de ensayo y espesor del recubrimiento. Departamento de Ingeniería Metalúrgica, Facultad de Ingeniería, USACH, Santiago, Chile [28].

Debido a los elementos aleantes (Cu, Mg y Zn) se trata de una aleación tratable térmicamente y susceptible de endurecerse por envejecimiento.

**2.2.2. Propiedades mecánicas y resistencia a la corrosión.** En la Tabla 3 se pueden observar las características mecánicas de la aleación AA7075, su módulo de elasticidad, límite elástico, resistencia a tracción y tenacidad de fractura. Las aleaciones basadas en el sistema cuaternario Al-Zn-Mg-Cu presentan valores de resistencia y límite elástico, muy elevados próximos a los 600MPa y 500MPa, respectivamente [28].

**Tabla 3.** Propiedades mecánicas en tracción.

Aleación	$\sigma_{uts}$ (MPa)	$\sigma_{ys}$ (MPa)	Alargamiento 50mm (%)	E (GPa)	KIC (MPam <sup>1/2</sup> )
AA 7075	570	505	11	71	25

**Fuente:** TOLEDANO, M; ARENAS, A; GALÁN, J.J; RAMÍREZ, L; BORJA, S; CONDE, A y MONSALVE, A. Resistencia a fatiga de la aleación de aluminio 7075-t6 en función del tipo de ensayo y espesor del recubrimiento. Departamento de Ingeniería Metalúrgica, Facultad de Ingeniería, USACH, Santiago, Chile [28].

Las adiciones de Zn y de Mg son las que determinan el aumento de la resistencia y, la combinación de estos elementos con las impurezas de Cu permite obtener las aleaciones de aluminio con las mayores resistencias mecánicas. Aunque el Zn, el

Mg y el Cu en general tienden a reducir la resistencia a la corrosión, el Cu en particular mejora la respuesta frente a los esfuerzos de corrosión bajo tensión, por lo que requieren de una protección superficial frente al fenómeno de la corrosión [18].

### **2.3. CORROSIÓN DEL ALUMINIO**

El aluminio posee una excelente resistencia a la corrosión en la atmósfera debido a la formación espontánea de una capa de óxido protectora de alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) cuando entra en contacto con oxígeno del aire. La capa pasiva que se forma es demasiado pequeña con un espesor más o menos regular de 1 angstrom y no es muy adherente [18], por lo que cualquier método que mejore la adherencia e integridad de esta capa mejora la resistencia a la corrosión.

El aluminio se ve influenciado en su comportamiento a la corrosión por las impurezas presentes en el metal; generando una capa de óxido con una naturaleza heterogénea e irregular que limitará sus propiedades protectoras [18]; por lo que las aleaciones de aluminio, tendrán menor resistencia a la corrosión que el metal puro. Es decir, la presencia de impurezas en las aleaciones de aluminio que dan lugar a la formación de precipitados y fases intermetálicas aumentan la resistencia mecánica, pero alteran la pasividad de la aleación, disminuyendo la resistencia a la corrosión. Los microconstituyentes generados por estas impurezas pueden diferir con respecto a la matriz, atendiendo a la serie galvánica, por lo que pueden actuar como ánodos o cátodos [29]. En el caso particular, las aleaciones Al-Zn-Mg son las que presentan más tendencia para que los precipitados formen sitios catódicos que favorezcan el proceso anódico de pérdida de aluminio en la matriz [26]. En estos casos aunque la extensión de la corrosión por pérdida del material puede no ser muy extensa, la presencia de las picaduras puede provocar un rápido aumento de pérdida del material, disminuyendo la integridad estructural de la aleación, favoreciendo la propagación de grietas [26]. La capa de alúmina

natural crecida instantáneamente en las aleaciones de aluminio AA7075 (Al-Zn-Mg) no proporciona la adecuada protección frente a la corrosión debido a las impurezas que contienen en forma de precipitados, por lo cual se justifica el uso de tratamientos superficiales que mejoren la resistencia a la corrosión de los componentes [18].

## **2.4. MÉTODOS DE PROTECCIÓN CONTRA LA CORROSIÓN PARA LAS ALEACIONES DE ALUMINIO**

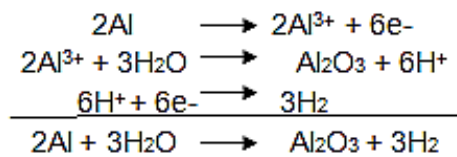
Varios métodos pueden ser utilizados para proteger las aleaciones de aluminio del ataque corrosivo, algunos de estos son [5]:

- Recubrimientos sol- gel
- Conversión química
- Modificación superficial por láser
- **Oxidación anódica**

En la actualidad, el tratamiento superficial más utilizado para prevenir la corrosión atmosférica o en ambientes salinos es el anodizado, porque además de ser inhibidor de la corrosión, es de fácil aplicación, durabilidad y adherencia [11], por tales motivos se enfatizará sobre el proceso de oxidación anódica en este trabajo de investigación.

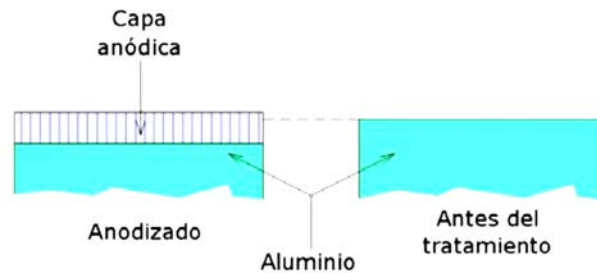
**2.4.1. Oxidación anódica.** El anodizado u oxidación anódica es un proceso electrolítico mediante el cual se origina una capa de óxido sobre la superficie del aluminio, con la intervención de una fuente externa de corriente eléctrica [36]. Como resultado la superficie pasa de ser aluminio metálico a convertirse en óxido de aluminio o alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).

El proceso de oxidación se basa en la aplicación de una corriente o potencial externo, lo cual permite que circulen electrones desde el ánodo hasta el cátodo dejando cationes de aluminio en la superficie de la aleación. En el caso de que el electrolito sea un ácido, el oxígeno naciente procedente de la disolución electrolítica del agua no se desprenderá como un gas, sino que reaccionará con los cationes del ánodo para formar una capa de alúmina en la superficie de la aleación [18], siguiendo las reacciones que se muestran a continuación:



En este proceso, el recubrimiento se produce por la reacción del metal con los iones del electrolito dando lugar a una capa de mayor espesor que el sustrato de aluminio inicial, como resultado, se produce un incremento en las dimensiones de las piezas anodizadas con respecto al material sin tratar, como se muestra en la Figura 1.

**Figura 1.** Efecto dimensional del anodizado.

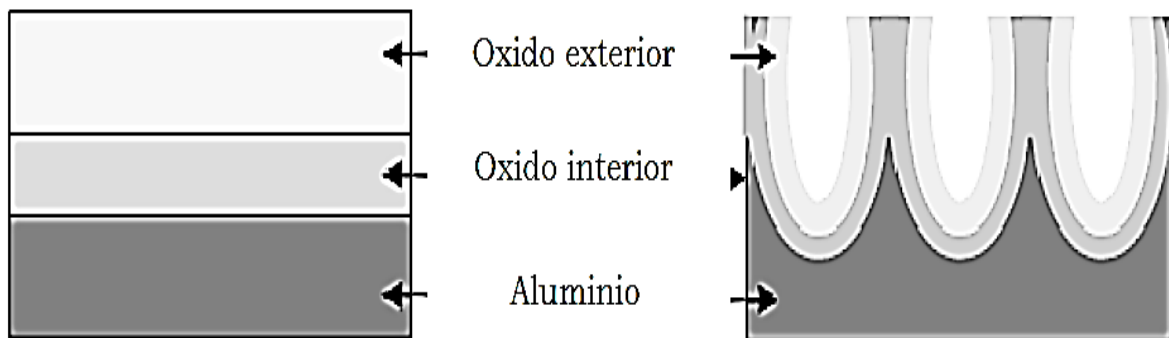


**Fuente:** RAMÍREZ, Leidy. Tesis doctoral. Fatiga de aleaciones de Aluminio aeronáutico con nuevos tipos de anodizado de bajo impacto ambiental y varios espesores de recubrimiento. Universidad de la Coruña. 2010. [18].

Los electrolitos más comúnmente usados son el ácido sulfúrico, en diversas concentraciones, pero en la industria del aluminio también se emplean otros ácidos como el crómico, fosfórico y oxálico [36].

**2.4.1.1. Estructura y propiedades de los recubrimientos anódicos.** Las propiedades morfológicas, estructurales y físicas así como la cinética del crecimiento de las películas de óxido anódico, dependen fuertemente del voltaje aplicado, la temperatura y el tipo de electrolito usado. La naturaleza del electrolito tiene una gran importancia sobre los fenómenos que se desarrollan en la superficie anódica; permitiendo producir dos tipos de películas anódicas la tipo barrera y la tipo porosa (Figura 2) [23]. La película tipo barrera se forma en electrolitos insolubles ( $5 < \text{pH} < 7$ ) como el ácido bórico, borato de amonio, tartrato de amonio y tetraborato en etilenglicol. En cambio las películas tipo porosas, se forman en electrolitos ligeramente solubles, tales como el ácido sulfúrico, el ácido fosfórico, ácido oxálico y el ácido crómico [23].

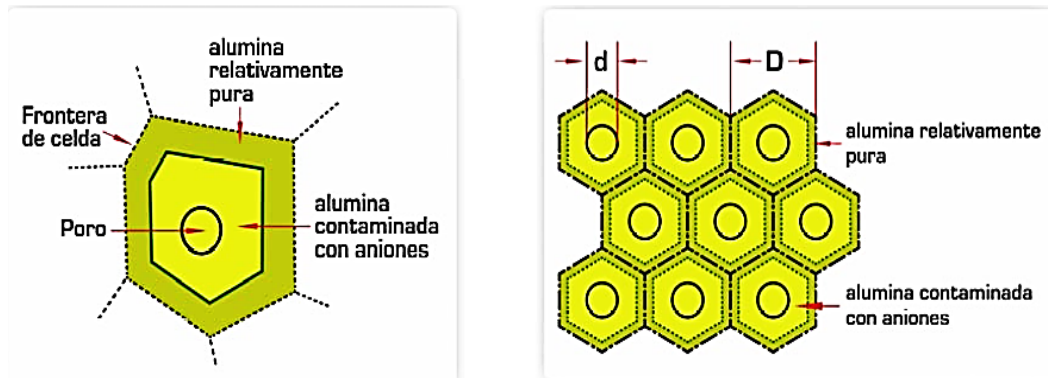
**Figura 2.** Diagrama esquemático de la Alúmina tipo barrera (izquierda) y de la Alúmina tipo porosa (derecha).



**Fuente:** SANCHES, Lina. *Síntesis y caracterización de nanoestructuras porosas de aluminio anodizado*. Universidad Nacional de Colombia. Facultad de ciencias exactas y naturales. 2009. [23]

Ambos tipos de películas son constituidas de una capa de óxido interior de alúmina pura y de una capa de óxido exterior compuesta de alúmina con aniones incorporados (Figura 3) [23]. El óxido interior está adyacente a la interface óxido – metal, mientras que la capa exterior está adyacente a la interface óxido-electrolito.

**Figura 3.** Representaciones esquemáticas de la estructura de (a) una celda individual asimétrica (b) de varias celdas con estructura hexagonal ideal.



**Fuente:** SANCHES, Lina. *Síntesis y caracterización de nanoestructuras porosas de aluminio anodizado.* Universidad Nacional de Colombia. Facultad de ciencias exactas y naturales. 2009. [23]

**2.4.1.2. Formación y mecanismo de crecimiento del poro.** Por estudios se ha observado que la película de óxido porosa está compuesta por dos capas. Una capa interna fina, densa y dieléctricamente compacta, llamada capa barrera o capa dieléctrica, cuyo espesor depende de la composición del electrolito y de las condiciones del proceso de anodizado como lo son: voltaje, tiempo, temperatura, etc [10]. La capa barrera o capa dieléctrica se forma en los primeros minutos del proceso de anodizado a una elevada tensión. El espesor de dicha capa se ve altamente influenciado por el voltaje de trabajo o corriente aplicada, de manera directa, e inversamente con la velocidad de disolución del óxido en el electrolito. La capa barrera se caracteriza por ser una capa no porosa y ser conductora de la corriente a causa de su bajo espesor y defectos en su microestructura [10, 36]. Sobre la capa barrera se forma una capa porosa o capa externa, la formación de esta capa porosa se explica mediante dos modelos; disolución química y flujo plástico [7, 21].

**2.4.1.2.1. Modelo de disolución química.** En este modelo autores proponen que la oxidación del aluminio está relacionada con el crecimiento de la capa de

alúmina desde el exterior al interior, por el ingreso de los iones  $O^{2-}/OH^-$ , permitiendo la formación de material sólido en la interfase metal/película, mientras ocurre de manera simultánea la disolución de la capa de alúmina del interior hacia el exterior por la liberación de iones  $Al^{3+}$  [21]. La capa porosa está constituida por un apilamiento de células hexagonales yuxtapuestas, en las que, el centro estará constituido por alúmina amorfa poco resistente a los ácidos; mientras que la periferia estará formada por alúmina cristalina muy resistente a los ácidos. Este proceso genera en la superficie de la capa barrera una multitud de puntos de ataque como consecuencia del efecto de disolución de la película por el electrolito que se produce en el centro de las células de alúmina y que constituye el inicio de los poros [18]. El crecimiento de los poros se ve asistido por un alto campo eléctrico, el cual produce el desarrollo de caminos de penetración desde la superficie exterior.

**2.4.1.2.2. Modelo flujo plástico.** Este modelo ha indicado que el flujo de la alúmina tiene el rol más importante en la generación de los poros [21]. La capa porosa generada por este método tiene punto de crecimiento en la parte inferior de los poros, siendo el ion aluminio el que migra a través de la capa barrera hacia la interfase recubrimiento-electrolito. Los poros que se van formando son en forma de celdillas paralelas y normales a la superficie del metal [10, 36]. La porosidad de la capa exterior y su espesor, son el resultado del flujo de alúmina anódica desde la capa barrera hacia las paredes del poro; por lo que la alúmina se vuelve plástica debido al proceso de transporte iónico dentro de la capa barrera. Dicho flujo, a su vez, se ve favorecido por las tensiones creadas en la capa interna por electrostricción y por la formación del nuevo material de alúmina fresca [31], lo cual permite el desplazamiento del óxido en respuesta al esfuerzo; lo cual puede explicar que los espesores obtenidos de la capa de óxido formada, son relativamente más grande del óxido en relación con el aluminio consumido durante la producción del mismo [3].

### 3. METODOLOGÍA

En la Figura 4 se describe la metodología seguida para llevar a cabo el presente trabajo de investigación.

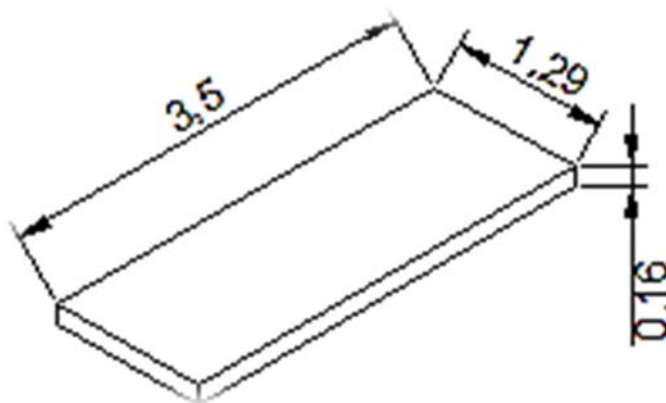
**Figura 4.** Metodología usada para el desarrollo del presente trabajo de investigación.



### 3.1. PREPARACIÓN SUPERFICIAL

Para la realización de esta investigación se utilizaron muestras rectangulares de la aluminio de la aleación AA 7075 de 1.29 cm x 3,5 cm x 0.16 cm como se muestra en la Figura 5.

**Figura 5.** Esquema de las muestras utilizadas.



Inicialmente se les realizó a las muestras de la aleación AA 7075 un pulido mecánico utilizando papel abrasivo de carburo de silicio número 320, 400, 600 y 1200. Seguidamente las muestras fueron desengrasadas con etanol en un baño ultrasónico por 600 s. Posteriormente, a las muestras desengrasadas se les realizó el decapado químico en una solución 0.5 M de hidróxido de sodio (NaOH), a una temperatura de 60 °C durante 120 s, seguido de un neutralizado con ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>) al 30% (v/v), durante 60 s. Finalmente las muestras fueron sumergidas en agua destilada agitada durante 120 s y secadas al aire frío.

### 3.2. OXIDACIÓN ANÓDICA

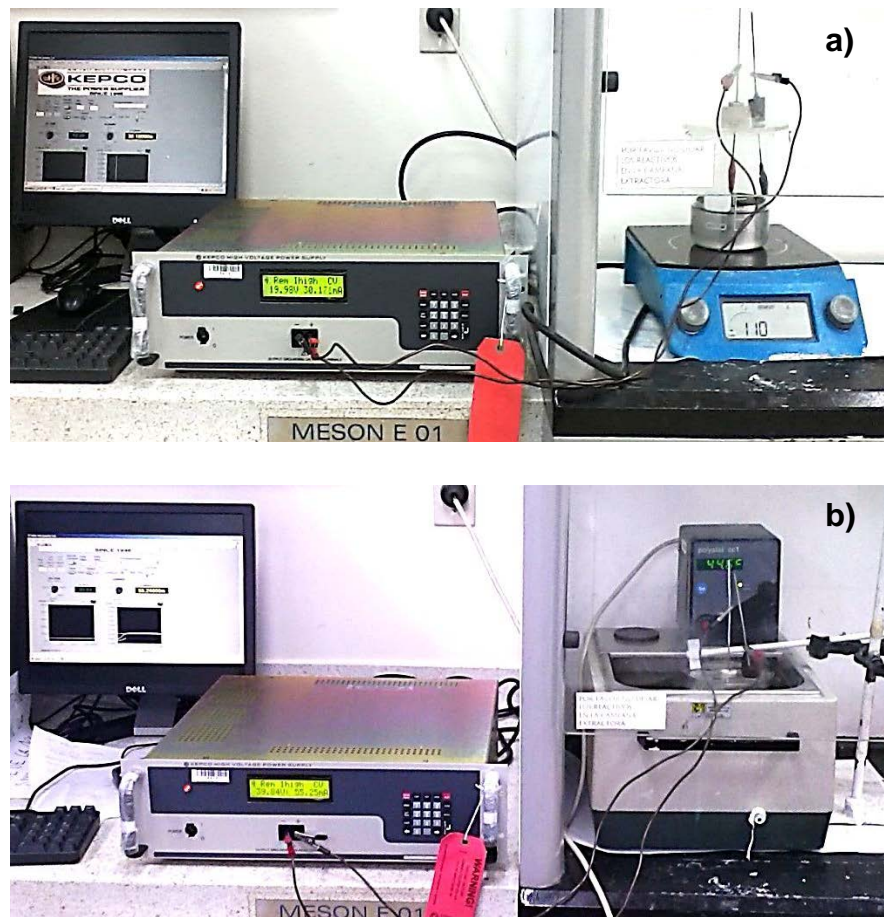
Luego de la preparación superficial las muestras de la aleación AA 7075 fueron recubiertas con un esmalte coloreado para delimitar el área de anodizado, a un área aproximada de 1.29 cm x 2 cm x 0.16 cm. Para las pruebas de anodizado se utilizó una celda con dos (2) electrodos, donde la muestra de aleación AA 7075 actuó como ánodo (+) y una lámina cilíndrica delgada de acero inoxidable AISI 316 como cátodo (-). Se utilizó una fuente de potencia BHK 500-0.4MG Kepco, para la aplicación del voltaje. El anodizado se llevó a cabo en tres electrolitos diferentes, bajo las condiciones descritas en la Tabla 4.

**Tabla 4.** Condiciones establecidas para la obtención de películas anódicas.

Electrólito	Concentración [M]	Voltaje [V]	T° [°C]	Tiempo [s]
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0.4	20	25	1800, 3600 y 5400
H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	0.4	40	25	1800, 3600 y 5400
H <sub>2</sub> CrO <sub>4</sub>	0.25	40	40	1800, 3600 y 5400

El ácido crómico para el proceso de anodizado, se preparó disolviendo 25 g de óxido crómico en un litro de agua desionizada. El proceso de oxidación anódica en éste medio se realizó empleando un baño termostático Polystast CC1-HUBER para mantener la temperatura constante a 40 °C. Las muestras fueron removidas de las soluciones una vez finalizado el anodizado y enjuagadas con agua para neutralizar el efecto del electrolito, para un posterior secado con aire frío y su almacenamiento en un desecador. En la Figura 6 se muestra el montaje de las celdas utilizadas para el anodizado en (a) ácidos sulfúrico y fosfórico y (b) ácido crómico.

**Figura 6.** Montaje de las celdas utilizadas para anodizar muestras de la aleación AA 7075 en a)  $H_2SO_4$  y  $H_3PO_4$  y b)  $H_2CrO_3$ .



### 3.3. MEDIDAS DE ESPESOR

Una vez terminado el proceso de anodizado y su respectivo secado se procedió a la medición del espesor de las capas anódicas obtenidas por medio de un medidor digital Positector 6000 para recubrimientos sobre superficies metálicas, el cual se fundamenta en el método de corrientes de Eddy. La medición de la capa se realizó de acuerdo a la norma ASTM B 244 – 97.

### **3.4. CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA**

Se seleccionaron muestras anodizadas de la aleación AA 7075 en los diferentes electrolitos: ácidos sulfúrico, fosfórico y crómico, con el fin de estudiar la morfología de la superficie de la aleación, así como las características porosas de las películas anódicas, mediante la técnica de microscopía electrónica de barrido (SEM) en un microscopio Quanta FEG 650.

### **3.5. PRUEBAS DE INMERSIÓN**

Muestras de aleación AA 7075 anodizadas en ácidos sulfúrico, fosfórico y crómico con espesores similares fueron seleccionadas y sumergidas en una solución salina con una composición de 0.60% NaCl y 0.40% úrea, durante periodos de tiempo de 10, 20 y 30 días.

### **3.6. MICROSCOPIA ÓPTICA**

Se estudió la apariencia superficial antes y después de inmersión a las muestras seleccionadas de la aleación AA 7075 anodizada en los diferentes electrolitos. La microscopía óptica se realizó usando el microscopio óptico OLYMPUS GX71.

## 4. RESULTADOS Y ANÁLISIS

### 4.1. CARACTERIZACIÓN INICIAL

La aleación estudiada corresponde a AA 7075, cuya composición química se encuentra especificada en la Tabla 5.

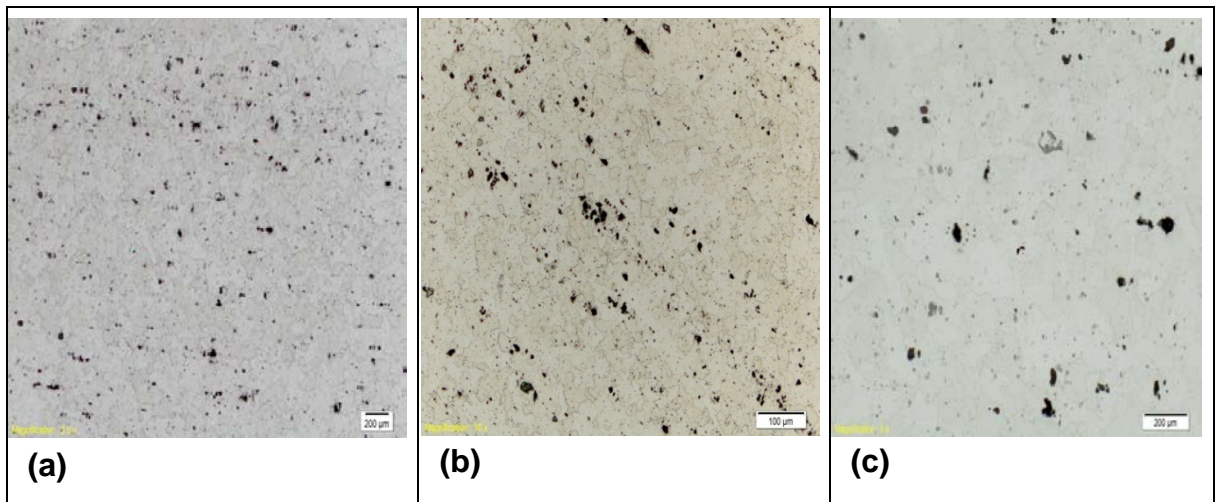
**Tabla 5.** Composición química específica de la aleación AA 7075.

Elemento	Al	Si	Fe	Cu	Zn	Mn	Mg	Cr	Ti	otros
Porcentaje (%)	89.75	0.076	0.233	1.572	5.282	0.049	2.746	0.190	0.017	0.030

Antes de someter las muestras a las pruebas de anodizado, se estudió la microestructura de la aleación AA 7075, con base en la norma ASTM E3. En la Figura 7 se muestra la microestructura de la aleación estudiada, donde se presenta una matriz rica en aluminio (más clara) con presencia de precipitados [1].

Así mismo sobre la superficie de la aleación es posible apreciar la presencia de partículas o compuestos intermetálicas (color oscuro); reportado por otros autores, correspondientes a la formación de compuestos intermetálicos con cierto grado de insolubilidad como los son  $MgZn_2$ ,  $Mg (Zn,Cu,Al)_2$ ,  $Al_2CuMg$ ,  $Mg_2Si$ ,  $Al_7Cu_2Fe$  y  $(Fe, Mn) Al_{16}$  [38].

**Figura 7.** Micrografías ópticas de la aleación AA 7075 a diferentes aumentos (a) 50X, (b) 100X y (c) 200X. Atacadas con reactivo keller.



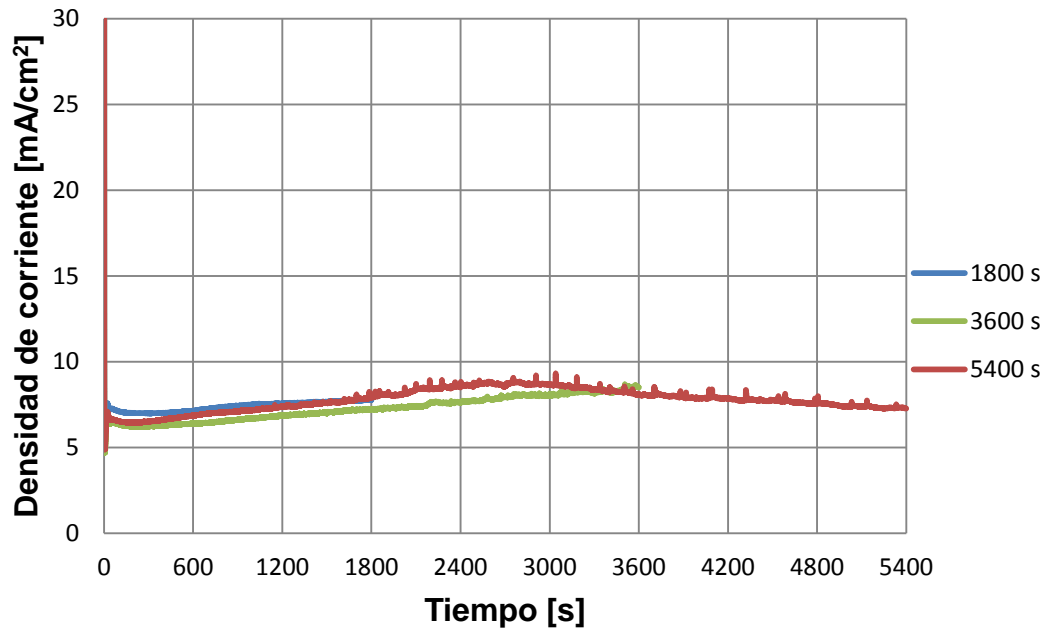
#### 4.2. CURVAS DENSIDAD DE CORRIENTE – TIEMPO

A partir del seguimiento de las curvas densidad de corriente-tiempo se pudo evaluar el proceso de formación de las capas de óxido por el efecto de la aplicación de un voltaje constante.

**4.2.1. Solución de ácido sulfúrico.** Las curvas densidad de corriente vs tiempo para las muestras de la aleación AA 7075 anodizadas a 20 V en solución 0.4 M de ácido sulfúrico a 25°C por 1800, 3600 y 5400 s, se muestran en la Figura 8. En dichas curvas, se observa un comportamiento típico de películas crecidas sobre aluminio en medios ácidos a voltaje constante. Inicialmente se describe una brusca caída de la densidad de corriente hasta un valor aproximado mínimo ( $i_{min}$ ) de 6.1, 5.9 y 5.7 mA/cm<sup>2</sup> para 1800, 3600 y 5400 s respectivamente, la cual está asociada a la formación de la capa barrera. La capa barrera se forma a una velocidad de aproximadamente 50.13 mA/cm<sup>2</sup>·s. Posteriormente, se presenta un aumento en la densidad de corriente con respecto al tiempo, asociada a la formación inicial de los poros sobre la capa barrera. La densidad de corriente

finalmente alcanza un valor constante de aproximadamente  $8.16 \text{ mA/cm}^2$ , correspondiente a al crecimiento y consolidación de los poros.

**Figura 8.** Curva densidad de corriente vs tiempo para la aleación AA 7075 anodizada en 0.4 M de ácido sulfúrico a 20 V por 1800, 3600 y 5400 s.



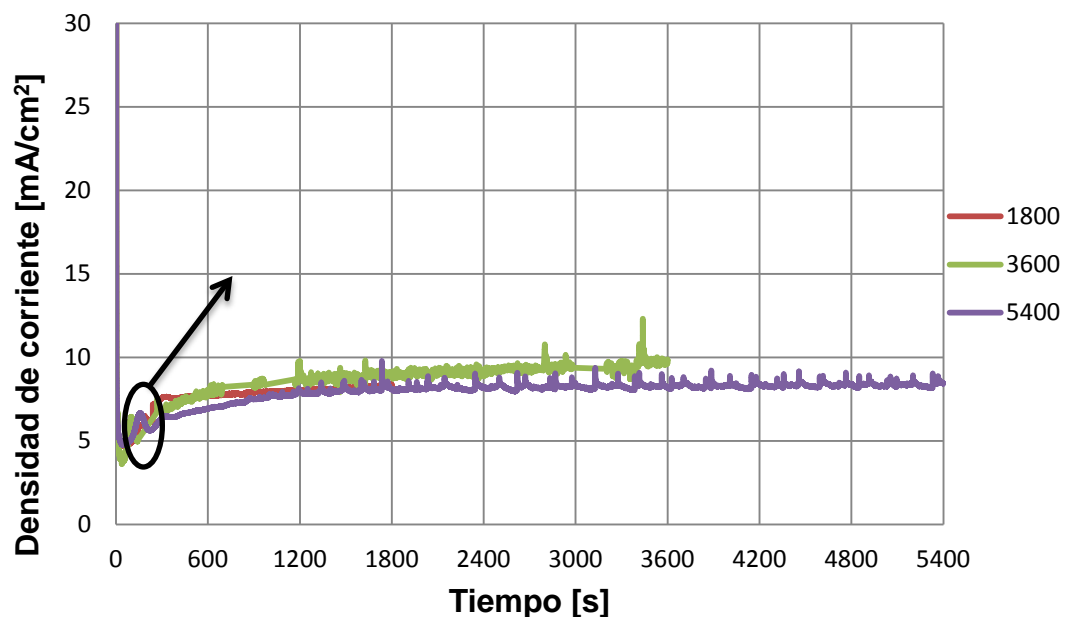
Adicional al comportamiento de las curvas densidad de corriente/ tiempo se presentó después del proceso de anodizado en éste medio, un cambio de coloración en el electrolito de un tono transparente (Inicial), a una coloración azul; debido a la presencia de cobre disuelto en el electrolito. Autores sugieren que durante el proceso de anodizado en aleaciones de aluminio con contenidos de cobre, ocurre una expulsión de iones de cobre hacia el electrolito; lo cual pudo ser el motivo del fenómeno anteriormente mencionado [40].

**4.2.2. Solución de ácido fosfórico.** En la Figura 9 se aprecia el comportamiento de la densidad de corriente, durante el anodizado a 40V en una solución 0.4M de

ácido fosfórico, el cual muestra una tendencia similar al visto en las muestras anodizadas en ácido sulfúrico. En ella se puede apreciar la caída en los valores de densidad de corriente mínimos de 4.70, 4.91 y 4.76 mA/cm<sup>2</sup> a 1800, 3600 y 5400 s respectivamente, sugiriendo la formación de la capa barrera, la cual se forma a una velocidad aproximada de 24.9 mA/cm<sup>2</sup>·s. Posteriormente en la etapa atribuida a la formación de los poros sobre la capa barrera, se observan oscilaciones en los valores de densidad de corriente conforme ésta aumenta. El valor de la densidad de corriente finalmente se estabiliza a 8.4 mA/cm<sup>2</sup> aproximadamente, la cual se asocia al crecimiento de los poros y su respectiva consolidación.

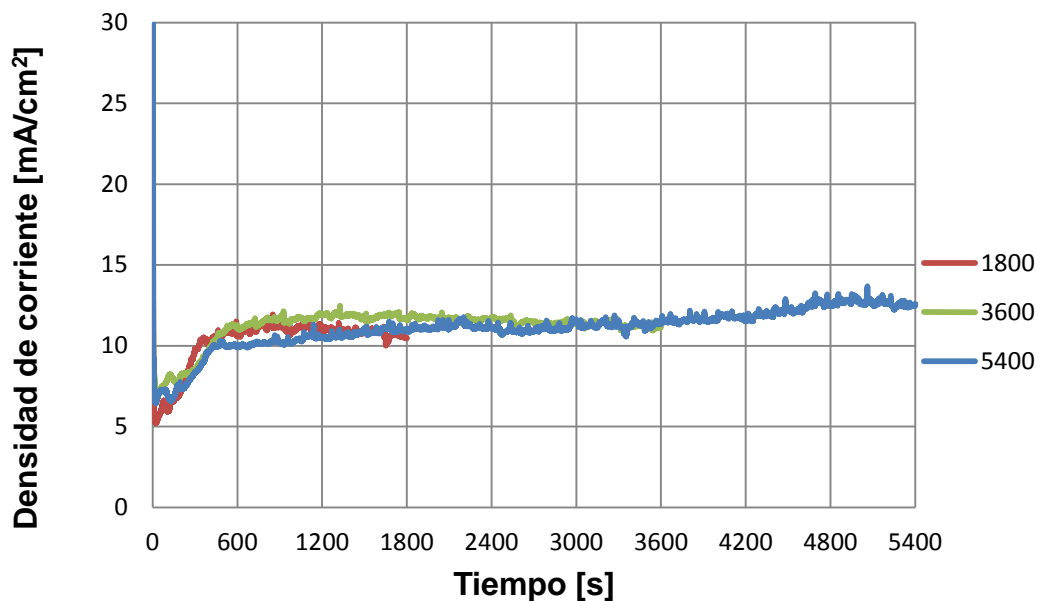
En el caso de esta solución, no se evidenció cambios en las características físicas del electrolito, por lo cual se presume que el cobre presente en la aleación no fue disuelto, por acción del electrolito.

**Figura 9.** Curva densidad de corriente vs tiempo para la aleación AA 7075 anodizada en 0.4 M de ácido fosfórico a 40V por 1800, 3600 y 5400 s.



**4.2.3. Solución de ácido crómico.** Las muestras anodizadas en ácido crómico presentaron inicialmente una caída en los valores de densidad de corriente en los primeros segundos del proceso de oxidación alcanzando valores de 6.26, 7.0 y 7.3 mA/cm<sup>2</sup> para 1800, 3600 y 5400 s respectivamente. En esta etapa se da la formación de la capa barrera sobre la superficie de la aleación. La estabilización posterior en los valores de densidad de correspondiente a 11.3 mA/cm<sup>2</sup> durante el tiempo restante del anodizado reflejan el crecimiento de la capa porosa en la interfase recubrimiento/electrolito (Figura 10).

**Figura 10.** Curva densidad de corriente vs tiempo para la aleación AA 7075 anodizada a 40 V en 0.25 M de ácido crómico a 40°C por 1800, 3600 y 5400 s.



Las oscilaciones en la corriente observadas durante el anodizado en los tres electrolitos, podrían reflejar la formación y el crecimiento irregular de los poros, así como la presencia de ruido electroquímico durante el proceso de anodizado. En la Tabla 6 se resumen los diversos parámetros obtenidos de las curvas densidad de corriente - tiempo para el anodizado en ácidos sulfúrico, fosfórico y crómico.

**Tabla 6.** Resumen de los parámetros obtenidos en las curvas densidad de corriente- tiempo para probetas de la aleación AA 7075 anodizadas en ácidos sulfúrico, fosfórico y crómico por 1800, 3600 y 5400 s.

Electrólito	Tiempo [s]	Velocidad formación capa barrera [mA/cm <sup>2</sup> *s]	i <sub>(min)</sub> [mA/cm <sup>2</sup> ]	i de estabilización [mA/cm <sup>2</sup> ]
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1800	47.60	6.10	7.77
	3600	50.20	5.90	8.41
	5400	52.60	5.70	8.32
H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	1800	25.50	4.70	8.10
	3600	23.44	4.91	8.80
	5400	25.89	4.76	8.30
H <sub>2</sub> CrO <sub>4</sub>	1800	41.02	6.26	10.80
	3600	40.25	7.00	11.30
	5400	40.44	7.30	12.00

En la Tabla 6 se aprecia que las muestras anodizadas en ácido sulfúrico presentan una velocidad de formación asociada a la capa barrera de 50.1 mA/cm<sup>2</sup>\*s, la cual es superior a la vistas en los electrolitos de ácidos crómico y fosfórico, cuyos valores fueron 40.5 y 24.9 mA/cm<sup>2</sup>\*s, respectivamente. Por el contrario las muestras anodizadas en ácido crómico presentaron los mayores valores en la corriente mínima y en la corriente de estabilización de 6.8 y 11.3 mA/cm<sup>2</sup> respectivamente; seguido por la muestra anodizada en ácido sulfúrico y finalmente en ácido fosfórico.

#### 4.3. MEDICIÓN DEL ESPESOR DE LAS PELÍCULAS ANÓDICAS

En la Tabla 7 se encuentran consignados los valores de espesor obtenidos por el tratamiento de anodizado en ácidos sulfúrico, fosfórico y crómico a 1800, 3600 y 5400 s, empleando una sonda electrónica que opera bajo el principio de las corrientes de Eddy.

**Tabla 7.** Espesores de las capas anódicas formadas en ácidos sulfúrico, fosfórico y crómico sobre la aleación AA 7075 a 1800, 3600 y 5400 s.

Electrolito	Tiempo [s]	Medidas de espesor [μm]			Promedio [μm]
		1	2	3	
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	1800	5.00	5.1	5.3	5.13
	3600	9.10	10.2	10.1	9.80
	5400	13.50	13.7	14.0	13.73
H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	1800	---	1.0	0.4	---
	3600	1.90	2.8	2.3	2.33
	5400	3.90	4.6	5.5	4.70
H <sub>2</sub> CrO <sub>4</sub>	1800	4.50	4.7	5.3	4.83
	3600	5.20	5.5	6.1	5.60
	5400	6.80	7.10	7.2	7.03

Las capas anódicas formadas en ácido sulfúrico presentan un aumento en su espesor a medida que el tiempo de anodizado aumenta, en buen acuerdo con lo reportado por la bibliografía [19]. Obteniendo un valor de espesor de 5.13 μm para un tiempo de 1800 s de anodizado, el cual incrementó a valores de espesor de 9.8 μm y 13.73 μm, para 3600 y 5400 s de anodizado, respectivamente.

En el caso de las capas formadas en ácido fosfórico, para un tiempo de anodizado de 1800 s, no se presentó lectura por parte del medidor de espesores; debido a que el espesor de la capa de óxido se encontraba por debajo de la resolución máxima del equipo, sugiriendo que el espesor de dicha capa se encuentra por debajo de 1 μm. Con el incremento en el tiempo de anodizado a 3600 y 5400 s se presenta una lectura por parte del medidor de espesores, arrojando valores aproximados de 2.33 y 4.70 μm [19].

Las muestras anodizados en ácido crómico, presentaron un comportamiento similar a las anteriores, incrementado su espesor conforme el aumento en los

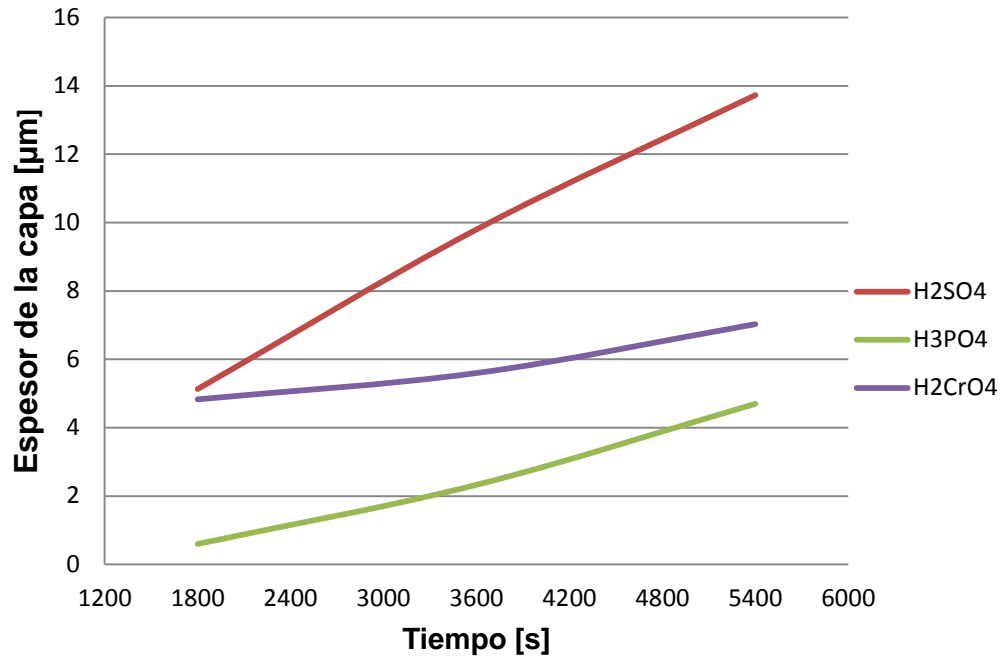
tiempos de anodizado, obteniendo espesores aproximados de 4.83, 5.60 y 7.03  $\mu\text{m}$  a 1800, 3600 y 5400 s, respectivamente.

Con base en los resultados obtenidos de los espesores en los diferentes electrolitos, se observó que el espesor de las capas anódicas está por debajo de los valores de espesor obtenidos en muestras de aluminio puro [40, 42], lo cual sugiere que la composición química, específicamente los diferentes elementos aleantes en el material, afecta el crecimiento de las capas anódicas. Autores sugieren que durante el proceso de anodizado de las aleaciones de aluminio, elementos aleantes tales como el cobre, zinc, magnesio, entre otros; presentes en la aleación utilizada en esta investigación, son oxidados durante el anodizado, lo cual genera un consumo de la corriente utilizada para la formación de la capa de alúmina [40].

La diferencia observada en los valores de espesor en las muestras anodizadas en ácido sulfúrico, fosfórico y crómico se debe al mecanismo de crecimiento de la capa de óxido; así como el efecto del electrolito en su crecimiento. Para el ácido sulfúrico, autores sugieren que ocurre un flujo plástico de alúmina desde la base del poro, acompañado de la formación de alúmina nueva, generando mayores espesores de las capas anódicas [7]. En el caso de las muestras anodizadas en ácido fosfórico, el crecimiento de la capa pudo verse afectado por un mayor contacto entre el electrolito y las fases intermetálicas e inclusiones, los cuales al ser oxidados pudieron generar pérdidas en la corriente necesaria para el crecimiento de la alúmina. Por otra parte, las muestras anodizadas en ácido crómico presentan un crecimiento de capa controlado por el proceso de oxidación del aluminio y disolución de la alúmina, por lo que estos espesores son menores a los obtenidos en mecanismos por flujo plástico [9].

La Figura 11 muestra la tendencia del incremento en el espesor promedio de la capa anódica en función de los tiempos de anodizado.

**Figura 11.** Gráfica del espesor de la capa anódica Vs tiempo de inmersión.

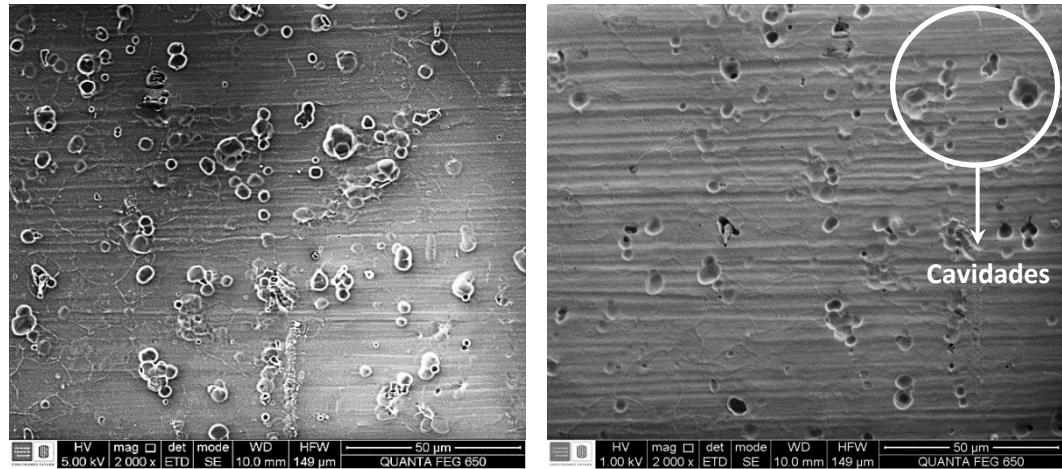


#### 4.4. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM)

La superficie de muestras seleccionadas de la aleación AA 7075 anodizadas en ácidos sulfúrico, fosfórico y crómico a 1800, 5400 y 3600 s respectivamente, fueron observadas por microscopía electrónica de barrido. Las muestras fueron seleccionadas en razón a que presentan un espesor similar, entre 4 y 5 µm.

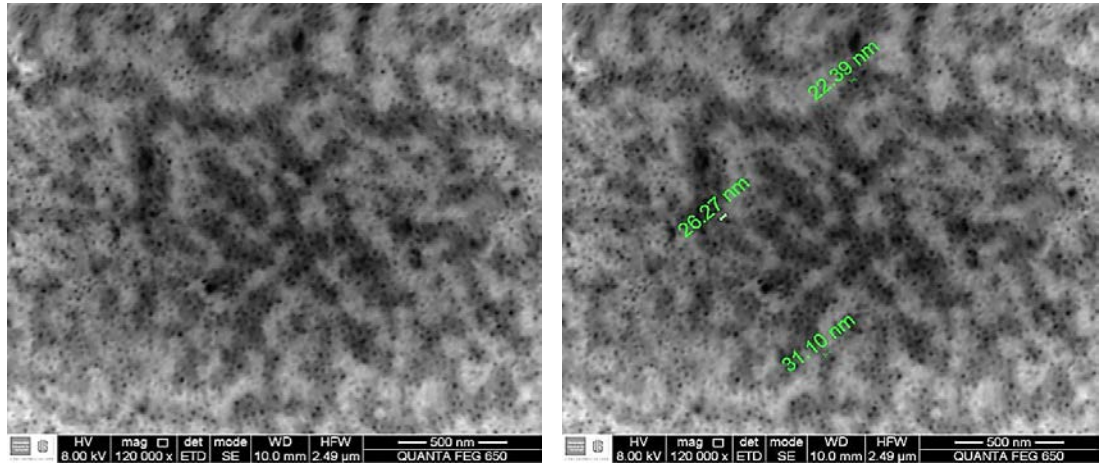
Las muestras anodizadas en solución 0.4 M de ácido sulfúrico a 20 V, mostraron cavidades y socavaduras en la superficie de la capa anodizada, como se indica en la Figura 12. Dichos defectos en la capa del óxido son atribuidos al ataque preferencial de las inclusiones en la aleación, durante el decapado, antes del proceso de anodizado. Estos defectos posteriormente durante el proceso de anodizado no pueden ser eliminados, por lo que generan irregularidades en la superficie de la capa del óxido [26].

**Figura 12.** Micrografías SEM de la aleación AA 7075 anodizada a 1800 s en solución de 0.4M de ácido sulfúrico a 20 V.



Al observar las muestras anodizadas en ácido sulfúrico a mayores magnificaciones como se aprecian en la Figura 13, muestran una morfología compuesta principalmente por nanoporos, con un diámetro promedio de 26,5 nm en toda la superficie del sustrato, concordante con la formación de una capa porosa de alúmina sobre la capa barrera (densa) [4, 25]. Las capas anodizadas en este electrolito, mostraron a su vez una distribución homogénea de poros, generando una capa continua en la superficie de la muestra, típicas de anodizados en éste electrolito.

**Figura 13.** Micrografías SEM de la aleación AA 7075 anodizada a 1800s en solución 0.4 M de ácido sulfúrico a 20 V.

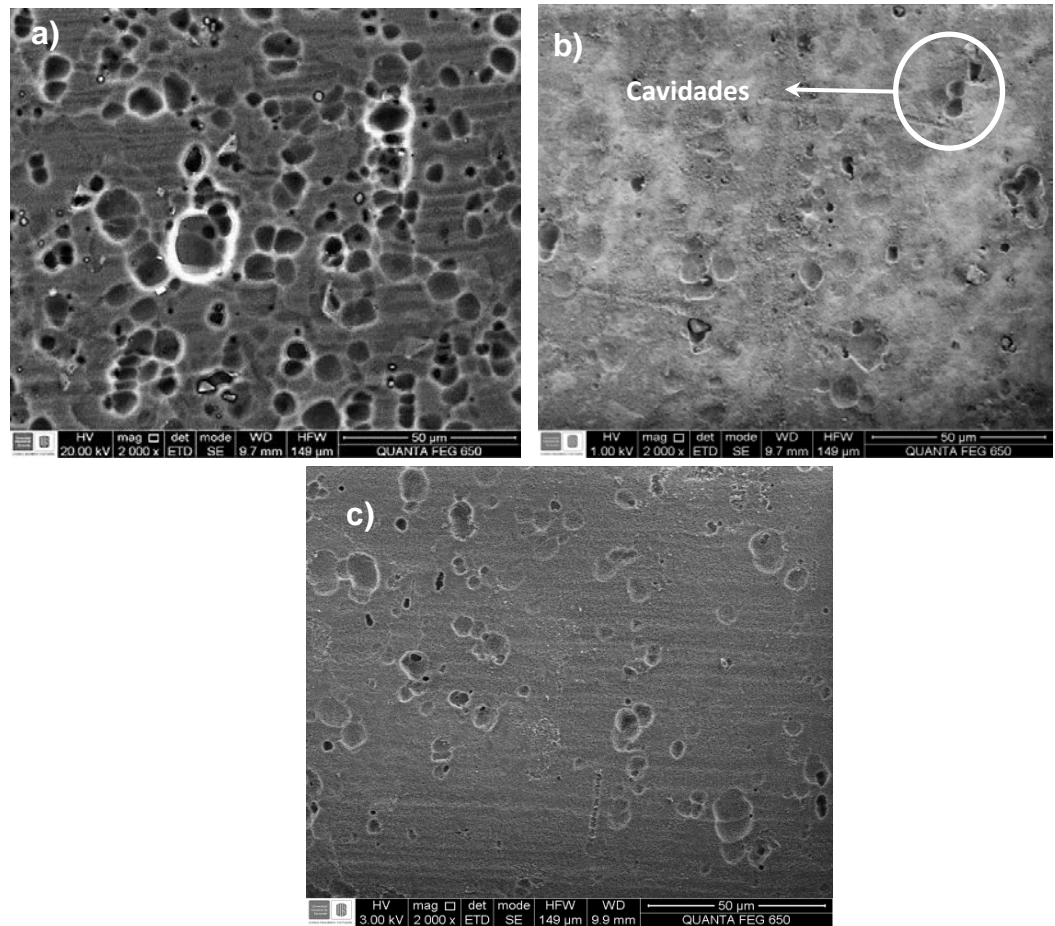


El crecimiento de una capa homogénea y con poros definidos es debido a que durante el proceso de anodizado los aniones presentes en el electrolito (Ion sulfato) se incorporan a la capa, promoviendo la formación de celdas de alúmina de caras lisas, las cuales permitirían obtener una morfología de poros mucho más definida [7, 9]. La incorporación de estos aniones del electrolito pudo facilitar a su vez, el flujo plástico de la alúmina, permitiendo que ocurriese un crecimiento más acelerado de la capa, como se observó anteriormente en la medición de espesores.

En la Figura 14, se presentan las micrografías electrónicas de muestras de la aleación AA 7075 luego de ser anodizada en 0.4 M de ácido fosfórico a 40V por 1800, 3600 y 5400 s, respectivamente. Se observa sobre la superficie de las capas anodizadas inicialmente a bajas magnificaciones, cavidades en el óxido formado en todos los tiempos de anodizado, debido a la remoción de inclusiones por el proceso de decapado previo al tratamiento de anodizado; lo cual genera dichas heterogeneidades superficiales, manifestadas posterior al proceso de anodizado en la capa anódica. Sin embargo, se puede apreciar una disminución en la profundidad y cantidad de dichos defectos en la superficie de la capa,

conforme aumentan los tiempos de anodizado, debido al crecimiento de la capa de óxido, como se observa en la Figura 14 b) y c).

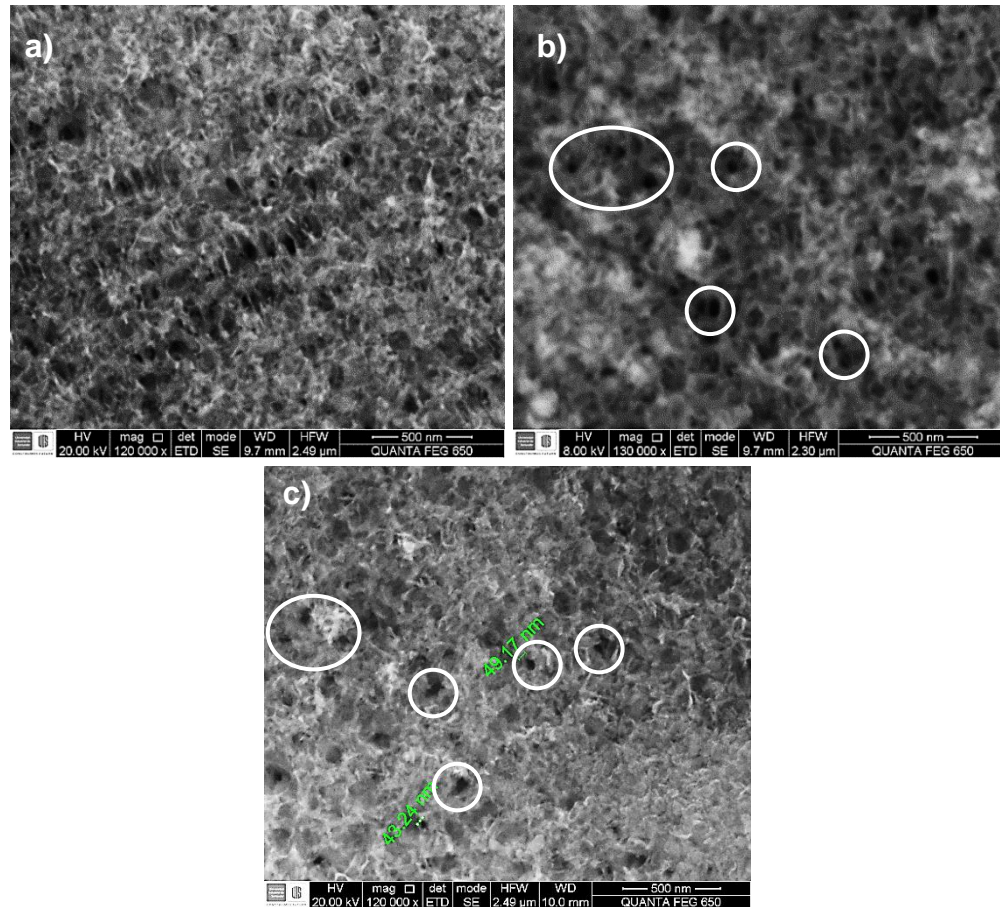
**Figura 14.** Micrografías SEM de la aleación AA 7075 anodizada en solución 0.4M ácido fosfórico a 40 V durante a) 1800 s, b) 3600 s y c) 5400 s.



Al observar el efecto del tiempo de anodizado sobre la morfología de las capas de óxido formadas en ácido fosfórico a magnificaciones de 120.000X en la Figura 15; se observa claramente que para un tiempo de anodizado de 1800 s no se evidencia la formación de poros definidos en la superficie; sino una morfología rugosa y con una estructura tipo “esponja” [36]. En cuanto a las muestras anodizadas a 3600 y 5400 s, observadas en la Figura 15 b) y c), se aprecia la

formación de poros de forma más definida. Los poros formados en la muestra anodizada a 5400 s, presentaron un diámetro promedio de 46.2 nm.

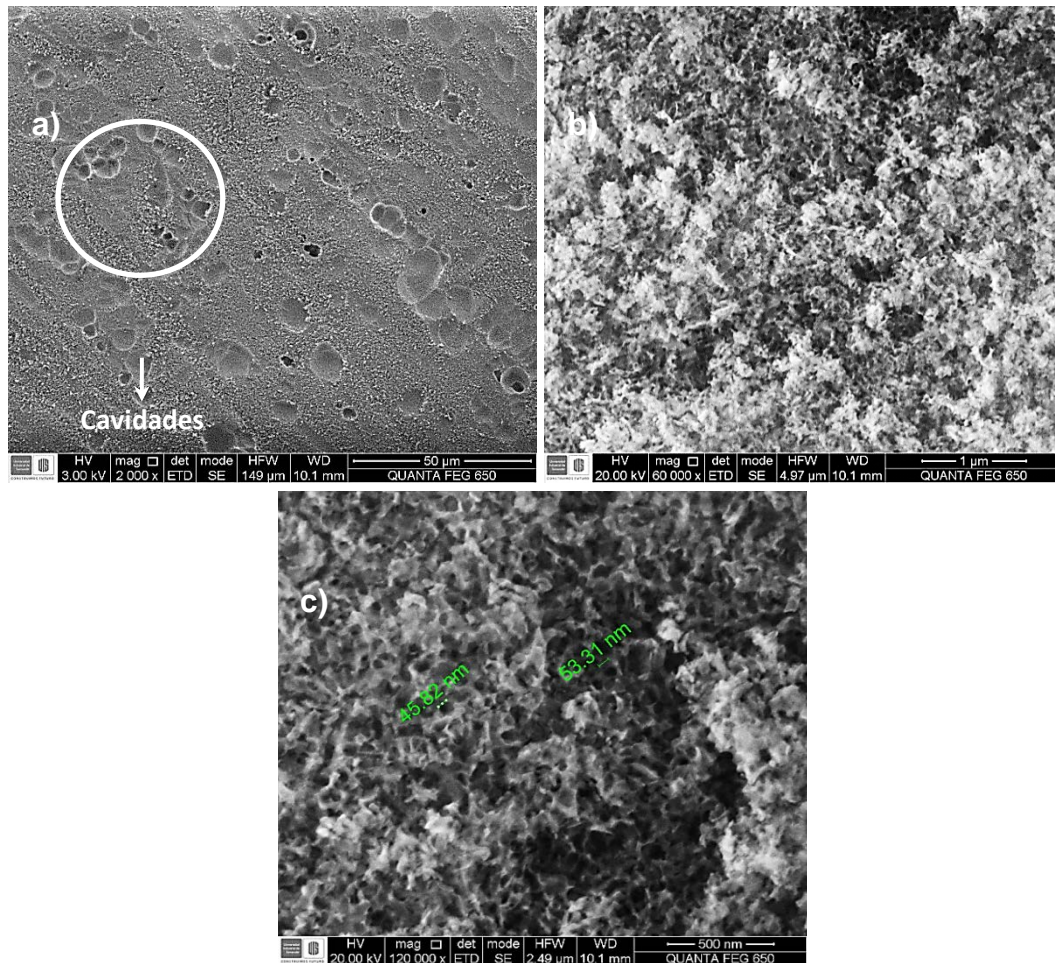
**Figura 15.** Micrografías SEM de la aleación AA 7075 anodizada en solución 0.4M de ácido fosfórico a 40 V durante a) 1800 s, b) 3600 s, c) 5400 s.



En la Figura 16, se aprecia en las muestras anodizadas con ácido crómico, la formación de defectos superficiales en la capa anódica, similares a las vistas en los ácidos sulfúrico y fosfórico, por la remoción de inclusiones debido a la acción del proceso de decapado, previo al proceso de anodizado. Al observar a mayores magnificaciones en la Figura 16 b) se muestra una morfología principalmente

compuesta por poros ramificados, que autores han denominado estructura tipo “pluma” [9], la cual presentó poros con un diámetro promedio de 49.56 nm.

**Figura 16.** Micrográficas SEM de la aleación AA 7075 anodizada a 3600 s en solución 0.25 M de ácido crómico a 40 V a a) 2.000X, b) 60.000X y c) 120.000X.



A partir de las micrográficas SEM obtenidas para las muestras anodizadas en ácido sulfúrico, fosfórico y crómico se observa que la morfología de la capa anódica está influenciada por las características y tipo de electrolito. La distribución homogénea, así como la formación de poros definidos en las muestras anodizadas en ácido sulfúrico son favorecidas por la alta incorporación de iones sulfato, provenientes

del electrolito [7]. A diferencia de lo anterior, investigaciones han mostrado que la incorporación de iones cromatos en las muestras anodizadas en ácido crómico, provenientes del electrolito hacia la capa anódica, se da en una menor proporción, por tal motivo puede que no se generen celdas definidas como en el ácido sulfúrico, formando estructuras de poros ramificados conocidas como tipo “pluma” [9].

La morfología observada en las muestras anodizadas en ácido fosfórico muestra una estructura porosa poco definida y de bajo espesor, pese a que investigaciones han demostrado que el mecanismo de crecimiento de dichas capas se da por flujo plástico de la alúmina, acompañado de una alta incorporación de aniones del electrolito [7,9], por lo cual el bajo crecimiento, observado anteriormente, y la falta de formación de poros definidos en esta clase de capas puede atribuírsele al efecto que tienen los elementos aleantes sobre el crecimiento de la capa anódica en éste electrolito. Investigaciones realizadas por Habazaki, han sugerido que el crecimiento de la capa porosa, en diferentes electrolitos, se ve afectado por la presencia de elementos aleantes tales como el Zn, Mg y Cu, los cuales son oxidados, y posteriormente difunden hacia la capa de óxido siendo incorporados en ella [12]. Pese a que el proceso de incorporación de óxidos contaminantes a la capa, ocurre en todos los electrolitos, la reactividad química de los electrolitos frente a las partículas difiere entre ellos, influyendo en la formación y crecimiento de la capa anódica [41]. Lo anteriormente mencionado sugiere que el ácido fosfórico posiblemente tiene menor reactividad química frente a las inclusiones y óxidos contaminantes presentes en la capa anódica, por lo que probablemente la disolución de los contaminantes se dé en menor proporción que en los otros electrolitos, a las condiciones de anodizado llevadas a cabo en esta investigación; por lo cual se podría decir que estas inclusiones y óxidos pueden generar no sólo un consumo de corriente, como se mencionó anteriormente, sino también una desviación del campo eléctrico, como sugieren autores, disminuyendo la

plasticidad de la alúmina y con ello el crecimiento de la capa, como se observó en las medidas de espesor de éstas muestras [12, 18].

Se pudo observar que la diferencia en el diámetro de los poros de las capas anódicas en los diferentes electrolitos, se encuentra relacionada con el tipo de electrolito utilizado en el proceso de anodizado, siendo las muestras anodizadas en ácido sulfúrico las que presentaron el menor diámetro de poro, cuyo valor aproximado fue de 26.58 nm, como sugieren otras investigaciones [14]; seguido por las muestras anodizadas en ácidos fosfórico y crómico, con valores promedios de 46.2 y 49.56 nm, respectivamente.

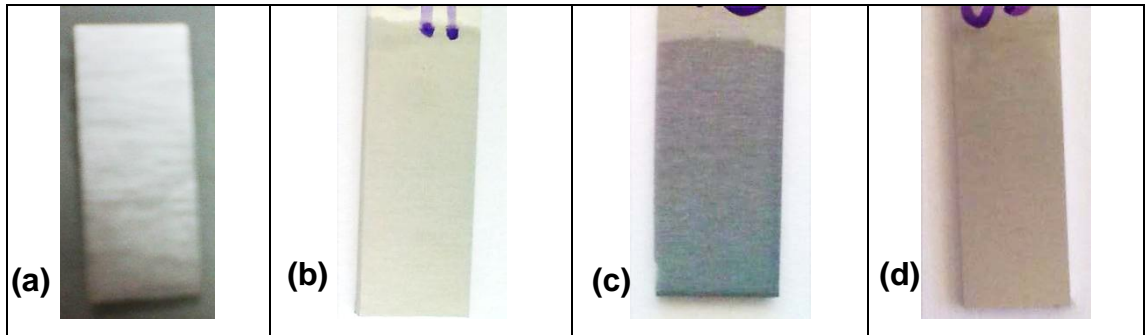
#### **4.5. INMERSIÓN DE LAS CAPAS ANÓDICAS EN SOLUCIÓN CON 0.60% NaCl Y 0.40% ÚREA**

Con el propósito de evaluar el efecto protector de las capas anódicas formadas sobre la aleación AA7075 en los tres electrolitos, muestras selectas fueron inmersas en una solución con 0.60% NaCl y 0.40% Úrea por periodos de 10, 20 y 30 días. Posterior a los días de inmersión las muestras fueron inspeccionadas visualmente y bajo microscopia óptica, con el fin de evaluar el deterioro de las capas anódicas en el medio salino, determinando las variaciones morfológicas y estéticas de las muestras anodizadas.

**4.5.1. Inspección visual de las probetas anodizadas sin inmersión.** En la Figura 17 se presentan fotografías de la superficie de muestras de la aleación antes y después del anodizado en cada una de las soluciones de estudio. Se observa que la superficie de la aleación después del decapado exhibe un aspecto homogéneo (color y brillo) característico de una superficie metálica. Por el contrario, las muestras anodizadas en ácidos sulfúrico y fosfórico manifiestan cambios en su color y brillo, siendo más evidente para las muestras anodizadas en

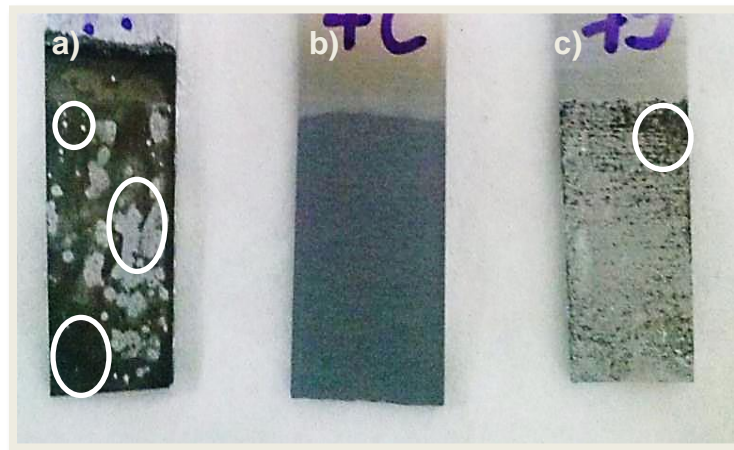
ácido crómico, al presentarse una coloración más opaca (gris oscuro) debido a la formación de las capas de óxido en el sustrato.

**Figura 17.** Comparación del aspecto superficial de la aleación AA 7075 a) decapada y anodizada en b) ácido fosfórico, c) ácido crómico y d) ácido sulfúrico.



**4.5.2. Inspección visual de las probetas anodizadas e inmersas en solución 0.6% NaCl y 0.4% de Úrea.** En las Figuras 18, 19 y 20 se presentan las fotografías de las muestras inmersas a diferentes periodos de tiempo.

**Figura 18.** Fotografía de muestras de aleación AA 7075 anodizadas en ácidos (a) fosfórico, (b) crómico y (c) sulfúrico a 5400, 3600 y 1800 s respectivamente, luego de ser inmersas en una solución salina de 0.60% NaCl y 0.40% Úrea por 10 días.



**Figura 19.** Fotografía de muestras de aleación AA 7075 anodizadas en ácidos (a) fosfórico, (b) crómico y (c) sulfúrico a 5400, 3600 y 1800 s respectivamente, luego de ser inmersas en una solución salina de 0.60% NaCl y 0.40% Úrea por 20 días.



**Figura 20.** Fotografía de muestras de aleación AA 7075 anodizadas en ácidos (a) fosfórico, (b) crómico y (c) sulfúrico a 5400, 3600 y 1800 s respectivamente, luego de ser inmersas en una solución salina de 0.60% NaCl y 0.40% Úrea por 30 días.



La muestra de aleación AA 7075 anodizada en 0.4 M de ácido fosfórico a 40 V por 5400s en la Figura 18-a), presenta alteraciones estéticas en su superficie, cubriéndose parcialmente de una capa de color gris oscuro en los primeros días de inmersión; así como la aparición de zonas puntuales y productos de corrosión de color blanco en la superficie del óxido. De igual manera dicho fenómeno se presentó en la muestra anodizada en ácido sulfúrico, como se observa en la Figura 18-c) pero en menor proporción, mostrando principalmente la aparición parcial de una capa oscura en la superficie. La capa oscura vista en las muestras anodizadas en ácidos sulfúrico y fosfórico, se vuelve mucho más uniforme a medida que pasa el tiempo en inmersión; apreciándose la formación de zonas de corrosión localizada y sus respectivos productos. El deterioro en las muestras anodizadas continua para tiempos de 30 días, como se aprecia en la Figura 20-a) y 20-c), con la aparición de zonas blancas apreciables, presumiblemente constituidas por compuestos de cloruro de sodio u óxido de aluminio hidratado, debido a un proceso de picado en la capa del óxido [17].

A diferencia de las muestras anodizadas en ácidos sulfúrico y fosfórico, la muestra anodizada en ácido crómico, manifiesta una apariencia similar a la superficie recién anodizada, sin mostrar cambios significativos en su superficie a simple vista, conservando su coloración característica y sin presentar la formación de productos de corrosión.

#### **4.6. MICROSCOPIA ÓPTICA DE LAS PROBETAS ANODIZADAS EN ÁCIDOS SULFÚRICO, FOSFÓRICO Y CRÓMICO E INMERSAS DURANTE 10, 20 Y 30 DIAS EN SOLUCIÓN SALINA 0.6% NaCl Y 0.4% ÚREA.**

En la Figura 21, se presenta la micrografía a una magnificación de 500x de la superficie de la aleación AA 7075 decapada con 0.5 M de NaOH a 60 °C durante 120 s, seguido de un neutralizado con ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>) al 30% (v/v), durante

60 s, previo al anodizado. Se observa una superficie levemente regular, con la presencia de porosidades generadas por la disolución preferencial de las partículas intermetálicas o de segunda fase en la superficie del material durante el decapado.

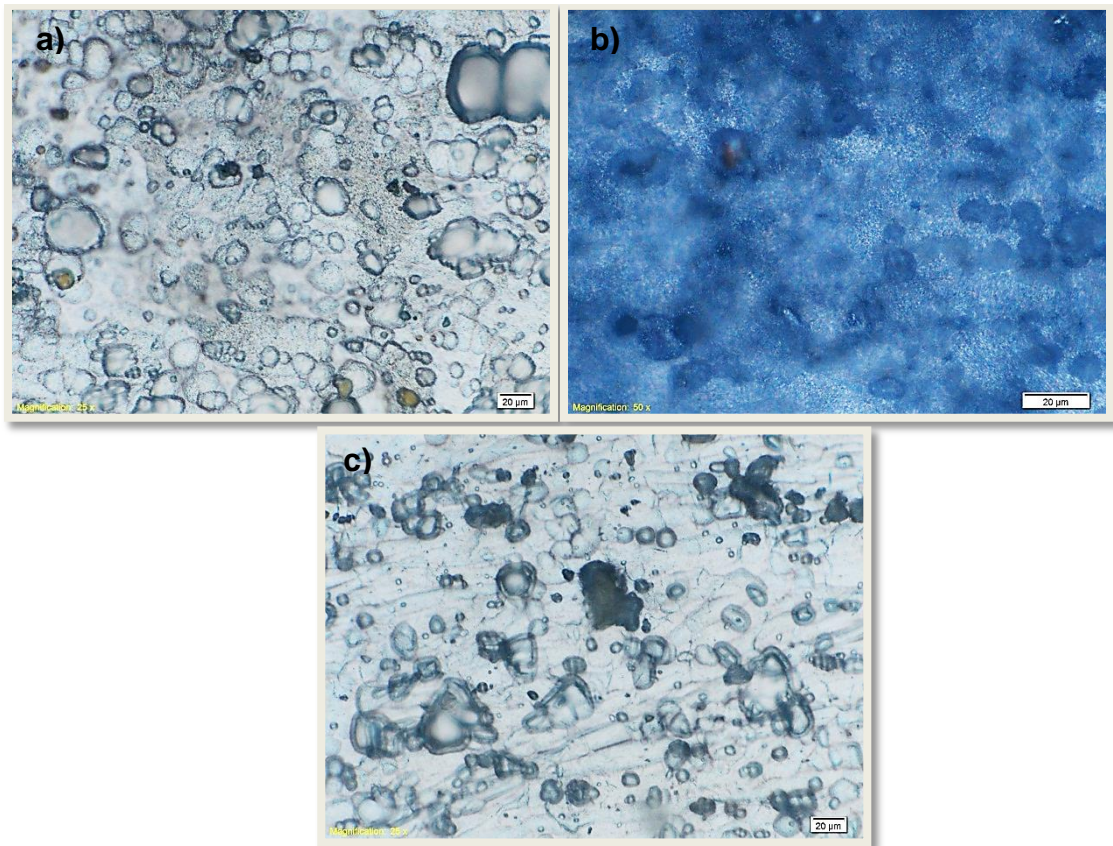
**Figura 21.** Micrografía óptica de la superficie de la aleación AA 7075 decapada en solución de 0.5M NaOH a 60°C por 120 s.



En la Figura 22, se observan las micrografías ópticas a 1000X de las muestras de aleación AA 7075 anodizadas en ácidos fosfórico, crómico y sulfúrico por tiempos de 5400, 3600 y 1800 s respectivamente, con especificaciones de voltaje y concentración registradas en la Tabla 4, mencionada anteriormente. En ellas no se muestran cambios significativos en su apariencia superficial, en comparación con la muestra decapada en la Figura 21. Con base en estas micrografías se podría afirmar que la película de óxido se encuentra regularmente distribuida en la superficie de las probetas, concordantes con los resultados obtenidos por microscopía electrónica de barrido (SEM). Así mismo se puede comprobar que aun después del anodizado, en la superficie de las muestras quedan irregularidades (cavidades) provenientes del ataque preferencial sobre las partículas aleantes en el proceso de decapado (Figura 21), las cuales intervienen en la capa de óxido quedando como defectos en ella. Además se evidencia cambios en la tonalidad en las muestras anodizadas, con respecto a la superficie

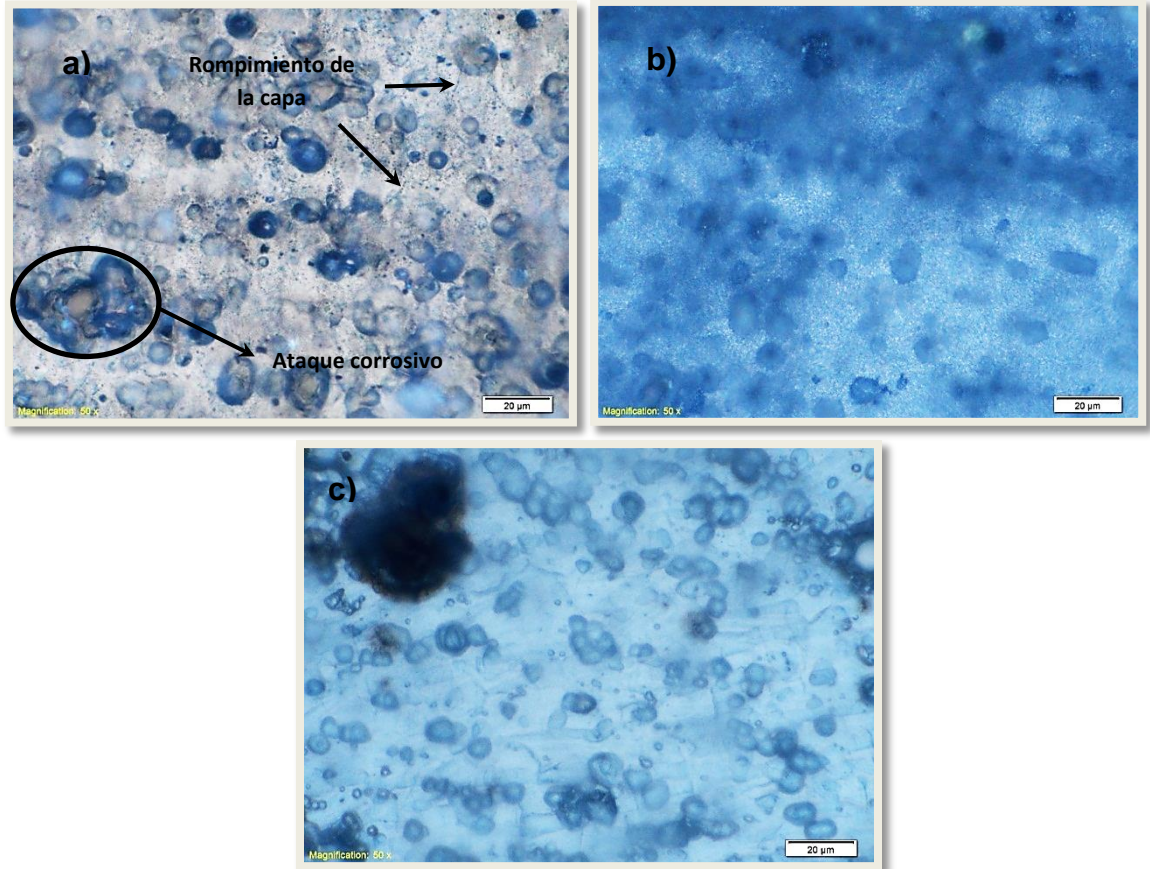
decapada, siendo más evidente en la muestra anodizada en ácido crómico (Figura 22-b), característico del anodizado en este electrolito y en concordancia con lo observado visualmente.

**Figura 22.** Micrografía óptica de la superficie de la aleación AA 7075 anodizada en ácidos (a) fosfórico, (b) crómico y (c) sulfúrico a 5400, 3600 y 1800 s, respectivamente.



En la Figura 23, se muestra la microscopía óptica a 1000X de la superficie de la muestra de aleación AA 7075 anodizada en ácidos fosfórico, crómico y sulfúrico e inmersa en solución salina de 0.6% NaCl y 0.4% Úrea por 10 días.

**Figura 23.** Micrografía óptica de la superficie de la aleación AA 7075 anodizada en ácidos (a) fosfórico, (b) crómico y (c) sulfúrico a 5400, 3600 y 1800 s respectivamente, inmersas en una solución salina de 0.6% NaCl y 0.4% Úrea por 10 días.



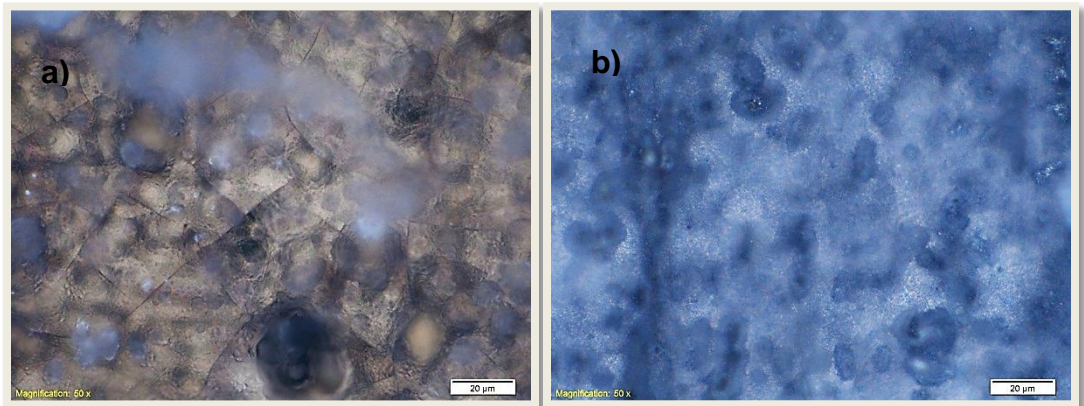
En la Figura 23-a), se observa la superficie de la muestra de aleación AA 7075 anodizada en ácido fosfórico, presentando la aparición de manchas producidas por un posible rompimiento o discontinuidad de la película anódica el cual conduce a que el aluminio sea expuesto a la solución salina, produciendo un ataque por cloruros, iniciando un proceso de corrosión localizada. De igual manera se presenta un oscurecimiento de las cavidades formadas por el proceso de decapado químico, las cuales actúan como sitios preferenciales para la

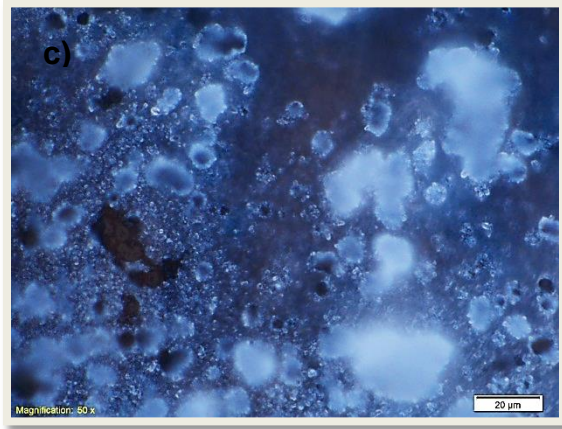
concentración de los iones cloruros, sirviendo de iniciadores de la corrosión de la muestra.

En la Figura 23-c), se observa la superficie de la muestra de aleación AA 7075 anodizada en ácido sulfúrico, en la cual se evidencia el oscurecimiento de las cavidades dejadas por el decapado debido a un posible ataque corrosivo; sin embargo en menor proporción con respecto a las muestras anodizadas en ácido fosfórico. Por otra parte en la Figura 23-b), se observa que la superficie de la muestra de aleación AA 7075 anodizada en ácido crómico, no manifestó cambios representativos en su superficie, manteniendo su homogeneidad e integridad. Los resultados coinciden con el deterioro estético observado durante la inspección visual.

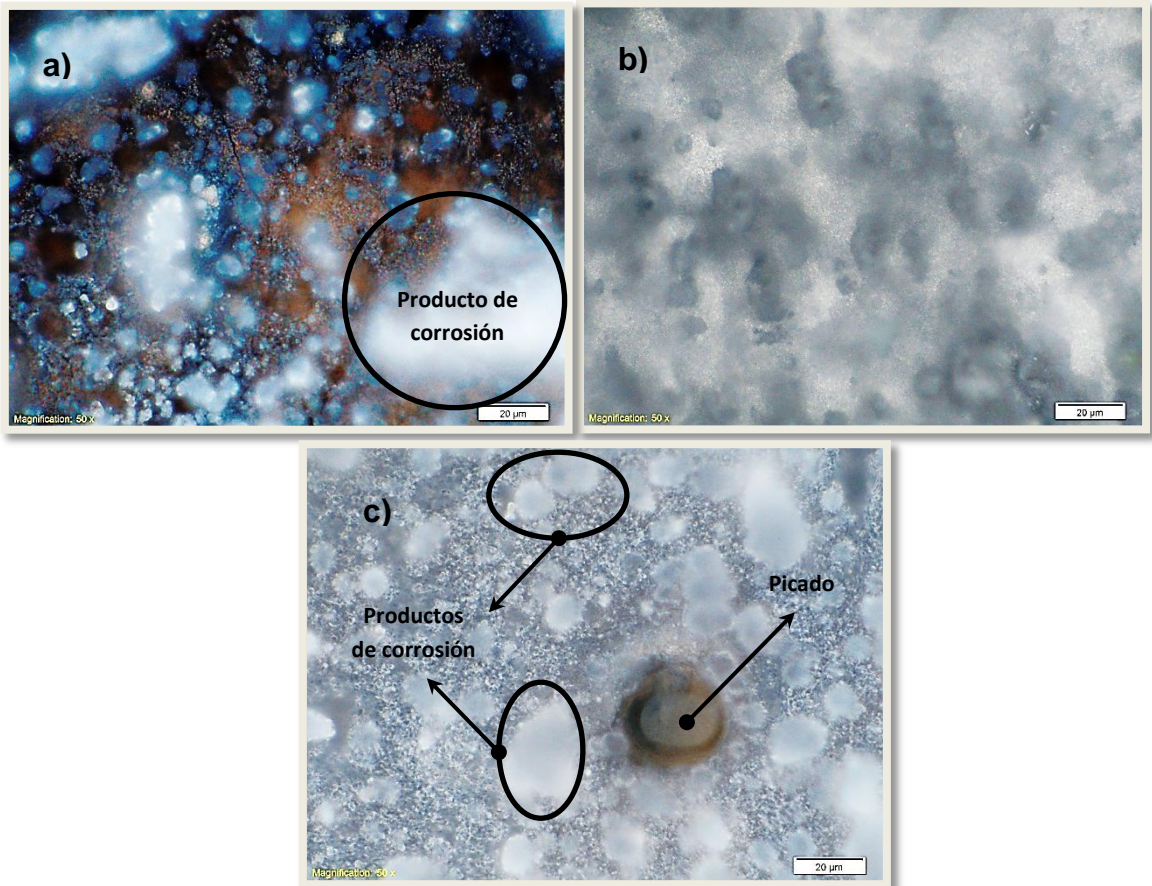
En las Figuras 24 y 25, se observan las micrográficas ópticas a 1000X de las muestras anodizadas en ácidos fosfórico, crómico y sulfúrico a 5400, 3600 y 1800 s respectivamente e inmersas en una solución salina por 20 y 30 días.

**Figura 24.** Micrografía óptica de la superficie de la aleación AA 7075 anodizadas en ácidos (a) fosfórico, (b) crómico y (c) sulfúrico a 5400, 3600 y 1800 s respectivamente, inmersas en una solución salina de 0.6% NaCl y 0.4% Úrea por 20 días.





**Figura 25.** Micrografía óptica de la superficie de la aleación AA 7075 anodizadas en ácidos (a) fosfórico, (b) crómico y (c) sulfúrico a 5400, 3600 y 1800 s respectivamente, inmersas en una solución salina de 0.6% NaCl y 0.4% Úrea por 30 días.



En las Figuras 24 y 25, se observa que el deterioro superficial de las muestras anodizadas en: (a) ácido fosfórico y (c) ácido sulfúrico, aumenta proporcional con el tiempo de inmersión; donde el oscurecimiento de la superficie del material y las cavidades, sugieren un ataque localizado del material en las muestras anodizadas en ácido fosfórico. Las muestras en ácido sulfúrico de igual manera presentan un oscurecimiento en su superficie, pero de una manera menos homogénea que en las muestras anodizadas en ácido fosfórico; cabe destacar que en ambas superficies a los 20 y 30 días se hace evidente la precipitación de productos de corrosión.

La formación de corrosión localizada y sus respectivos productos de corrosión en las muestras anodizadas en ácidos fosfórico y sulfúrico son ocasionados a un mecanismo de corrosión por picado, debido a las irregularidades y heterogeneidades químicas que presenta la capa. Entre la más evidente, podemos indicar que la presencia de cavidades, generadas por el proceso de decapado causan defectos e irregularidades en la capa anódica como se pudo observar anteriormente en las micrografías ópticas y SEM, que actúan como sitios activos para el inicio del proceso de corrosión por picado, lo cual pudo causar el deterioro de la capa en dichas muestras. De manera similar el proceso de corrosión puede verse favorecido por la formación de celdas galvánicas entre los óxidos contaminantes incorporados en la capa anódica durante el proceso de anodizado y la alúmina formada [17].

Adicionalmente, las muestras anodizadas en ácido sulfúrico experimentaron un proceso de deterioro mucho más lento, con respecto a las de ácido fosfórico, probablemente ocasionado por la diferencia en el tamaño de los poros de la capa anódica. Las muestras de ácido fosfórico al presentar un tamaño de poros superior a los poros observados en las muestras de ácido sulfúrico, pueden facilitar el ingreso de mayores cantidades de iones cloruros hacia el interior de la capa, lo cual generaría un mayor deterioro en la superficie del material como se observó en las micrografías ópticas durante los días de inmersión.

Por otro lado, en las probetas anodizadas en solución de ácido crómico (Figura 24 b y 25 b), al no presentar cambios superficiales durante el tiempo en inmersión, sugieren una mayor resistencia frente al ambiente salino. La buena resistencia a la corrosión de la capa anódica en esta clase de electrolito, puede ser atribuida a un posible mecanismo de protección, debido a la posible incorporación de iones cromato en la capa anódica, los cuales, como sugieren autores le brinda una capacidad reparadora y protectora a la capa [38].

## 5. CONCLUSIONES

- El proceso de anodizado de la aleación AA 7075 en solución 0.4 M de ácido sulfúrico a 20 V permitió obtener películas anódicas con una distribución homogénea de poros sobre toda la superficie de la muestra, presentando un diámetro aproximado de poro de 26.58 nm. Así mismo se obtuvieron películas anódicas en solución 0.4 M de ácido fosfórico a 40 V con una estructura tipo “esponja”, con poros menos definidos y un diámetro aproximado de 46.3 nm. Las muestras anodizadas en solución 0.25 M de ácido crómico a 40V y 40°C mostraron estar compuesta por una capa porosa con una estructura tipo “pluma” y un diámetro de poro aproximado de 49.56 nm. Todo lo anterior haciendo énfasis en el efecto que presentaron los diferentes electrolitos en la morfología de la capa porosa, así como en el diámetro del poro en la capa anódica.
- Se observó que para el proceso de anodizado de la aleación AA7075 en soluciones 0.4 M de ácido sulfúrico a 20 V, 0.4 M de ácido fosfórico a 40 V y 0.25 M de ácido crómico a 40V y 40°C, los espesores de las capas anódicas presentaron un aumento directo con el tiempo de tratamiento; siendo las muestras anodizadas en solución de ácido sulfúrico las que presentaron el mayor espesor de capa con un valor promedio de 13.73  $\mu\text{m}$ , seguidas de las de ácido crómico con un espesor de 7.03  $\mu\text{m}$  y las de ácido fosfórico con 4.70  $\mu\text{m}$ ; para un tiempo de anodizado de 5400 s.
- Con base en la inspección visual y microscopia óptica durante los tiempos en inmersión se pudo observar la variación morfológica de las muestras anodizadas en solución 0.4 M de ácido sulfúrico y 0.4 M de ácido fosfórico, al presentar formación de productos de corrosión e inicios de procesos de

corrosión localizada en su superficie, sugiriendo una menor resistencia a la corrosión frente a este medio.

- Las muestras anodizadas en solución 0.25 M de ácido crómico a 40V y 40°C al no presentar alteraciones en sus características morfológicas durante los tiempos en inmersión en solución salina, corroboran su buena resistencia a la corrosión; por lo cual podrían ser aplicados como dispositivos para implantes extraoseos.

## 6. RECOMENDACIONES

- Llevar a cabo pruebas de microscopía electrónica de barrido (SEM) y EDS con cortes transversales de las muestras anodizadas en los diferentes electrolitos, con el fin de observar la morfología de las capas anódicas, su respectivo espesor y la composición química.
- Elaborar el proceso de sellado de los poros en las muestras anodizadas en los diferentes electrolitos, con el fin de observar el efecto de éste procedimiento en las características morfológicas y su resistencia a la corrosión frente a medios salinos.
- Dado a que es conocido que la presencia de cromatos tiende a generar problemas cancerígenos en los tejidos vivos, es recomendable evaluar la resistencia a la corrosión de las películas anodizadas en solución 0.4 M de ácido sulfúrico a 20 V a 3600 y 5400 s; mediante inmersión en solución salina 0.6% NaCl y 0.4% de úrea; con el fin de evaluar la capacidad protectora de las capas anódicas con mayor espesor.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1]. ARRABAL, R. Optimización de la resistencia a la Corrosión y oxidación de materiales Compuestos a3xx.x-sicp mediante Tratamientos de modificación superficial con sales lantánida. Memoria para optar al título de Doctor. Facultad de ciencias químicas, Universidad Complutense de Madrid, 2006.
- [2]. ASM HANDBOOK, Corrosion: Fundamentals, testing and protection, Volume 13 A. 2003.
- [3]. CABRERA, N y MOTT, N. F., Theory of the oxidation of metals, Reports on Progress in Physics, 1985. 163.
- [4]. DOMINGUES, L. FERNANDES, J. DA CUNHA BELO, M. FERREIRA, M.G y GUERRA. L. Anodising of Al 2024- T3 in a modified sulphuric acid/boric acid bath for aeronautical applications. Department of materials. Instituto Superior Técnico, 2002.
- [5]. FEDERAL AVIATION ADMINISTRATION. Metallic Materials Properties Development and Standardization (MMPDS) MMPDS-05, Battelle Memorial Institute, Columbus, OH, April 2010.
- [6]. GARCIA, S.J., et al. Mechanical instability and pore generation in anodic alumina. En: The Royal Society, 2006, Vol. 462, No. 2072, p. 2345-2358.
- [7]. GARCIA, S.J., et al. A flow model of porous anodic film growth on aluminium. En: Electrochimica Acta, 2006. Vol. 52, p. 681-687.

- [8]. GARCIA, S.J., et al. Formation of porous anodic alumina in alkaline borate electrolyte. En: Thin solid films, 2007, 515, 5418.
- [9]. GARCIA, S.J., et al. A tracer investigation of chromic acid anodizing of aluminium. En: Surface and interface analysis, 2007, 39, 860.
- [10]. GIUDICE, C y PEREYRA, A. Protección de materiales anodizado de Aluminio, Universidad Tecnológica Nacional Facultad Regional, La plata, 2003.
- [11]. GONZALES, E y GUTIERREZ, F. Evaluación del proceso de anodizado de aluminio para Aluminios Cote Cadena Ltda a partir del uso de ácido crómico. Trabajo de grado. Bucaramanga. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físicoquímicas, 1993.
- [12]. HABAZAKI, H., et al. Incorporation and mobility of zinc ions in anodic alumina films. En: Thin Solid Films, 1997, Vol. 292, p. 150-155.
- [13]. HAKIMIZAD, A., et al. Characterization of aluminum anodized layers modified in sulfuric and phosphoric acid baths and their effect on conventional electrolytic coloring. En: Surface and Coatings Technology, 2012, Vol. 206, p. 2438-2445.
- [14]. HURTADO, M., et al. The anodic oxidation of aluminium: Fabrication and characterization. En: Portugaliae Electrochimica Acta, 2007, Vol. 25, p. 153-162.
- [15]. “Capítulo 4, Materiales protésicos”. Disponible en la Web: [http://catarina.udlap.mx/u\\_dl\\_a/tales/documentos/lmt/rayon\\_f\\_a/capitulo4.pdf](http://catarina.udlap.mx/u_dl_a/tales/documentos/lmt/rayon_f_a/capitulo4.pdf).
- [16]. JAGMINAS, A. BIGELIEN, D. MIKULSKAS, I y TOMAŠIŪNAS, R. Growth peculiarities of aluminum anodic oxide at high voltages in diluted phosphoric acid. En: Journal of Crystal Growth, 2001, Vol. 233, p. 591-598.

[17]. PAREDES, S. Corrosión en medio ambiente salino de la aleación comercial de aluminio CV6-ALCASA 3003 con temple H14, H16 y H18. Trabajo de grado para optar al título de magíster scientiarum en ciencia de materiales. Universidad Nacional Experimental de Guayana, Puerto Ordaz, 2005.

[18]. RAMÍREZ, L. Fatiga de aleaciones de Aluminio aeronáutico con nuevos tipos de anodizado de bajo impacto ambiental y varios espesores de recubrimiento. Tesis doctoral. Universidad da Coruña, 2010.

[19]. RAMIREZ, M y RAMIREZ YANEZ, L. Efecto del anodizado sobre la razón de desgaste de una aleación de aluminio 6061. Trabajo de grado. Universidad de el Salvador, 2009.

[20]. RAYSTH, F y ROBLES, E. Evaluación del anodizado a voltaje escalonado de una aleación AA 7075- T6 en ácido sulfúrico para sistemas externos de fijación ósea. Trabajo de grado. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería metalúrgica. Bucaramanga, 2012.

[21]. RENTERÍA, I. Crecimiento de películas anódicas nanoporosas de alúmina en solución de ácido crómico. Trabajo de grado. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería metalúrgica. Bucaramanga, 2011.

[22]. REYES, I y NUÑES, C. Evaluación del efecto de la temperatura en el anodizado de aluminio de alta pureza en ácido sulfúrico para su potencial aplicación biomédica. Trabajo de grado. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería metalúrgica. Bucaramanga, 2011.

- [23]. SANCHES, L. Síntesis y caracterización de nanoestructuras porosas de aluminio anodizado. Tesis para optar al título de Magíster en ciencias. Universidad Nacional de Colombia. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Manizales, 2009.
- [24]. SOLOMON, J.S y MCDEVITT, N.T. Thin solid Films. International Journal on the science and Technology of Condensed Matter Films. Ed. Elsevier. 1983.
- [25]. SONG-JIANG, M., et al. Preparation of anodic films on 2024 aluminium alloy in boric acid- containing mixed electrolyte. En: Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2008, Vol. 18, p. 825-830.
- [26]. SHAHZAD, M., et al. Influence of anodizing process on fatigue life of machined aluminium alloy. En: Procedia Engineering, 2010, Vol. 2, p. 1015-1024.
- [27]. STOJADINOVIC, S., et al. Galvanoluminescence of oxide films formed by anodization of aluminum in phosphoric acid. En: Electrochemistry Communications, 2004, Vol. 6, p. 427-431.
- [28]. TOLEDANO, M. ARENAS, A. GALÁN, J.J. RAMÍREZ, L. BORJA, S. CONDE, A y MONSALVE, A. Resistencia a fatiga de la aleación de aluminio 7075-T6 en función del tipo de ensayo y espesor del recubrimiento. Departamento de Ingeniería Metalúrgica, Facultad de Ingeniería, USACH, Santiago, Chile.
- [29]. THOMPSON, G.E., et al. Electron microscopy of ion beam thinned porous anodic films formed on aluminium. En: Corrosion Science, 1978, Vol. 18, p. 481-498.
- [30]. THOMPSON, G.E. Porous anodic alumina: Fabrication, characterization and applications. En: Thin Solid Films, 1997, Vol.297, p.192-201.

[31]. VALDERRAMA, M y CACERES, F. Aluminio Anodizado, Tesis Doctoral. Santiago de Chile, Universidad Técnica Federico Santa María de Chile, 2007.

[32]. VALENCIA, N. SEPULVEDA, Y. PAEZ, M y MONSALVE, A. Efectos de los tratamientos superficiales de Decapado y anodizado en la vida útil a fatiga en Aleaciones de aluminio aeronáutico. En: Conamet/sam- Simposio materia 2002. Facultad de Ingeniería Química, Universidad Santiago de Chile.

[33]. VARGAS, E. PINEDA, F. SANCY, M y PÁEZ M. Evaluación de recubrimientos tipo sol-gel modificados con nanopartículas de  $Al_2O_3$  para la protección de la aleación de aluminio AA 2024. En: Conamet/sam. Facultad de Química y Biología, Universidad de Santiago de Chile, 2008.

[34]. WOOD, G.C; THOMPSON, G.E; XU, G; SKELDON, M; SKELDON, P y SHIMIZU, K. Electronoptical studies of the filming and corrosion behaviour of aluminium. International Conference on advances in localized corrosion, NACE-9, 1987.

[35]. ZHOU, X., et al. Enrichment- dependent anodic oxidation of zinc in AL-Zn alloys. En: Corrosion Science, 1996, Vol. 38, No. 9, p. 1563-1577.

[36]. YÉVENEZ, J. SILVA, E y ESCOBAR, I. Formación y control del crecimiento de películas de óxido de Aluminio crecidas sobre aluminio 6061. Facultad de ingeniería química, Universidad Santiago de Chile.

[37]. YOUNG, L. Anodic oxide films. Acta Metall 5. Academic Press Inc.; London: Academic Press Ltd.1961.

[38]. ZAMBRANO, G. SEPÚLVEDA, Y. PÁEZ, M. ARTIGAS, A y MONSALVE, A. Influencia de los procesos de anodizado sobre las propiedades mecánicas de la

aleación de aluminio al 7475 T761. En: Conamet/sam- Simposio materia 2002. Facultad de Ingeniería Química. Universidad Santiago de Chile.

**[39].** -----. El aluminio aleado y sus aplicaciones en la Aeronáutica, Universidad Nacional de la Plata, Facultad de Ingeniería, Departamento de Aeronáutica, 2000.

**[40].** PAEZ, M.A., et al. Porous Anodic film formation on an Al- 3.5% Cu alloy. En: Metalurgia, 2003, p. 243- 249.

**[41].** BOLSIER, G., et al. FESEN and EIS study of sealed AA 2024 T3 anodized in sulfuric acid electrolytes: influence of tartaric acid. En: Journal of the Electrochemical Society, 2008, Vol. 155.

**[42].** CORZO, L. Creación de películas anódicas en aluminio de alta pureza a voltaje constante. Trabajo de grado. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería metalúrgica. Bucaramanga, 2013.