



Evaluación del estado superficial y proceso de anodizado en rotor de compresión - Motor J69 T 25A marca Continental

**JOHN FREDDY TRIANA VARGAS
CARLOS ALBERTO GUERRERO CÓRDOBA**

Universidad ECCI
Dirección de Posgrados – Maestría en Ingeniería
Bogotá, D.C., Colombia
2021

Evaluación del estado superficial y proceso de anodizado en rotor de compresión - Motor J69 T 25A marca Continental

**JOHN FREDDY TRIANA VARGAS
CARLOS ALBERTO GUERRERO CÓRDOBA**

Trabajo de investigación presentado como requisito parcial para optar al título de:

Magister en Ingeniería con énfasis en Mecánica

Director (a):

Msc. DANIEL EDUARDO VILLALOBOS CORREA

Línea de Investigación:

Investigación Aplicada

Grupo de Investigación:

Grupo de Investigación en Diseño Mecánico y Materiales (GIDMyM)

Universidad ECCI

Dirección de Postgrados

Bogotá, Colombia

2021

Lema

La preocupación por el hombre y su destino siempre debe ser el interés primordial de todo esfuerzo técnico. Nunca olvides esto entre tus diagramas y ecuaciones.

Albert Einstein

Agradecimientos

Queremos expresar nuestra gratitud con Dios por llenarnos de bendiciones en este proceso y darnos la sabiduría necesaria para culminar nuestro trabajo de grado. Agradecemos a nuestras familias por su apoyo, oraciones y por estar siempre presente en esta y todas las etapas de nuestras vidas.

Agradecemos también al Magister Daniel Eduardo Villalobos Correa, profesor de ingeniería mecánica e investigador de la Universidad ECCI, quien con su compromiso y dedicación dirigió nuestro trabajo de grado siempre dispuesto a atendernos, aportando todas sus capacidades y conocimiento, resaltando nuestras virtudes y dándonos siempre una voz de aliento en los momentos más complicados.

A la Universidad ECCI de Colombia por facilitarnos los ambientes y equipos necesarios, entre ellos el laboratorio de materiales y ensayos y el laboratorio de microscopía electrónica de barrido, también a los docentes que con su experiencia y conocimiento estuvieron dispuestos a darnos una asesoría puntual y pertinente para el desarrollo de la investigación.

Finalmente, y no menos importante al Servicio Nacional de Aprendizaje SENA, en especial la estrategia TecnoParque nodo Cazucá, la cual nos facilitó sus talleres y laboratorios para el desarrollo y construcción de la celda de anodizado. Nos permitió realizar el desarrollo experimental de nuestro trabajo de investigación y la utilización del microscopio electrónico de barrido para la caracterización y toma de imágenes de las muestras ya anodizadas. También nos brindó la asesoría de sus expertos en las diferentes áreas interdisciplinarias, como la del Ingeniero Mecánico Fayardo Hernández Aldana quien siempre estuvo dispuesto a colaborar en nuestros requerimientos

Resumen

Países de Latinoamérica como; Brasil, Chile, Perú Paraguay entre otros, tuvieron en sus fuerzas militares la aeronave T37. En la actualidad en la Fuerza Aérea Colombiana se encuentran en servicio 68 aeronaves FAC T37B de las 1269 fabricadas entre 1955 y 1975, éstas operan desde los años 70 con fines de entrenamiento militar con capacidad para dos tripulantes (estudiante e instructor). Dichos aviones están equipados con dos motores J69 T 25A marca Continental, que proporciona un empuje de 4.57 kN por cada uno, alcanzando velocidades de 507 km/h. El rotor de compresión del motor J69 T 25A es un componente crítico debido a las condiciones de trabajo, presentando fallas de corrosión y desgaste, según datos suministrado por la Fuerza Aérea Colombiana cada 10000 horas de trabajo aproximadamente es necesario el cambio de la pieza, la cual tiene un costo de 15000 dólares. Una de las alternativas planteadas por la FAC es realizar un tratamiento superficial de anodizado que supla y homologue el recubrimiento original disminuyendo costos en el mantenimiento del motor.

En este proyecto se busca caracterizar el material del rotor y analizar el estado superficial para realizar el proceso de anodizado a la pieza en cuestión, para dar una mejor funcionalidad en los distintos ambientes donde se desempeña, brindando, por ejemplo, mayor resistencia al desgaste o mayor dureza, sin afectar sus propiedades mecánicas como la resistencia a la fatiga. Una vez obtenidos las películas de anodizado se caracterizarán para medir el tipo de recubrimiento que se desea y su variación con respecto a parámetros como densidad de corriente, temperatura y concentración de electrolito.

Palabras clave:

Aleación de aluminio; Anodizado; Óxido de aluminio; Desgaste, Rotor de Compresión.

Abstract

Latin American countries like; Brazil, Chile, Peru, Paraguay, among others, had the T37 aircraft in their military forces. Currently in the Colombian Air Force 68 FAC T37B aircraft of 1269 manufactured between 1955 and 1975 are in service, since the 1970s they have been operating for military training purposes with capacity for two crew (student and instructor). These aircraft are equipped with two J69 T 25A Continental brand engines, which provide a thrust of 4.57 kN for each one, reaching speeds of 507 km/h. The compression rotor of the J69 T 25A engine is a critical component due to the working conditions, presenting corrosion and wear failures, according to data supplied by the Colombian Air Force every 10000 hours of work approximately it is necessary to change the part, the which has a cost of 15000 USD. One of the alternatives proposed by the FAC is to carry out an anodizing surface treatment that replaces and homologates the original coating, reducing engine maintenance costs.

This project seeks to characterize the rotor material and analyze the surface state to perform the anodizing process to the part in question, to give better functionality in the different environments where it performs, providing, for example, greater resistance to wear or greater hardness, without affecting its mechanical properties such as resistance to fatigue. Once the anodizing films have been obtained, they will be characterized to measure the type of coating that is desired and its variation with respect to parameters such as current density, temperature and electrolyte concentration.

Keywords:

Aluminium alloy; Anodized; Aluminum oxide; Wear, Compression Rotor.

Contenido

	Pág.
Introducción	1
1. Marco Teórico	3
1.1 Motor Turborreactor Modelo J69-T-25A	3
1.1.1 Descripción general	4
1.1.2 Componentes y Sistemas del Turborreactor J29 T 25A	9
1.1.3 El conjunto de la unidad de compresión	14
1.2 Aleaciones de Aluminio	16
1.3 Aleaciones de Aluminio para el sector Aeronáutico	23
1.4 Anodizado de Aluminio.....	25
1.4.1 Breve Historia del Anodizado.....	28
1.4.2 Tipos de Anodizado	29
1.4.3 Proceso de Anodizado.....	31
1.4.4 Procedimiento de Anodizado	32
1.4.5 El Anodizado como un proceso industrial	33
1.5 Mecanismo de formación de la película de Al_2O_3	35
1.5.1 Morfología de la película de Al_2O_3	36
1.5.2 Fundamentos teóricos de la estructura y formación de la capa de óxido anodizado	37
1.6 Factores que afectan las propiedades y naturaleza del anodizado.....	40
1.6.1 Tipo del metal base	40
1.6.2 Tipo del electrolito.....	41
1.6.3 Influencia de las condiciones de trabajo del anodizado.....	42
1.7 Técnicas de caracterización	42
1.7.1 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM).....	43
1.7.2 Espectroscopía dispersa de energía de rayos X (EDS)	50
1.7.3 Microabrasión	51
1.7.4 Microdureza Vickers (HV)	58
2. Metodología.....	61
2.1 Evaluación inicial del rotor en estado de recepción	62
2.2 Diseño experimental para anodizado	63
2.3 Preparación de las muestras	64
2.3.1 Corte de las muestras de material del rotor de compresión	64
2.3.2 Preparación superficial de las muestras	64
2.4 Diseño y construcción de celda de anodizado.....	65
2.5 Proceso de anodizado de las muestras.....	68
2.6 Caracterización de las películas de Al_2O_3	71

2.6.1	Determinación del espesor de las películas de Al_2O_3	72
2.6.2	Prueba de Microabrasión de las películas de Al_2O_3	73
2.6.3	Prueba de Microdureza Vickers a las películas de Al_2O_3	75
3.	Resultados y Discusión.....	79
3.1	Evaluación inicial del rotor en estado de recepción	79
3.1.1	Modelado 3D del Rotor de Compresión	85
3.2	Proceso de anodizado de las muestras.....	90
3.3	Caracterización de las películas de Al_2O_3	92
3.3.1	Determinación del espesor de las películas de Al_2O_3	101
3.3.2	Prueba de microabrasión de las películas de Al_2O_3	110
3.3.3	Prueba de microdureza Vickers de las películas de Al_2O_3	120
4.	Conclusiones y recomendaciones	129
4.1	Conclusiones.....	129
4.2	Recomendaciones.....	131
A.	Anexo: Composición Química y Designación Internacional para las Aleaciones de Aluminio	135
B.	Anexo: Detalle de construcción del Turborreactor Turbomeca Marbore II	153
C.	Anexo: Informe de ensayo de Microdureza realizado por la empresa Ferrotérmicos S.A.S	157
D.	Anexo: Informe de prueba de EDS realizado por el Centro de manufactura en textil y cuero SENA.....	159
F.	Anexo: Participación en eventos de divulgación tecnológica.....	165
	Bibliografía	173

Lista de figuras

	Pág.
Figura 1.1 Avión Cessna T37B de la Fuerza Área Estadounidense.....	3
Figura 1.2 Motor Turbojet J69 T25A, Museo Nacional del aire y el espacio Smithsonian.	4
Figura 1.3 Avión Cessna T37B Fuerza Aérea de Colombia FAC.....	5
Figura 1.4 Diagrama de funcionamiento turborreactor.....	6
Figura 1.5 Ciclo Brayton [4].	8
Figura 1.6 Representación general de los flujos de aire dentro del turborreactor J69 T 25A [5].....	8
Figura 1.7 Configuración de entradas de aire para distintos aviones [3].	10
Figura 1.8 Corte Transversal del Motor J59 T 25A.	11
Figura 1.9 Conjunto de la unidad de compresión A) Grupo de alojamiento del compresor, B) Grupo de inductor y rotor del compresor, C) Grupo de los difusores radial y axial [6].	15
Figura 1.10 Corte de un motor Turbomeca Marbore II.....	15
Figura 1.11 (a) Estructura idealizada de alúmina porosa anódica y una vista en sección transversal de la capa anodizada. (b) Imagen SEM de sección transversal y estructura de la capa anódica [13] [14].	17
Figura 1.12 Introducción de las aleaciones de aluminio aeroespaciales [24].	24
Figura 1.13 a) Estructura de la capa porosa de alúmina. b) Corte transversal de la capa de anodizado. c) Anodizado tipo barrera y anodizado tipo poroso [13].	26
Figura 1.14 Esquema diferencia entre recubrimiento superficial y anodizado. El anodizado se crea convirtiendo el sustrato [27].	27
Figura 1.15 Esquema de la estructura general de la película de oxido anódico presentada a escala de acuerdo con las mediciones determinadas por O’Sullivan and Wood [14]. ..	32
Figura 1.16 Pasos del proceso de anodizado Tipo II para coloreado de aluminio arquitectónico [33].	33
Figura 1.17 Secuencia típica de un proceso de anodizado industrial [35].	35
Figura 1.18 Esquema 3D de la película de alúmina nanoporosa, donde se indica los parámetros morfológicos más relevantes.	37
Figura 1.19 Esquema del desarrollo de la alúmina porosa en el anodizado. A) Formación de la capa barrera, B) Distribución local del campo eléctrico causa por los defectos en la superficie, C) Etapa inicial de la creación del poro debido a la disolución, D) Crecimiento constante y estable del poro [56].	39

Figura 1.20 Esquema de la formación de las celdas en la capa de óxido anodizado. Con el crecimiento continuo del óxido, la estructura se convierte en una red de celdas hexagonales individuales, cada una con un poro central [14].	40
Figura 1.21 Esquema del óxido anódico de aluminio altamente ordenado (izquierda) y cómo el orden de la estructura puede verse alterada por una inclusión no metálica o algún tipo de precipitado (derecha) [14].	41
Figura 1.22 Sección transversal esquemática de un microscopio electrónico de barrido (SEM) [63].	44
Figura 1.23 a) Cilindro de Wehnelt y b) Filamento de tungsteno [63].	45
Figura 1.24 Esquema cañón de electrones (datos numéricos hacen referencia al SEM modelo Philips CM-200).	45
Figura 1.25 Lentes electromagnéticas: diagrama esquemático de las bobinas de escaneo, aperturas y el estigmador [63].	46
Figura 1.26 Esquema de posibles detectores en un microscopio electrónico de barrido (SEM) [65].	47
Figura 1.27 Fotografía de una típica bomba rotativa de vacío [63].	48
Figura 1.28 Esquema Interacción del haz de electrones [61].	49
Figura 1.29 Espectro de resultado de análisis de EDS a una muestra de escoria, donde se puede ver el calcio como elemento dominante y otros elementos como hierro, silicio, cloro y manganeso [69].	50
Figura 1.30 Ejemplo de volumen de interacción de un haz de 20 kV y 20 nm de radio en una muestra de aluminio y otra de platino [70].	51
Figura 1.31 Esquema de principio de operación de la prueba de microabrasión. Se observa las partículas abrasivas entre la esfera y la superficie de la muestra [73].	52
Figura 1.32 Dispositivo para ensayo de microabrasión de esfera libre en un eje [79].	53
Figura 1.33 Dispositivo para ensayo de microabrasión de esfera libre con dos ejes [77].	54
Figura 1.34 Dispositivo para ensayo de microabrasión de esfera fija [74].	55
Figura 1.35 Tipos de abrasión por tipo de contacto: abrasión de dos cuerpos (a) y abrasión de tres cuerpos (b) [82].	56
Figura 1.36 Esquema del proceso de iniciación de la grieta superficial y propagación [86].	57
Figura 1.37 Esquema del modelo de desgaste corrosivo: interacción entre un agente corrosivo y una superficie desgastada [87].	58
Figura 1.38 Esquema de huella dejada por el indentador para Microdureza Vickers [91].	59
Figura 2.1 Esquema de celda electrolítica de anodizado.	65
Figura 2.2 Diseño CAD de la celda de anodizado, se observa el porta-probetas (ánodo), el cátodo (barra de plomo) y guías para desplazamiento.	66
Figura 2.3 Fuente de voltaje utilizada en el proceso de anodizado de las muestras.	67
Figura 2.4 Celda de anodizado dentro del refrigerador de la nevera para controlar la temperatura del electrolito.	68
Figura 2.5 Proceso de pulido para acabado brillo espejo de las muestras.	69

Figura 2.6 Esquema de celda de anodizado, indicando las conexiones desde la fuente de voltaje, ubicación del sensor y tipo de electrolito.	70
Figura 2.7 Montaje de la celda de anodizado, donde se incluye la celda, la probeta de aluminio (ánodo), electrodo de Pb (cátodo), sensor de temperatura con termocupla y multímetro en serie con el circuito.	71
Figura 2.8 Microscopio electrónico de barrido (SEM) laboratorio nanotecnología Tecnoacademia Tecnoparque Nodo Cazucá.....	72
Figura 2.9 Esquema de máquina de microabrasión, que permite aplicar una carga normal entre la superficie de recubrimiento de la muestra y la esfera [80].	73
Figura 2.10 Esquema de cuerpo libre para el cálculo de las distancias de los contrapesos al punto de giro de la palanca.....	74
Figura 2.11 Verificación de la carga de 1N para la prueba de microabrasión, utilizando una celda de carga y sensor Lutron Fg-5100.	75
Figura 2.12 Micro durómetro marca Shimadzu de la empresa Tratamientos Ferrotérmicos S.A.S.....	76
Figura 2.13 Esquema de las indentaciones realizadas a las muestras anodizadas, según procedimiento elaborado por la empresa Ferrotérmicos S.A.S.....	77
Figura 3.1 Viruta proceso de mecanizado, Imagen Microscopia Electrónica de Barrido, aumento125X.....	80
Figura 3.2 A la derecha toma de puntos para análisis, Imagen Microscopia Electrónica de Barrido (SEM). A la izquierda Espectrómetro de difracción de rayos X, muestra de viruta punto 6.	81
Figura 3.3 Proceso de escaneo 3D utilizando Escáner 3D ZScanner800 ZCORPORATION.	85
Figura 3.4 Digitalización del rotor de compresión en software VXelements.....	86
Figura 3.5 Modelo CAD mediante Software SolidWorks®.	86
Figura 3.6 Ubicación del área del rotor de donde se obtendrán las probetas para proceso de anodizado.....	87
Figura 3.7 Fotografía del proceso de mecanizado en fresadora CNC para la obtención de la probeta.	88
Figura 3.8 Probeta para ensayo de anodizado de material del rotor de compresión, con agujero para su sujeción con tornillo plástico en el ánodo.	89
Figura 3.9 Metodología del procedimiento experimental de anodizado.	90
Figura 3.10 Elementos utilizados en el procedimiento de limpieza de las probetas.	91
Figura 3.11 Monitoreo de condiciones de anodizado: a) Registro de temperatura de anodizado a lo largo del experimento b) Monitoreo de temperatura y amperaje del circuito eléctrico de la celda de anodizado.....	94
Figura 3.12 Proceso de anodizado: a) Celda de anodizado b) Probeta de material de aluminio del rotor de compresión antes y después de anodizado.	95
Figura 3.13 Micrografía SEM de la morfología de la superficie del aluminio AA2024 antes y después del tratamiento de anodizado. a) Superficie de la muestra sin película de anodizado b) Superficie de muestra anodizada a concentración de H ₂ SO ₄ de 20% a 18°C y 24 mA/cm ²	96

Figura 3.14 Imagen SEM de la superficie para la muestra anodizada A2 para las condiciones 20% de concentración de electrolito, temperatura de 6°C y de densidad de corriente 16 mA/cm ² con su respectivo análisis EDS.....	97
Figura 3.15 Imagen SEM de la superficie para la muestra anodizada B1 para las condiciones 20% de concentración de electrolito, temperatura de 6°C y de densidad de corriente 24 mA/cm ² con su respectivo análisis EDS.	97
Figura 3.16 Imagen SEM de la superficie para la muestra anodizada D2 para las condiciones 20% de concentración de electrolito, temperatura de 18°C y de densidad de corriente 24 mA/cm ² con su respectivo análisis EDS.	98
Figura 3.17 Imagen SEM de la superficie para la muestra anodizada E1 para las condiciones 10% de concentración de electrolito, temperatura de 6°C y de densidad de corriente 16 mA/cm ² con su respectivo análisis EDS.	98
Figura 3.18 Imagen SEM de la superficie para la muestra anodizada G1 para las condiciones 10% de concentración de electrolito, temperatura de 18°C y de densidad de corriente 16 mA/cm ² con su respectivo análisis EDS.	99
Figura 3.19 Imagen SEM de la superficie para la muestra anodizada H1 para las condiciones 10% de concentración de electrolito, temperatura de 18°C y de densidad de corriente 24 mA/cm ² con su respectivo análisis EDS.	99
Figura 3.20 Preparación muestras para medición espesor de capa. a) Ubicación de la muestra en el molde b) Recubrimiento con resina c) Encapsulado de las muestras d) Pulido de superficie para observación en SEM.....	102
Figura 3.21 Resultados de espesor de capa de oxido para las diferentes condiciones del experimento comparado con el espesor de la película original del rotor.	103
Figura 3.22 Imágenes por microscopia electrónica de barrido SEM de muestras anodizadas a 10% de H ₂ SO ₄ , 18°C y a) 16 mA/cm ² b) 24 mA/cm ²	105
Figura 3.23 Grafico de residuos del DOE del proceso de anodizado para espesor de capa.	106
Figura 3.24 Grafico de probabilidad del DOE del proceso de anodizado para espesor de capa.	106
Figura 3.25 Grafico de diagrama de Pareto de efectos estandarizados del DOE del proceso de anodizado para espesor de capa.	107
Figura 3.26 Gráfica de efectos principales del DOE para el espesor de capa en el proceso de anodizado.	109
Figura 3.27 Gráfica de interacciones del DOE para el espesor de capa en el proceso de anodizado.....	110
Figura 3.28 Preparación de probetas para ensayo de microabrasión a) Corte de muestras en máquina CNC. b) Encapsulado de las muestras con resina.	111
Figura 3.29 Probetas para ensayo de microabrasión a) Recubrimiento original que tiene el rotor de compresión b) Muestras de anodizado del diseño experimental.	111
Figura 3.30 Montaje para el ensayo de microabrasión a) Ubicación de la probeta en la máquina b) Partículas abrasivas utilizadas en el ensayo.....	112

Figura 3.31 Micrografía de la medida de la longitud de la huella de desgaste mediante la técnica de microscopia electrónica de barrido SEM a 10% de H ₂ SO ₄ , 18°C y 24 mA/cm ²	113
Figura 3.32 Resultados de constante de desgaste de capa de oxido para las diferentes condiciones del experimento comparado con la constante de desgaste de la película original del rotor.....	115
Figura 3.33 Grafico de residuos del DOE del proceso de anodizado para microabrasión de capa.	116
Figura 3.34 Grafico de probabilidad del DOE del proceso de anodizado para microabrasión de capa.	117
Figura 3.35 Grafico de diagrama de Pareto de efectos estandarizados del DOE del proceso de anodizado para ensayo de microabrasión.....	117
Figura 3.36 Gráfica de efectos principales del DOE para ensayo de microabrasión de la capa en el proceso de anodizado.....	118
Figura 3.37 Gráfica de interacciones del DOE para la microabrasión en el proceso de anodizado.....	119
Figura 3.38 Micrografía de la medida de las longitudes de las huellas de microdureza mediante la técnica de microscopia electrónica de barrido SEM.	120
Figura 3.39 Resultados de microdureza de capa de oxido para las diferentes condiciones del experimento comparado con la microdureza de la película original del rotor.	123
Figura 3.40 Grafico de residuos del DOE del proceso de anodizado para microdureza de capa.	124
Figura 3.41 Grafico de probabilidad del DOE del proceso de anodizado para microdureza de capa.	125
Figura 3.42 Grafico de diagrama de Pareto de efectos estandarizados del DOE del proceso de anodizado para microdureza de la capa.	125
Figura 3.43 Gráfica de efectos principales del DOE para la microdureza de la capa en el proceso de anodizado.	126
Figura 3.44 Gráfica de interacciones del DOE para la microdureza en el proceso de anodizado.....	127

Lista de tablas

	Pág.
Tabla 1.1: Propiedades mecánica y aplicaciones de algunas aleaciones de aluminio [17].	18
Tabla 1.2 Sistema de designación de la Asociación del Aluminio para las aleaciones de aluminio [18].	20
Tabla 1.3: Estados de entrega y tratamientos para las aleaciones de aluminio [21].	21
Tabla 1.4: Composiciones químicas de algunas aleaciones de aluminio de grado aeroespacial [24].	25
Tabla 1.5: Procesos de Anodizado más comunes utilizados en la industria [32].	30
Tabla 3.1 Datos obtenidos en cada uno de los puntos analizados con sus respectivos porcentajes de componentes químicos.	81
Tabla 3.2 Sistemas de designación de aleaciones de aluminio [9].	82
Tabla 3.3 Límites de composición química y registrada de aleaciones de aluminio [9].	83
Tabla 3.4 Resultados de composición química de la muestra del rotor de compresión de ensayo de espectrometría de emisión óptica por chispa (OES).	84
Tabla 3.5 Cálculo del área de la probeta a anodizar para determinar la densidad de corriente utilizada. Fuente: Los autores.	89
Tabla 3.6 Factores y niveles del procedimiento experimental de anodizado.	92
Tabla 3.7 Condiciones experimentales de procesos de anodizado desarrollados.	92
Tabla 3.8 Porcentaje de masa para los elementos de la capa de óxido de las muestras analizadas por EDS.	100
Tabla 3.9 Porcentaje atómico para los elementos de la capa de óxido de las muestras analizadas por EDS.	100
Tabla 3.10 Porcentaje de masa para los elementos de la capa de óxido de las muestras analizadas por EDS excluyendo el carbono.	¡Error! Marcador no definido.
Tabla 3.11 Porcentaje atómico para los elementos de la capa de óxido de las muestras analizadas por EDS excluyendo el carbono.	¡Error! Marcador no definido.
Tabla 3.12 Parámetros de anodizado de las muestras analizadas y resultados de espesor de capa de óxido formado después de ser anodizadas.	102
Tabla 3.13 Parámetros de la prueba de microabrasión.	112
Tabla 3.14 Medida de la huella de abrasión para cada muestra.	113
Tabla 3.15 Parámetros de anodizado de las muestras y resultados de ensayo de microabrasión de las muestras analizadas.	114

Tabla 3.16 Medida de la huella de microdureza para cada muestra de la primera replica.	121
Tabla 3.17 Medida de la huella de microdureza para cada muestra de la segunda replica y muestra de material de rotor con recubrimiento original.	121
Tabla 3.18 Parámetros de anodizado de las muestras y resultados de ensayo de microdureza de las muestras analizadas.....	122

Lista de Símbolos y abreviaturas

Símbolo	Término	Unidad SI	Definición
A	Área	m^2	$\iint dx dy$
μm	Longitud	$1 \times 10^{-3} \text{ mm}$	micras
MPa	Presión	10^6 Pa	megapascal

Abreviatura Término

<i>AA</i>	Aleación de Aluminio (Aluminium Alloy)
<i>AAO</i>	Oxido de Aluminio Anódico (Anodic Aluminum Oxide)
<i>ASME</i>	Sociedad americana de ingenieros mecánicos (American Society of Mechanical Engineers)
<i>ASTM</i>	Sociedad americana para el ensayo de materiales (American Society for Testing Materials)
<i>BE</i>	Electrones retrodispersados (Backscattered Electrons)
<i>CAE</i>	Ingeniería y Aviación Continental
<i>CAMAN</i>	Comando Aéreo de Mantenimiento
<i>CEN</i>	Comité Europeo de Normalización
<i>CNC</i>	Control numérico por ordenador (Computer Numerical Control)
<i>DOE</i>	Diseño de experimentos (Design of Experiments)
<i>EDS</i>	Espectroscopía de energía dispersiva (Energy Dispersive Spectroscopy)
<i>ETT</i>	Teledyne Turbine Engines
<i>FAC</i>	Fuerza área Colombiana
<i>OES</i>	Espectrometría de emisión óptica por chispa (Optical Emission Spectrometry).
<i>SAE</i>	Sociedad de ingenieros de automoción (Society of Automotive Engineers)
<i>SE</i>	Electrones secundarios (Secondary Electrons)
<i>SEM</i>	Microscopía de escaneo de electrones (Scanning Electron Microscopy)
<i>Trab.</i>	Trabajo
<i>UNS</i>	Sistema unificado de numeración (Unified Numeric System)
<i>USAF</i>	Fuerza área de los Estados Unidos (United States Air Force)

Introducción

Países de Latinoamérica como; Brasil, Chile, Perú Paraguay entre otros, tuvieron en sus fuerzas militares la aeronave T37. En la actualidad en la Fuerza Aérea Colombiana se encuentran en servicio 68 aeronaves FAC T37B de las 1269 fabricadas entre 1955 y 1975, éstas operan desde los años 70 con fines de entrenamiento militar con capacidad para dos tripulantes (estudiante e instructor). Dichos aviones están equipados con dos motores J69 T 25A marca Continental, que proporciona un empuje de 4.57 kN por cada uno, alcanzando velocidades de 507 km/h. El rotor de compresión del motor J69 T 25A es un componente crítico debido a las condiciones de trabajo, presentando fallas de corrosión y desgaste, según datos suministrado por la Fuerza Aérea Colombiana cada 10000 horas de trabajo aproximadamente es necesario el cambio de la pieza, la cual tiene un costo de 15000 dólares. Una de las alternativas planteadas por la FAC es realizar un tratamiento superficial de anodizado que supla y homologue el recubrimiento original disminuyendo costos en el mantenimiento del motor.

Debido al planteamiento anterior, este proyecto busca la viabilidad de utilizar un recubrimiento superficial mediante anodizado para lo cual se hace necesario caracterizar el material del rotor y analizar el estado superficial para realizar el proceso de tratamiento superficial a la pieza en cuestión, para dar una mejor funcionalidad en los distintos ambientes donde se desempeña, brindando, por ejemplo, mayor resistencia a la corrosión sin afectar sus propiedades mecánicas como la resistencia a la fatiga. Una vez obtenidos las películas de anodizado se caracterizarán para medir el tipo de recubrimiento que se desea y su variación con respecto a parámetros como densidad de corriente, temperatura y concentración de electrolito.

En el estudio del proceso de anodizado se busca evaluar y evidenciar el método más idóneo y con mejores resultados según las variables y condiciones establecidas,

encaminado a dar solución como proceso superficial sustituto al recubrimiento original que tiene la pieza en estudio.

El objetivo general de este trabajo es: Estudiar el estado superficial y proceso de anodizado como método de sustitución para recubrimiento en rotor de compresión de motor a reacción modelo Continental J69-T-25 de aeronaves en servicio de la Fuerza Área Colombiana FAC.

Para alcanzar dicho objetivo se trazó las siguientes metas:

- Analizar las normas de ensayos a aplicar y seccionamiento de pieza aeronáutica, para la obtención de probetas.
- Caracterizar la composición química del material implementado en el rotor de compresión.
- Realizar pruebas de recubrimientos anódico en rotor de compresión según las variables propuestas en el proyecto.
- Evaluar las propiedades mecánicas de microabrasión y microdureza de la superficie del rotor de compresión y de los recubrimientos anódicos.

1.Marco Teórico

1.1 Motor Turborreactor Modelo J69-T-25A

La presente sección de este capítulo muestra la configuración básica del motor utilizado en la fuerza área colombiana en sus procesos de entrenamiento. La primera sección ofrece una descripción muy general del origen del motor y su funcionamiento. La segunda y tercera sección muestra una descripción detallada del funcionamiento del rotor de compresión, que es el elemento de estudio del presente proyecto.

Figura 1.1 Avión Cessna T37B de la Fuerza Área Estadounidense.

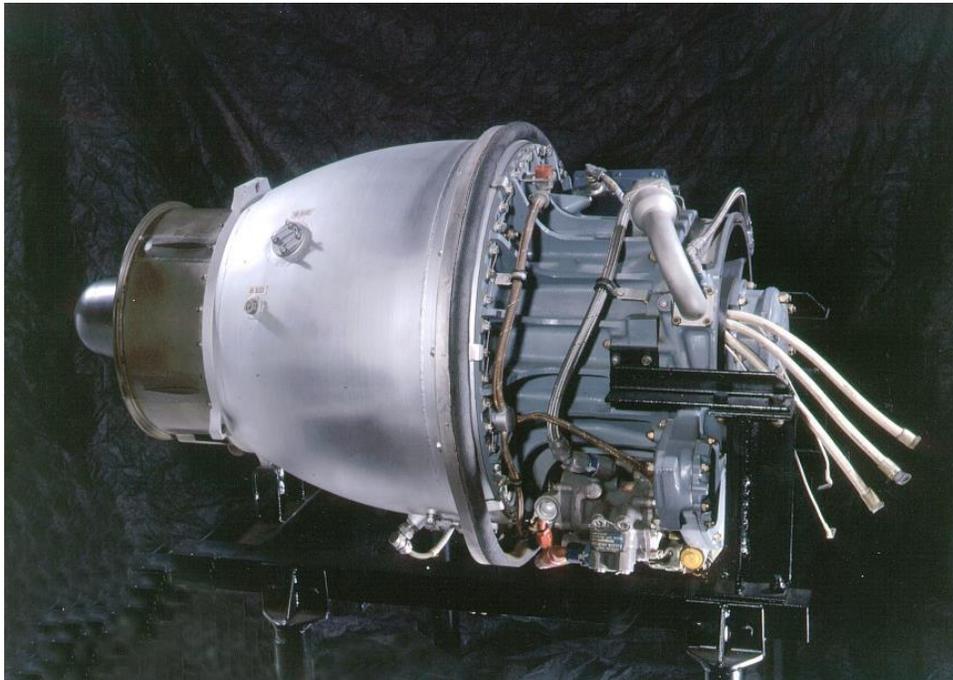


Nombre de la fuente: National Museum of the United States Air Force [Internet] Disponible en https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Cessna_T-37B_Tweety_Bird_USAF.jpg

1.1.1 Descripción general

Los turborreactores TCAEJ69 son una versión de motores para aeronaves que fue diseñada por la compañía francesa Turbomeca Marboré, desarrollada en un principio por Continental Aviación e Ingeniería (CAE) con licencia de Turbomeca y construida en varias versiones por la empresa estadounidense Teledyne Turbine Engines (ETT) situada en Toledo, Ohio y división de la compañía de Teledyne Technologies Inc. La mayoría de las aplicaciones para esta familia de turborreactores corresponden a la propulsión de vehículos no tripulados, misiles y pequeños aviones. La versión más utilizada es la J69-T-25A, debido a que fue instalada en la aeronave Cessna T-37B (Figura 1.1) usada para el entrenamiento de los pilotos de la Fuerza Aérea de los Estados Unidos USAF (por sus siglas en inglés) [1]. Varios miles de motores de la familia básica T-25 estuvieron en el servicio de la USAF en este avión desde la década de 1950 y por casi 50 años. Hoy en día, algunos de estos aviones continúan en servicio en varios países alrededor del mundo y en la fuerza aérea de Colombia existen 68 de estas aeronaves para sus procesos de entrenamiento (Figura 1.3).

Figura 1.2 Motor Turbojet J69 T25A, Museo Nacional del aire y el espacio Smithsonian.



Nombre de la fuente: National Air and Space Museum Smithsonian [Internet] Disponible en https://www.si.edu/object/continental-j69-t-25a-turbojet-engine%3Anasm_A19850058000

Los turborreactores son una clase de motor de turbina de gas desarrollado para aviones de combate durante la época de la Segunda Guerra Mundial. Su funcionamiento consiste en una turbina de gas que aumenta el flujo de aire que, al ser expulsado por una tobera de escape con mayor velocidad y temperatura debido al proceso de combustión, aportan la mayor parte del empuje del motor, impulsando la aeronave hacia adelante. El turborreactor a diferencia de los motores de ciclo alternativo que tienen un funcionamiento discontinuo debido a las explosiones del combustible, este tiene un funcionamiento continuo. Consta de las mismas fases de un motor recíproco, por lo que el ciclo de trabajo de estos motores es el de Brayton.

Figura 1.3 Avión Cessna T37B Fuerza Aérea de Colombia FAC.

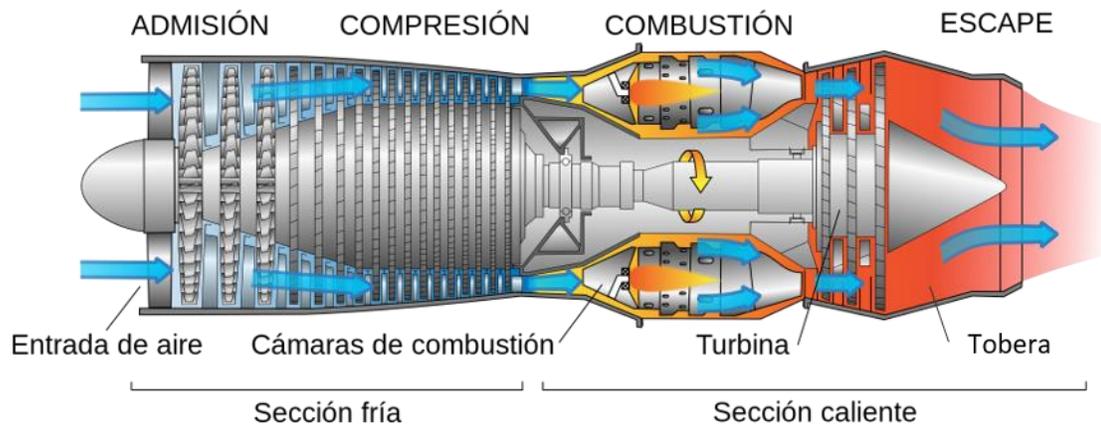


Nombre de la fuente: Aviones de instrucción de la FAC America Militar [Internet] Disponible en <https://americamilitar.com/fuerza-aerea/132-aviones-de-instruccion-de-la-fac.html>

Consta de fases de admisión, compresión, expansión y escape. El turborreactor consiste en diferentes elementos: una entrada de aire, un compresor de aire, una cámara de combustión, una turbina de gas (que mueve el compresor de aire ya que están unidos por medio de un eje) y una tobera (Figura 1.4).

La forma como se produce el funcionamiento de un turborreactor a grandes rasgos es el siguiente: en la entrada, el aire es aspirado por el rotor inductor comprimiéndolo ligeramente debido al inductor y a la forma divergente del conducto de admisión, dirigiéndolo axialmente a las aspas del rotor centrífugo del compresor. El compresor, movido a través de un eje interno por la turbina, mediante suministro de trabajo, eleva considerablemente la presión del aire que ha entrado en él. Para la fase de compresión, se usan compresores axiales o centrífugos que comprimen grandes volúmenes de aire a una presión entre unos 4 kg/cm² y 33 kg/cm² [2]. Cuando las presiones requeridas son altas por lo general se utilizan varios compresores en escalonamiento.

Figura 1.4 Diagrama de funcionamiento turborreactor.



Nombre de la fuente: Jeff Dahl, Spanish translation by Xavigiax [Internet] Disponible en https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Jet_engine_spanish.svg

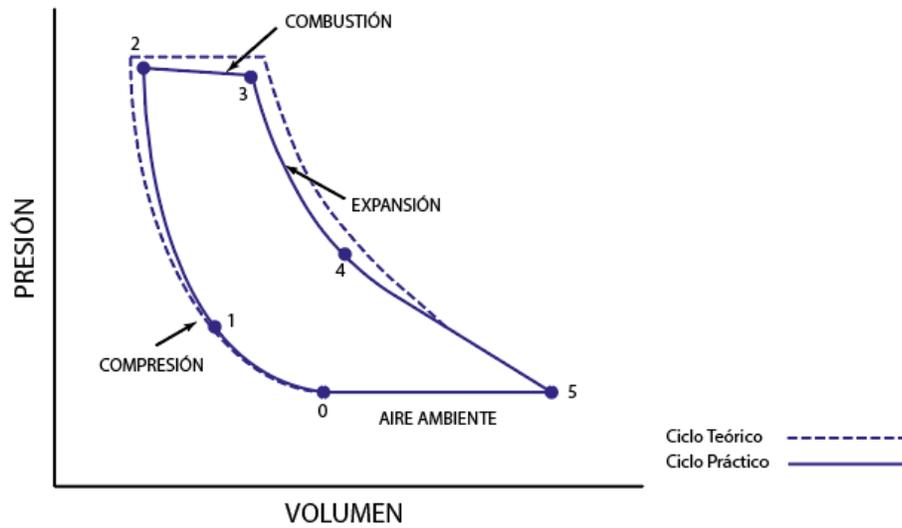
El compresor formado por dos conjuntos, uno rotatorio (el rotor del compresor) y otro estacionario (el difusor radial y el difusor axial), comprimen el aire y lo envía a la cámara de combustión. El rotor del compresor actúa comunicando energía mecánica al aire. Esta energía se transforma en el rotor en energía de presión del fluido. Durante este proceso aumenta la temperatura y la presión del aire. En este punto, se fuerza a que el aire pase a la cámara de combustión a través de ranuras, persianas, orificios y rendijas que posee el revestimiento de la cámara para que se mezcle con el combustible y luego ser quemado,

produciendo un incremento en la temperatura y presión del gas. El combustible se alimenta a través de unos inyectores al aire entrante y esta mezcla se enciende con la chispa generada en las bujías. El compresor suministra aire presurizado a la cámara de combustión, pero con una velocidad elevada para el correcto funcionamiento de la cámara, de manera que la velocidad del aire a la salida del compresor debe reducirse para evitar que la llama sea arrastrada y acabe con el proceso de combustión. El problema se resuelve ubicando difusores entre la salida del compresor y la entrada de la cámara de combustión. Estos difusores permiten reducir la velocidad del aire y adecuarla a las condiciones operativas necesarias en la cámara [3].

El aire entregado a la cámara de combustión por el compresor se divide en dos: primario y secundario. El flujo primario lo conforma la cantidad de aire que se mezcla con el combustible y se quema; es entre un 25 y 35% del aire que entra a la cámara de combustión. El flujo secundario entra por orificios en las paredes de la cámara de combustión para mantenerlas frías permitiendo centrar la llama y combinarse con los productos de la combustión para ajustar la temperatura del flujo que entra a la turbina. Los gases de combustión, a una elevada temperatura y presión, se hacen pasar por la turbina donde experimenta una primera expansión, entregando trabajo proporcional a la expansión producida. Cuanto mayor sea la presión y la temperatura que pierde el flujo en esta parte, mayor será el trabajo mecánico que se obtiene en el eje de la turbina. Los gases dirigidos a la turbina impactan sobre los alabes del rotor de la turbina extrayendo así el trabajo necesario para mover el compresor y los accesorios conectados mecánicamente al motor. Finalmente, los gases de escape terminan de expandirse en la tobera de salida donde se aceleran e incrementan su velocidad (Figura 1.6). El gas posee todavía una presión y temperatura todavía altas de manera que puede seguir expandiéndose hasta las condiciones ambientales entregando, por tanto, cierto trabajo. El incremento en la cantidad de movimiento de los gases de escape respecto a la que tenía a la entrada del turborreactor es el responsable de producir la fuerza de empuje con que el motor propulsa el avión [4].

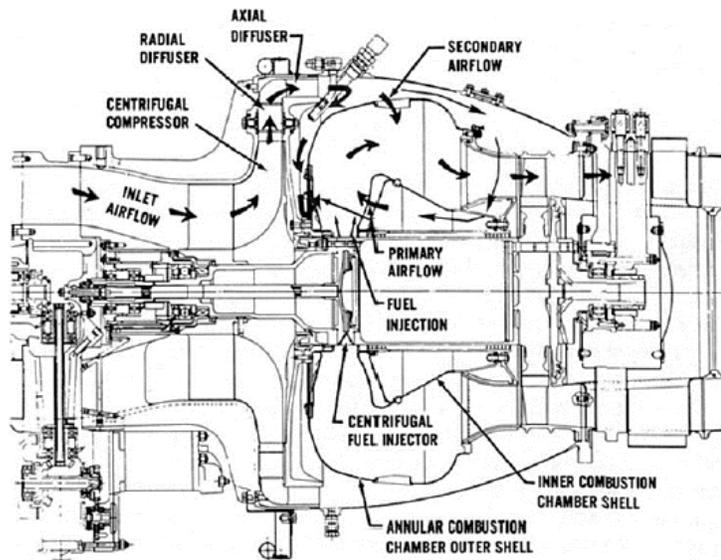
El proceso termodinámico mediante el cual el turborreactor realiza el proceso descrito anteriormente se puede representar por el ciclo Brayton, representado en la Figura 1.5.

Figura 1.5 Ciclo Brayton [4].



Nombre de la fuente: Adaptado de “Principios básicos de funcionamiento del motor de reacción.” https://www.seguridadaaerea.gob.es/media/4498172/modulo14_cap01_a.pdf (accessed Mar. 26, 2019)

Figura 1.6 Representación general de los flujos de aire dentro del turborreactor J69 T 25A [5].



Nombre de la fuente: G. A. Muñoz, “Evaluación del comportamiento energético de un motor de aviación de la FAC a condiciones ambientales de Bogotá empleando diferentes mezclas de biocombustible con combustible Jet A-1,” Universidad ECCI - Bogotá, 2019

1.1.2 Componentes y Sistemas del Turborreactor J29 T 25A

Se han descrito anteriormente los componentes principales de un turborreactor, en el sentido que son recorridos por el aire que entra al motor. En esta sección se verá con más detalle, que otros sistemas son necesarios para completar el funcionamiento del turborreactor y la siguiente sección de este capítulo se centra más en el funcionamiento del rotor de compresión como objeto de estudio del presente proyecto.

a) Conducto de Admisión

Independiente de como este alojado el turborreactor en el avión, este debe estar comunicado con el exterior. Si bien hace mas parte del avión que del motor, tiene gran influencia en el comportamiento del turborreactor. Debe alimentar al motor con la cantidad necesaria de aire sin turbulencia, con la menor cantidad de pérdidas a causa del rozamiento del fluido contra las paredes y buena recuperación dinámica, para convertirla en energía de presión a la entrada del compresor y en todas las condiciones admitidas de vuelo y regímenes (rpm) del motor. En transportes comerciales se utiliza la disposición del motor en góndola y en los aviones de caza o multimisión como el Cessna T37B, se adopta la entrada lateral por estar el motor (o motores) ubicados en el fuselaje (Figura 1.7).

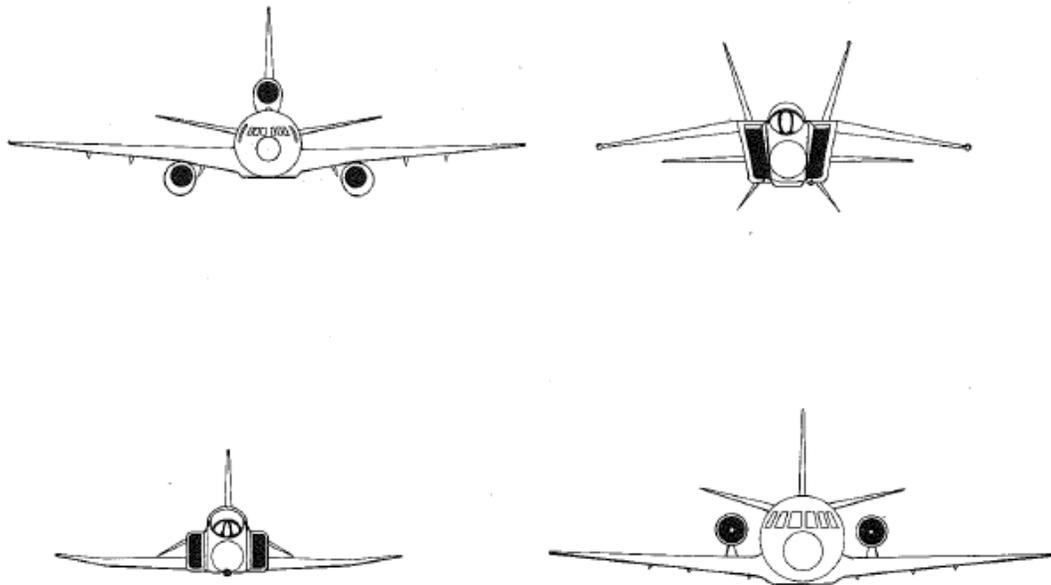
El aire que llega al motor en vuelo sufre una compresión y un aumento de la temperatura en la toma del aire debido al el efecto dinámico, es decir, en la conversión de la energía cinética por la velocidad del aire en energía de compresión. Este aumento de presión del aire es de gran importancia para el diseño del turborreactor porque este debe llegar a la cámara de combustión convenientemente presurizado para que se desarrolle con eficacia la mezcla aire y combustible.

Desde el punto de vista propulsivo, el conducto de admisión debe cumplir las siguientes condiciones:

- 1) Suministrar el gasto de aire requerido por el compresor en cualquier condición de vuelo, de manera que el diseño de la toma de aire es fundamental. Si se tiene en cuenta que la entrada optima de un turborreactor varía con las condiciones de vuelo, puede ser necesario adoptar una geometría variable.

- 2) Como segundo requisito que debe cumplir la admisión es que debe establecer un campo de velocidad lo más uniformemente posible. Esto se observa cuando el avión adopta ángulos de ataque elevados o maniobra rápidamente.
- 3) Por último, el conducto de admisión debe efectuar el proceso global de toma de aire con pérdidas energéticas mínimas. Si la caída de presión aumenta considerablemente en la admisión, se disminuye el empuje del motor [3].

Figura 1.7 Configuración de entradas de aire para distintos aviones [3].



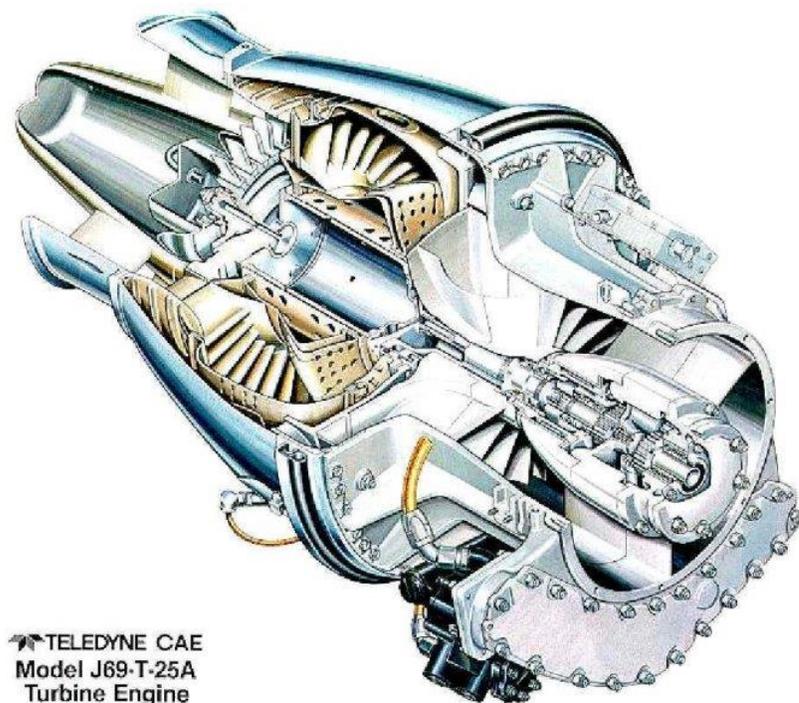
Nombre de la fuente: Adaptado de A. E. Oñate, "Turborreactores: Teoría, Sistemas y propulsión de aviones." Aeronáutica Sumass S.A., Salamanca, pp. 66–67, 1981

Los conductos de admisión se diseñan dependiendo de las condiciones de operación del avión clasificándose en Subsónicos y Supersónicos. Los conductos Subsónicos tienen una geometría interior divergente permitiendo al aire expandirse ligeramente disminuyendo su velocidad y aumentando su presión. Los Supersónicos son de geometría variable con una sección convergente para reducir la velocidad del aire a valores cercanos de Mach 1 y a partir de ahí el conducto es divergente para actuar como un difusor subsónico, adaptando la velocidad a la requerida en la entrada del compresor.

b) Conjunto eje de turbina y compresor

Este conjunto transmite el movimiento de rotación como resultado del intercambio de energía cinética del gas en energía mecánica que se produce en la turbina del motor hacia los demás componentes móviles. Sobre el eje van montados el rotor de inducción, el rotor del compresor, la turbina y el conjunto distribuidor de combustible, así como a los engranajes de la caja de accesorios. El eje está montado sobre un rodamiento de una hilera de bolas en el extremo de la admisión y sobre un rodamiento de una hilera de rodillos en el extremo del escape [6].

Figura 1.8 Corte Transversal del Motor J59 T 25A.



Nombre de la fuente: Continental Motors Corporation globalsecurity.org [Internet]
Disponible en <https://www.globalsecurity.org/military/systems/aircraft/systems/j69.htm>

c) Unidad de compresión

La unidad de compresión es el componente que tiene como misión aumentar la energía del fluido por aumento de la presión, mediante la aplicación de trabajo mecánico. Cuanto mayor es la cantidad de aire que atraviesa el motor, mayor la cantidad de movimiento de los gases a la salida de la tobera del motor y por lo tanto mayor será el empuje que se produce. También cuanto mayor es la cantidad de masa que se procesa en el motor, mayor

es la cantidad de combustible que se quema en el motor, y por tanto mayor la cantidad de energía generada disponible y mayor posibilidad de aumentar la energía cinética con que los gases de escape salen del motor aumentando el empuje.

En el caso de los motores a reacción, los compresores reciben el nombre genérico de turbocompresores. El turbocompresor comunica energía al flujo de aire mediante un elemento rotatorio soportado en un eje interno apoyado sobre rodamientos llamado rotor o impulsor y luego transforma esa energía cinética en energía de presión en un segundo elemento fijo a la estructura del motor llamado estator o difusor [7].

Según la corriente del fluido los compresores pueden ser de dos tipos: centrífugos o axiales. Los compresores centrífugos alcanzan relaciones de compresión superiores a 4:1 en un solo escalonamiento [2]. Fueron los primeros que se utilizaron en los motores de reacción debido a su relativamente ligero peso y facilidad de fabricación. En el compresor axial, el flujo de aire se mueve en una dirección que es paralela al eje del motor. En el compresor centrífugo, el flujo de aire entra en dirección axial y sigue una trayectoria radial.

d) Cámara de combustión

Es la zona del turborreactor en donde se suministra la energía calorífica y todo el resto del motor se alimenta de esa energía transformada en energía cinética en la turbina para mover el compresor y todos los demás accesorios. La combustión se realiza a presión constante teóricamente. Por lo tanto, se debe diseñar la cámara de combustión para que las pérdidas de presión sean lo más pequeñas posibles [7].

Las cámaras de combustión han sido uno de los elementos sobre los que más se ha experimentado hasta obtener los niveles de eficiencia que se tienen hoy en día. Tiene que realizar la combustión de modo completo, evitando que lleguen partículas de combustible inflamadas a los alabes de la turbina los cuales tendrían efectos destructivos sobre los mismos. Las cámaras de combustión se fabrican en chapas delgadas de material resistente a las altas temperaturas y a la fatiga térmica. Generalmente esta hechas de aleaciones de base Níquel o de base Cobalto que permiten ser soldadas y poseen excelente conductividad térmica [2].

La cámara de combustión anular está formada por dos elementos estructurales independientes que se ensamblan entre sí, una carcasa externa y una interna. Y el espacio entre ellas es donde ocurre la combustión de la mezcla de aire y combustible. Tanto la carcasa externa como la interna tienen una serie de agujeros y ranuras que varían en forma y tamaño dependiendo de su función de direccionar y regular el flujo de aire presurizado. En la carcasa externa los agujeros frontales direccionan el flujo de aire primario hacia la zona de combustión. Los agujeros y ranuras de la cara radial dirigen el aire secundario hacia la zona intermedia de la cámara para enfriar la superficie de la carcasa externa y los gases de combustión antes de que entren a la turbina [3].

e) Turbina

Son aquellos componentes que tienen como fin transformar la energía de presión de un fluido en energía mecánica. A diferencia de los motores recíprocos, en el caso de los motores a reacción, dicha transformación es continua. La energía cinética es convertida a potencia en el eje para mover el compresor y los accesorios. Casi tres cuartas partes de la energía disponible de los productos de combustión es requerida para mover el compresor. La energía restante es la que posteriormente se transforma en empuje de propulsión en la tobera de escape. La turbina es el componente del turborreactor que efectúa la expansión mecánica del ciclo termodinámico de funcionamiento. La turbina se sitúa inmediatamente detrás de la cámara de combustión. Cuanto mayor sea la expansión del de los gases en la turbina, mayor trabajo mecánico se obtiene de ella [3]. Su principal problema radica en la metalurgia debido a las condiciones de trabajo que les viene impuestas, los alabes móviles están sometidos a grandes esfuerzos de flexión, torsión y expuestos a vibraciones., sumándose a eso las altas temperaturas debido al proceso de combustión. Hoy en día se ha solucionado el problema fabricándolos en aleaciones capaces de soportar estas duras condiciones de funcionamiento [2].

f) Tobera de escape

Está destinada a recoger los gases procedentes de la turbina y producir en ellos su última expansión. La tobera de escape del turborreactor J69 consiste en una carcasa interior en forma de cono y otra cilíndrica soportada por cinco aletas fuseladas. Esta asegura a la carcasa de la cámara de combustión mediante bridas y en su interior se encuentra el soporte del rodamiento trasero del conjunto del eje principal.

Para alcanzar el máximo empuje de una determinada masa de gas debe cumplir tres condiciones: a) Los gases deben expansionarse completamente en la tobera de salida, b) Los gases no deben poseer movimiento de rotación, c) La dirección de movimiento de los gases debe ser axial.

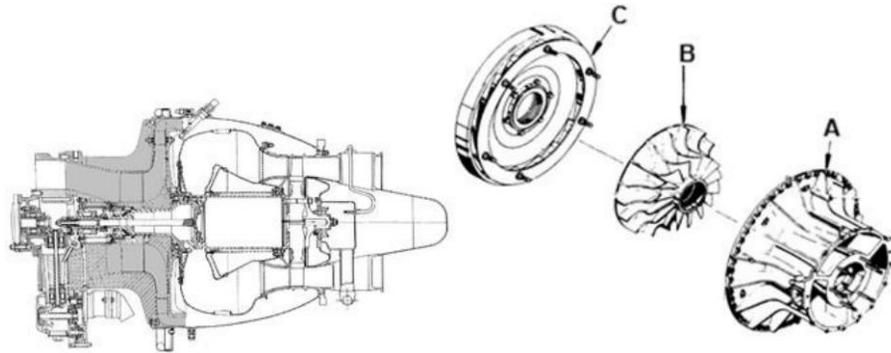
1.1.3 El conjunto de la unidad de compresión

El parámetro más importante en el compresor es la relación de compresión que puede suministrar. Esta relación se define por el cociente entre la presión de salida y la presión de entrada del compresor.

El tipo de compresor del motor J69 T 25A es de tipo compresor centrífugo (Figura 1.9). Está compuesto por un rotor (B), un conjunto de difusores (C) y el colector. El rotor es un disco metálico giratorio al que están fijados los álabes y que se encuentra encerrado en la carcasa del compresor (A). Los difusores se encuentran rodeando el rotor. Están provistos de unos alabes fijos que reciben el aire radialmente impulsado por el rotor y lo canalizan suavemente a través de un espacio entre alabes divergente hacia el colector. En este recorrido el aire pierde su velocidad e incrementa su presión.

El conjunto de la unidad de compresión hace parte de la sección fría del turborreactor, debido a que en su interior el aire se mantiene a una baja temperatura. En la carcasa del compresor (A) va instalado el grupo del inductor y el rotor del compresor (B). También lleva alojados en su interior, el rodamiento delantero del conjunto del eje principal y el tren de engranajes que impulsa los diversos accesorios en el extremo de admisión. El grupo de los difusores radial y axial (C) se ubica entre la carcasa del compresor y la carcasa de la turbina creando una barrera física de aislamiento térmico para que los gases de combustión dentro de la cámara no calienten la parte frontal del turborreactor [5].

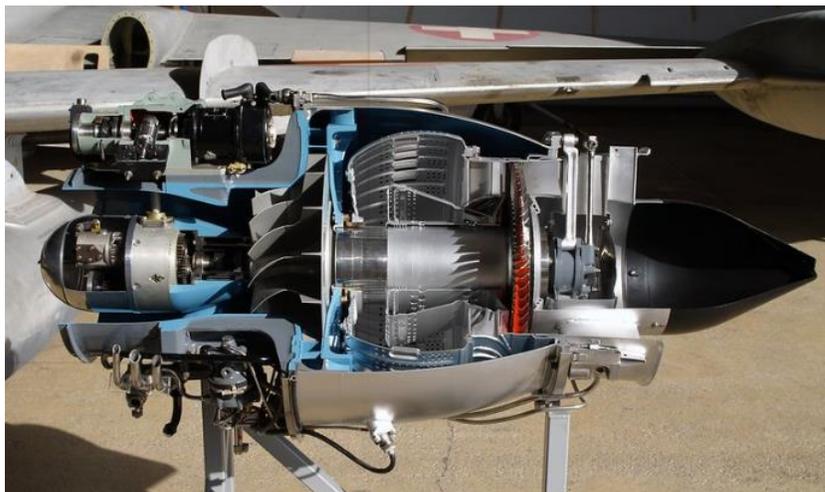
Figura 1.9 Conjunto de la unidad de compresión A) Grupo de alojamiento del compresor, B) Grupo de inductor y rotor del compresor, C) Grupo de los difusores radial y axial [6].



Nombre de la fuente: T. CAE, Intermediate Maintenance Instructions Turbojet Engine Model No. J69-T25A. Oklahoma: Teledine CAE, 2004

En el turborreactor J69 T 25A el aire entra al compresor cerca de su eje en la dirección axial y es impulsado por la fuerza centrífuga del rotor en forma radial por el movimiento de este. El aire que sale radialmente y a gran velocidad del rotor, es tomado por el difusor radial primeramente haciendo un giro de 90° hacia el difusor axial. Aquí la energía cinética del aire se transforma en energía potencial en forma de presión. En los difusores se reduce la velocidad del fluido y se consigue un nuevo aumento de presión [3]. El colector recibe el aire comprimido y lo gira hacia la entrada de la cámara de combustión.

Figura 1.10 Corte de un motor Turbomeca Marbore II.



Nombre de la fuente: Aerofossile 2012 Turbomeca Marboré [Internet] Disponible en <https://www.flickr.com/photos/aerofossile2012/25211623256/in/photostream>

El rotor de compresión se construye mediante forja y posteriormente mecanizado en máquinas especiales. El pulimento de las superficies por donde circula el aire es de gran importancia, mejorando notablemente el rendimiento cuando se obtiene con un grado perfecto de acabado [2]. El rotor del motor J69 pertenece a los llamados compresores de simple entrada, indicando con ello que solo llevan alabes sobre una de las caras del disco.

1.2 Aleaciones de Aluminio

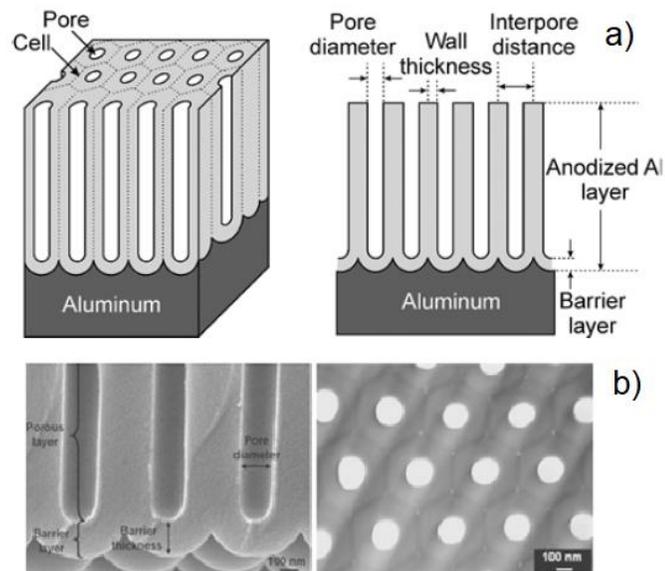
El Aluminio es el tercer elemento más abundante en la Tierra después del oxígeno y el silicio, cerca del 8% de la corteza terrestre, sin embargo, en su estado natural nunca se encuentra puro. En la naturaleza se encuentra combinado con otros compuestos como alumbre (sulfato de aluminio y potasio); feldespatos (silicato de sodio y aluminio); micas y tierras arcillosas (silicatos de aluminio) y en la bauxita, que es el mineral más común de donde se extrae el aluminio.

Las propiedades del aluminio lo convierten en un material considerablemente útil, en especial para aplicaciones de ingeniería [8]. De gran importancia resulta su baja densidad (2,70 g/cm³), alta conductividad térmica y eléctrica, buena resistencia a la corrosión en la mayor parte de los entornos naturales y baja toxicidad. Su bajo peso combinado con la alta resistencia de algunas aleaciones de aluminio que en algunos casos es superior al acero estructural, permite la construcción de estructuras fuertes y ligeras que son especialmente ventajosas cuando se utilizan en elementos que se muevan como vehículos espaciales, aviones y todo tipo de vehículos terrestres y acuáticos [9].

El aluminio resiste la corrosión progresiva a diferencia de la oxidación del hierro. La superficie expuesta se combina con el oxígeno para crear una delgada capa inerte de óxido de aluminio de apenas unas micras de espesor que bloquea la posterior oxidación y a diferencia del óxido de hierro el óxido de aluminio no se desprende para exponer la superficie a una nueva oxidación. El aluminio aleado y tratado adecuadamente puede resistir la corrosión por agua, sal y otros factores ambientales, como también resistir a una gama alta de agentes químicos y físicos [10].

Los recubrimientos por electrodeposición metálicos buscan alterar las características superficiales de un material para mejorar sus propiedades mecánicas, aumentar su resistencia a la corrosión y obtener superficies metálicas con acabados superficiales para mejorar su aspecto [11]. El recubrimiento por anodizado es una técnica electroquímica mediante el cual se crea de forma controlada, una capa de óxido comúnmente llamada Alúmina (Al_2O_3) sobre la superficie del aluminio, utilizando una fuente de corriente eléctrica externa, usualmente conformada por dos electrodos en una celda electroquímica que contiene un electrolito generalmente ácido. Cuando pasa la corriente por el aluminio, en lugar de que el oxígeno se libere en el ánodo como un gas, se combina con el aluminio para formar una capa de óxido de aluminio poroso [12].

Figura 1.11 (a) Estructura idealizada de alúmina porosa anódica y una vista en sección transversal de la capa anodizada. (b) Imagen SEM de sección transversal y estructura de la capa anódica [13] [14].



Nombre de la fuente: G. D. Sulka, Highly Ordered Anodic Porous Alumina Formation by Self-Organized Anodizing. 2008; J. M. Runge, The Metallurgy of Anodizing Aluminum, 1st ed. Chicago: Springer International Publishing, 2018.

En la actualidad existen diversos tratamientos superficiales electroquímicos de anodizado aplicables al aluminio para mejorar u optimizar el proceso de oxidación permitiendo crear una capa protectora de óxido de aluminio hasta espesores muy superiores a los adquiridos de forma natural en piezas de gran aplicación en la industria aeronáutica y naval. Sin

embargo, la información referente a este tipo de recubrimiento y su incidencia en la vida útil a fatiga en este material es muy poca y hace parte de la exclusividad y secreto de las empresas que lo desarrollan [15].

Las aleaciones de aluminio se dividen en dos grandes categorías de acuerdo con el proceso de fabricación: Aleaciones de aluminio para moldeo o fundición (cast compositions) y Aleaciones de aluminio para conformado o forjadas (wrought compositions). Las aleaciones para conformado como chapas, laminas, extrusión, varillas y alambres se subdividen de acuerdo con los diferentes elementos que contengan en la aleación. Los tratamientos térmicos de estas aleaciones se basan en la solubilidad de las fases e incluyen solubilizado, temple y endurecimiento por precipitación. Y ambos tipos de clasificación (aluminio para moldeo y aluminio para conformado) se pueden describir como termotratables [16].

Otro gran número de aleaciones de aluminio tienen elementos en su composición que las hacen susceptibles al endurecimiento por trabajo mecánico y por lo general luego del endurecimiento se les hace un recocido para promover diversas propiedades mecánicas.

Las aleaciones para conformado que no son tratables térmicamente no pueden ser endurecidas por precipitación y solo pueden trabajarse en frío para aumentar su resistencia. Los tres grupos principales de este tipo de aleaciones corresponden a las familias de aluminio puro, Al-Mg y Al-Mn. En la Tabla 1.1 se recogen algunas propiedades, características y aplicaciones industriales de las aleaciones más utilizadas.

Tabla 1.1: Propiedades mecánica y aplicaciones de algunas aleaciones de aluminio [17].

UNE	Composición química, % en peso	Tratamiento	Resistencia a tracción MPa	Limite elástico MPa	Alargamiento %	Aplicaciones típicas
Aleaciones para forja						
1100	>99Al, 0.12Cu	Recocido (O) Trab. en frío (H14)	89 124	24 97	25 4	Componentes eléctricos, hojas metálicas finas (papel)
3003	1,2Mn	Recocido (O) Trab. en frío (H14)	117 159	34 149	23 7	Recipientes a presión, recipientes a corrosión, hojas metálicas finas
5052	2.5Mg, 0.25Cr	Recocido (O) Trab. en frío (H34)	193 262	65 179	18 4	Transportes, metal de relleno en soldadura, recipientes, componentes marinos

UNE	Composición química, % en peso	Tratamiento	Resistencia a tracción MPa	Límite elástico MPa	Alargamiento %	Aplicaciones típicas
Aleaciones para forja						
2024	4.4Cu, 1.5Mg, 0.6Mn	Recocido (O)	220	97	12	Estructuras y piezas aeronáuticas
		Tratamiento T6	442	345	5	
6061	1.0Mg, 0.6Si, 0.27Cu, 0.2Cr	Recocido (O)	152	82	16	Transporte, estructuras aeronáuticas y marinas y otros de alta resistencia
		Tratamiento T6	290	345	10	
7075	5.6Zn, 2.5Mg, 1.6Cu, 0.23Cr	Recocido (O)	276	145	10	Estructuras aeronáuticas y aeroespaciales
		Tratamiento T6	504	428	8	
Aleaciones para fundición						
355.0	5Si, 1.2Cu	Arena (T6)	220	138	2.0	Bombas domésticas, accesorios aeronáutica, cárter avión
		Molde metálico (T6)	285	-	1.5	
356.0	7Si, 0.3Mg	Arena (T6)	207	138	3.0	Fundiciones de gran complejidad, ejes portadores de las motoras, ruedas de camiones
		Molde metálico (T6)	229	152	3.0	
332.0	9.5Si, 3Cu, 1.0Mg	Molde metálico (T5)	214			Pistones de automóviles
413.0	12Si, 2Fe	Fundición en coquilla	297	145	2.5	Fundiciones complicadas

Nota: Adaptado de Universidad Politécnica de Valencia, “Curso de Fundamentos de Ciencia de Materiales”, Unidad 13, Aleaciones para ingeniería. Disponible: https://www.upv.es/materiales/Fcm/Fcm13/fcm13_4.html

Para designar las aleaciones de aluminio se utiliza un sistema numérico de cuatro dígitos dado por la Asociación de Aluminio con sede en Virginia, Estados Unidos. En 1974 estableció una clasificación de las aleaciones de aluminio, en el que su designación empieza con las siglas AA seguida de cuatro números. El primer dígito indica el grupo de aleación y los dos últimos indican la aleación de aluminio o la impureza del metal [18]. En la Tabla 1.2 se recoge el sistema de designación completo para las aleaciones de aluminio para conformado y moldeo.

El sistema utilizado para las aleaciones para moldeo es apenas diferente. El dígito que designa el grupo de aleación es esencialmente el mismo. Los segundos dos dígitos sirven para indicar una composición en particular. Con el cero después del punto decimal se identifica el producto como una fundición. Los decimales .1 y .2 se refieren a composiciones en lingotes [18].

Existe un sistema más actual y extendido de la clasificación de las aleaciones de aluminio, es el sistema de designación UNS (Unified Numeric System), creado por la ASTM y la SAE. Este sistema pretende realizar una clasificación de todo tipo de material y está formado por una letra seguido de cinco dígitos. Para el aluminio, se utiliza la letra A como primer carácter, seguido de un primer dígito numérico, que correspondería a un 0 si se trata de una aleación de moldeo, o un 9 si es una aleación de conformado [19]. Por ejemplo, la aleación de conformado AA7075 de acuerdo con la clasificación de la Asociación de Aluminio (AAXXXX) correspondería de acuerdo con la clasificación UNS (AXXXXX) a A97075.

Tabla 1.2 Sistema de designación de la Asociación del Aluminio para las aleaciones de aluminio [18].

Tipo de Aleación	Serie
Aleaciones de aluminio para forja:	
Aluminio de alta pureza (>99%)	1XXX
Cobre	2XXX
Manganeso	3XXX
Silicio	4XXX
Magnesio	5XXX
Magnesio - Silicio	6XXX
Zinc	7XXX
Otros aleantes	8XXX
Aleaciones de aluminio para moldeo:	
Aluminio de alta pureza (>99%)	1XX.X
Cobre (Al-Cu)	2XX.X
Silicio-Cobre (Al-Si-Cu)	3XX.X
Silicio-Manganeso (Al-Si-Mg)	4XX.X
Silicio (Al-Si)	5XX.X
Magnesio (Al-Mg)	6XX.X
No usada	7XX.X
Zinc-Cobre (Al-Zn-Cu)	8XX.X
Zinc-Magnesio (Al-Zn-Mg)	9XX.X
Estaño (Al-Sn)	
Otros	

Nota: Adaptado de R. B. C. Cayless, "Alloy and Temper Designation Systems for Aluminum and Aluminum Alloys," Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials, vol. 2. ASM International, Jan. 01, 1990, doi: 10.31399/asm.hb.v02.a0001058

Adicional al sistema de cuatro dígitos para nombrar las aleaciones de aluminio se utilizan otro tipo de nomenclatura para denominar los estados de entrega de los tratamientos térmicos o el grado de endurecimientos y se adopta en forma de letras colocadas después de su número de designación. Uno o más dígitos que siguen a las letras indican

subdivisiones de los tratamientos. Por ejemplo, las aleaciones suministradas en condiciones de “calidad de fabrica” se designa con la letra F, las aleaciones en condición de “recocido” se las designan con la letra O. La letra “W” designa a la condición “solubilizada”. Aleaciones con condiciones de “Endurecida por deformación” con la letra H y con la letra T las aleaciones en condición “Tratada térmicamente”. Los dígitos siguientes a la letra H representan el grado de endurecimiento por deformación y los dígitos siguientes a la letra T indican el tipo de tratamiento de envejecimiento (Tabla 1.3).

Las aleaciones de la serie 1XXX tiene un contenido mínimo en aluminio de 99% siendo las principales impurezas Si y Fe. Se caracterizan por su excelente resistencia a la corrosión, alta conductividad térmica y eléctrica, baja resistencia mecánica. Permite endurecimiento por deformación y no son tratables térmicamente. Generalmente se utilizan para laminas muy delgadas y conductores eléctricos [20].

Las aleaciones de la serie 2XXX tienen como principal elemento de aleación el cobre (Cu), aunque también pequeñas cantidades de magnesio (Mg) y algún otro elemento de aleación. Estas aleaciones requieren de un tratamiento térmico de solución para obtener unas propiedades optima, alcanzando unas propiedades similares al de un acero de bajo carbono. Una de las aleaciones más importantes de esta serie es la 2024 que contiene alrededor de un 4.4% de Cu y 1.5% de Mg, que endurece por solución solida debido a la precipitación del compuesto intermetálico Al_2CuMg , que con un tratamiento T6 alcanza resistencias de hasta 442 MPa [9].

Tabla 1.3: Estados de entrega y tratamientos para las aleaciones de aluminio [21].

Letra de sufijo (indica tratamiento o condición básica)	Primer dígito del sufijo (indica tratamiento secundario)	Segundo dígito del sufijo (indica endurecimiento residual)
F , de fabrica		
O , solo productos recocidos / forjados		
H , trabajado en frío / endurecido por trabajo	1, trabajado en frío solo	2, 1/4 duro
	2, trabajado en frío y recocido parcialmente	4, 1/2 duro
	3, trabajado en frío y estabilizado	6, 3/4 duro
		8, duro
		9, extraduro

Letra de sufijo (indica tratamiento o condición básica)	Primer dígito del sufijo (indica tratamiento secundario)	Segundo dígito del sufijo (indica endurecimiento residual)
W , solución tratada térmicamente		
T , tratado térmicamente / estable	1, solución parcial más envejecimiento natural	
	2, solo productos fundidos recocidos	
	3, solución más trabajo en frío	
	4, solución más envejecimiento natural	
	5, solo envejecido artificialmente	
	6, solución más envejecimiento artificial	
	7, solución más estabilizante	
	8, solución más trabajo en frío y envejecimiento artificial	
	9, solución más trabajo artificial, envejecimiento y frío	

Nota: Adaptado de H. M. M. A. Rashed and A. K. M. Bazlur Rashid, "Heat Treatment of Aluminum Alloys," Compr. Mater. Finish., vol. 2–3, pp. 337–371, 2017, doi: 10.1016/B978-0-12-803581-8.09194-3

El manganeso (Mn) es el principal elemento de las aleaciones de la serie 3XXX, siendo la aleación de esta serie la 3003 la más utilizada con un 1.2% de Mn que le proporciona una resistencia de 110 MPa en estado de recocido. Estas aleaciones generalmente no son térmicamente tratables, pero tienen aproximadamente un 20% más de resistencia que las aleaciones de la serie 1XXX [20].

El Silicio (Si) es el principal elemento de aleación en las aleaciones de la serie 4XXX, que se puede agregar en cantidades de hasta un 12%, para provocar una disminución sustancial del intervalo de fusión sin producir fragilidad. Por esta razón, las aleaciones de aluminio silicio se utilizan como soldadura fuerte para unir aluminio [9].

Las aleaciones de la serie 5XXX contienen magnesio (Mg) principalmente, que se adiciona por endurecimiento por solución sólida hasta cantidades de aproximadamente 5%. El magnesio es considerablemente más efectivo que el manganeso como endurecedor, aproximadamente 0.8% Mg es igual a 1.25% Mn. Las aleaciones de esta serie poseen buenas características de soldabilidad y buena resistencia a la corrosión en atmósferas marinas. Una de las aleaciones más importantes de esta serie es la 5052 que contiene un 2.5% de Mg y 0.25% de Cr, presenta una resistencia de 193 MPa en estado de recocido. Se utilizan principalmente en chapas para la industria del transporte naval [20].

Las aleaciones de la serie 6XXX tienen como principales elementos de aleación el magnesio (Mg) y el silicio (Si) que al combinarse forma el compuesto intermetálico Mg_2Si que endurece fuertemente la aleación. La aleación más frecuentemente utilizada de esta serie es la 6061 que presentan contenidos de 1.0% de Mg y 0.6% de Si, que alcanza una resistencia de 290 MPa en condiciones de T6, además posee buena soldabilidad, alta resistencia a corrosión, resistencia mecánica moderada, de fácil extrusión y tratable térmicamente, utilizándose para fines estructurales mayormente [22].

Las aleaciones de la serie 7XXX contienen variable de zinc (Zn), magnesio (Mg) y cobre (Cu) que al combinarse entre sí forman compuestos intermetálicos como el $MgZn_2$, que es el principal elemento endurecedor de esta aleación debido a la alta densidad de precipitados como resultado de la alta solubilidad del zinc y el magnesio. Ejemplo de esta aleación es la 7075 que tiene contenidos aproximados de 5.6% de Zn, 2.5% de Mg, 1.6% de Cu y 0.23% de Cr, que con un tratamiento T6 alcanza 540 MPa de resistencia a la tracción. La mayor importancia de esta aleación es que debido al envejecimiento natural alcanza unas excelentes propiedades mecánicas que la hacen ampliamente utilizada en estructuras de transporte especialmente en la industria aeronáutica [23].

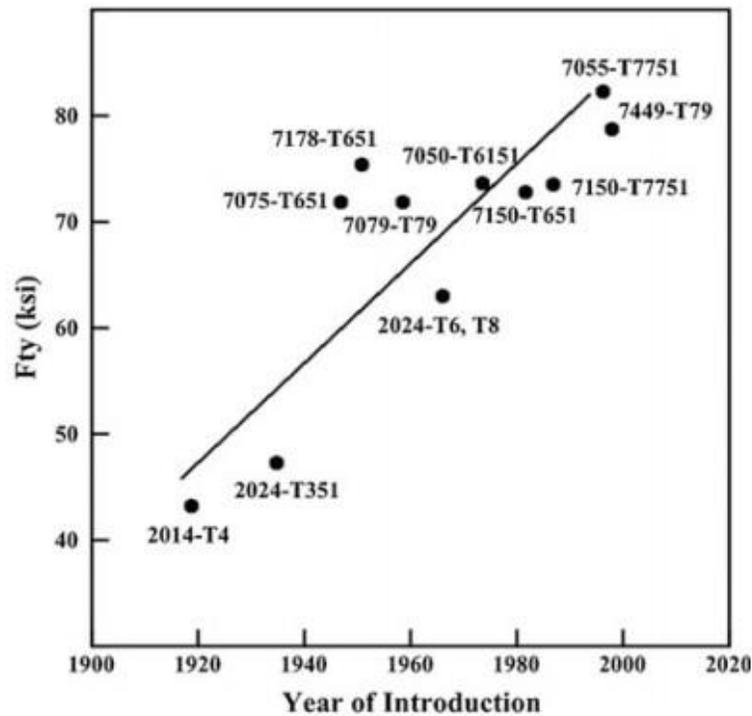
Las aleaciones de la serie 8XXX son aleaciones con una gama amplia de composiciones químicas. La aleación mayormente utilizada es la 8090 que incorporan el litio (Li) como principal elemento aleante que es endurecible por precipitación y ha reemplazado a aleaciones de la serie 2XXX y 7XXX en aplicaciones aeroespaciales debido a su baja densidad y una mayor rigidez [22].

1.3 Aleaciones de Aluminio para el sector Aeronáutico

Las aleaciones de aluminio han sido los principales materiales del sector aeronáutico desde que comenzaron a reemplazar la madera a finales de la década de 1920. Aunque la importancia del aluminio en el futuro aeroespacial probablemente se verá algo disminuido por el uso creciente de materiales compuestos, las aleaciones de aluminio de alta resistencia son, y seguirán siendo, muy importantes.

El atractivo del aluminio es que posee un peso relativamente bajo, es un metal ligero que puede tratarse térmicamente con niveles de resistencia bastante altos; y es uno de los materiales de alto rendimiento más fácilmente fabricados con relativamente menores costos. Su excelente relación peso-propiedades mecánicas, hace que sea un material ligero, capaz de soportar elevadas cargas. Es por ello que en la industria aeroespacial tenga una elevada aplicación como elementos estructurales de las aeronaves [24].

Figura 1.12 Introducción de las aleaciones de aluminio aeroespaciales [24].



Nombre de la fuente: V. V. K. Prasad Rambabu, N. Eswara Prasad and R. J. H. Wanhill, "Aluminium Alloys for Aerospace Applications," *Aerosp. Mater. Mater. Technol.* Vol. 1 *Aerosp. Mater.*, vol. 1, no. May, p. 586, 2017, doi: 10.1007/978-981-10-2134-3.

Se han producido mejoras en las aleaciones de aluminio desde que fueron introducidas en la década de 1920. Estas mejoras, que se muestran en la figura 1.12, son el resultado de una mejor comprensión de la composición química, el control de impurezas y los efectos de procesamiento y tratamiento térmico. Los datos de la figura 1.12 se refieren a aleaciones de aluminio aeroespaciales establecidas; los más nuevos (como AA7085) están bajo evaluación, al igual que las aleaciones de aluminio-litio (Al-Li) de tercera generación.

Las composiciones químicas de algunas aleaciones de aluminio de grado aeroespacial se dan en la Tabla 1.4.

Tabla 1.4: Composiciones químicas de algunas aleaciones de aluminio de grado aeroespacial [24].

Aleación	Cu	Mg	Zn	Mn	Si	Fe	Cr	Ti	Zr
AA2014	3.9 - 5.0	0.2 - 0.8	0.25 max	0.4 - 1.2	0.5 - 1.2	0.7 max	0.10 max	0.15 max	-
AA2017	3.5 - 4.5	0.4 - 0.8	0.25 max	0.4 - 1.0	0.2 - 0.8	0.7 max	0.10 max	0.15 max	-
AA2024	3.8 - 4.9	1.2 - 1.8	0.25 max	0.3 - 0.9	0.50	0.50	0.10	0.15	-
AA2019	5.8 - 6.8	0.02 max	0.10 max	0.2 - 0.4	0.20 max	0.30 max	-	0.02 - 0.10	0,1 - 0.25
AA5083	0.10 max	4.0 - 4.9	0.25 max	0.4 - 1.0	0.40 max	0.40 max	0.05 - 0.25	0.15 max	-
AA6061	0.15 - 0.4	0.8 - 1.2	0.25 max	0.15 max	0.4 - 0.8	0.7 max	0.04 - 0.35	0.15 max	-
AA7050	2.0 - 2.6	1.9 - 2.6	5.7 - 6.7	0.1 max	0.12 max	0.15 max	0.04 max	0.10 max	0,08 - 0.15
AA7075	1.2 - 2.0	2.1 - 2.9	5.1 - 6.1	0.3 max	0.4 max	0.5 max	-	0.10 max	-
AA7150	1.9 - 2.5	2.0 - 2.7	5.9 - 6.9	0.10	0.12	0.15	0.04	0.08 - 0.15	0.06
AA7178	1.6 - 2.4	2.4 - 3.1	6.3 - 7.3	0.30	0.4	0.5	0.18 - 0.28	0.20	-
AA7475	1.2 - 1.9	1.9 - 2.6	5.2 - 6.2	0.06 max	0.10 max	0.12 max	0.18 - 0.25	0.06 max	-

Nota: Adaptado de V. V. K. Prasad Rambabu, N. Eswara Prasad and R. J. H. Wanhill, "Aluminium Alloys for Aerospace Applications," *Aerosp. Mater. Mater. Technol.* Vol. 1 *Aerosp. Mater.*, vol. 1, no. May, p. 586, 2017, doi: 10.1007/978-981-10-2134-3.

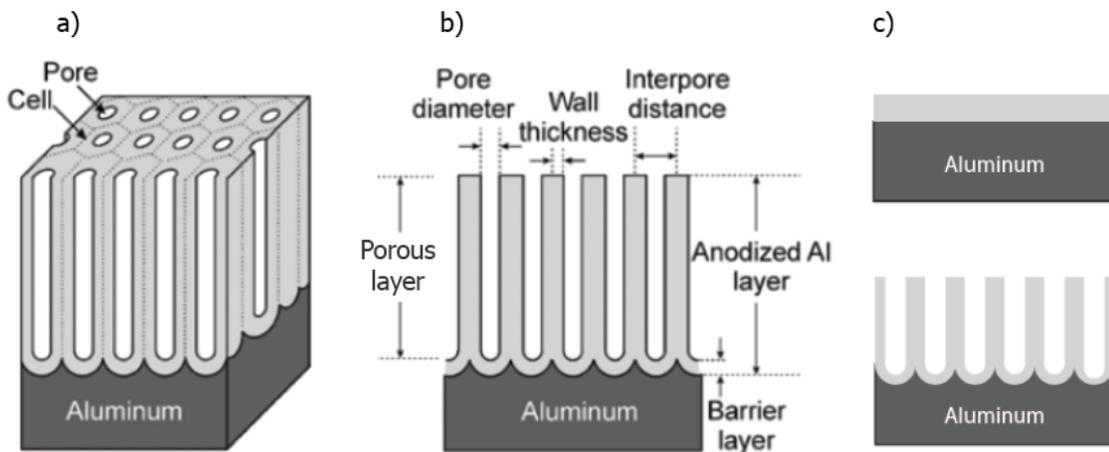
Una de las primeras aleaciones aeroespaciales de aluminio fue el Duraluminio (AA2017) que tiene un límite elástico de 280 MPa. Las mejoras en las propiedades se han producido mediante el desarrollo de nuevos sistemas de aleación, modificaciones a las composiciones y el uso de una gama de tratamientos de envejecimiento en varias etapas.

1.4 Anodizado de Aluminio

El aluminio tiene la tendencia natural de oxidarse cuando se encuentra expuesto a la atmosfera, formando una capa superficial de óxido de aluminio o alúmina (Al_2O_3), la cual protege la superficie frente a posibles reacciones. Hay que señalar que este proceso natural de protección se puede llevar a cabo de forma controlada mediante un tratamiento superficial denominado "anodizado". La oxidación anódica (o anodización) 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. La anodización de metales, especialmente del aluminio, ha recibido mucha atención debido a su amplia variedad de

aplicaciones, incluyendo los recubrimientos decorativos y de protección, hasta la industria aeroespacial. La naturaleza del metal base (aluminio no aleado de diversas purezas) tiene una importancia fundamental sobre los resultados que se consiguen y los medios a utilizar para obtenerlos. Durante la oxidación anódica, el aluminio cumple la función de ánodo y un metal químicamente estable como el platino, plomo, carbón, etc. cumple la función de cátodo. El oxígeno procedente de la disociación electrolítica del agua ha sido utilizado para oxidar el aluminio del ánodo, como se explicará más adelante. Las propiedades morfológicas, estructurales y físicas, así como la cinética del crecimiento de las películas de óxido anódico, dependen fuertemente del voltaje aplicado, densidad de corriente, la temperatura, tiempo y el tipo de electrolito usado [25] [26]. La naturaleza del electrolito tiene una gran importancia sobre los fenómenos que se desarrollan en la superficie anódica. Existen dos tipos de películas anódicas que se pueden producir, el tipo barrera y el tipo porosa (ver figura 1.13 c)). La película tipo barrera se forma en electrolitos insolubles ($5 < \text{pH} < 7$) como el ácido bórico, borato de amonio, tartrato de amonio y tetraborato en etilenglicol. La película tipo porosa, se forman en electrolitos ligeramente solubles, tales como el ácido sulfúrico, el ácido fosfórico, ácido oxálico y el ácido crómico.

Figura 1.13 a) Estructura de la capa porosa de alúmina. b) Corte transversal de la capa de anodizado. c) Anodizado tipo barrera y anodizado tipo poroso [13].



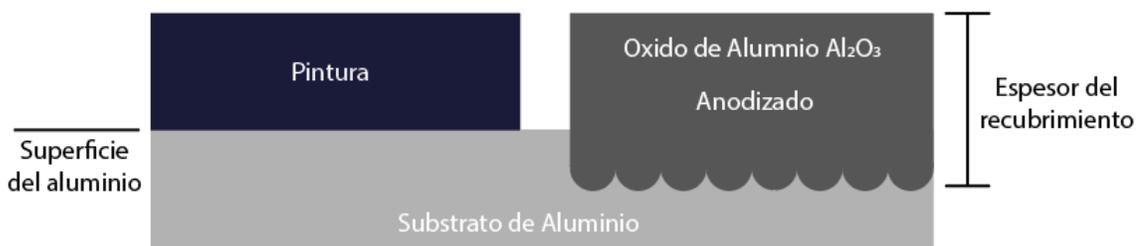
Nombre de la fuente: G. D. Sulka, Highly Ordered Anodic Porous Alumina Formation by Self-Organized Anodizing. 2008.

El proceso de anodizado, que consiste en obtener un recubrimiento de óxido con espesores superiores a la capa de óxido natural permite una mejora notable en las

propiedades de resistencia a la abrasión y a la corrosión del aluminio. La mejora de estas características depende del espesor de capa producido y de otros factores importantes en el proceso. Para darnos una idea, la capa de óxido creada de forma natural tiene un espesor del alrededor de 0.01 micras y la capa de óxido formada artificialmente puede llegar a tener 50 micras en el caso de anodizado con ácido oxálico.

El anodizado como se explicó anteriormente mejora las propiedades de resistencia al desgaste o abrasión. Esto se debe a que la capa de óxido está integrada en el propio material, es decir, la capa obtenida en el anodizado no puede ser desprendida ya que forma parte del material base y no es una capa aplicada sobre la superficie como el de una pintura [27].

Figura 1.14 Esquema diferencia entre recubrimiento superficial y anodizado. El anodizado se crea convirtiendo el sustrato [27].



Nombre de la fuente: Adaptado de J. H. Osborn, "Understanding and Specifying Anodizing," Novato, California, 2019. [Internet]. Disponible: <http://www.omwcorp.com/wp-content/uploads/2018/02/Understanding-and-Specifying-Anodizing.pdf>.

El óxido de aluminio creado es un material extremadamente duro y permite obtener una resistencia al desgaste superficial superior al de muchos tipos de acero. Además, de que el óxido formado artificialmente aporta unas propiedades mecánicas distintas a las del aluminio, también se valora en investigación, debido a que sus cualidades estructurales tienen importancia en el campo de la nanotecnología [28] [29].

1.4.1 Breve Historia del Anodizado

Desde hace tiempo, se han utilizado los métodos de tratamiento de superficie para cambiar la apariencia y propiedades superficiales del metal y otros materiales por razones estéticas o para mejorar las características ingenieriles. Los recubrimientos siempre se han utilizado principalmente con el propósito de decoración, por ejemplo, objetos personales, religiosos, etc. Desde los inicios de la alquimia, los recubrimientos casi siempre se utilizaron para cambiar la superficie del material para que pareciera de mayor valor. Más adelante, cuando los métodos para el desarrollo de procesos de recubrimiento avanzaron significativamente, se encontró una enorme aplicación. Con estos descubrimientos, el propósito del tratamiento de la superficie excedió la decoración, y pronto se usaron recubrimientos para protección contra la corrosión y resistencia al desgaste [14].

La historia del anodizado de aluminio va más allá de la historia de la tecnología de recubrimiento. Con el descubrimiento de que la corrosión pasiva del aluminio podría controlarse externamente y que el óxido anódico tenía cualidades de ingeniería específicas, condujo al desarrollo de procesos de ingeniería para obtener óxidos anódicos de aluminio para diferentes tipos de aplicaciones. Comenzando con la determinación de que el óxido anódico funcionaba como un semiconductor a finales del siglo XIX, y el desarrollo de propiedades de ingeniería adicionales de protección contra la corrosión y resistencia al desgaste a principios del siglo XX, llegó el proceso de oxidación electroquímica del aluminio a ser llamado anodizado a mediados del siglo XX.

Fue Bengough-Stuart que en 1923 realizó el primer procedimiento industrial de anodizado de aluminio utilizando ácido crómico como electrolito con el fin de utilizarlo en la fabricación de hidroaviones resistentes a la atmosfera marina. Los primeros procesos de este tipo realizados con ácido sulfúrico como electrolito, que se ha convertido en el más común utilizado a nivel industrial, datan de 1937. A pesar de ser el más utilizado, se continuo investigando sobre el proceso y aparecieron nuevos electrolitos que también son utilizados en el desarrollo del anodizado [28].

1.4.2 Tipos de Anodizado

Una gran cantidad de electrolitos han sido probados, usados y patentados durante el último siglo, dejando solamente algunos procesos industriales importantes. Los tres procesos más importantes son el de ácido crómico, ácido sulfúrico o ácido oxálico. Electrolitos como ácido fosfórico y la combinación de ácido bórico sulfúrico son usados hoy en día en el mercado de anodizado para la industria aeroespacial. Otros procesos son usados con menor frecuencia o para propósitos especiales, como lo son el de ácido sulfúrico con ácido oxálico, ácido bórico, ácido sulfosalicílico o ácido tartárico. Con excepción de los recubrimientos de espesor delgado producidos en los procesos de anodizado duro, la mayoría de los recubrimientos anódicos presentan un rango de espesor que va desde 5 hasta 50 μm .

Muchos electrolitos han sido usados en varias investigaciones y otros patentados durante el último siglo, dejando solo unos pocos como importantes en los procesos industriales. Según Wernic *et al.*, los tres más importantes son ácido crómico, ácido sulfúrico y ácido oxálico [30]. Ácido fosfórico y mezcla de ácido sulfúrico y bórico son ahora usados en la industria aeroespacial.

El anodizado con ácido crómico fue el primer proceso de anodizado comercial patentado en 1923 por Bengough y Stuart, seguidos casi inmediatamente por el primer proceso de anodizado con ácido sulfúrico patentado en 1927. El ácido oxálico fue introducido por los japoneses a mediados de los años 1950. El mayor interés en la actualidad es desarrollar electrolitos con mezclas de ácidos para producir recubrimientos más duros en tiempos menores que los obtenidos con electrolitos de solo ácido sulfúrico. Los anodizados con ácido fosfórico y ácido sulfúrico-bórico fueron ambos desarrollados por la compañía Boeing, el primero como superficie para juntas estructurales y el segundo como reemplazo de anodizados con ácido crómico para piezas sometidas a fatiga no crítica. El proceso más común de anodizado es el de ácido sulfúrico, pero para aplicaciones en la industria aeroespacial el tema se torna diferente [31].

La morfología de la película de óxido obtenida durante los procesos de anodizado se controla dependiendo del electrolito y las condiciones de anodizado usadas. Si el óxido no es soluble en el electrolito, este crecerá solamente tanto como la resistencia del óxido

permita el flujo de corriente. El óxido resultante será muy delgado, no poroso y no conductivo. Si el óxido anódico es ligeramente soluble en el electrolito, entonces se formarán óxidos porosos. Como el óxido crece bajo la influencia de la corriente DC aplicada, este también disuelve y desarrolla poros. Las condiciones del proceso de anodizado tienen una gran influencia en las propiedades del óxido formado. El uso de temperaturas y concentraciones de ácido bajas va a permitir menor porosidad y películas más duras (recubrimiento duro). Temperaturas y concentraciones altas, así como tiempo de anodizado largo van a producir un recubrimiento menos duro y de mayor porosidad. Se debe recordar que el cambio de uno de los parámetros cambiará los otros, debido a que todos estos están íntimamente relacionados.

En la Tabla 1.5 se presentan los procesos de anodizado más comunes desarrollados tanto para aplicaciones de ingeniería como para fines decorativos y de arquitectura, también se puede observar los parámetros de proceso, aplicaciones y otras características comunes para cada uno de los procesos presentados [32].

Tabla 1.5: Procesos de Anodizado más comunes utilizados en la industria [32].

Proceso de Anodizado	Parámetros de Proceso				Espesor de película (µm)	Aplicaciones y otras características
	Baño electrolítico (% peso)	Temp (°C)	Volts (V)	Tiempo (min)		
1. Acido crómico	3 a 10 % CrO3.	35 - 40	20 - 22	30 - 40	2 - 5	<ul style="list-style-type: none"> • Aplicaciones en ambientes marinos, dispositivo de aeronaves como tratamiento de pre-pintura y en ensamblajes como remache o soldaduras. • Genera una película de anodizado extremadamente delgada. • Excelente resistencia a la corrosión. • Presenta problemas de salud por considerarse altamente cancerígeno
2. Ácido Sulfúrico	*NOTA: Es dividido en recubrimiento tipo II y tipo III.					
2.1 Tipo II	12 a 20 % H2 SO4.	15 - 27	Varia	12 - 30	2.5 - 18	<ul style="list-style-type: none"> • Aplicaciones decorativas, de protección o arquitectónicas en exteriores e interiores.
2.2 Tipo III	10 a 22.5 % H2 SO4.	-2 - 10	Varia	Varia	Delgado	<ul style="list-style-type: none"> • Aplicaciones de ingeniería como la industria aeroespacial. • Presenta aplicaciones de anodizado con aleaciones de la serie 2000. • Desarrolla un óxido de alta dureza, densidad y resistencia a la abrasión. • Conocido como anodizado duro (Hardcoating).
3. Acido Oxálico	3 - 10 % C2H2O4.	26 - 32	50	Varia	Hasta 50	

Proceso de Anodizado	Parámetros de Proceso				Espesor de película (μm)	Aplicaciones y otras características
	Baño electrolítico (% peso)	Temp (°C)	Volts (V)	Tiempo (min)		
4. Ácido Fosfórico	3 - 20 % H ₃ PO ₄ .	32	10 - 15 - 60	Varia	Varia	<ul style="list-style-type: none"> • Aplicaciones en la industria aeronáutica para juntas estructurales en ambientes de alta humedad. • Presenta gran durabilidad bajo condiciones adversas, superando al ácido crómico y sulfúrico.
5. Ácido Sulfúrico – Bórico	4.5 - 5 % H ₂ SO ₄ . 0.8 % H ₃ BO ₃ . 5 % H ₃ BO ₃ .	26	15	20	3	<ul style="list-style-type: none"> • Actualmente en desarrollo. • Se presenta como principal alternativa al electrolito de ácido crómico.

Nota: Adaptado de J. A. Chávez Hernández, “Efecto de la adición de ácido bórico sobre la película de anodizado de la aleación de aluminio 2024.,” Centro de Investigación en Materiales Avanzados CIMAV, 2013

1.4.3 Proceso de Anodizado

El tipo de aleación de aluminio usado en el proceso de anodizado provocara un efecto pronunciado en el acabado de la película de óxido. Los óxidos anódicos de mayor brillo y claridad son producidos con los aluminios de mayor pureza, los óxidos se vuelven opacos a medida que la cantidad de elementos aleantes en el aluminio aumenta. Los aluminios de alta pureza (99.99% Al) y sus aleaciones con pequeñas cantidades de magnesio producen un óxido extremadamente brillante, este tipo de aluminios no tienden a opacar su brillo al ser anodizados por periodos largos. Las aleaciones con alto contenido de cobre, tales como Al-2011, Al-2017, Al-2024 y Al-2219, a pesar de que forman un óxido más delgado y de menor duración que el formado por aleaciones de alta pureza, producen sobre su superficie un acabado más duro y opaco. El magnesio en exceso de hasta un 2% presenta un efecto similar, aunque no tan pronunciado. La presencia de silicio proporciona una coloración grisácea al recubrimiento el uso de aleaciones que contienen más del 5% de silicio no son recomendadas para su uso con acabados de coloración brillante. La presencia de hierro en la aleación puede producir óxidos muy opacos u oscuros.

El aluminio 2024-T3 es conocido por sus buenas propiedades de diseño, ya que es una aleación de alta resistencia endurecible por envejecimiento y es muy útil para estructuras que demanden relaciones óptimas de resistencia – peso, debido a esto, sus aplicaciones más comunes son enfocadas a la industria aeroespacial en estructuras y componentes para aviones. En la industria aeronáutica las aleaciones de aluminio 2024-T3 son utilizadas para la producción de piezas en los motores de combustión y en piezas de fuselaje, por lo

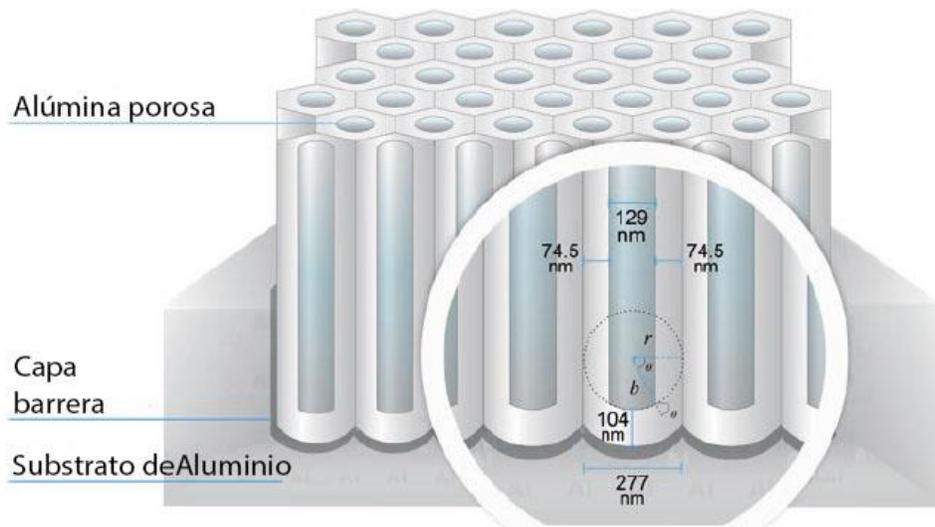
tanto, las piezas destinadas a este uso deben tener como características alta resistencia mecánica, bajo peso y elevada resistencia a la corrosión.

1.4.4 Procedimiento de Anodizado

El anodizado del aluminio puede considerarse un proceso de pasividad acelerada mediante la corriente continua. La capa de óxido de aluminio crece poco a poco hasta llegar a espesores del orden de 25 a 60 μm , sin embargo, no crece en espesor todas las micras conseguidas en la oxidación, sino que una parte importante penetra en la parte interna de la superficie del aluminio y una pequeña porción aproximadamente del 33% crece en espesor. El proceso químico de formación de la película de óxido en los anodizados de aluminio, presentan el siguiente mecanismo:

El oxígeno que va formándose en el ánodo es el que va oxidando la superficie de aluminio dando lugar a hidróxido de aluminio, el cual, debido al excesivo calor desprendido durante la oxidación se deshidrata y pasa a formar el óxido de aluminio.

Figura 1.15 Esquema de la estructura general de la película de oxido anódico presentada a escala de acuerdo con las mediciones determinadas por O'Sullivan and Wood [14].



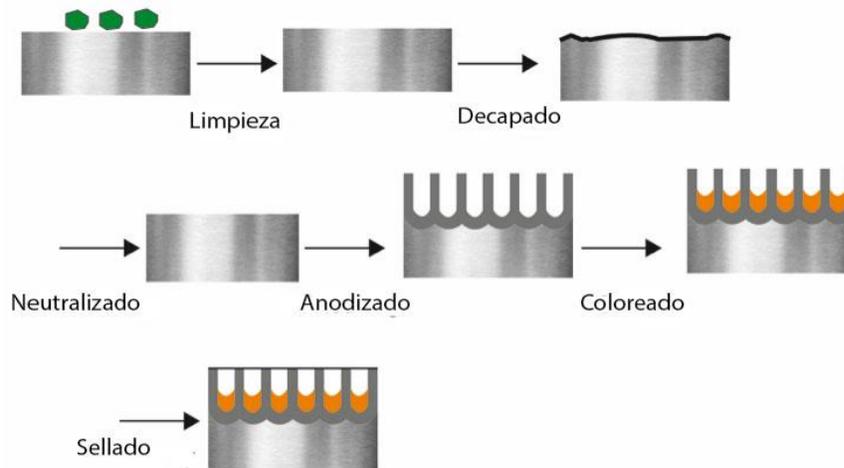
Nombre de la fuente: Adaptado de J. M. Runge, The Metallurgy of Anodizing Aluminum. Chicago: Springer, 2018

La capa de óxido, también conocida como película de óxido, consiste en una delgada barrera de óxido de configuración no porosa, la cual es continua sobre la superficie del

metal base, esta barrera generalmente es de alrededor de 10 a 50 nm de espesor. Luego de esta barrera se encuentra la principal región de óxido con configuración porosa, las películas de óxido producidas en aluminio de alta pureza desarrollan un arreglo de celda tipo empaque hexagonal muy similar a un panal de abejas, cada celda es compuesta por alúmina amorfa y desarrollan un poro central, las celdas se encuentran orientadas a ángulos rectos de la superficie de aluminio.

El anodizado de aluminio se desarrolla en una gran variedad de electrolitos, empleando diferentes condiciones de operación incluyendo la concentración y composición del electrolito, temperatura, voltaje y amperaje. Dependiendo de las condiciones de proceso, el anodizado proporcionara una superficie con propiedades específicas, según las expectativas y la aplicación deseada.

Figura 1.16 Pasos del proceso de anodizado Tipo II para coloreado de aluminio arquitectónico [33].



Nombre de la fuente: A. Deacon Juhl, "Introduction to Anodizing Aluminum: Why and How to Enhance Final Product," Light Metal Age, San Francisco, CA, p. 36, 2021.

1.4.5 El Anodizado como un proceso industrial

Todos los componentes fabricados en aluminio y sus aleaciones tienen requisitos de superficie que varían según el ambiente de servicio y requerimientos, por ejemplo, si el requisito es resistencia a la corrosión y/o al desgaste, o simplemente una apariencia

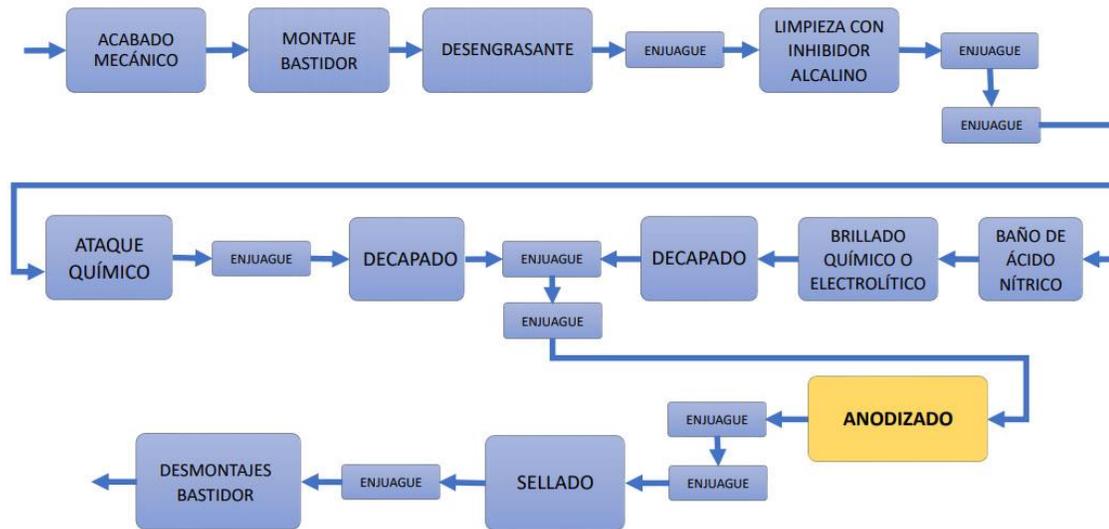
hermosa. El acabado de anodizado, mejor identificado como óxido anódico, se origina y crece desde la superficie del aluminio, produciendo una red uniforme, continuo y altamente ordenada de estructuras individuales, que comprende una capa cuyo grosor y morfología de la celda y, en última instancia, las propiedades ingenieriles dependen de los parámetros electroquímicos del proceso de anodización [14].

El anodizado con ácido crómico se utiliza principalmente en la protección de estructuras críticas con todo tipo de juntas. La resistencia a la corrosión es excelente en relación con el espesor de la capa de anodizado, que normalmente se encuentra en el rango de 2 a 5 μm . La película de óxido es más suave y menos porosa que las formadas por los otros procesos. El anodizado con ácido sulfúrico se puede dividir en dos usos principales según la especificación de la norma militar MIL-A-8625F [34], en recubrimientos de Tipo II y recubrimientos de Tipo III. El de Tipo II se utiliza principalmente para aplicaciones decorativas o protectoras, mientras que las películas de óxido Tipo III, son utilizado para aplicaciones de ingeniería, por ejemplo, la industria aeroespacial [31].

Numerosos productos de aluminio y aleaciones de aluminio están diseñados y especificados para tener un terminado de anodizado. Aprovechando el fenómeno natural de la formación de películas pasivas en el aluminio, y al mejorarlo electroquímicamente para poder controlar el crecimiento de la capa de oxido, el acabado de anodizado se ha convertido en sinónimo de protección de superficies, durabilidad y decoración [14].

El proceso industrial de anodizado inicia con la preparación del sustrato de aluminio. Una limpieza química de la superficie para eliminar contaminantes, grasa y la capa natural de oxido para maximizar la cantidad de aluminio en la superficie para su oxidación anódica. Una superficie químicamente limpia es un requisito básico para un anodizado exitoso. A nivel industrial el uso de limpiadores, desengrasantes y pulidores de superficie depende del tipo de contaminante que se tenga y de la calidad de la superficie que se desee [35]. Un papel importante también en el anodizado industrial es el sistema de montaje de los componentes para una conductividad optima y estabilidad mecánica dentro del circuito. Finalmente después del anodizado el postratamiento consiste en enjuagar y a veces pintar y sellar la estructura del oxido anódico [14].

Figura 1.17 Secuencia típica de un proceso de anodizado industrial [35].



Nombre de la fuente: Adaptado de J. Milton F. Stevenson, "Anodizing," in ASM Handbook, Surface Engineering, vol. 5, J. C.M. Cotell; J.A. Sprague; F.A. Smidt, Ed. ASM International, 1994, pp. 482–493.

1.5 Mecanismo de formación de la película de Al_2O_3

Existe un gran interés en el desarrollo de películas de óxido de aluminio anódico (AAO, por sus siglas en inglés) para un gran rango de aplicaciones, incluyendo anticorrosión [36] [37], antidesgaste [38], empaquetamiento [39], tratamiento de superficies [40], reacciones catalíticas y sensores [41] [42]. La formación de películas AAO se realiza bajo unas condiciones características del proceso de anodizado como composición y concentración de electrolito [43] [44], temperatura [45], potencial y densidad de corriente [46] y tiempo de anodizado [47], como las principales variables dentro del proceso.

Por muchos años los investigadores se han dedicado a estudiar el crecimiento de la capa de óxido en el aluminio por su amplia gama de aplicaciones industriales y comerciales y por los complejos fenómenos involucrados en el proceso [48]. Varios modelos teóricos del crecimiento de la capa de óxido durante la anodización electroquímica del aluminio se han desarrollado para ajustarse a los datos experimentales en la morfología de las películas anódicas y explican la naturaleza física y química del proceso involucrado en su crecimiento [49].

El modelo por Mirzoev *et al.*, describe la dependencia del potencial anódico sobre la densidad de corriente en la anodización del aluminio en condiciones donde se cumple los supuestos de ausencia de fusión de poros adyacentes y ausencia de sobrecalentamiento del óxido en el proceso. Usando las ecuaciones del modelo y los parámetros apropiados, se puede calcular no solo la dependencia del potencial anódico sobre la densidad de corriente, sino también las relaciones principales entre las características de la anodización: el espesor de la capa de barrera, el potencial, la porosidad, el radio esférico del fondo del poro y radio esférico de la cavidad en el metal base [50] [51].

El modelo por Aerts *et al.*, considera la interdependencia entre la densidad de corriente, el potencial anódico y la temperatura durante la anodización del aluminio en un electrolito de ácido sulfúrico. A partir de datos experimentales presenta un modelo macroscópico que describe la relación existente entre los parámetros generales del proceso por él propuesto. Presenta una expresión relativamente simple que describe bien los resultados experimentales dentro de una gama amplia de temperaturas y densidades de corriente [52].

1.5.1 Morfología de la película de Al_2O_3

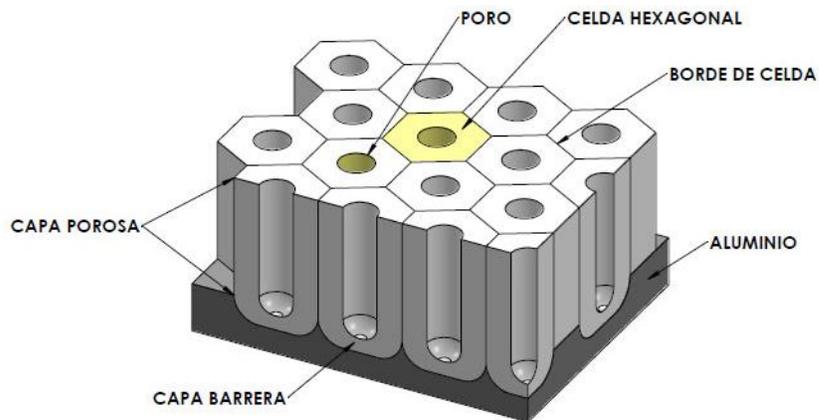
El aluminio tiene una gran afinidad con el oxígeno por lo que el óxido de aluminio Al_2O_3 conocido comúnmente como alúmina se forma muy fácilmente. Si el aluminio se expone al aire, una película delgada de óxido se forma sobre la superficie del material. Como es muy delgada no se puede utilizar como una capa protectora para el desgaste y la corrosión.

En el proceso de anodizado a medida que se forma la película de alúmina, se produce una disminución rápida de la intensidad de corriente debido a la propiedad no conductora de la capa de óxido. Si la película inicial formada fuera totalmente aislante la corriente alcanzaría un valor nulo. A esta película dieléctrica se le denomina “película barrera” [27].

Dependiendo del electrolito y manteniendo constantes la densidad de corriente, y otras variables del proceso como temperatura, voltaje y tiempo, se forma una película barrera que alcanza un espesor límite y sobre ella se forma la película de óxido de aluminio porosa y continua (que es eléctricamente conductora). A esta película se le denomina “película

porosa". Este carácter poroso de la capa permite que el espesor aumente hasta valores mucho más grandes y variables dependiendo de las condiciones de anodizado, mientras que la película barrera permanece con un espesor prácticamente constante a lo largo del proceso de anodizado. Esta película barrera es relativamente aislante y su espesor depende del voltaje aplicado al proceso de oxidación de alrededor de más o menos $1.4 \times 10^{-3} \mu\text{m}$ por voltio [53].

Figura 1.18 Esquema 3D de la película de alúmina nanoporosa, donde se indica los parámetros morfológicos más relevantes.

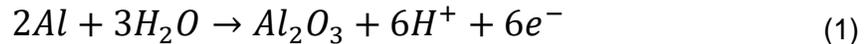


Nombre de la fuente: Los autores, imagen elaboración propia.

1.5.2 Fundamentos teóricos de la estructura y formación de la capa de óxido anodizado

Cuando entra en contacto la corriente con el electrolito la fuente de crecimiento del óxido es el ánodo donde se ubica el aluminio, así el óxido consume el ánodo de aluminio a medida que crece la capa. Por tanto, la interfaz a partir de la cual crece el óxido avanza en el sustrato mientras se forma nuevo óxido empujando la capa anodizada también hacia afuera de la interfaz [14].

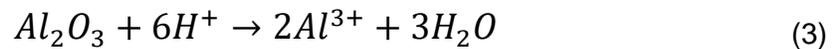
El crecimiento del recubrimiento anódico es el resultado de dos procesos. El primero es la oxidación electroquímica del aluminio con la consiguiente formación de óxido. La película de alúmina anódica amorfa se forma por la migración de iones de aluminio (Al^{3+}) del sustrato y de los iones O^{2-} del electrolito a través de la alúmina anódica bajo un alto campo eléctrico. La reacción anódica general que conduce al crecimiento de la película es [54] :



El óxido anódico no presenta una estructura cristalina ya que está compuesto por un óxido amorfo hidratado en forma de $Al_2O_3 \cdot H_2O$ y $Al(OH)_3$. Para anodizado con ácido sulfúrico la reacción es:



El segundo proceso presente en la formación de la capa de óxido anódico es la disolución química del óxido de aluminio de acuerdo con la ecuación [54]:



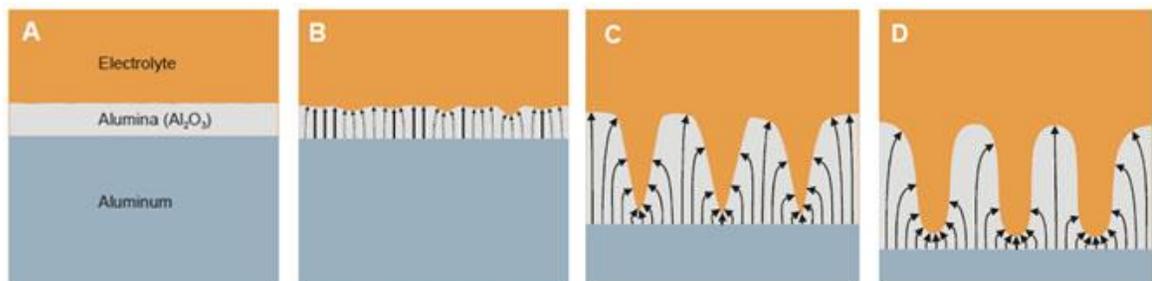
Por lo tanto, se tienen dos escenarios diferentes que pueden resultar de la anodización. El primero es la formación de una película de tipo barrera compuesta por alúmina compacta amorfa con un espesor uniforme, hasta unos pocos cientos de nm. Esta película se produce cuando los productos de reacción son insolubles en el electrolito. Bajo anodización galvanostática, la película continúa creciendo hasta que se alcanza un potencial de rotura y se vuelve aislante. El segundo escenario es la formación de una capa porosa compuesta primero de una delgada capa de barrera junto al sustrato de aluminio y hacia afuera una capa de alúmina porosa de algunas decenas de espesor. Esta película se produce cuando los productos de reacción son ligeramente solubles en el electrolito [55].

Para obtener un buen tratamiento de anodizado se debe lograr el equilibrio entre el ritmo de formación de óxido de aluminio y el ritmo en el que se disuelve dicha capa. Este equilibrio depende de la composición del electrolito, su temperatura y la densidad de corriente [28] [54]. El crecimiento de esta película está asociado con la disolución localizada del óxido debido a la distribución del campo eléctrico en el óxido de barrera. El poder de disolución del electrolito determina no solo el total espesor de la capa de óxido

anodizado, sino también el espesor de la capa de barrera y la porosidad del recubrimiento [30].

Cada punto de ataque de esa disolución corresponde al origen de formación de un poro. Evidentemente, los primeros se forman en las partes más débiles de la capa o en los sitios defectuosos de la superficie de aluminio, las razones pueden ser impurezas, límites de grano, discontinuidades superficiales o la influencia de los posibles componentes de la aleación.

Figura 1.19 Esquema del desarrollo de la alúmina porosa en el anodizado. A) Formación de la capa barrera, B) Distribución local del campo eléctrico causa por los defectos en la superficie, C) Etapa inicial de la creación del poro debido a la disolución, D) Crecimiento constante y estable del poro [56].



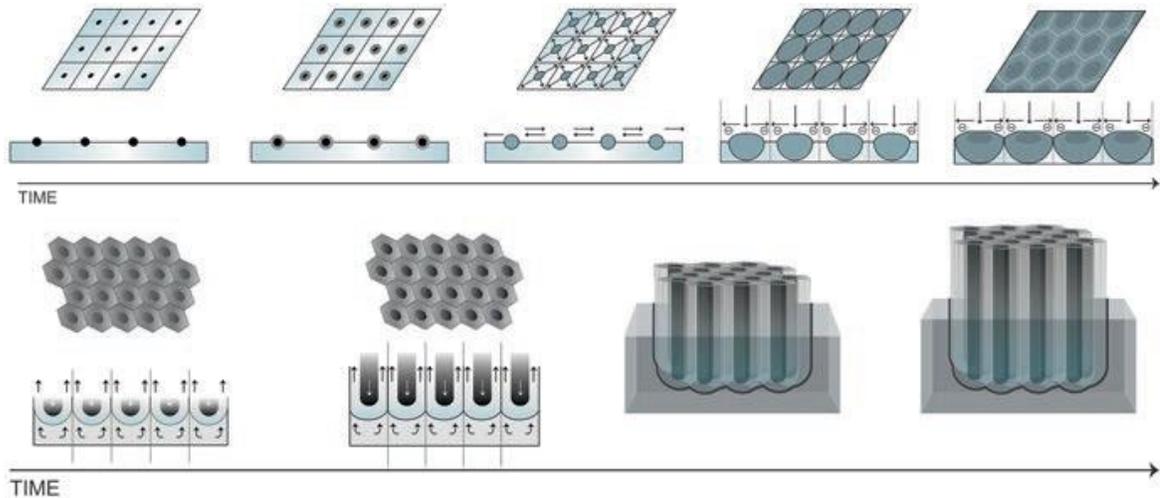
Nombre de la fuente: Adaptado de JPK Instruments AG, "Application of nanoporous alumina surfaces as substrates for pore- suspended lipid membranes," 2003.

A través de los poros el paso de la corriente tiene menos resistencia y como consecuencia alrededor de ellos se crea un campo de potencial esférico. Las líneas de corriente son perpendiculares a las esferas equipotenciales, las cuales se distribuyen de forma radial. Por ello el avance del crecimiento del poro tiene forma esférica.

El interior del poro está en contacto con el electrolito que tiene poder de disolución. Este poder de solución aumenta como consecuencia de que se eleva la temperatura al pasar la corriente por la resistencia que ofrece el poro (Efecto Joule). La forma que tiene la celda de alúmina es cilíndrica, pero con el extremo esférico con el poro en el centro. Como el mismo proceso se realiza en toda la superficie del aluminio, todos estos puntos han desarrollado simultáneamente estos poros. Teniendo en cuenta la forma cilíndrica de las celdas de óxido, esta forma una red donde las celdas están juntas unas de otras. Como se

observa en la figura 1.20 existen zonas sin oxidar inicialmente entre tres poros tangentes entre sí. Esta zona será oxidada debido a la influencia de los tres poros más cercanos produciendo la transformación de las celdas cilíndricas a celdas hexagonales.

Figura 1.20 Esquema de la formación de las celdas en la capa de oxido anodizado. Con el crecimiento continuo del óxido, la estructura se convierte en una red de celdas hexagonales individuales, cada una con un poro central [14].



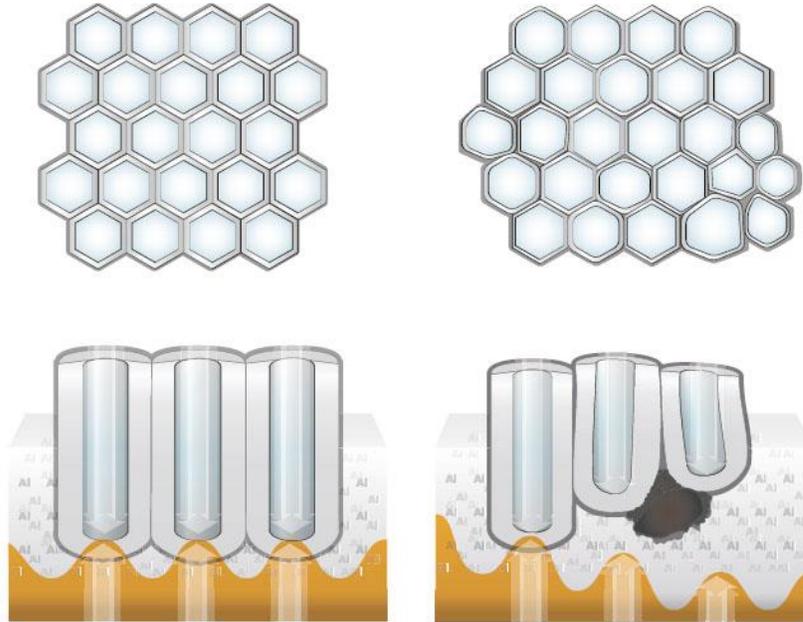
Nombre de la fuente: J. M. Runge, The Metallurgy of Anodizing Aluminum. Chicago: Springer, 2018

1.6 Factores que afectan las propiedades y naturaleza del anodizado

1.6.1 Tipo del metal base

Una consecuencia derivada del hecho de producir una capa de recubrimiento por conversión del metal en óxido es que la naturaleza del material determina las características fundamentales de la capa de oxido elaborado a partir de él. Es decir, la naturaleza de la capa de oxido depende del metal del sustrato. Cuando el metal base es aluminio puro con cerca del 99.99% la película de óxido obtenida es homogénea y transparente. Mientras que si el contenido de aluminio está por debajo del 99.8% los elementos aleantes afectaran la homogeneidad y transparencia de la capa de óxido.

Figura 1.21 Esquema del óxido anódico de aluminio altamente ordenado (izquierda) y cómo el orden de la estructura puede verse alterada por una inclusión no metálica o algún tipo de precipitado (derecha) [14].



Nombre de la fuente: J. M. Runge, *The Metallurgy of Anodizing Aluminum*. Chicago: Springer, 2018

1.6.2 Tipo del electrolito

La naturaleza de la película óxido anodizado también está influida por el electrolito en el cual se ha elaborado, puesto que, en el ánodo, además de la reacción principal de separación de oxígeno, se producen reacciones secundarias en las que el electrolito reacciona con los constituyentes y con las impurezas que forman parte del aluminio. Es decir que distintos electrolitos reaccionan de manera diferente con el mismo ánodo produciendo capas de óxido de distinta naturaleza principalmente en cuanto se refiere a homogeneidad, transparencia y coloración.

Los electrolitos más utilizados en la actualidad consisten en soluciones de los ácidos sulfúrico, oxálico y crómico. Las soluciones de ácido sulfúrico sin lugar a duda son las más utilizadas en el anodizado industrial, sobre todo en aplicaciones arquitecturales. Con este electrolito se obtienen recubrimientos duros, incoloros y transparentes cuando se realizan

en aluminio puro. Sus principales aplicaciones son la protección contra la corrosión y para decoración.

1.6.3 Influencia de las condiciones de trabajo del anodizado

Según diversos estudios e investigaciones realizadas en los últimos años [57] [44] [46], utilizando el mismo electrolito, cualquier cambio en los factores que gobiernan la oxidación, ya sea modificando el proceso o afectando las propiedades del electrolito sobre el material que se va a anodizar, también modificará las características de la capa de óxido. De ahí que, al emplear las distintas soluciones electrolíticas, sea preciso conocer la dependencia que existe entre los parámetros y las propiedades de los recubrimientos para determinar los valores que se deben usar en el anodizado de tal manera que se obtengan recubrimientos con las propiedades más idóneas para la aplicación requerida [58].

Los parámetros que determinan las características de la película de óxido de aluminio según la literatura son las siguientes: concentración del electrolítico, temperatura, agitación del electrolito, densidad de corriente y tiempo del tratamiento de anodizado [44][48][49].

1.7 Técnicas de caracterización

En este capítulo se describe las técnicas utilizadas en la realización de este proyecto para la caracterización mecánica y estructural de las películas de anodizado obtenidas, mostrando el principio de funcionamiento de cada uno de los métodos utilizados. Para la caracterización del recubrimiento de anodizado mediante la utilización de H_2SO_4 como electrolito base, se utilizó diferentes técnicas de análisis a nivel químico, superficial y microestructural.

Durante la realización de este proyecto de profundización se utilizaron la microscopía electrónica de barrido (SEM), espectrometría de dispersión de energía de rayos X (EDS), las técnicas de microabrasión para ensayos de desgaste basado en la guía de buenas prácticas de mediciones Número 57, y microindentación para ensayos de microdureza basado en la norma ASTM 384-89.

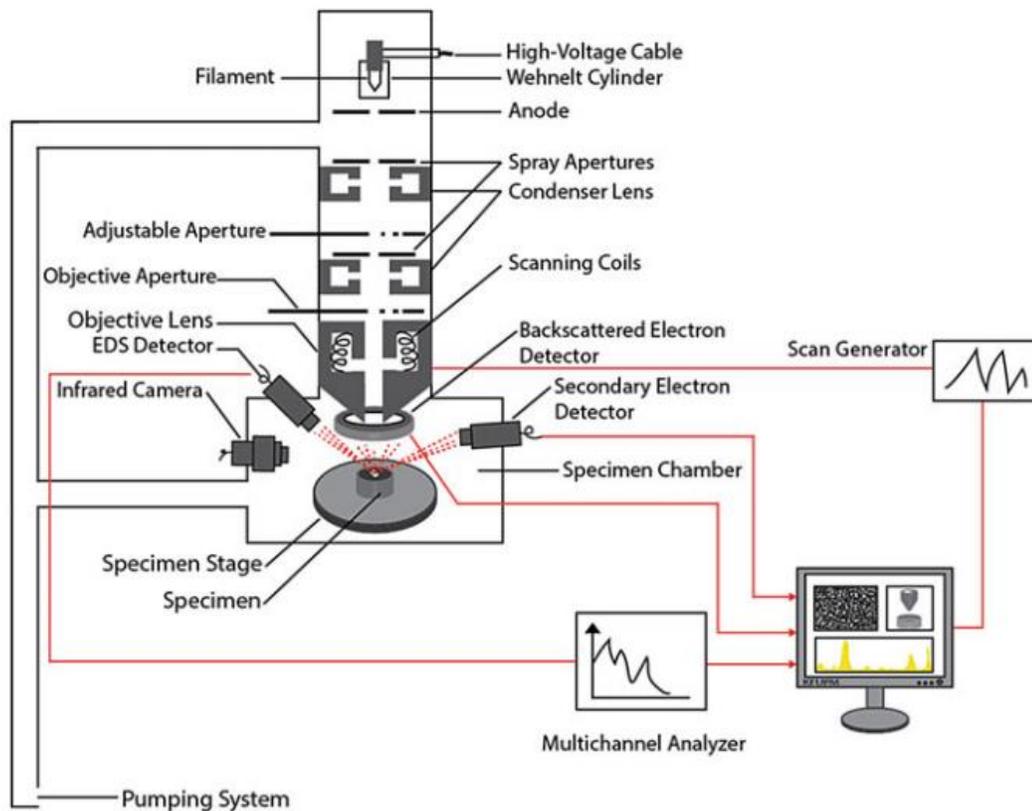
1.7.1 Microscopia Electrónica de Barrido (SEM)

El microscopio electrónico de barrido conocido como MEB por sus siglas en español, o más ampliamente conocido como SEM por sus siglas en inglés (Scanning Electron Microscope) [59] es un equipo que además de obtener imágenes de alta resolución de la superficie de una muestra también es capaz de ofrecer un variado rango de información de la misma.

El fundamento del SEM consiste en hacer incidir sobre la superficie de la muestra un haz de electrones mediante la utilización de lentes electromagnéticas para crear campos que dirigen y enfocan el haz de electrones a través de un campo magnético provocado por las bobinas de deflexión, que harán posible el barrido de la superficie de la muestra [60]. El haz de electrones interactúa con los átomos de la muestra, produciendo señales que contienen información acerca de la topografía de la superficie, composición y otras propiedades eléctricas. Esta interacción y efectos son detectados y transformados en imágenes [61]. El esquema general se muestra en la figura 1.22.

Actualmente los instrumentos SEM suelen operar entre unas pocas decenas de electron voltios (eV) hasta 40 keV, y se utilizan tradicionalmente para el examen de una gran cantidad de materiales [62].

Figura 1.22 Sección transversal esquemática de un microscopio electrónico de barrido (SEM) [63].



Nombre de la fuente: A. Ul-hamid, A Beginners ' Guide to Scanning Electron Microscopy. Switzerland: Springer, 2018.

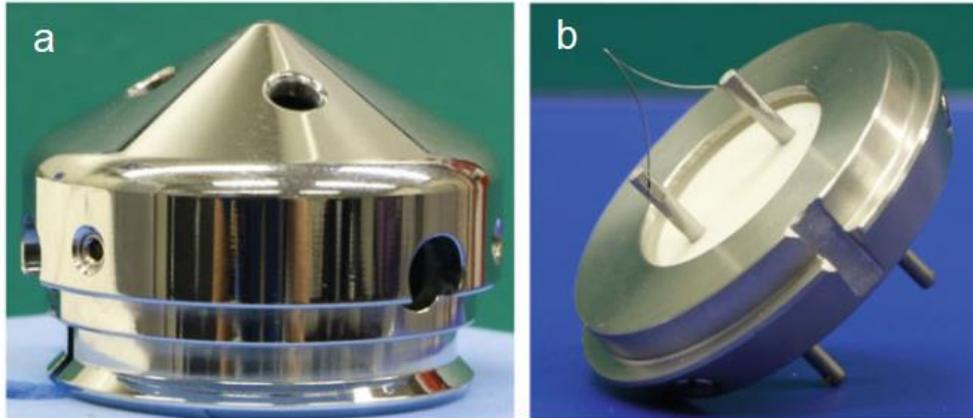
A continuación, se describirá los principales componentes y elementos de un SEM y su funcionamiento.

Cañón de Electrones

El cañón de electrones cuyo componente esquemático se observa en la figura 1.24 consiste en un filamento y un electrodo llamado Wehnelt, a ambos comúnmente se los conoce como cilindro Wehnelt. El filamento generalmente es de Tungsteno (Wolframio, W) y tiene la forma de V. A través de este se hace pasar una corriente alta para calentarlo hasta una temperatura cercana a los 2700 °C, la que provoca un desprendimiento de electrones formando una nube alrededor del filamento. Mediante la aplicación de un elevado voltaje al ánodo los electrones son direccionados hacia este terminal. El cilindro Whenelt sirve para organizar todos esos electrones dispersos y unirlos en un solo haz que

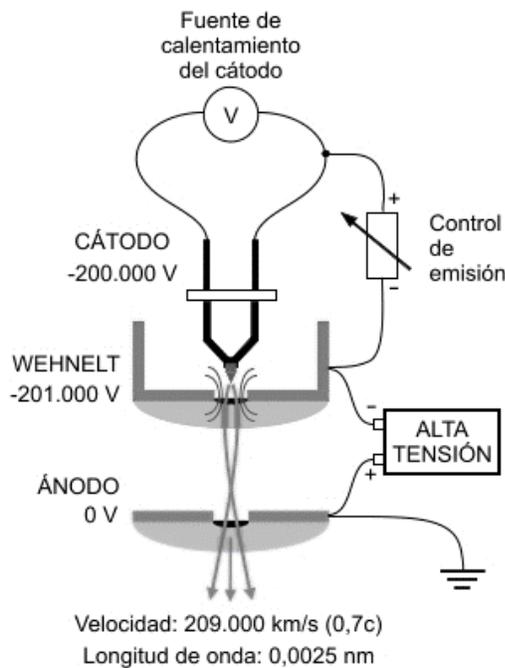
sale a través del agujero principal del cilindro Wehnelt a una velocidad de varios cientos de miles de kilómetros por segundo [59].

Figura 1.23 a) Cilindro de Wehnelt y b) Filamento de tungsteno [63].



Nombre de la fuente: A. Ul-hamid, *A Beginner's Guide to Scanning Electron Microscopy*. Switzerland: Springer, 2018.

Figura 1.24 Esquema cañón de electrones (datos numéricos hacen referencia al SEM modelo Philips CM-200).



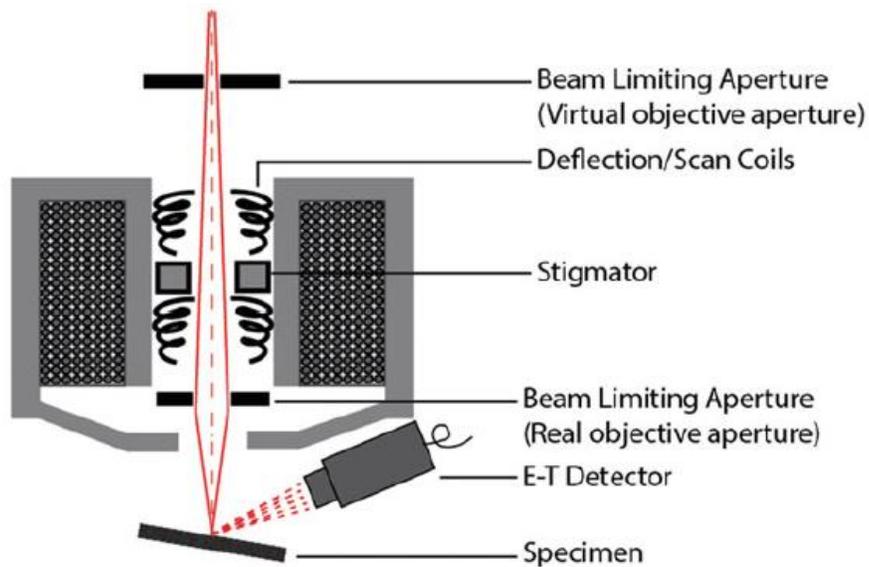
Nombre de la fuente: Área de Microscopia SCAI Universidad de Málaga [Internet] Disponible en <https://www.uma.es/sme/nueva/Partes.php>

Lentes Electromagnéticas

Los lentes electromagnéticos del microscopio electrónico de barrido SEM constan de lentes condensadores, aperturas, bobinas de deflexión y lentes objetivo. La función principal de estos componentes es formar un haz de electrones fino que escanea el área de interés de la muestra. Las lentes electromagnéticas utilizados en el SEM no forman imágenes en el sentido convencional como es habitual en los microscopios ópticos o electrónicos de transmisión [63].

Los lentes condensadores constan de bobinas de cobre y aquí los electrones describen trayectorias helicoidales, ya que el electrón pasa por un campo magnético. Se utilizan para disminuir el diámetro del haz de electrones proveniente del cañón de electrones con la finalidad de aumentar la resolución. Las aberturas son piezas rectangulares delgadas de Molibdeno o aleación de 95% Pt - 5% Ir con orificios centrales de tal precisión que permiten el paso únicamente del haz de electrones [63]. La función de las aberturas es excluir y reducir los electrones extraños en las lentes. La apertura final del lente debajo de las bobinas de deflexión determina el diámetro del haz de electrones que incide sobre la muestra [64].

Figura 1.25 Lentes electromagnéticas: diagrama esquemático de las bobinas de escaneo, aperturas y el estigmador [63].



Nombre de la fuente: A. Ul-hamid, *A Beginner's Guide to Scanning Electron Microscopy*. Switzerland: Springer, 2018.

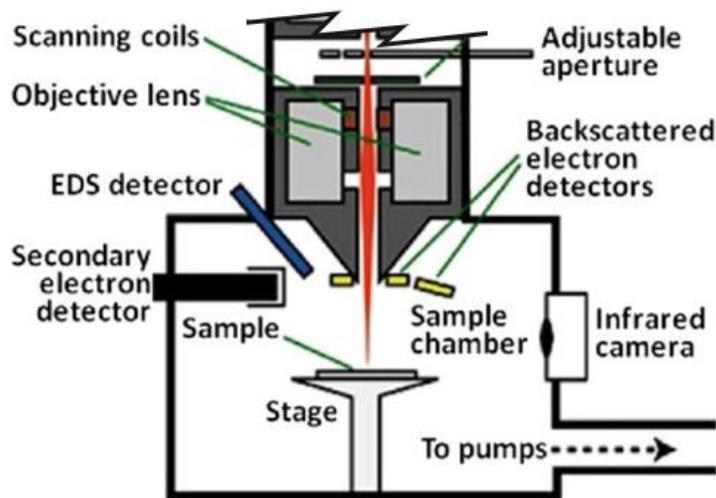
Sistema de Barrido o Escaneo

Las imágenes se forman mediante el escaneo que realiza el haz de electrones a través de la superficie de la muestra utilizando bobinas de deflexión dentro de la lente del objetivo. El estigmador o corrector de astigmatismo se encuentra en la lente del objetivo y utiliza un campo magnético para reducir las aberraciones del haz de electrones [64]. El haz de electrones escanea de izquierda a derecha punto a punto a través de la superficie de la muestra. La señal generada es procesada en un detector y mostrado sincrónicamente en un píxel correspondiente del monitor de visualización [63]. El haz de electrones debería tener una sección circular cuando llega a la muestra sin embargo generalmente es elíptica, así el estigmador actúa para corregir este problema.

Sistema de Detección

Los detectores son dispositivos que recogen la señal generada por la interacción del haz de electrones con la muestra y convierten esa señal de la interacción en pulsos eléctricos que son procesados y posteriormente convertidos por la electrónica del SEM en una imagen o en un espectro de energía dispersa por rayos X (EDS) [63].

Figura 1.26 Esquema de posibles detectores en un microscopio electrónico de barrido (SEM) [65].



Nombre de la fuente: Adaptado de C. Suryanarayana, "Microstructure : An Introduction," in Aerospace Materials and Material Technologies, Indian Institute of Metals Series, no. November 2017, Singapore: Springer Science+ Business Media, 2018.

Sistema de Vacío

El SEM debe trabajar al vacío para permitir el camino libre del haz de electrones desde la fuente hasta la superficie de la muestra sin dispersarse por las moléculas de aire. Cualquier vapor de agua o contaminante orgánico dentro de la cámara de la muestra debe bombearse, ya que si se deposita sobre la superficie de la muestra interactúa con el haz de electrones y dificulta la visualización fina de los detalles de la superficie [62]. También se requiere el vacío para inhibir el daño por oxidación del filamento de la fuente de electrones (filamento de Tungsteno). Esto previene las descargas de alto voltaje que pueden ocurrir entre el ánodo y el filamento y que puede resultar en una rotura de este.

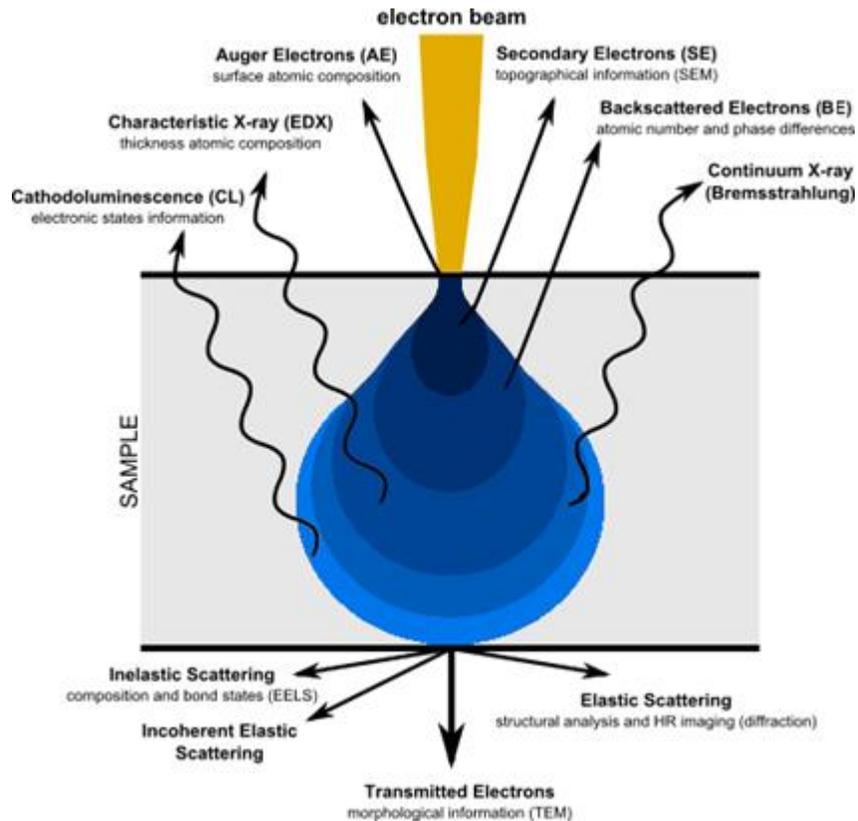
Figura 1.27 Fotografía de una típica bomba rotativa de vacío [63].



Nombre de la fuente: A. Ul-hamid, *A Beginner's Guide to Scanning Electron Microscopy*. Switzerland: Springer, 2018.

El haz de electrones interactúa con la muestra y genera una variedad de señales que incluye electrones secundarios (Secondary Electrons SE), electrones retrodispersados (Backscattered Electrons BE), Rayos X Característicos, electrones Auger (AE) y catodoluminiscencia (CL). Estas señales son usadas para obtener información de la muestra [66].

Figura 1.28 Esquema Interacción del haz de electrones [61].



Nombre de la fuente: U. Santhi, M. Ngui, S. Mahendran, and K. Kadirgama, "Cobalt nanowires : Advancing into future nanomaterial," AIP Conf. Proc. 2059, no. January, 2019, doi: 10.1063/1.5085949.

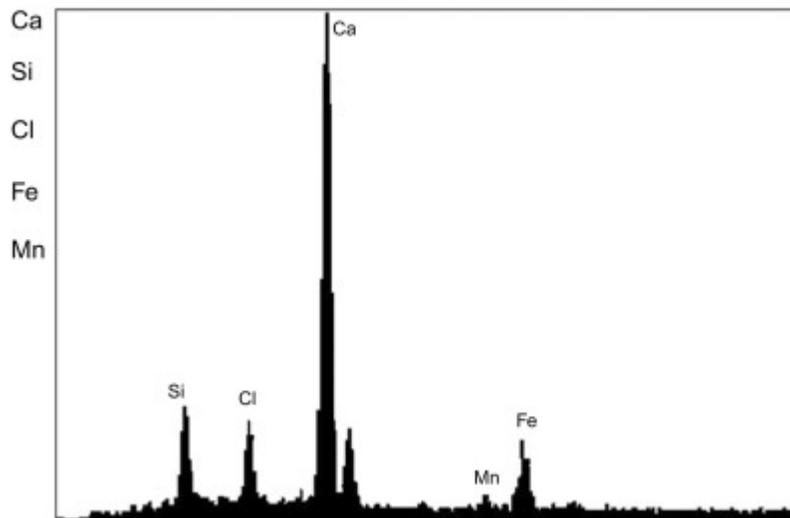
Los electrones secundarios (SE) son formados debido a la interacción entre los electrones primarios del haz de electrones y los electrones débilmente ligados a los átomos de la muestra. Estos tienen energías en el rango de 10 a 50 eV y se generan cerca de la superficie de la muestra. Los electrones retrodispersados (BE) se originan en la capa superficial de la muestra, alrededor de entre 0,1 y 1 μm , y con el aumento del voltaje de excitación incrementa y disminuye con el aumento del número atómico. Los rayos X característicos son producidos cuando el haz de electrones tiene la suficiente energía para golpear los electrones de los átomos de la muestra. Los rayos X generados se pueden utilizar para determinar la química de la muestra utilizando espectroscopia de energía dispersa (EDS) [66].

1.7.2 Espectroscopía dispersa de energía de rayos X (EDS)

La espectroscopia dispersa de energía de rayos X es una técnica analítica donde un haz de electrones golpea la superficie de la muestra, excitando un electrón en la capa interna, provocando su expulsión y formando una vacancia en la estructura electrónica del elemento. Posteriormente, este vacío se llena con un electrón de una capa de mayor energía, expulsando esa diferencia de energía en forma de rayos X, que son captados por el detector [67]. El principal propósito de esta técnica de caracterización es la identificación de los elementos químicos presentes en una muestra. El detector de rayos X del microscopio electrónico de barrido mide la energía y la distribución de la intensidad de la señal de esos rayos X. Esta cantidad de energía es definida para cada elemento, por lo que su detección da información útil sobre la presencia de elementos específicos [68].

La figura 1.29 muestra como ejemplo el resultado del análisis de EDS para la superficie de una muestra de escoria de horno básico de oxígeno. Aquí se puede ver que el Calcio es el elemento dominante en la muestra.

Figura 1.29 Espectro de resultado de análisis de EDS a una muestra de escoria, donde se puede ver el calcio como elemento dominante y otros elementos como hierro, silicio, cloro y manganeso [69].

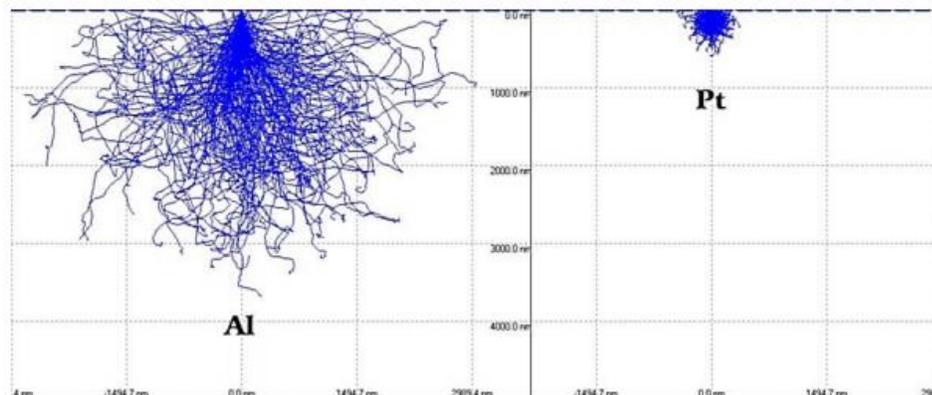


Nombre de la fuente: G. C. Wang, "Slag processing," Util. Slag Civ. Infrastruct. Constr., pp. 87–113, 2016, doi: 10.1016/b978-0-08-100381-7.00005-7.

La radiación proveniente de los saltos de los electrones entre los orbitales es de gran importancia porque la energía de los fotones emitidos está directamente relacionada con el peso atómico del elemento emisor. De esta forma se puede asociar cada valor de energía emitida con un elemento de la tabla periódica. Midiendo la energía de cada fotón se puede averiguar cuál es el elemento que lo produce (análisis cualitativo). Midiendo el número de fotones emitidos de cada energía se puede obtener la cantidad relativa de cada elemento (análisis cuantitativo) [70].

El rango de electrones y rayos X generados por un haz de electrones que chocan con la muestra es llamado interacción o volumen de excitación, el cual depende de la energía del haz de electrones y el número atómico promedio de la muestra. La forma y el tamaño del volumen de interacción representa la fuente de la cual las señales son generadas [71].

Figura 1.30 Ejemplo de volumen de interacción de un haz de 20 kV y 20 nm de radio en una muestra de aluminio y otra de platino [70].



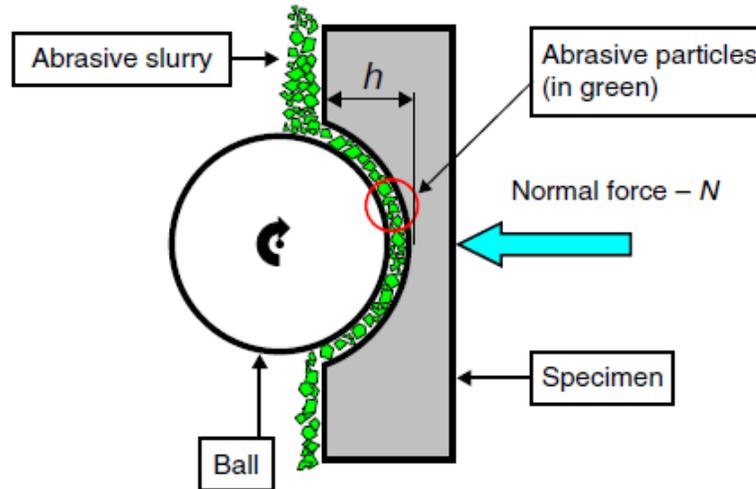
Nombre de la fuente: A. Martínez, "Microanálisis Por Dispersión De Energías De Rayos-X (XEDS)," Serv. Microsc. Electrónica. SCAI. Univ. Málaga, pp. 1–11, 2010.

1.7.3 Microabrasión

La prueba de desgaste por microabrasión es un método adecuado que se utiliza para la caracterización y evaluación de la tasa de desgaste de un amplia gama de materiales, metales, cerámicos, polímeros y recubrimientos delgados [72]. En la prueba de desgaste abrasivo, en inglés, (ball-cretering wear tests) una esfera giratoria se fuerza sobre la superficie de la muestra en presencia de una suspensión con partículas abrasivas (Figura

1.31) y el comportamiento del desgaste se analiza en función de las dimensiones del cráter formado durante la prueba [73].

Figura 1.31 Esquema de principio de operación de la prueba de microabrasión. Se observa las partículas abrasivas entre la esfera y la superficie de la muestra [73].



Nombre de la fuente: R. C. Cozza, "Effect of sliding distance on abrasive wear modes transition," J. Mater. Res. Technol., vol.4, no.2, pp.144–150, 2015, doi: 10.1016/j.jmrt.2014.10.007

El ensayo de desgaste micro abrasivo por esfera rotativa es una nueva y prometedora técnica para evaluar la resistencia al desgaste de diferentes materiales. Esta prueba permite el adecuado control de los parámetros de ensayo, de manera que se puedan realizar mediciones repetibles y reproducibles de la resistencia al desgaste [74].

La geometría de la huella de desgaste se supone que reproduce la geometría esférica de la bola, y el volumen de desgaste puede calcularse midiendo el diámetro del cráter de la huella en la superficie de la muestra [75]. Para materiales homogéneos el volumen de desgaste V está definido por:

$$V = \frac{\pi b^4}{64R} \text{ para } b \ll R \quad (4)$$

Donde b es el diámetro promedio de la huella y R es el radio de la esfera con que se realiza la prueba. Relacionando la ecuación (1) con la ley de desgaste de Archard, se obtiene la

ecuación (2), donde K es la constante de desgaste, S la distancia de deslizamiento y N es la carga normal aplicada a la muestra [76].

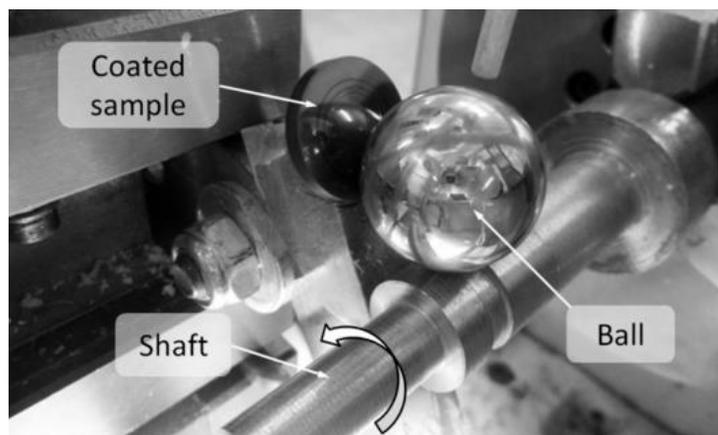
$$K = \frac{V}{SN} \quad (5)$$

Actualmente no existen normas o procedimientos acordados para el uso de esta prueba a pesar de que existen un gran número de sistemas instalados alrededor del mundo. Actualmente se están realizando importantes esfuerzos en los Estados Unidos a través de ASTM (Sociedad Americana para Pruebas y Materiales) y Europa a través del CEN para desarrollar procedimientos y estándares acordados para esta prueba. En el CEN (Comité Europeo de Normalización), se está preparando un borrador de norma para ensayo de microabrasión para su publicación [77]. Actualmente existen tres variantes ampliamente aceptadas para ensayos de microabrasión, los cuales se explican a continuación:

a) Ensayo con esfera rotativa libre de un eje

Este sistema utiliza una esfera libre que es impulsada por la fricción existente entre la esfera y un eje con muesca (figura 1.32). Debido a que la esfera no es conducida directamente existe cierta incertidumbre en su velocidad y número de vueltas debido a la posibilidad de deslizamiento entre la esfera y el eje. El agarre de la esfera se puede mejorar con el uso de elementos de goma en el eje [78].

Figura 1.32 Dispositivo para ensayo de microabrasión de esfera libre en un eje [79].

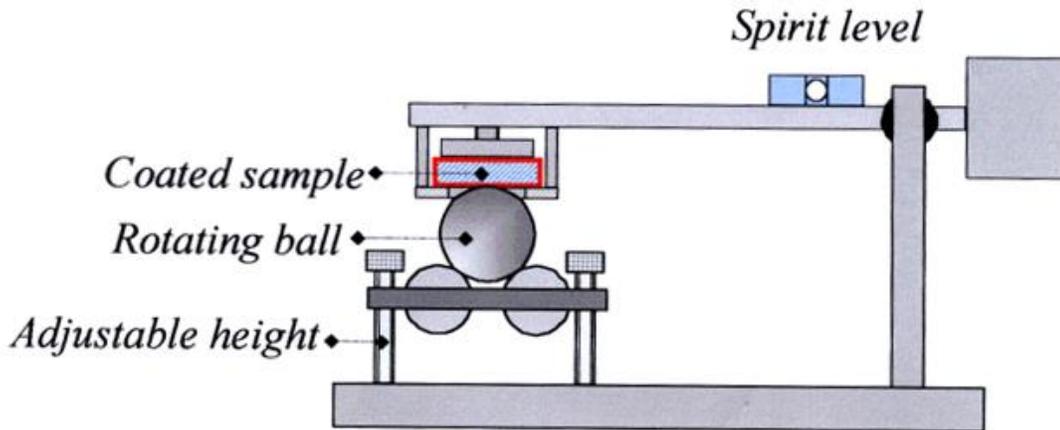


Nombre de la fuente: H. Çalışkan, A. Erdoğan, P. Panjan, M. S. Gök, and A. C. Karaoğlanlı, "Micro-abrasion wear testing of multilayer nanocomposite tialsin/tisin/tialn hard coatings deposited on the aisi h11 steel," Mater. Tehnol., vol. 47, no. 5, pp. 563–568, 2013.

b) Ensayo con esfera rotativa libre de dos ejes

En este sistema se utiliza una esfera de 30 mm de diámetro, apoyada en ranuras en dos ejes giratorios (figura 1.33). La muestra se sujeta en un brazo pivotante con carga de peso muerto aplicada directamente sobre la esfera. La cara de la muestra se presiona contra la parte superior de la esfera, el rango de fuerza aplicada está entre 0,5 y 5 N. Este sistema también puede tener cierta incertidumbre en la velocidad de la esfera debido a la falta de acción directa sobre ella [73].

Figura 1.33 Dispositivo para ensayo de microabrasión de esfera libre con dos ejes [77].

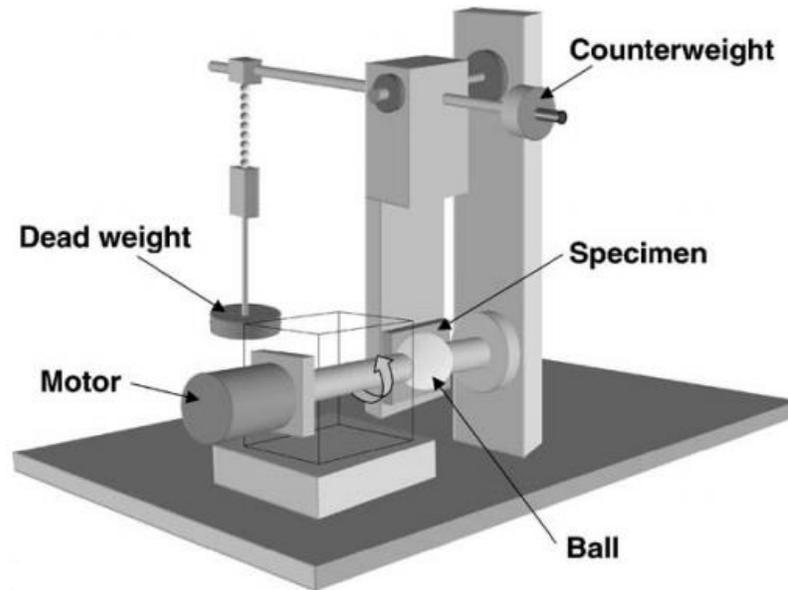


Nombre de la fuente: M. G. Gee et al., "Measurement Good Practice Guide No 57 - Ball Cratering or Micro-Abrasion Wear Testing of Coatings," Meas. Good Pract. Guid., no. 57, 2002.

c) Ensayo con esfera rotativa fija

En este tipo de ensayo la esfera es accionada directamente por el eje (figura 1.34), sujeta a un eje de transmisión dividido que permite que las esferas sean retiradas y reemplazadas fácilmente. La muestra se presiona en la esfera giratoria por el efecto de las masas colocadas en el brazo. Este diseño también permite la aplicación de cargas que exceden la masa de la esfera. Usualmente se utiliza una esfera de 25,4 mm de diámetro [80].

Figura 1.34 Dispositivo para ensayo de microabrasión de esfera fija [74].



Nombre de la fuente: K. Adachi and I. M. Hutchings, "Wear-mode mapping for the micro-scale abrasion test," *Wear*, vol. 255, no. 1–6, pp. 23–29, 2003, doi: 10.1016/S0043-1648(03)00073-5.

La definición más ampliamente conocida de desgaste es la pérdida de material de una superficie, transferencia de material de una superficie a otra o el daño progresivo a una superficie causada por el movimiento relativo con respecto a otra sustancia [81]. Los fenómenos de desgaste están íntimamente ligados a los procesos de fricción. Si las superficies no se separan de alguna forma se espera que se presente algún tipo de desgaste. Clasificar el tipo de desgaste en un material puede resultar difícil, principalmente por que el desgaste de un material no es una propiedad sino una respuesta al sistema y a las condiciones que lo producen. La rata de desgaste de un material puede variar desde 10^{-3} a 10^{-10} mm³/Nm dependiendo de las condiciones de contacto, del material, de la presión de contacto, velocidad de deslizamiento, forma de contacto, dureza de la suspensión, el medio ambiente y el lubricante si lo hay [81].

La forma en que se puede clasificar el desgaste puede ser de tres formas. La primera en términos de la apariencia de la huella de desgaste. La segunda forma en términos del mecanismo físico que quita el material o causa el daño y el tercero en términos de las condiciones que rodean el mecanismo de desgaste [81].

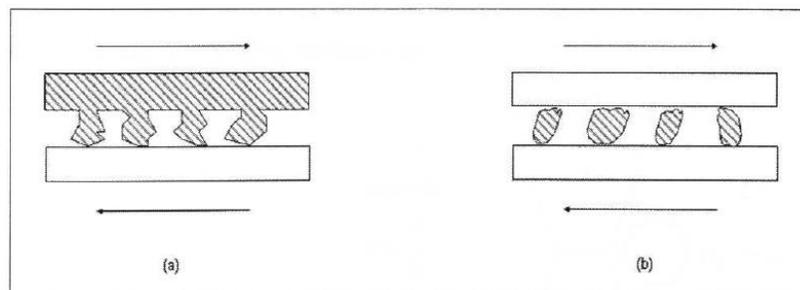
Desde el punto de vista del mecanismo físico presente en el desgaste se han identificado diferentes tipos. Una primera clasificación se basa en su importancia en la práctica de la ingeniería. De acuerdo con esto, a menudo se encuentran los siguientes tipos de desgaste:

Desgaste Abrasivo

En este tipo de desgaste el material es desplazado o removido de la superficie por partículas duras [82]. Se produce cuando una superficie dura rugosa o una superficie blanda que contiene partículas duras se desliza sobre una superficie más blanda y hace una serie de ranuras sobre ella. El material de las ranuras se desplaza en forma de partículas de desgaste generalmente sueltas [83].

Se ha clasificado dos tipos de desgaste abrasivo de acuerdo el tipo de contacto: Abrasión por desgaste de dos cuerpos y abrasión por desgaste de tres cuerpos. El desgaste por abrasión de dos cuerpos sucede cuando las protuberancias duras de una superficie o irregularidad de esta son deslizadas contra una superficie más blanda. Un ejemplo de esto podría ser el uso de papel de lija para pulir una probeta o el desgaste producido por una lima sobre un material. El desgaste por abrasión de tres cuerpos se presenta en sistemas donde existen partículas con mayor dureza que tiene la posibilidad de girar o deslizarse entre dos superficies en contacto [84] [85]. Un ejemplo de este tipo de desgaste por tres cuerpos puede ser el caso donde existe aceite lubricante contaminado con partículas abrasivas entre las dos superficies de deslizamiento.

Figura 1.35 Tipos de abrasión por tipo de contacto: abrasión de dos cuerpos (a) y abrasión de tres cuerpos (b) [82].



Nombre de la fuente: A. M. Treviño, "Desarrollo de una metodología para pruebas de erosión," Universidad Autónoma de Nuevo León, 2004.

Debido a que solo una cantidad pequeña de partículas abrasivas son las que generan el desgaste en la abrasión de tres cuerpos, el desgaste abrasivo entre dos cuerpos se considera produce tasas de desgaste hasta tres veces mayores usando las mismas condiciones de carga [85].

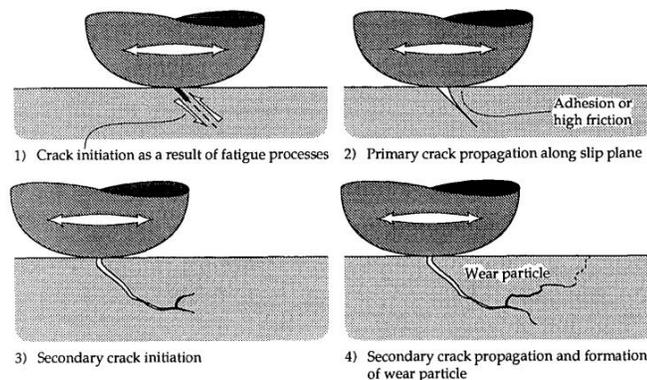
Desgaste Adhesivo

El desgaste adhesivo ocurre cuando dos superficies se encuentran en contacto deslizándose una sobre la otra y fragmentos se desprenden de la superficie suave y se adhieren a la otra o puede ser liberada como partícula de desgaste. En un material dúctil la deformación que se produce antes de la separación de la partícula es mucho mayor [82] [83].

Desgaste por fatiga de la superficie

Es probablemente el modo predominante en la mayoría de los tipos de desgaste. El desgaste por fatiga se presenta cuando existen esfuerzos cíclicos entre las asperezas de las superficies en contacto. El coeficiente de fricción es el factor determinante en este tipo de desgaste puesto que al tener factores de fricción bajos el desgaste por adhesión es mínimo, mientras que, en sistemas con coeficiente de fricción muy altos, se presentaran zonas de deformación intensas cerca de la superficie generando grietas superficiales. La alta deformación plástica causa un inicio de la fractura, luego el crecimiento de esta y finalmente sucede la fractura [86].

Figura 1.36 Esquema del proceso de iniciación de la grieta superficial y propagación [86].

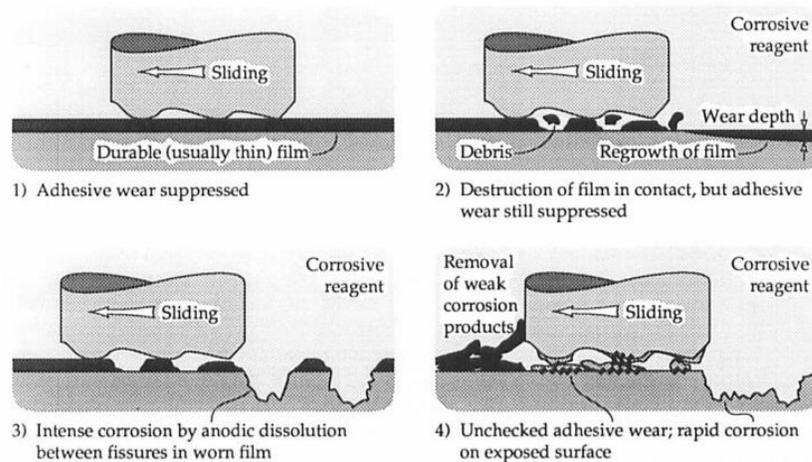


Nombre de la fuente: G. W. Stachowiak and A. W. Batchelor, "Fatigue Wear," Tribol. Ser., vol. 24, no. C, pp. 657–681, Jan. 1993, doi: 10.1016/S0167-8922(08)70588-1.

Desgaste Corrosivo

El mecanismo de desgaste por oxidación, también denominado mecanismo de desgaste químico o corrosivo, son aquellos en los que las reacciones químicas son el factor de control. La causa fundamental de esta forma de desgaste es una reacción química entre el material desgastado y un medio corrosivo que puede ser un reactivo químico, un lubricante reactivo (desgaste corrosivo) e incluso el aire (desgaste oxidativo) [87]. La combinación de los efectos de desgaste y corrosión hace que este fenómeno sea más destructivo que si se presentaran individualmente.

Figura 1.37 Esquema del modelo de desgaste corrosivo: interacción entre un agente corrosivo y una superficie desgastada [87].



Nombre de la fuente: G. W. Stachowiak and A. W. Batchelor, "Corrosive and Oxidative Wear," Tribol. Ser., vol. 24, no. C, pp. 637–656, Jan. 1993, doi: 10.1016/S0167-8922 (08) 70587-X.

1.7.4 Microdureza Vickers (HV)

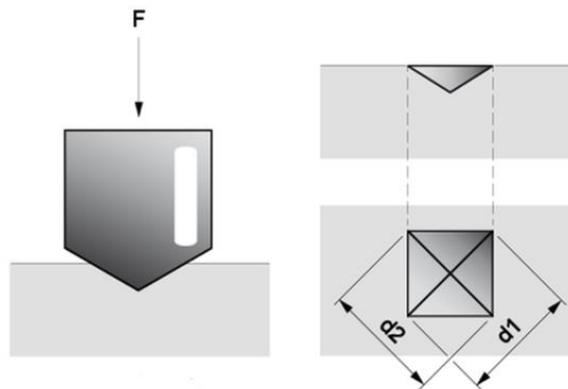
El ensayo de microdureza Vickers es un método especificado bajo la norma ASTM E384-17 [88], donde se emplea como indentador un diamante en forma de pirámide cuadrada con un ángulo diedro de 136°, el cual es presionado sobre el material bajo una determinada carga que varía entre 1 y 1000 gramos de fuerza [88] [89]. Se define la dureza Vickers (HV) como el cociente entre la carga aplicada y el área superficial de la huella dejada por el indentador, una vez se retira la carga. El área se determina a partir de la medición de las diagonales de la huella, calculando la dureza mediante la expresión:

$$HV = 1.854 \frac{F}{d^2} \quad (6)$$

Donde $d = \frac{d_1 + d_2}{2}$

Las longitudes de ambas diagonales de la huella residual se miden de forma óptica. La dureza Vickers se calcula a partir de la media de las diagonales y la fuerza de ensayo aplicada [90]. Donde F es la carga utilizada en el ensayo en kilogramos y d es el promedio de las diagonales de la huella dejada por el indentador en milímetros.

Figura 1.38 Esquema de huella dejada por el indentador para Microdureza Vickers [91].



Nombre de la fuente: Adaptado de Ensayo de dureza Vickers según ISO 6507 / ASTM E 384 [Internet] Disponible en <https://www.zwickroell.com/es/sectores/metales/normas-para-metales/ensayo-de-dureza-vickers-iso-6507/>

La dureza Vickers HV ha de considerarse como una dureza plástica ya que se ha determinado a partir de la huella permanente o residual, es decir sobre la deformación plástica, obtenida en la superficie del material después de la penetración.

Cuando se realiza un ensayo de microdureza Vickers, la penetración del indentador deformará el material alrededor de la huella y alterará sus propiedades. Al fin de evitar malas interpretaciones de las medidas realizadas, la normatividad del ensayo establece una cierta distancia entre las diferentes huellas que se realicen. Para acero y cobre al menos tres veces la diagonal de la huella y para plomo, zinc y aluminio al menos seis veces la diagonal de la huella.

2. Metodología

El proyecto se inició con una revisión de los fundamentos técnicos que gobiernan el funcionamiento de los motores de turbina de gas para aviones. Se realizó especial énfasis en los fundamentos que describen la operación del turborreactor utilizado en este estudio. Simultáneamente se estudió los antecedentes de pruebas de anodizado llevadas a cabo en aleaciones de aluminio, especialmente del tipo de aleación que se utilizan para la fabricación de los rotores de compresión en la época en que fueron construidos. Con base a la literatura encontrada se estudió procesos de anodizado en las aleaciones de aluminio de la serie 2XXX como la AA2024.

Con base a los requerimientos de mantenimiento y criterios de aceptación para el rotor de compresión del turborreactor J69 T 25A establecidos por la FAC, se determinó un protocolo de pruebas para obtener los datos que permitan realizar una comparación objetiva de los resultados para llevar a cabo la viabilidad del proceso de anodizado como recubrimiento para dicho rotor de compresión.

El montaje experimental de la celda de anodizado estuvo limitado por la infraestructura facilitada por la FAC, así como por la disponibilidad de los equipos de medición y control suministrados por la Universidad ECCI. Las pruebas de anodizado se efectuaron de acuerdo con la disponibilidad de tiempo de los equipos, hora y fecha establecidas por la dirección del Comando Aéreo de Mantenimiento (CAMAN), lo que no permitió realizar las pruebas suficientes del proceso de anodizado por ellos realizado. Por lo tanto, se decidió construir una celda de anodizado para realizar las pruebas y obtener los datos necesarios para el presente proyecto.

Sin poder contar con información de fabricación, ni el tipo de aleación utilizada para el rotor de compresión, como primer trabajo se hizo necesario determinar mediante ensayo que

tipo de aleación es la utilizada en la fabricación de este tipo de rotores para los turborreactores J69 T 25A y así establecer la logística para la realización de las pruebas, como también el manejo de equipos e insumos requeridos.

Para poder realizar las diferentes pruebas, se hizo necesario como primera medida un modelo en 3D del rotor de compresión del turborreactor J69 T 25A para determinar qué cantidad de probetas se pueden obtener para los distintos ensayos experimentales según las normas requeridas para este tipo de pruebas y de que secciones del rotor de compresión se pueden obtenerlas.

Para el estudio de las diferentes características tomadas en la presente investigación (espesor de película, microabrasión y microdureza) es necesario tomar como referencia los valores obtenidos del recubrimiento original del rotor de compresión, para posteriormente compararlos con los valores obtenidos en el diseño experimental en el proceso de anodizado. Dentro de las expectativas en el desarrollo del trabajo de investigación, los valores obtenidos de espesor de película, microabrasión y microdureza de la película de Al_2O_3 deben ser igual o mejores a los valores de la película del recubrimiento original.

2.1 Evaluación inicial del rotor en estado de recepción

Como dato de entrada para el estudio planteado en el proyecto y de acuerdo con la información técnica para los tipos de aleaciones de aluminio y su composición, se determinó primero realizar espectrometría de dispersión de energía de rayos X (EDS) para realizar un primer análisis semicuantitativo de los elementos aleantes de la aleación que conforma el rotor de compresión.

La composición química del material es la variable más significativa en la determinación de las condiciones óptimas para realizar los tratamientos de anodizado. Sin embargo, para la aleación del rotor de compresión no se encuentra especificada su composición en la información técnica del fabricante, ni en los manuales y fichas técnicas del turborreactor J69 T 25A, por lo tanto, se decidió realizar su medición aplicando también la técnica de

espectrometría de emisión atómica con fuente de arco y chispa a una muestra de 15 X 15 X 5 mm, cortada del rotor de compresión, con el fin de cuantificarla.

2.2 Diseño experimental para anodizado

Se escoge un diseño factorial 2^k , puesto que le objetivo principal de esta investigación es la caracterización de las diferentes propiedades del recubrimiento de anodizado, con el fin de determinar la influencia o no sobre la variable respuesta de los factores evaluados en el presente proyecto. Se establece como factores de interés los siguientes: la concentración volumétrica de ácido sulfúrico (H_2SO_4) en el electrolito, la cual tiene una implicación directa sobre las propiedades de la capa de anodizado, debido a que influye directamente sobre la geometría del poro y tasa de crecimiento de óxido durante la anodización [92] [93]. La temperatura del electrolito, que tiene una incidencia en el espesor de capa de anodizado según lo descrito por Kuburi y Stępniewski [94] [25]. Y como tercer factor la densidad de corriente en el proceso de anodizado. Este último factor es de fundamental importancia pues según resultados obtenidos en otras investigaciones, este influye en la dureza y la morfología de la capa de anodizado [26] [46] [95].

Los niveles de cada factor se eligieron teniendo los resultados obtenidos en diferentes investigaciones previas y de acuerdo con las limitantes de infraestructura y equipos utilizados. Para la concentración de electrolito se definieron dos niveles correspondientes a la concentración de ácido utilizado en los procesos reales industriales de anodizado Tipo II y Tipo III. Para la temperatura del electrolito se definieron dos niveles de acuerdo con investigaciones previas. Para la influencia de la densidad de corriente en el proceso de anodizado se escogieron dos niveles de acuerdo con el rango de corrientes que se encuentran en la literatura y se usan comúnmente en la práctica industrial.

Respecto al tamaño de la muestra se escoge lo recomendado en este tipo de diseños experimentales, por lo tanto, se escoge dos replicas obteniendo un total de 16 experimentos y un nivel de significancia de 5%.

2.3 Preparación de las muestras

Las muestras de aluminio se cortaron teniendo en cuenta el análisis previo en 3D realizado al rotor de compresión para determinar las áreas de donde se pueden obtener las probetas, teniendo en cuenta que se busca básicamente una superficie plana, sin cambios en la estructura para un correcto proceso de anodizado. La preparación previa al proceso de anodizado que se realizó al material del rotor de compresión se describe en las siguientes etapas:

2.3.1 Corte de las muestras de material del rotor de compresión

En primera instancia el rotor de compresión se obtuvo como donación realizada por dirección del Comando Aéreo de Mantenimiento (CAMAN) para el desarrollo del presente proyecto en las condiciones como viene de fábrica, es decir con el recubrimiento original depositado sobre uno de los lados del rotor. De este elemento se obtuvieron 16 placas del mismo material y en las mismas condiciones. Las aleaciones de aluminio pueden seccionarse con relativa facilidad debido a su baja dureza, sin embargo, hay que ser cuidadoso con el método de corte utilizado para que este no altere la microestructura de la superficie a analizar. Un factor clave en el corte del material es la utilización de refrigerante en la zona donde se corta ya que, si la herramienta de corte no se enfría de manera correcta, como resultado se puede obtener una alteración de la microestructura de la superficie debido al calentamiento local por la fricción.

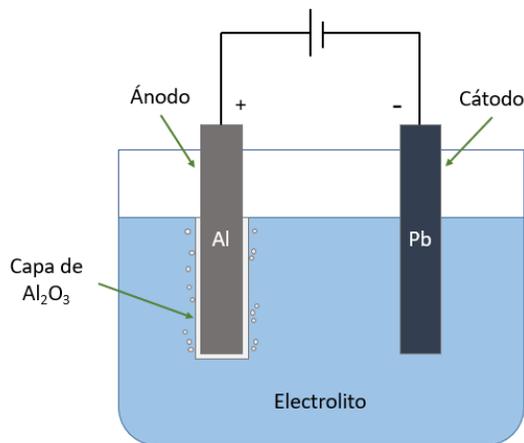
2.3.2 Preparación superficial de las muestras

La preparación superficial de las placas se realizó mediante el procedimiento tradicional de preparación metalográfica. Este proceso de lijado o de desbaste tiene como objetivo lograr una superficie plana y semipulida de la muestra a estudiar. Las probetas se desbastaron utilizando lijas de carburo de silicio con tamaño de grano decreciente llegando hasta la lija número 5000 en la superficie donde se va a realizar el anodizado. Al igual que el proceso anterior de corte, el proceso de lijado no se realiza seco, sino refrigerado con agua para evitar que los calentamientos debido a la fricción cambien la estructura de la superficie de las muestras.

2.4 Diseño y construcción de celda de anodizado

La celda de anodizado está basada en el principio básico de una celda electrolítica [96], la cual básicamente está constituida por un cátodo, un ánodo, una fuente de voltaje y un recipiente con el baño electrolítico, como se observa en la figura 2.1.

Figura 2.1 Esquema de celda electrolítica de anodizado.



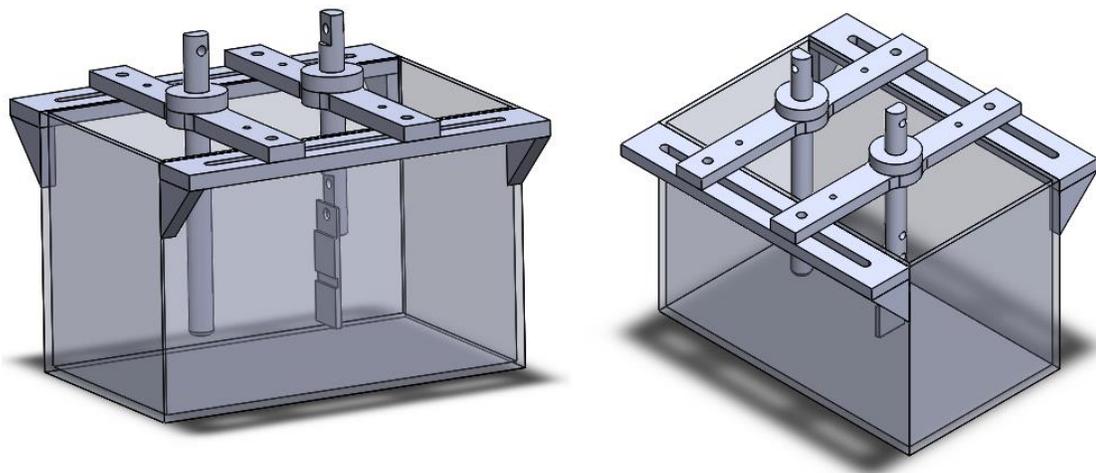
Nombre de la fuente: Los autores, imagen elaboración propia.

Las celdas electrolíticas se utilizan para producir reacciones de oxidación – reducción no espontáneas al proporcionarle energía en forma de corriente eléctrica desde una fuente de voltaje externa. En la celda electrolítica la electricidad en forma de corriente eléctrica pasa a través del electrolito y la energía eléctrica es convertida en energía química, la cual produce reacciones de reducción en el cátodo y de oxidación en el ánodo [97].

Con las dimensiones de las probetas se determinó el espacio necesario para cubrir las muestras completamente con un litro de electrolito. De esta forma se realizó el diseño mediante la utilización de un software CAD y obtener las dimensiones necesarias de las partes para formar la celda. El material de la celda es un acrílico transparente de espesor 4 mm y sus partes se obtuvieron mediante corte laser. Se escoge este material por no reaccionar con el ácido del electrolito y así evitar posibles contaminaciones en el proceso. La celda cuenta con un sistema de guías que permita realizar el desplazamiento de la muestra para asegurar que todas queden ubicadas a la misma distancia de la barra de

plomo que funciona como cátodo. El porta-probetas esta realizado en cobre y permite asegurar las muestras mediante un tornillo en acrílico.

Figura 2.2 Diseño CAD de la celda de anodizado, se observa el porta-probetas (ánodo), el cátodo (barra de plomo) y guías para desplazamiento.



Nombre de la fuente: Los autores, imagen elaboración propia.

Durante el proceso de anodizado se utilizó una fuente de voltaje marca Unit-T modelo UTP3704S con una salida de triple fuente de alimentación DC que ofrece tres opciones: de 0 a 5V, con una corriente máxima de 2A y dos de 0 a 32V, con una corriente máxima de 3A, cada una.

Figura 2.3 Fuente de voltaje utilizada en el proceso de anodizado de las muestras.

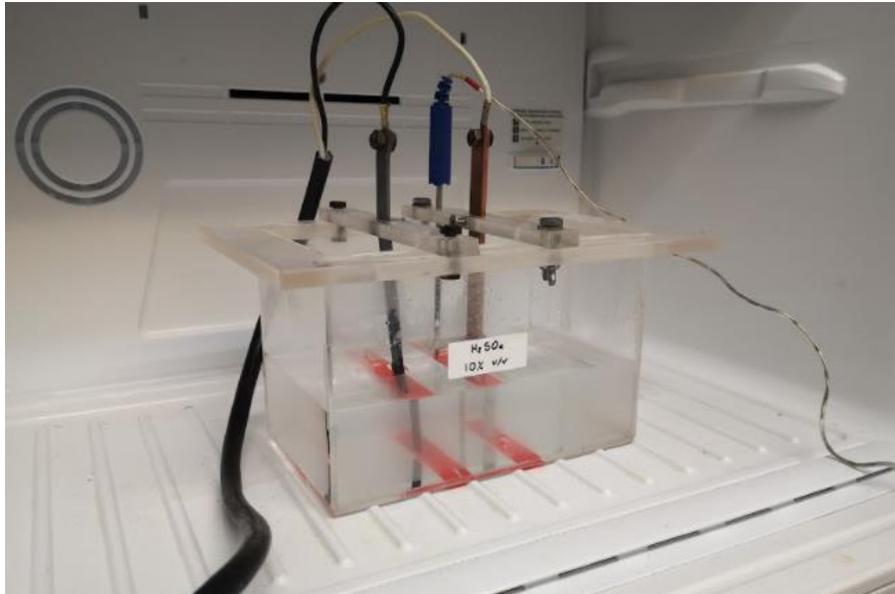


Nombre de la fuente: Los autores, fotografía elaboración propia.

El electrolito utilizado en la celda, donde se sumerge el ánodo y el cátodo, es una solución de ácido en agua, solución que es capaz de conducir la corriente eléctrica. En el caso experimental que se va a llevar a cabo en este proyecto el electrolito que se va a utilizar va a ser ácido sulfúrico (H_2SO_4), el cual se encuentra disponible comercialmente y es muy utilizado en la anodización industrial. El ácido sulfúrico que se encuentra comercialmente es de forma concentrada por lo que hay que disolver en agua en la proporción requerida en el proceso de anodizado. Este proceso de disolver el ácido en agua libera gran cantidad de energía en forma de calor y por ello se debe verter lentamente siempre el ácido concentrado al agua y agitar. Si se hace a la inversa (verter el agua sobre el ácido), el calor desprendido será suficientemente para convertir el agua en vapor y se producen salpicaduras de ácido, por tanto, su manejo debe ser cuidadoso y con elementos de seguridad para no producir quemaduras en la piel.

El proceso de anodizado genera calor por lo que es necesario refrigerar para poder controlar la temperatura del electrolito. Esta refrigeración se logra mediante la utilización de una nevera con control de temperatura donde se ubica la celda de anodizado y mediante un sensor de temperatura se verifica que se mantenga constante durante el proceso de anodizado en los ensayos experimentales.

Figura 2.4 Celda de anodizado dentro del refrigerador de la nevera para controlar la temperatura del electrolito.



Nombre de la fuente: Los autores, fotografía elaboración propia.

2.5 Proceso de anodizado de las muestras

Como sustrato para realizar la técnica de anodizado se utilizaron probetas de aleación de del material del rotor de compresión, preparadas previamente con un pulido mecánico con papel de lija con número de grano desde grado 200 hasta grado 5000, terminando con acabado brillo espejo para lo cual se utilizó una cera especial para micro pulido mediante aplicación con rueda de tela de algodón y mototool, para así obtener la superficie requerida para el proceso de anodizado [98]. En la figura 2.5 se observa la cera aplicada y el proceso de pulido para acabado brillo espejo de las probetas.

Figura 2.5 Proceso de pulido para acabado brillo espejo de las muestras.

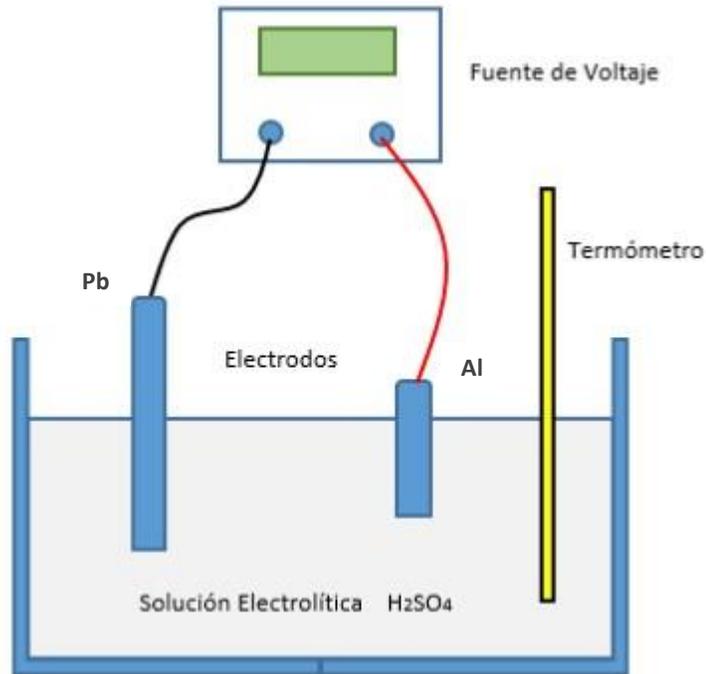


Nombre de la fuente: Los autores, fotografía elaboración propia.

Se desengrasaron las probetas mediante inmersión en alcohol a temperatura ambiente durante 30 segundos, seguido de lavado con agua destilada e inmersión en ácido nítrico al 50% en volumen (v/v) a temperatura ambiente durante 60 segundos; seguido se lavaron con agua destilada y se secaron con aire caliente [11].

En la celda de anodizado se utilizó como electrolito una solución de ácido sulfúrico (H_2SO_4) en concentraciones de 10% y 20% (v/v) a temperaturas de 279 K (6°C) y 291 K (18°C). El electrolito se enfrió durante la anodización usando una nevera con control de temperatura. Se utilizó una fuente de voltaje marca Unit-T modelo UTP3704S y las densidades de corriente utilizadas fueron de 16 mAcm^{-2} y 24 mAcm^{-2} . La figura 2.6 muestra el esquema de la celda utilizada para la obtención de las películas de óxido de aluminio (Al_2O_3) con un electrodo de plomo como cátodo y el otro electrodo (ánodo) es la probeta de aleación de aluminio del material del rotor de compresión a anodizar.

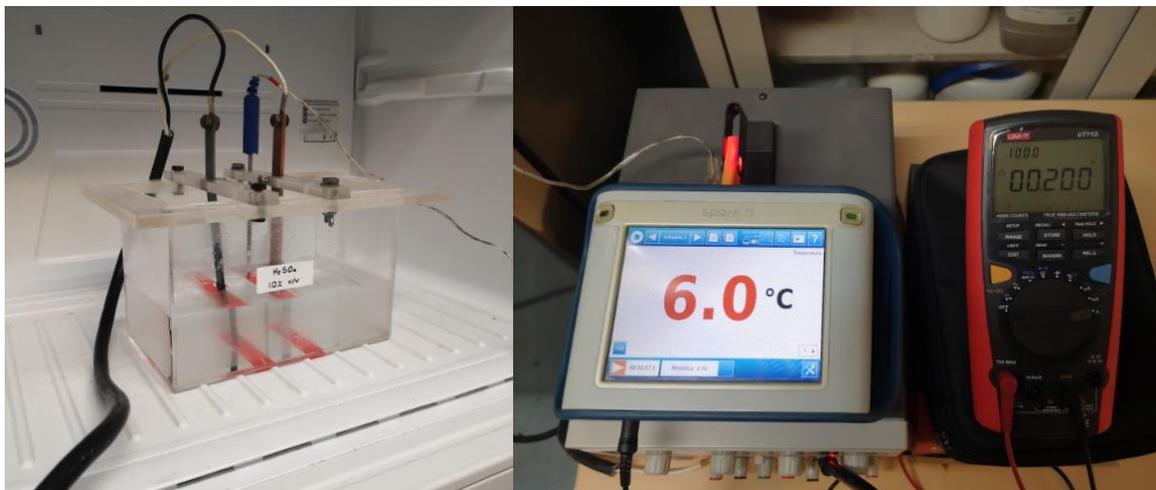
Figura 2.6 Esquema de celda de anodizado, indicando las conexiones desde la fuente de voltaje, ubicación del sensor y tipo de electrolito.



Nombre de la fuente: Los autores, imagen elaboración propia.

Como se ha explicado en el capítulo 1, el anodizado consiste en hacer crecer de forma controlada la capa protectora de óxido de aluminio (alúmina) consiguiendo obtener un aumento en el espesor de la capa en comparación de la que se obtiene de forma natural. Esto se obtiene aplicando una tensión eléctrica constante de manera que una densidad de corriente atraviese la superficie de la probeta que esta sumergida en el baño electrolítico. La probeta de aluminio del material con que este fabricado el rotor de compresión y al cual se le aplicará el recubrimiento de anodizado actuará como ánodo y una barra de plomo actuará como cátodo. En serie se conectará un multímetro marca Unit-T UT71D que permitirá verificar en todo tiempo la intensidad de corriente del sistema. También se dispone de un sensor que permitirá monitorear la temperatura del electrolito y verificar que permanezca en los valores destinados para el experimento. En la figura 2.7 se observa el montaje de la celda de anodizado con sus elementos.

Figura 2.7 Montaje de la celda de anodizado, donde se incluye la celda, la probeta de aluminio (ánodo), electrodo de Pb (cátodo), sensor de temperatura con termocupla y multímetro en serie con el circuito.



Nombre de la fuente: Los autores, fotografía elaboración propia.

La celda de anodizado es una celda electrolítica, estas son utilizadas para producir reacciones de oxido – reducción no espontaneas al proporcionarles energía en forma de corriente eléctrica desde una fuente de voltaje externa. En la celda electrolítica la electricidad en forma de corriente eléctrica pasa a través del electrolito y la energía eléctrica es convertida en energía química, la cual produce reacciones de reducción en el cátodo y de oxidación en el ánodo [99].

2.6 Caracterización de las películas de Al_2O_3

Se llevaron a cabo diferentes técnicas de caracterización de los recubrimientos de anodizado depositadas sobre el material del rotor de compresión. Con las diferentes técnicas se determinaron las características que presentan las muestras de material anodizado, con el fin de determinar de qué manera influyen o cuales son los factores que causan esas características y cuales podrían ser las condiciones que debería tener el proceso de anodizado del rotor de compresión para poder reemplazar el recubrimiento original que tiene este o si es factible o no este tipo de recubrimiento.

2.6.1 Determinación del espesor de las películas de Al_2O_3

El análisis del espesor del recubrimiento de anodizado se llevó a cabo comprobando el corte transversal de las probetas del material del rotor de compresión anodizadas. Utilizando un escariador de punta plana de 2 mm de diámetro en una máquina fresadora CNC se realizaron los cortes a las probetas para obtener placas más pequeñas con cortes transversales, las cuales posteriormente fueron encapsuladas en resina. Con el proceso de encapsulado queda visible únicamente la cara transversal de las probetas anodizadas, las cuales fueron preparadas mediante el proceso normal de preparación metalográfica, utilizando papel de lija hasta grado 2000.

Después de la preparación de la cara transversal de las muestras de material de rotor de compresión anodizado, se observaron en el microscopio electrónico de barrido (SEM) marca NeoScope JCM-5000 JEOL del laboratorio de nanotecnología del programa Tecnoacademia del SENA Tecnoparque Nodo Cazucá

Figura 2.8 Microscopio electrónico de barrido (SEM) laboratorio nanotecnología Tecnoacademia Tecnoparque Nodo Cazucá.

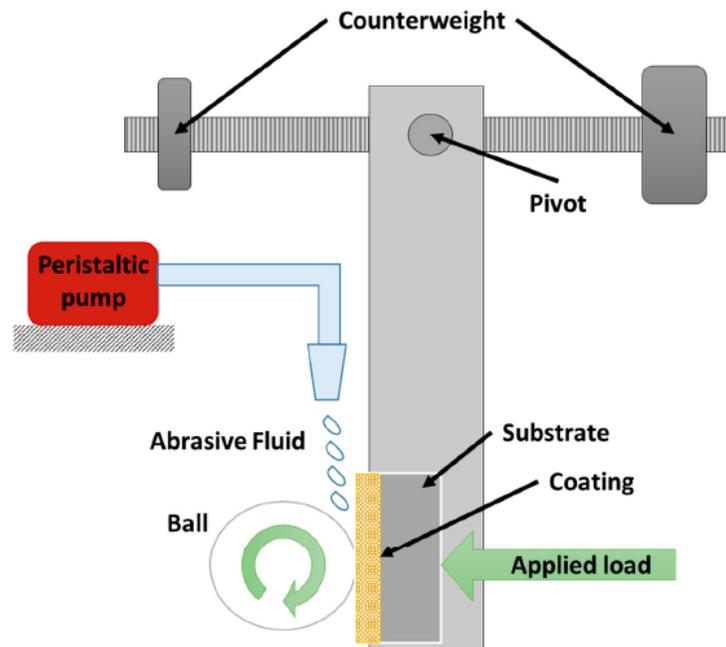


Nombre de la fuente: Los autores, fotografía elaboración propia.

2.6.2 Prueba de Microabrasión de las películas de Al_2O_3

El desarrollo de los ensayos de microabrasión se basa en el contenido de la guía de buenas prácticas de mediciones Número 57 [77]. La prueba se realizó en un equipo perteneciente a la tesis de grado “Rediseño y Construcción de una máquina de microabrasión para la evaluación de materiales con aplicaciones biomédicas” de la Universidad ECCI, que simula el desgaste entre dos superficies en contacto. La máquina de microabrasión consta de un brazo de palanca en el que se sujeta la probeta y una esfera fija entre dos ejes coaxiales. Mediante el movimiento de los contrapesos es posible regular la carga aplicada a la superficie de la muestra. La esfera es girada mediante un motor paso a paso que permite el control de la velocidad y el número de ciclos realizados. Además, una bomba peristáltica agrega un tercer elemento en forma de partículas abrasivas suspendidas en una solución para generar el proceso micro abrasivo [80].

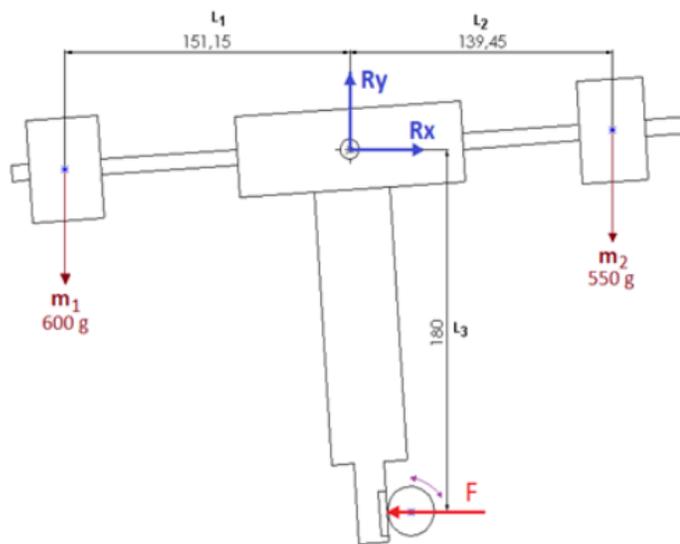
Figura 2.9 Esquema de máquina de microabrasión, que permite aplicar una carga normal entre la superficie de recubrimiento de la muestra y la esfera [80].



Nombre de la fuente: P. Guzm, L. Yate, M. Sandoval, J. Caballero, and W. Aperador, “Characterization of the Micro-Abrasive Wear in Coatings of TaC-HfC / Au for Biomedical Implants,” 2017, doi: 10.3390/ma10080842.

Para el cálculo de la carga aplicada a las probetas se realizó un análisis de diagrama de momentos y así determinar las distancias de las masas de los contrapesos al punto de pivote para aplicar la carga. De acuerdo a investigaciones realizadas por Cámara Cozza es posible aplicar cargas de 0,001 N hasta 5 N en la prueba de microabrasión [72].

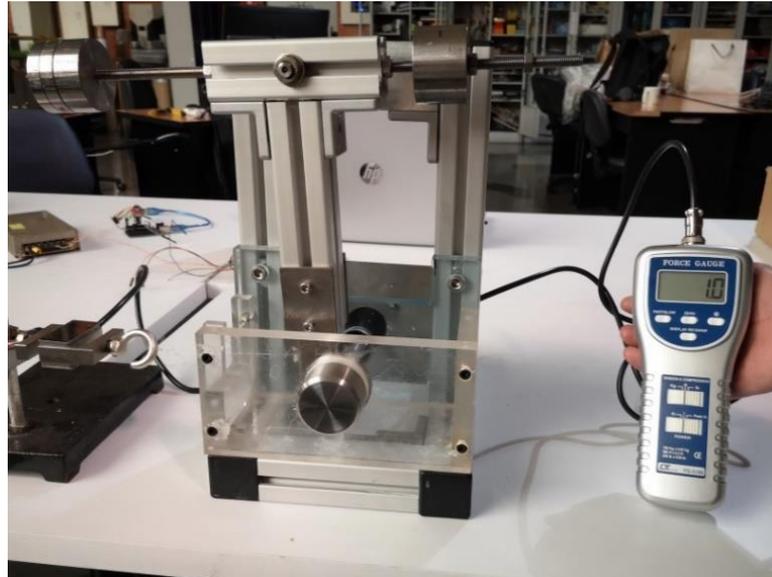
Figura 2.10 Esquema de cuerpo libre para el cálculo de las distancias de los contrapesos al punto de giro de la palanca.



Nombre de la fuente: J. Prieto, L. Mayorga, D. Saenz, Adaptado de "Rediseño y Construcción de una máquina de microabrasión para la evaluación de materiales con aplicaciones biomédicas", 2021, Universidad ECCI

Para el ensayo de microabrasión de las muestras anodizadas se utilizó una carga de 1 Newton por lo que fue necesario determinar las distancias de los contrapesos para obtener dicha fuerza de contacto en la superficie de la probeta. Para verificar el valor de carga se utilizó un sensor de carga marca Lutron FG-5100 sujetado al brazo pivotante de la máquina de microabrasión como se muestra en la figura 2.11

Figura 2.11 Verificación de la carga de 1N para la prueba de microabrasión, utilizando una celda de carga y sensor Lutron Fg-5100.



Nombre de la fuente: Los autores, fotografía elaboración propia.

Para realizar las mediciones de la huella de microabrasión la superficie de las muestras anodizadas fueron observadas mediante el microscopio electrónico de barrido (SEM) marca NeoScope JCM-5000 JEOL del laboratorio de nanotecnología del programa Tecnoacademia del SENA Tecnoparque Nodo Cazucá

2.6.3 Prueba de Microdureza Vickers a las películas de Al_2O_3

La realización de los ensayos se ha llevado a cabo mediante un Microdurometro Shimadzu M LA-075, provisto de un penetrador Vickers de la empresa Tratamientos Ferrotérmicos S.A.S, utilizando una carga de 200 gramos-fuerza con un tiempo de aplicación de 15 segundos a la capa anódica de las muestras, realizando tres medidas para obtener un promedio de microdureza [100].

Figura 2.12 Micro durómetro marca Shimadzu de la empresa Tratamientos Ferrotérmicos S.A.S.

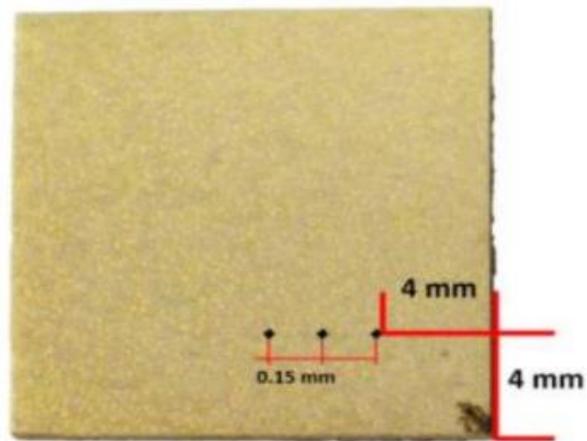


Nombre de la fuente: Los autores, fotografía elaboración propia.

Para realizar las mediciones de la diagonal de la huella dejada por el indentador de microdureza Vickers de las muestras anodizadas se utilizó el microscopio electrónico de barrido (SEM) marca NeoScope JCM-5000 JEOL del laboratorio de nanotecnología del programa Tecnoacademia del SENA Tecnoparque Nodo Cazucá.

Se realizaron 16 probetas con recubrimiento de anodizado según el modelo experimental con las siguientes medidas: longitud 20 mm, ancho 20 mm, espesor 3 mm. La toma de micro durezas se realizó como se observa en la figura 2.13; a la muestra se le realizó una marca con lápiz muy suave evitando daños en la superficie o en el recubrimiento para identificar el lado por el cual se hicieron las indentaciones, estas están situadas a 4 milímetros de la marca y separadas a 0,15 milímetros entre ellas. La carga que se utilizó para las indentaciones fue de 200 g.

Figura 2.13 Esquema de las indentaciones realizadas a las muestras anodizadas, según procedimiento elaborado por la empresa Ferrotérmicos S.A.S.



Nombre de la fuente: Los autores, fotografía elaboración propia.

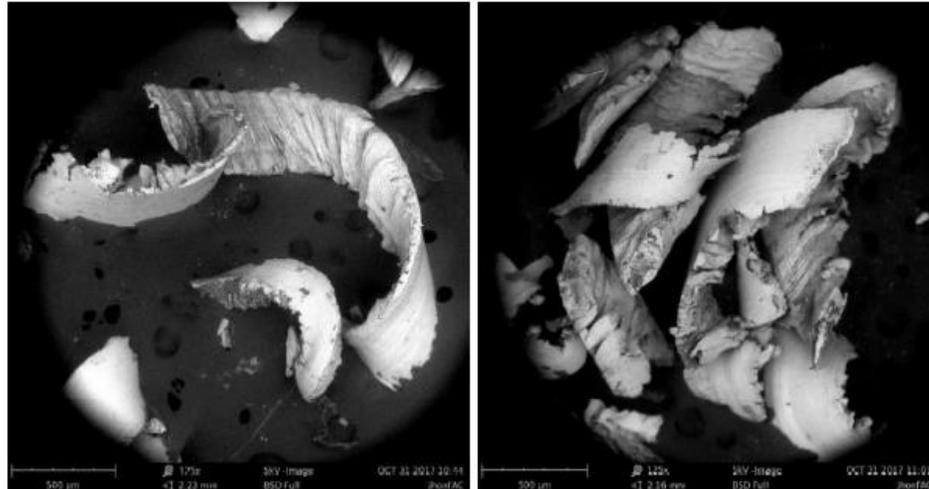
3.Resultados y Discusión

En este capítulo se recogen los resultados obtenidos en el desarrollo de este trabajo de investigación. En primer lugar, se mostrarán la evaluación inicial del rotor de compresión haciendo énfasis en su composición química y en el proceso de modelado 3D para la obtención del material para las probetas. En la segunda sección se muestra el procedimiento experimental realizado a las probetas y su preparación para la obtención del recubrimiento de anodizado crecidos mediante la celda electroquímica construida. Posteriormente se muestran los resultados obtenidos de la caracterización de los recubrimientos de anodizado con la identificación de su espesor, microabrasión y microdureza mediante la técnica de microscopía electrónica de barrido (SEM, por sus siglas en inglés) para realizar las mediciones respectivas.

3.1 Evaluación inicial del rotor en estado de recepción

El proceso de corte para las probetas de anodizado se realizó utilizando un centro de mecanizado de control numérico CNC, con una herramienta escariador plana de 4 labios cilíndrica de 5 milímetros de diámetro, donde se obtuvo 16 probetas de 20 x 60 milímetros para ensayos de anodizado. La viruta obtenida en este proceso se destinó para el análisis de la composición química mediante la técnica EDS del material original del rotor de compresión para determinar qué tipo de aleación de aluminio es.

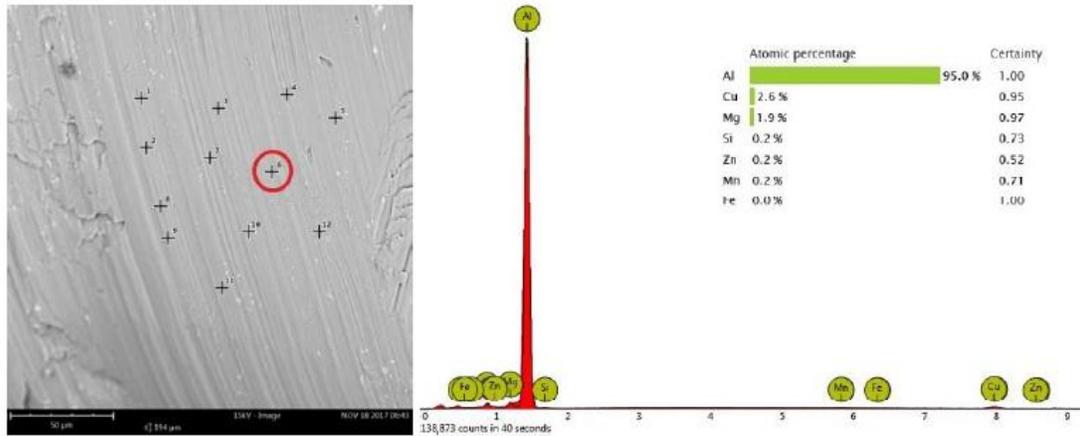
Figura 3.1 Viruta proceso de mecanizado, Imagen Microscopia Electrónica de Barrido, aumento125X.



Nombre de la fuente: Los autores, fotografía elaboración propia.

Mediante el microscopio electrónico de barrido SEM marca Phenom referencia PRO X, equipada con un software Element Identification (EID) y detector de espectrometría de dispersión de energía (EDS) de la Dirección de Postgrados de la Universidad ECCI, se realizó el estudio de la muestra de viruta tomando 12 puntos de manera aleatoria, con el objetivo de obtener una lista representativa de datos que determinen la composición del material. Una vez corrida la muestra, se hace énfasis en el punto 6, evidenciando el espectro de los materiales que la componen; el aluminio como el elemento más significativo y el cobre como principal material aleante. También se observa en porcentajes más bajos materiales como el Magnesio (Mg), Silicio (Si), Zinc (Zn), Manganeseo (Mn) y Hierro (Fe). De esta misma manera se realizó el análisis para cada uno de los 12 puntos, con una energía de dispersión atómica de 15 KV. Los datos se evidencian en la figura 3.2

Figura 3.2 A la derecha toma de puntos para análisis, Imagen Microscopia Electrónica de Barrido (SEM). A la izquierda Espectrómetro de difracción de rayos X, muestra de viruta punto 6.



Nombre de la fuente: Los autores, fotografía elaboración propia.

En la Tabla 3.1 se presentan los datos de las 12 zonas puntuales analizadas, donde se evidencia gran porcentaje de aluminio, y el cobre como material aleante más significativo. Una vez tabulados los datos se calculó el promedio de cada uno de los elementos, con porcentajes promedio de 94,8% para el Aluminio y 4,4% en el Cobre.

Tabla 3.1 Datos obtenidos en cada uno de los puntos analizados con sus respectivos porcentajes de componentes químicos.

PUNTOS	Aluminio	Cobre	Magnesio	Manganeso	Silicio	Zinc	Hierro
1	94,8	2,0	2,2	0,5	0,4	0	0,1
2	95,1	2,1	2,1	0,2	0,2	0,2	0
3	95,8	1,6	2,1	0,2	0	0	0,1
4	94,9	1,5	2,2	0,3	0	0	0,2
5	95,4	1,6	2,3	0,3	0	0	0
6	95,0	2,6	1,9	0,2	0,2	0,2	0
7	94,0	2,9	1,9	0,3	0,5	0,5	0,1
8	91,4	6,5	1,4	0,5	0	0	0,2
9	81,5	12,1	2,7	1,8	0,6	0,6	0,3
10	91,2	5,7	2,0	0,6	0,2	0,2	0
11	82,3	11,1	3,1	1,1	0,9	0,9	0
12	94,3	2,8	1,8	0,3	0,3	0,3	0,2
PROMEDIO	92,1	4,4	2,1	0,5	0,3	0,2	0,1
DESVIACIÓN ESTÁNDAR	5,00	3,74	0,43	0,48	0,28	0,29	0,10

De acuerdo con los datos obtenidos en el análisis de la composición química y utilizando como base la designación normalizada en las series de aluminio que aparece en la Tabla 3.2, se evidencia que el material del rotor de compresión pertenece a la serie 2000 ya que el cobre es el material aleante de la muestra con un porcentaje promedio del 4.4% después de aluminio.

Tabla 3.2 Sistemas de designación de aleaciones de aluminio [9].

Tipo de aleación	Designación de cuatro dígitos
Aleaciones forjadas	
99.00% (min) aluminio	1XXX
Cobre	2XXX
Manganeso	3XXX
Silicio	4XXX
Magnesio	5XXX
Magnesio y silicio	6XXX
Zinc	7XXX
Otros	8XXX
Aleaciones de fundición	
99.00% (min) aluminio	1XX. X
Cobre	2XX. X
Silicio con cobre y / o magnesio añadido	3XX. X
Silicio	4XX. X
Magnesio	5XX. X
Zinc	7XX. X
Estaño	8XX. X
Otros	9XX. X

Nota: Adaptado de J. R. Davis, "Light Metals and Alloys-Aluminum and Aluminum Alloys," Alloying: Understanding the Basics. American Society of Materials, pp. 351–416, 2001, doi: 10.1361/autb2001p351

Además del aluminio y el cobre, se encuentran otros elementos químicos con porcentajes más bajos que de igual manera suministran información para poder tener una aproximación a un tipo de aleación más específica. Estos elementos son el Magnesio, Manganeso, Silicio, Zinc y el Hierro con porcentajes promedio de 2.1%, 0.5%, 0.5%, 0.2%, y 0.1% respectivamente.

Tabla 3.3 Límites de composición química y registrada de aleaciones de aluminio [9].

Designación Internacional Registrada			Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti	Zr	OTROS		Al Mínimo
No.	Fecha	Por											Cada	Total	
2023	2004	FRANCIA	0.10	0.15	3.6 - 4.5	0.30	1.0 - 1.6	0.10	--	--	0.05	0.05 - 0.15	0.05	0.15	Rem.
2024	1954	USA	0.50	0.50	3.8 - 4.9	0.30	1.2 - 1.8	0.10	--	0.25	0.15	--	0.05	0.15	Rem.
2024A	1996	FRANCIA	0.15	0.20	3.7 - 4.5	0.15	1.2 - 1.5	0.10	--	0.25	0.15	--	0.05	0.15	Rem.
2124	1970	USA	0.20	0.30	3.8 - 4.9	0.30	1.2 - 1.8	0.10	--	0.25	0.15	--	0.05	0.15	Rem.
2224	1978	USA	0.12	0.15	3.8 - 4.4	0.30	1.2 - 1.8	0.10	--	0.25	0.15	--	0.05	0.15	Rem.
2224A	1997	RUSIA	0.10	0.15	3.8 - 4.5	0.40	1.2 - 1.6	--	0.05	0.10	0.01 - 0.07	--	0.05	0.15	Rem.
2324	1978	USA	0.10	0.12	3.8 - 4.4	0.30	1.2 - 1.8	0.10	--	0.25	0.15	--	0.05	0.15	Rem.
2424	1994	USA	0.10	0.12	3.8 - 4.4	0.30	1.2 - 1.6	--	--	0.20	0.10	--	0.05	0.15	Rem.
2524	1995	USA	0.06	0.12	4.0 - 4.5	0.45	1.2 - 1.6	0.05	--	0.15	0.10	--	0.05	0.15	Rem.
2624	2009	USA	0.08	0.08	3.8 - 4.3	0.45	1.2 - 1.6	0.05	--	0.15	0.10	--	0.05	0.15	Rem.
2724	2010	USA	0.15	0.20	3.8 - 4.9	0.30	1.2 - 1.8	--	--	0.25	0.06	0.08 - 0.14	0.05	0.15	Rem.
2824	2014	USA	0.08	0.11	3.7 - 4.3	0.50	1.1 - 1.6	0.05	--	0.25	0.15	--	0.05	0.15	Rem.
2026	1999	USA	0.05	0.07	3.6 - 4.3	0.30	1.0 - 1.6	--	--	0.10	0.06	0.05 - 0.25	0.05	0.15	Rem.
2027	2001	FRANCIA	0.12	0.15	3.9 - 4.9	0.50	1.0 - 1.5	--	--	0.20	0.08	0.05 - 0.15	0.05	0.15	Rem.

Nota: Adaptado de J. R. Davis, "Light Metals and Alloys-Aluminum and Aluminum Alloys," Alloying: Understanding the Basics. American Society of Materials, pp. 351–416, 2001, doi: 10.1361/autb2001p351

En la Tabla 3.3 se muestra algunas aleaciones de la serie 2XXX normalizadas con sus respectivos elementos químicos. Realizando la comparación de datos obtenidos con esta tabla, se logra minimizar el rango de aleaciones que contienen los elementos químicos que componen el rotor de compresión. Un factor importante para tener en cuenta es el rango

de porcentajes aceptables de cada elemento químico, donde el análisis direcciona hacia la aleación de aluminio 2024. Además, otro factor que permite direccionar hacia ese tipo de aleación es el año a partir del cual se empezó a utilizar y concuerda con la década donde los rotores de compresión de estos tipos de motores se fabricaron.

Para obtener un análisis más cuantitativo de la composición química de la aleación del rotor de compresión se realizó una prueba de espectrometría de emisión óptica por chispa (OES, por sus siglas en inglés) a una muestra del material utilizando un espectrómetro de metales marca Baird DV4 del Laboratorio de Materiales y Procesos de la Universidad Nacional de Colombia sede Bogotá. Los resultados se muestran en la Tabla 3.4.

Tabla 3.4 Resultados de composición química de la muestra del rotor de compresión de ensayo de espectrometría de emisión óptica por chispa (OES).

Elemento	Punto 1	Punto 2	Punto 3	Promedio	Desviación E.
Al	92,997	93,090	92,686	92,924	0,212
Si	0,809	0,808	0,835	0,817	0,015
Fe	0,340	0,332	0,410	0,361	0,043
Cu	4,443	4,325	4,540	4,436	0,108
Mn	0,619	0,613	0,637	0,623	0,012
Mg	0,598	0,631	0,673	0,634	0,038
Cr	0,020	0,020	0,021	0,020	0,001
Ni	0,009	0,009	0,011	0,010	0,001
Zn	0,086	0,089	0,098	0,091	0,006
Pb	0,012	0,014	0,015	0,013	0,002
Sn	0,012	0,013	0,017	0,014	0,003
Ti	0,038	0,040	0,038	0,039	0,001
V	0,016	0,017	0,017	0,017	0,001
Co	0,001	0,001	0,003	0,002	0,001

Los resultados indican de nuevo que el tipo de aleación a la cual corresponde el material del rotor pertenece a la serie 2XXX por el alto contenido de cobre. Los resultados de los

valores de los elementos químicos de la composición del material se acercan a la aleación de aluminio AA2024, lo que corresponde según la literatura al tipo de aleación que se utilizaba en los años de fabricación del rotor de compresión para piezas de la industria aeroespacial.

3.1.1 Modelado 3D del Rotor de Compresión

El componente y su geometría fueron analizados con el fin de realizar cortes para obtener probetas para los ensayos de anodizado. Por esta razón se realizó la digitalización de la pieza utilizando un equipo de escaneo tridimensional marca ZScanner 800 y se determinó mediante el modelo CAD (modelado asistido por computador) los cortes a realizar para la obtención de las probetas necesarias. Este proceso se realizó con el fin de optimizar al máximo el material del componente generando el mínimo de pérdidas.

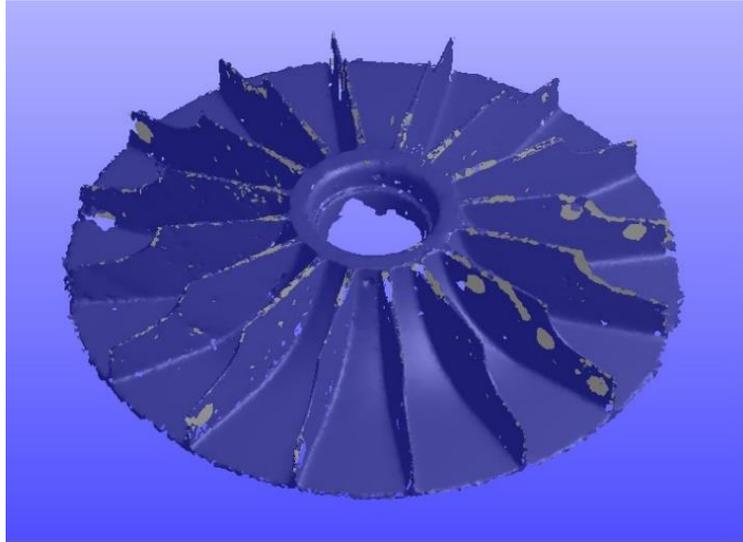
Figura 3.3 Proceso de escaneo 3D utilizando Escáner 3D ZScanner800 ZCORPORATION.



Nombre de la fuente: Los autores, fotografía elaboración propia.

En el proceso de digitalización se implementó el software **VXelements**™, el cual permite editar la superficie escaneada mejorando la geometría.

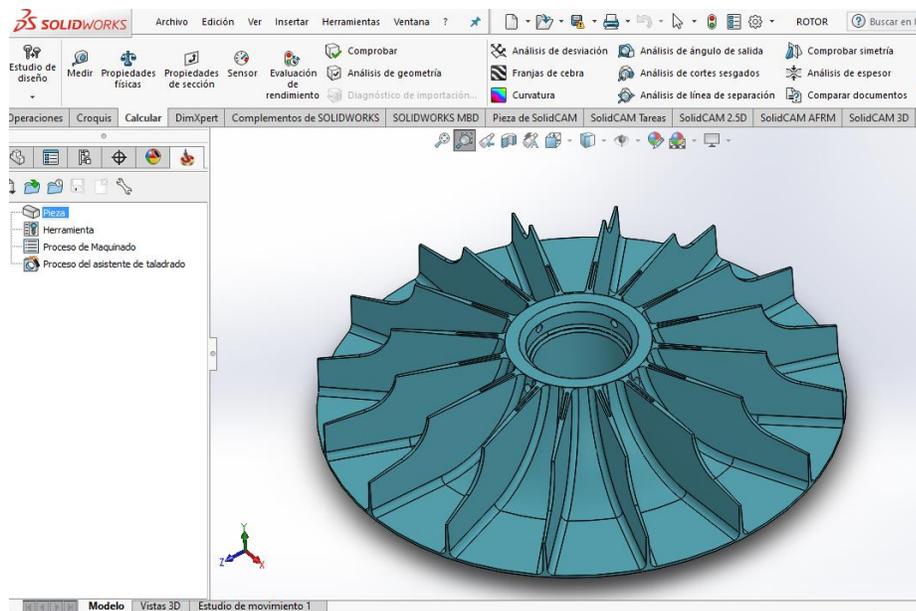
Figura 3.4 Digitalización del rotor de compresión en software VXELEMENTS.



Nombre de la fuente: Los autores, fotografía elaboración propia.

Posteriormente a la digitalización del componente, se lleva el modelo obtenido con el escáner 3D al software de diseño  SolidWorks® de la empresa Dassault Systèmes.

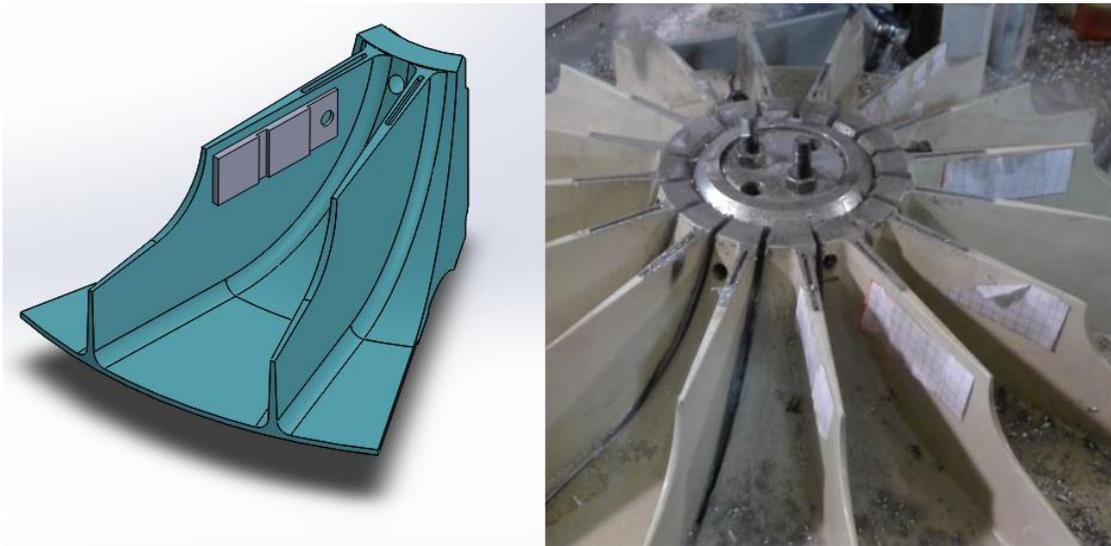
Figura 3.5 Modelo CAD mediante Software SolidWorks®.



Nombre de la fuente: Los autores, imagen elaboración propia.

Una vez obtenido el modelo 3D, se determinó de que secciones se pueden obtener las probetas para la medición de las propiedades de la película anódica de recubrimiento, tanto para el cálculo de la microabrasión como de la microdureza y espesor de capa. El diseño CAD permitió determinar que la sección donde se puede obtener estas probetas con las especificaciones requeridas mediante cortes de mecanizado es en la parte de las aletas del rotor como lo muestra la figura 3.6.

Figura 3.6 Ubicación del área del rotor de donde se obtendrán las probetas para proceso de anodizado.



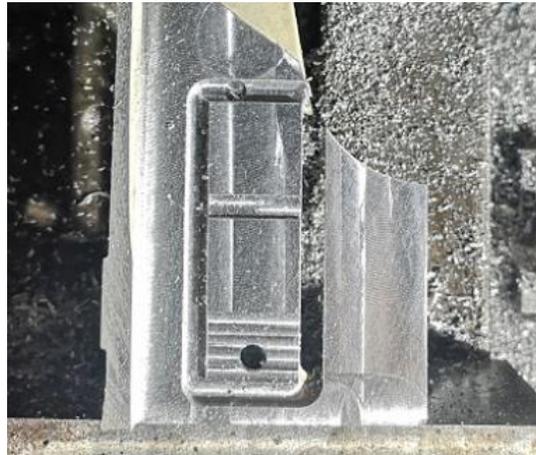
Nombre de la fuente: Los autores, imagen elaboración propia.

En primer lugar, se realizaron cortes radiales mediante una sierra circular para obtener la sección de las aletas de donde posteriormente se obtendrá las probetas para el diseño experimental. Una vez obtenida la sección del material a cortar se realiza la programación del proceso de fresado mediante un software CAM. Para la programación del mecanizado se utilizó el software  Mastercam®.

Para poder montar las probetas al ánodo de la celda de anodizado se hace necesario mecanizar un agujero que permitirá sujetar la muestra y permitir el paso de la corriente necesaria para que se produzca el proceso de anodizado correctamente. Para evitar que se genere corrosión galvánica que es el proceso electroquímico en el que un metal se corroe al estar en contacto directo con un metal diferente inmerso en un electrolito, efecto

que sucede si se sujeta las probetas con un tornillo común, se utiliza tornillos de acrílico para sujetar la muestra.

Figura 3.7 Fotografía del proceso de mecanizado en fresadora CNC para la obtención de la probeta.



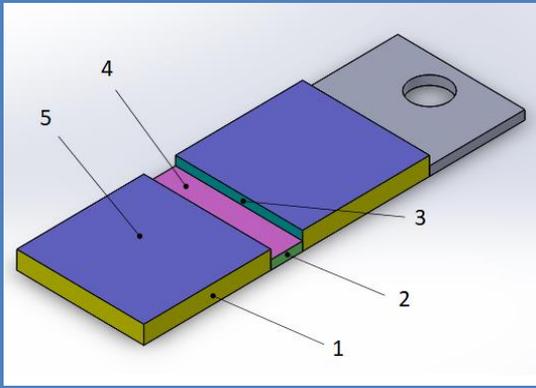
Nombre de la fuente: Los autores, fotografía elaboración propia.

Para la obtención de las probetas, el corte se realizó utilizando un centro de mecanizado de control numérico CNC, con una herramienta escariador plana de 4 labios cilíndrica de 5 milímetros de diámetro, donde se obtuvo 16 probetas de 60 x 20 x 2.8 milímetros para ensayos de anodizado. Las medidas y especificaciones de la probeta utilizada para los ensayos de anodizado se muestran en la figura 3.8. El diseño de las probetas permite obtener dos áreas anodizadas con los mismos parámetros del experimento y así obtener dos probetas más pequeñas de 20 mm x 20 mm. Una para utilizar en los ensayos de microabrasión y medición de espesor de capa y otra para los ensayos de microdureza.

Un aspecto importante es calcular la densidad de corriente que se aplica durante el proceso de anodizado para cumplir con los valores recomendados en la literatura y de esta forma se produzca el anodizado de manera óptima. El valor de la densidad de corriente debe calcularse en función del área de aluminio sumergido en el electrolito. Debido a que la ubicación de la probeta es frente al cátodo y como existe un solo de ellos pueden existir diferencias en las capas de anodizado de la caras anterior y posterior de la probeta.

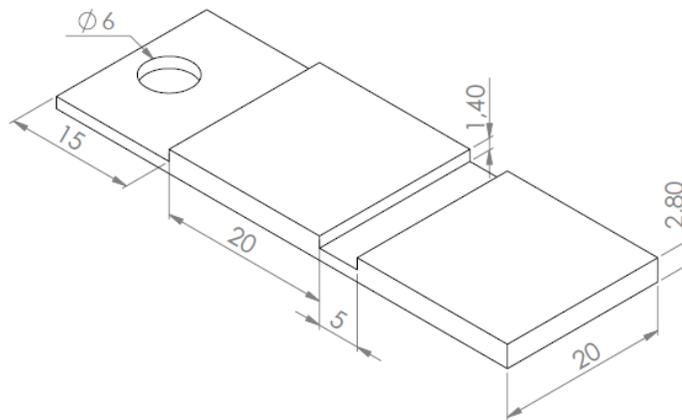
Para evitar que se generen diferentes anodizados en las caras de la probeta por estar a diferentes distancias ya que una cara estaría frente al cátodo y la otra cara opuesta al mismo, se determinó dejar el costado posterior de las probetas con el recubrimiento original de manera que el área sobre la cual va a incidir la densidad de corriente será la cara del costado anterior de la probeta. El área total de la probeta sumergida en el electrolito es de 12,50 cm². En la tabla 3.5 se muestra el cálculo del área para determinar la densidad de corriente utilizada en los ensayos de anodizado.

Tabla 3.5 Cálculo del área de la probeta a anodizar para determinar la densidad de corriente utilizada. Fuente: Los autores.



SECCION	AREA (cm ²)	CANTIDAD DE SECCIONES	SUBTOTAL (cm ²)
1	0,56	5	2,80
2	0,07	2	0,14
3	0,28	2	0,56
4	1,00	1	1,00
5	4,00	2	8,00
TOTAL			12,50

Figura 3.8 Probeta para ensayo de anodizado de material del rotor de compresión, con agujero para su sujeción con tornillo plástico en el ánodo.



Nombre de la fuente: Los autores, imagen elaboración propia.

3.2 Proceso de anodizado de las muestras

En este apartado se expone todo lo relativo a la realización de los ensayos de anodizado a las 16 probetas de obtenidas del material del rotor de compresión. Se explica a detalle el proceso de preparación previa de las probetas antes del proceso de anodizado, las características y niveles de los factores utilizados en el procedimiento experimental de acuerdo con la literatura encontrada y los resultados obtenidos.

Antes de comenzar con el proceso de anodizado es fundamental realizar un proceso de limpieza a las probetas para obtener un correcto procedimiento experimental. La secuencia del proceso se muestra en la figura 3.9.

Figura 3.9 Metodología del procedimiento experimental de anodizado.



Nombre de la fuente: Los autores, imagen elaboración propia.

Para ello el primer paso es sumergir en alcohol para eliminar cualquier resto de grasa que tenga la superficie que se va a anodizar. Tras haber permanecido 30 segundos sumergido en el alcohol etílico, se retira y se lava con agua desionizada.

Para conseguir una superficie lo más homogénea posible y al mismo tiempo eliminar restos de óxido natural que se pueden generar en la superficie es necesario sumergir la probeta en ácido nítrico al 50% en volumen durante 60 segundos. Finalmente se enjuaga con agua desionizada y se retira la humedad con una pistola de calor.

Figura 3.10 Elementos utilizados en el procedimiento de limpieza de las probetas.



Nombre de la fuente: Los autores, fotografía elaboración propia.

Después de realizar estos pasos la muestra se encuentra lista para el proceso de anodizado. Se sujeta la muestra al ánodo de la celda y se aplica la densidad de corriente, temperatura y concentración de electrolito determinado en el experimento. La duración del proceso de anodizado no es un factor para tener en cuenta en el ensayo por lo que siempre se utiliza un tiempo constante para todas las pruebas de una hora. En la tabla 3.6 se muestra en resumen las condiciones utilizadas en el experimento.

Tabla 3.6 Factores y niveles del procedimiento experimental de anodizado.

Diseño experimental factorial 2 ^k del proceso de anodizado			
Niveles	Concentración de Electrolito [% H ₂ SO ₄ v/v]	Temperatura [°C]	Densidad de Corriente [mA/cm ²]
Bajo	10	6	16
Alto	20	18	24

3.3 Caracterización de las películas de Al₂O₃

Una vez se tienen las probetas listas para el proceso de anodizado se determinan las condiciones a las cuales se debe realizar el experimento según el diseño experimental factorial 2^k previsto en el presente proyecto. Para cada condición del experimento se asignan una letra y un número para poder distinguir las condiciones en que fue realizado el proceso de anodizado; para la primera replica se asignan el número 1 y para la segunda replica el número 2. El orden de cada prueba lo determina el resultado del diseño experimental creado con el software de estadística  Minitab® para hacer el proceso lo más aleatorio posible. En la tabla 3.7 se muestra las condiciones para cada experimento realizado y su código de asignación.

Tabla 3.7 Condiciones experimentales de procesos de anodizado desarrollados.

Probeta	Concentración de H ₂ SO ₄ v/v [%]	Temperatura [°C]	Densidad de corriente [mA/cm ²]
REPLICA 1			
A1	20	6	16
B1	20	6	24
C1	20	18	16
D1	20	18	24
E1	10	6	16
F1	10	6	24
G1	10	18	16
H1	10	18	24

Probeta	Concentración de H ₂ SO ₄ v/v [%]	Temperatura [°C]	Densidad de corriente [mA/cm ²]
REPLICA 2			
A2	20	6	16
B2	20	6	24
C2	20	18	16
D2	20	18	24
E2	10	6	16
F2	10	6	24
G2	10	18	16
H2	10	18	24

En la celda de anodizado se dispone de un volumen de un litro de solución para cubrir las probetas completamente y así realizar el proceso anodizado a cada una de ellas. Para obtener un baño electrolítico de una concentración de 15% en volumen de ácido sulfúrico comercial se necesitan 150 ml de ácido sulfúrico y 850 ml de agua desionizada. Y para una concentración de 20% en volumen serán 200 ml de ácido sulfúrico y 800 ml de agua desionizada.

Estas serían los volúmenes necesarios si el ácido sulfúrico fuera 100% puro, lo cual es muy difícil de obtener. El ácido conocido como “puro” tiene una concentración del de 96% por lo que realmente el volumen necesario para cada baño electrolítico será:

$$150 \text{ ml } H_2SO_4 \times \frac{100}{96} = 156.25 \text{ ml de ácido sulfúrico}$$

$$200 \text{ ml } H_2SO_4 \times \frac{100}{96} = 208.30 \text{ ml de ácido sulfúrico}$$

Otro aspecto fundamental para tener en cuenta es calcular la corriente que es necesaria aplicar durante el proceso para cumplir con las densidades de corrientes seleccionadas según la literatura consultada. El valor de esta corriente se debe calcular en función del área de aluminio sumergida en el electrolito. El cálculo del área sumergida se obtuvo en el apartado 3.1.1 del presente trabajo, por tanto, las corrientes necesarias para cada nivel de densidad de corriente son:

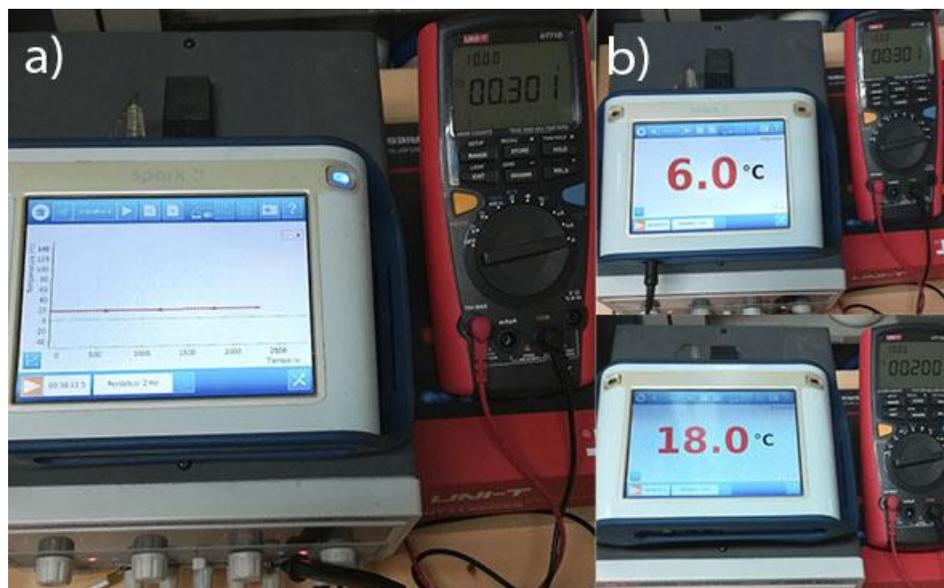
$$16 \frac{\text{mA}}{\text{cm}^2} \times 12.50 \text{ cm}^2 = 200 \text{ mA}$$

$$24 \frac{mA}{cm^2} \times 12.50 cm^2 = 300 mA$$

La celda de anodizado esta provista de un multímetro para medir continuamente el valor de la corriente durante el proceso de anodizado, pero hay que tener en cuenta que conforme se va anodizando la superficie de la muestra se va volviendo aislante, por lo que es necesario ir aumentando la tensión progresivamente para mantener una densidad de corriente constante según el nivel requerido.

La temperatura a lo largo de todo el proceso de anodizado se mantiene mediante el control de temperatura de la nevera donde se ubica la celda de anodizado y también cerrando y abriendo la puerta de la nevera. El monitoreo de la temperatura se realiza por medio de una sonda ubicada en la celda conectada a un sistema Pasco Spark PS-2008A donde se muestra y se registra la temperatura durante el experimento. En la figura 3.11 se observa el monitoreo de la corriente y temperatura aplicada en el proceso de anodizado, así como un registro que se hace de la temperatura con el equipo Pasco Spark para verificar que se mantiene más o menos constante a lo largo del experimento.

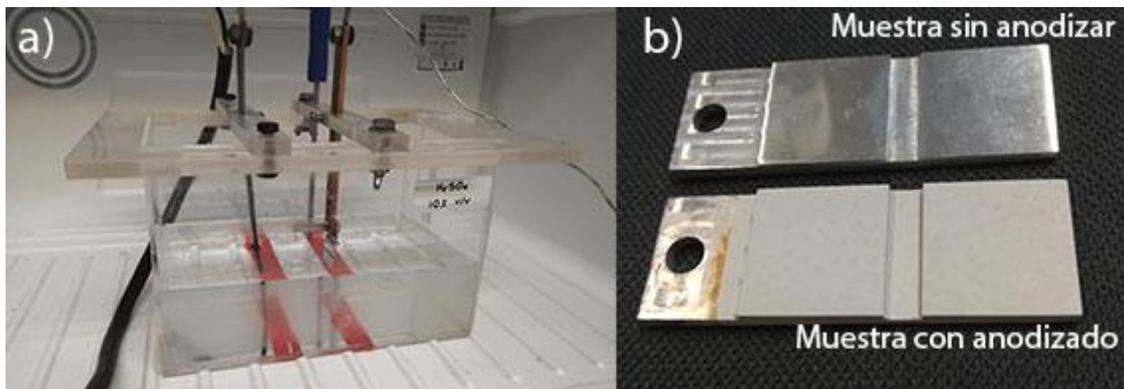
Figura 3.11 Monitoreo de condiciones de anodizado: a) Registro de temperatura de anodizado a lo largo del experimento b) Monitoreo de temperatura y amperaje del circuito eléctrico de la celda de anodizado.



Nombre de la fuente: Los autores, fotografía elaboración propia.

Ya se ha indicado en el apartado 3.2 todo el proceso de preparación de la superficie necesaria para tener las probetas listas para realizar el anodizado. Una vez se tienen las condiciones para cada variable involucrada en el proceso de anodizado a analizar según el diseño experimental y con la preparación de la superficie de la probeta, se sumerge la muestra de manera que quede cubierta toda la superficie a anodizar por el electrolito y se aplica tensión al circuito durante una hora. En la figura 3.12 b) se observa el cambio que se obtiene en el aspecto del aluminio después de aplicar el proceso de anodizado donde se observa a simple vista que existe una diferencia en la superficie del material que presenta un aspecto opaco debido al óxido formado en el sustrato del aluminio.

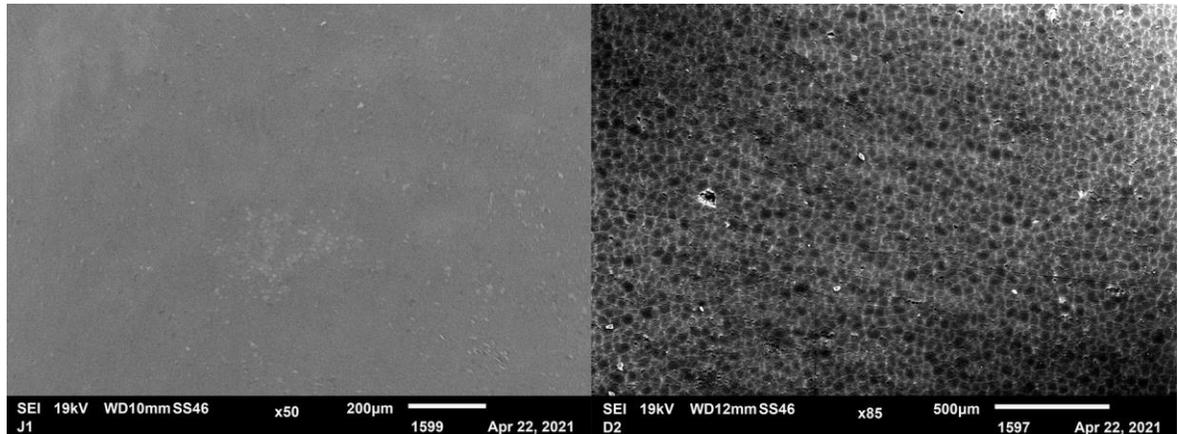
Figura 3.12 Proceso de anodizado: a) Celda de anodizado b) Probeta de material de aluminio del rotor de compresión antes y después de anodizado.



Nombre de la fuente: Los autores, fotografía elaboración propia.

En la figura 3.13 se observa las imágenes por microscopía electrónica de barrido SEM de la morfología que se presenta en la superficie de las muestras de aluminio antes y después del anodizado. La imagen a) corresponde a la superficie de la muestra de aluminio 2024 sin película de óxido, la imagen b) corresponde a la superficie de una muestra con película de óxido obtenida en el anodizado.

Figura 3.13 Micrografía SEM de la morfología de la superficie del aluminio AA2024 antes y después del tratamiento de anodizado. a) Superficie de la muestra sin película de anodizado b) Superficie de muestra anodizada a concentración de H_2SO_4 de 20% a 18°C y 24 mA/cm^2 .

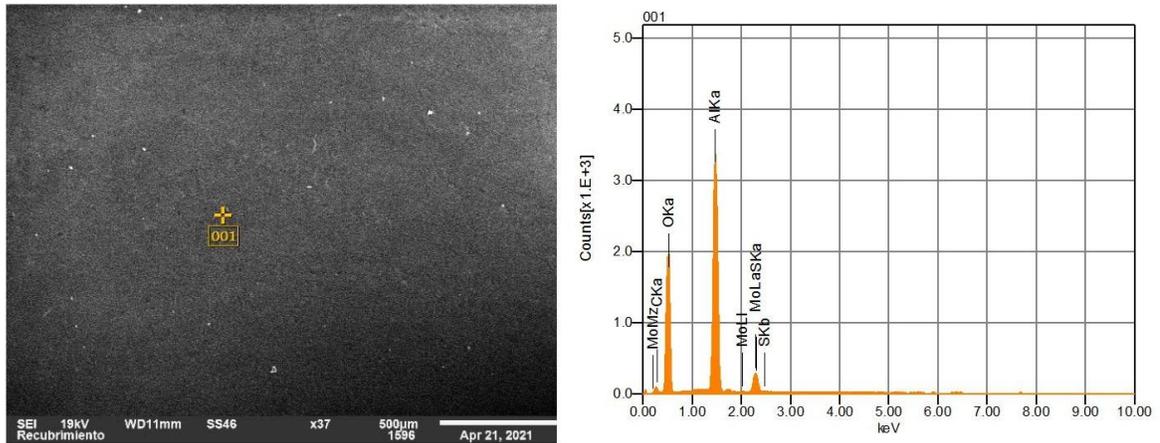


Nombre de la fuente: Los autores, fotografía elaboración propia.

En la imagen se observa que después del proceso de oxidación anódica se obtuvo una microestructura de alúmina porosa. Se destaca los poros de diferente tamaño y su distribución de forma aleatoria. La distribución y estructura de los poros es consistente con los resultados obtenidos por Elabar *et al.* [12] y Abdel-Salam *et al.* [101], quienes obtuvieron morfologías similares al utilizar ácido sulfúrico como electrolito.

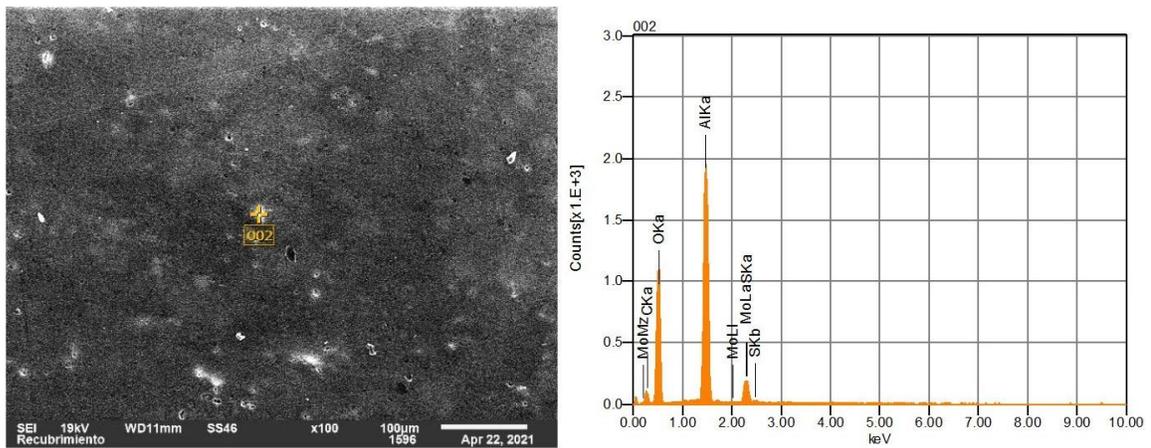
Con el fin de identificar los elementos presentes en la microestructura de la capa de óxido anodizado se realizó espectrometría de dispersión de energía de rayos X (EDS). En las figuras 3.14 a 3.19 se observa la superficie de las muestras de anodizado como también los análisis semicuantitativos EDS de las capas de óxido para las muestras A2, B1, D2, E1, G1, H1. Este análisis se aplicó a una superficie general de toda la superficie de la muestra y además sobre varios sitios o puntos de interés en la imagen general de microscopía electrónica de barrido (SEM). En las tablas 3.7 y 3.8 se identifican los promedios y las desviaciones estándar de los elementos que componen las diferentes zonas analizadas por EDS para las muestras.

Figura 3.14 Imagen SEM de la superficie para la muestra anodizada A2 para las condiciones 20% de concentración de electrolito, temperatura de 6°C y de densidad de corriente 16 mA/cm² con su respectivo análisis EDS.



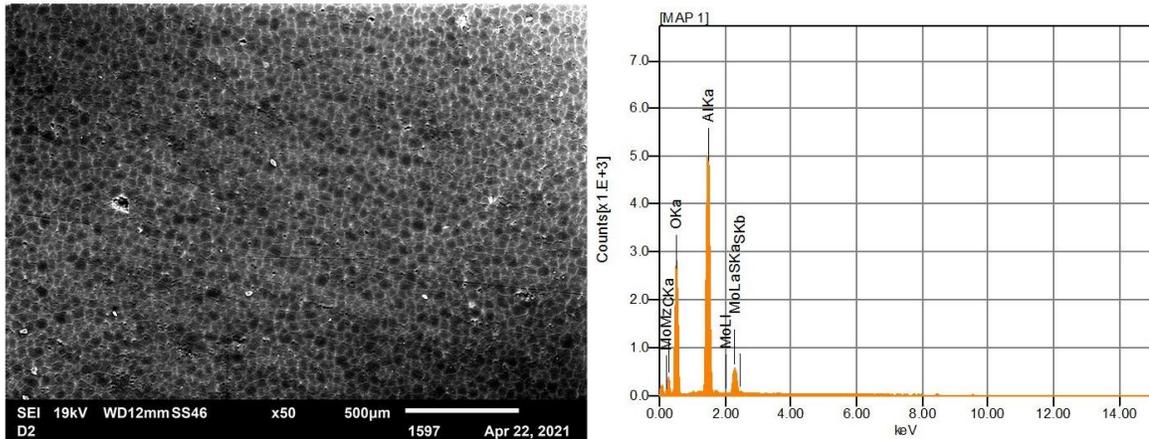
Nombre de la fuente: Los autores, fotografía elaboración propia.

Figura 3.15 Imagen SEM de la superficie para la muestra anodizada B1 para las condiciones 20% de concentración de electrolito, temperatura de 6°C y de densidad de corriente 24 mA/cm² con su respectivo análisis EDS.



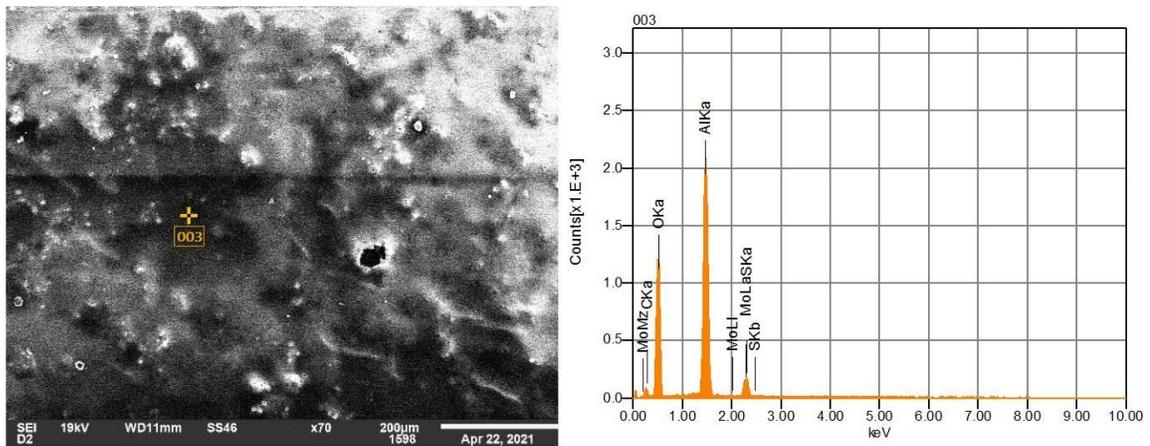
Nombre de la fuente: Los autores, fotografía elaboración propia.

Figura 3.16 Imagen SEM de la superficie para la muestra anodizada D2 para las condiciones 20% de concentración de electrolito, temperatura de 18°C y de densidad de corriente 24 mA/cm² con su respectivo análisis EDS.



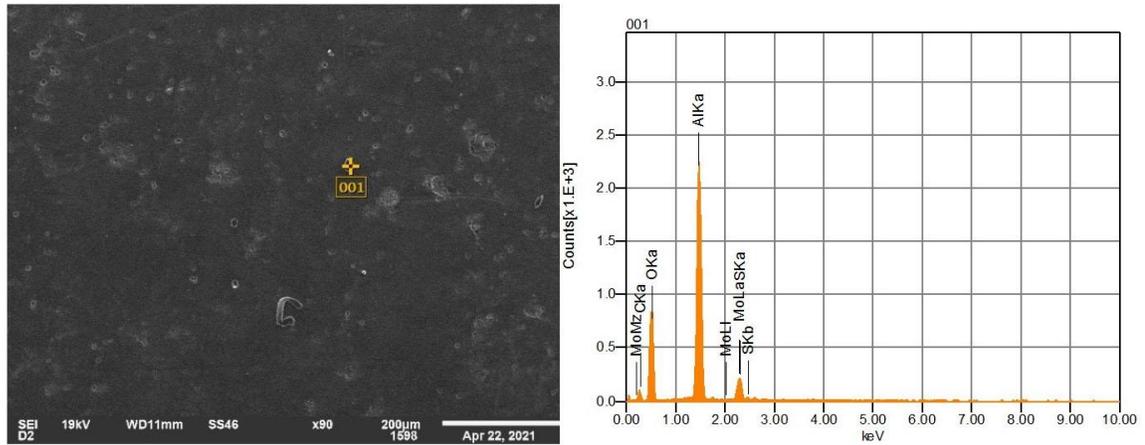
Nombre de la fuente: Los autores, fotografía elaboración propia.

Figura 3.17 Imagen SEM de la superficie para la muestra anodizada E1 para las condiciones 10% de concentración de electrolito, temperatura de 6°C y de densidad de corriente 16 mA/cm² con su respectivo análisis EDS.



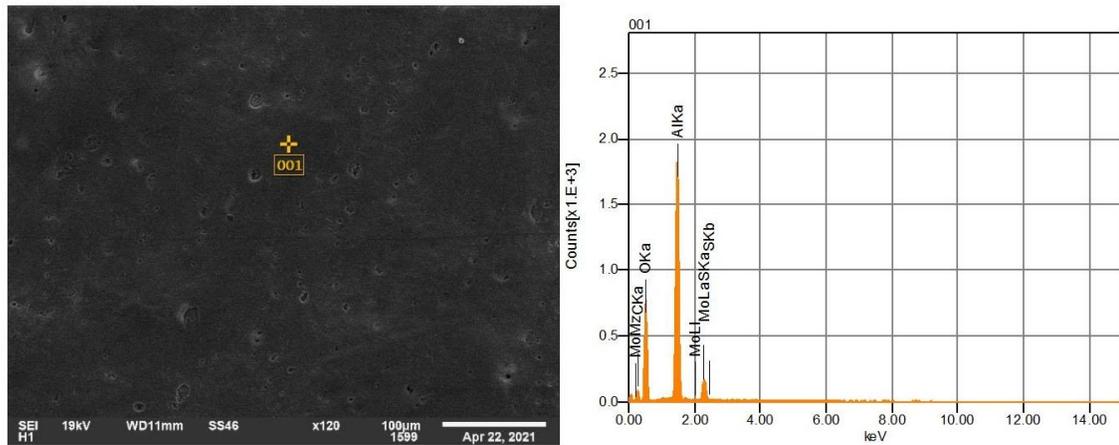
Nombre de la fuente: Los autores, fotografía elaboración propia.

Figura 3.18 Imagen SEM de la superficie para la muestra anodizada G1 para las condiciones 10% de concentración de electrolito, temperatura de 18°C y de densidad de corriente 16 mA/cm² con su respectivo análisis EDS.



Nombre de la fuente: Los autores, fotografía elaboración propia.

Figura 3.19 Imagen SEM de la superficie para la muestra anodizada H1 para las condiciones 10% de concentración de electrolito, temperatura de 18°C y de densidad de corriente 24 mA/cm² con su respectivo análisis EDS.



Nombre de la fuente: Los autores, fotografía elaboración propia.

Tabla 3.8 Porcentaje de masa para los elementos de la capa de óxido de las muestras analizadas por EDS.

Mass%						
Muestra	Al	O	C	S	Mo	Total
A2	28,93	50,79	12,98	2,45	4,84	100
B1	25,21	49,29	19,29	2,31	3,90	100
D2	23,32	47,54	22,46	2,61	4,07	100
E1	27,70	51,53	15,55	2,27	2,95	100
G1	28,31	41,47	22,85	2,59	4,80	100
H1	27,94	46,53	18,92	2,30	4,32	100
Promedio	26,90	47,86	18,68	2,42	4,15	
Desviación Estándar	2,17	3,66	3,86	0,15	0,70	

Tabla 3.9 Porcentaje atómico para los elementos de la capa de óxido de las muestras analizadas por EDS.

Atom%						
Muestra	Al	O	C	S	Mo	Total
A2	19,65	58,21	19,81	1,40	0,93	100
B1	16,30	53,73	28,01	1,26	0,71	100
D2	14,83	50,97	32,07	1,40	0,73	100
E1	18,20	57,07	22,93	1,25	0,55	100
G1	18,49	45,69	33,51	1,42	0,88	100
H1	18,37	51,63	27,93	1,27	0,80	100
Promedio	17,64	52,88	27,38	1,33	0,77	
Desviación Estándar	1,75	4,55	5,24	0,08	0,14	

A partir de la información suministrada por la técnica EDS, se determina que se logró obtener la capa de óxido según el proceso de anodizado realizado en cada una de las muestras ya que los valores para oxígeno y aluminio así lo demuestran. Sin embargo, también se encuentran trazas pequeñas de otros elementos que se pueden atribuir a

procesos y elementos utilizados en la preparación de las muestras que contaminaron la superficie de la capa de óxido, por ejemplo, el molibdeno se debe al refrigerante utilizado en el proceso de corte de las probetas. El azufre claramente se debe al ácido sulfúrico utilizado en el proceso de anodizado y el carbón siempre se encuentra presente como resultado de la manipulación de las muestras debido a elementos orgánicos como grasa, suciedad e incluso debido a la cinta de carbón que se utiliza para fijar la muestra en el porta muestras del SEM.

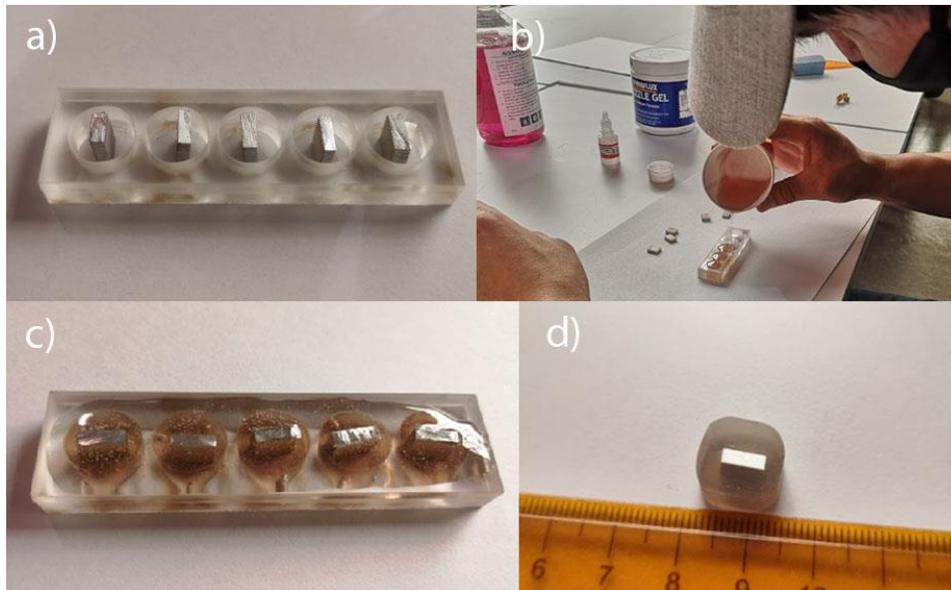
En general, los resultados EDS muestran una distribución heterogénea de Al, O, Mo, C, S en la superficie de las muestras y, debido a que no se calibró con estándares de cada uno de los elementos, no se llevó a cabo un análisis cuantitativo de rigor [102]. A menos que se utilicen estándares, el análisis produce un análisis semicuantitativo basado en el software de computadora y los parámetros instrumentales asumidos.

Sin embargo, estos resultados semicuantitativos del análisis elemental EDS permiten observar que se tienen altos montos de aluminio y oxígeno. Esto es acorde a lo esperado debido a que en la superficie se tiene una capa de óxido de aluminio obtenida mediante el proceso de anodizado. Por lo tanto, el uso de la espectroscopia de rayos X de dispersión de energía (EDS) asociada con el microscopio electrónico de barrido (SEM) es una excelente técnica para obtener la identificación química de los productos obtenidos mediante la oxidación.

3.3.1 Determinación del espesor de las películas de Al_2O_3

Para determinar los efectos causados en el espesor de la película de acuerdo el diseño experimental se hace necesario realizar la medición del espesor de la capa de óxido obtenido en el proceso de anodizado. A las probetas de anodizado se hacen cortes transversales para obtener unas muestras más pequeñas y poder encapsularlas en resina para posteriormente darles un proceso tradicional de preparación metalográfica a la superficie del corte transversal a examinar. En la fotografía se puede observar el procedimiento de encapsulado.

Figura 3.20 Preparación muestras para medición espesor de capa. a) Ubicación de la muestra en el molde b) Recubrimiento con resina c) Encapsulado de las muestras d) Pulido de superficie para observación en SEM.



Nombre de la fuente: Los autores, fotografía elaboración propia.

Después de la preparación metalográfica de la cara transversal de las muestras de aluminio anodizado, estas se observaron en el microscopio electrónico de barrido SEM. En el proceso de observación de las muestras se capturan imágenes de la capa de anodizado para cada muestra. De estas imágenes se toman tres mediciones de espesor de la película de anodizado con el software que trae el equipo. Con esto se obtuvo un valor promedio de espesor de película para cada muestra. Los datos obtenidos se registran en la tabla 3.12.

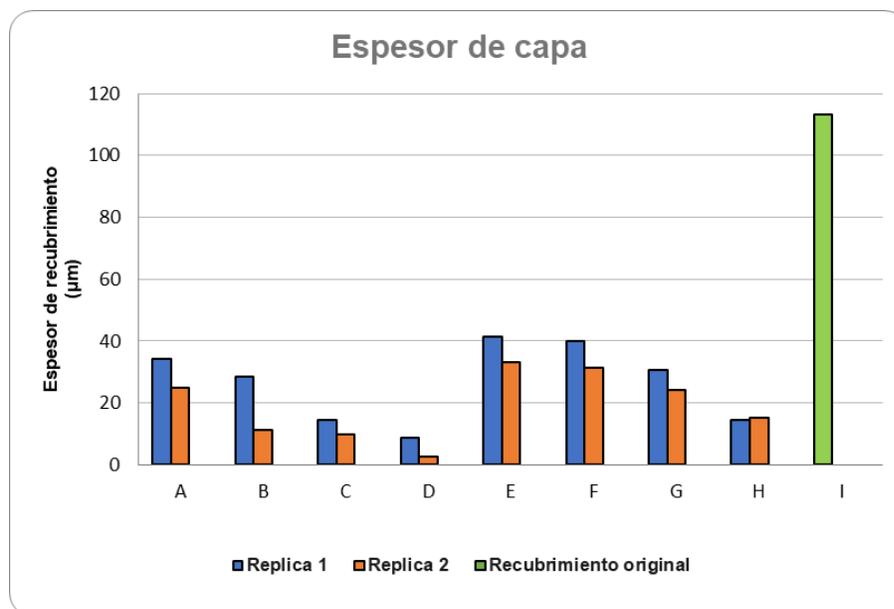
Tabla 3.10 Parámetros de anodizado de las muestras analizadas y resultados de espesor de capa de oxido formado después de ser anodizadas.

Probeta	Concentración de H_2SO_4 v/v [%]	Temperatura [°C]	Densidad de corriente [mA/cm^2]	Espesor de capa [μm]	Desviación Estándar
A1	20	6	16	34,33	0,0006
B1	20	6	24	28,67	0,0006
C1	20	18	16	14,33	0,0012
D1	20	18	24	8,60	0,0000
E1	10	6	16	41,33	0,0012
F1	10	6	24	40,00	0,0010
G1	10	18	16	30,67	0,0006
H1	10	18	24	14,33	0,0006

Probeta	Concentración de H ₂ SO ₄ v/v [%]	Temperatura [°C]	Densidad de corriente [mA/cm ²]	Espesor de capa [μm]	Desviación Estándar
A2	20	6	16	25,00	0,0017
B2	20	6	24	11,33	0,0006
C2	20	18	16	9,70	0,0001
D2	20	18	24	2,60	0,0001
E2	10	6	16	33,33	0,0012
F2	10	6	24	31,33	0,0006
G2	10	18	16	24,33	0,0006
H2	10	18	24	15,33	0,0006
I1	Recubrimiento de pintura original del rotor			113,33	0,0058

En primer lugar se observa que el espesor de la capa de oxido disminuye con el aumento de la temperatura, lo cual ha sido reportado en detalle en [13]. En las investigaciones acerca de los mecanismos de crecimiento de AAO la temperatura del electrolito influye en la formación del óxido anódico nanoporoso [25]. En la figura 3.21 se observa la diferencia entre los diferentes espesores de capa obtenidos con las diferentes condiciones de anodizado comparado con el espesor de capa original que trae el rotor de compresión. Los niveles de temperatura en el experimento no permiten crear espesor de capa mayores ya que para eso se necesitaría trabajar el proceso de anodizado a temperaturas por debajo del punto de congelación como lo indica la norma MIL-A-8625F en la cual se basó el presente proyecto.

Figura 3.21 Resultados de espesor de capa de oxido para las diferentes condiciones del experimento comparado con el espesor de la película original del rotor.



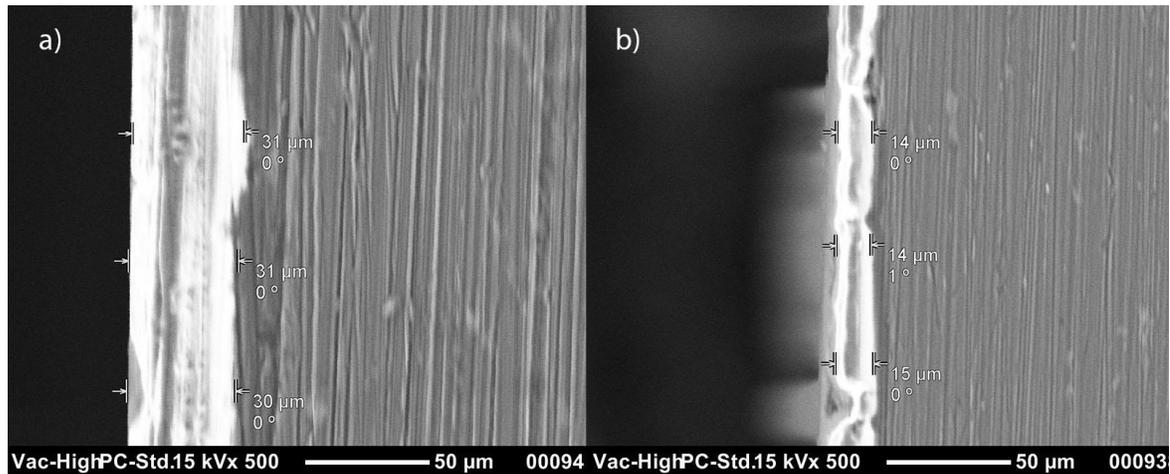
Nombre de la fuente: Los autores, imagen elaboración propia.

En segundo lugar, se observa una tendencia a la disminución del espesor de la capa de óxido en función del aumento de la concentración del electrolito. Resultados similares han sido reportados por diversos autores, quienes encontraron relación entre la concentración del electrolito y el espesor de la capa anódica [92] [103]. La concentración creciente de ácido sulfúrico a temperatura constante disminuye el espesor del óxido en especial de la capa barrera. Esto se puede atribuir al hecho de que, a una densidad de corriente constante, se mantiene un campo eléctrico constante a través de la capa de barrera [13].

En tercer lugar, se observa que el espesor mínimo se obtuvo con las condiciones a 20% de concentración de electrolito, temperatura de 18°C y de densidad de corriente 24 mA/cm², mientras que el mayor espesor de capa de óxido se obtuvo con las condiciones de 10% de concentración de electrolito, temperatura de 6°C y de densidad de corriente 16 mA/cm². Lo cual corresponde a los ensayos D1 y D2 para el valor mínimo de espesor de capa y los ensayos E1 y E2 para valor máximo de espesor de capa. El espesor del anodizado de la aleación de aluminio AA2024 disminuyó con el aumento de la temperatura, posiblemente debido al efecto que causa la disolución a temperaturas anodizadas más altas [104].

La figura 3.22 muestra las imágenes obtenidas con el microscopio electrónico de barrido SEM y muestran la película de óxido crecida sobre el sustrato de aluminio del rotor de compresión AA2024. La imagen a) corresponde a la muestra anodizada a 10% de concentración de electrolito, temperatura de 18°C y de densidad de corriente 16 mA/cm². La imagen b) corresponde a la muestra anodizada a 10% de concentración de electrolito, temperatura de 18°C y de densidad de corriente 24 mA/cm². En este par de imágenes se puede analizar visualmente como influye las condiciones de anodizado en el crecimiento de la película de óxido.

Figura 3.22 Imágenes por microscopía electrónica de barrido SEM de muestras anodizadas a 10% de H₂SO₄, 18°C y a) 16 mA/cm² b) 24 mA/cm².

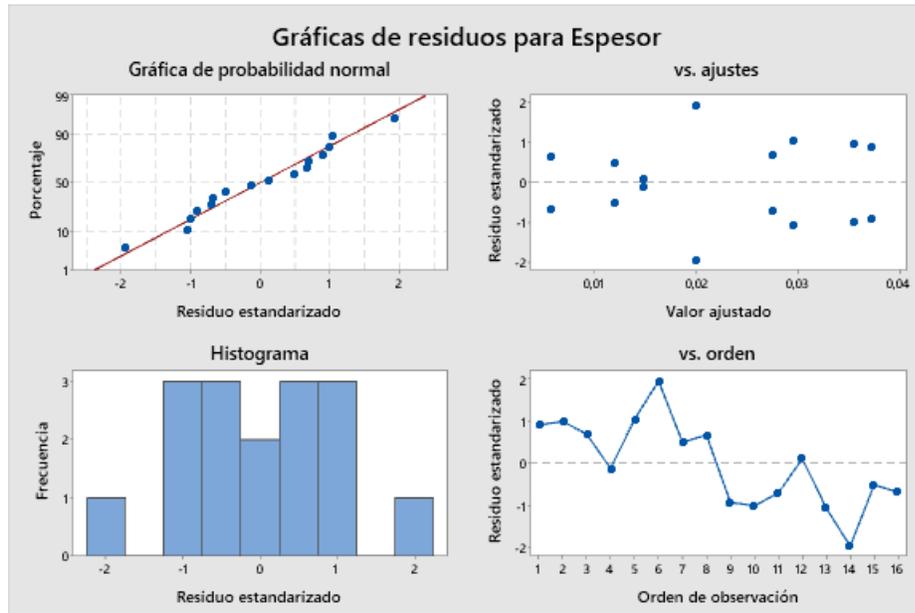


Nombre de la fuente: Los autores, fotografía elaboración propia.

Para realizar un análisis más objetivo de los espesores de película de óxido obtenidos durante el proceso de anodizado se muestran los resultados obtenidos del análisis del diseño factorial. Las respuestas frente al espesor de película de anodizado obtenidas del DOE fueron analizadas en el programa estadístico  Minitab®, para determinar los factores de mayor relevancia en dicho diseño.

En la figura 3.23 se encuentra la gráfica de residuos para el espesor, donde se observa que los residuos estandarizados no presentan datos atípicos ya que estos valores se encuentran dentro del rango de menos dos y dos (-2,2) si se considera la regla de los residuales. Esto indica que la presunción de normalidad del diseño factorial del experimento se cumple, lo que se observa también en la forma acampanada del histograma. Para verificar de nuevo la normalidad del experimento se realiza la prueba de normalidad usando el programa estadístico  Minitab®.

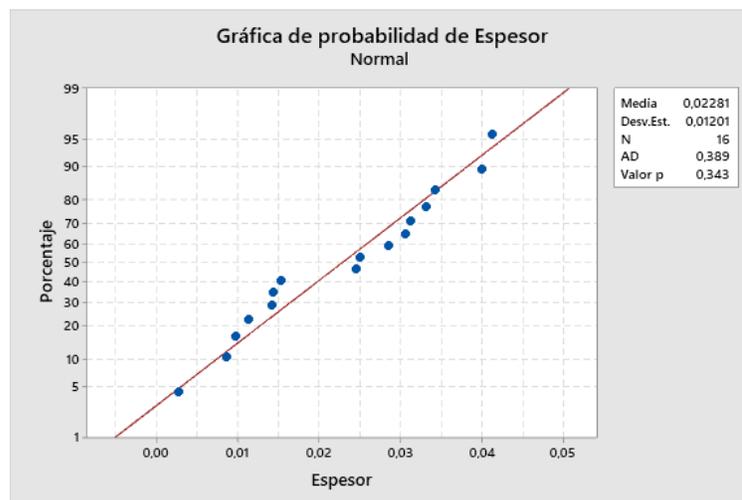
Figura 3.23 Grafico de residuos del DOE del proceso de anodizado para espesor de capa.



Nombre de la fuente: Los autores, imagen elaboración propia.

La grafica 3.24 es la prueba de normalidad realizada para el espesor de capa donde el valor de p es mayor a 0,05, lo que indica que no se tiene evidencia estadística para rechazar la hipótesis nula, es decir, no se tiene evidencia estadística para rechazar de que los datos vienen de una distribución normal.

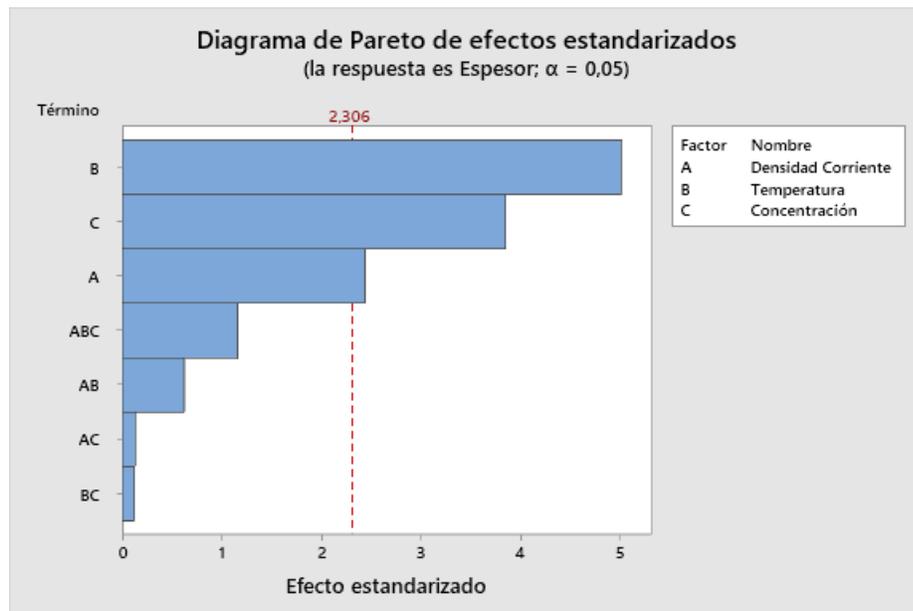
Figura 3.24 Grafico de probabilidad del DOE del proceso de anodizado para espesor de capa.



Nombre de la fuente: Los autores, imagen elaboración propia

La figura 3.25 indica que los factores por sí solos influyen en el espesor de la capa de óxido dentro del proceso de anodizado, pero sus combinaciones no tienen efecto alguno. Y de esos factores el que tiene mayor relevancia es la temperatura del anodizado. Los datos son consistentes con los estudios realizados por Kuburi [94] y Jinguí et al. [45], quienes en sus investigaciones demostraron el efecto que tiene la temperatura en el espesor de la capa de anodizado. Cuando la temperatura del electrolito es más baja, el cátodo depositará más película de óxido sobre el aluminio. Por lo tanto, el espesor del revestimiento aumenta a medida que disminuye la temperatura del electrolito [94]. Esto se debe a que en el anodizado con este tipo de electrolito (ácido sulfúrico) a temperaturas altas se disuelve más fácilmente la capa de óxido a causa del aumento de la migración de iones OH^- y Al^{3+} . Por consiguiente, en el desarrollo del experimento se obtuvo mayores espesores de capa de óxido de aluminio a temperaturas bajas en concordancia con la norma militar MIL-A-8625F.

Figura 3.25 Gráfico de diagrama de Pareto de efectos estandarizados del DOE del proceso de anodizado para espesor de capa.



Nombre de la fuente: Los autores, imagen elaboración propia.

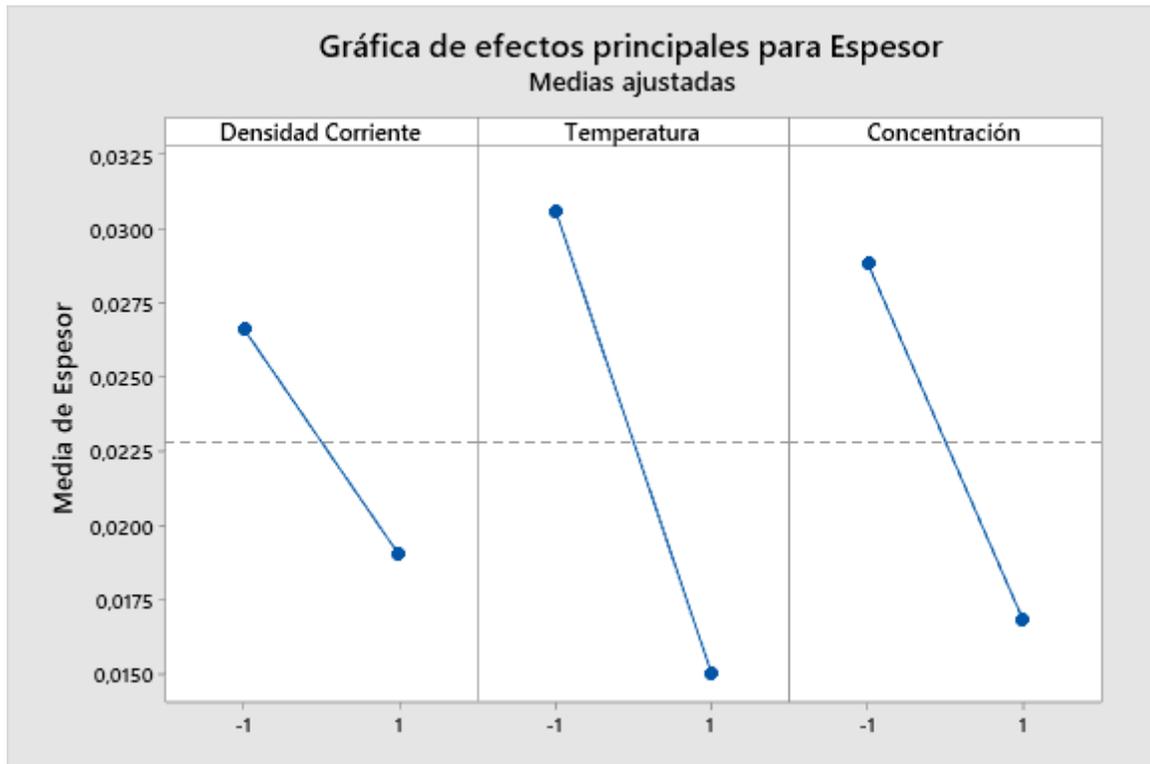
En la figura 3.25 indica de nuevo que de esos tres factores el que más impacto tuvo para el espesor de la capa de óxido del anodizado en este DOE fue la temperatura de

anodizado, seguido de la concentración de ácido sulfúrico y por último la densidad de corriente.

Es importante aclarar que, aunque los resultados indican que existe un efecto más marcado debido a la temperatura de anodizado en el espesor de capa de óxido, los efectos que tienen la concentración del ácido y la densidad de corriente por sí solos también son muy importantes en el crecimiento de la película. Esto se evidencia en investigaciones que estudian estos efectos en las propiedades de la capa de óxido de anodizado en diferentes aleaciones de aluminio [44] [46].

Aunque se alcanzó un espesor de capa considerable con las condiciones realizadas en el experimento realizado en esta investigación no se logra superar el espesor de capa del recubrimiento original que trae el rotor de compresión que tiene un valor de 113.33 μm comparado con 41.33 μm que es el valor máximo de espesor de capa de óxido de anodizado alcanzado.

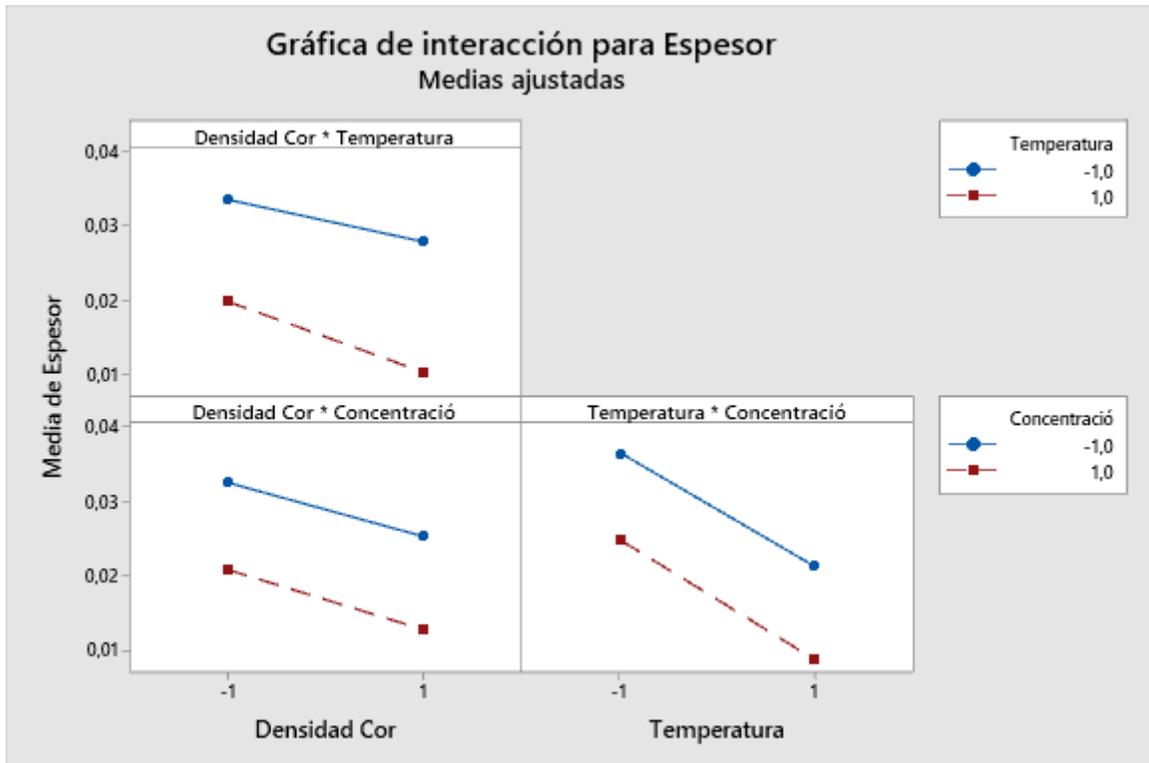
Figura 3.26 Gráfica de efectos principales del DOE para el espesor de capa en el proceso de anodizado.



Nombre de la fuente: Los autores, imagen elaboración propia.

La gráfica de efectos principales para el espesor muestra los efectos negativos que tienen la temperatura, concentración de electrolito y densidad de corriente en los resultados de espesor de capa de óxido para el anodizado. En los tres casos se observa que cuando pasan de un nivel bajo a un nivel alto, el espesor de la capa de óxido disminuye. Como se observó en la figura 3.24 no existe una interacción significativa en los efectos combinados de los factores, lo cual se confirma en la gráfica de interacciones de la figura 3.27.

Figura 3.27 Gráfica de interacciones del DOE para el espesor de capa en el proceso de anodizado.

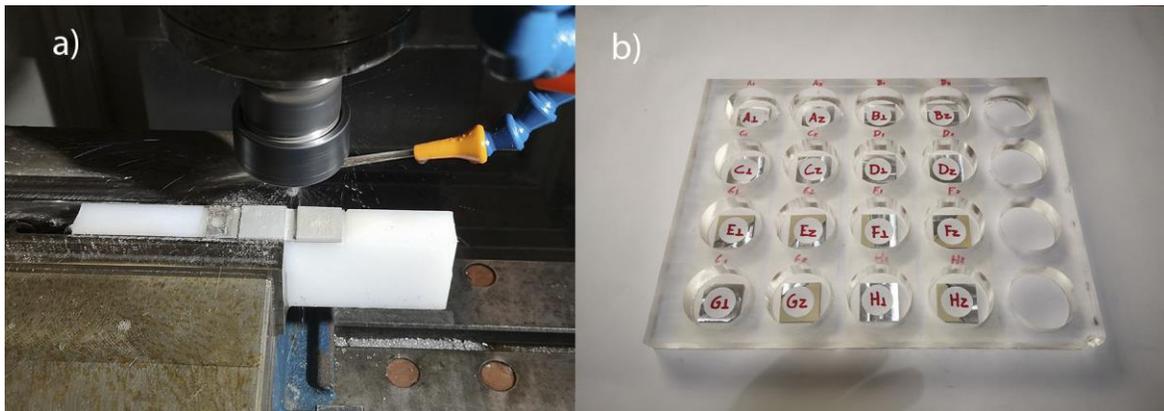


Nombre de la fuente: Los autores, imagen elaboración propia.

3.3.2 Prueba de microabrasión de las películas de Al_2O_3

Para determinar los efectos causados en la resistencia a la microabrasión de la película de acuerdo el diseño experimental se hace necesario realizar la medición de la huella obtenida en el ensayo de microabrasión realizado en la capa de oxido obtenido en el proceso de anodizado. Para poder realizar en el ensayo de microabrasión es necesario preparar las muestras que entran dentro del porta probetas de la máquina de microabrasión suministrada por la Universidad ECCI. Para la cual se corta la muestra obtenida del proceso de anodizado utilizando una máquina fresadora CNC y refrigerando la muestra para evitar que se produzcan cambios en la estructura tanto del sustrato como en la capa de oxido formada en la muestra. Después de cortar las muestras se encapsulan en resina mediante un molde previamente fabricado en acrílico como se observa en la figura 3.28.

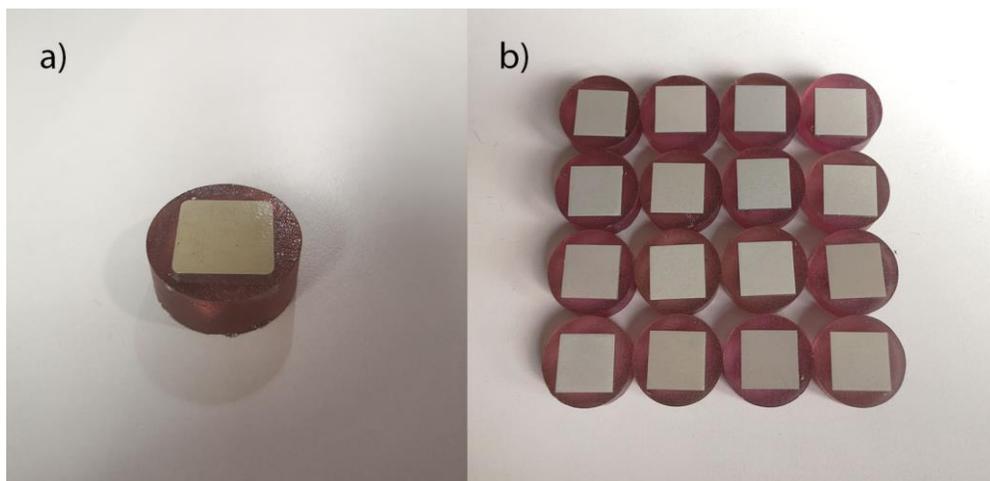
Figura 3.28 Preparación de probetas para ensayo de microabrasión a) Corte de muestras en máquina CNC. b) Encapsulado de las muestras con resina.



Nombre de la fuente: Los autores, fotografía elaboración propia.

Para poder comparar la resistencia a la abrasión con la pintura original que trae el rotor de compresión también se corta una muestra con este recubrimiento. En la figura 3.29 se observa las probetas obtenidas una vez se sacan del molde.

Figura 3.29 Probetas para ensayo de microabrasión a) Recubrimiento original que tiene el rotor de compresión b) Muestras de anodizado del diseño experimental.



Nombre de la fuente: Los autores, fotografía elaboración propia.

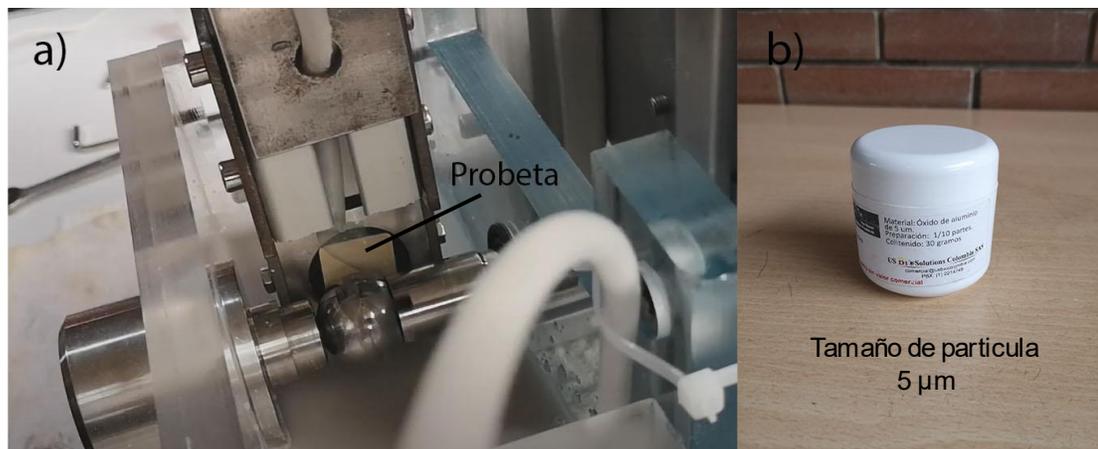
Se obtienen así 17 probetas a las cuales se les realizó el ensayo de microabrasión con las condiciones indicadas en la tabla 3.13 según la literatura encontrada para este proceso.

Tabla 3.11 Parámetros de la prueba de microabrasión.

Condiciones para ensayo de microabrasión	
Velocidad de rotación	120 rpm
Caudal	60 ml/min
Tiempo	20 min
Concentración de partículas abrasivas	2 %
Tamaño de partículas abrasivas	5 μm
Carga	1 N
Diámetro de esfera	25 mm
Distancia de deslizamiento	188.5 m
Angulo de ciclo	360°

La suspensión se agitó continuamente durante cada prueba para evitar la sedimentación de las partículas abrasivas. En la imagen de la figura 3.30 se muestra las partículas abrasivas utilizadas en el ensayo y la ubicación de la probeta en la máquina de microabrasión.

Figura 3.30 Montaje para el ensayo de microabrasión a) Ubicación de la probeta en la máquina b) Partículas abrasivas utilizadas en el ensayo.

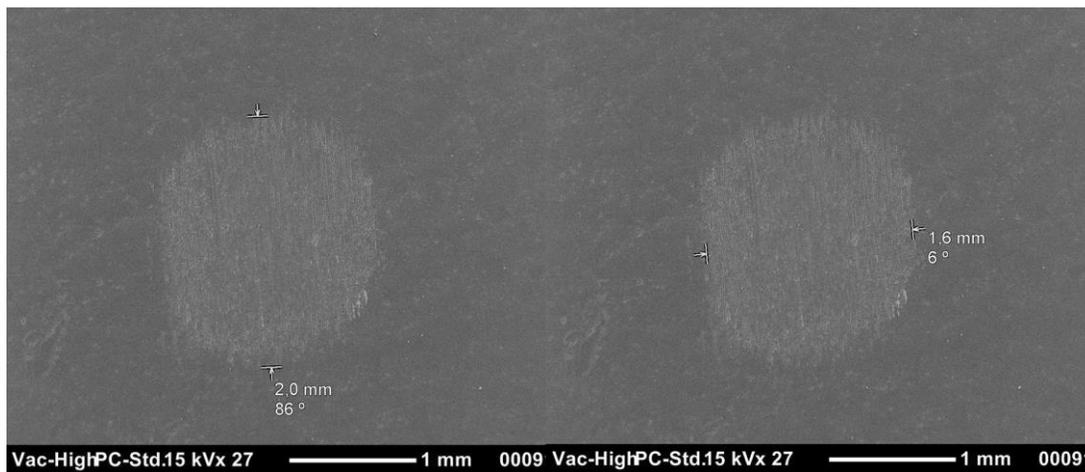


Nombre de la fuente: Los autores, fotografía elaboración propia.

Después de realizar el ensayo de microabrasión a cada una de las de las muestras de aluminio anodizado y a la muestra del recubrimiento original, estas se observaron en el microscopio electrónico de barrido SEM. Por medio de la técnica de microscopía electrónica de barrido se mide la huella generada por el proceso de desgaste. La medición

se realizó en paralelo y perpendicular a la dirección de rotación de la esfera como se observa en la figura 3.31.

Figura 3.31 Micrografía de la medida de la longitud de la huella de desgaste mediante la técnica de microscopia electrónica de barrido SEM a 10% de H₂SO₄, 18°C y 24 mA/cm².



Nombre de la fuente: Los autores, fotografía elaboración propia.

Estas longitudes se promediaron para obtener un diámetro estimado de la huella para cada ensayo, como se muestra en la tabla 3.14.

Tabla 3.12 Medida de la huella de abrasión para cada muestra.

Probeta	Longitud paralela [mm]	Longitud perpendicular [mm]	Longitud promedio [mm]
A1	1,75	1,05	1,40
B1	1,55	1,04	1,29
C1	1,80	1,35	1,57
D1	1,90	1,30	1,60
E1	1,65	1,30	1,48
F1	1,75	1,20	1,48
G1	1,80	1,40	1,60
H1	1,85	1,55	1,70
A2	1,70	1,10	1,40
B2	1,55	1,15	1,35
C2	1,85	1,50	1,68
D2	1,90	1,25	1,58
E2	1,70	1,40	1,55
F2	1,80	1,30	1,55
G2	1,70	1,40	1,55
H2	1,85	1,55	1,70
I1	0,76	0,68	0,72

Teniendo en cuenta estas longitudes promedio y que todos los ensayos se realizaron con una carga de 1 N y distancia de deslizamiento de 188.5 m, se utilizan las ecuaciones (1) y (2) del apartado 1.7.3 para obtener la constante de desgaste K. Los resultados se muestran en la tabla 3.15.

Tabla 3.13 Parámetros de anodizado de las muestras y resultados de ensayo de microabrasión de las muestras analizadas.

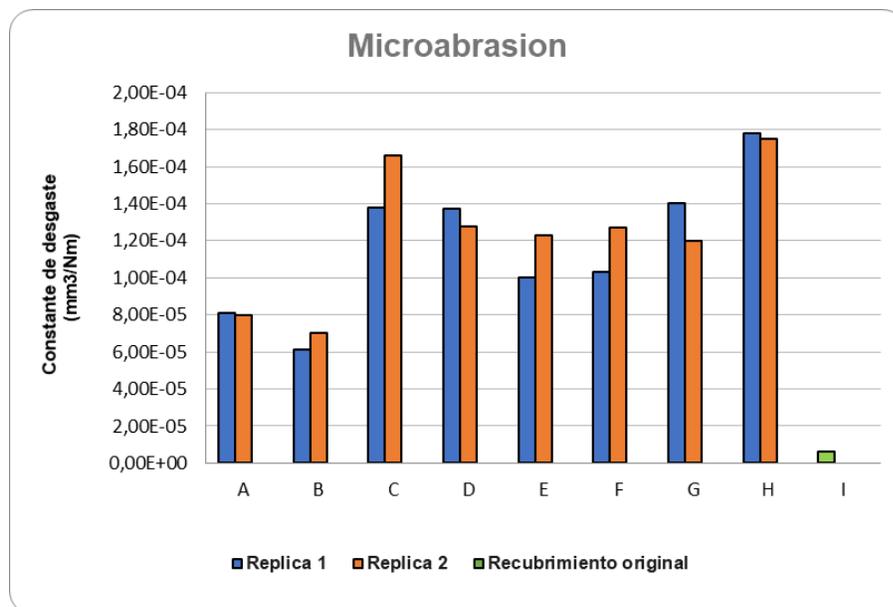
Probeta	Concentración de H ₂ SO ₄ v/v [%]	Temperatura [°C]	Densidad de corriente [mA/cm ²]	Constante de desgaste [mm ³ /Nm]	Desviación Estándar
A1	20	6	16	8,10E-05	1,60E-05
B1	20	6	24	6,10E-05	2,70E-05
C1	20	18	16	1,38E-04	8,20E-05
D1	20	18	24	1,37E-04	0,00E+00
E1	10	6	16	1,00E-04	2,80E-05
F1	10	6	24	1,03E-04	4,80E-05
G1	10	18	16	1,40E-04	4,80E-05
H1	10	18	24	1,78E-04	5,80E-05
A2	20	6	16	8,00E-05	0,00E+00
B2	20	6	24	7,00E-05	1,50E-05
C2	20	18	16	1,66E-04	4,20E-05
D2	20	18	24	1,28E-04	1,20E-05
E2	10	6	16	1,23E-04	4,40E-05
F2	10	6	24	1,27E-04	6,60E-05
G2	10	18	16	1,20E-04	0,00E+00
H2	10	18	24	1,75E-04	2,90E-05
I1	Recubrimiento de pintura original del rotor			6,00E-06	2,00E-06

De los datos obtenidos se puede observar en primer lugar que la capa original de recubrimiento que trae el rotor de compresión tiene un mejor comportamiento al desgaste ya que se obtuvo un valor muy por debajo de los obtenidos en las muestras anodizadas. El mejor comportamiento al desgaste de las muestras anodizadas se obtuvo con las condiciones de anodizado de 20% de concentración de ácido, 6°C de temperatura y una densidad de corriente de 24 mA/cm², que corresponde a las muestras B1 y B2 de anodizado. El peor comportamiento al desgaste se obtuvo en las condiciones para las muestras H1 y H2 de anodizado, que corresponde a 10% de concentración de ácido, 18°C de temperatura y una densidad de corriente de 24 mA/cm².

En la figura 3.32 Se muestran los resultados obtenidos para la constante de desgaste de las diferentes capas de anodizado obtenidas en el experimento para cada condición del diseño experimental. Se observa como la película original del rotor tiene una mejor

resistencia al desgaste comparado con las capas de anodizado. Esto se debe a que, bajo las condiciones de temperatura, concentración de electrolito y densidad de corriente del experimento se obtuvieron películas de óxido de tipo poroso donde el óxido formado es de tipo cristalino que tiene un volumen molecular 1,5 veces mayor que el del sustrato de aluminio, con lo que trabaja mejor a compresión, pero no tan eficientemente bajo las fuerzas cortantes presentes en la abrasión debido a la estructura porosa de la capa.

Figura 3.32 Resultados de constante de desgaste de capa de oxido para las diferentes condiciones del experimento comparado con la constante de desgaste de la película original del rotor.



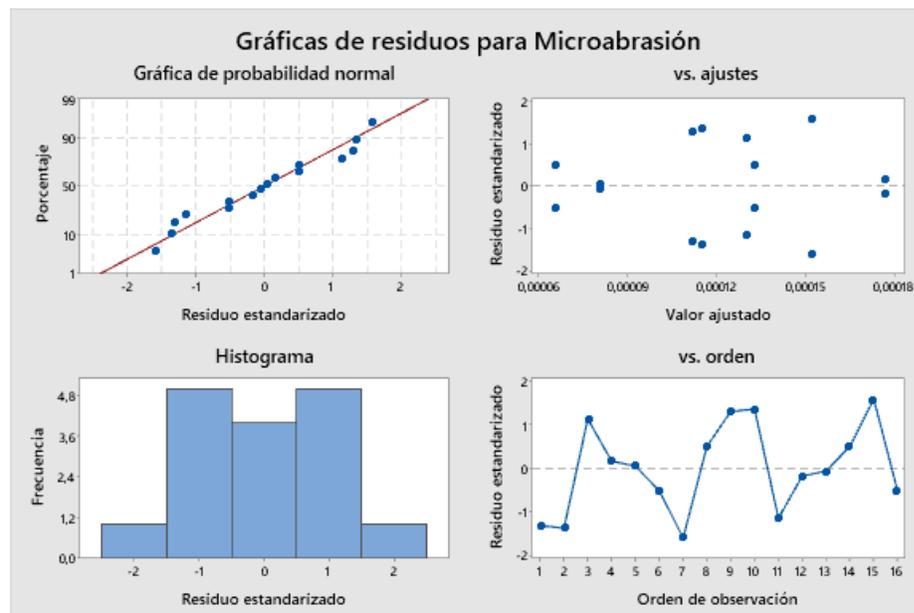
Nombre de la fuente: Los autores, imagen elaboración propia.

Para realizar un análisis más claro y puntual de los resultados de microabrasión de la película de oxido obtenidos durante el proceso de anodizado se muestran los resultados obtenidos del análisis del diseño factorial. Las respuestas frente a la microabrasión de la película obtenidas del DOE del anodizado fueron analizadas en el programa estadístico Minitab®, para determinar los factores que más influyen en la microabrasión.

En la figura 3.33 se encuentra la gráfica de residuos para la microabrasión, donde se observa que los residuos estandarizados no presentan datos atípicos ya que estos valores se encuentran dentro del rango de menos dos y dos (-2,2) si se considera la regla de los

residuales. Al igual que para los datos de espesor, esto indica que la presunción de normalidad del diseño factorial del experimento se cumple, lo que se observa también en la forma acampanada del histograma. Para verificar de nuevo la normalidad del experimento se realiza la prueba de normalidad usando el programa estadístico  Minitab®

Figura 3.33 Grafico de residuos del DOE del proceso de anodizado para microabrasión de capa.

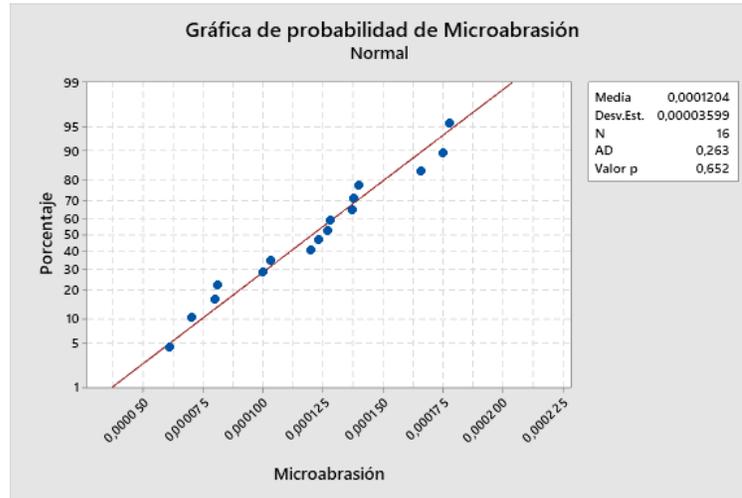


Nombre de la fuente: Los autores, imagen elaboración propia.

La grafica 3.34 es la prueba de normalidad realizada para la microabrasión de capa donde el valor de p es mayor a 0,05, lo que indica que no se tiene evidencia estadística para rechazar la hipótesis nula, es decir, no se tiene evidencia estadística para rechazar de que los datos vienen de una distribución normal.

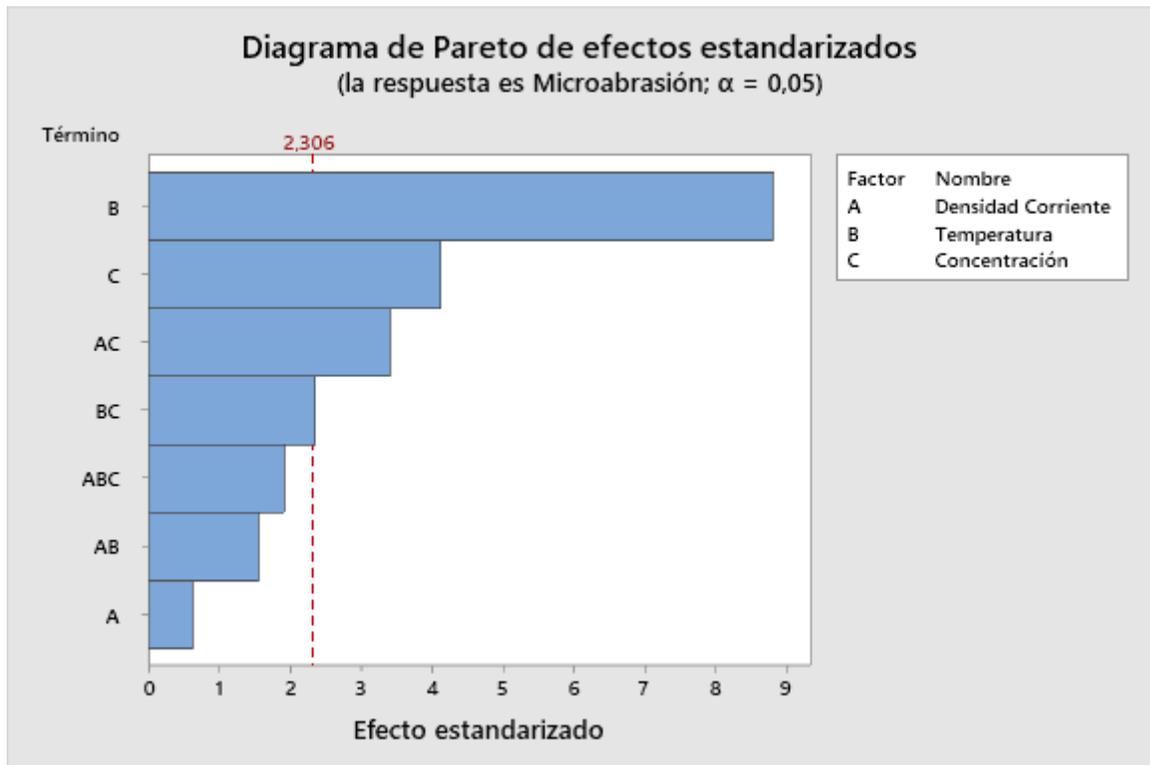
La figura 3.35 indica que los factores individuales de temperatura y concentración de ácido y el efecto combinado de densidad de corriente y concentración de ácido influyen en la microabrasión de la capa de oxido dentro del proceso de anodizado. Las otras combinaciones no tienen efecto alguno siendo el factor de densidad de corriente el menos influyente en los resultados de microabrasión obtenidos en el diseño experimental. De nuevo se puede observar el mayor efecto que tiene la temperatura para los resultados.

Figura 3.34 Grafico de probabilidad del DOE del proceso de anodizado para microabrasión de capa.



Nombre de la fuente: Los autores, imagen elaboración propia.

Figura 3.35 Grafico de diagrama de Pareto de efectos estandarizados del DOE del proceso de anodizado para ensayo de microabrasión.

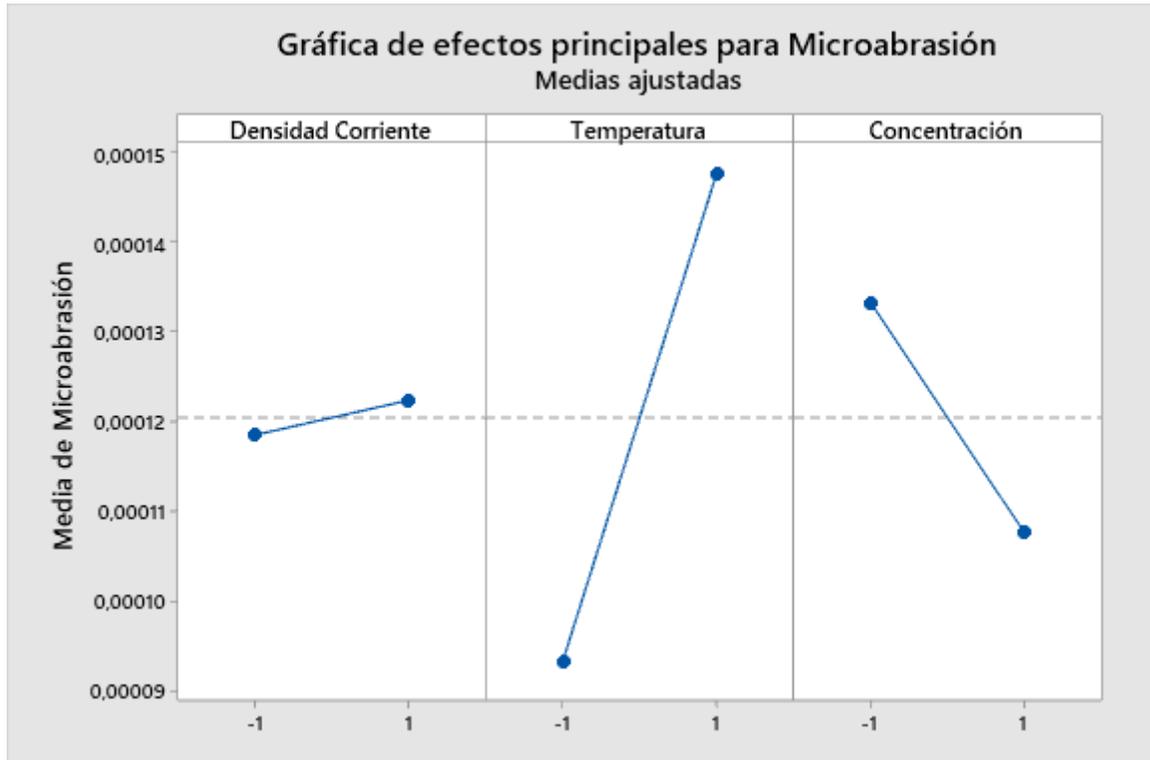


Nombre de la fuente: Los autores, imagen elaboración propia.

Los datos son consistentes con los estudios realizados por Jieqin Lu *et al.* [104], quien demostró el efecto que tiene la temperatura en la resistencia al desgaste en la película de oxido anodizado en la aleación de aluminio AA2024. Al presentar mayor temperatura las capas de anodizado son menos duras y por tanto menos resistentes a la abrasión.

En la figura 3.36 indica de nuevo que de esos tres factores el que más impacto tuvo para la microabrasión de la capa de oxido del anodizado en este DOE es la temperatura, seguido de la concentración de ácido sulfúrico y por último la densidad de corriente.

Figura 3.36 Gráfica de efectos principales del DOE para ensayo de microabrasión de la capa en el proceso de anodizado.

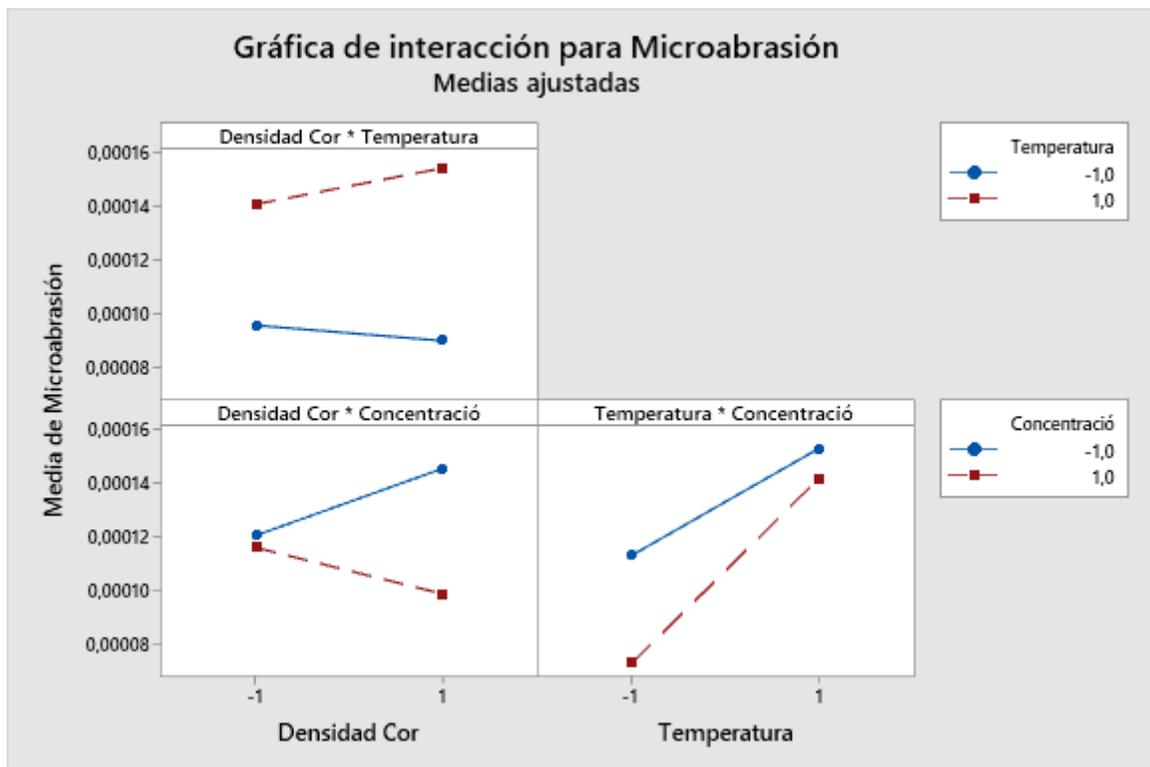


Nombre de la fuente: Los autores, imagen elaboración propia.

La gráfica de efectos principales para la microabrasión muestra el efecto mayormente positivo que tienen la temperatura, un leve efecto positivo de la densidad de corriente y el efecto negativo que tiene la concentración de electrolito en los resultados para la microabrasión de la capa de oxido. Cuando la temperatura pasa de un nivel bajo a un nivel alto la medida de la constante de desgaste aumenta, es decir, es menos resistente a la

abrasión. Sin embargo, un factor también para tener en cuenta es el efecto combinado de la interacción de los factores densidad de corriente y concentración de ácido, como se observa en la figura 3.37.

Figura 3.37 Gráfica de interacciones del DOE para la microabrasión en el proceso de anodizado.



Nombre de la fuente: Los autores, imagen elaboración propia.

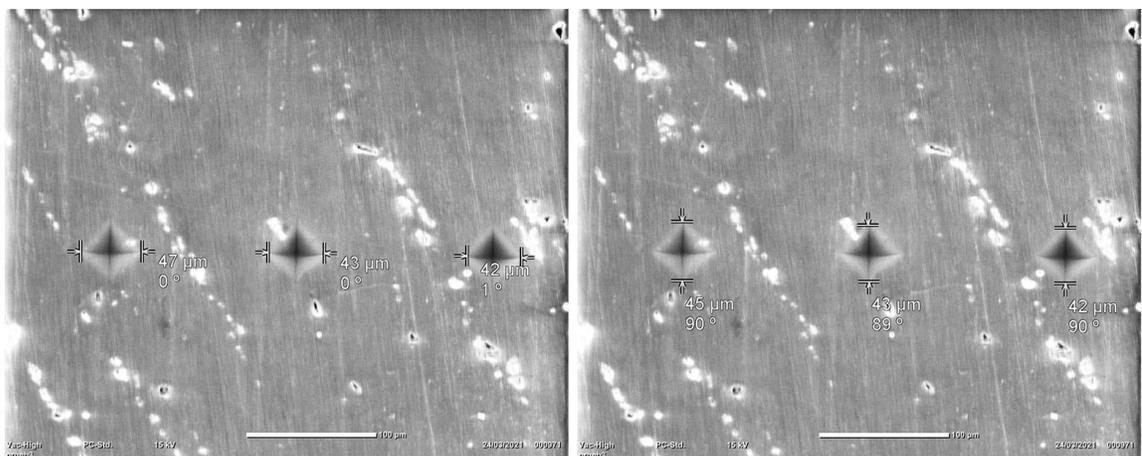
De los resultados obtenidos para la microabrasión claramente se tiene que el proceso de desgaste presente en las capas de óxido de aluminio anodizado es del tipo abrasivo que es una forma relativamente eficiente de eliminar material debido a las fuerzas de micro corte y por lo tanto el coeficiente de desgaste es grande. La película de pintura original del rotor claramente tiene un comportamiento de desgaste adhesivo debido a que incluye fenómenos menos eficientes de retirar material por el deslizamiento suave presente en la capa de pintura, por tanto su coeficiente de desgaste es menor [105].

3.3.3 Prueba de microdureza Vickers de las películas de Al_2O_3

Para determinar los efectos causados en la microdureza de la película de acuerdo el diseño experimental se hace necesario realizar la medición de la huella obtenida en el ensayo de micro dureza Vickers realizado en la capa de oxido obtenido en el proceso de anodizado. La prueba se realizó en la empresa Ferrotérmicos S.A.S. quienes por tecnología del micro durómetro por ellos utilizado no permite realizar la medición de la huella directamente por que necesitan que la superficie tenga acabado espejo para poder hacer contraste con la cama que toma las imágenes. Por lo tanto, se opta por medir la huella utilizando las imágenes obtenidas por microscopia electrónica de barrido SEM. En el anexo C se tiene el informe de la empresa Ferrotérmicos S.A.S. para dicho ensayo.

Después de realizar el ensayo de microdureza a cada una de las de las muestras de aluminio anodizado y a la muestra del recubrimiento original, estas se observaron en el microscopio electrónico de barrido SEM. Por medio de la técnica de microscopia electrónica de barrido se mide la huella generada por el ensayo de microdureza. La medición se realizó en los dos ejes de las huellas como se observa en la figura 3.38.

Figura 3.38 Micrografía de la medida de las longitudes de las huellas de microdureza mediante la técnica de microscopia electrónica de barrido SEM.



Nombre de la fuente: Los autores, fotografía elaboración propia.

Estas longitudes se promediaron para obtener una medida de la diagonal promedio de la huella para cada ensayo. Se realizaron tres indentaciones a cada muestra de anodizado

para obtener un promedio de la diagonal para cada ensayo, como se muestra en las tablas 3.16 y 3.17.

Tabla 3.14 Medida de la huella de microdureza para cada muestra de la primera replica.

Probeta	d ₁ [mm]	d ₂ [mm]	d [mm]	d promedio [mm]
A1	0,042	0,046	0,044	0,044
	0,047	0,041	0,044	
	0,042	0,045	0,044	
B1	0,056	0,056	0,056	0,054
	0,056	0,051	0,054	
	0,052	0,049	0,051	
C1	0,057	0,06	0,059	0,058
	0,057	0,055	0,056	
	0,058	0,058	0,058	
D1	0,063	0,065	0,064	0,064
	0,065	0,062	0,064	
	0,064	0,064	0,064	
Probeta	d ₁ [mm]	d ₂ [mm]	d [mm]	d promedio [mm]
E1	0,051	0,052	0,052	0,050
	0,051	0,05	0,051	
	0,050	0,043	0,047	
F1	0,045	0,045	0,045	0,045
	0,045	0,043	0,044	
	0,043	0,051	0,047	
G1	0,077	0,066	0,072	0,076
	0,089	0,083	0,086	
	0,072	0,070	0,071	
H1	0,079	0,080	0,080	0,074
	0,074	0,071	0,073	
	0,069	0,070	0,070	

Tabla 3.15 Medida de la huella de microdureza para cada muestra de la segunda replica y muestra de material de rotor con recubrimiento original.

Probeta	d ₁ [mm]	d ₂ [mm]	d [mm]	d promedio [mm]
A2	0,045	0,047	0,046	0,044
	0,043	0,043	0,043	
	0,042	0,042	0,042	
B2	0,053	0,053	0,053	0,056
	0,056	0,058	0,057	
	0,056	0,057	0,057	
C2	0,052	0,058	0,055	0,056
	0,054	0,054	0,054	
	0,058	0,062	0,060	
D2	0,068	0,062	0,065	0,063
	0,062	0,061	0,062	
	0,065	0,060	0,063	
E2	0,049	0,046	0,048	0,047
	0,047	0,045	0,046	
	0,049	0,047	0,048	
F2	0,043	0,049	0,046	0,046
	0,046	0,046	0,046	
	0,044	0,045	0,045	

G2	0,065	0,068	0,067	0,069
	0,076	0,071	0,074	
	0,068	0,065	0,067	
H2	0,066	0,071	0,069	0,072
	0,075	0,078	0,077	
	0,070	0,072	0,071	
I1	0,092	0,088	0,090	0,090
	0,095	0,089	0,092	
	0,094	0,080	0,087	

Con los datos de las longitudes y el valor de carga aplicada de 200 gramos y utilizando la ecuación (3) del apartado 1.7.4 se calcula el valor de microdureza Vickers como dice la literatura. Los resultados se muestran en la tabla 3.18

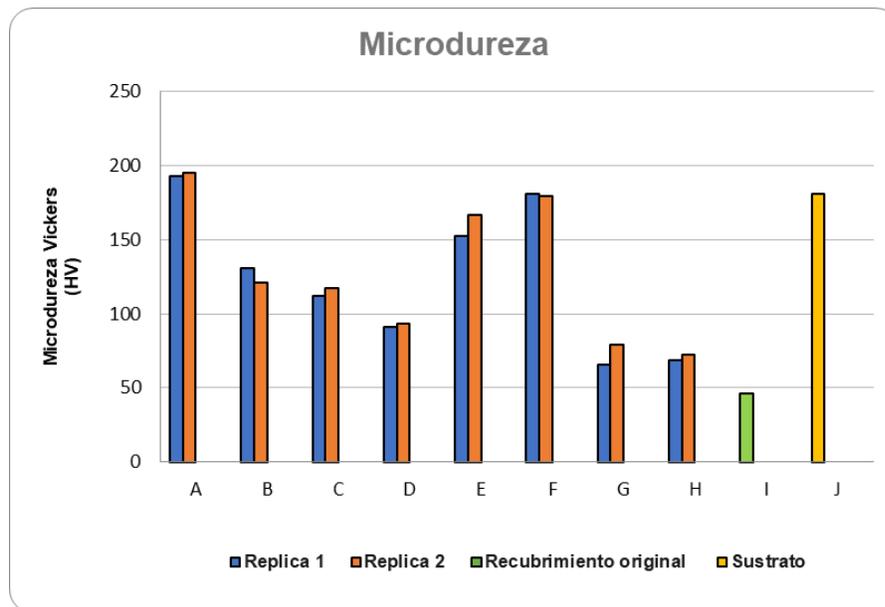
Tabla 3.16 Parámetros de anodizado de las muestras y resultados de ensayo de microdureza de las muestras analizadas.

Probeta	Concentración de H_2SO_4 v/v [%]	Temperatura [°C]	Densidad de corriente [mA/cm ²]	Microdureza Vickers [HV]	Desviación Estándar
A1	20	6	16	193,02	2,54
B1	20	6	24	131,06	13,64
C1	20	18	16	112,27	5,25
D1	20	18	24	91,00	0,83
E1	10	6	16	152,23	16,91
F1	10	6	24	180,83	12,00
G1	10	18	16	65,41	13,24
H1	10	18	24	68,66	9,19
A2	20	6	16	195,33	18,06
B2	20	6	24	120,76	9,79
C2	20	18	16	117,58	12,83
D2	20	18	24	93,57	5,27
E2	10	6	16	166,84	7,47
F2	10	6	24	179,24	6,94
G2	10	18	16	78,78	8,78
H2	10	18	24	71,98	7,95
I1	Recubrimiento de pintura original del rotor			46,19	2,61

De los datos obtenidos para micro dureza se pudo observar en primer lugar que la capa de óxido de todas las muestras alcanzó una mejor dureza que la capa original de recubrimiento que trae el rotor de compresión. El mejor valor de microdureza de las muestras anodizadas se obtuvo con las condiciones de anodizado de 20% de concentración de ácido, 6°C de temperatura y una densidad de corriente de 16 mA/cm², que corresponde a las muestras A1 y A2 de anodizado. El peor comportamiento al desgaste se obtuvo en las condiciones para las muestras H1 y H2 de anodizado, que corresponde a 10% de concentración de ácido, 18°C de temperatura y una densidad de corriente de 24 mA/cm².

En la figura 3.39 Se muestran los resultados obtenidos para la microdureza de las diferentes capas de anodizado obtenidas en el experimento para cada condición del diseño experimental. Se observa como el recubrimiento de óxido de aluminio anodizado tiene un mayor valor de microdureza comparado con el sustrato de aluminio y la capa de pintura original que trae el rotor de compresión.

Figura 3.39 Resultados de microdureza de capa de oxido para las diferentes condiciones del experimento comparado con la microdureza de la película original del rotor.



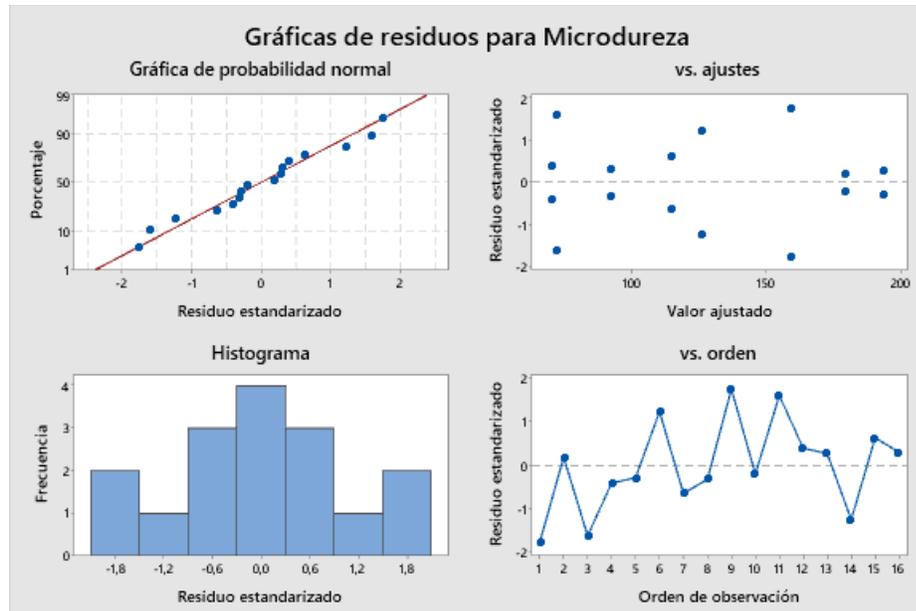
Nombre de la fuente: Los autores, imagen elaboración propia.

Se hace un análisis del diseño factorial de los resultados de microdureza de la película de oxido obtenidos durante el proceso de anodizado. Las respuestas frente a la microdureza de la película obtenidas del DOE del anodizado fueron analizadas en el programa estadístico Minitab®, para determinar los factores que más influyen en la microabrasión.

En la figura 3.40 se encuentra la gráfica de residuos para la microdureza, donde se observa que los residuos estandarizados no presentan datos atípicos ya que estos valores se encuentran dentro del rango de menos dos y dos (-2,2) si se considera la regla de los residuales. Al igual que para los datos de espesor, esto indica que la presunción de normalidad del diseño factorial del experimento se cumple, lo que se observa también en

la forma acampanada del histograma. Para verificar de nuevo la normalidad del experimento se realiza la prueba de normalidad usando el programa estadístico Minitab®

Figura 3.40 Grafico de residuos del DOE del proceso de anodizado para microdureza de capa.

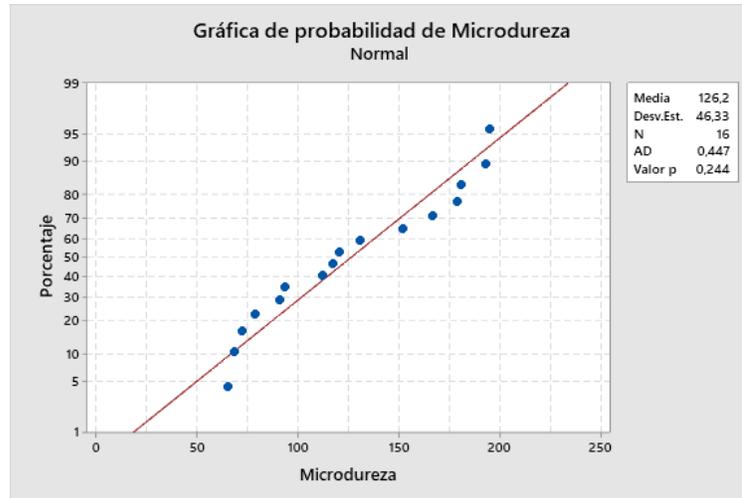


Nombre de la fuente: Los autores, imagen elaboración propia.

La grafica 3.41 es la prueba de normalidad realizada para la microabrasión de capa donde el valor de p es mayor a 0,05, lo que indica que no se tiene evidencia estadística para rechazar la hipótesis nula, es decir, no se tiene evidencia estadística para rechazar de que los datos vienen de una distribución normal.

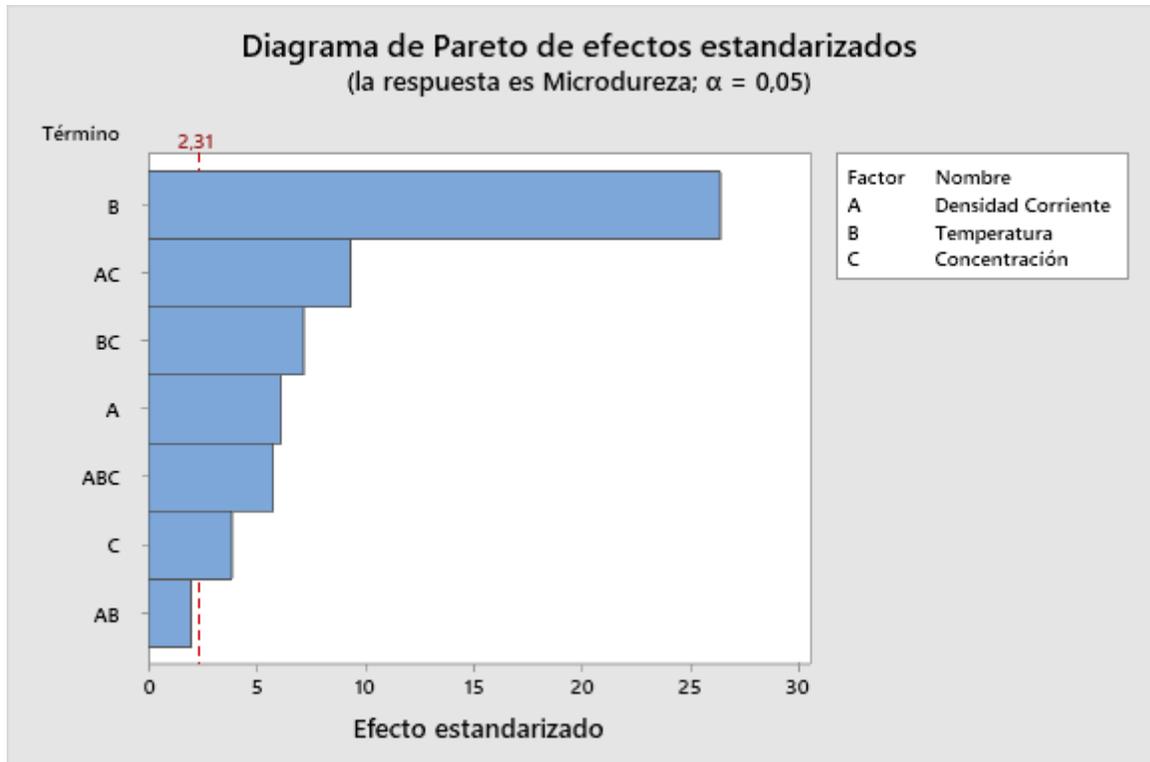
La figura 3.42 indica que los factores individuales de temperatura, concentración de ácido y densidad de corriente y sus efectos combinados influyen en la microdureza de la capa de oxido dentro del proceso de anodizado, excepto la combinación de densidad de corriente y temperatura. De nuevo se puede observar que el mayor efecto lo tiene la temperatura para los resultados de microdureza.

Figura 3.41 Grafico de probabilidad del DOE del proceso de anodizado para microdureza de capa.



Nombre de la fuente: Los autores, imagen elaboración propia.

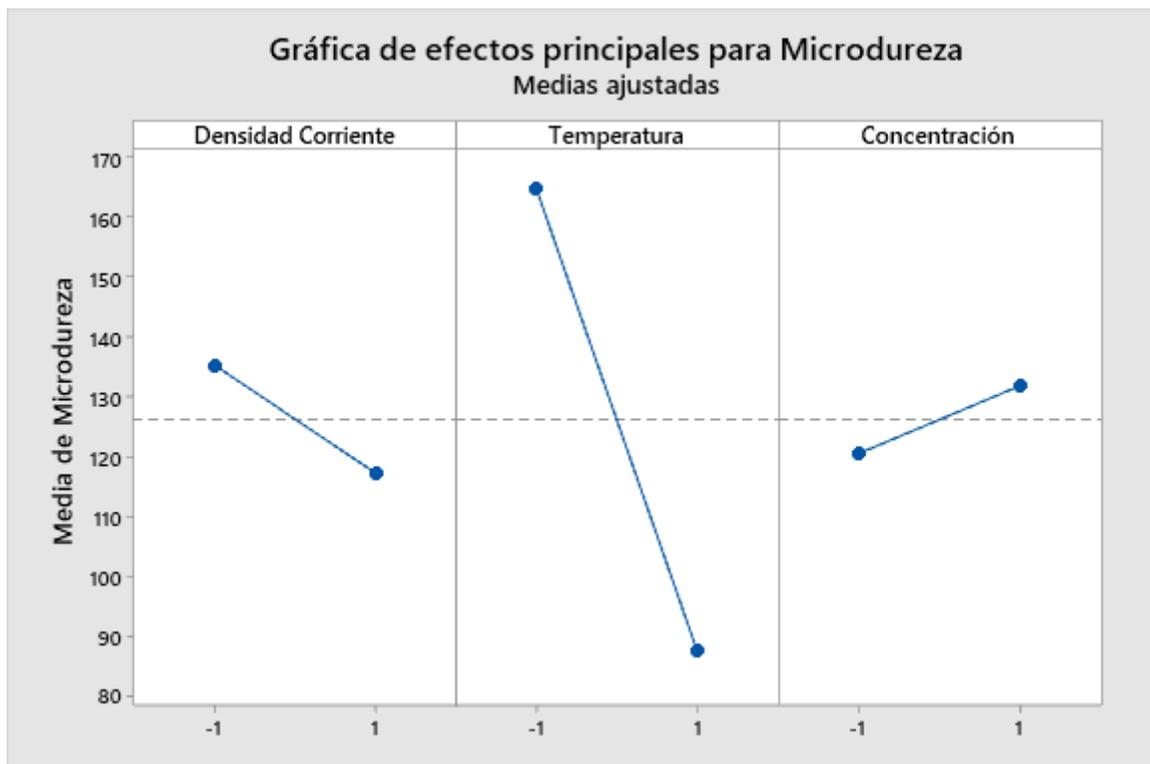
Figura 3.42 Grafico de diagrama de Pareto de efectos estandarizados del DOE del proceso de anodizado para microdureza de la capa.



Nombre de la fuente: Los autores, imagen elaboración propia.

En la figura 3.43 indica de nuevo que de esos tres factores el que más impacto tuvo para la microdureza de la capa de oxido del anodizado en este DOE fue la temperatura de anodizado, seguido de la densidad de corriente y por último la concentración de ácido sulfúrico.

Figura 3.43 Gráfica de efectos principales del DOE para la microdureza de la capa en el proceso de anodizado.

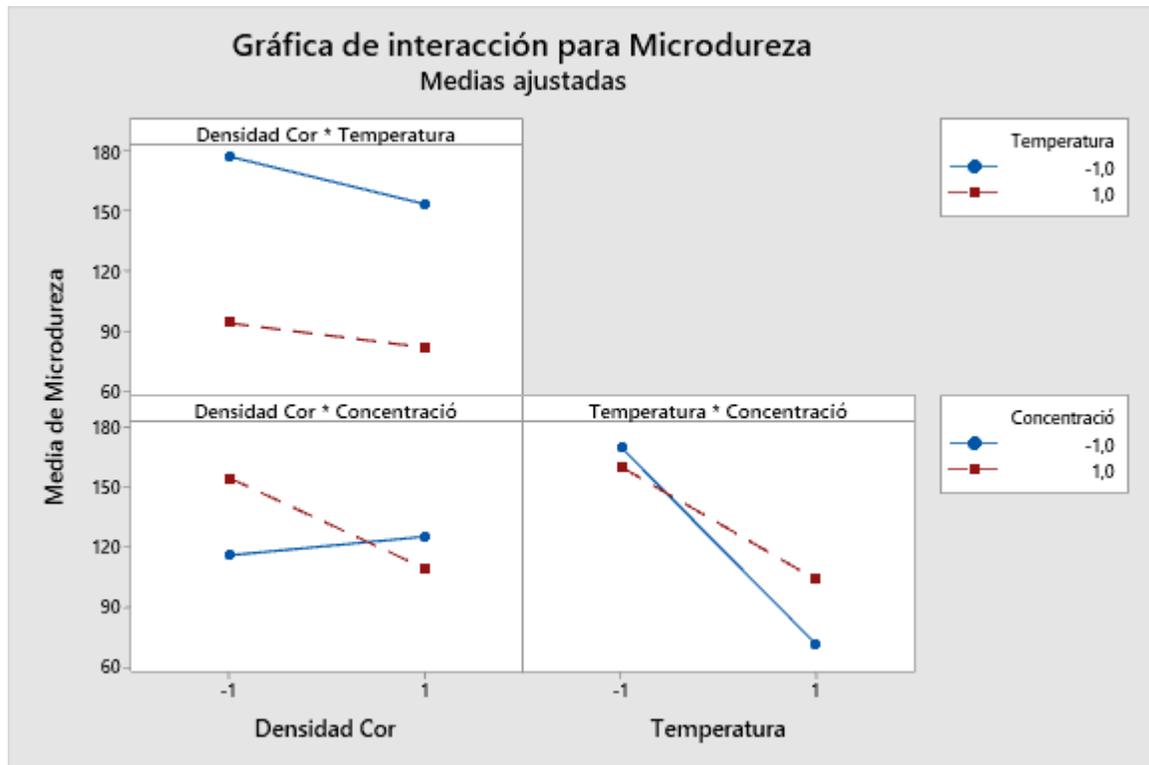


Nombre de la fuente: Los autores, imagen elaboración propia.

Es bien sabido que existe una relación muy importante entre la temperatura, la concentración de electrolito y densidad de corriente en las características morfológicas del oxido de la capa de anodizado. por esto se analizan estos parámetros, con el fin de determinar la correspondencia entre ellas. Se puede notar de nuevo el efecto negativo que tiene la temperatura en la microdureza de la capa de oxido anodizado donde se observa una disminución de la microdureza cuando la temperatura pasa de un valor bajo a un valor alto. Esto concuerda con lo reportado con diversos autores [104] [57] [90] y con las

condiciones para el anodizado tipo III según la norma militar MIL-A-8625F donde a temperaturas más bajas se obtienen mayores durezas.

Figura 3.44 Gráfica de interacciones del DOE para la microdureza en el proceso de anodizado



Nombre de la fuente: Los autores, imagen elaboración propia.

En la figura 3.44 se observa la interacción de los efectos combinados para microdureza que muestra la influencia de los efectos combinados entre densidad de corriente y concentración de electrolito y el efecto combinado entre temperatura y concentración de electrolito en la microdureza de la capa de oxido. Esto se debe a que, a una mayor temperatura, concentración de electrolito y densidad de corriente los efectos de la disolución de la capa de oxido se acrecientan obteniendo así capas de oxido más porosas e irregulares de menor dureza.

4. Conclusiones y recomendaciones

4.1 Conclusiones

Para poder conseguir el objetivo del proyecto, se ha realizado el modelado del rotor de compresión, utilizando el software de diseño  **SolidWorks®**. El modelo se obtuvo a partir de un rotor de compresor real utilizando un escáner 3D y el software de captura **VXelements™** que entrega la información necesaria para poder realizar el diseño CAD del elemento. El diseño geométrico ha servido para realizar el análisis del seccionamiento del rotor para obtener el área más adecuada para el corte de las probetas según los requerimientos necesitados para llevar a cabo este proyecto. Este tipo de herramientas de diseño asistido por computador es extremadamente útil en el campo de la ingeniería debido a las infinitas posibilidades que posee. Se pueden modelar todo tipo de piezas con su geometría real y realizar diferentes análisis ingenieriles del elemento.

Las características de la capa de óxido anodizado están influenciadas por las condiciones del proceso de anodizado. La utilización de las normas técnicas para el desarrollo de este proyecto permite tener una mejor comprensión del proceso de anodizado y la correcta utilización de los ensayos para determinar las características importantes de la capa de óxido. Por ejemplo, la norma militar MIL-A-8625F clasifica los diferentes tipos de anodizado utilizados en el sector aeronáutico y los requerimientos mínimos para su utilización. La guía de buenas prácticas de mediciones Número 57 para microabrasión determina las condiciones del ensayo al no existir todavía una norma estándar para tipo de prueba. La norma ASTM E384-17 describe un método de prueba de microdureza que permite evaluar y cuantificar la dureza de recubrimientos de pequeño espesor.

A la vez, mediante el uso de técnicas de caracterización como microscopía electrónica de barrido (SEM) permitieron obtener mediciones del espesor de capa y de la geometría de la huella dejada por los ensayos de microabrasión y microdureza, logrando obtener

características importantes de los recubrimientos de óxido anódico realizado en este trabajo de investigación como son la resistencia al desgaste y la dureza de las capas de óxido.

La oxidación anódica de la aleación de aluminio del rotor de compresión en ácido sulfúrico bajo las condiciones de concentración de electrolito, temperatura y densidad de corriente estudiados en este proyecto y las técnicas de caracterización aplicadas a la capa de óxido, permite conocer los efectos que estos parámetros causan en las características físicas del recubrimiento. El análisis DOE aplicado por primera vez en este trabajo, según nuestro conocimiento, permite conocer la relación existente entre estos tres factores y cuál de ellos es el más influyente en dicho proceso.

El mayor crecimiento de película de anodizado se presenta con las condiciones 10% de concentración de electrolito, temperatura de 6°C y de densidad de corriente 16 mA/cm². Los parámetros de anodizado de concentración de electrolito, temperatura y densidad de corriente presentaron un comportamiento esperado para este tipo de aleación; con el uso de temperaturas, concentración de electrolito y densidades de corriente altas se obtuvieron espesores pequeños y el uso de temperaturas, concentración de electrolito y densidades de corriente bajas produjeron espesores altos.

El mejor comportamiento a la microabrasión de la película de anodizado se presenta con las condiciones 20% de concentración de electrolito, temperatura de 6°C y de densidad de corriente 24 mA/cm². Los factores involucrados en el proceso de anodizado para el resultado de microabrasión presentó un comportamiento esperado para este tipo de aleación; La temperatura fue el factor más influyente en el comportamiento de la abrasión. Con un aumento de la temperatura también aumenta la constante de desgaste, haciendo a la capa de óxido menos resistente a la microabrasión.

La mayor microdureza Vickers de la película de óxido anodizado se obtuvo con las condiciones: 20% de concentración de ácido, 6°C de temperatura y una densidad de corriente de 16 mA/cm². Los factores de anodizado de concentración de electrolito, temperatura y densidad de corriente presentaron un comportamiento esperado para el resultado de microdureza para este tipo de aleación. El factor más influyente es la

temperatura donde el uso de temperaturas en el nivel alto se obtiene microdurezas bajas y con el uso de temperaturas en el nivel bajo se obtienen microdurezas altas.

El estudio del proceso de anodizado en ácido sulfúrico con las condiciones de concentración, temperatura y densidad de corriente analizadas en el presente trabajo de investigación revela que se obtienen capas de óxido anódico como lo demuestran las técnicas de caracterización utilizadas. Los resultados indican que, ajustando las condiciones del proceso de anodizado, es posible producir capas de óxido anódico de diferentes espesores, características de dureza y resistencia a la abrasión como método de protección para este tipo de aleaciones. Sin embargo, los resultados evidencian que las capas obtenidas mediante este proceso de anodizado con las condiciones tomadas en el experimento con ácido sulfúrico no son las más indicadas para lograr una capa que permita suplir las características del recubrimiento original que trae el rotor de compresión en cuanto a espesor de capa y resistencia al desgaste.

Al no contar con la información del fabricante y por ser un elemento de hace casi 60 años de antigüedad, determinar qué tipo de aleación de aluminio se utilizó para la fabricación del rotor de compresión es un paso importante para la comprensión de los efectos que pueden tener los elementos aleantes en el desarrollo de la capa de óxido anódico. El análisis de la composición química del material del rotor de compresión indica que el tipo de aleación de aluminio utilizada pertenece a la serie 2XXX, más específicamente a la aleación AA2024. Aunque pertenece a las aleaciones menos susceptibles al proceso de anodizado, con las condiciones adecuadas es posible obtener recubrimientos anódicos que mejoran las características superficiales del material como se evidencia en los resultados obtenidos para microdureza y microabrasión.

4.2 Recomendaciones

Según la norma militar MIL-A-8625F en los anodizados duros tipo III se pueden alcanzar espesores de películas de 114 μm a temperaturas entre -2 a 10 °C, por tal motivo se recomienda en un nuevo diseño experimental realizar combinaciones de los factores utilizando la temperatura más baja dada por la norma, ya que a temperaturas bajas se

logra alcanzar espesores de película más altos, de esta manera es posible alcanzar el espesor de la película del recubrimiento original del rotor de compresión.

Debido a la importancia que tiene estos tipos de recubrimientos anodizados para la mejora de las propiedades superficiales de las aleaciones de aluminio se recomienda realizar investigaciones en otros tipos de anodizado utilizando mezclas de ácidos que según estudios mejoran las características de las capas de oxido para este tipo de aleaciones que son utilizadas para múltiples usos industriales [104]. Para determinadas aplicaciones, por ejemplo, en la industria aeronáutica, la resistencia a la abrasión de los recubrimientos anódicos debe mejorarse aún más.

Se recomienda como continuación a los trabajos realizados en el presente trabajo de investigación hacer más estudios en este campo tan importante para la nanotecnología en las futuras líneas de investigación para el Grupo de Investigación en Diseño Mecánico y Materiales (GIDMyM), como por ejemplo utilizar la estructura porosa de la capa de oxido anódica para fabricar elementos nanoestructurados de diversos materiales como nanoalambres o nanotubos [56].

El tipo de aleación de aluminio, el tratamiento que puede tener y la forma en que se fabrique el elemento es un factor importante para tener en cuenta en el proceso de anodizado, ya que, de acuerdo con la literatura, la microestructura del sustrato influye en la morfología de la capa de oxido anódico [14]. Por tal motivo, se recomienda hacer análisis por difracción de rayos X para poder determinar el tipo de estructura que tiene el rotor de compresión y realizar estudios más profundos de su efecto en los procesos de anodizado de esta aleación.

Una de las aplicaciones más utilizadas hoy en día de los recubrimientos anódicos en la industria naval y aeroespacial es su mejora a efectos corrosivos. Por lo tanto, se recomienda además de las pruebas descritas en este proyecto para su caracterización, realizar ensayos para evaluar sus propiedades anticorrosivas utilizando niebla salina, por ejemplo.

Como no se encuentra mucha información del proceso de fabricación del rotor de compresión perteneciente a los motores J69 T25A con que cuenta el comando aéreo de las FAC, es importante caracterizar la capa de recubrimiento original con que cuenta este elemento y poder crear en posibles trabajos futuros otro tipo de recubrimientos para esta serie de elementos y que pueden o no tener mejores propiedades antidesgaste y anticorrosivas que los recubrimientos anodizados.

Debido a la importancia que hoy en día tienen este tipo de recubrimientos para la mejora de propiedades de los materiales y obtención de otros para el uso en nanotecnología, en trabajos futuros, se pueden obtener modelados 3D de piezas reales y utilizar programas CAE para realizar análisis por elementos finitos de los recubrimientos de anodizado y cómo influye la geometría y otros factores en las propiedades de la capa de óxido anódico.

A. Anexo: Composición Química y Designación Internacional para las Aleaciones de Aluminio

Más de 450 designaciones y composiciones han sido registradas por Aluminum Association Inc., para aleaciones de aluminio y aluminio. La Tabla A.1 enumera las designaciones y los límites de composición de las aleaciones de aluminio forjado sin alear y de aluminio forjado.

AA No.	Composition, wt%														
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ga	V	Specified other elements	Ti	Unspecified other elements		Al, min
													Each	Total	
1035	0.35	0.6	0.10	0.05	0.05	0.10	...	0.05	...	0.03	0.03	...	99.35
1040	0.30	0.50	0.10	0.05	0.05	0.10	...	0.05	...	0.03	0.03	...	99.40
1045	0.30	0.45	0.10	0.05	0.05	0.05	...	0.05	...	0.03	0.03	...	99.45
1050	0.25	0.40	0.05	0.05	0.05	0.05	...	0.05	...	0.03	0.03	...	99.50
1060	0.25	0.35	0.05	0.03	0.03	0.05	...	0.05	...	0.03	0.03	...	99.60
1065	0.25	0.30	0.05	0.03	0.03	0.05	...	0.05	...	0.03	0.03	...	99.65
1070	0.20	0.25	0.04	0.03	0.03	0.04	...	0.05	...	0.03	0.03	...	99.70

1080	0.15	0.15	0.03	0.02	0.02	0.03	0.03	0.05	...	0.03	0.02	...	99.80
1085	0.10	0.12	0.03	0.02	0.02	0.03	0.03	0.05	...	0.02	0.01	...	99.85
1090	0.07	0.07	0.02	0.01	0.01	0.03	0.03	0.05	...	0.01	0.01	...	99.90
1100	0.95 Si + Fe	0.05-0.20	0.05	0.10	(a)	...	0.05	0.15	99.0
1200	1.00 Si + Fe	0.05	0.05	0.10	0.05	0.05	0.15	99.0
1230	0.70 Si + Fe	0.10	0.05	0.05	0.10	...	0.05	...	0.03	0.03	...	99.30
1135	0.60 Si + Fe	0.05-0.20	0.04	0.05	0.10	...	0.05	...	0.03	0.03	...	99.35
1235	0.65 Si + Fe	0.05	0.05	0.05	0.10	...	0.05	...	0.06	0.03	...	99.35
1435	0.15	0.30-0.50	0.02	0.05	0.05	0.10	...	0.05	...	0.03	0.03	...	99.35
1145	0.55 Si + Fe	0.05	0.05	0.05	0.05	...	0.05	...	0.03	0.03	...	99.45
1345	0.30	0.40	0.10	0.05	0.05	0.05	...	0.05	...	0.03	0.03	...	99.45
1350	0.10	0.40	0.05	0.01	...	0.01	...	0.05	0.03	...	0.05 B, 0.02 V + Ti	...	0.03	0.10	99.50
1170	0.30 Si + Fe	0.03	0.03	0.02	0.03	0.04	...	0.05	...	0.03	0.03	...	99.70
1175	0.15 Si + Fe	0.10	0.02	0.02	0.04	0.03	0.05	...	0.02	0.02	...	99.75
1180	0.09	0.09	0.01	0.02	0.02	0.03	0.03	0.05	...	0.02	0.02	...	99.80
1185	0.15 Si + Fe	0.01	0.02	0.02	0.03	0.03	0.05	...	0.02	0.01	...	99.85
1285	0.08 ^(b)	0.08 ^(b)	0.02	0.01	0.01	0.03	0.03	0.05	...	0.02	0.01	...	99.85

1188	0.06	0.06	0.005	0.01	0.01	0.03	0.03	0.05	^(a)	0.01	0.01	...	99.88
1199	0.006	0.006	0.006	0.002	0.006	0.006	0.005	0.005	...	0.002	0.002	...	99.99
2008	0.50- 0.8	0.40	0.7- 1.1	0.30	0.25- 0.50	0.10	...	0.25	...	0.05	...	0.10	0.05	0.15	bal
2009	0.25	0.05	3.2- 4.4	...	1.0- 1.6	0.10	^(c)	...	0.05	0.15	bal
2010	0.50	0.50	0.7- 1.3	0.10- 0.40	0.40- 1.0	0.15	...	0.30	0.05	0.15	bal
2011	0.40	0.7	5.0- 6.0	0.30	^(d)	...	0.05	0.15	bal
2111	0.40	0.7	5.0- 6.0	0.30	^(e)	...	0.05	0.15	bal
2012	0.40	0.7	4.0- 5.5	0.30	^(f)	...	0.05	0.15	bal
2014	0.50- 1.2	0.7	3.9- 5.0	0.40- 1.2	0.20- 0.8	0.10	...	0.25	^(g)	0.15	0.05	0.15	bal
2214	0.50- 1.2	0.30	3.9- 5.0	0.40- 1.2	0.20- 0.8	0.10	...	0.25	^(g)	0.15	0.05	0.15	bal
2017	0.20- 0.8	0.7	3.5- 4.5	0.40- 1.0	0.40- 0.8	0.10	...	0.25	^(g)	0.15	0.05	0.15	bal
2117	0.8	0.7	2.2- 3.0	0.20	0.20- 0.50	0.10	...	0.25	0.05	0.15	bal
2018	0.9	1.0	3.5- 4.5	0.20	0.45- 0.9	0.10	1.7- 2.3	0.25	0.05	0.15	bal
2218	0.9	1.0	3.5- 4.5	0.20	1.2- 1.8	0.10	1.7- 2.3	0.25	0.05	0.15	bal
2618	0.10- 0.25	0.9- 1.3	1.9- 2.7	...	1.3- 1.8	...	0.9- 1.2	0.10	0.04- 0.10	0.05	0.15	bal

2219	0.20	0.30	5.8- 6.8	0.20- 0.40	0.02	0.10	...	0.05- 0.15	0.10-0.25 Zr	0.02- 0.10	0.05	0.15	bal
2319	0.20	0.30	5.8- 6.8	0.20- 0.40	0.02	0.10	...	0.05- 0.15	0.10-0.25 Zr ^(a)	0.10- 0.20	0.05	0.15	bal
2419	0.15	0.18	5.8- 6.8	0.20- 0.40	0.02	0.10	...	0.05- 0.15	0.10-0.25 Zr	0.02- 0.10	0.05	0.15	bal
2519	0.25 ^(h)	0.30 ^(h)	5.3- 6.4	0.10- 0.50	0.50- 0.40	0.10	...	0.05- 0.15	0.10-0.25 Zr	0.02- 0.10	0.05	0.15	bal
2024	0.50	0.50	3.8- 4.9	0.30- 0.9	1.2- 1.8	0.10	...	0.25	^(g)	0.15	0.05	0.15	bal
2124	0.20	0.30	3.8- 4.9	0.30- 0.9	1.2- 1.8	0.10	...	0.25	^(g)	0.15	0.05	0.15	bal
2224	0.12	0.15	3.8- 4.4	0.30- 0.9	1.2- 1.8	0.10	...	0.25	0.15	0.05	0.15	bal
2324	0.10	0.12	3.8- 4.4	0.30- 0.9	1.2- 1.8	0.10	...	0.25	0.15	0.05	0.15	bal
2025	0.50- 1.2	1.0	3.9- 5.0	0.40- 1.2	0.05	0.10	...	0.25	0.15	0.05	0.15	bal
2034	0.10	0.12	4.2- 4.8	0.8- 1.3	1.3- 1.9	0.05	...	0.20	0.08-0.15 Zr	0.15	0.05	0.15	bal
2036	0.50	0.50	2.2- 3.0	0.10- 0.40	0.30- 0.6	0.10	...	0.25	0.15	0.05	0.15	bal
2037	0.50	0.50	1.4- 2.2	0.10- 0.40	0.30- 0.8	0.10	...	0.25	...	0.05	...	0.15	0.05	0.15	bal
2038	0.50- 1.3	0.6	0.8- 1.8	0.10- 0.40	0.40- 1.0	0.20	...	0.50	0.05	0.05	...	0.15	0.05	0.15	bal
2048	0.15	0.20	2.8- 3.8	0.20- 0.6	1.2- 1.8	0.25	0.10	0.05	0.15	bal

X2080	0.10	0.20	3.3- 4.1	0.25	1.5- 2.2	0.10	0.08-0.25 Zr ⁽ⁱ⁾	...	0.05	0.15	bal
2090	0.10	0.12	2.4- 3.0	0.05	0.25	0.05	...	0.10	0.08-0.15 Zr ^(j)	0.15	0.05	0.15	bal
2091	0.20	0.30	1.8- 2.5	0.10	1.1- 1.9	0.10	...	0.25	0.04-0.16 Zr ^(k)	0.10	0.05	0.15	bal
2094	0.12	0.15	4.4- 5.2	0.25	0.025- 0.8	0.25	0.04-0.18 Zr ^(l)	0.10	0.05	0.15	bal
2095	0.12	0.15	3.9- 4.6	0.25	0.25- 0.8	0.25	0.04-0.18 Zr ^(m)	0.10	0.05	0.15	bal
2195	0.12	0.15	3.7- 4.3	0.25	0.25- 0.8	0.25	0.08-0.16 Zr ⁽ⁿ⁾	0.10	0.05	0.15	bal
X2096	0.12	0.15	2.3- 3.0	0.25	0.25- 0.8	0.25	0.04-0.18 Zr ^(o)	0.10	0.05	0.15	bal
2097	0.12	0.15	2.5- 3.1	0.10- 0.6	0.35	0.35	0.08-0.16 Zr ^(p)	0.15	0.05	0.15	bal
2197	0.10	0.10	2.5- 3.1	0.10- 0.50	0.25	0.05	0.08-0.15 Zr ^(q)	0.12	0.05	0.15	bal
3002	0.08	0.10	0.15	0.05- 0.25	0.05- 0.20	0.05	...	0.05	...	0.03	0.03	0.10	bal
3102	0.40	0.7	0.10	0.05- 0.40	0.30	0.10	0.05	0.15	bal
3003	0.6	0.7	0.05- 0.20	1.0- 1.5	0.10	0.05	0.15	bal
3303	0.6	0.7	0.05- 0.20	1.0- 1.5	0.30	0.05	0.15	bal
3004	0.30	0.7	0.25	1.0- 1.5	0.8- 1.3	0.25	0.05	0.15	bal

3104	0.6	0.8	0.05- 0.25	0.8- 1.4	0.8- 1.3	0.25	0.05	0.05	...	0.10	0.05	0.15	bal
3204	0.30	0.7	0.10- 0.25	0.8- 1.5	0.8- 1.5	0.25	0.05	0.15	bal
3005	0.6	0.7	0.30	1.0- 1.5	0.20- 0.6	0.10	...	0.25	0.10	0.05	0.15	bal
3105	0.6	0.7	0.30	0.30- 0.8	0.20- 0.8	0.20	...	0.40	0.10	0.05	0.15	bal
3006	0.50	0.7	0.10- 0.30	0.50- 0.8	0.30- 0.6	0.20	...	0.15- 0.40	0.10	0.05	0.15	bal
3007	0.50	0.7	0.05- 0.30	0.30- 0.8	0.6	0.20	...	0.40	0.10	0.05	0.15	bal
3107	0.6	0.7	0.05- 0.15	0.40- 0.9	0.20	0.10	0.05	0.15	bal
3307	0.6	0.8	0.30	0.50- 0.9	0.30	0.20	...	0.40	0.10	0.05	0.15	bal
3009	1.0- 1.8	0.7	0.10	1.2- 1.8	0.10	0.05	0.05	0.05	0.10 Zr	0.10	0.05	0.15	bal
3010	0.10	0.20	0.03	0.20- 0.9	...	0.05- 0.40	...	0.05	...	0.05	...	0.05	0.03	0.10	bal
3011	0.40	0.7	0.05- 0.20	0.8- 1.2	...	0.10- 0.40	...	0.10	0.10-0.30 Zr	0.10	0.05	0.15	bal
3015	0.6	0.8	0.30	0.50- 0.9	0.20- 0.7	0.10	...	0.25	0.10	0.05	0.15	bal
3016	0.6	0.8	0.30	0.50- 0.9	0.50- 0.8	0.10	...	0.25	0.10	0.05	0.15	bal
4004	9.0- 10.5	0.8	0.25	0.10	1.0- 2.0	0.20	0.05	0.15	bal

4104	9.0-10.5	0.8	0.25	0.10	1.0-2.0	0.20	0.02-0.20 Bi	...	0.05	0.15	bal
4008	6.5-7.5	0.09	0.05	0.05	0.30-0.45	0.05	^(a)	0.04-0.15	0.05	0.15	bal
4009	4.5-5.5	0.20	1.0-1.5	0.10	0.45-0.6	0.10	^(a)	0.20	0.05	0.15	bal
4010	6.5-7.5	0.20	0.20	0.10	0.30-0.45	0.10	^(a)	0.20	0.05	0.15	bal
4011	6.5-7.5	0.20	0.20	0.10	0.45-0.7	0.10	0.04-0.07 Be	0.04-0.20	0.05	0.15	bal
4013	3.5-4.5	0.35	0.05-0.20	0.03	0.05-0.20	0.05	^(r)	0.02	0.05	0.15	bal
4032	11.0-13.5	1.0	0.50-1.3	...	0.8-1.3	0.10	0.50-1.3	0.25	0.05	0.15	bal
4043	4.5-6.0	0.8	0.30	0.05	0.05	0.10	^(a)	0.20	0.05	0.15	bal
4343	6.8-8.2	0.8	0.25	0.10	0.20	0.05	0.15	bal
4543	5.0-7.0	0.50	0.10	0.05	0.10-0.40	0.05	...	0.10	0.10	0.05	0.15	bal
4643	3.6-4.6	0.8	0.10	0.05	0.10-0.30	0.10	^(a)	0.15	0.05	0.15	bal
4044	7.8-9.2	0.8	0.25	0.10	0.20	0.05	0.15	bal
4045	9.0-11.0	0.8	0.30	0.05	0.05	0.10	0.20	0.05	0.15	bal
4145	9.3-10.7	0.8	3.3-4.7	0.15	0.15	0.15	...	0.20	^(a)	...	0.05	0.15	bal

4047	11.0- 13.0	0.8	0.30	0.15	0.10	0.20	(a)	...	0.05	0.15	bal
4147	11.0- 13.0	0.8	0.25	0.10	0.10- 0.50	0.20	(a)	...	0.05	0.15	bal
4048^(s)	9.3- 10.7	0.8	3.3- 4.7	0.07	0.07	0.07	...	9.3- 10.7	(a)	...	0.05	0.15	bal
5005	0.30	0.7	0.20	0.20	0.50- 1.1	0.10	...	0.25	0.05	0.15	bal
5205	0.15	0.7	0.03- 0.10	0.10	0.6- 1.0	0.10	...	0.05	0.05	0.15	bal
5006	0.40	0.8	0.10	0.40- 0.8	0.8- 1.3	0.10	...	0.25	0.10	0.05	0.15	bal
5010	0.40	0.7	0.25	0.10- 0.30	0.20- 0.6	0.15	...	0.30	0.10	0.05	0.15	bal
5016	0.25	0.6	0.20	0.40- 0.7	1.4- 1.9	0.10	...	0.15	0.05	0.05	0.15	bal
5017	0.40	0.7	0.18- 0.28	0.6- 0.8	1.9- 2.2	0.09	0.05	0.15	bal
5040	0.30	0.7	0.25	0.9- 1.4	1.0- 1.5	0.10- 0.30	...	0.25	0.05	0.15	bal
5042	0.20	0.35	0.15	0.20- 0.50	3.0- 4.0	0.10	...	0.25	0.10	0.05	0.15	bal
5043	0.40	0.7	0.05- 0.35	0.7- 1.2	0.7- 1.3	0.05	...	0.25	0.05	0.05	...	0.10	0.05	0.15	bal
5349	0.40	0.7	0.18- 0.28	0.6- 1.2	1.7- 2.6	0.09	0.05	0.15	bal
5050	0.40	0.7	0.20	0.10	1.1- 1.8	0.10	...	0.25	0.05	0.15	bal

5250	0.08	0.10	0.10	0.05- 0.15	1.3- 1.8	...	·	0.05	0.03	0.05	0.03	0.10	bal
5051	0.40	0.7	0.25	0.20	1.7- 2.2	0.10	...	0.25	0.10	0.05	0.15	bal
5151	0.20	0.35	0.15	0.10	1.5- 2.1	0.10	...	0.15	0.10	0.05	0.15	bal
5351	0.08	0.10	0.10	0.10	1.6- 2.2	0.05	...	0.05	0.03	0.10	bal
5451	0.25	0.40	0.10	0.10	1.8- 2.4	0.15- 0.35	0.05	0.10	0.05	0.05	0.15	bal
5052	0.25	0.40	0.10	0.10	2.2- 2.8	0.15- 0.35	...	0.10	0.05	0.15	bal
5252	0.08	0.10	0.10	0.10	2.2- 2.8	0.05	...	0.05	0.03	0.10	bal
5352	0.45 Si + Fe		0.10	0.10	2.2- 2.8	0.10	...	0.10	0.10	0.05	0.15	bal
5552	0.04	0.05	0.10	0.10	2.2- 2.8	0.05	...	0.05	0.03	0.10	bal
5652	0.40 Si + Fe		0.04	0.01	2.2- 2.8	0.15- 0.35	...	0.10	0.05	0.15	bal
5154	0.25	0.40	0.10	0.10	3.1- 3.9	0.15- 0.35	...	0.20	^(a)	0.20	0.05	0.15	bal
5254	0.45 Si + Fe		0.05	0.01	3.1- 3.9	0.15- 0.35	...	0.20	0.05	0.05	0.15	bal
5454	0.25	0.40	0.10	0.50- 1.0	2.4- 3.0	0.05- 0.20	...	0.25	0.20	0.05	0.15	bal
5554	0.25	0.40	0.10	0.50- 1.0	2.4- 3.0	0.05- 0.20	...	0.25	^(a)	0.05- 0.20	0.05	0.15	bal

5654	0.45 Si + Fe	0.05	0.01	3.1-3.9	0.15-0.35	...	0.20	(a)	0.05-0.15	0.05	0.15	bal	
5754	0.40	0.40	0.10	0.50	2.6-3.6	0.30	...	0.20	0.10-0.6 Mn + Cr	0.15	0.05	0.15	bal
5954	0.25	0.40	0.10	0.10	3.3-4.1	0.10	...	0.20	0.20	0.05	0.15	bal
5056	0.30	0.40	0.10	0.05-0.20	4.5-5.6	0.05-0.20	...	0.10	0.05	0.15	bal
5356	0.25	0.40	0.10	0.05-0.20	4.5-5.5	0.05-0.20	...	0.10	(a)	0.06-0.20	0.05	0.15	bal
5456	0.25	0.40	0.10	0.50-1.0	4.7-5.5	0.05-0.20	...	0.25	0.20	0.05	0.15	bal
5556	0.25	0.40	0.10	0.50-1.0	4.7-5.5	0.05-0.20	...	0.25	(a)	0.05-0.20	0.05	0.15	bal
5357	0.12	0.17	0.20	0.15-0.45	0.8-1.2	0.05	0.05	0.15	bal
5457	0.08	0.10	0.20	0.15-0.45	0.8-1.2	0.05	...	0.05	0.03	0.10	bal
5557	0.10	0.12	0.15	0.10-0.40	0.40-0.8	0.05	0.03	0.10	bal
5657	0.08	0.10	0.10	0.03	0.6-1.0	0.05	0.03	0.05	0.02	0.05	bal
5180	0.35 Si + Fe	0.10	0.20-0.7	3.5-4.5	0.10	1.7-2.8	0.08-0.25 Zr ^(a)	0.06-0.20	0.05	0.15	bal
5082	0.20	0.35	0.15	0.15	4.0-5.0	0.15	...	0.25	0.10	0.05	0.15	bal
5182	0.20	0.35	0.15	0.20-0.50	4.0-5.0	0.10	...	0.25	0.10	0.05	0.15	bal

5083	0.40	0.40	0.10	0.40- 1.0	4.0- 4.9	0.05- 0.25	...	0.25	0.15	0.05	0.15	bal
5183	0.40	0.40	0.10	0.50- 1.0	4.3- 5.2	0.05- 0.25	...	0.25	(a)	0.15	0.05	0.15	bal
5086	0.40	0.50	0.10	0.20- 0.7	3.5- 4.5	0.05- 0.25	...	0.25	0.15	0.05	0.15	bal
5091	0.20	0.30	3.7- 4.2	(t)	...	0.05	0.15	bal
6101	0.30- 0.7	0.50	0.10	0.03	0.35- 0.8	0.03	...	0.10	0.06 B	...	0.03	0.10	bal
6201	0.50- 0.9	0.50	0.10	0.03	0.6- 0.9	0.03	...	0.10	0.06 B	...	0.03	0.10	bal
6301	0.50- 0.9	0.7	0.10	0.15	0.6- 0.9	0.10	...	0.25	0.15	0.05	0.15	bal
6003	0.35- 1.0	0.6	0.10	0.8	0.8- 1.5	0.35	...	0.20	0.10	0.05	0.15	bal
6004	0.30- 0.6	0.10- 0.30	0.10	0.20- 0.6	0.40- 0.7	0.05	0.05	0.15	bal
6005	0.6- 0.9	0.35	0.10	0.10	0.40- 0.6	0.10	...	0.10	0.10	0.05	0.15	bal
6005A	0.50- 0.9	0.35	0.30	0.50	0.40- 0.7	0.30	...	0.20	0.12-0.50 Mn + Cr	0.10	0.05	0.15	bal
6105	0.6- 1.0	0.35	0.10	0.10	0.45- 0.8	0.10	...	0.10	0.10	0.05	0.15	bal
6205	0.6- 0.9	0.7	0.20	0.05- 0.15	0.40- 0.6	0.05- 0.15	...	0.25	0.05-0.15 Zr	0.15	0.05	0.15	bal
6006	0.20- 0.6	0.35	0.15- 0.30	0.05- 0.20	0.45- 0.9	0.10	...	0.10	0.10	0.05	0.15	bal

6206	0.35- 0.7	0.35	0.20- 0.50	0.13- 0.30	0.45- 0.8	0.10	...	0.20	0.10	0.05	0.15	bal
6306	0.20- 0.6	0.10	0.05- 0.16	0.10- 0.0	0.45- 0.9	0.05	0.05	0.05	0.15	bal
6007	0.9- 1.4	0.7	0.20	0.05- 0.25	0.6- 0.9	0.05- 0.25	...	0.25	0.05-0.20 Zr	0.15	0.05	0.15	bal
6009	0.6- 1.0	0.50	0.15- 0.6	0.20- 0.8	0.40- 0.8	0.10	...	0.25	0.10	0.05	0.15	bal
6010	0.8- 1.2	0.50	0.15- 0.6	0.20- 0.8	0.6- 1.0	0.10	...	0.25	0.10	0.05	0.15	bal
6110	0.7- 1.5	0.8	0.20- 0.7	0.20- 0.7	0.50- 1.1	0.04- 0.25	...	0.30	0.15	0.05	0.15	bal
6011	0.6- 1.2	1.0	0.40- 0.9	0.8	0.6- 1.2	0.30	0.20	1.5	0.20	0.05	0.15	bal
6111	0.6- 1.1	0.40	0.50- 0.9	0.10- 0.45	0.50- 1.0	0.10	...	0.15	0.10	0.05	0.15	bal
6013	0.6- 1.0	0.50	0.6- 1.1	0.20- 0.8	0.8- 1.2	0.10	...	0.25	0.10	0.05	0.15	bal
6113	0.6- 1.0	0.30	0.6- 1.1	0.10- 0.6	0.8- 1.2	0.10	...	0.25	^(u)	0.10	0.05	0.15	bal
6017	0.55- 0.7	0.15- 0.30	0.05- 0.20	0.10	0.45- 0.6	0.10	...	0.05	0.05	0.05	0.15	bal
6151	0.6- 1.2	1.0	0.35	0.20	0.45- 0.8	0.15- 0.35	...	0.25	0.15	0.05	0.15	bal
6351	0.7- 1.3	0.50	0.10	0.40- 0.8	0.40- 0.8	0.20	0.20	0.05	0.15	bal
6951	0.20- 0.50	0.8	0.15- 0.40	0.10	0.40- 0.8	0.20	0.05	0.15	bal

6053	^(v)	0.35	0.10	...	1.1- 1.4	0.15- 0.35	...	0.10	0.05	0.15	bal	
6253	^(v)	0.50	0.10	...	1.0- 1.5	0.04- 0.35	...	1.6- 2.4	0.05	0.15	bal	
6060		0.30- 0.6	0.10- 0.30	0.10	0.10	0.35- 0.6	0.05	...	0.15	0.10	0.05	0.15	bal
6160		0.30- 0.6	0.15	0.20	0.05	0.35- 0.6	0.05	...	0.05	0.05	0.15	bal
6061		0.40- 0.8	0.7	0.15- 0.40	0.15	0.8- 1.2	0.04- 0.35	...	0.25	0.15	0.05	0.15	bal
6162		0.40- 0.8	0.50	0.20	0.10	0.7- 1.1	0.10	...	0.25	0.10	0.05	0.15	bal
6262		0.40- 0.8	0.7	0.15- 0.40	0.15	0.8- 1.2	0.04- 0.14	...	0.25	^(w)	0.15	0.05	0.15	bal
6063		0.20- 0.6	0.35	0.10	0.10	0.45- 0.9	0.10	...	0.10	0.10	0.05	0.15	bal
6463		0.20- 0.6	0.15	0.20	0.05	0.45- 0.9	0.05	0.05	0.15	bal
6763		0.20- 0.6	0.08	0.04- 0.16	0.03	0.45- 0.9	0.03	...	0.05	0.03	0.10	bal
6066		0.9- 1.8	0.50	0.7- 1.2	0.6- 1.1	0.8- 1.4	0.40	...	0.25	0.20	0.05	0.15	bal
6070		1.0- 1.7	0.50	0.15- 0.40	0.40- 1.0	0.50- 1.2	0.10	...	0.25	0.15	0.05	0.15	bal
6091		0.40- 0.8	0.7	0.15- 0.40	0.15	0.8- 1.2	0.15	...	0.25	^(u)	0.15	0.05	0.15	bal
6092		0.40- 0.8	0.30	0.7- 1.0	0.15	0.8- 1.2	0.15	...	0.25	^(u)	0.15	0.05	0.15	bal

7001	0.35	0.40	1.6- 2.6	0.20	2.6- 3.4	0.18- 0.35	...	6.8- 8.0	0.20	0.05	0.15	bal
7004	0.25	0.35	0.05	0.20- 0.7	1.0- 2.0	0.05	...	3.8- 4.6	0.10-0.20 Zr	0.05	0.05	0.15	bal
7005	0.35	0.40	0.10	0.20- 0.7	1.0- 1.8	0.06- 0.20	...	4.0- 5.0	0.08-0.20 Zr	0.01- 0.06	0.05	0.15	bal
7008	0.10	0.10	0.05	0.05	0.7- 1.4	0.12- 0.25	...	4.5- 5.5	0.05	0.05	0.10	bal
7108	0.10	0.10	0.05	0.05	0.7- 1.4	4.5- 5.5	0.12-0.25 Zr	0.05	0.05	0.15	bal
7011	0.15	0.20	0.05	0.10- 0.30	1.0- 1.6	0.05- 0.20	...	4.0- 5.5	0.05	0.05	0.15	bal
7013	0.6	0.7	0.10	1.0- 1.5	1.5- 2.0	0.05	0.15	bal
7016	0.10	0.12	0.45- 1.0	0.03	0.8- 1.4	4.0- 5.0	...	0.05	...	0.03	0.03	0.10	bal
7116	0.15	0.30	0.50- 1.1	0.05	0.8- 1.4	4.2- 5.2	0.03	0.05	...	0.05	0.05	0.15	bal
7021	0.25	0.40	0.25	0.10	1.2- 1.8	0.05	...	5.0- 6.0	0.08-0.18 Zr	0.10	0.05	0.15	bal
7029	0.10	0.12	0.50- 0.9	0.03	1.3- 2.0	4.2- 5.2	...	0.05	...	0.05	0.03	0.10	bal
7129	0.15	0.30	0.50- 0.9	0.10	1.3- 2.0	0.10	...	4.2- 5.2	0.03	0.05	...	0.05	0.05	0.15	bal
7229	0.06	0.08	0.50- 0.9	0.03	1.3- 2.0	4.2- 5.2	...	0.05	...	0.05	0.03	0.10	bal
7031	0.30	0.8- 1.4	0.10	0.10- 0.40	0.10	0.8- 1.8	0.05	0.15	bal

7039	0.30	0.40	0.10	0.10- 0.40	2.3- 3.3	0.15- 0.25	...	3.5- 4.5	0.10	0.05	0.15	bal
7046	0.20	0.40	0.25	0.30	1.0- 1.6	0.20	...	6.6- 7.6	0.10-0.18 Zr	0.06	0.05	0.15	bal
7146	0.20	0.40	1.0- 1.6	6.6- 7.6	0.10-0.18 Zr	0.06	0.05	0.15	bal
7049	0.25	0.35	1.2- 1.9	0.20	2.0- 2.9	0.10- 0.22	...	7.2- 8.2	0.10	0.05	0.15	bal
7149	0.15	0.20	1.2- 1.9	0.20	2.0- 2.9	0.10- 0.22	...	7.2- 8.2	0.10	0.05	0.15	bal
7249	0.10	0.12	1.3- 1.9	0.10	2.0- 2.4	0.12- 0.18	...	7.5- 8.2	0.06	0.05	0.15	bal
7050	0.12	0.15	2.0- 2.6	0.10	1.9- 2.6	0.04	...	5.7- 6.7	0.08-0.15 Zr	0.06	0.05	0.15	bal
7150	0.12	0.15	1.9- 2.5	0.10	2.0- 2.7	0.04	...	5.9- 6.9	0.08-0.15 Zr	0.06	0.05	0.15	bal
7055	0.10	0.15	2.0- 2.6	0.05	1.8- 2.3	0.04	...	7.6- 8.4	0.08-0.25 Zr	0.06	0.05	0.15	bal
7064	0.12	0.15	1.8- 2.4	...	1.9- 2.9	0.06- 0.25	...	6.8- 8.0	0.10-0.50 Zr ^(x)	...	0.05	0.15	bal
7072	0.7 Si + Fe		0.10	0.10	0.10	0.8- 1.3	0.05	0.15	bal
7472	0.25	0.6	0.05	0.05	0.9- 1.5	1.3- 1.9	0.05	0.15	bal
7075	0.40	0.50	1.2- 2.0	0.30	2.1- 2.9	0.18- 0.28	...	5.1- 6.1	^(y)	0.20	0.05	0.15	bal
7175	0.15	0.20	1.2- 2.0	0.10	2.1- 2.9	0.18- 0.28	...	5.1- 6.1	0.10	0.05	0.15	bal

7475	0.10	0.12	1.2- 1.9	0.06	1.9- 2.6	0.18- 0.25	...	5.2- 6.2	0.06	0.05	0.15	bal
7076	0.40	0.6	0.30- 1.0	0.30- 0.8	1.2- 2.0	7.0- 8.0	0.20	0.05	0.15	bal
7277	0.50	0.7	0.8- 1.7	...	1.7- 2.3	0.18- 0.35	...	3.7- 4.3	0.10	0.05	0.15	bal
7178	0.40	0.50	1.6- 2.4	0.30	2.4- 3.1	0.18- 0.28	...	6.3- 7.3	0.20	0.05	0.15	bal
7090	0.12	0.15	0.6- 1.3	...	2.0- 3.0	7.3- 8.7	1.0-1.9 Co ⁽²⁾	...	0.05	0.15	bal
7091	0.12	0.15	1.1- 1.8	...	2.0- 3.0	5.8- 7.1	0.20-0.60 Co ⁽²⁾	...	0.05	0.15	bal
7093	0.12	0.15	1.1- 1.9	...	2.0- 3.0	...	0.04- 0.16	8.3- 9.7	0.08-0.20 Zr ^(u)	...	0.05	0.15	bal
8001	0.17	0.45- 0.7	0.15	0.9- 1.3	0.05	^(aa)	...	0.05	0.15	bal
8006	0.40	1.2- 2.0	0.30	0.30- 1.0	0.10	0.10	0.05	0.15	bal
8007	0.40	1.2- 2.0	0.10	0.30- 1.0	0.10	0.8- 1.8	0.05	0.15	bal
8009	1.7- 1.9	8.4- 8.9	...	0.10	...	0.10	...	0.25	...	1.1- 1.5	^(bb)	0.10	0.05	0.15	bal
8010	0.40	0.35- 0.7	0.10- 0.30	0.10- 0.8	0.10- 0.50	0.20	...	0.40	0.10	0.05	0.15	bal
8111	0.30- 1.1	0.40- 1.0	0.10	0.10	0.05	0.05	...	0.10	0.08	0.05	0.15	bal
8112	1.0	1.0	0.40	0.6	0.7	0.20	...	1.0	0.20	0.05	0.15	bal

8014	0.30	1.2- 1.6	0.20	0.20- 0.6	0.10	0.10	0.10	0.05	0.15	bal
8015	0.30	0.8- 1.4	0.10	0.10- 0.40	0.10	0.10	0.05	0.15	bal
8017	0.10	0.55- 0.8	0.10- 0.20	...	0.01- 0.05	0.05	0.04 B, 0.003 Li	...	0.03	0.10	bal
X8019	0.20	7.3- 9.3	...	0.05	0.05	(cc)	0.05	0.05	0.15	bal
8020	0.10	0.10	0.005	0.005	0.005	...	0.05	(dd)	...	0.03	0.10	bal
8022	1.2- 1.4	6.2- 6.8	...	0.10	...	0.10	...	0.25	...	0.40- 0.8	(ee)	0.10	0.05	0.15	bal
8030	0.10	0.30- 0.8	0.15- 0.30	...	0.05	0.05	0.001- 0.04 B	...	0.03	0.10	bal
8130	0.15 ^(ff)	0.40- 1.0 ^(ff)	0.05- 0.15	0.10	0.03	0.10	bal
8040	1.0 Si + Fe		0.20	0.05	0.20	0.10-0.30 Zr	...	0.05	0.15	bal
8076	0.10	0.6- 0.9	0.04	...	0.08- 0.22	0.05	0.04 B	...	0.03	0.10	bal
8176	0.03- 0.15	0.40- 1.0	0.10	0.03	0.05	0.15	bal
8077	0.10	0.10- 0.40	0.05	...	0.10- 0.30	0.05	0.05 B ^(gg)	...	0.03	0.10	bal
8177	0.10	0.25- 0.45	0.04	...	0.04- 0.12	0.05	0.04 B	...	0.03	0.10	bal
8079	0.05- 0.30	0.7- 1.3	0.05	0.10	0.05	0.15	bal

8280	1.0- 2.0	0.7	0.7- 1.3	0.10	0.20- 0.7	0.05	5.5-7.0 Sn	0.10	0.05	0.15	bal
8081	0.7	0.7	0.7- 1.3	0.10	0.05	18.0-22.0 Sn	0.10	0.05	0.15	bal
8090	0.20	0.30	1.0- 1.6	0.10	0.6- 1.3	0.10	...	0.25	0.04-0.16 Zr ^(hh)	0.10	0.05	0.15	bal

Source: Aluminum Association Inc.

- (a) 0.0008% max Be for welding electrode and filler wire only.
- (b) 0.14% max Si + Fe.
- (c) 0.6% max O.
- (d) 0.20-0.6% Bi, 0.20-0.6% Pb.
- (e) 0.20-0.8% Bi, 0.10-0.50% Sn.
- (f) 0.20-0.7% Bi, 0.20-0.6% Sn.
- (g) A Zr + Ti limit of 0.20% max can be used with this alloy designation for extruded and forged products only, but only when the supplier and purchaser have mutually so agreed.
- (h) 0.40% max Si + Fe.
- (i) 0.005% max Be, 0.20-0.50% O.
- (j) 1.9-2.6% Li.
- (k) 1.7-2.3% Li.
- (l) 0.25-0.6% Ag, 0.7-1.4% Li.
- (m) 0.25-0.6% Ag, 0.7-1.5% Li.
- (n) 0.25-0.6% Ag, 0.8-1.2% Li.
- (o) 0.25-0.6% Ag, 1.3-1.9% Li.
- (p) 1.2-1.8% Li.
- (q) 1.3-1.7% Li.
- (r) 0.6-1.5% Bi, 0.05% max Cd.
- (s) Formerly inactive alloy 4245 reactivated as 4048.
- (t) 1.0-1.3% C, 1.2-1.4% Li, 0.20-0.7% O.
- (u) 0.05-0.50% O.
- (v) 45-65% of actual Mg.
- (w) 0.40-0.7% Bi, 0.40-0.7% Pb.
- (x) 0.10-0.40% Co, 0.05-0.30% O.
- (y) A Zr + Ti limit of 0.25% max can be used with this alloy designation for extruded and forged products only, but only when the supplier and purchaser have mutually so agreed.
- (z) 0.20-0.50% O.
- (aa) 0.001% max B, 0.003% max Cd, 0.001% max Co, 0.008% max Li.
- (bb) 0.30% max O.
- (cc) 3.5-4.5% Ce, 0.20-0.50% O.
- (dd) 0.10-0.50% Bi, 0.10-0.25% Sn.
- (ee) 0.05-0.20% O.
- (ff) 1.0% max Si + Fe.
- (gg) 0.02-0.08% Zr.
- (hh) 2.2-2.7% Li.

B. Anexo: Detalle de construcción del Turborreactor Turbomeca Marbore II

La figura B.1 indica en un corte transversal a lo largo del motor la construcción del turborreactor.

La figura B.2 muestre un corte del turborreactor Turbomeca Marboré II. A mediados de 1951, La empresa Continental Aviación e Ingeniería (CAE) negoció un acuerdo de licencia con la empresa francesa de motores de turbina Turbomeca para los derechos técnicos, de producción y de comercialización en los Estados Unidos del turborreactor Marboré II. Después de un intenso esfuerzo de marketing por la empresa Continental en 1952, Cessna seleccionó el Marboré II (J69 como designación militar) para su avión entrenador T-37 de la Fuerza Aérea de EE. UU. Desde 1954 hasta 1995, Continental produjo más de 6,900 J69 para versiones objetivo y de reconocimiento del Firebee RPV. Desde 1955 hasta 1976, se fabricaron más de 3,000 para el Cessna T-37. El J69-T-25A se instaló en los aviones entrenadores Cessna T-37B y C.

La figura B.3 muestra en corte transversal del turborreactor Turbomeca Marbore II donde se muestra la posición del rotor de compresión y su diseño.

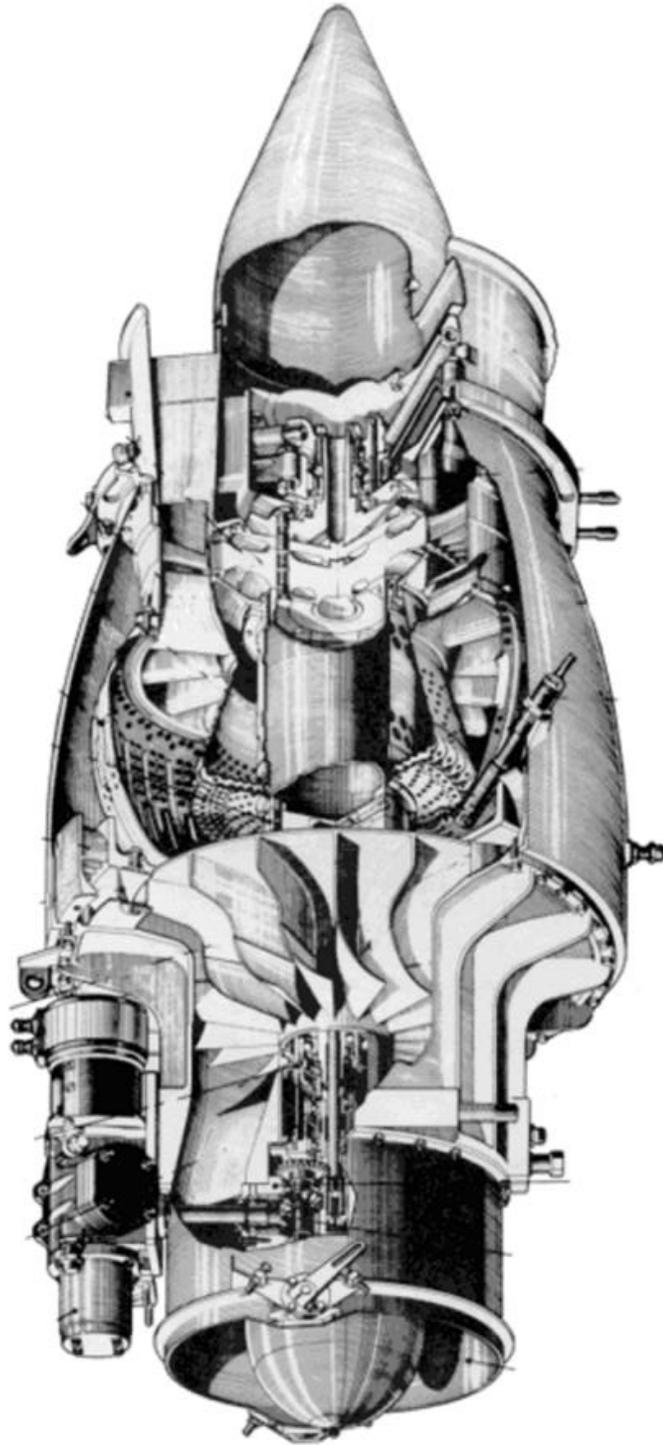


Figura B. 1: Vista en corte transversal del turborreactor J69 T 25A

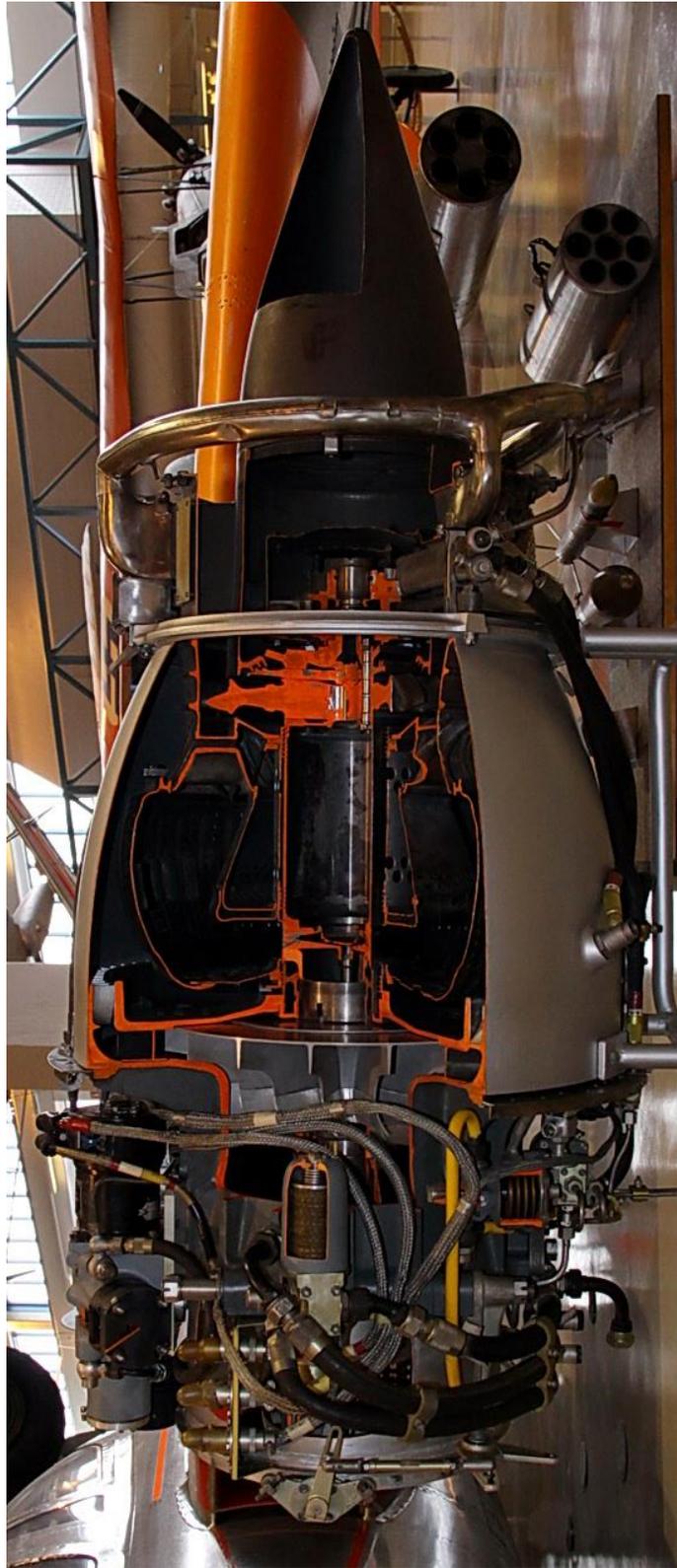


Figura B. 2: Corte transversal del Motor Turbomeca Marboré II

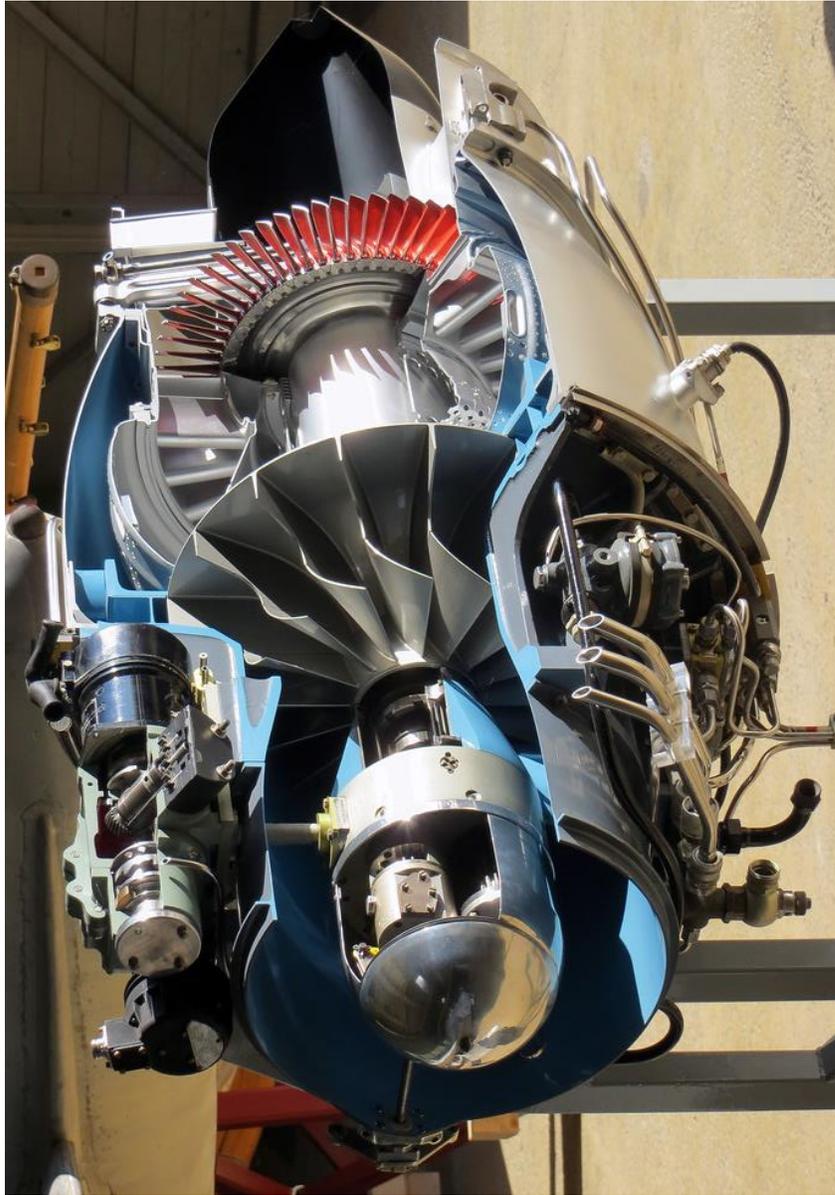


Figura B. 3: Posición de rotor de compresión en turborreactor Turbomeca Marboré II

**C. Anexo: Informe de ensayo de
Microdureza realizado por la
empresa Ferrotérmicos S.A.S**

**D. Anexo: Informe de prueba de EDS
realizado por el Centro de
manufactura en textil y cuero SENA**

	SERVICIO NACIONAL DE APRENDIZAJE – SENA CENTRO DE MANUFACTURA EN TEXTIL Y CUERO GESTIÓN TÉCNICA Informe de Resultados	F024 Versión: 3 Fecha Vigencia: 2020-08-31
---	---	---

Informe No. **01-04-21**

INFORMACION DEL CLIENTE			
Usuario:	John Freddy Triana Vargas		
Dirección:	Calle 63 sur N° 64 - 90 apto 832		
Persona de contacto:	John Freddy Triana Vargas	Teléfono:	3015471922
Dirigido a:	John Freddy Triana Vargas		

IDENTIFICACIÓN DE LAS MUESTRAS				
Identificación del cliente:	A2	B1	D2	E1
Identificación del laboratorio:	01-04-AA	01-04-AB	01-04-AC	01-04-AD

Identificación del cliente:	G1	H1	I1	J1
Identificación del laboratorio:	01-04-AE	01-04-AF	01-04-AG	01-04-AH

INFORMACIÓN DEL ENSAYO					
Fecha de recepción de muestra	2021-04-22	Fecha de realización de ensayos	2021-04-22 2021-04-27	Fecha de emisión del informe	2021-05-03
Lugar de ejecución	Complejo Sur – SENA – Centro de Manufactura en Textil y Cuero Carrera 30 No.17B – 25 sur. Ambiente 212.				

Pre Acondicionamiento						Acondicionamiento					
*C	No aplica	%HR	No aplica	Tiempo	No aplica	*C	No aplica	%HR	No aplica	Tiempo	No aplica

CUADRO DE RESULTADOS
<p>Equipo utilizado: Jeol JSM-6010LA.</p> <p>El análisis por EDS y las micrografías capturadas se realizaron en las áreas y puntos solicitados por el cliente durante la sesión de trabajo realizada por videoconferencia en plataforma meet.</p> <p>Los resultados se entregan en CD con carpeta por muestra, como se describe a continuación:</p> <p>Carpeta 01-04-AA: contiene 5 archivos en formato JPG, dos de análisis por mapeo y tres del análisis de los puntos requeridos por el cliente, para la muestra A2.</p>

E. Anexo: Informe de prueba de espectrometría de emisión óptica por chispa (OES) del Laboratorio de Materiales y Procesos de la Universidad Nacional de Colombia sede Bogotá

SERVICIO NACIONAL DE APRENDIZAJE (SENA), LMPFI-008-2021 CQ 4105

Laboratorio de materiales & procesos

Composición química de aleación de
aluminio.

Elaboro Informe: Ing. Alejandro García Rodríguez

Aprobó Informe: Ing. Edgar Espejo Mora

Laboratorio de Materiales y Procesos
Carrera 30 No. 45-03
Edificio 407, POSGRADOS DE MATERIALES Y PROCESOS
Conmutador: (57-1) 316 5000 Ext. 11203/11205
Bogotá D.C., Colombia
Correo electrónico: lmpr_fibog@unal.edu.co

Sede Bogotá | Fac. Ingeniería | Dep. Ing. Mecánica y Mecatrónica | LMPFI-008-2021 CQ 4105.

Universidad
Nacional
de Colombia

Empresa: Servicio Nacional de Aprendizaje (SENA)
Responsable: Carlos Alberto Guerrero Córdoba
Teléfono: 3158640246
Correo: carlos.a.guerra@misena.edu.co
Dirección: CL 57 8 69
NIT: 899999034-1
Bogotá D. C.

INFORME DE LABORATORIO DE METALOGRAFÍA

1. INFORMACIÓN DE ENSAYO

Ensayo N° 1- Composición química			
Tipo de ensayo:	Composición Química	Nombre:	Pieza de aluminio
Numero de probetas:	1		
Tipo de probetas:	Aleación de aluminio		
Fecha recepción:	07/07/2021		
Fecha de ensayo:	08/07/2021		
Fecha de informe:	12/07/2021		
Fecha de aprobación:	16/07/2021		
Notas:			

2. MATERIAL ENTREGADO



Foto 1. Muestra entregada al laboratorio correspondiente a la orden LMPFI008.

[Página 4 de 4]
Elaboró Informe: Alejandro García Rodríguez
Aprobó Informe: Edgar Espejo Mora

Laboratorio de Materiales y Procesos
Carrera 30 No. 45-03
Edificio 407, POSGRADOS DE MATERIALES Y PROCESOS
Conmutador: (57-1) 316 5000 Ext. 11203/11205
Bogotá D.C., Colombia
Correo electrónico: impr_fibog@una.edu.co

Patrimonio
de todos
los colombianos

3. EQUIPO Y NORMA

<i>Información técnica de los y equipos instrumentos utilizados en el ensayo</i>	
<i>Laboratorio</i>	<i>Metalografía</i>
<i>Equipo / Instrumento</i>	<i>Espectrómetro Baird DV-4</i>
<i>Curva de calibración</i>	<i>ALUMIN2</i>
<i>Norma de ensayo</i>	<i>ASTM E 1251-17a</i>
<i>Numero de quemas</i>	<i>3</i>
<i>Montaje especial</i>	<i>No</i>

4. RESULTADOS

ENSAYO DE COMPOSICIÓN QUÍMICA

Burn 1						
Al #2,007	Si 0.007	Fe 0.300	Cu 4.443	Mn 0.619		
Mg 0.500	Ni 0.009	Zn 0.096	Sn 0.012	Ti 0.038		
Pb 0.012	Cr 0.020	V 0.016	Co 0.001			
Burn 2						
Al #2,000	Si 0.008	Fe 0.332	Cu 4.325	Mn 0.613		
Mg 0.631	Ni 0.009	Zn 0.089	Sn 0.013	Ti 0.040		
Pb 0.014	Cr 0.020	V 0.017	Co 0.001			
Burn 3						
Al #2,686	Si 0.035	Fe 0.410	Cu 4.540	Mn 0.637		
Mg 0.673	Ni 0.011	Zn 0.098	Sn 0.017	Ti 0.038		
Pb 0.015	Cr 0.021	V 0.017	Co 0.003			
Average						
Al #2,624	Si 0.017	Fe 0.361	Cu 4.436	Mn 0.623		
Mg 0.634	Ni 0.010	Zn 0.091	Sn 0.014	Ti 0.038		
Pb 0.013	Cr 0.020	V 0.017	Co 0.002			

Foto 2. Composición por quema de la muestra "Pieza de aluminio" (porcentaje en peso).

F. Anexo: Participación en eventos de divulgación tecnológica



FIS⁴ EFICIENCIA ACADÉMICA Y PRODUCTIVA
FORMACIÓN, INVESTIGACIÓN Y SOSTENIBILIDAD
CONSTRUCCIÓN / ARQUITECTURA / DISEÑO

INVITEC
SIMPOSIO INVITEC
INVESTIGACIÓN, INNOVACIÓN Y TECNOLOGÍA

Memorias

Evento de divulgación
 de los proyectos de investigación
 y desarrollo tecnológico
del complejo Cazucá - SENA

FIS - INVITEC 2019

AGOSTO 1-2
COMPLEJO CAZUCÁ:
 Bogotá - Colombia

III Edición
 ISSN: 2619-2594 (En línea)

SENA

SENISMA Tecnoparque CIDEINKOIA ICTCM FORTECT CONIBOS TECNACADEMIA





Caracterización de películas crecidas sobre aleación de aluminio 2024 mediante el proceso de anodizado con ácido sulfúrico

Eliana S. Niño¹, Carlos A. Guerrero¹, John F. Triana¹
 Servicio Nacional de Aprendizaje SENA, Centro Industrial y de Desarrollo Empresarial de Soacha CDE,
 Soacha, Cundinamarca - Colombia

RESUMEN

El anodizado es importante en la industria porque se utiliza como protección a la corrosión en las aleaciones de aluminio, en especial en las áreas aeronáutica y aeroespacial. Estudios previos han demostrado que se crean mejores capas protectoras utilizando ácido crómico y es el proceso que se emplea actualmente en la industria, sin embargo, su utilización es cuestionada por las normativas ambientales debido a los efectos cancerígenos del ion Cr+6. En el presente artículo se estudia la influencia de factores como corriente y temperatura en la formación de la capa protectora en la aleación de aluminio 2024 mediante anodizado con ácido sulfúrico utilizando corriente directa. El análisis morfológico de la capa se realizó con microscopía de fuerza atómica (AFM) y sus características físicas se determinaron con imágenes obtenidas por microscopía electrónica de barrido (SEM).

Palabras clave: Aislante, Ambiente, Calor, Eficiencia, Frio.

INTRODUCCIÓN

Las propiedades del aluminio lo convierten en un material considerablemente útil, en especial para aplicaciones de ingeniería. De gran importancia resulta su baja densidad (2.70 g/cm³), alta conductividad térmica y eléctrica, buena resistencia a la corrosión en la mayor parte de los entornos naturales y baja toxicidad. Si bien, diversas aleaciones de aluminio presentan excelentes propiedades mecánicas que permiten su uso en diferentes áreas de la ingeniería, su resistencia a la fatiga y a la corrosión se ven afectadas en ambientes salinos y altas temperaturas. Los recubrimientos por electrodeposición metálicos buscan alterar las características superficiales de un material para mejorar sus propiedades mecánicas, aumentar su resistencia a la corrosión y obtener superficies metálicas con acabados superficiales para mejorar su aspecto. El recubrimiento por anodizado es una técnica electroquímica mediante la cual se crea de forma controlada, una capa de óxido comúnmente llamada Alúmina (Al₂O₃) sobre la superficie del aluminio, utilizando una fuente de corriente eléctrica externa, usualmente conformada por dos electrodos en una celda electroquímica que contiene un electrolito generalmente ácido. Cuando pasa la corriente por el aluminio, en lugar de que el oxígeno se libere en el ánodo como un gas, se combina con el aluminio para formar una capa de óxido de aluminio poroso.

OBJETIVO

En la actualidad existen diversos tratamientos superficiales

electroquímicos de anodizado aplicables al aluminio para mejorar u optimizar el proceso de oxidación permitiendo crear una capa protectora de óxido de aluminio hasta espesores muy superiores a los adquiridos de forma natural en piezas de gran aplicación en la industria aeronáutica y naval.

El objetivo del proyecto presentado en este póster es estudiar el efecto que tiene, la densidad de corriente y la temperatura sobre la morfología de la capa protectora de óxido de aluminio depositada sobre la superficie del material.

METODOLOGÍA

Como sustrato para realizar la técnica de anodizado se utilizaron probetas de aleación de Aluminio 2024 (Tabla 1) de 8 x 8 x 3 mm, preparadas previamente con un pulido mecánico. Se desengrasaron las probetas mediante inmersión en alcohol y decapado utilizando hidróxido de sodio al 5% en volumen a 60°C durante 30 segundos, seguido de lavado con agua destilada e inmersión en ácido nítrico al 50% en volumen (v/v) a temperatura ambiente durante 60 segundos; seguido se lavaron con agua destilada y se secaron con aire caliente. En la celda de anodizado (Figura 2) se utilizó como electrolito una solución de ácido sulfúrico (H₂SO₄) en concentraciones de 15% (v/v) a temperaturas de 20°C y 50 °C. El electrolito se calentó durante la anodización usando una plancha de calentamiento (figura 5). Se utilizó una fuente de voltaje y las corrientes utilizadas fueron de 0.8 y 2.0 Amp/cm².

RESULTADOS

El análisis superficial del aluminio y las capas de anodizado se presentan en la Figura 3 y Figura 4; en la topografía de la probeta donde se utilizó una temperatura de 20°C y 0.8 Amp/cm² (figura 3a y figura 4a) no se observa capa de anodizado. La figura 3c y 4c corresponde al anodizado efectuado con una temperatura de 20°C y 2.0 amperios, donde se observa que la rugosidad ha aumentado al incremento en la corriente.

En la figura 3b y 4b se observa que al aumentar la temperatura y corriente utilizada (50°C y 2.0 Amp/cm²) se crea un patrón irregular y picaduras en la capa protectora, y finalmente en la figura 3d y 4d se observa una mejor uniformidad de la película de anodizado debido al incremento de la temperatura, pero una corriente más baja (50°C y 0.8 Amp/cm²).



Elemento	wt. %
Al	90 - 93
Si	0,5 máx.
Fe	0,5 máx.
Cu	3,8 - 4,9
Mn	0,3 - 0,9
Mg	1,2 - 1,8
Zn	0,25 máx.
Ti	0,15 máx.
Cr	0,10 máx.

Tabla 1. Composición química de la aleación de Aluminio 2024.
Fuente: Propia

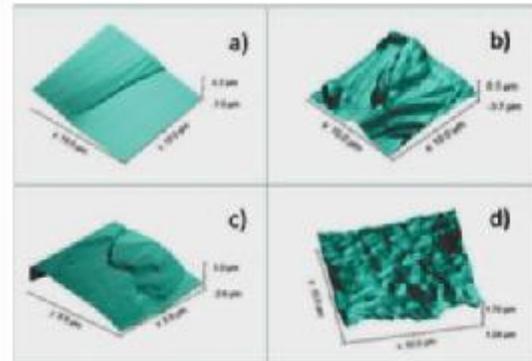


Figura 3. Topografía de los probetas con anodizado mediante la técnica AFM.
Fuente: Propia

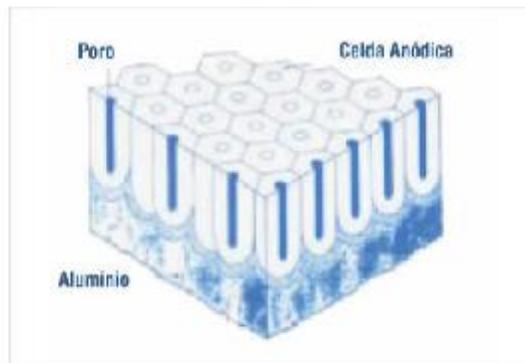


Figura 1. Esquema de capa anódica.
Fuente: Para. B. (4)

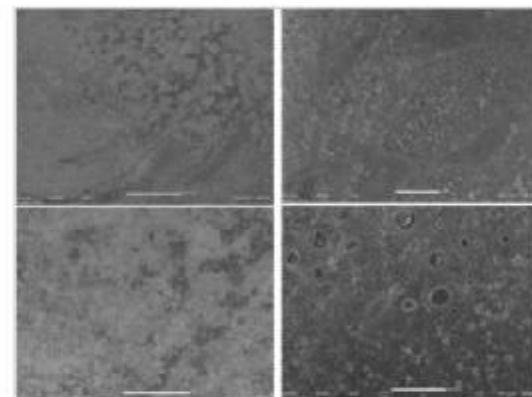


Figura 4. Técnica de anodizado en aleación de aluminio 2024.
A) 20°C y 0,8 amp.; B) 50°C y 2,0 amp.; C) 20°C y 2,0 amp.; D) 50°C y 0,8 amp...
Fuente: Propia

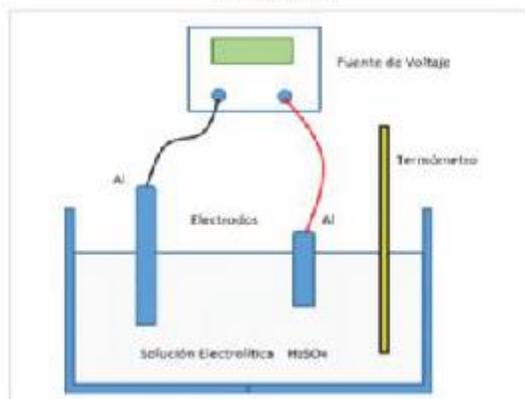


Figura 2. Esquema de montaje para el proceso de anodizado del aluminio.
Fuente: Propia



Figura 5. Imagen de la celda de anodizado realizada para las pruebas.
Fuente: Propia



CONCLUSIONES

Las películas obtenidas mediante la técnica de anodizado sobre la aleación de aluminio 2024 presentan una mayor uniformidad y menor rugosidad a medida que se incrementa la temperatura utilizada. Respecto al espesor de la capa de óxido de aluminio obtenida, se pudo establecer que esta aumenta con el aumento de corriente usada en el proceso de obtención de las películas. En cuanto a la rugosidad alcanzada se puede evidenciar que el valor más pequeño se consigue para el anodizado logrado con 50°C y 2.0 Amp/cm² y que a medida que se aumenta la corriente, aumenta la rugosidad, para nuestro caso podemos afirmar que el mejor anodizado en cuanto a rugosidad es el de 50°C y 0.8 Amp/cm².

Referencias

Davis, J., ASM Handbook: Aluminium and Aluminium Alloys. American Society of Materials, 1993.

Ortiz, C. y Camargo, A., (2007) "Caracterización morfológica de películas anódicas crecidas sobre al 2024-T3 mediante el uso de corriente directa," *Sci. Tech. Año XIII*, vol. 36, 331-335.

Elabar, D., La Monica, G., Santamaria, M., Di Quarto, F., Skeldon, P., and Thompson, E., (2017) "Anodizing of aluminium and AA 2024-T3 alloy in chromic acid: Effects of sulphate on film growth," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 309, 480-489.

Parra, R., Monsalve, A. and Páez, M., (2005) Influencia de los tratamientos superficiales en la vida útil a fatiga de la aleación de aluminio 2024 T3. Santiago de Chile: Departamento de Química de los Materiales, Facultad de Química y Biología, USACH.

Camargo, A., Aperador, W., Ortiz, C. and Vera, E., (2009) "Influencia de la Densidad de Corriente en el Anodizado de Aluminio 2024 -T3," *Rev. Colomb. Física*, vol. 41, no. 2, pp. 291-293.

Bibliografía

- [1] R. M. Vidal, *Los Motores Aeroespaciales de la A a la Z*, V12 ed. Barcelona: L'Aeroteca, 2018.
- [2] C. S. Tarifa, "Motores de reacción y turbinas de gas." Instituto Nacional de Técnica Aeronáutica Esteban Terradas, Madrid, p. 21, 1951.
- [3] A. E. Oñate, "Turborreactores: Teoría, Sistemas y propulsión de aviones." Aereonáutica Sumass S.A., Salamanca, pp. 66–67, 1981.
- [4] "Principios básicos de funcionamiento del motor de reacción." https://www.seguridadaerea.gob.es/media/4498172/modulo14_cap01_a.pdf (accessed Mar. 26, 2019).
- [5] G. A. Muñoz, "Evaluación del comportamiento energético de un motor de aviación de la FAC a condiciones ambientales de Bogotá empleando diferentes mezclas de biocombustible con combustible Jet A-1," Universidad ECCI - Bogotá, 2019.
- [6] T. CAE, *Intermediate Maintenance Instructions Turbojet Engine Model No. J69-T25A*. Oklahoma: Teledine CAE, 2004.
- [7] M. Cuesta, "Motores de Reacción: Tecnología y operación de vuelo." Paraninfo, Madrid, pp. 152–162, 1980.
- [8] B. Stojanovic, M. Bukvic, and I. Epler, "Application of Aluminum and Aluminum Alloys in Engineering," *Appl. Eng. Lett. J. Eng. Appl. Sci.*, vol. 3, no. 2, pp. 52–62, 2018, doi: 10.18485/aeletters.2018.3.2.2.
- [9] J. R. Davis, "Light Metals and Alloys-Aluminum and Aluminum Alloys," *Alloying: Understanding the Basics*. American Society of Materials, pp. 351–416, 2001, doi: 10.1361/autb2001p351.
- [10] F. C. Campbell, "Aluminum Alloys," in *Lightweight Materials: Understanding the Basics*, Ohio: ASM International, 2012, p. 34.
- [11] A. Camargo, W. Aperador, A. Rios Rojas, C. Ortiz, and E. Vera, "Caracterización

- morfológica de películas anódicas crecidas sobre al 2024-T3 mediante el uso de corriente directa,” *Sci. Tech.*, vol. XIII, no. 36, pp. 331–335, 2007.
- [12] D. Elabar, G. R. La Monica, M. Santamaria, F. Di Quarto, P. Skeldon, and G. E. Thompson, “Anodizing of aluminium and AA 2024-T3 alloy in chromic acid: Effects of sulphate on film growth,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 309, pp. 480–489, 2017, doi: 10.1016/j.surfcoat.2016.11.108.
- [13] G. D. Sulka, *Highly Ordered Anodic Porous Alumina Formation by Self-Organized Anodizing*. 2008.
- [14] J. M. Runge, *The Metallurgy of Anodizing Aluminum*, 1st ed. Chicago: Springer International Publishing, 2018.
- [15] R. Parra, A. Monsalve, and M. Páez, “Influencia de los tratamientos superficiales en la vida útil a fatiga de la aleación de aluminio 2024 T3.” Departamento de Química de los Materiales, Facultad de Química y Biología, USACH, Santiago de Chile, 2005.
- [16] M. Rodriguez, C. Garay, and R. Martínez, “El aluminio, material trascendente en la historia humana,” *Temas Cienc. y Tecnol.*, vol. 21, no. 61, p. 3,4, 2017.
- [17] Universidad Politécnica de Valencia, “Aleaciones para Ingeniería Unidad 13,” *Curso de Fundamentos de Ciencia de Materiales*, 2019.
https://www.upv.es/materiales/Fcm/Fcm13/fcm13_4.html.
- [18] R. B. C. Cayless, “Alloy and Temper Designation Systems for Aluminum and Aluminum Alloys,” *Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials*, vol. 2. ASM International, p. 0, Jan. 01, 1990, doi: 10.31399/asm.hb.v02.a0001058.
- [19] SAE International, “Metals & Alloys in the Unified Numbering System, 13th Edition.” SAE International, Warrendale, Pennsylvania, May 2017.
- [20] A. S. M. H. Committee, “Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials.” ASM International, Jan. 01, 1990, doi: 10.31399/asm.hb.v02.9781627081627.
- [21] H. M. M. A. Rashed and A. K. M. Bazlur Rashid, “Heat Treatment of Aluminum Alloys,” *Compr. Mater. Finish.*, vol. 2–3, pp. 337–371, 2017, doi: 10.1016/B978-0-12-803581-8.09194-3.
- [22] J. G. Kaufman, *Introduction to Aluminium Alloys and Tempers*. Ohio: ASM

- International, 2000.
- [23] F. C. Campbell, "Chapter 26 Aluminum," in *Elements of Metallurgy and Engineering Alloys*, vol. 3, ASM International, Ed. 2008, pp. 487–508.
- [24] V. V. K. Prasad Rambabu, N. Eswara Prasad and R. J. H. Wanhill, "Aluminium Alloys for Aerospace Applications," *Aerosp. Mater. Mater. Technol. Vol. 1 Aerosp. Mater.*, vol. 1, no. May, p. 586, 2017, doi: 10.1007/978-981-10-2134-3.
- [25] W. J. Stępniewski, A. Nowak-Stępniewska, A. Presz, T. Czujko, and R. A. Varin, "The effects of time and temperature on the arrangement of anodic aluminum oxide nanopores," *Mater. Charact.*, vol. 91, pp. 1–9, 2014, doi: 10.1016/j.matchar.2014.01.030.
- [26] I. Mohammadi, S. Ahmadi, and A. Afshar, "Effect of pulse current parameters on the mechanical and corrosion properties of anodized nanoporous aluminum coatings," *Mater. Chem. Phys.*, vol. 183, pp. 490–498, 2016, doi: 10.1016/j.matchemphys.2016.09.006.
- [27] J. H. Osborn, "Understanding and Specifying Anodizing," Novato, California, 2019. [Online]. Available: <http://www.omwcorp.com/wp-content/uploads/2018/02/Understanding-and-Specifying-Anodizing.pdf>.
- [28] J. Vélez Leache, "Puesta a punto de un equipo de anodizado para aleaciones de aluminio," 2014.
- [29] L. Zaraska, G. D. Sulka, and M. Jaskuła, "Porous anodic alumina membranes formed by anodization of AA1050 alloy as templates for fabrication of metallic nanowire arrays," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 205, no. 7, pp. 2432–2437, Dec. 2010, doi: 10.1016/j.surfcoat.2010.09.038.
- [30] S. Wernick, R. Pinner, and P. G. Sheasby, *The Surface Treatment and Finishing of Aluminium and Its Alloys.*, 5th Editio. Teddington UK: Finishing Publications Limited, 1987.
- [31] A. D. Juhl, "Anodizing for aerospace: 101," *Materials Today*, 2010. <https://www.materialstoday.com/metal-finishing/features/anodizing-for-aerospace-101/>.
- [32] J. A. Chávez Hernández, "Efecto de la adición de ácido bórico sobre la película de anodizado de la aleación de aluminio 2024.," Centro de Investigación en Materiales Avanzados CIMAV, 2013.
- [33] A. Deacon Juhl, "Introduction to Anodizing Aluminum: Why and How to Enhance

- Final Product," *Light Metal Age*, San Francisco, CA, p. 36, 2021.
- [34] MIL-A-8625F, "Anodic coatings for aluminum and aluminum alloys.," 1993.
- [35] J. Milton F. Stevenson, "Anodizing," in *ASM Handbook, Surface Engineering*, vol. 5, J. C.M. Cotell; J.A. Sprague; F.A. Smidt, Ed. ASM International, 1994, pp. 482–493.
- [36] A. Yabuki, Y. Nagayama, and I. W. Fathona, "Porous anodic oxide film with self-healing ability for corrosion protection of aluminum," *Electrochim. Acta*, vol. 296, pp. 662–668, Feb. 2019, doi: 10.1016/j.electacta.2018.11.119.
- [37] S. J. Lee and S. J. Kim, "Essential anti-corrosive behavior of anodized Al alloy by applied current density," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 481, pp. 637–641, Jul. 2019, doi: 10.1016/j.apsusc.2019.03.155.
- [38] H. Huang *et al.*, "Ultra-fast fabrication of porous alumina film with excellent wear and corrosion resistance via hard anodizing in etidronic acid," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 393, p. 125767, Jul. 2020, doi: 10.1016/j.surfcoat.2020.125767.
- [39] P. Mishra and K. R. Hebert, "Self-organization of anodic aluminum oxide layers by a flow mechanism," *Electrochim. Acta*, vol. 340, p. 135879, Apr. 2020, doi: 10.1016/j.electacta.2020.135879.
- [40] S. E. Kushnir and K. S. Napolskii, "Thickness-dependent iridescence of one-dimensional photonic crystals based on anodic alumina," *Mater. Des.*, vol. 144, pp. 140–150, Apr. 2018, doi: 10.1016/j.matdes.2018.02.012.
- [41] I. V. Roslyakov *et al.*, "Microhotplate catalytic sensors based on porous anodic alumina: Operando study of methane response hysteresis," *Sensors Actuators, B Chem.*, vol. 330, p. 129307, Mar. 2021, doi: 10.1016/j.snb.2020.129307.
- [42] S. Kumar, K. K. Raina, and T. Islam, "Anodic aluminium oxide based humidity sensor for online moisture monitoring of power transformer," *Sensors Actuators, B Chem.*, vol. 329, p. 128908, Feb. 2021, doi: 10.1016/j.snb.2020.128908.
- [43] M. Pashchanka and J. J. Schneider, "Self-ordering regimes of porous anodic alumina layers formed in highly diluted sulfuric acid electrolytes," *J. Phys. Chem. C*, vol. 120, no. 27, pp. 14590–14596, 2016, doi: 10.1021/acs.jpcc.5b11801.
- [44] W. J. Stępniewski, M. Moneta, M. Norek, M. Michalska-Domańska, A. Scarpellini, and M. Salerno, "The influence of electrolyte composition on the growth of nanoporous anodic alumina," *Electrochim. Acta*, vol. 211, pp. 453–460, Sep. 2016,

- doi: 10.1016/J.ELECTACTA.2016.06.076.
- [45] J. Li, H. Wei, K. Zhao, M. Wang, D. Chen, and M. Chen, "Effect of anodizing temperature and organic acid addition on the structure and corrosion resistance of anodic aluminum oxide films," *Thin Solid Films*, vol. 713, no. January, p. 138359, 2020, doi: 10.1016/j.tsf.2020.138359.
- [46] F. Zhou *et al.*, "Effects of current density and electrolyte temperature on the volume expansion factor of anodic alumina formed in oxalic acid," *Electrochim. Acta*, vol. 59, pp. 186–195, 2012, doi: 10.1016/j.electacta.2011.10.052.
- [47] L. Zaraska, G. D. Sulka, J. Szeremeta, and M. Jaskuła, "Porous anodic alumina formed by anodization of aluminum alloy (AA1050) and high purity aluminum," *Electrochim. Acta*, vol. 55, no. 14, pp. 4377–4386, May 2010, doi: 10.1016/j.electacta.2009.12.054.
- [48] V. P. Parkhutik and V. I. Shershulsky, "Theoretical Modelling of Porous Oxide Growth on Aluminium," *J. Phys. D. Appl. Phys.*, vol. 25, no. 8, pp. 1258–1263, 1992, doi: 10.1088/0022-3727/25/8/017.
- [49] Y. E. Makushok, V. P. Parkhutik, J. M. Martínez-Duart, and J. M. Albella, "Morphology of passive films formed during electrochemical anodization of materials," *J. Phys. D. Appl. Phys.*, vol. 27, no. 3, pp. 661–669, 1994, doi: 10.1088/0022-3727/27/3/036.
- [50] R. A. Mirzoev, A. D. Davydov, S. I. Vystupov, and T. B. Kabanova, "Mathematical model of current-voltage characteristic of steady-state aluminum anodization," *Electrochim. Acta*, vol. 371, 2021, doi: 10.1016/j.electacta.2021.137823.
- [51] R. A. Mirzoev, A. D. Davydov, E. S. Zarubenko, S. I. Vystupov, and E. S. Panteleev, "Analytical 3D migration model of steady-state metal anodizing: the velocity fields and trajectories of inert tracers, metal and oxygen ions," *Electrochim. Acta*, vol. 218, pp. 74–83, Nov. 2016, doi: 10.1016/j.electacta.2016.09.115.
- [52] T. Aerts, E. Tourwé, R. Pintelon, I. De Graeve, and H. Terryn, "Modelling of the porous anodizing of aluminium: Generation of experimental input data and optimization of the considered model," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 205, no. 19, pp. 4388–4396, 2011, doi: 10.1016/j.surfcoat.2011.03.044.
- [53] A. Zamora Jiménez, "Protección superficial de aluminio mediante recubrimientos nanoestructurados," Escuela Técnica Superior de Ingeniería Industrial, 2016.
- [54] P. Kwolek, "Hard anodic coatings on aluminum alloys," *Adv. Manuf. Sci. Technol.*,

- vol. 41, no. 3, pp. 35–46, 2017, doi: 10.2478/amst-2017-0016.
- [55] J. M. Torrescano Alvarez, “Hard anodic films for aluminium alloys,” The University of Manchester, 2018.
- [56] JPK Instruments AG, “Application of nanoporous alumina surfaces as substrates for pore- suspended lipid membranes,” 2003.
- [57] P. Zhang and Y. Zuo, “Effects of pore parameters on performance of anodic film on 2024 aluminum alloy,” *Mater. Chem. Phys.*, vol. 231, no. March, pp. 9–20, 2019, doi: 10.1016/j.matchemphys.2019.04.008.
- [58] J. A. González Fernández, *Teoría y práctica de la lucha contra la corrosión*. Madrid: Consejo Superior de Investigaciones Científicas, 1984.
- [59] D. E. Ribadeneira, “Microscopía Electrónica : Fundamentos , Teoría y Aplicaciones,” Escuela Politécnica Nacional, 1998.
- [60] J. Renau-piqueras and M. Faura, “Principios básicos del Microscopio Electrónico de Barrido,” Centro de Investigación. Hospital “La Fé,” Ed. Valencia, 1995, pp. 73–92.
- [61] U. Santhi, M. Ngui, S. Mahendran, and K. Kadirgama, “Cobalt nanowires : Advancing into future nanomaterial,” *AIP Conf. Proc.* 2059, no. January, 2019, doi: 10.1063/1.5085949.
- [62] D. C. Bell and N. Erdman, “Introduction to the Theory and Advantages of Low Voltage Electron Microscopy,” in *Low Voltage Electron Microscopy: Principles and Applications*, First Edit., John Wiley & Sons, Ltd, 2013, p. 30.
- [63] A. Ul-hamid, *A Beginners ’ Guide to Scanning Electron Microscopy*. Switzerland: Springer, 2018.
- [64] M. Kannan, K. . Subramanian, and J. G.J, “Scanning Electron Microscopy: Principle, Components and Applications,” in *Fundamentals and aplicaciones of Nanotechnology*, Tamil Nadu Agricultural University, Ed. New Delhi: Daya Publishing House® A Division of Astral International Pvt. Ltd, 2018, pp. 81–92.
- [65] C. Suryanarayana, “Microstructure : An Introduction,” in *Aerospace Materials and Material Technologies, Indian Institute of Metals Series*, no. November 2017, Singapore: Springer Science+ Business Media, 2018.
- [66] R. J. H. Wanhill, *Aerospace Materials and Material Technologies*, vol. 2. Singapore: Springer, 2017.

- [67] A. Polini and F. Yang, "Physicochemical characterization of nanofiber composites," in *Nanofiber Composites for Biomedical Applications*, Elsevier Inc., 2017, pp. 97–115.
- [68] J. C. Russ, "Energy Dispersive Spectrometers," in *Fundamentals of Energy Dispersive X-ray Analysis*, Elsevier, 1984, pp. 17–41.
- [69] G. C. Wang, "Slag processing," *Util. Slag Civ. Infrastruct. Constr.*, pp. 87–113, 2016, doi: 10.1016/b978-0-08-100381-7.00005-7.
- [70] A. Martínez, "Microanálisis Por Dispersión De Energías De Rayos-X (XEDS)," *Serv. Microsc. Electrónica. SCAI. Univ. Málaga*, pp. 1–11, 2010.
- [71] D. Zhao, Y. Zhang, and E. J. Essene, "Electron probe microanalysis and microscopy: Principles and applications in characterization of mineral inclusions in chromite from diamond deposit," *Ore Geol. Rev.*, vol. 65, no. P4, pp. 733–748, 2015, doi: 10.1016/j.oregeorev.2014.09.020.
- [72] C. D. Resendiz-Calderon, L. I. Farfan-Cabrera, J. E. Oseguera-Peña, I. Cázares-Ramírez, and E. A. Gallardo-Hernandez, "Friction and Wear of Metals under Micro-abrasion, Wet and Dry Sliding Conditions," *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 29, no. 9, pp. 6228–6238, 2020, doi: 10.1007/s11665-020-05102-3.
- [73] R. C. Cozza, "Effect of sliding distance on abrasive wear modes transition," *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 4, no. 2, pp. 144–150, 2015, doi: 10.1016/j.jmrt.2014.10.007.
- [74] K. Adachi and I. M. Hutchings, "Wear-mode mapping for th micro-scale abrasion test," *Wear*, vol. 255, no. 1–6, pp. 23–29, 2003, doi: 10.1016/S0043-1648(03)00073-5.
- [75] R. I. Trezona, D. N. Allsopp, and I. M. Hutchings, "Transitions between two-body and three-body abrasive wear: Influence of test conditions in the microscale abrasive wear test," *Wear*, vol. 225–229, no. I, pp. 205–214, Apr. 1999, doi: 10.1016/S0043-1648(98)00358-5.
- [76] M. A. N. Ardila, H. L. Costa, and J. D. B. de Mello, "Influence of the ball material on friction and wear in microabrasion tests," *Wear*, vol. 450–451, no. December 2019, 2020, doi: 10.1016/j.wear.2020.203266.
- [77] M. G. Gee *et al.*, "Measurement Good Practice Guide No 57 - Ball Cratering or Micro-Abrasion Wear Testing of Coatings," *Meas. Good Pract. Guid.*, no. 57, 2002.
- [78] Y. Rodríguez Torres, "Fabricación de un equipo de ensayo de desgaste

- microabrasivo con esfera rotativa,” Universidad Central Marta Abreu de las Villas, 2019.
- [79] H. Çalişkan, A. Erdoğan, P. Panjan, M. S. Gök, and A. C. Karaođlanli, “Micro-abrasion wear testing of multilayer nanocomposite tialsin/tisin/tialn hard coatings deposited on the aisi h11 steel,” *Mater. Tehnol.*, vol. 47, no. 5, pp. 563–568, 2013.
- [80] P. Guzm, L. Yate, M. Sandoval, J. Caballero, and W. Aperador, “Characterization of the Micro-Abrasive Wear in Coatings of TaC-HfC / Au for Biomedical Implants,” 2017, doi: 10.3390/ma10080842.
- [81] I.M. Hutchings, *WEAR – MATERIALS, MECHANISMS AND PRACTICE*. England: John Wiley & Sons Ltd, 2006.
- [82] A. M. Treviño, “Desarrollo de una metodología para pruebas de erosión,” Universidad Autónoma de Nuevo León, 2004.
- [83] F. R. Rojas Horna, “Parametric study of the Particle Finite Element Method applied on friction, wear and excavation processes,” *Univ. Politec. Cataluña*, pp. 40–57, 2010.
- [84] R. Gheisari and A. A. Polycarpou, “Three-body abrasive wear of hard coatings: Effects of hardness and roughness,” *Thin Solid Films*, vol. 666, pp. 66–75, Nov. 2018, doi: 10.1016/j.tsf.2018.07.052.
- [85] I. D. Marinescu, W. B. Rowe, B. Dimitrov, and I. Inasaki, “Loose Abrasive Processes,” in *Tribology of Abrasive Machining Processes*, Elsevier, 2004, pp. 499–530.
- [86] G. W. Stachowiak and A. W. Batchelor, “Fatigue Wear,” *Tribol. Ser.*, vol. 24, no. C, pp. 657–681, Jan. 1993, doi: 10.1016/S0167-8922(08)70588-1.
- [87] G. W. Stachowiak and A. W. Batchelor, “Corrosive and Oxidative Wear,” *Tribol. Ser.*, vol. 24, no. C, pp. 637–656, Jan. 1993, doi: 10.1016/S0167-8922(08)70587-X.
- [88] ASTM Standard, “Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials,” *ASTM Int.*, vol. E384, pp. 1–40, 2017, doi: 10.1520/E0384-17.
- [89] C. F. Rodrigues, L. A. Blaga, J. F. Santos, L. B. Canto, and E. H. Jr, “FricRiveting of aluminum 2024-T351 and polycarbonate: Temperature evolution, microstructure and mechanical performance,” *J. Mater. Process. Tech.*, vol. 2007, 2014, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2013.12.018.

- [90] Z. Pei, E. Process, M. Science, C. Technology, F. P. Processing, and C. Base, "Correlation Between Microhardness and Microstructure of Anodic Film on 2024 Aluminum Alloy," *J. Wuhan Univ. Technol.*, vol. 30, no. 3, pp. 586–590, 2015, doi: 10.1007/s11595-015-1193-7.
- [91] A. L. Laborda, "Estudio de la dureza y tenacidad de fracturas en fibras eutécticas Al₂O₃ procesadas por fusión zonal con laser," Universidad de Zaragoza, 2011.
- [92] A. M. Abd-Elnaiem, G. Abbady, D. Ali, and T. B. Asafa, "Influence of anodizing voltage and electrolyte concentration on Al-1 wt% Si thin films anodized in H₂SO₄," *Mater. Res. Express*, vol. 6, no. 8, 2019, doi: 10.1088/2053-1591/ab2848.
- [93] A. M. Abd-Elnaiem, A. M. Mebed, W. J. Stępniewski, and T. Czujko, "Characterization of arrangement and geometry of porous anodic alumina formed by one-step anodization of Al-1 wt% Si thin films," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 307, pp. 359–365, Dec. 2016, doi: 10.1016/j.surfcoat.2016.09.013.
- [94] L. S. Kuburi, "Effect of temperature on anodized aluminum alloys," *Heal. Saf. Environ.*, vol. 2, no. 1, pp. 44–49–49, 2014, doi: 10.14196/hse.v2i1.124.
- [95] T. T. Kao and Y. C. Chang, "Influence of anodization parameters on the volume expansion of anodic aluminum oxide formed in mixed solution of phosphoric and oxalic acids," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 288, pp. 654–659, 2014, doi: 10.1016/j.apsusc.2013.10.091.
- [96] K. Labisz and J. Konieczny, "Application of anodization process for cast aluminium surface properties enhancement," vol. 61, no. 3, pp. 1005–1010, 2016, doi: 10.1515/amm-2016-0222.
- [97] Y. S. Choudhary, L. Jothi, and G. Nageswaran, "Electrochemical Characterization," in *Spectroscopic Methods for Nanomaterials Characterization*, vol. 2, Elsevier, 2017, pp. 19–54.
- [98] M. Schneider, T. Liebmann, U. Langklotz, and A. Michaelis, "Microelectrochemical investigation of anodic oxide formation on the aluminum alloy AA2024," *Electrochim. Acta*, vol. 249, pp. 198–205, 2017, doi: 10.1016/j.electacta.2017.07.160.
- [99] R. C. F. John E. McMurry, *Química General*, 5th ed. Mexico, 2009.
- [100] M. Guezmil, W. Bensalah, A. Khalladi, K. Elleuch, and H. F. Ayedi, "Friction coefficient and microhardness of anodized aluminum alloys under different elaboration conditions," *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, vol. 25, no. 6, pp.

- 1950–1960, 2015, doi: 10.1016/S1003-6326(15)63803-1.
- [101] O. E. Abdel-Salam, M. A. Shoeib, and H. A. Elkilany, “Characterization of the hard anodizing layers formed on 2014-T3 Al alloy, in sulphuric acid electrolyte containing sodium lignin sulphonate,” *Egypt. J. Pet.*, 2017, doi: 10.1016/j.ejpe.2017.07.014.
- [102] P. Kuisma-Kursula, “Accuracy, Precision and Detection Limits of SEM-WDS, SEM-EDS and PIXE in the Multi-Elemental Analysis of Medieval Glass,” *X-Ray Spectrom.*, vol. 29, no. 1, pp. 111–118, 2000, doi: 10.1002/(SICI)1097-4539(200001/02)29:1<111::AID-XRS408>3.0.CO;2-W.
- [103] D. Elabar, G. R. La Monica, M. Santamaria, F. Di Quarto, P. Skeldon, and G. E. Thompson, “Anodizing of aluminium and AA 2024-T3 alloy in chromic acid: Effects of sulphate on film growth,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 309, pp. 480–489, 2017, doi: 10.1016/j.surfcoat.2016.11.108.
- [104] J. Lu, G. Wei, Y. Yu, C. Guo, and L. Jiang, “Aluminum alloy AA2024 anodized from the mixed acid system with enhanced mechanical properties,” *Surfaces and Interfaces*, vol. 13, no. January, pp. 46–50, 2018, doi: 10.1016/j.surfin.2018.08.003.
- [105] D. A. Rigney, “The roles of hardness in the sliding behavior of materials,” *Wear*, vol. 175, no. 1–2, pp. 63–69, 1994, doi: 10.1016/0043-1648(94)90169-4.