

**EVALUACIÓN DEL EFECTO DE LA TEMPERATURA EN EL ANODIZADO
DEL ALUMINIO DE ALTA PUREZA EN ÁCIDO SULFÚRICO PARA SU
POTENCIAL APLICACIÓN BIOMÉDICA**

Autores:

**Iván Esteban Reyes Fajardo
Cristian Daniel Fernando Núñez Vásquez**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENÍERIAS FÍSICO-QUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERIA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
BUCARAMANGA**

2011

**EVALUACIÓN DEL EFECTO DE LA TEMPERATURA EN EL ANODIZADO
DEL ALUMINIO DE ALTA PUREZA EN ÁCIDO SULFÚRICO PARA SU
POTENCIAL APLICACIÓN BIOMÉDICA**

**Iván Esteban Reyes Fajardo
Cristian Daniel Fernando Núñez Vásquez**

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

Directora: Ph.D SANDRA JUDITH GARCIA VERGARA

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENÍERIAS FÍSICO-QUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERIA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
BUCARAMANGA**

2011

DEDICATORIAS

Este proyecto de grado está dedicado mis padres Hector e Isbelia por su amor y apoyo incondicional a lo largo de toda mi vida. A mi hermana Taty que es una mujer que admiro y es un ejemplo a seguir.

A mis abuelos Ernesto y Ana Lucila por estar siempre ahí en todo momento durante mi carrera universitaria, al igual que mi tía Maritza y mis primos José y Sergio.

A mi novia Viviana que siempre estuvo apoyándome y motivándome a lo largo del desarrollo del presente trabajo.

IVÁN ESTEBAN REYES FAJARDO

A mi amada madre y amiga Hortensia Vásquez (q.e.p.d) quien fue una
mujer de gran espíritu
y una nobleza muy grande, quien siempre me motivó al estudio, con su
esfuerzo y dedicación por sacarme adelante.

A mis hermanas Diana, Mónica y Andrea, a mi padre Serafín y mi tío
Mariano por ser un respaldo y una compañía incondicional en todo este
tiempo.

A mis compañeros Viviana, Yurany, Diego, Carlos, William, Diana, Iván
y mi compañero de proyecto Esteban y a todos aquellos compañeros de
carreera con los que compartí en algún momento, por brindarme su amistad,
por aquellos favores prestados y ser compañía en momentos de felicidad y de
lucha por alcanzar los logros profesionales.

CRISTIAN DANIEL FERNANDO NUÑEZ
VÁSQUEZ

AGRADECIMIENTOS

A Dios por su bendición e iluminación para que las todas cosas salieran bien de principio a fin.

A la profesora Sandra Judith García Vergara por su continua orientación, motivación y entusiasmo a lo largo de este proyecto. Al grupo de investigación GIC, dirigido por el profesor Dario Yesid Peña y el profesor Custodio Vásquez por facilitarnos y asesorarnos con el uso de las instalaciones y equipos del laboratorio, a sus miembros y compañeros, en especial a Laura Quiroz por su constante ayuda. A todo el personal de la escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales tanto profesores como técnicos que siempre tuvieron la mayor disposición para cualquier asesoría, de manera especial la profesora Luz Amparo Quintero, el profesor Custodio y el técnico Ambrosio Carrillo.

CONTENIDO

INTRODUCCIÓN	19
1. DEFINICIÓN DEL PROBLEMA.....	22
2. OBJETIVOS	23
2.1. OBJETIVO GENERAL	23
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	23
3. MARCO REFERENCIAL	24
3.1. HISTORIA DEL ALUMINIO.....	24
3.2. METALURGIA DEL ALUMINIO	25
3.2.1. OBTENCIÓN DE ALUMINIO DE ALTA PUREZA	26
3.3. PROPIEDADES DEL ALUMINIO PURO	27
3.3.1. PROPIEDADES FÍSICAS	27
3.3.2. PROPIEDADES QUÍMICAS.....	28
3.3.3. PROPIEDADES MECÁNICAS DEL ALUMINIO.....	28
3.4 TRATAMIENTOS SUPERFICIALES DEL ALUMINIO	29
3.4.1. PROCESO DE LIMPIEZA.....	30
3.4.2. LIMPIEZA ULTRASÓNICA	30
3.4.3. TRATAMIENTO QUÍMICO PARA LA PROTECCIÓN	31
3.4.4 ELECTROPULIDO	31
3.5. OXIDACIÓN ANÓDICA	34
3.6. SELLADO DE LAS PELÍCULAS ANÓDICAS	37
3.6.1. SELLADO EN AGUA CALIENTE	38
3.6.2. EFICIENCIA DEL SELLADO.....	39
3.7. ANÁLISIS DE LA PELÍCULA DE ÓXIDO.....	40
3.8. INSTRUMENTACIÓN QUIRÚRGICA	40
4. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	42
4.1. PREPARACIÓN SUPERFICIAL	43
4.2. ANODIZADO	43
4.3. CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA.....	45
4.4. SELLADO DE LAS CAPAS ANÓDICAS DE ÓXIDO	45
4.4.1. DETERMINACIÓN DEL TIEMPO DEL SELLADO	46
4.5. PRUEBAS DE INMERSIÓN	47
4.6. PRUEBAS DE ESTERILIZACIÓN	47
4.6.1. ESTERILIZACIÓN EN AUTOCLAVE	48
4.6.2. ESTERILIZACIÓN CON ÓXIDO DE ETILENO	49
4.7. MICROSCOPIA ÓPTICA.....	49
5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	50
5.1. CURVAS VOLTAJE TIEMPO	50
5.2. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM).....	52
5.3 ANÁLISIS DEL EFECTO DE LA TEMPERATURA DE ANODIZADO.....	58

5.4 ANÁLISIS DEL EFECTO DEL TIEMPO DE ANODIZADO	59
5.5. DETERMINACIÓN DEL TIEMPO DEL SELLADO.....	60
5.6. INSPECCIÓN VISUAL.....	63
5.6.1. ELECTROPULIDO, ANODIZADO Y SELLADO	63
5.6.2. ESTERILIZACIÓN EN AUTOCLAVE	64
5.6.3. ESTERILIZACIÓN CON ÓXIDO DE ETILENO	65
5.6.4. PRUEBAS DE INMERSIÓN	66
5.7. MICROSCOPIA ÓPTICA.....	68
5.7.1. ELECTROPULIDO	68
5.7.2. ANODIZADO	68
5.7.3. SELLADO.....	69
5.7.4. ESTERILIZACIÓN EN AUTOCLAVE	70
5.7.5. ESTERILIZACIÓN CON ÓXIDO DE ETILENO	73
5.7.6. PRUEBAS DE INMERSIÓN SOLUCIÓN SALINA.....	75
6. CONCLUSIONES.....	82
7. RECOMENDACIONES	85
BIBLIOGRAFIA	86
ANEXOS	91

LISTADE FIGURAS

	Página
FIGURA 1. CURVAS DE POLARIZACIÓN OBTENIDAS DE MUESTRAS DE ALUMINIO DE ALTA PUREZA EN SOLUCIONES CON DIFERENTES PROPORCIONES EN VOLUMEN DE ÁCIDO PERCLÓRICO Y ETANOL.	33
FIGURA 2. CURVAS DE POLARIZACIÓN ANÓDICA DE LAS MUESTRAS DE ALUMINIO EN LA MEZCLA LA SOLUCIÓN CON LA RELACIÓN DE VOLUMEN 1:8 DE ÁCIDO PERCLÓRICO AL ETANOL A DIFERENTES TEMPERATURAS.....	33
FIGURA 3. DIAGRAMA ESQUEMÁTICO QUE MUESTRA LA SECCIÓN TRANSVERSAL DE UNA PELÍCULA POROSA EN EL ALUMINIO.	36
FIGURA 4. METODOLOGÍA USADA PARA EL DESARROLLO DEL PRESENTE TRABAJO.	42
FIGURA 5. ESQUEMA DE LAS DIMENSIONES DE LAS MUESTRAS.....	43
FIGURA 6. CELDA USADA PARA LA REALIZACIÓN DEL ELECTROPULIDO DE ALUMINIO DE ALTA PUREZA.....	44
FIGURA 7. CELDA UTILIZADA PARA LA REALIZACIÓN DE LOS ENSAYOS DE ANODIZADO DE LAS PROBETAS DE ALUMINIO DE ALTA PUREZA ELECTROPULIDO, JUNTO CON LA FUENTE DE VOLTAJE, EL OSCILOSCOPIO Y EL COMPUTADOR CON EL SOFTWARE PARA RECOLECTAR LOS DATOS.	44
FIGURA 8. SELLADO DE MUESTRAS DE ALUMINIO DE ALTA PUREZA ANODIZADAS EN 0.4 M H ₂ SO ₄ A 5 MA/CM ² A 5 Y 23°C POR 600 Y 1800 S, EN AGUA A 96°C POR DIFERENTES TIEMPOS.	46
FIGURA 9. CELDA Y MONTAJE PARA LA MEDIDA DE IMPEDANCIA ELECTROQUÍMICA DE LAS PROBETAS ANODIZADAS EN 0.4 M H ₂ SO ₄ A 5 MA/CM ² A 23°C POR 600 S Y SELLADAS POR 900, 1800 Y 2700 s.	47
FIGURA 10. AUTOCLAVE PAFFOR MODELO PAFF-50-L 1P PARA LA ESTERILIZACIÓN DE MUESTRAS RECTANGULARES DE ALUMINIO DE ALTA PUREZA ANODIZADAS EN ACIDO SULFÚRICO 0.4 M A 5 MA/CM ² A 5 Y 23°C POR 600 Y 1800 S, SIN SELLAR Y EL MISMO NÚMERO DE PROBETAS SELLADAS A 96°C POR 1800 s.	48
FIGURA 11. CURVAS VOLTAJE-TIEMPO PARA EL ALUMINIO DE ALTA PUREZA ANODIZADO A 5 MA/CM ² EN UNA SOLUCIÓN 0.4 M DE H ₂ SO ₄ , A (A) 5 Y (B) 23°C, POR 600 Y 1800 s.....	50

FIGURA 12. MICROGRAFÍAS DE SEM DE LA SECCIÓN TRANSVERSAL DEL ALUMINIO DE ALTA PUREZA ANODIZADO EN UNA SOLUCIÓN 0.4 M DE H ₂ SO ₄ A 5°C POR 600 S. (A) 11.73 KX, (B) 16.54 KX, (C) 25.07 KX	52
FIGURA 13. MICROGRAFÍAS DE SEM DE LA SECCIÓN TRANSVERSAL DEL ALUMINIO DE ALTA PUREZA ANODIZADO EN UNA SOLUCIÓN 0.4 M DE H ₂ SO ₄ A 23°C POR; 600 (A Y B) S Y 1800 S (C Y D).....	53
FIGURA 14. MICROGRAFÍA DE LA SUPERFICIE DE LA PELÍCULA ANÓDICA POROSA FORMADA EN 0.4 M H ₂ SO ₄ A UNA 5°C Y 5 MA/CM ² POR 1800 S. (A) 50.00 KX, (B) 100.00 KX, (C) 200.00 KX.....	56
FIGURA 15. MICROGRAFÍA DE LA SUPERFICIE DE LA PELÍCULA ANÓDICA POROSA FORMADA EN 0.4 M H ₂ SO ₄ A 23°C Y 5 MA/CM ² POR 1800 S. (A) 50.00 KX, (B) 100.00 KX, (C) 200.00 KX.	57
FIGURA 16. GRÁFICOS DE NYQUIST OBTENIDOS PARA LAS MUESTRAS DE ALUMINIO DE ALTA PUREZA ANODIZADAS EN 0.4 M H ₂ SO ₄ A 5 MA/CM ² A 23°C POR 600 S Y SELLADAS POR 900, 1800 Y 2700 S.	60
FIGURA 17. RESULTADOS DE IMPEDANCIA PARA EL MODELO DE SELLADO CONTINUO EN AGUA CALIENTE DE PELÍCULAS ANÓDICAS FORMADAS EN ACIDO SULFÚRICO DURANTE (1) 4 MIN; (2) 5 A 9 MIN; (3) 11 A 15 MIN; (4) 17 A 27 MIN; (5) 25 A 38 MIN (6) 30 A 32 MIN [57]....	61
FIGURA 18. GRÁFICOS DE BODE OBTENIDOS PARA LAS MUESTRAS DE ALUMINIO DE ALTA PUREZA ANODIZADA EN 0.4 M H ₂ SO ₄ A 5 MA/CM ² A 23°C POR 600 S, SELLADAS A 900, 1800 Y 2700 S. A) MÓDULO DE IMPEDANCIA Y B) ÁNGULO DE FASE.	62
FIGURA 19. MUESTRAS DE ALUMINIO DE ALTA PUREZA ELECTROPULIDA (A), ANODIZADAS EN 0.4 M H ₂ SO ₄ A 5 MA/CM ² A 5°C POR 600 (B) Y 1800 S (C), SELLADAS POR 600 S (F Y G) RESPECTIVAMENTE, Y A 23°C POR 600 (D) Y 1800 S (E) Y SELLADAS POR 600 S (H E I) RESPECTIVAMENTE.....	64
FIGURA 20. MUESTRAS DE ALUMINIO DE ALTA PUREZA ANODIZADAS EN 0.4 M H ₂ SO ₄ A 5MA/CM ² A 5 [1] Y 23°C [2] POR (A Y C) 600 Y (B Y D) 1800 S Y SELLADAS POR (C Y D) 600 S. TODAS LAS MUESTRAS ESTERILIZADAS EN AUTOCLAVE A 121°C Y 30 PSI POR 3600 S.	65
FIGURA 21. MUESTRAS DE ALUMINIO DE ALTA PUREZA ANODIZADAS EN 0.4 M H ₂ SO ₄ A 5 MA/CM ² A 5 [1] Y 23°C [2] POR 600 (A Y C) Y 1800 S (B Y D) Y SELLADAS POR 600 S(C Y D). TODAS LAS MUESTRAS ESTERILIZADAS CON ÓXIDO DE ETILENO.	66

FIGURA 22. MUESTRAS DE ALUMINIO DE ALTA PUREZA ANODIZADAS EN EN 0.4 M H ₂ SO ₄ A 5 MA/CM ² A 5 [1] Y 23°C [2] POR 600 (A Y C) Y 1800 S (B Y D) Y SELLADAS POR 1800 S(C Y D), LUEGO DE SER INMERSAS EN UNA SOLUCIÓN SALINA (90% AGUA, 0,60% NACL Y 0,40%) POR 10 DÍAS.....	66
FIGURA 23. MUESTRAS DE ALUMINIO DE ALTA PUREZA ANODIZADAS EN 0.4 M H ₂ SO ₄ A 5 MA/CM ² A 5 [1] Y 23°C [2] POR 600 (A Y B) Y 1800 SEGUNDOS (C Y D) Y SELLADAS POR 1800 SEGUNDOS (B Y D). INMERSAS EN UNA SOLUCIÓN SALINA (90% AGUA, 0,60% NACL Y 0,40%) POR 20 DÍAS.....	67
FIGURA 24. MUESTRAS DE ALUMINIO DE ALTA PUREZA ANODIZADAS EN 0.4 M H ₂ SO ₄ A 5 MA/CM ² A 5 [1] Y 23°C [2] POR 600 (A Y B) Y 1800 SEGUNDOS (C Y D) Y SELLADAS POR 1800 SEGUNDOS (B Y D). INMERSAS EN UNA SOLUCIÓN SALINA (90% AGUA, 0,60% NACL Y 0,40%) POR 30 DÍAS.....	67
FIGURA 25. MICROGRAFÍA ÓPTICA DE LA SUPERFICIE DEL ALUMINIO DE ALTA PUREZA ELECTROPULIDO EN UNA SOLUCIÓN 20% ÁCIDO PERCLÓRICO (HClO ₄) Y 80% ETANOL A 7±1°C POR 180 s. 1400X.....	68
FIGURA 26. MICROGRAFÍAS ÓPTICAS DE LA SUPERFICIE DEL ALUMINIO DE ALTA PUREZA ANODIZADO EN 0.4 M H ₂ SO ₄ A 5 MA/CM ² A 5°C POR A) 600 Y B) 1800 S Y A 23 °C POR C) 600 Y D) 1800 s.1400X	69
FIGURA 27. MICROGRAFÍAS ÓPTICAS DE LA SUPERFICIE DEL ALUMINIO DE ALTA PUREZA ANODIZADO EN 0.4 M H ₂ SO ₄ A 5 MA/CM ² A 5°C POR A) 600 Y B) 1800 S Y A 23°C POR C) 600 Y D) 1800 s, CON SELLADO. 1400X.	70
FIGURA 28. MICROGRAFÍAS ÓPTICAS DE LA SUPERFICIE DEL ALUMINIO DE ALTA PUREZA ANODIZADAS EN EN 0.4 M H ₂ SO ₄ A 5 MA/CM ² A 5°C POR A) 600 Y B) 1800 S Y A 23°C POR C) 600 Y D) 1800 S LUEGO DE SER ESTERILIZADAS EN AUTOCLAVE. 1400X.....	71
FIGURA 29. MICROGRAFÍAS ÓPTICAS DE LA SUPERFICIE DEL ALUMINIO DE ALTA PUREZA ANODIZADO EN 0.4 M H ₂ SO ₄ A 5 MA/CM ² A 5°C POR A) 600 Y B) 1800 S Y A 23°C POR C) 600 Y D) 1800 s, LUEGO DE SELLADAS Y ESTERILIZADAS EN AUTOCLAVE. 1400X	72
FIGURA 30. SUPERFICIE DEL ALUMINIO DE ALTA PUREZA ANODIZADAS EN 0.4 M H ₂ SO ₄ A 5 MA/CM ² A 5°C POR A) 600 Y B) 1800 S Y A 23°C POR C) 600 Y D) 1800 s, ESTERILIZADAS CON ÓXIDO DE ETILENO. 1400X.	74
FIGURA 31. MICROGRAFÍAS ÓPTICAS DE LA SUPERFICIE DEL DEL ALUMINIO DE ALTA PUREZA ANODIZADAS EN EN 0.4 M H ₂ SO ₄ A 5 MA/CM ² A 5°C POR A) 600 Y B) 1800 Y A 23°C POR C) 600 Y D) 1800 SEGUNDOS CON SELLADO ESTERILIZADAS CON OXIDO DE ETILENO.	75

FIGURA 32. MICROGRAFÍAS ÓPTICAS DE LA SUPERFICIE DEL ALUMINIO DE ALTA PUREZA ANODIZADAS EN 0.4 M H₂SO₄ A 5 MA/CM² A 5°C POR A) 600 Y B) 1800 S Y A 23°C POR C) 600 Y D) 1800 S, INMERSAS EN UNA SOLUCIÓN SALINA POR 10 DÍAS. 1400X. 76

FIGURA 33. MICROGRAFÍAS ÓPTICAS DE LA SUPERFICIE DEL ALUMINIO DE ALTA PUREZA ANODIZADAS EN 0.4 M H₂SO₄ A 5 MA/CM² A 5°C POR A) 600 Y B) 1800 S Y A 23°C POR C) 600 Y D) 1800 S, CON SELLADO INMERSAS EN SOLUCIÓN SALINA POR 10 DÍAS. 1400X. . 77

FIGURA 34. MICROGRAFÍAS ÓPTICAS DE LA SUPERFICIE DEL ALUMINIO DE ALTA PUREZA ANODIZADAS EN 0.4 M H₂SO₄ A 5 MA/CM² A 5°C POR A) 600 Y B) 1800 S Y A 23°C POR C) 600 Y D) 1800 S, INMERSAS EN UNA SOLUCIÓN SALINA POR 20 DÍAS. 1400X. 78

FIGURA 35. MICROGRAFÍAS DE LA SUPERFICIE DEL ALUMINIO DE ALTA PUREZA ANODIZADAS EN 0.4 M H₂SO₄ A 5 MA/CM² A 5°C POR A) 600 Y B) 1800 S Y A 23°C POR C) 600 Y D) 1800 S, SELLADAS E INMERSAS EN SOLUCIÓN SALINA POR 20 DÍAS. 1400X. 79

FIGURA 36. MICROGRAFÍAS ÓPTICAS DE LA SUPERFICIE DEL ALUMINIO DE ALTA PUREZA ANODIZADAS EN 0.4 M H₂SO₄ A 5 MA/CM² A 5°C POR A) 600 Y B) 1800 S Y A 23°C POR C) 600 Y D) 1800 S, INMERSAS EN UNA SOLUCIÓN SALINA POR 30 DÍAS. 1400X. 80

FIGURA 37. MICROGRAFÍAS DE LA SUPERFICIE DEL ALUMINIO DE ALTA PUREZA ANODIZADAS EN 0.4 M H₂SO₄ A 5 MA/CM² A 5°C POR A) 600 Y B) 1800 S Y A 23°C POR C) 600 Y D) 1800 S, SELLADAS E INMERSAS EN SOLUCIÓN SALINA POR 30 DÍAS. 1400X 81

LISTA DE TABLAS

	Página
TABLA 1. PROPIEDADES FÍSICAS MÁS CARACTERÍSTICAS DEL ALUMINIO PURO	27
TABLA 2. PROPIEDADES ELÁSTICAS DEL ALUMINIO DE ALTA PUREZA	29
TABLA 3. VALORES DE VOLTAJE MÁXIMO APLICADO Y VOLTAJE ESTABLE PARA ALUMINIO DE ALTA PUREZA ANODIZADO A 5 mA/CM ² EN UNA SOLUCIÓN 0.4 M DE H ₂ SO ₄ A 5 Y 23°C POR 600 Y 1800 s.	51
TABLA 4. ESPESORES DE LAS PELÍCULAS ANÓDICAS REALES Y TEÓRICOS PARA ALUMINIO DE ALTA PUREZA ANODIZADO A 5 mA/CM ² EN UNA SOLUCIÓN 0.4 M DE H ₂ SO ₄ A 5 Y 23°C POR 600 Y 1800 s.	54

LISTA DE ANEXOS

	Página.
ANEXO A. PROCESOS DE ESTERILIZACIÓN	91

RESUMEN

TITULO: EVALUACIÓN DEL EFECTO DE LA TEMPERATURA EN EL ANODIZADO DEL ALUMINIO DE ALTA PUREZA EN ÁCIDO SULFÚRICO PARA SU POTENCIAL APLICACIÓN BIOMÉDICA*

AUTORES: REYES FAJARDO, Iván Esteban y NÚÑEZ VASQUEZ, Cristian Daniel Fernando.**

PALABRAS CLAVE: aluminio, anodizado, películas anódicas, ácido sulfúrico, sellado.

DESCRIPCIÓN: La formación de películas porosas de alúmina (Al_2O_3) mediante el proceso de oxidación anódica sobre aluminio de alta pureza, su durabilidad al estar expuesto a procesos de esterilización e inmersión en solución salina, son estudiadas en el presente trabajo. Se utilizó 0.4 M de ácido sulfúrico como electrolito, una densidad de corriente de 5 mA/cm^2 , tiempos de anodizado de 600 y 1800 segundos y dos diferentes temperaturas, 5 y 23°C . La morfología de los óxidos formados fue determinada por microscopía electrónica de barrido (SEM). La durabilidad del recubrimiento fue evaluada mediante inspección visual y microscopía óptica. El tiempo de sellado fue determinado por espectroscopia de impedancia electroquímica. Las curvas voltaje-tiempo presentaron un comportamiento típico característico de la formación de películas anódicas porosas de óxido de aluminio. Las películas anódicas, de acuerdo con las observaciones por SEM, están compuestas de una capa barrera interna y una capa porosa externa. Además se encontró que a temperaturas bajas el espesor de la película anódica es mayor y presenta una morfología más compacta y organizada. El espesor de las películas también aumenta a medida que aumenta el tiempo de anodizado, para las dos temperaturas estudiadas. Las muestras con películas anódicas de mayor espesor y selladas presentaron mayor durabilidad al estar sumergidas en una solución salina. Los dos procesos de esterilización usados son viables.

*Trabajo de Grado.

**Facultad de Ingenierías Físicoquímicas, Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales. Directora: Ph.D Sandra Judith García Vergara.

ABSTRACT

TITLE: EVALUATION OF THE EFFECT OF TEMPERATURE ON THE HIGH PURITY ALUMINUM ANODIZING IN SULFURIC ACID FOR POTENTIAL BIOMEDICAL APPLICATION*

AUTHORS: REYES FAJARDO, Iván Esteban y NÚÑEZ VASQUEZ, Cristian Daniel Fernando.**

KEYWORDS: aluminum, anodizing, anodic film, sulfuric acid, sealing.

DESCRIPTION: The formation of porous films of alumina (Al_2O_3) by anodizing of high purity aluminum, its durability when is exposed to sterilization processes and immersion in saline solution (99% H_2O , 0.60% NaCl y 0.40% de urea), were studied in the present work. A solution of 0.4 M sulfuric acid was used as electrolyte, with a current density of 5 mA/cm^2 , anodized times of 600 and 1800 seconds and two diferents temperatures of 5 and 23 °C. The morphology of the formed oxide was determined by scanning electron microscopy (SEM). The coating durability was evaluated by visual inspection and optical microscopy. The sealing time was determined by electrochemical impedance spectroscopy. Voltage-time curves showed a typical behavior of the formation of porous anodic films in sulphuric acid. The porous anodic films were composed by an internal barrier layer and an external porous layer. The anodizing at lower temperatures produced thicker anodic films with a compact and organized morphology. The thickness of the anodic films increases as the anodizing time increases, for the two anodizing temperatures used. The samples with thicker anodic film and sealed, showed a greater durability while were submerged in a saline solution. The two sterilization processes used are feasible for the anodized and sealed samples.

*Degree Work

**Faculty of Physical Chemistry Engineering, School of Metallurgical Engineering and Materials Science. Director: Ph. D. Sandra Judith García Vergara

INTRODUCCIÓN

La combinación de la ligereza con resistencia y alta conductibilidad eléctrica y térmica, es la propiedad que convirtió el aluminio y sus aleaciones en un material de importancia para la industria aeronáutica, construcción, transporte, eléctrica, electrónica y la fabricación de motores de combustión interna, entre otros. Además, las propiedades superficiales del aluminio, pueden mejorarse formando películas anódicas, las cuales extienden el campo de aplicación de este y sus aleaciones. En muchas de estas aplicaciones las propiedades mecánicas como la dureza, la resistencia al desgaste y la corrosión son de vital importancia [6]. En un afán para responder ante estos requerimientos, se han estudiado extensivamente los mecanismos de formación de las películas anódicas de alúmina [13]. El aluminio puro es un material ligero, atractivo, no-tóxico y muy reactivo que se oxida con facilidad al contacto con el medio ambiente formando en su superficie una película delgada de óxido. Esta película protege el metal base de un ataque corrosivo debido a su alta resistencia a la transferencia de electrones. Las nanoestructuras porosas de alúmina, son obtenidas por la oxidación electroquímica del aluminio y consisten en un arreglo estructural de celdas hexagonales, sensibles a los parámetros experimentales como la composición del electrolito, concentración, temperatura y voltaje de anodización [9]. El control de dichos parámetros genera materiales con buena inercia química, estabilidad térmica y estructuras ordenadas. Estas características permiten aplicaciones en diversos ambientes agresivos, como pueden llegar a ser los fluidos biológicos [18]. En el presente trabajo se estudió el efecto de la temperatura en la producción de películas anódicas en aluminio de alta pureza en una solución 0.4 M de ácido sulfúrico, a temperaturas de 5 y 23°C por diferentes tiempos de anodizado. Además se realizó un sellado en agua caliente a algunas muestras. Las muestras anodizadas con o sin sellado, fueron sometidas a dos de los procesos más comunes de esterilización a nivel hospitalario y expuestas a un ambiente agresivo salino de 90% agua, 0,60% NaCl y 0,40% de úrea por períodos hasta de 30 días. La caracterización de las muestras se realizó por microscopia electrónica de barrido (SEM), microscopia óptica y espectroscopia de impedancia electroquímica

(EIS). Los resultados muestran que las películas formadas a más bajas temperaturas presentan películas anódicas más gruesas y más ordenadas. Así mismo se evidencia que el sellado de las películas porosas, mejora notablemente la respuesta a la esterilización, en términos de apariencia física final, así como también reduce el deterioro de las películas anódicas en soluciones salinas.

1. DEFINICIÓN DEL PROBLEMA

La instrumentación biomédica generalmente está hecha en acero inoxidable, además de otros elementos como titanio, oro y diversas aleaciones [7]. Estos materiales ofrecen las propiedades mecánicas y químicas necesarias en los diferentes procesos que implican su uso, es decir, conservando sus características al contacto con los diferentes fluidos biológicos a los que están expuestos directamente y durante los necesarios procesos de esterilización [6]. Pero es bien sabido que este tipo de aleaciones demandan altos costos de fabricación debido a los diferentes tratamientos a los que tiene que ser sometidos, para obtener sus características, se crea entonces la necesidad de buscar materiales alternativos con miras a lograr utillaje biomédico económico hecho en materiales diferentes a los convencionales, tal como lo pueden ser el aluminio y sus aleaciones. El aluminio anodizado bajo ciertos parámetros puede llegar a obtener una película anódica con las suficientes propiedades mecánicas superficiales y resistentes a la corrosión, que junto con la ligereza del metal lo hace ser un material potencialmente apto para aplicaciones biomédicas.

2. OBJETIVOS

2.1. OBJETIVO GENERAL

- Evaluar el efecto de la temperatura y el tiempo en el anodizado de aluminio alta pureza en ácido sulfúrico para su potencial aplicación biomédica.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Producir capas anódicas en aluminio puro en una solución de ácido sulfúrico a temperaturas de 5 y 23°C, por diferentes tiempos de anodizado.
- Realizar el proceso de sellado de las capas anódicas en agua caliente.
- Evaluar la degradación de la capa anódica con y sin sellado en una solución salina, mediante pruebas de inmersión.
- Analizar la respuesta de la capa anódica en dos de los procesos más comunes de esterilización.

3. MARCO REFERENCIAL

El material biomédico debe poseer una serie de propiedades específicas necesarias en la puesta en servicio del producto final, entre las cuales cabe resaltar la resistencia a la corrosión, al desgaste y ser bioinerte al contacto con los fluidos orgánicos [20]. Para algunas aplicaciones específicas es posible emplear aluminio y sus aleaciones, sometidas a un proceso de anodizado bajo ciertos parámetros [43]. El aluminio es uno de los materiales de considerable importancia en la actualidad, a la vez que es de los más abundantes en la naturaleza lo que se ve reflejado en los precios del mercado, es un metal trivalente, fácil de pulir, tenaz, duro, maleable y dúctil [9].

3.1. HISTORIA DEL ALUMINIO

El aluminio es uno de los metales más modernos si lo comparamos con la metalurgia nacida hace más de 5000 años. Fue a comienzos del siglo XIX, en 1825 cuando un químico danés, Hans Cristian Oersted aisló el metal por primera vez por medio de un proceso químico que utilizaba una amalgama de potasio y cloruro de aluminio. El químico alemán Wöhler en el año 1827 lo obtuvo en forma de polvo, al hacer reaccionar el potasio con el cloruro de aluminio y posteriormente en el año 1845, él mismo, determinó por primera vez las propiedades del metal recién descubierto, densidad y ligereza y lo separó en forma de bolitas [13].

Es el segundo elemento metálico más abundante en la tierra se encuentra en estado natural en muchos silicatos (feldespatos, plagioclasas y micas). Como metal se extrae del mineral conocido como bauxita, por transformación primero en alúmina mediante el proceso Bayer y a continuación en aluminio metálico mediante electrólisis [13].

El aluminio es el metal de mayor consumo después del hierro gracias a sus propiedades mecánicas y químicas que satisfacen las necesidades de múltiples aplicaciones industriales. La rápida expansión y desarrollo de la industria del aluminio en el siglo pasado es una consecuencia de la emergencia de diversos sectores industriales, como el del automóvil, el eléctrico y el aeronáutico, que demandaban materiales con propiedades específicas [6].

Las propiedades más atractivas del aluminio y sus aleaciones son su baja densidad, su buena resistencia a la corrosión y sus propiedades mecánicas, logradas mediante la adición de elementos aleantes comunes tales como cobre, silicio, magnesio, manganeso y cinc. Adicionalmente por medio de una serie de tratamientos térmicos, mecánicos y superficiales bajo condiciones controladas, se pueden lograr mejoras significativas en la aleación final [6].

Otras propiedades del aluminio y sus aleaciones son: elevada conductividad térmica y eléctrica, reflectividad, elevada ductilidad, neutralidad magnética y naturaleza no tóxica de sus productos de corrosión [9]. Por lo anterior encuentra aplicación en diversas industrias como la del transporte, la conducción de corriente eléctrica, la fabricación de perfiles y estructuras para la construcción, así como también para la fabricación de contenedores y envases para el almacenamiento y la distribución de productos alimenticios [9].

3.2. METALURGIA DEL ALUMINIO

La extracción del aluminio de la bauxita se efectúa en tres etapas, minería, refinación y reducción. La bauxita se extrae, se lava y se seca antes de ser destinada a la refinación, donde se separa del aluminio. El proceso Bayer para la producción a gran escala de alúmina a partir de bauxita, es el método que más se usa en la industria del aluminio [40].

Partiendo de la bauxita, sometida previamente a un proceso de desecación y moliendo finamente el material, se calienta con una solución concentrada de soda

cáustica (NaOH) para obtener una solución de aluminato sódico (AlO_2Na) y algo de silicato sódico (Na_2SiO_2). Esta solución se filtra y se hace precipitar hidróxido de aluminio ($\text{Al}(\text{OH})_3$, con dióxido de carbono o con una pequeña cantidad de hidróxido de aluminio previamente precipitado [13].

La alúmina se reduce a aluminio en unas células electrolíticas de acuerdo al procedimiento Hall-Hérault. En estas células se usa criolita fundida a 980°C para disolver la alúmina, la que al someterse a electrólisis se divide en aluminio y oxígeno. El aluminio baja al fondo del depósito donde se extrae periódicamente y el oxígeno se combina con el carbono del ánodo para producir CO_2 [13].

Por la acción de la corriente eléctrica suministrada, se descompone la alúmina introducida en el interior del horno electrolítico y según las leyes que rigen la electrólisis, en el electrodo negativo (cátodo) constituido por el revestimiento el horno, se deposita aluminio. Allí se extrae el metal y se cuela en forma de placas de laminación, tochos o billetas para extrusión o lingotes para fundición. De acuerdo con las mismas leyes, en el electrodo positivo (ánodo) se va produciendo oxígeno, que debido a su gran actividad, reacciona con el carbono de dicho electrodo, formando productos gaseosos de monóxido (CO) y dióxido de carbono (CO_2). Debido a esta reacción se produce un desgaste del ánodo por lo que hay que reponerlo periódicamente [13].

3.2.1. OBTENCIÓN DE ALUMINIO DE ALTA PUREZA

Actualmente se exige aluminio de mayor pureza para aplicaciones especiales. Dos métodos existen para este fin; el llamado método Seiger, moderno, que presenta una pureza de 99,96 a 99,99% en metal y el que se conoce como refinación electrolítica de triple capa, utilizado desde hace mucho tiempo para la obtención de aluminio de 99,99% (alta pureza) [9].

3.3. PROPIEDADES DEL ALUMINIO PURO

3.3.1. PROPIEDADES FÍSICAS

Las propiedades físicas más destacables del aluminio y sus aleaciones son: poco peso, buena resistencia a la corrosión, y conductividad elevada, tanto térmica como eléctrica [4]. En la Tabla 1 se presenta un resumen de las propiedades físicas más características del aluminio puro, evidentemente estas propiedades varían según el contenido de impurezas.

Tabla 1. Propiedades físicas más características del aluminio puro [4].

PROPIEDADES	VALOR
Color	Blanco-plata
Estructura cristalográfica	Cubica centrada en las caras
Parámetro reticular a 25°C	0,40414 nm
Densidad a 20°C	2,699 g/cc
Cambio volumétrico durante la solidificación	6,7 %
Calor de combustión	200 Kcal/at-gr
Punto de fusión	660,2°C
Punto de ebullición	2057°C/2480°C
Calor específico (20°C)	930 J
Coefficiente lineal de expansión térmico X 10 ⁶	23,0(20-100°C)
Conductividad térmica a 0°C	0,50 cal/s/cm ² /cm/°C
Conductividad térmica a 100°C	0,51 cal/s/cm ² /cm/°C
Resistividad eléctrica a 20°C	2,69 μΩcm
Susceptibilidad magnética a 18°C X 10 ⁶	0.63

3.3.2. PROPIEDADES QUÍMICAS

Tanto el aluminio puro como sus aleaciones presentan una buena resistencia a la corrosión debido a la formación de una capa fina y adherente de óxido de aluminio sobre la superficie del metal [36]. Esta capa de óxido constituye una película impermeable que impide la difusión del oxígeno hacia el metal base [4]. Si en determinadas aplicaciones industriales se necesita una mayor resistencia a la corrosión, esta se puede conseguir aumentando el espesor de la capa de óxido artificialmente por un procedimiento de anodizado, con un posterior sellado en agua caliente [7].

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 [4]. La resistencia química del aluminio depende de la composición química y concentración de la solución así como de la pureza del metal.

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

- Elementos que mejoran la resistencia a la corrosión: cromo, magnesio y manganeso.
- Elementos que empeoran la resistencia: cobre, hierro, níquel, estaño, plomo y cobalto.
- Elementos que tienen poca influencia: silicio, titanio, zinc, antimonio, cadmio y zirconio.

3.3.3. PROPIEDADES MECÁNICAS DEL ALUMINIO

La principal desventaja del aluminio puro es su baja resistencia mecánica. Por este motivo al aluminio se adicionan elementos aleantes y las aleaciones finales se tratan térmicamente o se someten a procesos de forja [37]. El módulo de

elasticidad del aluminio es relativamente bajo y sensible al grado de impurezas. En la Tabla 2 se muestran las propiedades mecánicas del aluminio de alta pureza.

Tabla 2. Propiedades elásticas del aluminio de alta pureza [4].

Propiedades	Valor
Módulo de elasticidad 99,99%	64.299 N/mm ²
Módulo de elasticidad 99,950%	69.000 N/mm ²
Módulo de rigidez	17.000 N/mm ²
Coefficiente de Poisson	0,32-0,36

3.4 TRATAMIENTOS SUPERFICIALES DEL ALUMINIO

Los procedimientos que se usan para mejorar la apariencia del aluminio o su resistencia a la corrosión son semejantes a los empleados para otros metales, acabado mecánico, tratamientos químicos para limpiar, grabar o convertir la superficie, galvanoplastia y la aplicación de pintura u otro acabado orgánico. Además, hay varios procedimientos electroquímicos especiales para el aluminio, que producen un aumento artificial en el espesor de la capa de óxido [3]. Ciertas características de la superficie pueden ser requeridas para otros fines fuera de mejorar la apariencia estética o la resistencia a la corrosión. Aunque los procedimientos para el acabado del aluminio se han establecido como resultado de muchas investigaciones científicas y experimentos prácticos previos, la aplicación del proceso aún requiere de experiencia y práctica adicional. No siempre es posible generalizar sobre la superioridad de un método en comparación con otro, y en realidad el procedimiento del acabado generalmente combina dos o más tratamientos. La elección debe hacerse después de considerar las aplicaciones y su costo relativo, es por esto que muchos laboratorios se

especializan en diferentes tratamientos químicos y electroquímicos por ser más económico, práctico y efectivo a la hora de un tratamiento superficial [33].

3.4.1. PROCESO DE LIMPIEZA

El objetivo principal es eliminar la suciedad, incluidas las películas delgadas, partículas y huellas digitales de la superficie. Un lavado exitoso incluye no deformar ni dañar el producto y evitar la modificación de la superficie sin alterar la resistencia a la corrosión [32].

3.4.2. LIMPIEZA ULTRASÓNICA

La energía ultrasónica se utiliza extensivamente en aplicaciones críticas de limpieza con velocidad, lo que le resta importancia a los efectos de limpieza química alternativa [32]. El ultrasonido se propaga en un líquido en la forma de ondas longitudinales. Si la intensidad del ultrasonido se incrementa, sucederá lo siguiente tarde o temprano, las fuerzas de tensión se vuelven tan intensas que el fluido se empieza a “rasgar” en muchos puntos. Esto produce cavidades microscópicas, casi todas formando un vacío. En las ondas de presión subsecuentes, estas cavidades implosionan. Su colapso libera grandes fuerzas que producen micro ondas de impacto y micro corrientes. Este proceso físico se denomina cavitación. Estas fuerzas se presentan en la superficie de contacto de objetos sumergidos. Toda contaminación existente es desprendida y precipitada en el fluido [5].

La cavitación es afectada por muchos parámetros. Depende de la presión externa, la temperatura, la frecuencia del sonido, el tipo de fluido y otros elementos. El resultado final es un excelente efecto de limpieza, similar al ataque de miles de pequeñas brochas. Si el proceso continúa por varias horas, la superficie limpiada empezará a mostrar abrasión visible. La cavitación por sí sola no permite

resultados óptimos, el químico limpiador debe seleccionarse adecuadamente para su mejor rendimiento, combinaciones de agua y etanol para algunos metales. La selección del producto desengrasante para la limpieza es extremadamente importante para el éxito total del proceso de la limpieza ultrasónica. El producto químico seleccionado debe ser compatible con el metal que se desea ser limpiado y que tenga la capacidad para quitar los residuos que están presentes. La mayoría de los productos químicos de limpieza se pueden utilizar satisfactoriamente con ultrasonido. Algunos se formulan especialmente para el uso con ultrasonido [5]. La temperatura fue mencionada anterior como elemento importante para la formación de la cavitación efectiva. La eficacia del producto químico de limpieza también se relaciona con la temperatura. Como regla general, cada producto químico se utilizara lo mejor posible en su temperatura de proceso recomendada sin importar el efecto de la temperatura sobre los ultrasónicos [5].

3.4.3. TRATAMIENTO QUÍMICO PARA LA PROTECCIÓN

Se han perfeccionado varios tratamientos químicos para el aluminio. El objeto de dichos tratamientos es aumentar artificialmente la capa de óxido natural o cambiar la capa superficial químicamente para aumentar su resistencia a la corrosión de esta forma modificando las propiedades tanto químicas como físicas de la superficie [3].

3.4.4 ELECTROPULIDO

El electropulido es un proceso electroquímico que se utiliza para proporcionar a una superficie con una integridad superior a la de los acabados mecánicos convencionales disponibles [28]. Las imperfecciones de la superficie son eliminadas de la superficie mediante la disolución anódica en una solución electrolítica con una corriente eléctrica impuesta. Durante el proceso de

electropulido, se aplican cargas eléctricas a los puntos altos de la superficie del metal, eliminando rebabas, bordes filosos y otras imperfecciones presentes. Los átomos de metal son removidos rápidamente, dando como resultado un efecto de nivelado de la superficie del metal [28]. Primero se reducen los puntos altos y por último las muescas microscópicas, junto con cualquier estructura de la superficie de metal modificada mediante el proceso de pulido mecánico, dando como resultado mejoras en la calidad de la superficie. En contraste con el anodizado, el electropulido es más rápido y los defectos iniciales pueden rápidamente convertirse en patrones muy regulares [50]. Se ha encontrado que el espaciamiento de las líneas del patrón es mayor cuando hay más cantidad de etanol en los electrolitos en un mismo voltaje y sugiere que el espaciamiento de las líneas de patrón depende de la concentración de las moléculas polares (etanol) en el electrolito.

El electropulido se lleva a cabo en soluciones ácidas, preparadas en etanol. Una solución comúnmente usada para electropulir aluminio, es ácido perclórico/etanol. El efecto de la relación en volumen ácido perclórico/etanol para el electropulido se muestra en la Figura 1. Hay una zona definida en las curvas de polarización anódica, en las que se observa una región de densidad de corriente estable cuando la proporción de ácido perclórico en etanol es inferior a 1:5. Mayor rango en la meseta proporciona un rango de operación más amplia para el proceso de pulido electrolítico [30]. Cuando la relación de ácido perclórico es aún mayor a 1:4, la meseta desaparece de la curva de polarización anódica.

El etanol contiene moléculas polares, por lo tanto la concentración de las moléculas polares afecta a la meseta de limitación de corriente. Cuando el etanol es adsorbido en la superficie de aluminio, aumenta la doble capa quedando repleto de moléculas polares en la que reduce en gran medida el transporte de iones, en el electrodo interfaz de tal manera que la corriente a través de la capa puede ser pequeña [33].

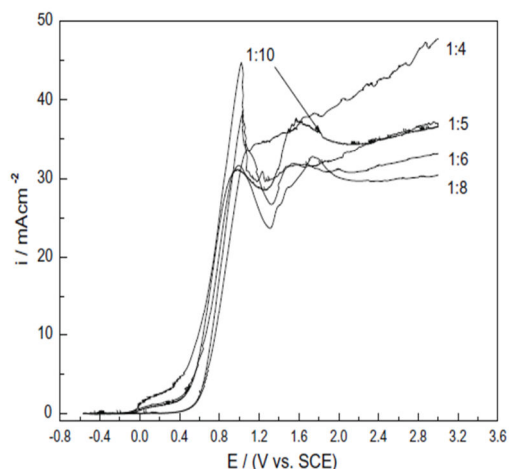


Figura 1. Curvas de polarización obtenidas de muestras de aluminio de alta pureza en soluciones con diferentes proporciones en volumen de ácido perclórico y etanol.

En la Figura 2 se observa la influencia de la temperatura. La meseta de corriente aumenta con el aumento de temperatura de 10 a 30 °C. Los resultados muestran que la meseta de corriente es menos pronunciada cuando se aumenta la temperatura. Se deben evitar temperaturas por encima de 40 °C en el ácido, ya que se crearía porosidad en la superficie del aluminio. Por lo que se recomienda que la temperatura este por debajo de 40 °C [33].

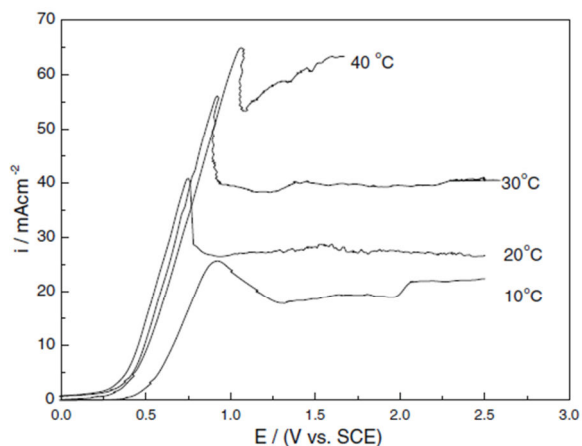


Figura 2. Curvas de polarización anódica de las muestras de aluminio en la mezcla la solución con la relación de volumen 1:8 de ácido perclórico al etanol a diferentes temperaturas

El electropulido del aluminio de alta pureza en un electrolito de ácido perclórico con etanol da como resultado un buen acabado superficial.

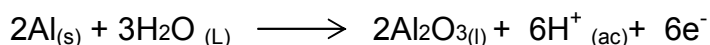
3.5. OXIDACIÓN ANÓDICA

La oxidación anódica es el proceso mediante el cual las especies electroquímicamente activas son oxidadas por el paso de corriente o un voltaje aplicado en un electrolito determinado. El anodizado de metales, especialmente del aluminio, ha recibido mucha atención debido a su amplia variedad de aplicaciones, incluyendo los recubrimientos decorativos y de protección y más recientemente en nano-ciencia y nanotecnología [8].

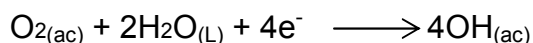
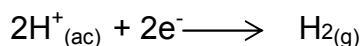
El aluminio se recubre naturalmente de una película delgada de óxido. Esta capa de alúmina (Al_2O_3) tiene un espesor más o menos de 2,5 Å, sobre el metal recientemente decapado y puede llegar a ser de 2 a 5 Å sobre un metal que haya permanecido en un horno de recocido dándole una buena resistencia a la corrosión [21]. El proceso de anodizado permite formar capas anódicas de características controladas. Esta capa anódica aumenta en forma notable la dureza y resistencia natural del metal a la acción agresiva y corrosiva de los agentes externos. Así se conservan inalterables las propiedades del aluminio por mucho tiempo [18].

El proceso de anodizado consiste en una oxidación forzada por medio acuoso conductor como ácido sulfúrico, crómico, oxálico, bórico o fosfórico, con un cátodo cuyo material puede ser de níquel, plomo o acero inoxidable y un ánodo que sería el aluminio, tras esto se pone en circulación corriente eléctrica para observar un desprendimiento de hidrógeno en el cátodo y ningún desprendimiento en el ánodo. El oxígeno procedente de la disociación electrolítica del agua ha sido utilizado en la oxidación del ánodo de aluminio [44].

La reacción anódica sucede de la siguiente manera:



Las reacciones catódicas correspondientes son:



Las capas anódicas crecen desde el metal base como una parte integral del metal y cuando se aplica correctamente da al aluminio un recubrimiento de muy buenas propiedades químicas y mecánicas. El óxido de aluminio es incoloro, transparente, relativamente inerte químicamente, duro y buen aislador eléctrico [3].

La morfología del óxido formado es controlada por el electrolito y las condiciones de anodizado usadas [27].

- Naturaleza del electrolito.
- Composición.
- Temperatura electrolito.
- Tiempo de tratamiento.
- Corriente Aplicada.

Se ha observado que las películas de alúmina formadas en soluciones ácidas o alcalinas son porosas y están constituidas por dos capas. Una capa interna fina, densas, dieléctricamente compacta y adyacente a la interface metal/óxido, llamada capa barrera o capa dieléctrica, que corresponde entre 0.1-2% del espesor total de la capa anódica. Esta capa barrera se forma en los primeros minutos del proceso de anodizado a una elevada tensión. Su espesor varía directamente con el voltaje o corriente aplicada es inversamente a 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 los fallos de su microestructura [18]. Sobre la capa barrera va formándose otra capa externa porosa. El crecimiento de esta capa porosa tiene lugar en la parte inferior de los poros, siendo el ion aluminio el que migra a través de la capa barrera [18]. Los poros que se van formando tienen forma de celdillas

paralelas y normales a la superficie del metal. La porosidad de la capa exterior, así como su espesor, es el resultado del flujo de alúmina anódica desde la capa barrera hacia las paredes del poro. La alúmina se vuelve plástica debido al proceso de transporte iónico dentro de la capa barrera y el flujo se ve favorecido por las tensiones creadas en la capa barrera por electroestrinsión y por el crecimiento de nueva alúmina [44]. El número de poros y su volumen dependen en gran medida del voltaje de formación y el tipo de electrolito usado [18].

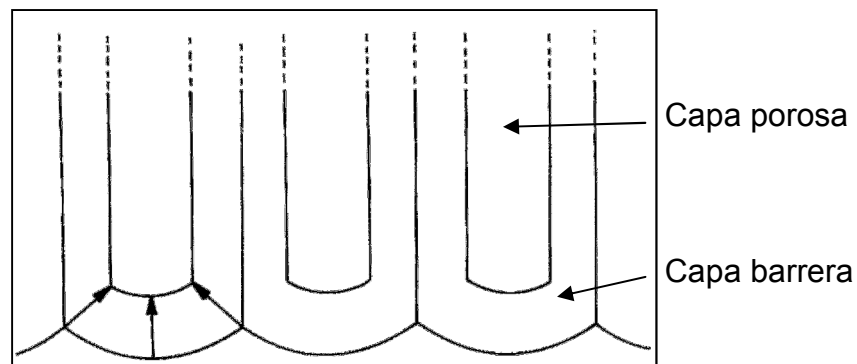


Figura 3. Diagrama esquemático que muestra la sección transversal de una película porosa en el aluminio.

La morfología y composición de la capa anódica resultante depende fuertemente del tipo de aleación de aluminio utilizada durante el proceso ya que ciertos elementos aleantes no favorecen el tratamiento [31].

El control de la temperatura es uno de los factores más importantes que influyen en las propiedades de las películas anódicas y debe ser bien controlada para producir una calidad consistente. Se debe tener dispositivos de control ya que se genera gran cantidad de calor durante el proceso de anodizado [27].

Se pueden usar muchas soluciones de ácidos para el anodizado, pero el ácido sulfúrico es el más comúnmente usado debido a los factores económicos. Los ácidos crómico y fosfórico son usados en ciertas aplicaciones demostrando ciertas similitudes en los resultados [17].

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 del sellado, consistente básicamente en la hidratación de la alúmina por inmersión en agua caliente, el cual consiste en introducir el aluminio anodizado, una vez bien enjuagado en baños de agua desionizada caliente, entre 95-98° C, durante un periodo de tiempo que oscila entre 2 y 3 minutos por micra de película anódica [20].

3.6. SELLADO DE LAS PELÍCULAS ANÓDICAS

Apariencia durable y resistencia a la corrosión son dos de las más deseables propiedades del aluminio anodizado usado en las aplicaciones industriales, ambas demandan un proceso posanodizado conocido como sellado [24].

Esta ya establecido que las capas anódicas producidas sobre aluminio son películas de óxido altamente porosas, lo que les confiere una gran capacidad absorbente, que facilita el ensuciamiento y la penetración de los agentes agresivos líquidos y gaseosos, generando preocupación por la durabilidad de los anodizados en los ambientes naturales contaminados [14]. La resistencia a la corrosión se asegura en la práctica mediante la operación industrial del sellado, que se realiza tradicionalmente, desde hace unos 70 años [47].

Las películas anódicas formadas en ácido sulfúrico poseen una estructura porosa, consistente en diminutas celdas hexagonales cada una con un poro central. Las celdas son un conjunto de cristales amorfos relativamente abiertos, compuestas principalmente de óxido de aluminio con un porcentaje significativo de sulfato de aluminio, impregnado por agua molecular. La estructura porosa superficial, con un área superficial específica de alrededor 100 m²/g en el caso del anodizado en ácido sulfúrico [22], posee la capacidad de absorber agua y sustancias agresivos del medio. Las películas porosas sin un tratamiento adicional no pueden

proporcionar la resistencia a la corrosión deseada. En consecuencia, es esencial cerrar los microporos con una operación de sellado después del anodizado.

El sellado de las películas anódicas porosas da como resultado el cierre de los microporos, el cierre de las regiones intercristalinas y un incremento en el contenido de agua en las capas. Se producen varias formas de alúmina hidratada de los cuales la mayor parte es bohemita, $\text{AlO}(\text{OH})$. Estudios termodinámicos [11] sugieren que a bajas temperaturas se forma una película hidratada de hidróxido de aluminio $[\text{Al}(\text{OH})_3]$ y por el contrario la bohemita es formada normalmente a temperaturas por encima de 80°C [29]. La bohemita es químicamente más estable y menos soluble que el hidróxido de aluminio. La reacción básica del sellado es expresada por la siguiente ecuación a una temperatura mayor de 80°C :



3.6.1. SELLADO EN AGUA CALIENTE

El sellado en agua desionizada o destilada es un proceso tradicional usado en la industria el cual es ambientalmente benigno, ya que no involucra químicos tóxicos [24]. La calidad del sellado depende del valor del pH, la pureza y la temperatura del agua, del tiempo de sellado y de la densidad de corriente usada durante el anodizado [29]. Si el proceso de sellado es controlado adecuadamente, este es capaz de mejorar sustancialmente la resistencia a la corrosión del aluminio anodizado. Ciertos estudios también han revelado que el sellado en agua caliente es el mejor proceso para mejorar la resistencia dieléctrica de las capas anódicas formadas sobre aluminio [48].

La temperatura del agua debe estar por encima de 95°C durante el proceso. El pH óptimo está en un rango que va desde 5,5 hasta 6,5. Los silicatos y fosfatos son inhibidores en el sellado con agua caliente. El tiempo de sellado es función del espesor de la película anódica y es usualmente de 3-4 minutos/ μm en la práctica común y de 30 minutos en la industria [47].

La calidad del sellado de las películas anódicas producidas a una alta densidad de corriente es mejor que el de las formadas a baja densidad de corriente, ya que el tamaño del poro formado a alta densidad de corriente es más pequeño que el formado a bajas densidades de corriente [38] y un tamaño de poro más pequeño facilita el cierre del poro.

Aunque el sellado en agua caliente es capaz de mejorar significativamente la resistencia a la corrosión de las películas anódicas, factores como la rápida variación del pH y contaminación (fosfatos, silicatos y cloruros) del agua en punto de ebullición son difíciles de controlar en la producción en cadena, lo que da como resultado una vida útil de los baños muy corta. Este proceso requiere de tiempos de sellado relativamente altos, lo que se traduce un alto consumo de energía que es una de las aparentes desventajas de este proceso.

3.6.2. EFICIENCIA DEL SELLADO

A pesar de los fuertes efectos del sellado en las propiedades y el rendimiento de las películas anódicas, por muchos años ha habido la necesidad de un buen e infalible método que indique cuando se ha desarrollado el sellado satisfactoriamente. La propiedad que frecuentemente se evalúa su incremento es la resistencia al ataque químico, esta puede ser evaluada visualmente por la apariencia del recubrimiento, o por la medida en que absorbe colorante después de un ataque controlado; este también puede ser evaluado cuantitativamente por medición fotométrica de la profundidad de esta tintura, o finalmente con mas certeza midiendo la pérdida de peso en una solución de ácido específica. Medidas de impedancia también dan indicaciones cualitativas de la eficiencia del sellado [47].

La resistencia a la corrosión depende del grosor de la capa y especialmente de la calidad del sellado, por lo tanto un buen control en ambos parámetros tiene una importancia significativa. Hay muchas técnicas experimentales diferentes, las

cuales ofrecen información interesante, pero todas tienen sus limitaciones [26]. La aplicación de espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS) a la capa de óxido de aluminio para su caracterización tiene muchas ventajas. EIS es una muy buena herramienta disponible que proporciona información de las propiedades electroquímicas de las películas anódicas formadas sobre aluminio [42].

3.7. ANÁLISIS DE LA PELÍCULA DE ÓXIDO

Los cambios en el espesor y la morfología de las capas anódicas porosas de óxido de aluminio, se reflejan en las propiedades mecánicas y químicas superficiales del material [45]. Esta película está formada por una capa barrera adyacente al metal seguidamente de una capa tipo porosa la cual depende de las condiciones a las cuales sea llevado el proceso de oxidación anódica.

Existen diferentes técnicas para analizar esta película de óxido entre las que se encuentran [16]: microscopia electrónica de transmisión (TEM) [18], microscopia electrónica de barrido (SEM) [2], microscopia atómica de fuerza (AFM) [38], difracción de Rayos X (DRX) [41], y espectroscopia de iones retrodispersados (RBS) [19].

3.8. INSTRUMENTACIÓN QUIRÚRGICA

El instrumental quirúrgico es la herramienta que emplea el personal médico en una intervención quirúrgica. Se diseña de forma tal que le permita al cirujano realizar las maniobras quirúrgicas necesarias, ya que el tamaño, el peso y la precisión del instrumental utilizado pueden afectar los resultados de la cirugía [34]. La fabricación de instrumentos quirúrgicos puede ser de titanio, aluminio, oro, plata, cobre u otros metales, pero la gran mayoría de instrumentos quirúrgicos están hechos de acero inoxidable. Las aleaciones que se utilizan deben tener propiedades específicas para hacerlos resistentes a la corrosión cuando se

exponen a sangre y líquidos corporales, soluciones de limpieza, esterilización y a la atmósfera [15].

Los instrumentos se clasifican como:

1) Instrumental general

a. Instrumental de fijación de campo: pinzas de primer campo; pinzas de segundo campo. b. Instrumental de diéresis: bisturíes; tijeras; instrumental accesorio. c. Instrumental de separación: separadores dinámicos; separadores estáticos. d. Instrumental de prensión: de prensión continua; de prensión elástica. e. Instrumental de hemostasia: pinzas de forcipresión. f. Instrumental de síntesis: agujas con y sin mango, porta agujas, agrafes [46].

2) Instrumental especial: a. De traumatología. b. De oftalmología. c. De odontología d. De neurología [46].

3) Misceláneos: existen instrumentos para succionar líquidos, sujetar paños o tejidos, extraer segmentos de huesos, sostener huesos durante la reparación de fracturas, raspar superficies de tejido denso (curetas), remover periostio, cortar o labrar hueso y cartílago (osteótomos y escoplos), preparar orificios en huesos (trépanos) [46].

Una de las características que se exige al material quirúrgico es que sea resistente a los procesos de esterilización, es decir que conserven sus propiedades químicas, físicas y el aspecto estético inalterables después de ser sometidos a los diferentes procesos disponibles en el mercado. Hay diferentes métodos para esterilizar el material quirúrgico, de los cuales en el Anexo 1 se describen en detalle dos de los más comunes en la línea hospitalaria.

4. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

La metodología usada durante el desarrollo de este proyecto consistió en ocho etapas: preparación superficial de las muestras de aluminio, anodizado, caracterización morfológica, sellado, prueba de inmersión, pruebas de esterilización, microscopía óptica y análisis de resultados, las cuales se detallan en la Figura 4.

Preparación superficial	<ul style="list-style-type: none">• Electropulido de las muestras de aluminio en una solución alcohólica de ácido perclórico.
Anodizado	<ul style="list-style-type: none">• En una solución de H_2SO_4 a 5 y $23^\circ C$ por 600 y 1800 s de acuerdo al diseño experimental, tomando las curvas voltaje/tiempo.
Caracterización morfológica	<ul style="list-style-type: none">• Por Microscopía Electrónica de Barrido (SEM).
Sellado	<ul style="list-style-type: none">• Sellado de las películas de alúmina en agua destilada a $96^\circ C$ por 1800 s.
Pruebas de inmersión	<ul style="list-style-type: none">• En una solución 90% agua, 0,60% NaCl y 0,40% de urea de muestras anodizadas selladas y sin sellar, por un periodo de tiempo de 10, 20 y 30 días.
Pruebas de esterilización	<ul style="list-style-type: none">• Esterilización de muestras anodizadas selladas y sin sellar en autoclave y óxido de etileno.
Microscopía óptica	<ul style="list-style-type: none">• Observación de la superficie de las muestras anodizadas sin sellar, selladas y después del proceso de esterilización.
Análisis de resultados y conclusiones	<ul style="list-style-type: none">• Análisis de las curvas voltaje-tiempo, resultados de caracterización morfológica por SEM y microscopía óptica. Conclusiones generales y elaboración del informe final.

Figura 4. Metodología usada para el desarrollo del presente trabajo.

4.1. PREPARACIÓN SUPERFICIAL

Se utilizaron muestras rectangulares de aluminio de alta pureza (99.99% Al) de dimensiones 2 cm x 6 cm (Figura 5). Antes de realizar el electropulido, las muestras de aluminio de alta pureza, fueron limpiadas con etanol en un baño ultrasónico por 180 s.

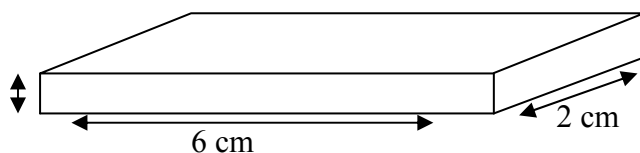


Figura 5. Esquema de las dimensiones de las muestras

El electropulido de las láminas de aluminio de alta pureza se realizó en una solución de 20% ácido perclórico (HClO_4) / 80% etanol a $7 \pm 1^\circ\text{C}$, usando como cátodo un electrodo cilíndrico delgado de aluminio de alta pureza y como ánodo la probeta a electropulir, a 20 V por 180 s. Finalmente las muestras fueron sumergidas en etanol y lavadas con agua destilada y secadas con aire frío. Mediante este proceso se logró un acabado superficial de espejo para el aluminio. Para la realización de este procedimiento se usó una celda mostrada en la Figura 6.

4.2. ANODIZADO

Luego del electropulido las muestras fueron enmascaradas con una laca coloreada para definir un área de anodizado de $2 \times 3 \text{ cm}^2$. Las pruebas de anodizado se realizaron en una solución 0.4 M de ácido sulfúrico (H_2SO_4) y una densidad de corriente de 5 mA/cm^2 . Se utilizó una celda de dos electrodos, en la cual la muestra de aluminio electropulido actúa como ánodo y un electrodo cilíndrico delgado de aluminio de alta pureza como cátodo (Figura 7).

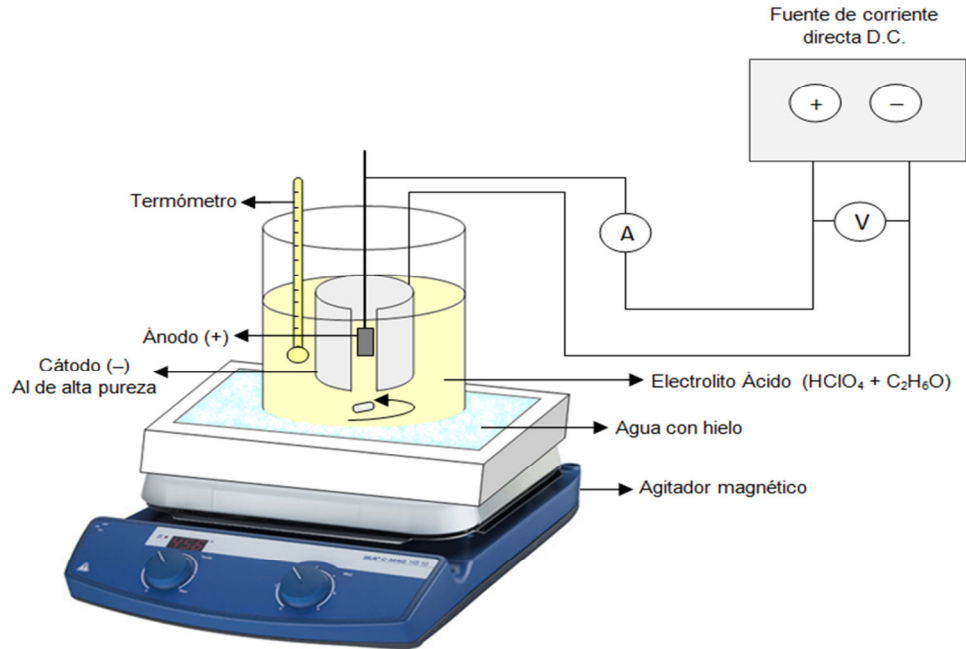


Figura 6. Celda usada para la realización del electropulido de aluminio de alta pureza.

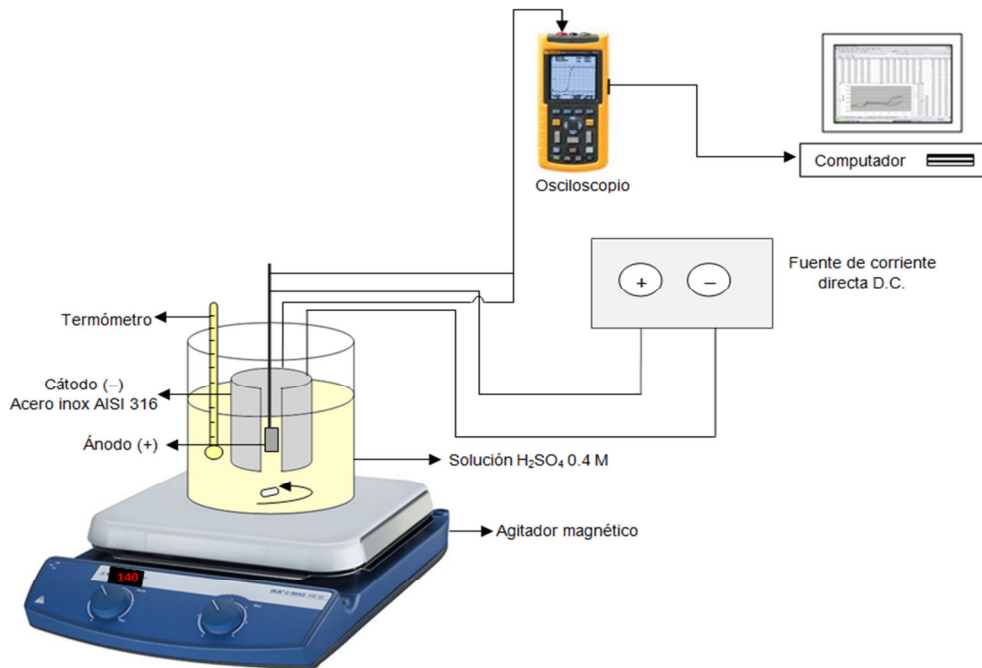


Figura 7. Celda utilizada para la realización de los ensayos de anodizado de las probetas de aluminio de alta pureza electropulido, junto con la fuente de voltaje, el osciloscopio y el computador con el software para recolectar los datos.

Los ensayos se efectuaron a dos temperaturas de 5 y 23°C, por tiempos de 600 y 1800 s. La solución fue agitada continuamente durante el anodizado utilizando un agitador magnético. Las muestras fueron removidas de la solución inmediatamente después de finalizado el anodizado y enjuagadas con agua destilada. El secado de las muestras se efectuó con aire frío por aproximadamente un minuto, y finalmente se almacenaron en un desecador. Se tomaron las curvas voltaje-tiempo para todas las muestras anodizadas como factor de aceptación.

4.3. CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA

Muestras selectas anodizadas de aluminio en 0.4 M H₂SO₄ a 5 mA/cm² a 5 y 23°C por 600 y 1800 s fueron estudiadas por microscopia electrónica de barrido (SEM). Se estudiaron los cambios en la morfología superficial y el espesor en la sección transversal de las muestras. El análisis se llevó cabo en un instrumento Zeiss Ultra 55, usando un voltaje de aceleración de 1.5 kV y una distancia de trabajo de aproximadamente 2.5-3.3 mm, El equipo fue facilitado por la Universidad de Manchester.

4.4. SELLADO DE LAS CAPAS ANÓDICAS DE ÓXIDO

Muestras anodizadas en 0.4 M H₂SO₄ a 5 mA/cm² a 5 y 23°C por 600 y 1800 s, se sellaron en agua destilada. Las pruebas se realizaron a una temperatura de 96°C por 1800 s. Se utilizó un vaso de precipitado de 1000 ml, un termómetro, un soporte y una plancha calentadora agitadora con su respectivo agitador. El montaje que se muestra en la Figura 8.

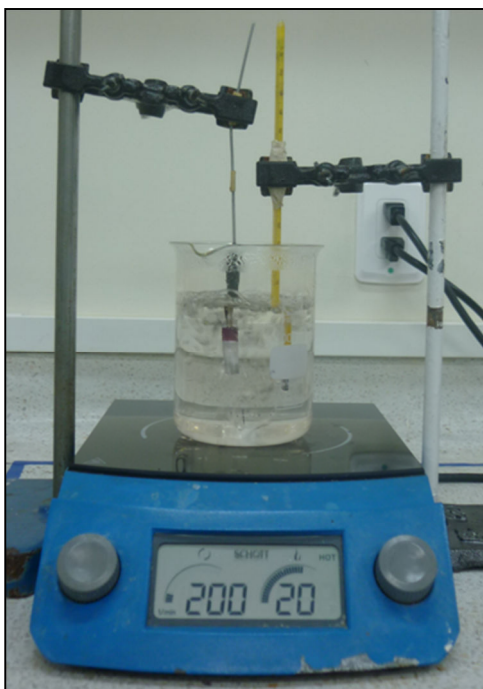


Figura 8. Sellado de muestras de aluminio de alta pureza anodizadas en $0.4 \text{ M H}_2\text{SO}_4$ a 5 mA/cm^2 a 5 y 23°C por 600 y 1800 s, en agua a 96°C por diferentes tiempos.

4.4.1. DETERMINACIÓN DEL TIEMPO DEL SELLADO

Para la determinación del tiempo del proceso de sellado de la película anódica se realizaron pruebas de espectroscopia de impedancia electroquímica a probetas anodizadas en $0.4 \text{ M H}_2\text{SO}_4$ a 5 mA/cm^2 a 23°C por un tiempo de 600 s, selladas por 900 , 1800 y 2700 s. Este ensayo se realizó con estas muestras en particular, ya que las películas de alúmina tienen una alta resistencia, la cual aumenta con el aumento de su espesor: De esta forma usando muestras anodizadas por tiempos cortos se evita la aplicación de voltajes demasiado altos y la extensión del tiempo requerido para completar una prueba en el rango de muy bajas frecuencias.

Se utilizó una celda electroquímica con un electrodo de referencia de plata-cloruro de plata, un electrodo auxiliar de grafito y como electrolito $0,51 \text{ M NaCl}$ a 23°C . Los gráficos de Nyquist y Bode se obtuvieron por medio de un potenciostato/galvanostato GAMRY 600 y su respectivo software para el procesamiento de datos. La amplitud del voltaje fue de 50 mV y un rango de

frecuencias desde 100000 hasta 0.005 Hz y el área de exposición de la muestra fue de aproximadamente $0,5 \text{ cm}^2$. Para la realización de este ensayo se usó la celda y el montaje mostrados en la Figura 9.

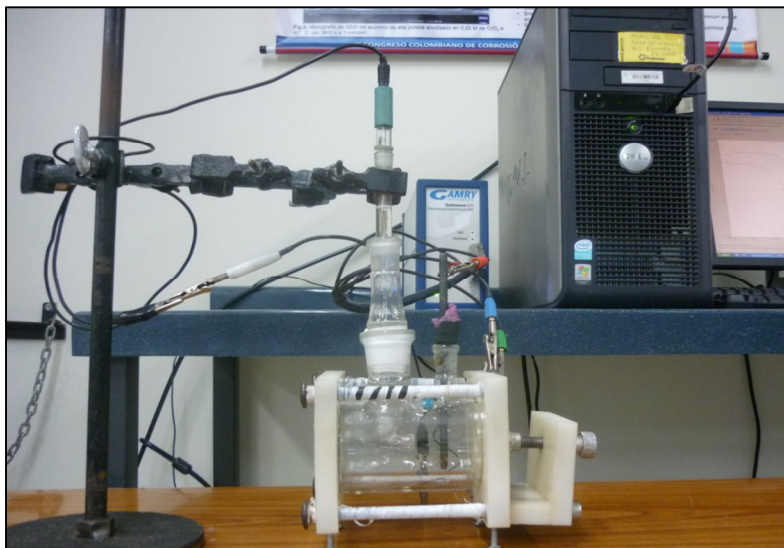


Figura 9. Celda y montaje para la medida de impedancia electroquímica de las probetas anodizadas en $0.4 \text{ M H}_2\text{SO}_4$ a 5 mA/cm^2 a 23°C por 600 s y selladas por 900, 1800 y 2700 s.

4.5. PRUEBAS DE INMERSIÓN

Muestras de aluminio de alta pureza anodizadas en ácido sulfúrico 0.4 M a 5 mA/cm^2 a 5 y 23°C por 600 y 1800 s sin sellar y el mismo número de probetas selladas a 96°C por 1800 s, fueron sumergidas en una solución salina con una composición V/V de 90% agua, 0,60% NaCl y 0,40% de úrea, durante un período de tiempo de 10, 20 y 30 días.

4.6. PRUEBAS DE ESTERILIZACIÓN

Muestras de aluminio de alta pureza anodizadas selladas, y sin sellar fueron sometidas a dos procesos comunes de esterilización. Las cuales se describen a continuación.

4.6.1. ESTERILIZACIÓN EN AUTOCLAVE

Se utilizaron muestras rectangulares de aluminio de alta pureza de dimensiones 1cm x 1.5 cm anodizadas en ácido sulfúrico 0.4 M a 5 mA/cm² a 5 y 23°C por 600 y 1800 s sin sellar y el mismo número de probetas selladas a 96°C por 1800 s. Se esterilizaron con vapor de agua bajo presión, el procedimiento se llevó cabo en un autoclave marca PAFFOR modelo PAFF-50-L 1P a una temperatura DE 121°C y una presión de 30 psi por 3600 s. Las probetas fueron introducidas de manera individual en bolsas de esterilización marca MEDICOM utilizadas generalmente en este procedimiento las cuales tienen un indicador de tinta la cual cambia de color si la esterilización ha sido correcta. El equipo fue facilitado por división de bienestar universitario sección salud de la Universidad Industrial de Santander.

El equipo utilizado para la realización de este procedimiento se muestra en la Figura 10.



Figura 10. Autoclave PAFFOR modelo PAFF-50-L 1P para la esterilización de muestras rectangulares de aluminio de alta pureza anodizadas en ácido sulfúrico 0.4 M a 5 mA/cm² a 5 y 23°C por 600 y 1800 s, sin sellar y el mismo número de probetas selladas a 96°C por 1800 s.

4.6.2. ESTERILIZACIÓN CON ÓXIDO DE ETILENO

Se utilizaron muestras rectangulares de aluminio de alta pureza de dimensiones 1 cm x 1.5 cm anodizadas en ácido sulfúrico 0.4 M a 5 mA/cm² a 5 y 23°C por 600 y 1800 s sin sellar y el mismo número de probetas selladas a 96°C por 1800 s. Se efectuó el rotulado del empaque en papel grado médico y se inició el proceso de esterilización en un equipo ESTERIC VAC 4XL de óxido de etileno a 55°C por 9900 s y con un posterior periodo de aireación de 28800 s. Las muestras fueron entregadas con sus respectivos indicadores y soportes de calidad que indican una esterilización correcta. El servicio y el equipo fueron prestados por centro de esterilización y curaciones CEKURA.

4.7. MICROSCOPIA ÓPTICA

Se estudió la morfología superficial de las muestras de aluminio anodizadas en H₂SO₄ a 5°C y 23°C por 600 y 1800 s, sin sellar y selladas por 1800 s, antes y después de las pruebas de inmersión y del proceso de esterilización. La microscopia óptica se realizó usando el microscopio HIROX KH – 7700 facilitado por el Grupo de Investigaciones en desarrollo y tecnología de nuevos materiales (GIMAT).

5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

5.1. CURVAS VOLTAJE TIEMPO

Las curvas voltaje-tiempo para las muestras de aluminio de alta pureza anodizadas a 5 mA/cm^2 en solución 0.4 M de H_2SO_4 a (a) 5°C y (b) 23°C por 600 y 1800 s se muestran en la Figura 11. Como puede observarse en la figura la tendencia es similar para las dos temperaturas de anodizado usadas.

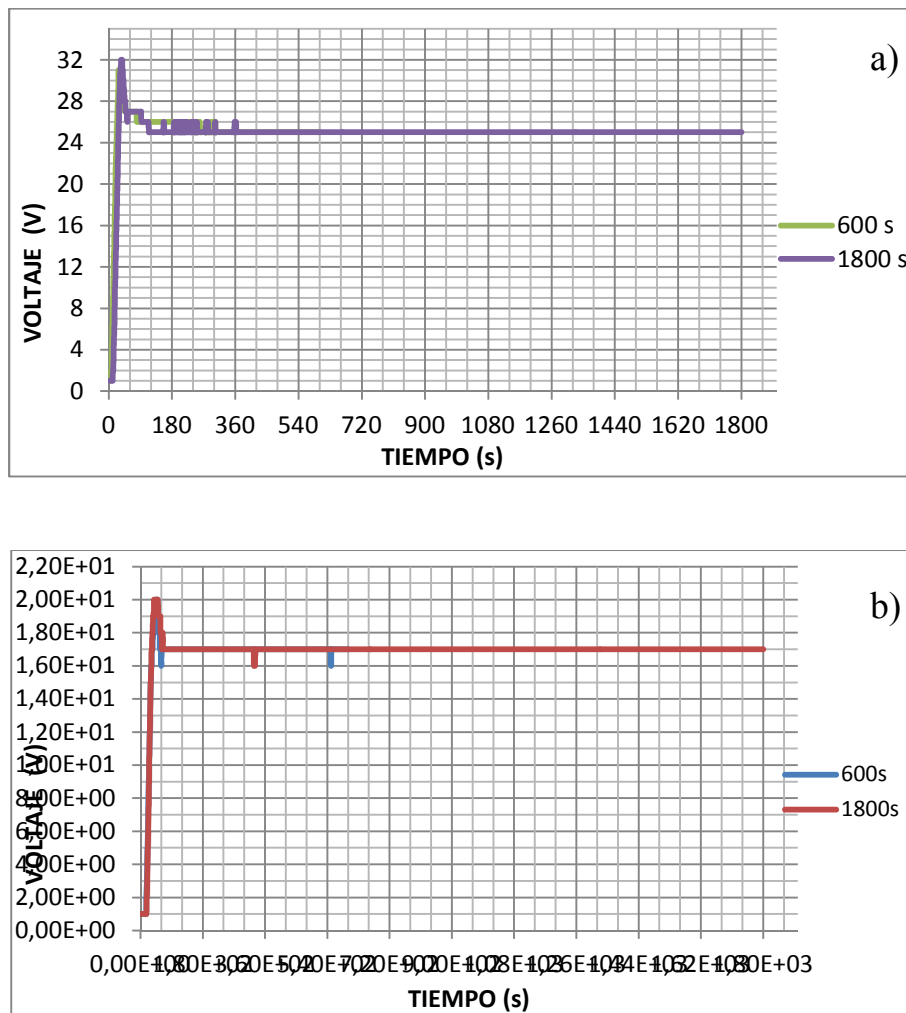


Figura 11. Curvas voltaje-tiempo para el aluminio de alta pureza anodizado a 5 mA/cm^2 en una solución 0.4 M de H_2SO_4 , a (a) 5°C y (b) 23°C , por 600 y 1800 s.

Las curvas voltaje-tiempo de las muestras anodizadas a 5 mA/cm^2 en 0.4 M de H_2SO_4 (Figura 11) muestran el comportamiento característico de la formación de una película anódica porosa. Inicialmente se observa un aumento del voltaje hasta 1 V , debido a la presencia de una delgada película de alúmina formada de manera natural sobre el aluminio electropulido. Seguidamente el voltaje aumenta de forma lineal con el tiempo durante los primeros segundos a una velocidad de aproximadamente 1.46 y 0.99 V/s para las muestras anodizadas a 5 y 23°C , respectivamente. Luego se alcanza un voltaje máximo de 31 y 20 V , seguido de una ligera disminución del voltaje hasta finalmente alcanzar un voltaje estable de 25 y 17 V para las muestras anodizadas a 5 y 23°C , respectivamente. Durante el periodo en el cual el voltaje aumenta linealmente con el tiempo, se forma una película de alúmina compacta, del tipo barrera, la cual aumenta su espesor con el aumento del tiempo. Luego en la zona de transición se inicia la formación de los poros embriones sobre la superficie de la capa barrera, algunos de los cuales se convertirán en poros mayores una vez el voltaje alcance un valor estable. En la Tabla 3 se presentan los diferentes valores obtenidos de las curvas voltaje tiempo para las dos temperaturas a las cuales se realizó la oxidación anódica.

Tabla 3. Valores de voltaje máximo aplicado y voltaje estable para aluminio de alta pureza anodizado a 5 mA/cm^2 en una solución 0.4 M de H_2SO_4 a 5 y 23°C por 600 y 1800 s .

Temperatura ($^\circ\text{C}$)	Tiempo (s)	Pendiente (V/s)	Voltaje máximo alcanzado (V)	Voltaje estable (V)
5	600	1,43	31	25
	1800	1,49	32	25
23	600	1,00	20	17
	1800	0,99	20	17

Se puede observar que durante el anodizado a 5°C la capa barrera se formó más rápidamente que en las muestras anodizadas a 23°C , representada por un pendiente de 1.45 V/s . Además se obtienen valores más altos para el voltaje

máximo y el voltaje estable en las muestras anodizadas a 5°C. Por lo anterior se espera películas anódicas de mayor espesor total a 5°C, ya que la película tipo barrera varía directamente con el voltaje, al igual que en la capa porosa el número de poros, su volumen y espesor dependen en gran medida del voltaje de formación o voltaje estable. Al alcanzar el voltaje estable se observaron ciertas perturbaciones en las curvas debido posiblemente a ruido electroquímico y/o pérdidas en el sistema recolector de datos.

5.2. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM)

Muestras selectas de aluminio anodizadas en 0.4 M H₂SO₄ a 5 mA/cm² a 5 y 23°C por 600 y 1800 s, fueron examinadas por SEM. La Figura 12 presenta las micrografías de la sección transversal de las muestras anodizadas a 5°C. La película anódica se observa diferenciándose del metal adyacente por el evidente cambio morfológico. La película de óxido presenta una morfología porosa con un espesor total de 4.13 µm. La capa barrera presenta un espesor de 15.45 nm. No se tuvo a disposición la caracterización morfológica de la muestra anodizada a 5°C por 1800 s. La Figura 13 presenta las micrografías de la sección transversal de las muestras anodizadas a 23°C por 600 y 1800 s. Las capas anódicas obtenidas durante el tratamiento superficial muestran un espesor uniforme y continuo. Los espesores de las películas formadas son 1.42 y 4 µm y la capa barrera 11.9 y 11.3 nm, correspondientes a tiempos de anodizado de 600 y 1800 s.

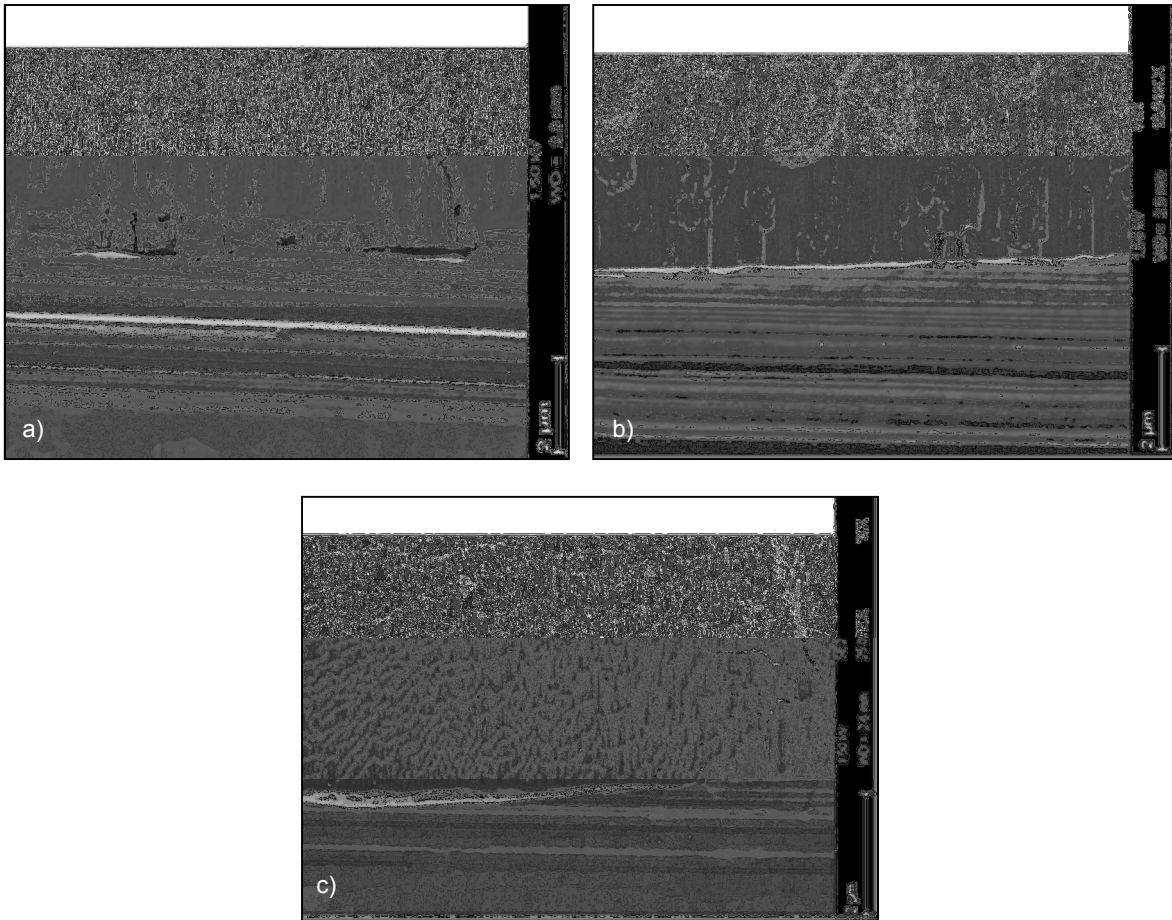
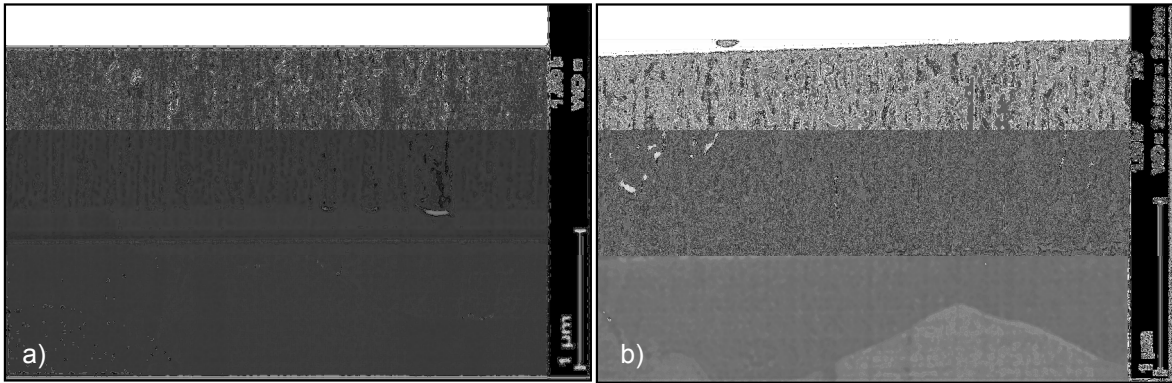


Figura 12. Micrografías de SEM de la sección transversal del aluminio de alta pureza anodizado en una solución 0.4 M de H_2SO_4 a $5^\circ C$ por 600 s. (a) 11.73 kx, (b) 16.54 kx, (c) 25.07 kx.



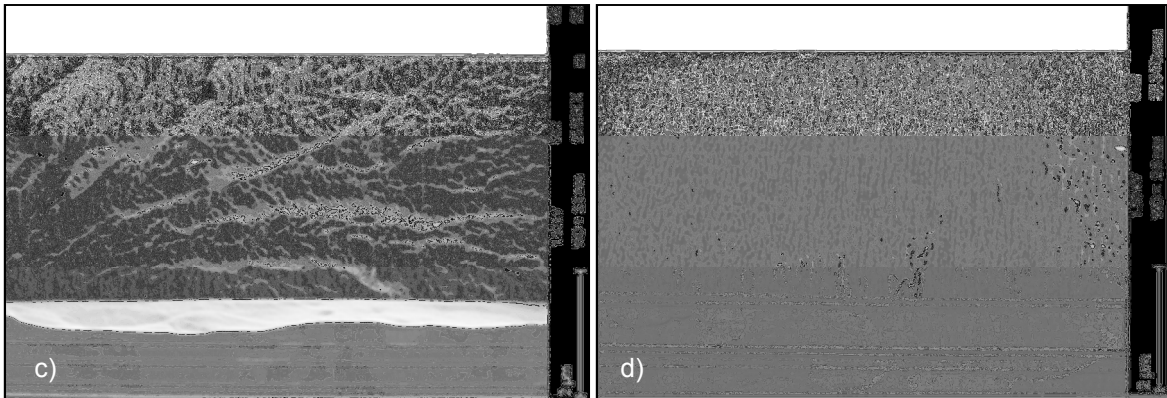


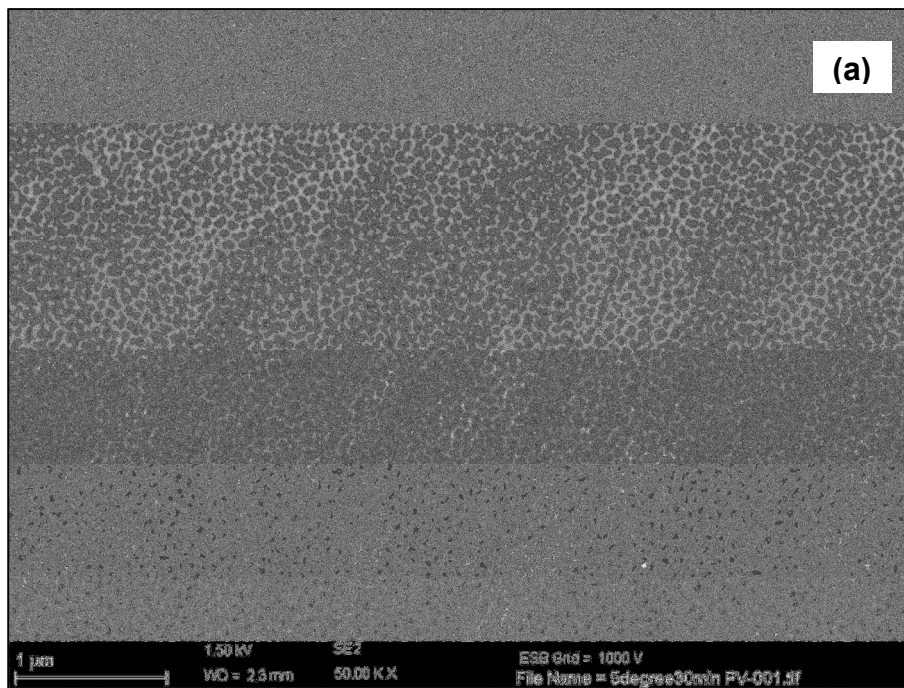
Figura 13. Micrografías de SEM de la sección transversal del aluminio de alta pureza anodizado en una solución 0.4 M de H_2SO_4 a $23^\circ C$ por; 600 (a y b) s y 1800s (c y d).

Por medio de la ley de Faraday es posible calcular teóricamente el espesor de la película anódica, según la cual para oxidar 1 nm de aluminio se necesita 2.893×10^{-3} C. Además el espesor de las películas anódicas depende de la carga aplicada [18]. En la Tabla 4 se presentan los valores del espesor de la películas anódicas medidos a partir de los análisis por SEM, comparándolos con los estimados teóricamente. Además se calcula el factor de expansión para las dos temperaturas a las cuales se realizó el anodizado. El factor de expansión relaciona el volumen de óxido formado respecto al volumen de aluminio consumido durante el anodizado. Como puede verse el factor de expansión para las muestras anodizadas a $5^\circ C$ es más alto que el obtenido para las muestras anodizadas a $23^\circ C$, lo cual podría indicar una mayor eficiencia de anodizado a esta temperatura, y confirmar así que la formación de las películas anódicas son consecuencia de un proceso de flujo plástico de alúmina desde la base del poro hacia las paredes, debido al alto campo eléctrico presente durante el anodizado.

Tabla 4. Espesores de las películas anódicas reales y teóricos para aluminio de alta pureza anodizado a 5 mA/cm^2 en una solución 0.4 M de H_2SO_4 a 5 y $23^\circ C$ por 600 y 1800 s.

Temperatura ($^\circ C$)	Tiempo (s)	Carga aplicada (C/cm^2)	Aluminio oxidado (μm)	Espesor capa (SEM) (μm)	Espesor capa barrera (SEM) (nm)	Factor de Expansión
5	600	3	1.04	4.13	15.45	4.28
23	600	3	1.04	1.42	11.90	1.37
	1800	9	3.11	4.00	11.30	1.29

Las micrografías mostradas en la Figuras 14 y 15 presentan la morfología superficial de las películas anódicas porosas formadas sobre aluminio de alta pureza en H_2SO_4 a 5 y $23^\circ C$ a diferentes aumentos. La superficie del óxido formado a las dos temperaturas de anodizado usadas, posee un estructura porosa, uniforme y relativamente organizada con pequeños poros en celdas hexagonales separadas por una pared de poro gruesa. Esta morfología es característica del proceso de anodizado en ácido sulfúrico. En el caso del anodizado a $5^\circ C$ se tienen aproximadamente 181 poros por μm^2 , mientras que en las muestras anodizadas a $23^\circ C$ hay aproximadamente 281 poros/ μm^2 . Las paredes que separan las celdas hexagonales son más anchas en el caso de las muestras anodizadas a $5^\circ C$. Hay mayor cantidad de poros a medida que la temperatura de anodizado aumenta.



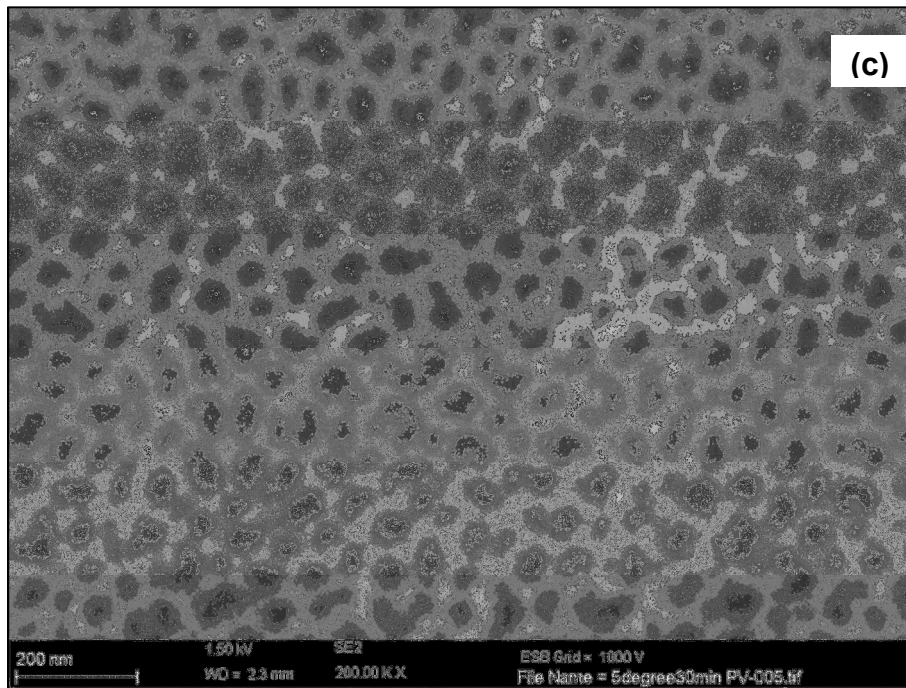
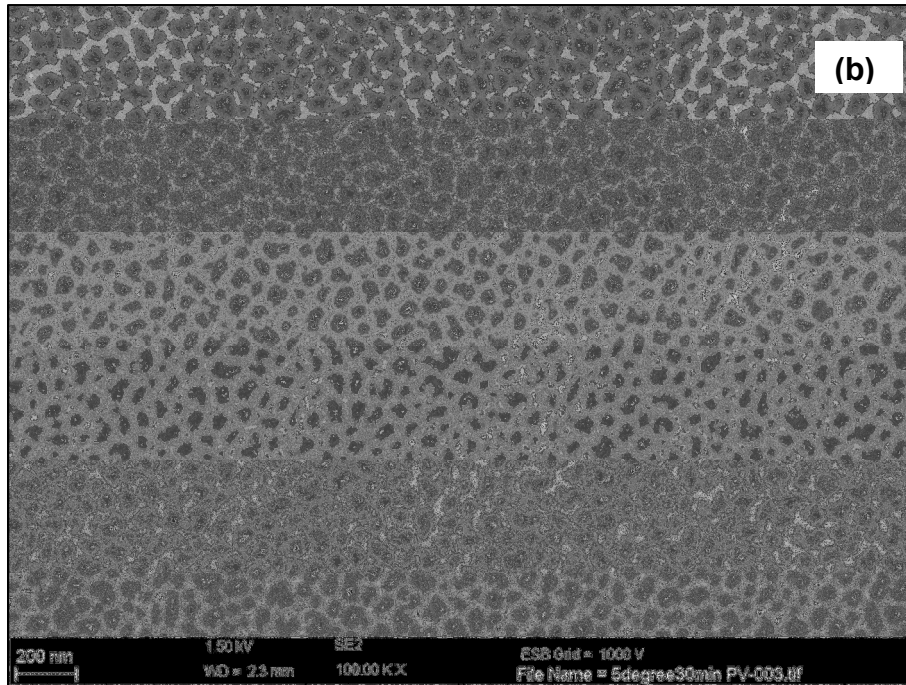
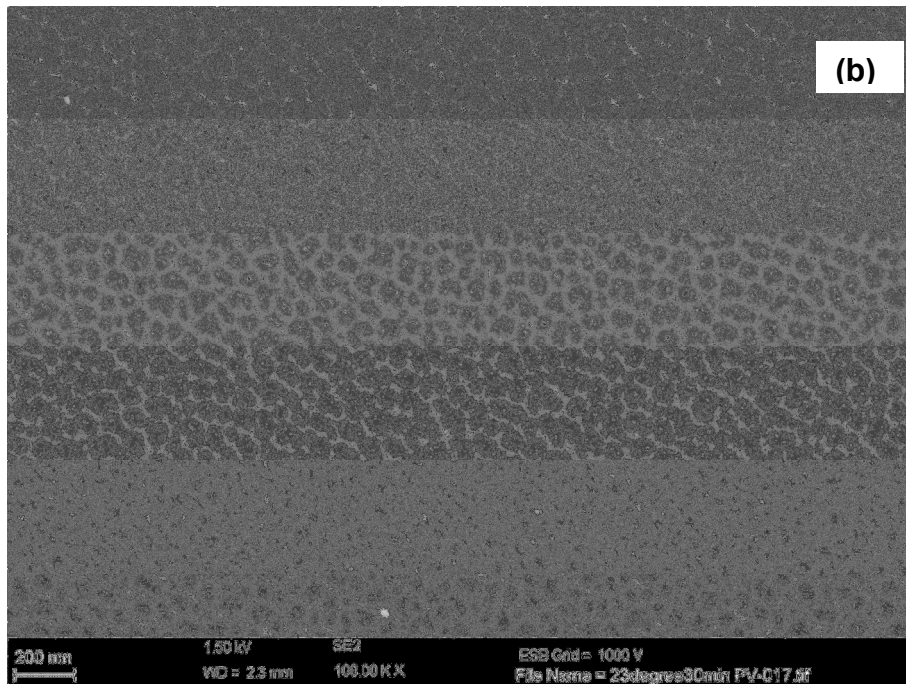
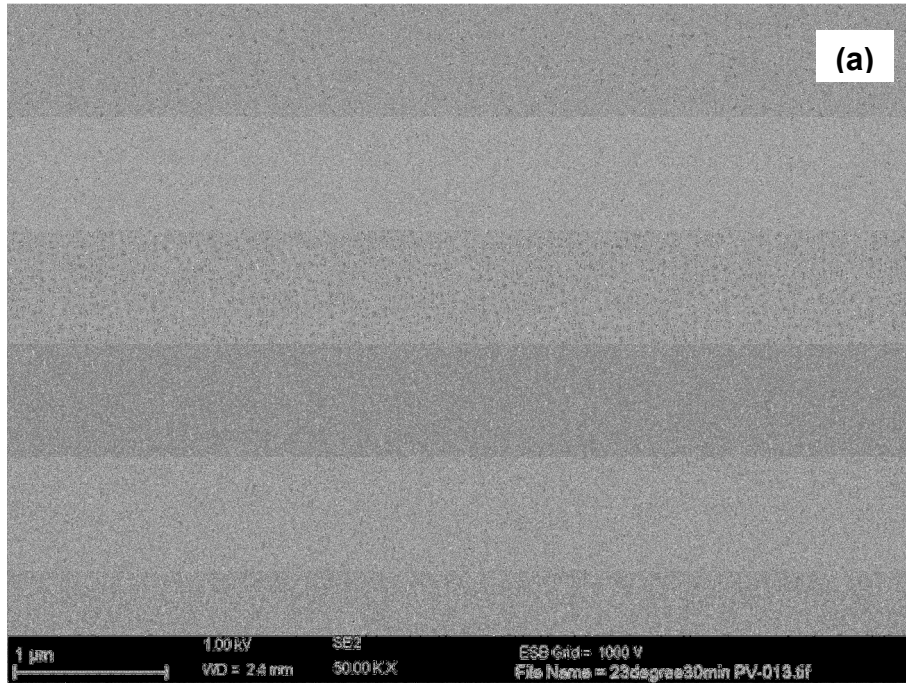


Figura 14. Micrografía de la superficie de la película anódica porosa formada en 0.4 M H_2SO_4 a una $5^\circ C$ y 5 mA/cm^2 por 1800 s. (a) 50.00 kx, (b) 100.00 kx, (c) 200.00 kx.



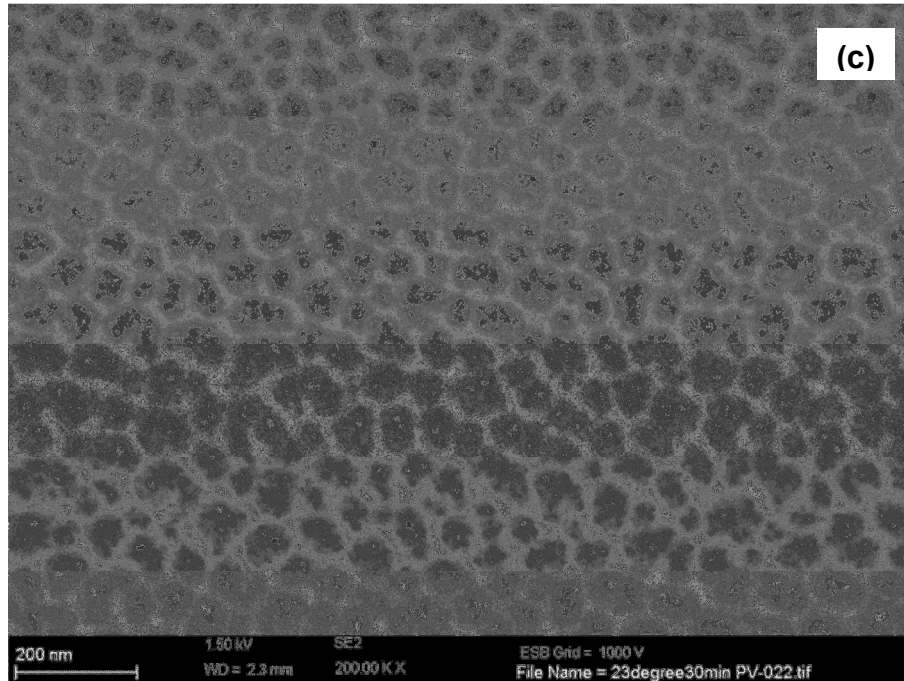


Figura 15. Micrografía de la superficie de la película anódica porosa formada en 0.4 M H₂SO₄ a 23°C y 5 mA/cm² por 1800 s. (a) 50.00 kx, (b) 100.00 kx, (c) 200.00 kx.

5.3 ANÁLISIS DEL EFECTO DE LA TEMPERATURA DE ANODIZADO

Se pudo observar que el voltaje máximo alcanzado para las muestras anodizadas a una temperatura del electrolito de 5°C es de 31-32 V el cual es mayor que para las realizadas a temperatura ambiente que fue de 20 V, lo que significa un mayor espesor de la capa barrera. De igual manera el voltaje estable de 25 y 17 V, para las muestras a 5 y 23 °C, muestra que es mayor a medida que la temperatura disminuye, lo que conduce a una mayor densidad (menor volumen de poros) en la capa porosa optimizando el proceso [2]. El voltaje de anodizado está directamente relacionado con el espesor de la capa barrera y el diámetro del poro.

Las micrografías de SEM muestran la estructura porosa en la superficie de las películas anódicas formadas a 5 y 23°C. La superficie del óxido formado a 5°C posee un estructura densa con pequeños poros (aproximadamente 181 poros por

μm^2) y separados por una pared de poro gruesa, mientras que a una temperatura de 23°C la estructura llega a ser más abierta con el incremento del diámetro de poro (aproximadamente 281 poros por μm^2) y la disminución del espesor de la pared debido a que a temperaturas mayores aumenta el fenómeno de disolución química, dando como resultado una capa anódica de mayor porosidad [2].

La capa barrera medida para los dos tiempos de anodizado a 23°C presenta un valor similar de 11.9 y 11.3 nm. La capa barrera es más gruesa para las muestras anodizadas a 5°C presenta un espesor de 15.45nm, lo cual coincide con lo observado en las curvas voltaje/tiempo, en donde se alcanza un valor máximo de voltaje en la región lineal de 31 V a 5°C y 20 V a 23°C . Los resultados muestran que al disminuir la temperatura aumenta el espesor de la capa barrera de las películas anódicas

A 5°C se observó un factor de expansión más alto, lo cual podría tomarse como una mayor eficiencia de anodizado ya que con la misma energía aplicada durante el procedimiento se obtuvieron películas anódicas de mayor espesor, con poros de menor diámetro y pared de poro más gruesa lo cual coincide con lo observado en las curvas voltaje/tiempo y la literatura [2-18], dando como resultado un recubrimiento con propiedades químicas y mecánicas superiores [47].

5.4 ANÁLISIS DEL EFECTO DEL TIEMPO DE ANODIZADO

Se llegó a una zona de voltaje estable de 17 y 25 V después de 60 y 46 s para a 23 y 5°C respectivamente, este voltaje es estable y se mantiene hasta el final del ensayo. Se espera que a medida que pasa el tiempo el espesor de la capa porosa aumente, ya que este es proporcional a la carga aplicada durante el anodizado a una densidad de corriente en particular, por lo que se esperan mayores espesores a tiempos de anodizado mayores [18]. Los datos obtenidos en la medición de espesores por SEM de las muestras anodizadas a 23°C , indican que a 600 s la película anódica tiene un espesor de 1.42 μm y a 1800 s un

espesor de 4.00 μm , de esta forma se confirma que el espesor de las películas anódicas aumenta a medida que el tiempo de anodizado aumenta.

5.5. DETERMINACIÓN DEL TIEMPO DEL SELLADO

El comportamiento de impedancia electroquímica de la muestra de aluminio de alta pureza anodizada se muestra en las Figuras 16-18. La resistencia y capacitancia de las películas formadas por anodizado, se atribuyen directamente a las películas anódicas. Debido al aislamiento dieléctrico que muestran las películas de alúmina, el efecto de la doble capa eléctrica sobre las resistencias y capacitancias de las muestras anodizadas puede considerarse despreciable.

La Figuras 16, muestra los gráficos de Nyquist para las muestras de aluminio de alta pureza anodizadas en 0.4 M H_2SO_4 a 5 mA/cm^2 a 23°C por un tiempo de 600 s y selladas por 900, 1800 y 2700 s. Se observa un aumento en la impedancia de las películas expuestas a un mayor tiempo de sellado. Esto sugiere que las muestras selladas a tiempos prolongados tienen una mayor hidratación de la capa porosa haciéndolas más compactas.

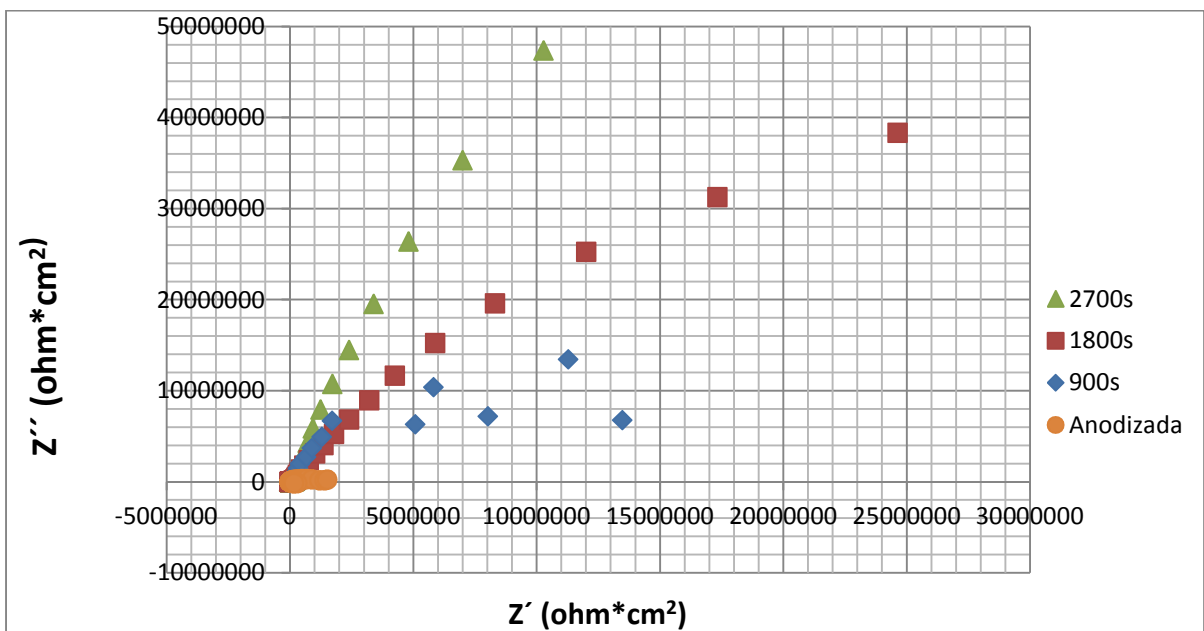


Figura 16. Gráficos de Nyquist obtenidos para las muestras de aluminio de alta pureza anodizadas en 0.4 M H_2SO_4 a 5 mA/cm^2 a 23°C por 600 s y selladas por 900, 1800 y 2700 s.

Los poros presentes en las películas anódicas crecidas en ácido sulfúrico son altamente capacitivos, los cuales a medida que va ocurriendo el sellado de la capa, van adquiriendo un carácter resistivo el cual se manifiesta con un ángulo de fase más cercano a cero. Por lo tanto una muestra con tratamiento de sellado presenta un ángulo de fase más cercano a cero y sin tratamiento un ángulo de fase mayor (Figura 17), en las frecuencias intermedias [10].

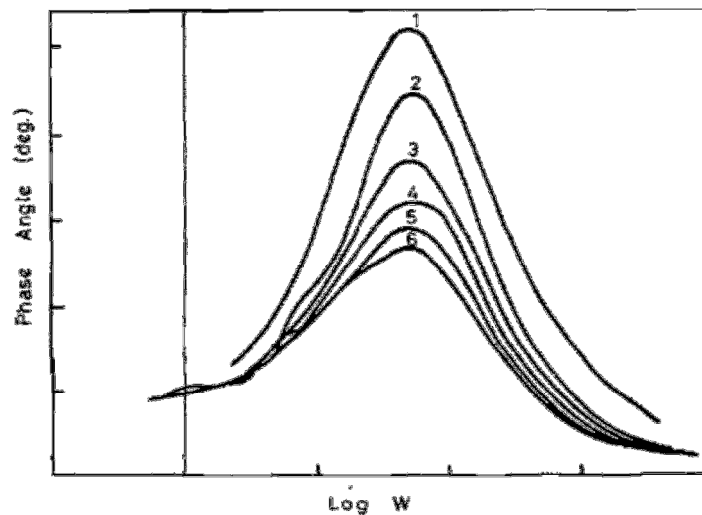


Figura 17. Resultados de impedancia para el modelo de sellado continuo en agua caliente de películas anódicas formadas en ácido sulfúrico durante (1) 4 min; (2) 5 a 9 min; (3) 11 a 15 min; (4) 17 a 27 min; (5) 25 a 38 min (6) 30 a 32 min [35].

Los gráficos de Bode obtenidos para las muestras de aluminio de alta pureza anodizada en 0.4 M H_2SO_4 a 5 mA/cm^2 a 23°C por un tiempo de 600 segundos y selladas a 900, 1800 y 2700 s, se presentan en la Figura 18. El análisis de estos gráficos se realizó con base al modelo de sellado continuo en agua caliente de películas anódicas formadas en ácido sulfúrico sobre aluminio de alta pureza citado anteriormente. Al observar los gráficos de Bode para el ángulo de fase (Figura 18.b), a frecuencias medias, que es donde se evalúa la resistencia de carga, puede verse que a medida que se sellan las películas anódicas el sistema permite evaluar el cambio en la resistencia y la capacitancia de la capa por medio de la variación en los valores del ángulo de fase. Donde las muestras sin tratamiento de sellado, muestran ángulos altamente capacitivos ($\approx -76^\circ$) en

comparación a las muestras con sellado que son resistivos (≈ -28), coincidiendo con la bibliografía [10].

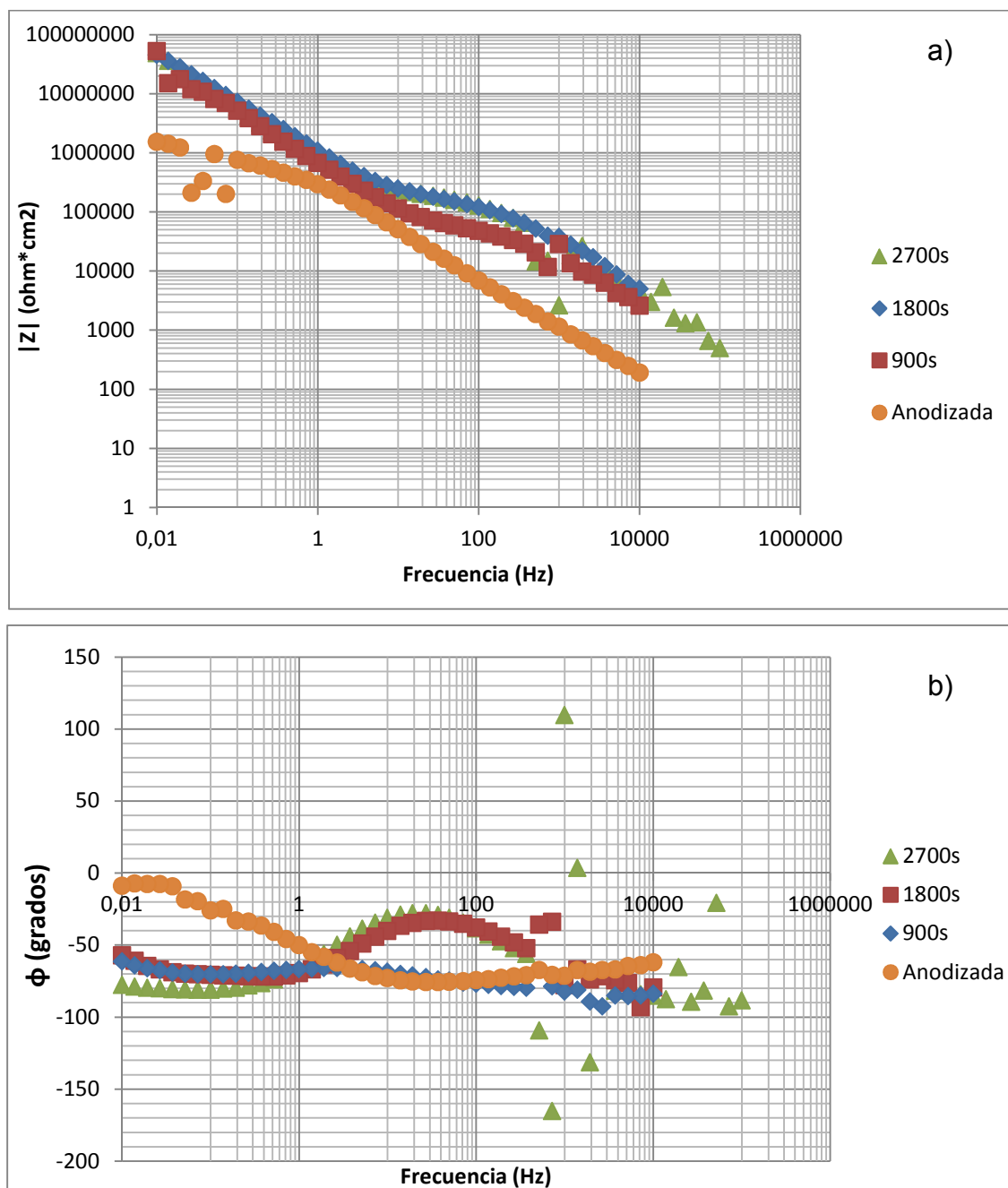


Figura 18. Gráficos de Bode obtenidos para las muestras de aluminio de alta pureza anodizada en 0.4 M H₂SO₄ a 5 mA/cm² a 23°C por 600 s, selladas a 900, 1800 y 2700 s. a) Módulo de impedancia y b) Ángulo de fase.

Las muestras selladas por 1800 y 2700 s muestran valores muy cercanos en el ángulo de fase, lo cual indica que tienen una resistencia similar y mucho mayor que el de las muestras anodizadas y selladas por 900 s, que muestran una menor resistencia (ángulo de fase más capacitivo) lo cual aumenta susceptibilidad al ataque por corrosión.

El cambio en la pendiente de la Figura 18 (a), pone en evidencia la existencia de diferentes elementos de fase en la capa anódica (capa barrera y capa porosa), observándose en las muestras selladas la presencia de un nuevo elemento que es la película de alúmina hidratada. Se puede observar que las películas anódicas selladas presentan una mayor resistencia a los largo de todos los rangos de frecuencia con respecto a las muestras anodizadas sin sellar. A medida que se someten las muestras a periodos de sellamiento más largos el sistema se desplaza hacia arriba (mayores de valores de impedancia imaginaria) siendo más resistivo.

De acuerdo con el análisis anterior se evidencia que la resistencia de las capas anódicas selladas por 1800 y 2700 s, medida por el ángulo de fase proporcionado por el gráfico de Bode, son similares. De esta forma, el sellado de la película anódica por 2700 s no representa un aumento significativo en resistencia respecto a la muestra tratada por 1800 s, y en razón costo-beneficio no se recomienda un sellado superior 1800 s.

5.6. INSPECCIÓN VISUAL

5.6.1. ELECTROPULIDO, ANODIZADO Y SELLADO

La Figura 19 presenta muestras de aluminio de alta pureza electropulido, anodizadas en 0.4 M H₂SO₄ a 5 mA/cm² a 5 y 23°C por 600 y 1800 s y selladas en agua a 96°C por 1800 s.

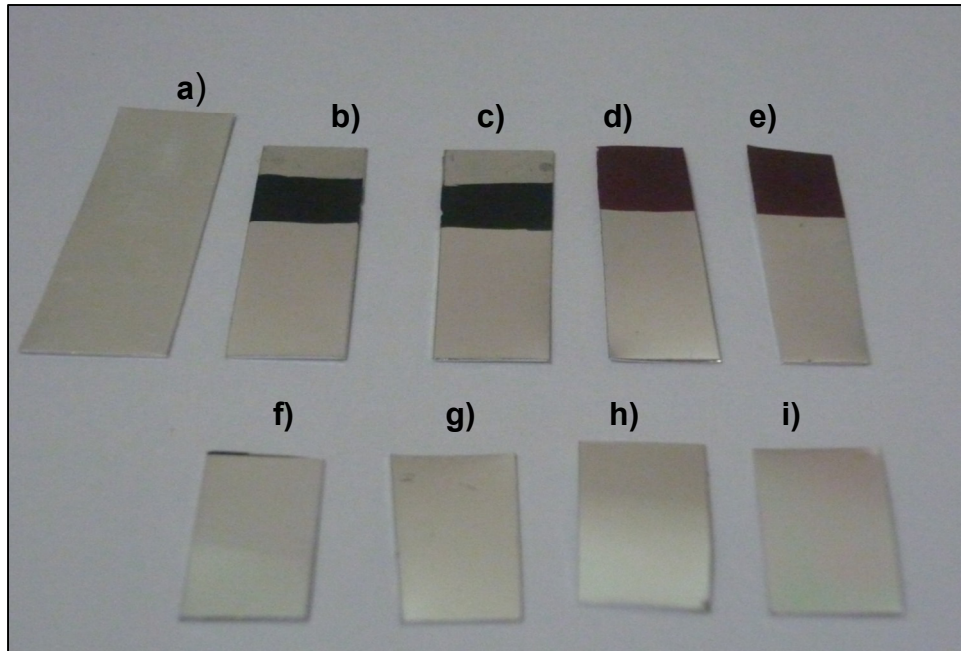


Figura 19. Muestras de aluminio de alta pureza electropulida (a), anodizadas en 0.4 M H_2SO_4 a 5 mA/cm^2 a 5°C por 600 (b) y 1800 s (c), selladas por 600 s (f y g) respectivamente, y a 23°C por 600 (d) y 1800 s (e) y selladas por 600 s (h e i) respectivamente.

En la Figura 19 (a) se puede observar una muestra electropulida, la cual se caracteriza por superficie brillante a espejo y muy suave. Una vez anodizada (Figura 19 (b), (c), (d) y (e)) la apariencia sigue siendo la misma a la de su condición electropulida, no se nota visualmente la presencia del recubrimiento anódico. Las muestras anodizadas posteriormente fueron selladas (Figura 19 (f),(g),(h) y (i)) y la superficie no parece haber cambiado por el sellado.

Durante la realización del anodizado y el sellado, las muestras de aluminio de alta pureza luego de una inspección visual no parecen sufrir cambio alguno en su superficie. Las muestras conservan su color, brillo y textura sin alteración alguna aparente después de cada proceso.

5.6.2. ESTERILIZACIÓN EN AUTOCLAVE

La superficie de las muestras de aluminio de alta pureza anodizadas en 0.4 M H_2SO_4 a 5 mA/cm^2 a 5 y 23°C por 600 y 1800 s, con y sin sellado después de ser esterilizadas en autoclave a 121°C y 30 psi por 3600 s, se presentan en la Figura 20. Se observa que las muestras de aluminio anodizadas con y sin sellado después de ser esterilizadas en autoclave, visualmente no presentan ninguna modificación superficial, conservan una superficie brillante a espejo uniforme.

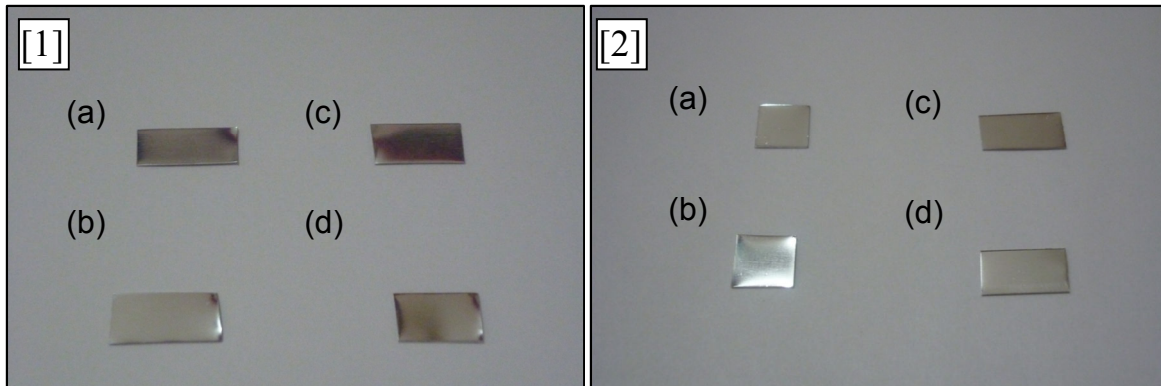


Figura 20. Muestras de aluminio de alta pureza anodizadas en 0.4 M H_2SO_4 a 5 mA/cm^2 a 5 [1] y 23°C [2] por (a y c) 600 y (b y d) 1800 s y selladas por (c y d) 600 s. Todas las muestras esterilizadas en autoclave a 121°C y 30 psi por 3600 s.

5.6.3. ESTERILIZACIÓN CON ÓXIDO DE ETILENO

Las muestras de aluminio de alta pureza anodizadas en 0.4 M H_2SO_4 a 5 mA/cm^2 a 5 [1] y 23°C [2] por 600 y 1800 s, con y sin sellado después de ser esterilizadas con óxido de etileno, se muestran en la Figura 21. Como puede observarse las muestras de aluminio anodizadas con y sin sellado después de ser esterilizadas con óxido de etileno, no presentan ninguna modificación superficial luego de la inspección visual. Las muestras conservan una superficie brillante a espejo y uniforme.

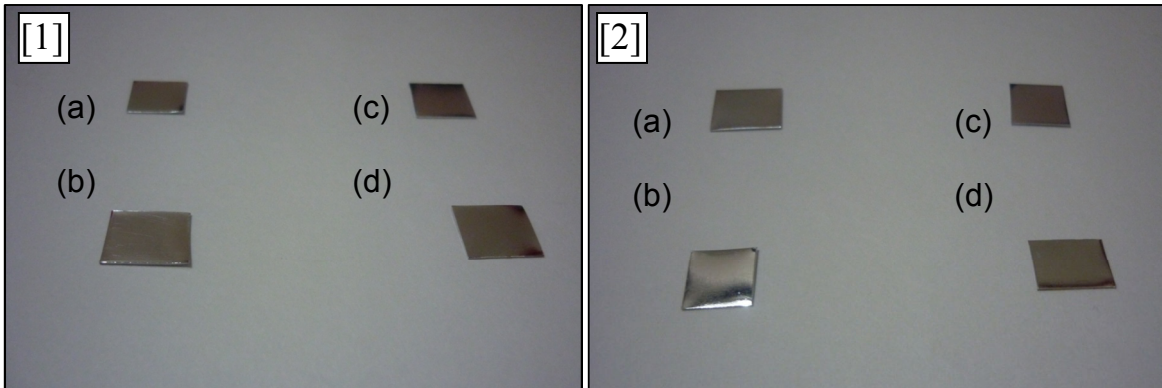


Figura 21. Muestras de aluminio de alta pureza anodizadas en 0.4 M H_2SO_4 a 5 mA/cm² a 5 [1] y 23°C [2] por 600 (a y c) y 1800 s (b y d) y selladas por 600 s (c y d). Todas las muestras esterilizadas con óxido de etileno.

5.6.4. PRUEBAS DE INMERSIÓN

Las muestras de aluminio de alta pureza anodizadas en 0.4 M H_2SO_4 a 5 mA/cm² a 5 y 23°C por 600 y 1800 s, con y sin sellado, fueron expuestas a una solución salina (90% agua, 0,60% NaCl y 0,40% Úrea) por diferentes periodos de tiempo. Las Figuras 22 ,23 y 24, presentan las fotografías de las muestras inmersas en la solución por 10, 20 y 30 días.

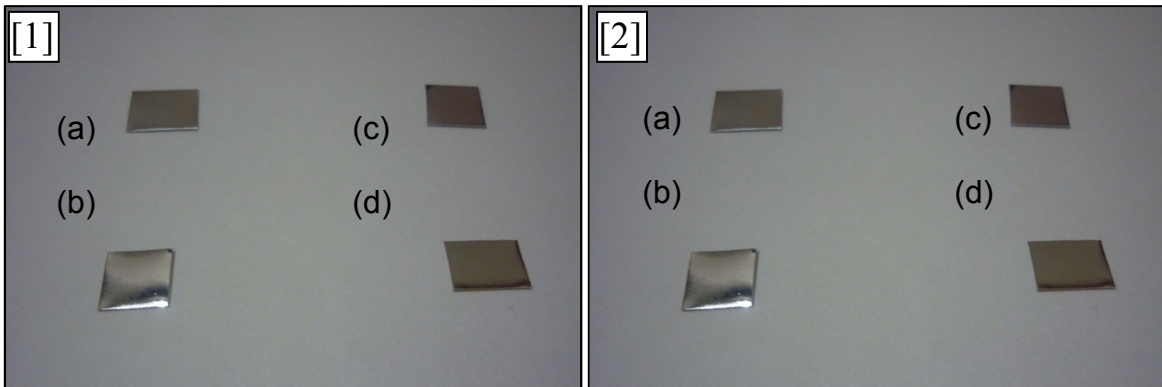


Figura 22. Muestras de aluminio de alta pureza anodizadas en en 0.4 M H_2SO_4 a 5mA/cm² a 5 [1] y 23°C [2] por 600 (a y c) y 1800 s (b y d) y selladas por 1800 s (c y d), luego de ser inmersas en una solución salina (90% agua, 0,60% NaCl y 0,40% Úrea) por 10 días.

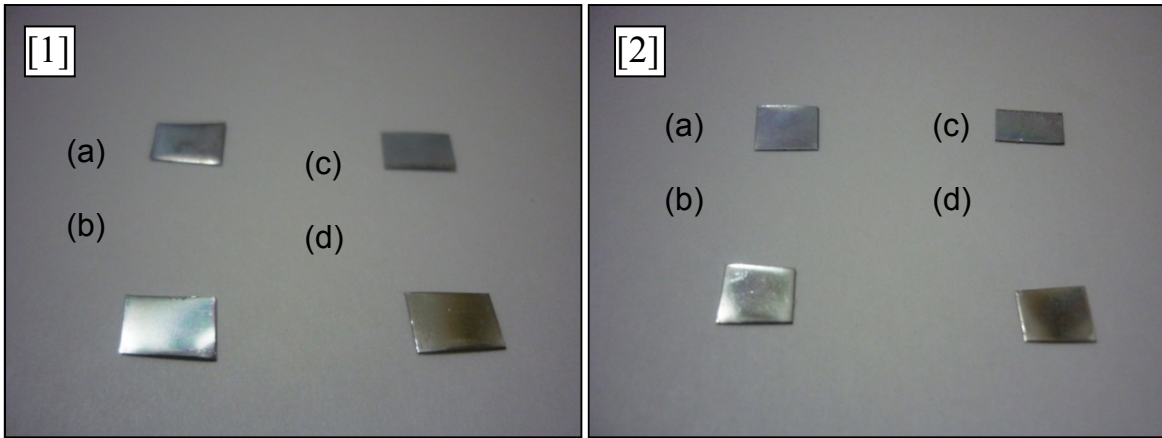


Figura 23. Muestras de aluminio de alta pureza anodizadas en 0.4 M H₂SO₄ a 5 mA/cm² a 5 [1] y 23°C [2] por 600 (a y b) y 1800 segundos (c y d) y selladas por 1800 segundos (b y d). Inmersas en una solución salina (90% agua, 0,60% NaCl y 0,40% Úrea) por 20 días.

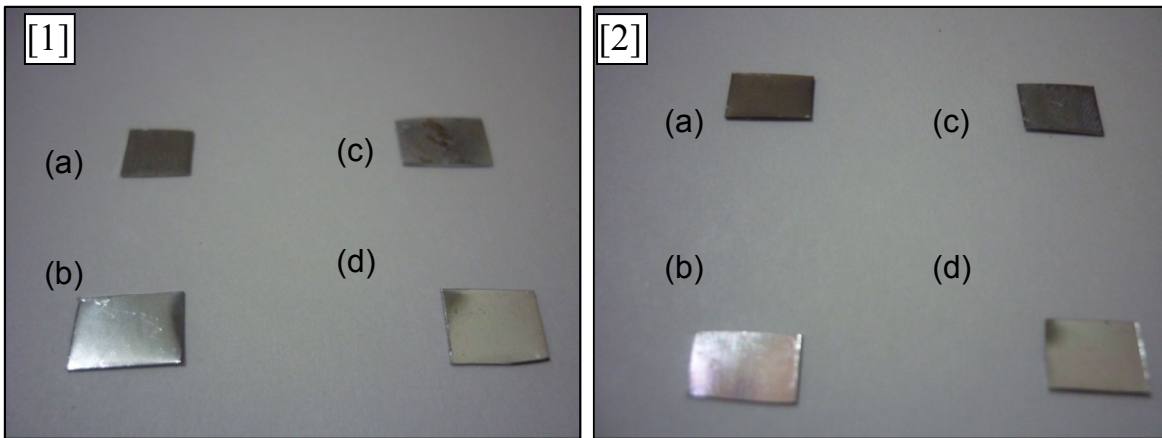


Figura 24. Muestras de aluminio de alta pureza anodizadas en 0.4 M H₂SO₄ a 5 mA/cm² a 5 [1] y 23°C [2] por 600 (a y b) y 1800 segundos (c y d) y selladas por 1800 segundos (b y d). Inmersas en una solución salina (90% agua, 0,60% NaCl y 0,40% Úrea) por 30 días.

Las muestras de aluminio anodizadas, con y sin sellado, después de estar inmersas en la solución salina por 10 días, visualmente no presentan ninguna modificación superficial, todas conservan una superficie brillante a espejo uniforme, tanto las selladas como las sin sellar. Por otro lado en las muestras inmersas por 20 días, se puede observar que las muestras anodizadas y selladas no presentan pérdida de brillo, ni deterioro en su apariencia al igual que las muestras inmersas por 30 días. Pero las muestras sin sellar presentan alteraciones estéticas, en forma de una pérdida general de brillo o de manchas aisladas asociadas a posiblemente condensaciones de humedad y corrosión

siendo más acentuadas en las muestras inmersas por 30 días las cuales su aspecto está totalmente deteriorado.

5.7. MICROSCOPIA ÓPTICA

5.7.1. ELECTROPULIDO

En la Figura 25 se muestra la micrografía de la superficie de una muestra de aluminio de alta pureza electropulido, obtenida por el microscopio óptico, la cual sirve como referencia. Se observa que la muestra de aluminio electropulido presenta una superficie homogénea con la presencia de muy pocas irregularidades. Alcanzando a observarse una estructura celular típica de las superficies de aluminio electropulido [33].



Figura 25. Micrografía óptica de la superficie del aluminio de alta pureza electropulido en una solución 20% ácido perclórico (HClO_4) y 80% etanol a $7\pm 1^\circ\text{C}$ por 180 s. 1400X

5.7.2. ANODIZADO

La superficie del aluminio de alta pureza anodizado en 0.4 M H_2SO_4 a 5 mA/cm^2 a 5 y 23°C por 600 y 1800 s, observada por microscopía óptica (Figura 26), no muestra características particulares, diferentes a las observadas luego del electropulido. Sin embargo podría afirmarse que la película de óxido esta regularmente distribuida sobre toda la superficie del aluminio, de acuerdo con los resultados presentado anteriormente por microscopía electrónica de barrido

(SEM). En el caso de la superficie vista por el SEM, se ve claramente la presencia de poros, lo cual no ocurre en el presente caso, debido a la resolución del microscopio óptico.

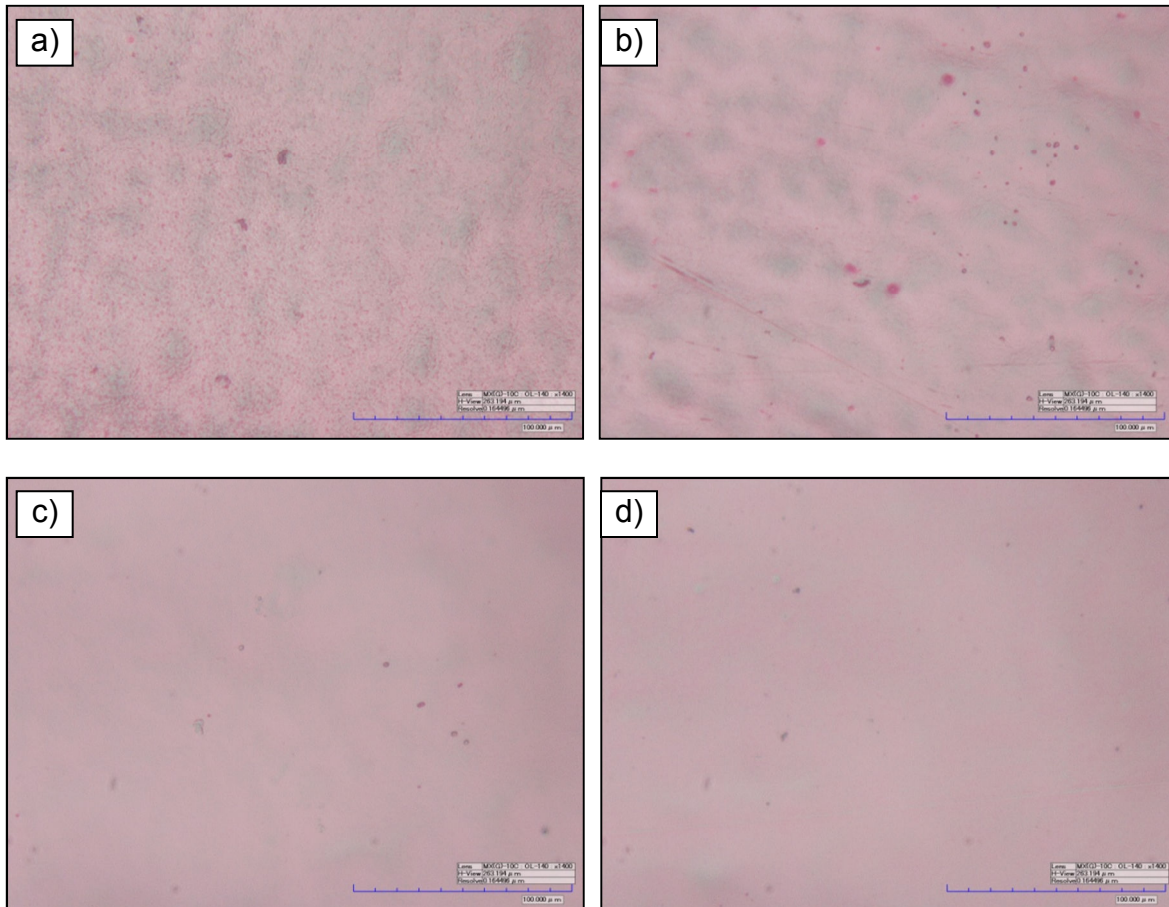


Figura 26. Micrografías ópticas de la superficie del aluminio de alta pureza anodizado en 0.4 M H_2SO_4 a 5 mA/cm² a 5°C por a) 600 y b) 1800 s y a 23 °C por c) 600 y d) 1800 s.1400x

5.7.3. SELLADO

La superficie de las muestras de aluminio de alta pureza anodizadas en 0.4 M H_2SO_4 a 5 mA/cm² a 5 y 23°C por 600 y 1800 s, luego del sellado fueron observadas por microscopia óptica (Figura 27). Se puede afirmar, por comparación con las muestras anodizadas, que la película de óxido esta regularmente distribuida sobre la superficie del aluminio. Sin embargo la capa

anódica esta probablemente hidratada. Las discontinuidades observadas desde el electropulido, parecen no verse afectadas por el proceso de sellado.

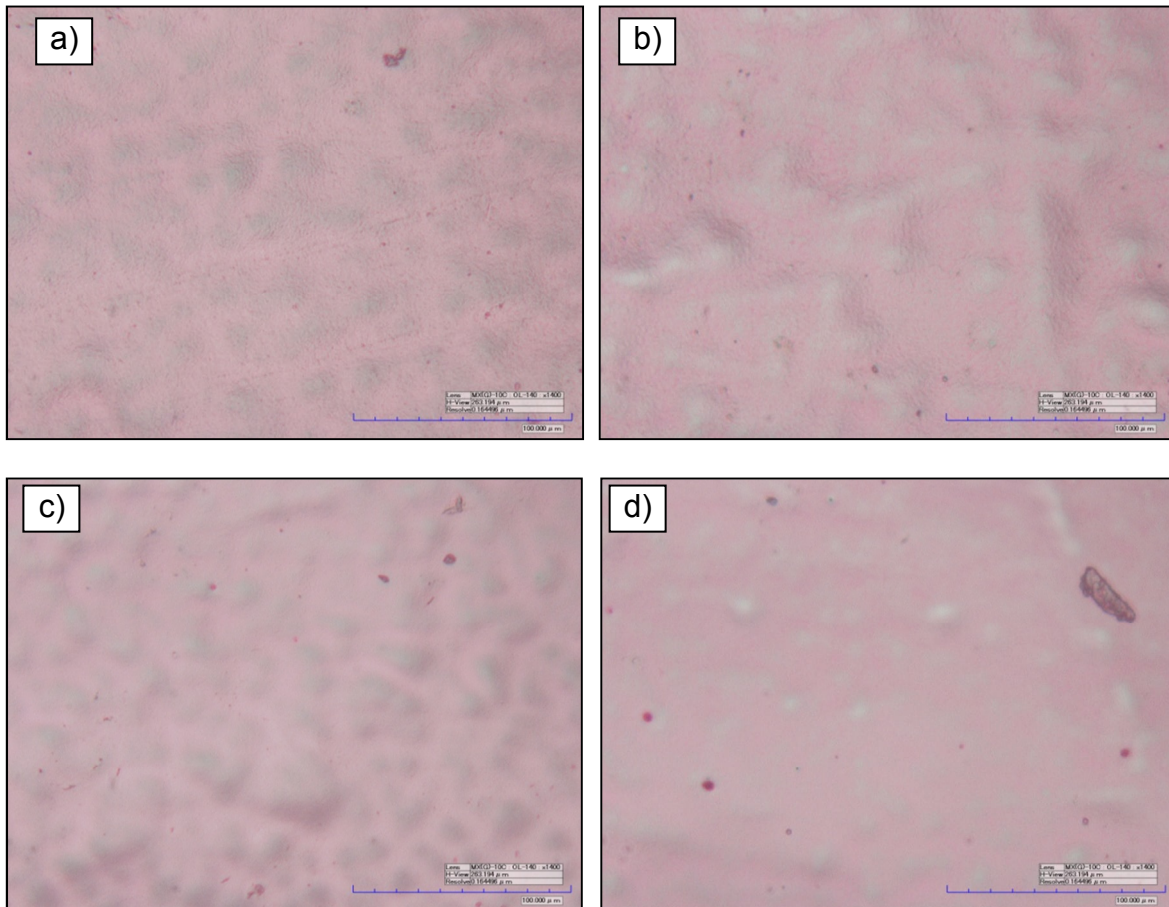


Figura 27. Micrografías ópticas de la superficie del aluminio de alta pureza anodizado en 0.4 M H_2SO_4 a 5 mA/cm^2 a 5°C por a) 600 y b) 1800 s y a 23°C por c) 600 y d) 1800 s, con sellado. 1400x.

5.7.4. ESTERILIZACIÓN EN AUTOCLAVE

Las micrografías ópticas de la superficie de muestras de aluminio de alta pureza anodizadas en 0.4 M H_2SO_4 a 5 mA/cm^2 a 5 y 23°C por 600 y 1800 s, después del proceso de esterilización en autoclave, se muestran en la Figura 28. Hay una modificación en la superficie de las muestras anodizadas como consecuencia del proceso de esterilización en autoclave. Se distinguen unas manchas circulares, de diferentes tamaños, distribuidas aleatoriamente por toda la superficie, lo que

Las muestras de aluminio de alta pureza anodizadas y selladas fueron, así mismo, sometidas al proceso de esterilización en autoclave (Figura 29). La superficie de las muestras no presenta una modificación aparente. La película de óxido aparece regularmente distribuida sobre la superficie del aluminio, no se observan interrupciones.

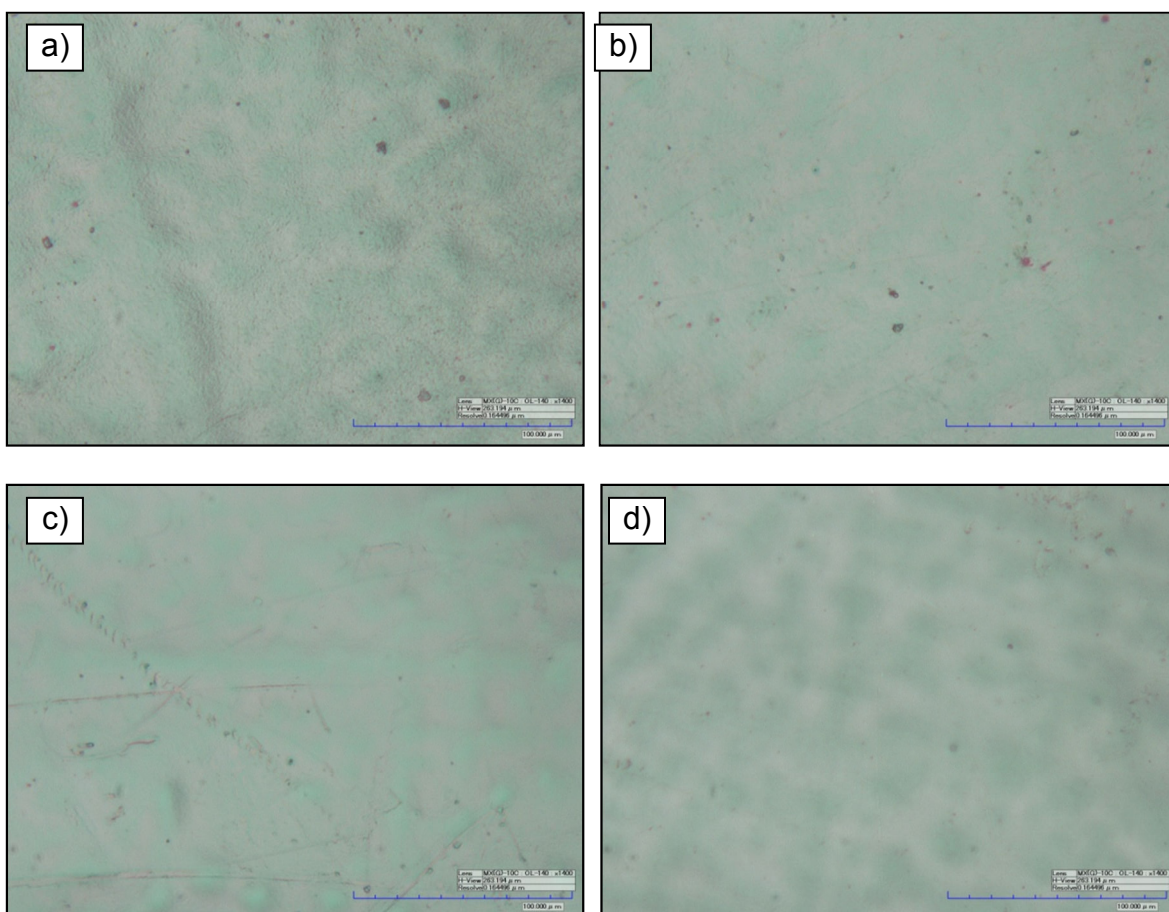


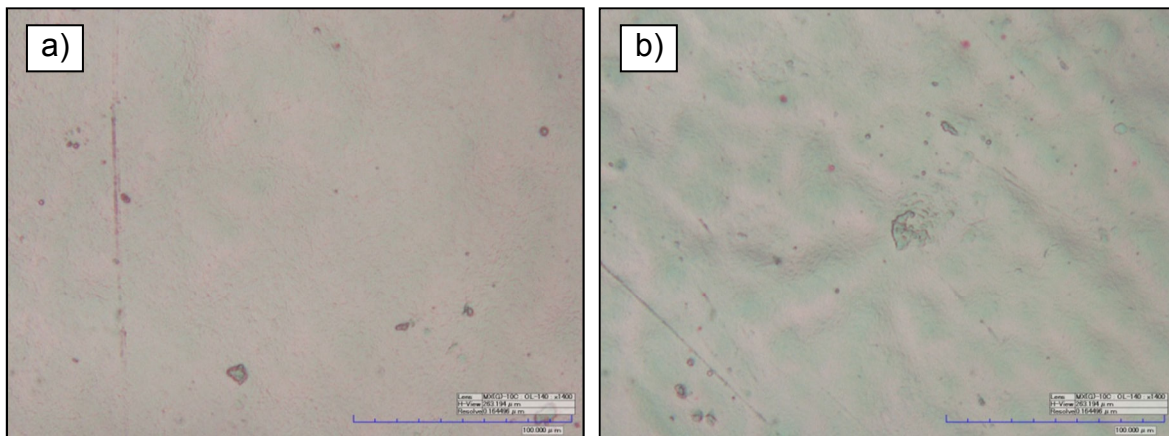
Figura 29. Micrografías ópticas de la superficie del aluminio de alta pureza anodizado en 0.4 M H_2SO_4 a 5 mA/cm² a 5°C por a) 600 y b) 1800 s y a 23°C por c) 600 y d) 1800 s, luego de selladas y esterilizadas en autoclave. 1400x

La esterilización con autoclave parece no haber modificado la superficie de la película anódica de las muestras anodizadas en 0.4 M H_2SO_4 a 5 mA/cm² a 5 y 23°C por 600 y 1800 s selladas, mientras que en las muestras sin sellar hay una evidente modificación superficial, por lo que el sellado tiene influencia directa en la estructura final de la superficie de las muestras después de este proceso. El sellado parece no afectar la estética ni el aspecto visual de las muestras en la

inspección visual de las muestras, pero sin embargo para asegurar la durabilidad del recubrimiento es recomendable realizar el sellado y así evitar las modificaciones observadas. Sería conveniente hacer un análisis de composición para evaluar la naturaleza del recubrimiento anódico después de llevado a cabo la esterilización en autoclave.

5.7.5. ESTERILIZACIÓN CON ÓXIDO DE ETILENO

Las micrografías ópticas de las muestras de aluminio de alta pureza anodizadas en 0.4 M H_2SO_4 a 5 mA/cm^2 a 5 y 23°C por 600 y 1800 s, después del proceso de esterilización con óxido de etileno, se presentan en la Figura 30. Se puede observar que no hay una modificación en la superficie de las muestras esterilizadas respecto a las muestras anodizadas, es decir que el proceso de esterilización no parece afectar la condición superficial de las muestras anodizadas. La película de óxido parece estar regularmente distribuida sobre la superficie del aluminio.



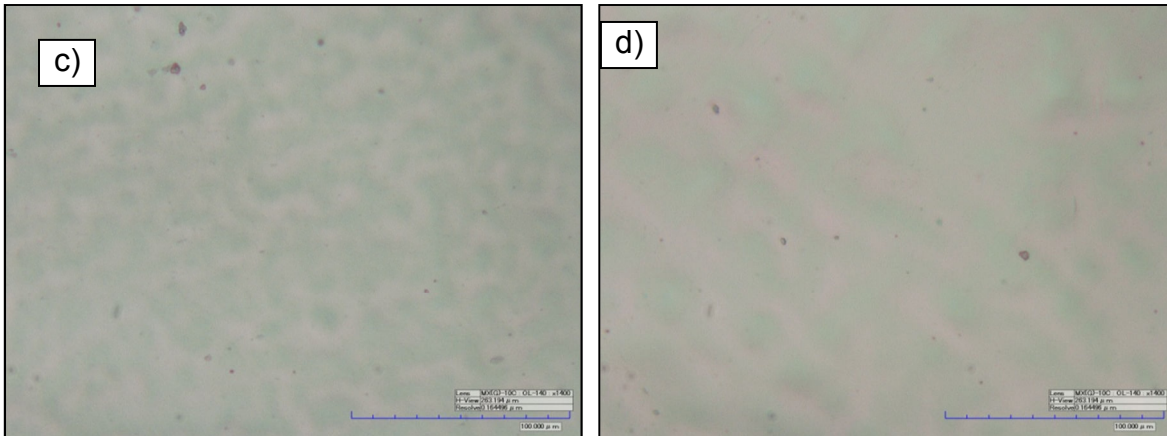
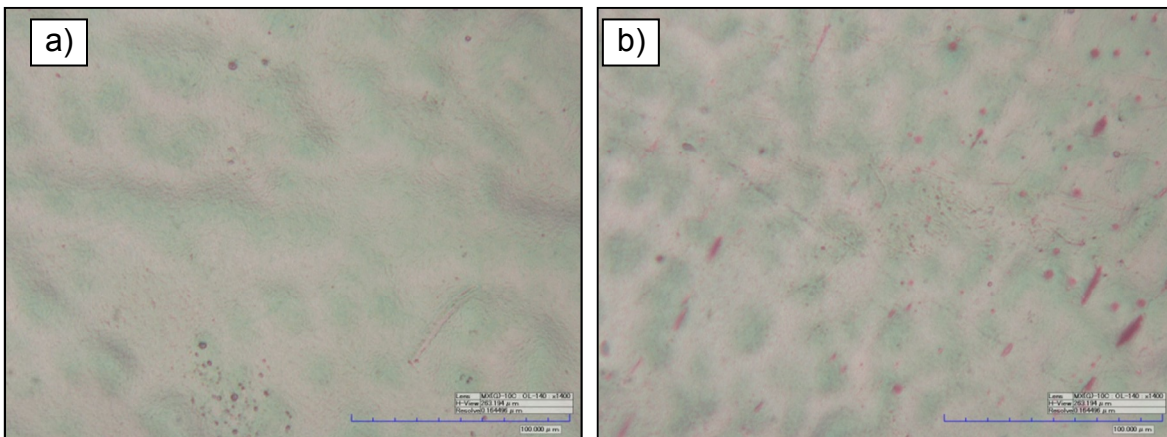


Figura 30. Micrografías ópticas de la superficie del aluminio de alta pureza anodizadas en 0.4 M H_2SO_4 a 5 mA/cm^2 a 5°C por a) 600 y b) 1800 s y a 23°C por c) 600 y d) 1800 s, esterilizadas con óxido de etileno. 1400x.

En la Figura 31 se muestran micrografías ópticas de la superficie de muestras de aluminio de alta pureza anodizadas y selladas, después del proceso de esterilización con óxido de etileno. No hay una modificación aparente en la superficie de las muestras anodizadas y selladas, debido al proceso de esterilización.



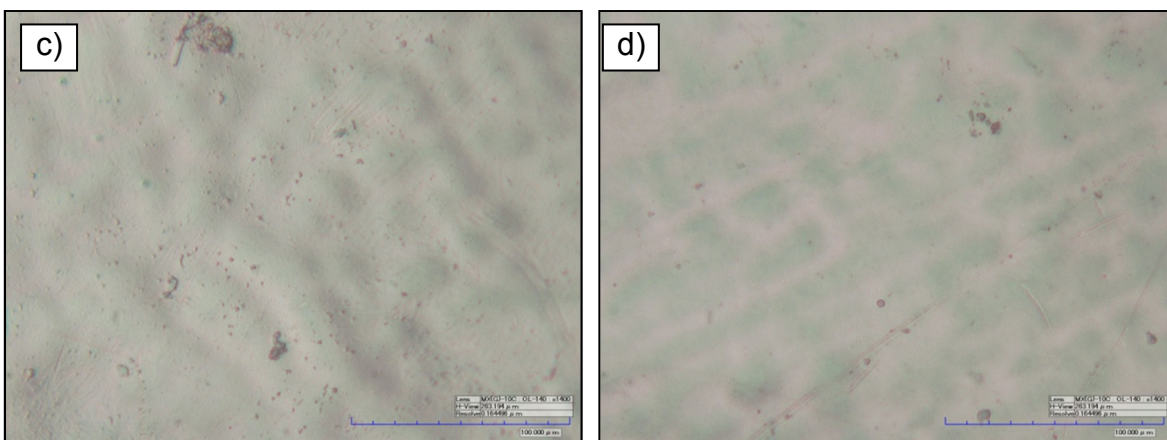


Figura 31. Micrografías a 1400x de la superficie del aluminio de alta pureza anodizadas en en 0.4 M H_2SO_4 a 5 mA/cm^2 a 5°C por a) 600 y b) 1800 y a 23°C por c) 600 y d) 1800 segundos con sellado esterilizadas con oxido de etileno.

La esterilización con óxido de etileno parece no haber modificado la superficie de las muestras de aluminio anodizadas selladas y sin sellar. El sellado de las muestras parece no afectar el comportamiento de las muestras durante y después del proceso de esterilización en oxido de etileno, contrario a lo observado cuando la esterilización se lleva a cabo en autoclave, esto podría explicarse porque la esterilización en oxido de etileno es a baja temperatura y en ausencia de vapor de agua. Se recomienda realizar un análisis de composición, para evaluar si el recubrimiento anódico después de llevado a cabo este procedimiento de esterilización sufrió algún cambio o se depositaron algunas sustancias.

5.7.6. PRUEBAS DE INMERSIÓN SOLUCIÓN SALINA

Las muestras de aluminio de alta pureza anodizadas en 0.4 M H_2SO_4 a 5 mA/cm^2 a 5 y 23°C por 600 y 1800 s, con o sin un posterior sellado, fueron inmersas en solución salina (90% agua, 0,60% NaCl y 0,40% de úrea) por hasta 30 días. En la Figuras 32 y 33, se muestran las micrografías ópticas de la superficie de muestras de aluminio de alta pureza anodizadas y selladas e inmersas en la solución salina por 10 días. La superficie de las muestras no presenta modificación superficial alguna, lo que nos indica que las películas anódicas formadas en 0.4 M H_2SO_4 a 5

mA/cm² a 5 y 23°C por 600 y 1800 s selladas y sin sellar presentan un comportamiento aceptable frente a la corrosión y la agresividad del medio, coincidiendo con lo observado durante la inspección visual donde se pudo ver que el aspecto estético de las muestras no se vio alterado.

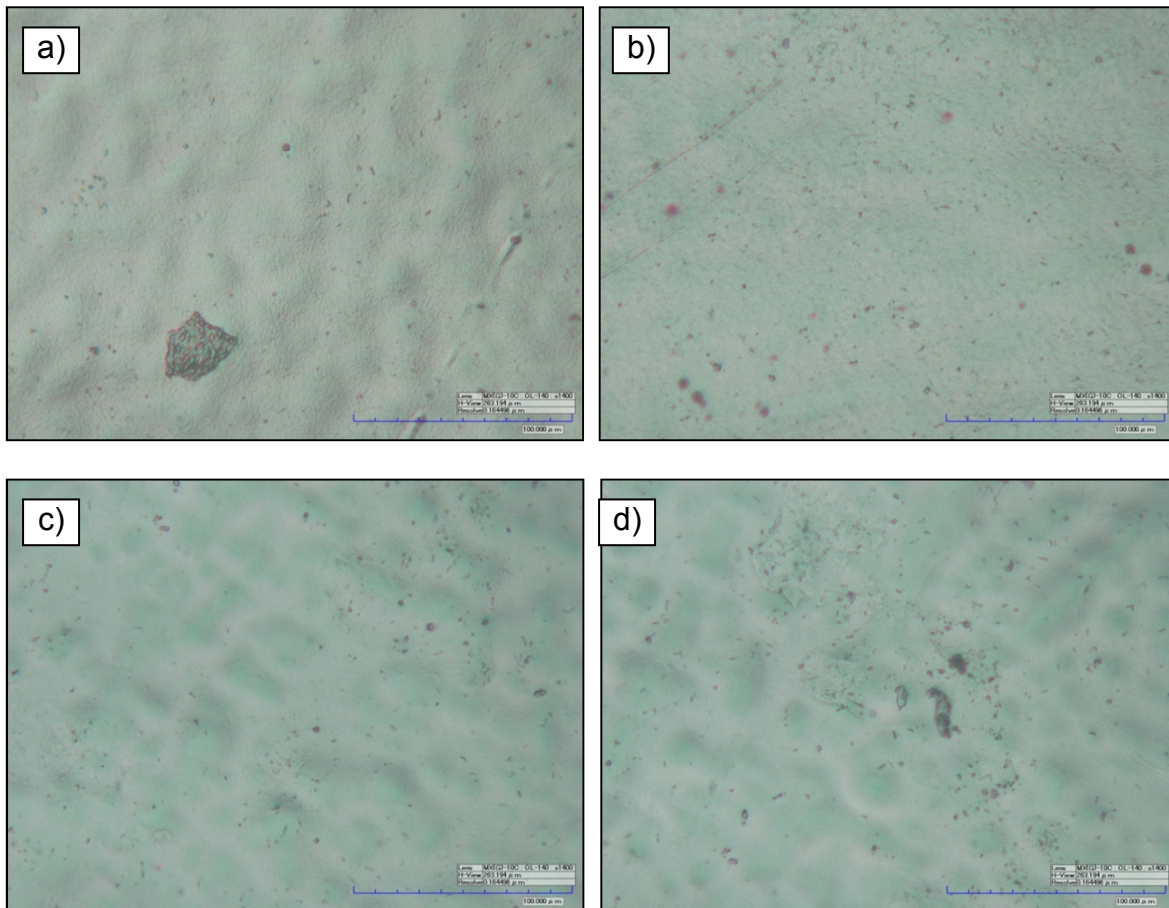


Figura 32. Micrografías de la superficie del aluminio de alta pureza anodizadas en 0.4 M H₂SO₄ a 5 mA/cm² a 5°C por a) 600 y b) 1800 s y a 23°C por c) 600 y d) 1800 s, inmersas en una solución salina por 10 días. 1400x.

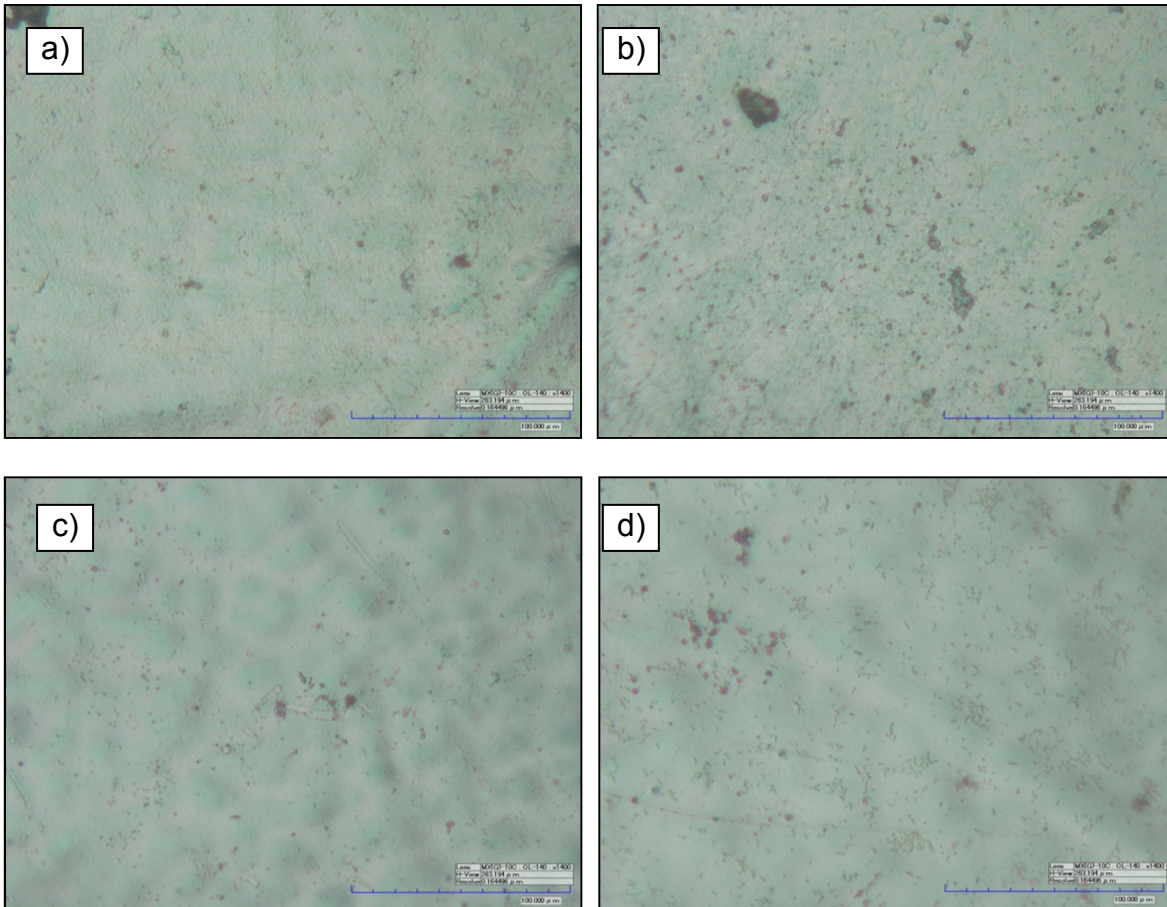


Figura 33. Micrografías de la superficie del aluminio de alta pureza anodizadas en 0.4 M H_2SO_4 a 5 mA/cm² a 5°C por a) 600 y b) 1800 s y a 23°C por c) 600 y d) 1800 s, con sellado inmersas en solución salina por 10 días. 1400x.

En la Figura 34 se observan las micrografías ópticas de la superficie de muestras de aluminio de alta pureza anodizadas e inmersas en la solución salina por 20 días. Hay un rompimiento o discontinuidad de la capa anódica, lo que conduce a que el aluminio este expuesto a la solución salina, produciendo ataque por cloruros y causando picaduras. El deterioro de la superficie es más pronunciado en muestras anodizadas por 600 s a 5 y 23°C y en general para las muestras anodizadas a 23 °C. Esto indica que las películas anódicas porosas de menor espesor son más susceptibles al ataque por cloruros. Además también se observa que las muestras anodizadas a más baja temperatura son más resistentes, debido por supuesto a que presentan mayor espesor, pero también a que su morfología

de poros es más compacta. Estos resultados coinciden con la pérdida de brillo y el deterioro en el aspecto estético observado durante la inspección visual.

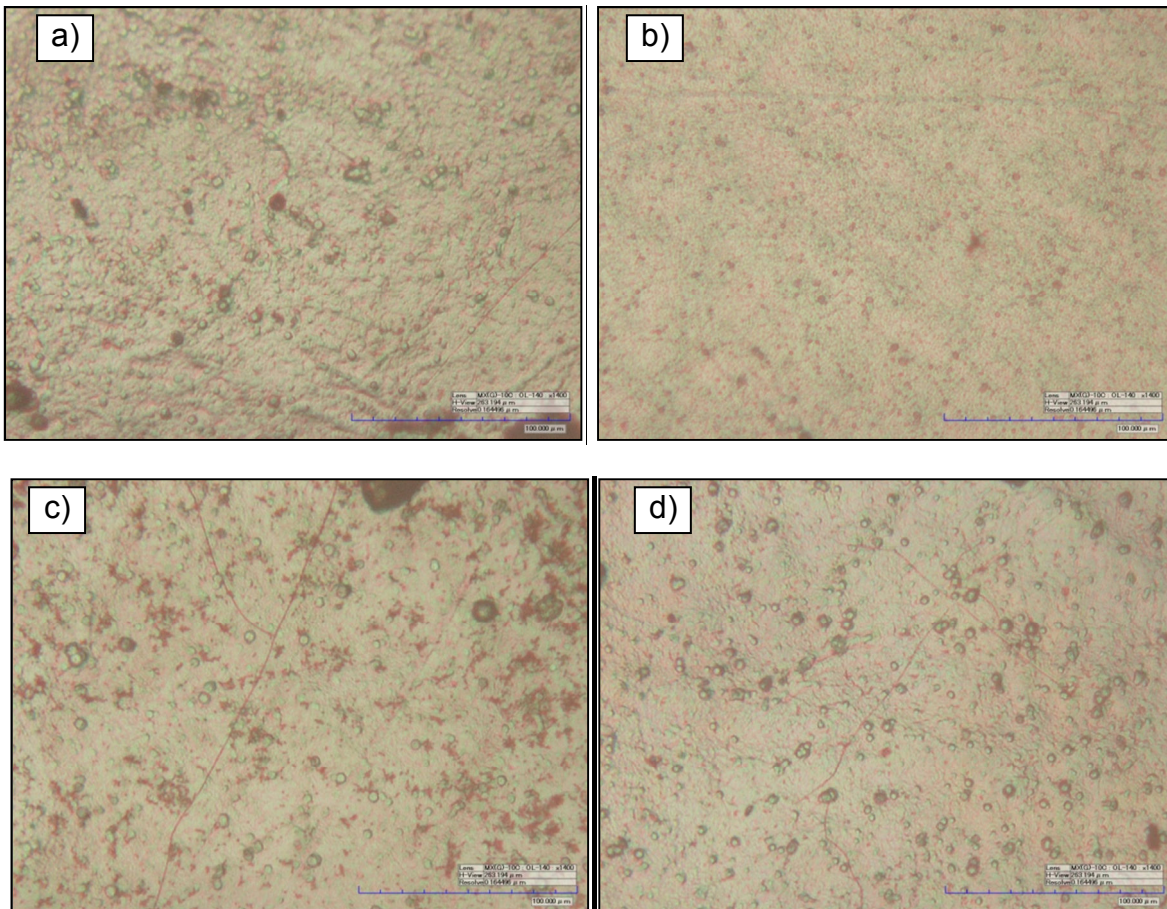


Figura 34. Micrografías ópticas de la superficie del aluminio de alta pureza anodizadas en 0.4 M H_2SO_4 a 5 mA/cm^2 a 5°C por a) 600 y b) 1800 s y a 23°C por c) 600 y d) 1800 s, inmersas en una solución salina por 20 días. 1400x.

Las micrografías ópticas de la superficie de muestras de aluminio de alta pureza anodizadas en 0.4 M H_2SO_4 a 5 mA/cm^2 a 5 y 23°C por 600 y 1800 s, selladas e inmersas en la solución salina por 20 días, se muestran en la Figura 35. La superficie de las muestras no presenta modificación superficial aparente, lo que nos indica que las películas anódicas formadas en 0.4 M H_2SO_4 a 5 mA/cm^2 a 5 y 23°C por 600 y 1800 s selladas presentan un comportamiento aceptable frente a la corrosión y la agresividad del medio.

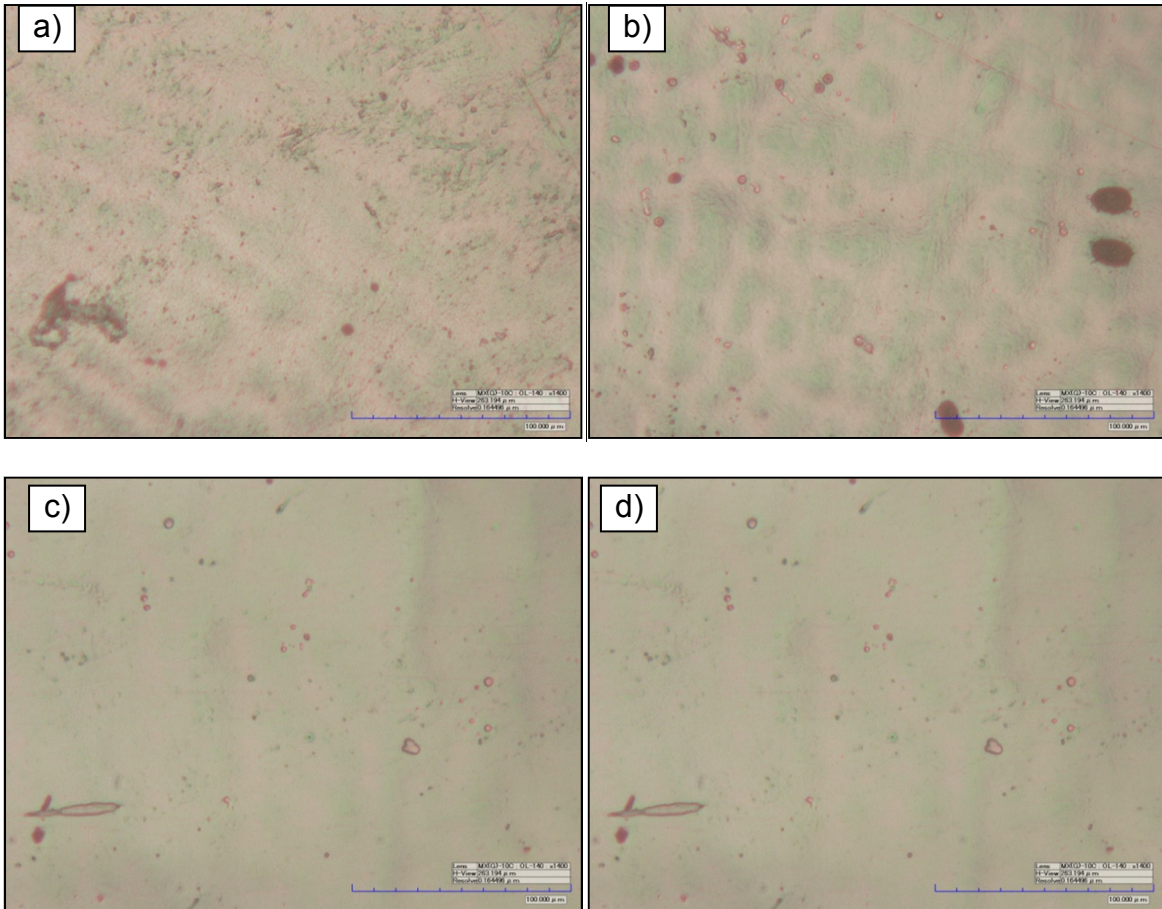


Figura 35. Micrografías de la superficie del aluminio de alta pureza anodizadas en 0.4 M H_2SO_4 a 5 mA/cm^2 a 5°C por a) 600 y b) 1800 s y a 23°C por c) 600 y d) 1800 s, selladas e inmersas en solución salina por 20 días. 1400x.

En la Figura 36 se muestran micrografías obtenidas por el microscopio óptico de la superficie de muestras de aluminio de alta pureza anodizadas e inmersas en solución salina por 30 días. Hay presencia de óxidos y productos de corrosión sobre toda la superficie de las muestras, lo que coincide con la pérdida total del aspecto estético de las muestras registrado durante la inspección visual. En la Figura 36 (b), se observa un rompimiento o discontinuidad de la capa anódica, exponiendo al aluminio al ataque por cloruros. El deterioro de la superficie es más pronunciado en muestras anodizadas por 600 s por 5 y 23°C. Entre más delgadas las películas anódicas se presentan mayores picaduras. Además también puede observarse que el ataque es relativamente menor para el caso de películas formadas a 5°C.

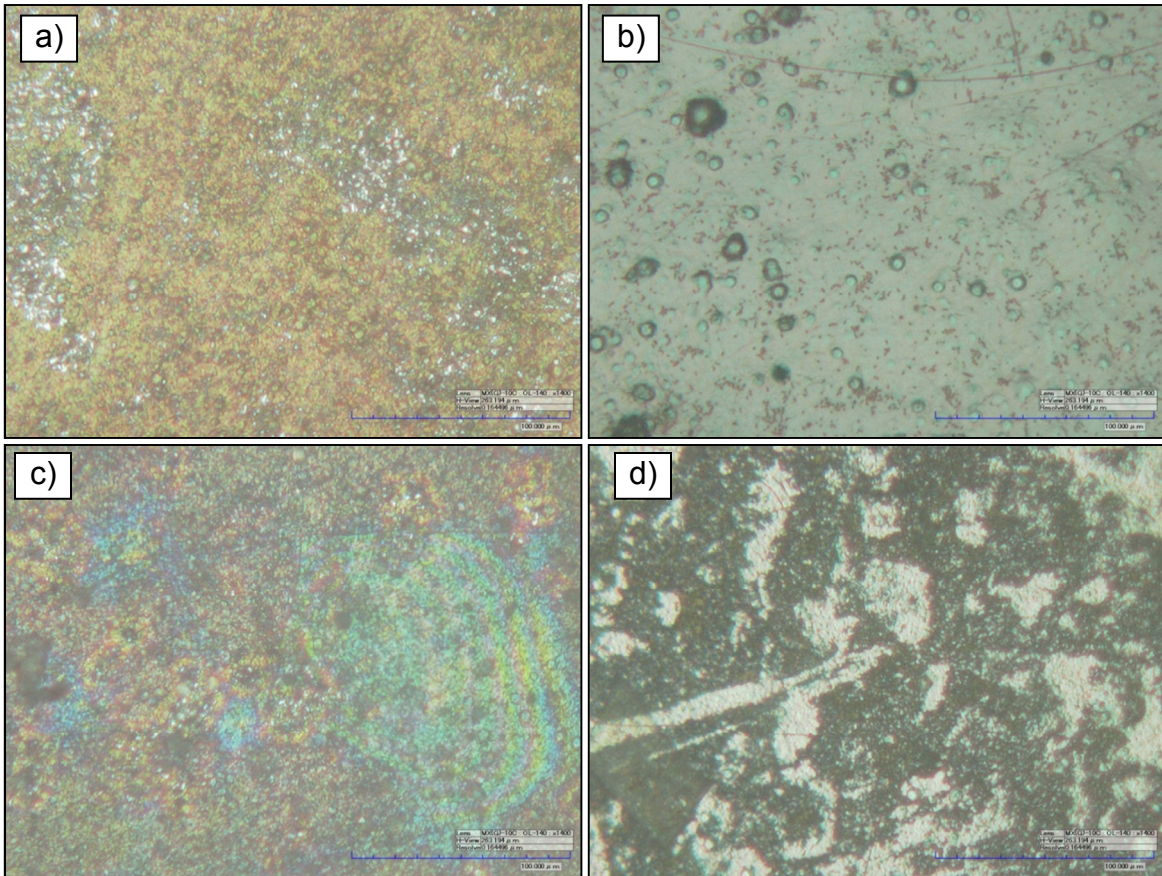


Figura 36. Micrografías ópticas de la superficie del aluminio de alta pureza anodizadas en 0.4 M H_2SO_4 a 5 mA/cm² a 5°C por a) 600 y b) 1800 s y a 23°C por c) 600 y d) 1800 s, inmersas en una solución salina por 30 días. 1400x.

Las micrografías ópticas de la superficie de muestras de aluminio de alta pureza anodizadas, selladas e inmersas en la solución salina por 30 días, se muestran en la Figura 37. La superficie de las muestras no presenta modificación superficial aparente, lo que nos indica que las películas anódicas selladas presentan un comportamiento aceptable frente a la corrosión y la agresividad del medio.

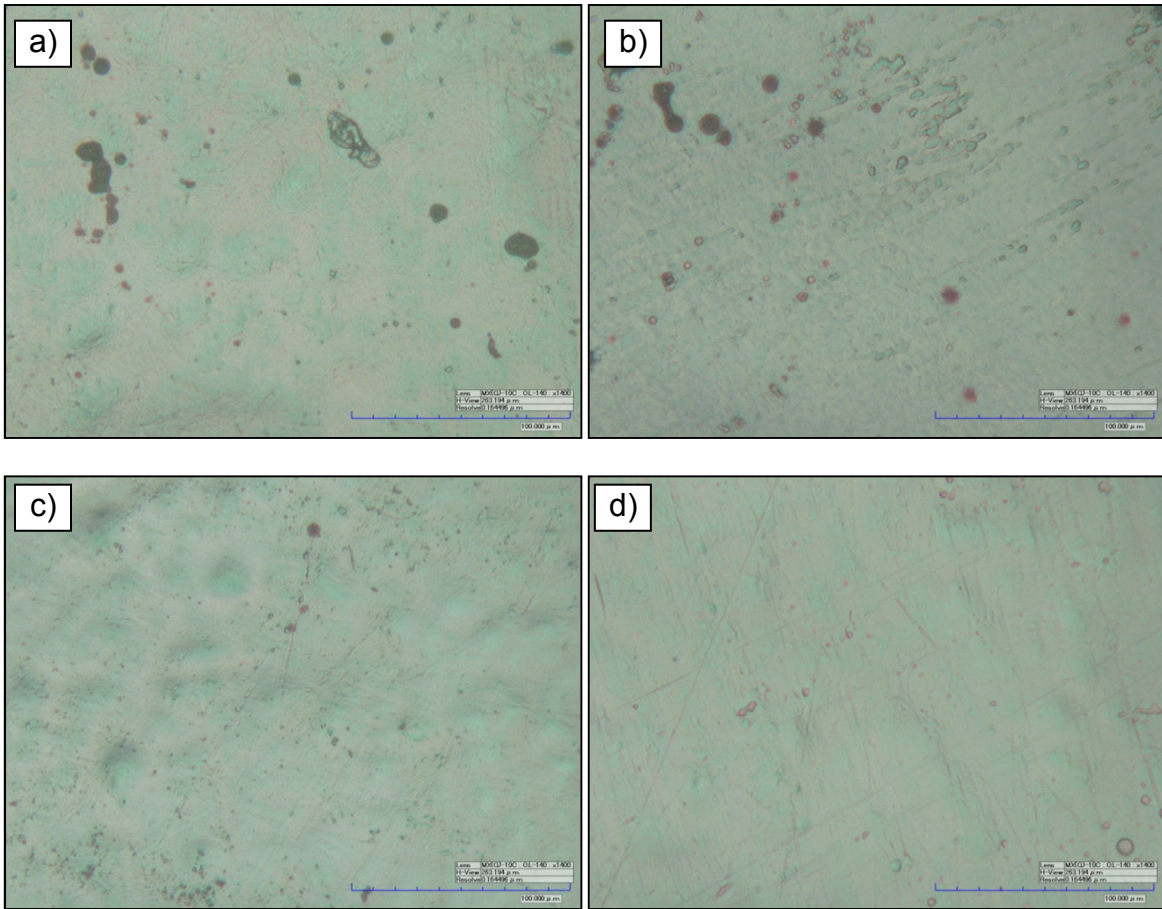


Figura 37. Micrografías de la superficie del aluminio de alta pureza anodizadas en 0.4 M H_2SO_4 a 5 mA/cm^2 a 5°C por a) 600 y b) 1800 s y a 23°C por c) 600 y d) 1800 s, selladas e inmersas en solución salina por 30 días. 1400x

La mayor resistencia al ataque corrosivo por picadura de las probetas anodizadas con sellado se debe a que el sellamiento de las películas anódicas porosas permite la formación de una sustancia gelatinosa compuesta principalmente de bohemita, esta alúmina hidratada ocupa un volumen mayor y llena los microporos de la película anodizada obstruyéndolos, por lo tanto el ingreso de iones cloruro, agua y oxígeno es retardada por lo que la resistencia a la corrosión proporcionada por la película es mejorada [25].

6. CONCLUSIONES

- El anodizado de las muestras de aluminio de alta pureza en 0.4 M H₂SO₄ a 5 mA/cm² a 5 y 23°C por diferentes tiempos, lleva a la formación de películas anódicas porosas, de acuerdo con las observaciones por SEM, compuestas de una capa barrera interna y una capa porosa externa. Las películas anódicas formadas a 5°C por 600 s tienen un espesor de 4,30 μm, mientras que las películas formadas a 23°C por 600 y 1800 s, tienen un espesor de 1.42 y 4.00 μm, respectivamente. Así mismo la capa barrera presenta un espesor de 15.45 y 11.90 nm, para el anodizado a 5 y 23°C, respectivamente.
- Los resultados indican que la temperatura es una variable que afecta directamente tanto el espesor como la morfología de las películas anódicas. A 5°C se obtienen las películas de mayor espesor, las cuales además son más compactas y ordenadas.
- A mayores tiempos de anodizado se obtienen películas anódicas de mayor espesor, para las dos temperaturas usadas. Lo anterior debido a que el espesor final de las películas anódicas es función de la carga aplicada, la cual a su vez depende del tiempo de anodizado.
- Se demostró con base en el factor de expansión que existe una mayor eficiencia en el crecimiento de las películas anódicas a bajas temperaturas de anodizado. A 5°C el factor de expansión fue de 4.28, mientras que a 23°C fue de 1.33.
- La temperatura de la solución de anodizado y el tiempo de anodizado son variables que deben controlarse correctamente para asegurar la formación de recubrimientos anódicos con propiedades específicas.
- Las películas anódicas porosas formadas en H₂SO₄ pueden ser selladas en agua destilada a 96°C. El tiempo de sellado adecuado fue determinado por

espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS), la cual indicó que tiempos mayores a 1800 s, no parecen dar un aumento significativo en la resistencia mostrada por los gráficos de Bode. Por esta razón se sugiere que el tiempo de sellado se mantenga en 1800 s. Tiempos cortos de sellado implican menores costos del proceso.

- El anodizado y el sellado de muestras de aluminio de alta pureza no afectan la apariencia superficial de las muestras, esta sigue siendo la misma a la de su condición electropulida, una superficie suave y brillante. No se nota visualmente la presencia del recubrimiento anódico.
- Dos procesos de esterilización, autoclave y óxido de etileno, fueron aplicados a las muestras anodizadas de aluminio, con o sin proceso de sellado. Los dos procesos de esterilización no causaron daño superficial a las muestras, visualmente conservan su color y brillo, no hay manchas. Con lo cual ambos procesos podrían ser viables.
- El sellado de las muestras anodizadas no parece afectar su apariencia superficial después de realizados los dos procesos de esterilización, pero sin embargo, por asegurar durabilidad del recubrimiento se recomienda sellar las muestras anodizadas.
- Las muestras anodizadas con o sin sellado inmersas en la solución salina (90% agua, 0,60% NaCl y 0,40% de úrea), mostraron comportamientos diferentes. Las muestras selladas presentaron mayor resistencia a la corrosión, conservando además su apariencia superficial, es decir suave y brillante. Sin embargo las muestras anodizadas sin sellado, mostraron ataque localizado por picaduras, además de presencia de productos de corrosión en la superficie. La extensión del daño aumenta con el aumento del tiempo de inmersión y se traduce en una pérdida de la calidad superficial.

- El espesor y el sellado de las películas anódicas porosas, aumentan significativamente la resistencia a la corrosión de las muestras anodizadas inmersas en una solución salina. Por lo cual es indispensable que luego del anodizado se realice el sellado de la muestra para garantizar durabilidad y conservar la apariencia estética.
- La posibilidad de utilizar aleaciones de aluminio para la fabricación de instrumental quirúrgico es viable, siempre y cuando se realicen tratamientos de modificación superficial, como el anodizado, seguido de un sellado. Es fundamental el estricto control de variables como: temperatura, tiempo y densidad de corriente, durante el proceso de anodizado. Igualmente es primordial la realización del proceso de sellado. De esta forma se garantizará la durabilidad y una apariencia estética adecuada, la cual es un requisito primario de todo instrumental quirúrgico.

7. RECOMENDACIONES

- Realizar cortes transversales de las películas anódicas luego del proceso de sellado para observar los posibles cambios morfológicos a través de microscopia electrónica.
- Analizar los recubrimientos anódicos por microscopia electrónica de barrido (SEM) y espectroscopia de energía dispersiva de rayos X (EDX), después de las pruebas de esterilización e inmersión para determinar la naturaleza de las características observadas por microscopia óptica.
- Evaluar la composición de las muestras después de los procesos de esterilización e inmersión por espectroscopia de emisión óptica por descarga luminiscente (GDOES) o espectroscopia de iones retrodispersados de Rutherford (RBS).
- Realizar procesos de coloración de las películas anódicas para mejorar su condición superficial.

BIBLIOGRAFIA

1. ACOSTA S. y VALESKA G. Manual de esterilización para centros de salud. 2008, Organización Panamericana de la Salud.
2. AERTS T., DIMOGERONTAKIS TH., DE GRAEVE A I., FRANSAER J. y TERRY H.. Influence of the anodizing temperature on the porosity and the mechanical properties of the porous anodic oxide film. En: Surface & Coatings Technology, 2007, Vol.201, p. 7310–7317.
3. ALCAN. Manual del aluminio alca. New york, USA.: Alcan aluminium ltd, 19 Alcan Publicaciones, 1991.
4. APARICIO, C., MANERO J.MRODRÍGUEZ, D., ANDRÉS A., ARANDÉS J.M. y PLANELL J.A. (2001). Aleaciones ligeras. Barcelona, España. Barcelona Digital, S.L. p13.
5. ARIES J.. Moves toward automation. En: Parts Cleaning Magazine, February 1998. p 264.
6. BARTOLOMÉ, María Jesús. Caracterización mediante técnicas de microscopía electrónica (MEB Y MET) del anodizado y sellado del aluminio: comportamiento en la exposición a la atmósfera. Memoria para optar al grado de doctor. Madrid, España.: Universidad Complutense de Madrid. Facultad de Ciencias Químicas. Departamento de Ciencia de Materiales e Ingeniería Metalúrgica, 2008. p.132.
7. CASTAÑO G. y ECHEVERRÍA F. Efecto de la degradación de la capa de sellado en perfiles de aluminio anodizado”. En: Ingeniería y desarrollo, Universidad del Norte, 2010, Vol. 28.
8. CHIK H. y XU J.M., Nanometric superlattices: non-lithographic fabrication, materials, and prospect En: Materials Science and Engineering, 2004, Vol. R 43, p.103–138.
9. COCA, Pedro. Manual del aluminio. 2da ed. Barcelona, España: Reverté, S.A, 1992, p.1133.

10. DAWSON J.L., THOMPSON G.E y AHMADUM M.B.H. Evolution of electrochemical impedance during sealing of porous anodic film on aluminum. En: ASTM international. Spt1188eb/mar.1983.
11. DETOMBE E. y POURBAIX M.. En: Corrosion sp, 1958, Vol. 14, p.498.
12. E. ESCUDERO. Manual de bioseguridad, esterilización y desinfección en laboratorios clínicos. U.C. Disponible en la web: http://biblioteca.duoc.cl/bdigital/Documentos_Digitales/600/610/bioseguridad_escudero.pdf.
13. "El aluminio historia, obtención y datos técnicos". Disponible en la Web: <http://www.esmijovi.com/descargas/ALUMINIO-informacion-tecnica.pdf>.
14. ESCUDERO E., BARTOLOMÉ M.J., LÓPEZ V., SIMANCAS J., GONZÁLEZ J.A., MORCILLO M. Y OTERO E.. Autoprotección del aluminio anodizado sin sellar expuesto a la atmósfer'. En: Rev. Metal. Madrid, 2005, Vol. 41 p. 133438.
15. FULLER J.R.. Instrumentación quirúrgica (principios y práctica). 1995. p.31, 159 - 223, 237- 3 63, 417- 539.
16. GARCIA S.J. y SKELDON P., "Uso de trazadores metálicos en el estudio del crecimiento de películas nanoporosas en aluminio". En: Revista Colombiana de Ingenierías, 2011, Vol. 1.
17. GARCIA-VERGARA S. J., IGLESIAS-RUBIANES L., BLANCO-PINZON C. E., SKELDON P., THOMPSON G. E. y CAMPESTRINI P. Mechanical instability and pore generation in anodic alumina. En: Proc. Royal Soc. A, 2006, Vol. 462, No. 2072, p.2345-2358.
18. GARCÍA-VERGARA S.J., SKELDON P., THOMPSON G.E. AND HABAZAKI H.. A flow model of porous anodic film growth on aluminium. En: Electrochemical. Acta, 2006, Vol. 52, p. 681–687
19. GARCIA-VERGARA S.J., SKELDON P., THOMPSON G.E. y HABAZAKI H. Stress generated porosity in anodic alumina formed in sulphuric acid electrolyte. En: Corrosion science; 2007, Vol. 49, p. 3772-3782
20. GIMÉNEZ C. y AMIGÓ V.. Tecnología de materiales. En: Valencia Univ. Politécnica, 2003, p.560.

21. GIUDICE A. y PEREYRA M.. Protección de materiales anodizado de aluminio. Universidad Tecnológica Nacional Facultad Regional, La Plata, 2003.
22. GOHAUSEN H.J. y SCHOENER C.. Consideration for the Sealing of Anodized Aluminum to a Smut-Free Condition. En: Aluminum Finishing Seminar Technical Papers, Vol. 1, p.161-176.
23. GONZALEZ E. y GUITIERREZ E, 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 Fisicoquímicas, 1993.
24. GONZALEZ J. A., LOPEZ V., OTERO E., BAUTISTA A., LIZARBE R., BARBAT C. y BALDONEDOT J.L.. Overaging of sealed and unsealed aluminium oxide films. En: Corrosion Science, 1997, Vol. 39, No. 6, p. 1109-1118.
25. GONZÁLEZ J.A, ESCUDERO E., LÓPEZ V., SIMANCAS J. y MORCILLO M.. Durabilidad del aluminio desnudo y anodizado en atmósferas de muy diferentes corrosividades. En: Rev, Metal Madrid, 2004, Vol. 40, p. 259-269.
26. GONZALEZ J.A., FELIU S., BAUTISTA J.A., OTERO E. y APPL J.. Durability sealed aluminum. En: Electrochem, 1999, Vol. 29, p.845.
27. GRUBBS C.A.. ANODIZING OF ALUMINIUM. En: Metal Finishing 1999, p. 478-496.
28. GUO W. y JOHNSON D.. Role of interfacial energy during pattern formation of electropolishing. En: Phys. Rev. B 67 (2003) 075411.
29. HAO L. y RACHEL-CHENG B.. Sailing Processes of Anodic Coatings-Past. Present and Future. En: Metalast international Inc., Minden, Nev.
30. HUO J., SOLANKI R y MCANDREW J., Electrochemical polishing of copper for microelectronic applications. En: Surf. Eng. 2003, Vol. 19, p.11-16.
31. JUHL A. AND DEACON A.. Hard anodizing of aerospace aluminum alloy. En: Light Metal Age, June 2009.
32. KANEGSBURG B.. Handbook for Critical Cleaning: Applications, Processes, and Controls. En: Cleaning Equipment: Overview, BFK Solutions.

33. MA D., SHUYING L. y CHENGHAO L.. Electropolishing of high-purity aluminium in perchloric acid and ethanol solutions, En: Corrosion Science, 2009 Vol. 51, p. 713–718.
34. MARTINEZ-DUBOIS S. Bases del Conocimiento Quirúrgico. Ed. McGraw, 3ª. Ed, 2000. p.39-59.
35. MCTARGGAT W.J.. The eletrolityc and chemical polishing of metals. En: Pergamon Press London, 1956.
36. MOLERA, Pere. Metales resistentes a la Corrosion. Barcelona, España, Marcombo, S.A, 1990, p.73.
37. MOLERA, Pere. Tratamientos térmicos de los metales. Barcelona, España, Marcombo, S.A, 1991, p.105p.
38. MONTERO-MORENO J.M., SARRET M. y MÜLLER C.. Self-ordered porous alumina by two-step anodizing at constant current: Behaviour and evolution of the structure”. En: Microporous and Mesoporous Materials, 2010, Vol. 136, p. 68–74.
39. REUSO DE MATERIAL MÉDICO. Buenos Aires, Argentina. 16 Asociación Argentina de Enfermeros en Control de Infecciones. Taller Multidisciplinario de Referentes. 2002.
40. RUBINO D. Utilización de lodos rojos de bauxita en la contención e inactivación de residuos tóxicos peligrosos. Tesis de doctoramiento, Santiago de Compostela, España.: Universidad Santiago de Compostela. Facultad de Farmacia. 2003, p-30.
41. SÁNCHEZ- BOTERO L.M.. “Síntesis y caracterización de nano estructuras porosas de aluminio anodizado”. Universidad nacional de Colombia Facultad de Ciencias Exactas y Naturales, Maestría en Ciencias – Física, Manizales, 2009.
42. SUAY J.J., GIMENEZ E., RODRIGUEZ T., HABBIB K. y SAURA J.J.. Characterization of anodized and sealed aluminium by EIS. En: Corrosion Science, 2003, Vol.45, p.611–624.
43. THOMPSON G.E.. Porous anodic alumina: fabrication, characterization and applications. En: Thin Solid Films, 1997, Vol. 297, p.192–201.

44. VALDERRAMA M. y CÁCERES F.. Aluminio anodizado. Tesis Doctoral. Santiago de Chile: Universidad Técnica Federico Santa María de Chile, 2007.
45. VALENCIA N., SEPÚLVEDA Y., PÁEZ 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.
46. VIAGGIO J.A. Elementos de instrumentación quirúrgica. Ed. Alkadia, 2005.
47. WERNICK S., PINNER R. y SHEASBY P.. The Surface Treatments of Aluminium and its Alloys. 5ta Edition, ASM International, 1987, Ltd., Metals Park, Ohio, USA, 1987, p.773-856.
48. WESTRE T. y PERFORMANCE M.. Results for Sealed Type III Anodic Oxide. En: AESF SURIFIN '2000, Chicago; June 26-29, 2000.
49. YU Z., PENG-HUI Z. y JING-MAO Z.. The influences of sealing methods on corrosion behavior of anodized aluminum alloys in NaCl solutions. En: Surface and Coatings Technology, 2003, Vol. 166, p.237–242.
50. YUZHAKOV V.V., CHANG H.C. y MILLER A.E.. En: Pattern formation during electropolishing. Phys. Rev. B, 1997, Vol. 56, p. 12608–12624.
51. ZHAO G.Y., XU C.L., GUO D.J., LI H. y LI H.L.. Patterning polycrystalline aluminum by electropolishing at low voltages. En: Solid State Electrochem., 2006 Vol. 10, p. 266–269.

ANEXOS

ANEXOS A

PROCESOS DE ESTERILIZACIÓN

Finales del siglo XIX, Joseph Lister realizó aportaciones claves para resolver uno de los grandes problemas que todavía tenía planteados la cirugía: la infección. En aquellos días, del 30 al 50% de los pacientes intervenidos quirúrgicamente fallecían por causa de la gangrena hospitalaria, piemia, erisipela u otras complicaciones infecciosas. El empleo del ácido fénico en la limpieza del material quirúrgico y ambiente de los quirófanos hizo posible que esta proporción disminuyera al 15%. En el siglo XXI, existe una preocupación en el público en general y en los profesionales de la salud sobre los patógenos emergentes, tales como *Helicobacter pylori*, *Escherichia coli* O157:N7, virus de la inmunodeficiencia humana (VIH), virus de la hepatitis C, coronavirus responsables del síndrome respiratorio agudo severo (SARS), y *Mycobacterium tuberculosis* multidrogorresistente. Afortunadamente, se puede asegurar que los procesos de esterilización han sido estudiados, y se puede asegurar que los procesos de desinfección y esterilización estándares, descritos a continuación, son adecuados para esterilizar o desinfectar instrumentos o materiales contaminados con sangre u otros fluidos de personas infectadas por estos patógenos [47].

CALOR HÚMEDO O ESTERILIZACIÓN A VAPOR

La esterilización a vapor es el procedimiento de esterilización más común (excepto para los materiales que no pueden resistir el calor y la humedad), y al equipo que se utiliza se le denomina autoclave. El mecanismo de acción del calor húmedo es por desnaturalización de las proteínas. Este método se puede utilizar siempre y

cuando los materiales lo permitan. Tiene la ventaja de producir una elevación de la temperatura en forma rápida en cortos tiempos de esterilización y de no dejar residuos tóxicos en el material [48].

La eficiencia del vapor como agente esterilizante depende de:

- La humedad,
- El calor,
- La penetración,
- La mezcla de vapor y aire puro (y de otras impurezas que pudiera contener)

TIPOS DE ESTERILIZADORES A VAPOR

1. AUTOCLAVES DE DESPLAZAMIENTO DE GRAVEDAD O GRAVITACIONAL

En estos equipos el aire es removido por gravedad, ya que el aire frío es más denso y tiende a salir por un conducto colocado en la parte inferior de la cámara cuando el vapor es admitido. Este proceso es muy lento y favorece la permanencia residual del aire.

Estos equipos varían en tamaño. Los hay desde modelos pequeños que se colocan sobre la mesa y son utilizados en clínicas y consultorios, hasta grandes unidades capaces de manejar carritos de carga de materiales.

El tiempo de penetración es prolongado por una incompleta salida del aire y, por tanto, los tiempos de esterilización son mayores. Este tipo de equipo es obsoleto. En la actualidad se fabrican equipos mucho más sofisticados que aun cuando funcionan con el mismo principio, facilitan la operación y aumentan el nivel de seguridad por medio de controles automáticos, bombas de vacío y microprocesadores [48].

2. ESTERILIZADORES DE PRE-VACÍO

Estos equipos tienen una bomba de vacío, o sistema de Venturi, para retirar el aire de la cámara rápidamente en forma de pulsos, de modo que el vapor ingrese a la cámara a mayor velocidad, mejorando la eficiencia del autoclave al eliminar las bolsas de aire e incrementar la velocidad del proceso, incluso cuando operan a la misma temperatura que los esterilizadores de desplazamiento de gravedad (121°C o 132° C). Constituye un sistema mucho más eficiente que otros.

La ventaja de este sistema radica en que la penetración del vapor es prácticamente instantánea aún en materiales porosos. Además con este método, los períodos de esterilización son menores debido a la rápida remoción del aire tanto de la cámara como de la carga y la mayor temperatura a la que es posible exponer los materiales. Las autoclaves con bomba de vacío funcionan a temperaturas de 121°C a 132°C en períodos de 4 a 18 minutos [47].

3. AUTOCLAVES INSTANTÁNEAS (FLASH)

Son esterilizadores especiales de alta velocidad que generalmente los ubican entre los quirófanos para procesar los instrumentos desempaquetados y para usos de extrema urgencia. Estos esterilizadores operan a 134°C durante 3 ó 4 minutos. Este método de esterilización debe ser evitado, ya que el material es esterilizado sin embalaje y el ciclo elimina el secado; por lo tanto, la recontaminación del mismo se verá favorecida [47].

En general los parámetros de control en las autoclaves son: presión del vapor, tiempo y temperatura. La presión del vapor se da por vapor saturado con un título de 0.95 (95% de vapor y 5% de condensado) y libre de impurezas, utilizando agua blanda o tratada. El tiempo y la temperatura estarán en relación directa con el grosor o el tipo de empaque, definidos en los estándares establecidos por organismos internacionales [48].

4. ÓXIDO DE ETILENO (ETO)

Mecanismo de acción microbicida: Aniquilación de la pared celular del microorganismo que inhabilita a la célula para tener un metabolismo normal o reproducirse [52].

Características:

- Temperaturas entre 50° y 60°.
- Tiempo de Exposición es alrededor de 3 a 5 horas.
- Tiempo de aireación es en relación a la temperatura en cámara 50° > 12 horas, 60° > 8 horas.
- Es un agente químico cuya presentación es líquida y se volatiliza formando un compuesto gaseoso.
- El uso de este método implica conocer la compatibilidad de los materiales, ya que algunos de éstos se inactivan o se alteran.

VENTAJAS ÓXIDO DE ETILENO (ETO)

- El gas tiene gran poder de difusión y penetración, lo que lo hace compatible con gran cantidad de materiales de distintos diseños [52].
- Es certificable.
- Permite la esterilización de material termo sensible.

DESVENTAJAS ÓXIDO DE ETILENO (ETO)

- Proceso de exposición y aireación es largo.
- No es un método efectivo contra priones.
- Tóxico para el personal, pacientes y ambiente.
- Exige que el material esté perfectamente seco y limpio.