



UNIVERSIDAD
NACIONAL
DE COLOMBIA

Exploración del Proceso de Electropulido como Acabado Final Aplicado a Superficies Maquinadas en Moldes para Inyección o Soplado

Juan Sebastián Echavarría Ramos

Universidad Nacional de Colombia

Facultad de Ingeniería, Departamento de Ingeniería Mecánica y Mecatrónica

Bogotá, Colombia

2023

Exploración del Proceso de Electropulido como Acabado Final Aplicado a Superficies Maquinadas en Moldes para Inyección o Soplado

Juan Sebastián Echavarría Ramos

Tesis presentada como requisito parcial para optar al título de:

Magíster en Materiales y Procesos

Director:

MSc Profesor Ernesto Córdoba Nieto

Codirector:

MSc Profesor Edgar Delgado Mejía

Línea de Investigación:

Maquinado y Acabado de Superficies

Grupo de Investigación:

Grupo de Trabajo en Nuevas Tecnologías de Diseño, Manufactura y Automatización (DIMA-UN)

Universidad Nacional de Colombia

Facultad de Ingeniería, Departamento de Ingeniería Mecánica y Mecatrónica

Bogotá, Colombia

2023

Dedicado a mi mamá. Por su incansable apoyo,
absoluta entrega e infinito amor para sus hijos.

Eres el apoyo más grande que existe.

Un ejemplo inigualable de madre.

Agradecimientos

Profesor Ernesto Córdoba, coordinador del Laboratorio LabFabEx y profesor titular de la facultad de Ingeniería, quien dirigió y encaminó el trabajo de tesis.

Profesor Edgar Delgado, profesor titular de la facultad de Ciencias, quien propuso, impulsó y encaminó el trabajo de tesis.

Profesor Edgar Espejo, coordinador del Laboratorio de Metalografía, quien facilitó el equipo de electropulido sin restricción alguna.

Juan Camilo Gómez Robayo, laboratorista del Laboratorio LabFabEx, quien apoyó inmensamente toda la experimentación.

Resumen

Exploración del Proceso de Electropulido como Acabado Final Aplicado a Superficies Maquinadas en Moldes para Inyección o Soplado

Este estudio investiga el proceso de electropulido como acabado final, posterior al fresado de superficies de la aleación de aluminio 7075-T651.

La metodología empleada consistió en desarrollar el diseño CAD/CAM de probetas cuya rugosidad superficial fuese lo más regular posible para contrastar los acabados de los procesos de fresado y electropulido. En primera instancia se diseñó un montaje SMED para facilitar el fresado de las probetas y garantizar una variación mínima en la rugosidad obtenida. Luego, se estructuró un proceso experimental para generar el acabado final mediante pulido electrolítico empleando un electrolito con base de ácido fosfórico y utilizando equipo analógico de electropulido para metalografía, con celda específica. En este proceso se varió el tiempo de exposición y el voltaje aplicado para evaluar la influencia de cada parámetro en el acabado obtenido. La rugosidad superficial obtenida por los procesos de fresado y electropulido en las probetas fue contrastada mediante microscopio de variación focal.

Los resultados revelaron que el proceso de electropulido empeoró las propiedades de rugosidad superficial de las probetas en la mayoría de los casos (combinación de variables tiempo y voltaje; siete de nueve), a excepción de dos. Los factores electroquímicos, como la concentración de ácido en el electrolito, la temperatura, y la agitación del electrolito, afectaron la calidad de la superficie electropulida. Además, la geometría de la celda de electropulido desempeñó un papel definitorio, así como la agitación del electrolito y la evacuación de burbujas de gas. A través de los resultados obtenidos, se identificaron datos que se desviaban significativamente del resto, lo que requirió del análisis estadístico para descartar los valores atípicos.

Es importante destacar que el electropulido no se utiliza para eliminar grandes cantidades de material ni cambiar significativamente la geometría de la pieza. Su objetivo principal es mejorar la calidad del acabado superficial.

Palabras clave: Electropulido, superficies fresadas, maquinado, electroquímica, rugosidad superficial.

Abstract

Exploration of the Electropolishing Process as a Final Finish Applied to Machined Surfaces in Injection or Blow Molds

This study investigates the electropolishing process as a finishing step after milling surfaces of aluminum alloy 7075-T651.

The methodology involved designing CAD/CAM specimens with the goal of achieving as regular a surface roughness as possible to contrast the milling and electropolishing processes finish. Initially, a SMED setup was designed to facilitate milling of the specimens and ensure minimal variation in the roughness obtained. Subsequently, an experimental process was structured to achieve the final finish through electropolishing, using an electrolyte based on phosphoric acid and employing specific metallographic electropolishing equipment. In this process, the exposure time and applied voltage were varied to assess the influence of each parameter on the obtained finish. The obtained surface roughness from both, milling and electropolishing processes, was compared using a focal variation microscope.

The results revealed that the electropolishing process worsened the surface roughness properties of the test specimens in most cases (combination of time and voltage variables; seven out of nine), except for two. Electrochemical factors, such as acid concentration in the electrolyte, temperature, and electrolyte agitation, affected the quality of the electropolished surface. Additionally, the geometry of the electropolishing cell played a defining role, as well as the electrolyte agitation and the gas bubbles evacuation. Through the obtained results, data significantly deviating from the rest were identified, requiring statistical analysis to discard outlier values.

It is important to note that electropolishing is not used to remove large amounts of material or significantly alter the geometry of the piece. Its primary objective is to improve the quality of the surface finish.

Keywords: Electropolishing, milled surfaces, machining, electrochemistry, surface roughness.

Contenido

| | Pág. |
|---|--------------|
| Lista de figuras..... | XV |
| Lista de tablas..... | XVIII |
| Lista de Símbolos y abreviaturas..... | XX |
| Objetivo General..... | 1 |
| Objetivos Específicos..... | 1 |
| Introducción | 1 |
| 1. Consideraciones Básicas | 3 |
| 1.1 Rugosidad inherente al proceso de fresado | 3 |
| 1.2 Acabado superficial requerido en moldes para inyección o soplado | 4 |
| 1.3 Fundamentos de la electroquímica involucrada en el electropulido..... | 7 |
| 1.4 Propiedades de la aleación de aluminio 7075-T651 | 12 |
| 1.5 Proceso para análisis de la rugosidad | 12 |
| 1.6 Análisis estadístico mediante prueba Q de Dixon..... | 17 |
| 2. Métodos y Materiales..... | 21 |
| 2.1 Diseño CAD, CAM y manufactura de modelos..... | 21 |
| 2.1.1 Montaje SMED para maquinado de probetas | 23 |
| 2.1.2 Estrategias de maquinado..... | 26 |
| 2.1.3 Proceso de maquinado | 27 |
| 2.2 Experimentación con electropulido | 28 |
| 2.2.1 Composición del material a electropulir | 29 |
| 2.2.2 Composición del electrolito | 29 |
| 2.2.3 Curva voltaje vs densidad de corriente..... | 32 |
| 2.2.4 Factores del electropulido | 37 |
| 2.2.5 Generación del electropulido..... | 38 |
| 2.3 Medición del acabado | 40 |
| 3. Resultados | 43 |
| 3.1 Proceso de maquinado | 43 |
| 3.2 Rugosidad..... | 44 |
| 3.3 Temperatura y corriente..... | 47 |

| | |
|---|-----------|
| 4. Análisis y Discusión..... | 49 |
| 4.1 Diseño y manufactura de probetas..... | 49 |
| 4.2 Exploración del electropulido | 49 |
| 4.3 Gráficas voltaje vs densidad de corriente..... | 50 |
| 4.4 Cambio obtenido de la rugosidad media aritmética ($\Delta\%$ de S_a) | 50 |
| 4.5 Temperatura del electrolito al final de cada procedimiento de electropulido. | 55 |
| 4.6 Densidad de corriente al final de cada procedimiento de electropulido | 57 |
| 4.7 Otros parámetros..... | 57 |
| 5. Conclusiones y Recomendaciones | 59 |
| Anexos | 61 |
| Anexo A. Composición ácido fosfórico empleado | 63 |
| Anexo B. Parámetros de rugosidad registrados en la medición | 65 |
| Anexo C. Temperaturas y corrientes de la generación del electropulido | 69 |
| Anexo D. Regresión del cambio porcentual de S_a y prueba normalidad Shapiro-Wilk..... | 71 |
| Anexo E. Datos entrada ANOVA | 73 |
| Bibliografía | 75 |

Lista de figuras

| | Pág. |
|--|-------------|
| Figura 1-1. Diagrama del rizado para el cálculo teórico de rugosidad..... | 4 |
| Figura 1-2. Patrón de la guía AR-106 moldeado en ABS [6]..... | 6 |
| Figura 1-3. Esquemático de montaje de electropulido básico..... | 9 |
| Figura 1-4. Zonas de la gráfica de voltaje contra densidad de corriente: para un electrolito de baja resistencia eléctrica (izquierda) [9] y para uno de alta resistencia eléctrica (derecha) [10]. | 9 |
| Figura 1-5. Diagramas esquemáticos del mecanismo de electropulido: la capa viscosa [13] [9].... | 10 |
| Figura 1-6. Rugosidad obtenida con el paso del tiempo de electropulido [17]..... | 11 |
| Figura 1-7. Medidor de rugosidad superficial Tesa Rugosurf 10G (palpador). | 13 |
| Figura 1-8. Esquema de un microscopio de variación focal [23]. | 15 |
| Figura 2-1. Reducción de la velocidad de corte y el avance en función del voladizo de la herramienta [29]. | 22 |
| Figura 2-2. Barra sujeta en prensa autocentrante (izquierda) y montaje especial para la metrología y electropulido (derecha – vista en corte). | 24 |
| Figura 2-3. Disco sujeta en mordazas maquinadas (vista transparente de una de ellas)..... | 24 |
| Figura 2-4. Maquinado de mordazas a medida para sujeción de probetas..... | 25 |
| Figura 2-5. Mordaza fija (derecha), móvil (izquierda) y vista perpendicular de ambas (centro), donde se pueden ver las líneas (rojas) y el área del plano (verde) de contacto con la probeta. | 26 |
| Figura 2-6. Ejemplo del movimiento (izquierda) de estrategia <i>raster</i> y estrategia actual de acabado (derecha) en probeta inclinada a 45°..... | 27 |
| Figura 2-7. Esquema del paso radial y el diámetro efectivo para una altura de rizado deseada. ... | 27 |
| Figura 2-8. Preparación de material para probetas. | 28 |
| Figura 2-9. Reglaje y maquinado de probetas. | 28 |

| | |
|--|----|
| Figura 2-10. (a) Flujo esperado del electrolito y correcto contacto con la superficie. (b) Flujo alterado por una burbuja. (c) Creación de abertura para mejorar el flujo del electrolito. (d) Foto de la abertura implementada. | 31 |
| Figura 2-11. Curva de voltaje vs densidad de corriente para ácido fosfórico como electrolito. | 32 |
| Figura 2-12. Contenedor del electrolito (izquierda), cuerpo de la bomba recirculante (1) antes de poner el cátodo sobre el punto de conexión (2) (centro) y con el cátodo (3) en su sitio (derecha). | 33 |
| Figura 2-13. Montaje de la celda con máscara de exposición de la probeta (1) (izquierda) y probeta (2) ubicada sobre la máscara con conexión (3) sobre la misma (derecha)..... | 33 |
| Figura 2-14. Imagen (izquierda) y diagrama esquemático (derecha) de la conexión de la celda y los multímetros. | 34 |
| Figura 2-15. Posición del control del caudal (1) en consola (izquierda) y adaptación para extracción de electrolito para cálculo de caudal (derecha): entrada de manguera a la celda para conexión al retorno de la bomba (2) y almacenamiento del electrolito extraído (3)..... | 35 |
| Figura 2-16. Curva de voltaje vs densidad de corriente para ácido fosfórico, agua destilada y alcohol isopropílico como electrolito. | 36 |
| Figura 2-17. Curva de voltaje vs temperatura en la probeta para ácido fosfórico, agua destilada y alcohol isopropílico como electrolito. | 36 |
| Figura 2-18. Probeta con área pulida (izquierda), y su contorno, cuadrado circunscrito en este y matriz de ventanas, esquematizados (derecha)..... | 41 |
| Figura 3-1. Probeta en estado maquinado, $S_a=1.82 \mu\text{m}$ | 44 |
| Figura 3-2. Rugosidad media aritmética (izquierda) y rugosidad raíz media cuadrática (derecha) para cada uno de los tres voltajes, agrupados por intervalos de tiempo de exposición..... | 45 |
| Figura 3-3. Asimetría estadística (izquierda) y curtosis de la distribución de alturas (derecha) para cada uno de los tres voltajes, agrupados por intervalos de tiempo de exposición..... | 45 |
| Figura 3-4. Antes y después del proceso de electropulido para una probeta del grupo 4, expuesta a 30V durante 10 minutos. | 46 |
| Figura 3-5. Probeta del grupo 5 (30 V – 15 min), de $S_a=1.84 \mu\text{m}$ a $S_a=1.70 \mu\text{m}$, -8%. | 46 |
| Figura 3-6. Probeta del grupo 9 (35 V – 20 min), de $S_a=1.84 \mu\text{m}$ a $S_a=5.21 \mu\text{m}$, 183%..... | 46 |
| Figura 3-7. Promedios de la temperatura de las probetas, tomadas a intervalos de dos minutos durante el electropulido. | 47 |

| | |
|---|----|
| Figura 3-8. Promedios de la temperatura final de la celda de electropulido (izquierda) y densidad de corriente final (derecha) para cada grupo de estudio. | 48 |
| Figura 4-1. Probeta de sacrificio para prueba de rendija contra la máscara. | 50 |
| Figura 4-2. Graficas de los datos obtenidos para el cambio porcentual de la rugosidad superficial ($\Delta\%$ de S_a , izquierda) y de los residuos calculados de la línea de tendencia (derecha). | 51 |
| Figura 4-3. Comparación cualitativa de tres probetas: en estado maquinado (izquierda), acabado de $S_a=1.70 \mu\text{m}$ (centro) y $S_a=5.21 \mu\text{m}$ (derecha). | 53 |
| Figura 4-4. Vista inclinada de la probeta en la Figura 4-3 (derecha) con un elemento recto sobre ella para fines comparativos. | 54 |
| Figura 4-5. Comparativa histogramas antes (arriba) y después (abajo) del electropulido para probeta del grupo 5 (30 V – 15 min), de $S_a=1.84 \mu\text{m}$ a $S_a=1.70 \mu\text{m}$, -8% (Figura 4-3, centro). | 54 |
| Figura 4-6. Comparativa histogramas antes (arriba) y después (abajo) del electropulido para probeta del grupo 9 (35 V – 20 min), de $S_a=1.84 \mu\text{m}$ a $S_a=5.21 \mu\text{m}$, 183% (Figura 4-3, derecha). .. | 55 |
| Figura 4-7. Probeta de sacrificio sobreexpuesta. | 56 |
| Figura 5-1. Datos de rugosidad superficial complementarios obtenidos del microscopio de variación focal Alicona InfiniteFocus G5. Máxima altura de los picos de la superficie de muestreo (izquierda) y máxima profundidad de los valles de la superficie de muestreo (derecha). | 66 |
| Figura 5-2. Datos de rugosidad superficial complementarios obtenidos del microscopio de variación focal Alicona InfiniteFocus G5. Máxima altura de la superficie de muestreo (izquierda) y 10 puntos de máxima altura y profundidad de la superficie de muestreo (derecha). | 66 |
| Figura 5-3. Datos de rugosidad superficial complementarios obtenidos del microscopio de variación focal Alicona InfiniteFocus G5. Gradiente de la raíz media cuadrática de las alturas de la superficie de muestreo (izquierda) y relación del área interfacial desarrollada de la superficie de muestreo (derecha). | 67 |
| Figura 5-4. Planitud utilizando el plano de referencia de mínimos cuadrados. | 67 |

Lista de tablas

| | Pág. |
|---|-------------|
| Tabla 1-1. Desviaciones geométricas de una superficie maquinada (DIN 4760)..... | 3 |
| Tabla 1-2. Acabados superficiales y estándares SPI [4]. | 5 |
| Tabla 1-3. Acabado de los moldes según la guía SPI AR-106 [6] [7] [3]..... | 6 |
| Tabla 1-4. Especificaciones del compuesto de diamante [5]..... | 7 |
| Tabla 1-5. Composición estimada de la aleación de aluminio 7075 [20]. | 12 |
| Tabla 1-6. Parámetros rugosidad bidimensional. | 14 |
| Tabla 1-7. Lambda C correspondiente para cada rango de rugosidades obtenidas según norma, ISO 21920-3 [27]..... | 17 |
| Tabla 1-8. Tabla de valores críticos de Q [28]..... | 18 |
| Tabla 2-1. Parámetros de maquinado para definición de probeta..... | 21 |
| Tabla 2-2. Composición del material de las probetas [porcentaje de masa] | 29 |
| Tabla 2-3. Valores obtenidos para la curva de voltaje vs densidad de corriente para ácido fosfórico como electrolito..... | 31 |
| Tabla 2-4. Valores obtenidos para la curva de voltaje vs densidad de corriente para ácido fosfórico (41%), agua destilada (20%) y alcohol isopropílico (39%) como electrolito. | 36 |
| Tabla 2-5. Grupos de voltaje y tiempo de exposición de las probetas electropulidas. | 39 |
| Tabla 3-1. Parámetros de rugosidad de las probetas antes de ser electropulidas..... | 43 |
| Tabla 3-2. Promedio del cambio ($\Delta\%$) obtenido en la rugosidad mediante el electropulido..... | 45 |
| Tabla 4-1. Cálculo de significancia prueba de normalidad Shapiro-Wilk..... | 51 |
| Tabla 4-2. Resultados ANOVA de dos factores, para rugosidad superficial media, S_a | 52 |
| Tabla 4-3. Resultados ANOVA de dos factores para la temperatura final del electrolito. | 57 |
| Tabla 4-4. Resultados ANOVA de dos factores para la densidad de corriente final..... | 57 |
| Tabla 5-1. Valores promedio para los parámetros de rugosidad obtenidos del microscopio de variación focal Alicona InfiniteFocus G5, una vez aplicada la prueba Q..... | 65 |

| | |
|--|----|
| Tabla 5-2. Valores de rugosidad obtenidos del microscopio de variación focal Alicona InfiniteFocus G5, antes de descartar los valores determinados por la prueba Q; estos se han resaltado en rojo. | 68 |
| Tabla 5-3. Datos de la regresión y de la prueba de normalidad Shapiro-Wilk. | 71 |
| Tabla 5-4. Datos entrada ANOVA de dos factores (voltaje y tiempo) para la rugosidad superficial media, S_a | 73 |
| Tabla 5-5. Datos entrada ANOVA de dos factores (voltaje y tiempo) para la temperatura final del electrolito..... | 73 |
| Tabla 5-6. Datos entrada ANOVA de dos factores (voltaje y tiempo) para la densidad de corriente final..... | 74 |

Lista de Símbolos y abreviaturas

Símbolos con letras latinas

| Símbolo | Término | Unidad SI |
|-------------------|---|---------------|
| a_e | Profundidad de corte radial | mm |
| a_p | Profundidad de corte axial | mm |
| D_c | Diámetro efectivo de corte | mm |
| f_z | Avance por filo | mm |
| $l_{trayectoria}$ | Longitud de la trayectoria | mm |
| n | Velocidad de rotación del husillo | rpm |
| R_a | Rugosidad media aritmética | μm |
| R_{ku} | Curtosis | - |
| R_p | Pico más alto del perfil | μm |
| R_q | Raíz media cuadrática de la rugosidad | μm |
| R_{sk} | Asimetría estadística o sesgo | - |
| R_v | Valle más bajo del perfil | μm |
| R_t | Distancia entre R_p y R_v | μm |
| S_a | Promedio aritmético de las alturas de la superficie de muestreo | μm |
| S_q | Promedio según la raíz media cuadrática de las alturas de la superficie de muestreo (altura): | μm |
| S_p | Máxima altura de los picos de la superficie de muestreo | μm |
| S_v | Máxima profundidad de los valles de la superficie de muestreo | μm |
| S_z | Máxima altura de la superficie de muestreo | μm |
| S_{10z} | 10 puntos de máxima altura y profundidad de la superficie de muestreo | μm |
| S_{sk} | Sesgo o asimetría estadística de los valles y picos de la superficie de muestreo | - |

Símbolos con letras latinas (Continuación)

| Símbolo | Término | Unidad SI |
|----------------|---|------------------|
| S_{ku} | Curtosis de la distribución de alturas de la superficie de muestreo | - |
| S_{dq} | Gradiente de la raíz media cuadrática de las alturas de la superficie de muestreo | - |
| S_{dr} | Relación del área interfacial desarrollada de la superficie de muestreo | % |
| FLTt | Planitud utilizando el plano de referencia de mínimos cuadrados | μm |
| L_c | Longitud de onda de corte | μm |
| v_c | Velocidad de corte | m/min |
| v_f | Velocidad de avance | mm/min |

Objetivo General

Explorar el electropulido como proceso de acabado final, posterior al proceso de fresado de superficies en aleación de aluminio 7075-T651.

Objetivos Específicos

- Desarrollar diseño CAD/CAM de probetas que posibilite contrastar los acabados de los procesos de fresado y de electropulido.
- Estructurar un proceso experimental para generar un acabado final, mediante pulido electrolítico con ácido fosfórico en las probetas específicas fresadas y utilizando equipo analógico del Laboratorio de Metalografía.
- Contrastar la rugosidad superficial obtenida por los procesos de fresado y electropulido en las probetas específicas de aleación de aluminio 7075-T651, con rugosímetro disponible en la Sala CAM - LabFabEx.

Introducción

Este estudio tiene como objetivo explorar el electropulido como proceso de acabado final, posterior al proceso de fresado de superficies en aleación de aluminio 7075-T651.

El electropulido es un proceso electrolítico utilizado para mejorar la superficie de materiales. El proceso se realiza sumergiendo la pieza en un baño electrolítico que contiene una solución específica de composición y concentración, y aplicando una corriente eléctrica a través de la pieza, que se conecta como ánodo. El cátodo es una pieza de un material que depende del material del ánodo. El proceso de electropulido ocurre cuando los iones son liberados del ánodo (pieza de interés) y depositados sobre la superficie del cátodo. Este trabajo muestra como el proceso afecta la rugosidad de la superficie del material, lo que puede mejorar el comportamiento de la pieza en diversas aplicaciones.

La escogencia de este material (aleación de aluminio 7075-T651) se debe a que es muy versátil y ampliamente usado en las industrias de los plásticos y la aeroespacial, gracias a su gran resistencia mecánica, peso reducido y máxima facilidad de maquinado. Esta última característica es parte fundamental en este estudio, ya que el objetivo es poder eliminar mediante electropulido las marcas producidas por la cinemática del proceso de maquinado.

La importancia de este trabajo radica en la exploración que se debe realizar de manera previa a la generación del acabado para conocer los parámetros involucrados y su debido manejo. Se debe determinar la curva de voltaje vs densidad de corriente (V vs A/cm²) y experimentar con los parámetros fijos y variables para establecer sus rangos y/o valores adecuados.

En el primer capítulo se tuvieron en cuenta algunas consideraciones básicas como la rugosidad inherente al proceso de fresado, el acabo superficial requerido en moldes y los principales procesos para obtenerlo. Así mismo, los fundamentos de la electroquímica involucrada en el electropulido y

el proceso para analizar la rugosidad. En este último se explica cómo se empleó la microscopía de variación focal y su capacidad de medir la rugosidad de superficies.

Luego se abordan los métodos y materiales a utilizar en este trabajo. Inicialmente se desarrolló el diseño CAD/CAM de probetas que posibilitarán contrastar los acabados de los procesos de fresado y de electropulido. Se explica cómo se realizó el montaje SMED para el maquinado de las probetas, las estrategias de maquinado y el proceso de maquinado. Así mismo se presenta cómo se realizó la experimentación con electropulido, la composición del electrolito, la curva voltaje vs densidad de corriente, los factores que se deben tener en cuenta en el electropulido y el proceso para la generación del electropulido. A continuación, se explica cómo se cuantificó la rugosidad superficial empleando el microscopio de variación focal, Alicona InfiniteFocus G5, del Laboratorio de Metrología Dimensional de Precisión de la Universidad Nacional de Colombia.

Posteriormente se presentan y discuten los resultados obtenidos de las mediciones realizadas en cuanto a rugosidad, temperatura y corriente eléctrica. Por último, se realiza el análisis y discusión de los parámetros de la rugosidad obtenidos con el objetivo de presentar la influencia obtenida de las variables durante la generación del acabado por electropulido. Algunas recomendaciones concluyen este trabajo.

1. Consideraciones Básicas

La integridad superficial [1] o acabado superficial [2] es la condición que presentan las superficies de toda pieza que ha pasado por un proceso de manufactura. Esta se compone de dos aspectos: la topografía y el estado mecánico/químico de la superficie. Es el caso de la topografía generada por el proceso de fresado, específicamente el copiado, el objeto principal de este estudio.

1.1 Rugosidad inherente al proceso de fresado

El proceso de fresado, como cualquier otro, genera superficies con variaciones geométricas respecto de la superficie nominal. Estas son conocidas como desviaciones y son clasificadas en la norma DIN 4760, dependiendo de su forma y causa (síntesis en la Tabla 1-1). Las desviaciones objeto de este estudio corresponden a las de tercer orden según dicha norma, y provienen de la morfología generada por la cinemática del proceso de fresado y geometría esférica de la fresa de copiado y su profundidad de corte radial al barrer una superficie (Figura 1-1). Ésta es conocida comúnmente como rizado constante (*constant scallop*). Los demás tipos de desviaciones no se analizaron debido a que están por fuera del enfoque propuesto.

Tabla 1-1. Desviaciones geométricas de una superficie maquinada (DIN 4760).




| Orden (sección del perfil) | Tipo de variación estructural | Causa |
|---|-------------------------------|--|
| 1 ^{er} :  | Forma | Error de máquina Deformación de la herramienta o pieza Error en la fijación de la pieza Desgaste o distorsión térmica |
| 2 ^{do} :  | Ondulación | Vibración de la herramienta Excentricidad de la herramienta Defectos de forma de la herramienta |
| 3 ^{er} :  | Surcos y ralladuras | Forma de la herramienta Cinemática del proceso Forma de la viruta |

Tabla 1-2. Acabados superficiales y estándares SPI [4].

| Acabado | Descripción | Estándar SPI | Aplicaciones |
|----------------|---|-------------------|---|
| Brillante | La superficie del molde es primero alisada y luego pulida con pasta de diamante para obtener un acabado espejo. | A-1 A-2 A-3 | Apropiado para partes que requieren el acabado superficial más liso debido a razones cosméticas o funcionales (Ra menos a 10 μm). El acabado A1 es apropiado para partes con acabado espejo y lentes. |
| Semi-brillante | La superficie del molde es alisada con papel de lija de grano fino. | B-1 B-2 B-3 | Apropiado para partes que requieren una buena apariencia visual pero no un alto brillo. |
| Mate | La superficie del molde es alisada con polvo de piedra fino para remover todas las marcas de maquinado. | C-1 C-2 C-3 | Apropiado para partes con bajos requerimientos visuales, pero en las que las marcas de maquinado no son aceptables. |
| Texturizado | La superficie del molde es primero alisada con polvo de piedra fino y luego arenada. | D-1 D-2 D-3 | Apropiado para partes que requieren un acabado superficial satinado u opaco. |
| Maquinado | La superficie del molde es acabada a discreción del maquinista con marcas visibles de la herramienta de corte. | - | Apropiado para partes no cosméticas como partes industriales o componentes ocultos. |

Comúnmente se emplean 3 maneras principales para especificar el acabado requerido en una superficie de un molde [5]:

- Kit de comparación SPE/SPI.

La guía SPE/SPI AR-106 de la *Plastics Industry Association* (anteriormente *Society of the Plastics Industry*) se emplea como una ayuda entre cliente y fabricante y propone 12 grados típicos en el acabado que puede tener la superficie de un molde, desde A1 para un acabado de súper alto brillo, hasta D3 para un acabado texturizado grueso. Este estándar propone un método de producción para cada acabado y el correspondiente rango de rugosidad media, Ra; estos valores se pueden ver en la Tabla 1-3. Esta guía posee un patrón comparativo que ejemplifica dichos acabados de la superficie de los moldes en una placa de ABS y puede observarse en la Figura 1-2.

- Último compuesto de pulido empleado.

Al especificar el último compuesto para pulir empleado, principalmente su tamaño de grano, se sobreentiende que la rugosidad obtenida con este es la requerida en determinada superficie del molde. Este método no es muy preciso y da espacio a interpretación, aunque al no requerir de otras

herramientas de medición o comparación, es práctico y por ende ampliamente empleado en la industria. Basta con especificar el color del compuesto de diamante empleado para pulir y con esto se deduce el acabado que se desea obtener. Las especificaciones de cada compuesto, su color y el acabado obtenido en la superficie del molde se muestran en la Tabla 1-4.

Tabla 1-3. Acabado de los moldes según la guía SPI AR-106 [6] [7] [3].

| Acabado | Estándar SPI | Método de acabado | Rugosidad típica de la superficie, Ra (μm) |
|-----------------------|--------------|---|---|
| Súper alto brillo | A-1 | Grado #3, pasta de diamante grano 6000 | 0.012 a 0.025 |
| Alto brillo | A-2 | Grado #6, pasta de diamante grano 3000 | 0.025 a 0.05 |
| Brillo normal | A-3 | Grado #15, pasta de diamante grano 1200 | 0.05 a 0.10 |
| Semi-brillante fino | B-1 | Papel de lija grano 600 | 0.05 a 0.10 |
| Semi-brillante medio | B-2 | Papel de lija grano 400 | 0.10 a 0.15 |
| Semi-brillante normal | B-3 | Papel de lija grano 320 | 0.28 a 0.32 |
| Mate fino | C-1 | Piedra grano 600 | 0.35 a 0.40 |
| Mate medio | C-2 | Piedra grano 400 | 0.45 a 0.55 |
| Mate normal | C-3 | Piedra grano 320 | 0.63 a 0.70 |
| Texturizado satín | D-1 | Arenado con partículas de vidrio #11 | 0.80 a 1.00 |
| Texturizado opaco | D-2 | Arenado con partículas de óxido #240 | 1.00 a 2.80 |
| Texturizado grueso | D-3 | Arenado con partículas de óxido #24 | 3.20 a 18.0 |
| Maquinado | - | Acabado a discreción del maquinista | 3.20 (con marcas de maquinado visibles) |



Figura 1-2. Patrón de la guía AR-106 moldeado en ABS [6].

Tabla 1-4. Especificaciones del compuesto de diamante [5].

| Compuesto de diamante | Acabado | Tamaño de partícula [μin] | Malla aproximada | Color |
|-----------------------|----------|--|------------------|------------|
| 1-8M | Súper | 0-2 | 14.000 | Marfil |
| 3-7M | Muy alto | 2-4 | 8.000 | Amarillo |
| 6-48M | Espejo | 4-8 | 3.000 | Anaranjado |
| 9-6M | Alto | 8-12 | 1.800 | Verde |
| 15-5M | Fino | 12-22 | 1.200 | Azul |
| 30-4H | Lapeado | 22-36 | 600 | Rojo |

- Estándar ASA B46.1 de la American Standard Association.

Se emplea para especificar la rugosidad de una superficie y su forma más general es mediante la realización de un perfil de rugosidad. Este estándar acota las posibles imprecisiones e interpretaciones equívocas y es equivalente al CSA B95 canadiense y el BS 1134 británico. Se puede realizar mediante métodos de contacto u ópticos (p.ej. perfilómetro con palpador de diamante o microscopio de variación focal, respectivamente).

1.3 Fundamentos de la electroquímica involucrada en el electropulido

El electropulido o pulido electroquímico, es un proceso que se utiliza para mejorar las propiedades superficiales de los materiales metálicos. El proceso implica la inmersión del material metálico en un baño electrolítico que contiene una solución ácida y la aplicación de una corriente eléctrica a través del material. Durante el proceso, el ácido actúa como un agente de ataque en la superficie del material, removiendo iones de esta, así como cualquier suciedad, impurezas o contaminantes presentes. A medida que los iones metálicos son liberados del material, se obtiene una superficie cada vez más uniforme.

El proceso de electropulido es un proceso controlado por factores electroquímicos, lo que significa que la calidad de la superficie electropulida dependerá en gran medida de las condiciones del proceso. Algunos de los factores que pueden afectar la calidad de la capa electropulida incluyen la concentración de ácido en el baño electrolítico, la temperatura del baño, la corriente eléctrica aplicada y el tiempo de inmersión en el baño electrolítico.

El principio básico de la electrólisis es la llamada primera ley de Faraday de la electrólisis. Este principio proporciona un marco fundamental para cuantificar y entender los procesos de electrólisis y fue formulado por el científico británico Michael Faraday en 1833. Él estableció que existe una relación directa entre la cantidad de energía que fluye a través del circuito y la cantidad de sustancia depositada o liberada de la pieza [8], como se muestra en la Ecuación (1.1).

$$m = \frac{Q}{F} \cdot \frac{M}{z} \quad (1.1)$$

Donde:

- m es la cantidad en gramos de sustancia depositada o liberada de la pieza.
- Q es la carga eléctrica medida en culombios, que fluye a través del circuito.
- F es la constante de Faraday.
- M es la masa molar de la sustancia.
- z es el número de valencia de los iones.

Dado que F , M y z son constantes, la Ecuación (1.1) se puede simplificar como se muestra en la Ecuación (1.2), en la cual manifiesta la relación directa entre las dos variables. En esta, Z es llamada el equivalente electroquímico de la sustancia.

$$Z = \frac{m}{Q} \quad (1.2)$$

En el montaje para electropulir más sencillo, se introducen en un recipiente el electrolito a emplear, la pieza a electropulir y una pieza llamada herramienta de electropulido; estas últimas se conectan a las terminales positiva y negativa, respectivamente, de una fuente de corriente directa, adquiriendo así el nombre de ánodo y cátodo. Al introducir una corriente, electrones del ánodo son liberados y por electrólisis, transmitidos por el electrolito hasta el cátodo. Los átomos del material se convierten en iones y luego se disuelven en el electrolito (Figura 1-3).

La velocidad de transferencia de material depende de diversos factores como el tiempo y composición del electrolito, el material de la pieza, el tiempo de electropulido. La aplicación de la corriente eléctrica introduce dos variables al sistema, encargadas de determinar tanto la velocidad de remoción como la calidad de la superficie obtenida: el voltaje y la densidad de corriente; estas

se grafican con el voltaje en las abscisas (variable independiente) y la densidad de corriente en las ordenadas (variable dependiente), y su comportamiento se agrupa en cuatro zonas representativas que se enumeran a continuación y se ejemplifican en la Figura 1-4:

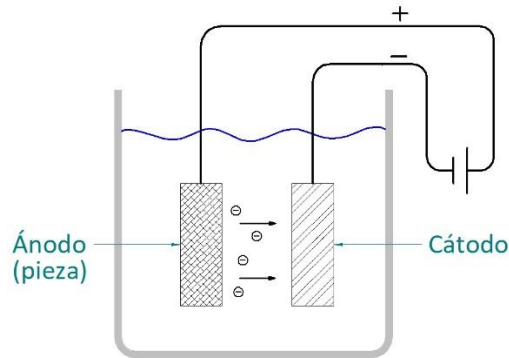


Figura 1-3. Esquemático de montaje de electropulido básico.

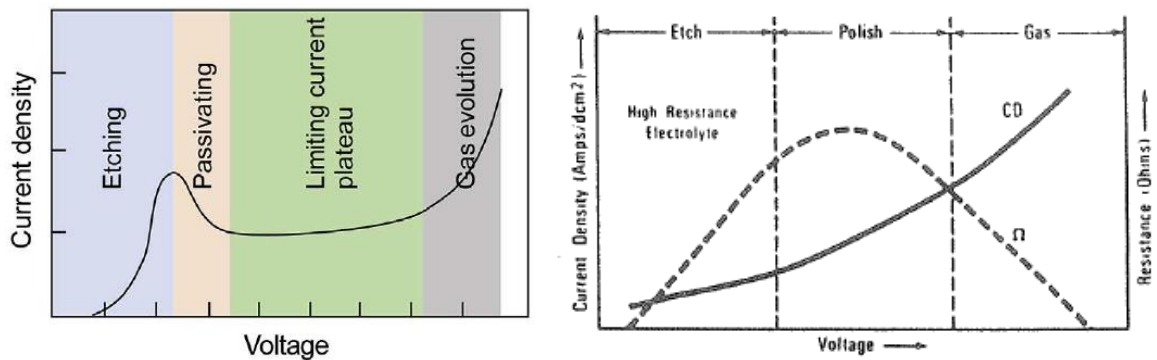


Figura 1-4. Zonas de la gráfica de voltaje contra densidad de corriente: para un electrolito de baja resistencia eléctrica (izquierda) [9] y para uno de alta resistencia eléctrica (derecha) [10].

1. Ataque: se produce disolución anódica del material y es posible que se genere picado.
2. Pasivado: se genera una capa de óxido sobre la superficie del material cuyo efecto resultante es el pasivado de la misma, lo cual puede reducir levemente la densidad de corriente al aumentar el voltaje.
3. Electropulido: en esta zona la densidad de corriente se mantiene relativamente estable al aumentar el voltaje y es posible la remoción controlada de material, necesaria para producir el pulido superficial.

4. Evolución gaseosa (picado): dado que la capa pasivada desaparece, la densidad de corriente aumenta y, debido a la formación superficial de burbujas de oxígeno, es de esperar la aparición de picado superficial.

La base de las teorías que explican el mecanismo generador del pulido electrolítico es la teoría de la capa viscosa [11], la cual supone que en la superficie del ánodo se forma una capa lisa de material disuelto y cuya conductividad es reducida Figura 1-5. Al tener diferente espesor, la resistencia es mayor en los valles de la superficie del material y menor en los picos, resultando en la remoción localizada de material de los picos. Los principales factores que afectan el proceso son los siguientes [12]:

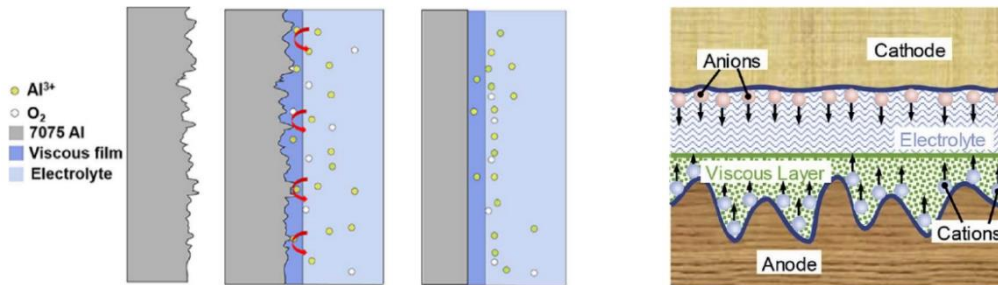


Figura 1-5. Diagramas esquemáticos del mecanismo de electropulido: la capa viscosa [13] [9].

1. Temperatura: La temperatura del electrolito es un factor de gran importancia en los procesos electroquímicos. Una baja temperatura reduce la solubilidad y difusión de los iones en el electrolito, así como la densidad de corriente. A una mayor temperatura, la viscosidad se reduce y por ende la difusión de los iones aumenta, acelerando el proceso de remoción de material. De igual manera, la solubilidad aumenta lo cual resulta en una mayor capacidad del electrolito para transportar iones del material, que a su vez aumenta la densidad de corriente, acelerando la remoción de material. Este parámetro debe ser mantenido con cuidado ya que una temperatura muy alta puede hacer que la zona de electropulido se reduzca, pasando muy rápidamente del pasivado a la evolución gaseosa [14].
2. Concentración y composición del electrolito: estudios han encontrado que, con una mayor concentración del electrolito, la densidad de corriente puede disminuir, lo cual se puede atribuir a que la viscosidad del electrolito aumenta, así como la capa viscosa y la solubilidad de iones metálicos disminuye [15]. En contraste, el efecto de pulido aumenta, es decir, se obtiene una rugosidad promedio menor. La composición del electrolito está directamente

asociada a las características del material. Algunos electrolitos empleados para electropulir aleaciones de aluminio y zinc contienen ácido perclórico, ácido fosfórico, ácido sulfúrico, etanol, butyl cellosolve, agua destilada o tiocianato de sodio [16] [12]. Estas mezclas requieren gran precaución porque pueden producir gases, explosiones o ser inflamables.

3. Tiempo de electropulido: Como lo explica la teoría de la capa viscosa, la remoción de material se basa en la diferencia de potencial entre los picos y los valles en la superficie: a mayor diferencia, mayor remoción; a menor diferencia, menor remoción. Esto resulta en una tasa de remoción alta al iniciar el electropulido y un comportamiento asintótico con el paso del tiempo. Debido a que la remoción de material se basa en poder transportarlo, si la rugosidad es muy alta, tomará más tiempo llegar a una rugosidad requerida, si se compara con iniciar con una rugosidad menor. La Figura 1-6 [17] muestra el cambio en la rugosidad media obtenida al electropulir acero inoxidable 316; en esta gráfica se puede evidenciar el comportamiento asintótico y la diferencia que genera la rugosidad inicial.

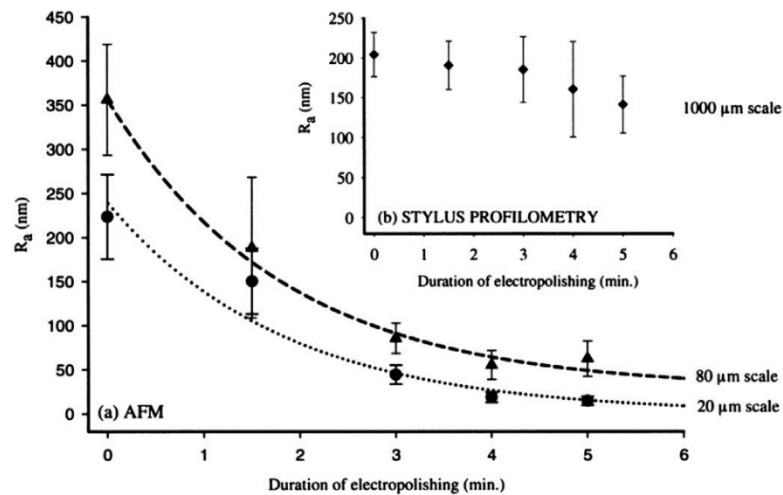


Figura 1-6. Rugosidad obtenida con el paso del tiempo de electropulido [17].

4. Rotación del electrodo - agitación: Debido a la formación de la capa viscosa y el transporte de iones que debe ocurrir a través de esta, entre más gruesa sea, mayor tiempo tomará el pulido, por ende, si se quiere reducir este tiempo, se debe reducir el espesor de la capa viscosa [18]. Una manera es rotando el electrodo o agitando el electrolito, sin embargo, esta agitación no debe ser excesiva ya que podría reducir demasiado la capa viscosa y aumentar la rugosidad.

1.4 Propiedades de la aleación de aluminio 7075-T651

La aleación de aluminio 7075 es una de las aleaciones de aluminio más fuertes disponibles en el mercado. Debido a su alta resistencia mecánica y bajo peso, se utiliza en aplicaciones de alta tensión, como en la industria aeroespacial para partes estructurales de aeronaves, en la fabricación de bicicletas, equipamiento para escalada, en componentes de automoción de alto rendimiento y para la realización de moldes (soplado, inyección, formado al vacío, moldeado de espuma, moldeado de goma, placas contenedoras, guías y sujetadores) [19]. Una de sus grandes características es la facilidad de maquinado, permitiendo altas velocidades de corte, menores tiempos de producción y menor costo en el herramental de corte. Dada su alta conductividad térmica, se pueden utilizar sistemas de refrigeración más sencillos y reduce los tiempos de los ciclos durante el moldeo.

Mediante los tratamientos térmicos puede aumentar su resistencia mecánica. El T651 es un tratamiento de envejecimiento que aumenta la resistencia a la tensión a su máximo, $\sigma_{\max} \approx 570$ MPa (comparada con los otros tratamientos -T6 y T7-), seguida por un estiramiento, compresión o combinación de ambas (el 51 en T651), que alivia las tensiones residuales [20]. La composición esperada de esta aleación según estándar ANSI se encuentra en la Tabla 1-5.

Por último, en su microestructura se puede encontrar la fase intermetálica en transición, $MgZn_2$, η' , cuya dispersión fina se cree es la razón del incremento en su dureza [21].

Tabla 1-5. Composición estimada de la aleación de aluminio 7075 [20].

| Elemento | Porcentaje de masa |
|----------|--------------------|
| Zn | 5,1 - 6,1 |
| Mg | 2,1 - 2,9 |
| Cu | 1,2 - 2,0 |
| Fe | 0,5 |
| Si | 0,4 |
| Mn | 0,3 |
| Cr | 0,18 - 0,28 |
| Ti | 0,2 |
| Al | Restante |

1.5 Proceso para análisis de la rugosidad

El valor de la rugosidad es comúnmente obtenido al comparar la superficie en estudio con otras superficies de rugosidad conocida, también llamados patrones. Un buen ejemplo de ello se

presentó en la Figura 1-2. El mecanismo de comparación representa el avance tecnológico: el método de comparación primordial de la rugosidad de una superficie es la vista y el tacto, sentir con las yemas de los dedos y observar con los ojos. Sin embargo, aunque es un buen principio y es la base de cualquier estudio, se requiere un método cuantitativo, más exacto y repetible.

Y es de estos métodos de adquisición de información de donde se derivan los equipos de medición de rugosidad. En primera instancia, se encuentran los instrumentos de contacto, como es el caso de los perfilómetros de aguja, cuya tarea es generar el barrido de la superficie mediante un elemento mecánico (Figura 1-7). Este elemento mecánico es una punta muy fina, cuyo material puede variar, desde acero inoxidable hasta diamante, y que se desplaza en un eje paralelo a la superficie. Dicha punta, varía su posición (altura) al seguir las irregularidades de la superficie a medida que la va barriendo. Al “palpar” la superficie, traduce estos movimientos verticales en impulsos eléctricos y genera un perfil bidimensional donde se pueden encontrar los picos y valles dentro de la muestra recorrida. De esta información se calculan los parámetros de un perfil de rugosidad o rugosidad bidimensional, como se muestran en la Tabla 1-6 [22]. En general, son los equipos más versátiles y se pueden encontrar modelos de escritorio y modelos portátiles que los hacen extremadamente útiles. Sin embargo, dado su contacto directo con la superficie, los perfilómetros de aguja no son recomendados cuando la superficie del material tiende a variar con el contacto, por ejemplo, en materiales blandos.



Figura 1-7. Medidor de rugosidad superficial Tesa Rugosurf 10G (palpador).

Tabla 1-6. Parámetros rugosidad bidimensional.

| Parámetro | Descripción |
|--|--|
| $R_a = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i $ | Promedio aritmético de los valores absolutos sobre y bajo la línea media del perfil de muestreo. |
| $R_q = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i^2}$ | Promedio según la raíz media cuadrática. |
| $R_v = \min_i y_i$ | Distancia entre el valle más profundo y la línea media del perfil de muestreo. |
| $R_p = \max_i y_i$ | Distancia entre el pico más alto y bajo la línea media del perfil de muestreo. |
| $R_z = \frac{\sum_{i=1}^n R_{Z_i}}{n}$ | Promedio aritmético de las máximas alturas pico-valle dentro de la longitud de muestreo del perfil de rugosidad. |
| $R_{sk} = \frac{1}{nR_q^3} \sum_{i=1}^n y_i^3$ | Asimetría estadística. |
| $R_{ku} = \frac{1}{nR_q^4} \sum_{i=1}^n y_i^4$ | Curtosis. Ayuda a analizar cuán dispersos o concentrados se encuentran los picos dentro del perfil estudiado. |

Por otra parte, se encuentra el principio sin contacto. En este, los ojos son reemplazados por lentes en un microscopio. En general, los instrumentos en esta rama son [23] [24]:

- Interferometría de cambio de fase
- Interferometría de escaneo de coherencia
- Microscopía confocal
- Microscopía confocal cromática
- Proyección de luz estructurada
- Microscopía de variación focal
- Microscopía de barrido electrónico
- Microscopía de efecto túnel
- Microscopía de holografía digital

De estos, los más representativos y/o versátiles en el ámbito investigativo son los de interferometría, microscopía confocal y microscopía de variación focal.

En esencia, un microscopio por interferometría divide un haz de luz en dos y lo hace incidir en dos superficies, una de referencia y la otra de medición; luego vuelven a unirse y generan la interferencia por el principio de superposición (cancelación o amplificación). La diferencia entre el haz de luz emitido y la interferencia generada por ambas superficies es la que proporciona los datos para reconstruir la superficie. Aunque es de los métodos más empleados y es relativamente rápido, es fuertemente afectado por la luz ambiente, requiere obligatoriamente la superficie de referencia y no posee gran profundidad de campo [24].

La microscopía de variación focal basa su operación en el punto focal mediante ópticas. Mediante la variación de dicho punto, la nitidez de las imágenes obtenidas y su comparación, se obtiene la altura de cada punto de la imagen y con esto se recrea la superficie. En la Figura 1-8 se muestra un plano esquemático del funcionamiento de este microscopio [23].

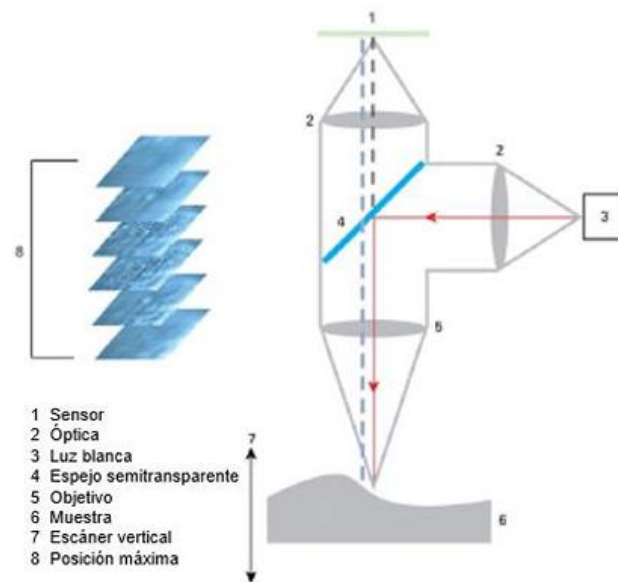


Figura 1-8. Esquema de un microscopio de variación focal [23].

Durante este estudio se empleó la microscopía de variación focal. Las ventajas de esta microscopía para el desarrollo de este trabajo radican en su alta precisión, gran profundidad de campo, capacidad de medir superficies con propiedades de reflexión variable (como es el caso de la superficie de aluminio 7075 maquinada) y, sobre todo, la posibilidad de unir varias ventanas de observación. Gracias a esto, la superficie capturada logra abarcar las características del rizado que se quiere estudiar (distancias entre valles y picos muy amplias para el estándar de un microscopio con la capacidad de medir rugosidades).

Ya que el microscopio de variación focal tiene la facultad de capturar áreas y no perfiles, los parámetros de la rugosidad obtenidos son de rugosidad superficial (área), además de los perfiles bidimensionales de rugosidad (si se requieren). Al obtener un perfil bidimensional, este se debe tomar en varias ubicaciones de la misma probeta con el objetivo de hacer un estudio estadístico. Al obtener una superficie tridimensional, los datos obtenidos son de toda la muestra, es decir, ya poseen todos los perfiles bidimensionales que se pudieran capturar dentro de esta área, y los parámetros arrojados los incluyen. Dichos parámetros se explican a continuación [25] [26]:

S_a , Promedio aritmético de las alturas de la superficie de muestreo (altura): Es el valor medio aritmético de los picos y valles en el área estudiada. Es el parámetro más utilizado y por ende el punto de comparación más frecuente.

S_q , Promedio según la raíz media cuadrática de las alturas de la superficie de muestreo (altura): Es más sensible a los cambios en comparación con S_a . Es equivalente a la desviación estándar de las alturas. Es de amplia utilización, sin embargo, S_a la supera por su facilidad de cálculo.

S_p , Máxima altura de los picos de la superficie de muestreo (altura): es la altura del pico más alto dentro del área de estudio, medida desde la línea media.

S_v , Máxima profundidad de los valles de la superficie de muestreo (altura): es la altura del valle más profundo dentro del área de estudio, medida desde la línea media.

S_z , Máxima altura de la superficie de muestreo (altura): es la suma de la altura del pico más alto y la altura del valle más profundo dentro del área de estudio, medidas desde la línea media. Representa la altura máxima de material que se debe remover para obtener una superficie lisa.

S_{10z} , 10 puntos de máxima altura y profundidad de la superficie de muestreo (altura): es el promedio aritmético de la suma de los valores absolutos de la altura de los cinco picos más altos y la altura de los cinco valles más bajos.

S_{sk} , Sesgo o asimetría estadística de los valles y picos de la superficie de muestreo (altura): proporciona información sobre la agudeza de los picos de una pieza. Esto permite determinar su tendencia a desgastarse al entrar en contacto con otra superficie o, por el contrario, si tiene buenas capacidades de rodadura, es decir, ayuda a entender cómo la rugosidad puede afectar su desgaste o rendimiento en diferentes condiciones.

S_{ku} , Curtosis de la distribución de alturas de la superficie de muestreo (altura): ayuda a analizar cuán dispersos o concentrados se encuentran los picos dentro del perfil estudiado.

S_{dq} , Gradiente de la raíz media cuadrática de las alturas de la superficie de muestreo (híbrida):

S_{dr} , Relación del área interfacial desarrollada de la superficie de muestreo: equivale al porcentaje del área superficial adicional que es atribuible a la rugosidad dentro de área de muestreo, en comparación con el área de la superficie si esta fuera perfectamente lisa.

FLTt, Planitud utilizando el plano de referencia de mínimos cuadrados: Este parámetro se define como la suma del valor mayor (positivo) más el valor menor (negativo) como valor absoluto, de la desviación de la planitud del área estudiada.

L_c , Longitud de onda de corte: Es un parámetro establecido por la norma y que permite dar un filtrado de la rugosidad para reducir la afectación que tiene sobre esta la forma y ondulación de la pieza. Su valor está dado en función de la rugosidad inicialmente medida y se extrae de la Tabla 1-7.

Tabla 1-7. Lambda C correspondiente para cada rango de rugosidades obtenidas según norma, ISO 21920-3 [27].

| Rango de Ra | Lc | Longitud del perfil |
|--|--------------------|---------------------|
| 0 μm – 0.02 μm | 80 μm | 0.4 mm |
| 0.02 μm – 0.1 μm | 250 μm | 1.25 mm |
| 0.1 μm – 2 μm | 800 μm | 4 mm |
| 2 μm – 10 μm | 2500 μm | 12.5 mm |
| 10 μm – 80 μm | 8000 μm | 40 mm |

1.6 Análisis estadístico mediante prueba Q de Dixon

La prueba Q de Dixon, es una técnica estadística utilizada para detectar valores atípicos (*outliers*) en un conjunto de datos. Fue desarrollada por W.J. Dixon en 1951 y es ampliamente utilizada para identificar observaciones que se desvían significativamente de la mayoría de los datos. En esta, la hipótesis nula, H_0 , es que en el conjunto de datos no hay valores atípicos y la hipótesis alternativa, H_a , es que hay un valor atípico.

El procedimiento de la prueba Q de Dixon se enfoca en identificar un valor atípico, único en el conjunto de datos. Se parte de un conjunto de datos con n observaciones ordenadas de manera ascendente. El cálculo del valor Q del dato analizado está dado por la Ecuación (1.3) [28]:

$$Q = \frac{|\text{dato atípico} - \text{dato más cercano}|}{\text{dato mayor} - \text{dato menor}} \quad (1.3)$$

Luego se debe obtener el valor crítico de Q de la tabla correspondiente (Tabla 1-8). Este depende del nivel requerido de confiabilidad y la cantidad de datos, n . Un menor porcentaje de confiabilidad descartará más datos como errores.

Si el valor calculado de Q es mayor que el valor crítico de Q, se rechaza la observación más alejada. Esto implica que esa observación es estadísticamente diferente del resto del conjunto de datos y se la considera un valor atípico.

Si el valor calculado de Q es menor que el valor crítico, no se rechaza ningún valor, y se concluye que no hay valores atípicos significativos en el conjunto de datos.

Es esencial tener en cuenta que la prueba Q de Dixon es para conjuntos de datos pequeños ($n \leq 10$) y su aplicación descarta un dato a la vez.

Tabla 1-8. Tabla de valores críticos de Q [28].

| n | $Q_{90\%}$ | $Q_{95\%}$ | $Q_{99\%}$ |
|-----|------------|------------|------------|
| 3 | 0.941 | 0.970 | 0.994 |
| 4 | 0.765 | 0.829 | 0.926 |
| 5 | 0.642 | 0.710 | 0.821 |
| 6 | 0.560 | 0.625 | 0.740 |
| 7 | 0.507 | 0.568 | 0.680 |
| 8 | 0.468 | 0.526 | 0.634 |
| 9 | 0.437 | 0.493 | 0.598 |
| 10 | 0.412 | 0.466 | 0.568 |

Si bien la prueba Q de Dixon es una herramienta útil para identificar valores atípicos, es importante recordar que la detección de valores atípicos es solo el primer paso. Es necesario realizar una revisión más detallada para verificar si son errores de medición o si representa información genuina pero inusual en el conjunto de datos. En algunos casos, puede ser apropiado eliminar los valores

atípicos si se ha demostrado que son errores, pero en otros, es importante analizar cómo afecta los resultados y si su inclusión es relevante para el análisis general.

2. Métodos y Materiales

2.1 Diseño CAD, CAM y manufactura de modelos

Como fue mencionado en el numeral 1.1, la característica más representativa del acabado superficial que se quiere analizar es la altura del rizado obtenido por la profundidad de corte radial, a_e . Para que esta característica se pueda garantizar, el diseño de las probetas debió tener en cuenta varias restricciones/requisitos:

- Si se analiza cualquier forma fresada por una fresa de punta esférica y se toma un infinitesimal de área, este será una superficie plana. Por simplificación de parámetros y para facilitar todas las etapas de la experimentación, la superficie de las probetas es un plano; este a su vez debe ser inclinado ya que, de no serlo, la geometría esférica de la punta de la herramienta resulta en velocidad de corte cero en el eje de la herramienta y un diámetro efectivo de corte muy reducido, lo cual a su vez aumenta la frecuencia rotacional de la herramienta. La inclinación de dicho plano inclinado se evalúa en la Tabla 2-1 para los ángulos de 30°, 45° y 60°.

Tabla 2-1. Parámetros de maquinado para definición de probeta.

| | | | | | | | | | | | | | |
|---|-------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|-------|
| Sobrematerial para acabado | 0,25 | | | | | | | | | | | | mm |
| Diámetro herramienta esférica | 3 | 3 | 3 | 5 | 5 | 5 | 6 | 6 | 6 | 8 | 8 | 8 | mm |
| Inclinación de la superficie | 30 | 45 | 60 | 30 | 45 | 60 | 30 | 45 | 60 | 30 | 45 | 60 | ° |
| Diámetro efectivo | 2,7 | 2,9 | 3,0 | 4,1 | 4,7 | 5,0 | 4,8 | 5,6 | 6,0 | 6,2 | 7,3 | 7,9 | mm |
| Altura rizado deseado | 0,005 | | | | | | | | | | | | mm |
| Profundidad de corte radial para rizado deseado, a_e | 0,24 | 0,24 | 0,24 | 0,32 | 0,32 | 0,32 | 0,35 | 0,35 | 0,35 | 0,40 | 0,40 | 0,40 | mm |
| Diámetro probeta | 25 | | | | | | | | | | | | mm |
| Separación cono-pieza | 5 | | | | | | | | | | | | mm |
| Longitud de voladizo de la herramienta 1 | 18 | 23 | 28 | 18 | 24 | 28 | 18 | 24 | 28 | 18 | 24 | 29 | mm |
| | 6,0 | 7,8 | 9,2 | 3,6 | 4,7 | 5,6 | 3,0 | 4,0 | 4,7 | 2,3 | 3,0 | 3,6 | x Ø |
| Frecuencia rotacional máxima sugerida del husillo (80%) | 6400 | | | | | | | | | | | | rpm |
| Velocidad de corte resultante | 54 | 59 | 60 | 83 | 95 | 100 | 97 | 112 | 120 | 124 | 146 | 159 | m/min |
| Velocidad de corte redondeada | 60 | 60 | 70 | 90 | 100 | 110 | 100 | 120 | 120 | 130 | 150 | 160 | m/min |
| Frecuencia rotacional husillo | 7110 | 6495 | 7442 | 6924 | 6739 | 7021 | 6595 | 6840 | 6407 | 6717 | 6566 | 6457 | rpm |

2 ✓ ✓

3

- Para reducir vibraciones, la longitud en voladizo de la herramienta se debe mantener lo más pequeña posible. Como regla general se acostumbra que el voladizo sea menor o igual a cuatro veces el diámetro de la herramienta. De una manera más precisa, el fabricante de la herramienta de corte proporciona rangos en los que se debe reducir la velocidad de corte y el avance en función del voladizo de la herramienta (Figura 2-1). Para mayor estabilidad en la experimentación, se procuró que el voladizo no superara tres veces el diámetro de la herramienta.

Ball nose



| | | | |
|-------------------|-----------|-----------|------|
| Tool length/reach | up to 3xD | Vc and fz | 100% |
| Tool length/reach | 3-5xD | Vc and fz | 80% |
| Tool length/reach | > 5-10xD | Vc and fz | 60% |

Figura 2-1. Reducción de la velocidad de corte y el avance en función del voladizo de la herramienta [29].

- La frecuencia rotacional de la herramienta está limitada por las capacidades de la máquina herramienta y aun cuando en el mercado se ha venido incrementando la oferta de husillos capaces de altas frecuencias rotacionales (desde 12.000 hasta 60.000 rpm -Haas VF1 o Datron MLCube-), las máquinas herramientas del mercado local ofrecen frecuencias rotacionales que en su mayoría no sobrepasan las 8.000 revoluciones por minuto, siendo este el caso de la que se tiene disponible en el laboratorio LabFabEx de la Universidad Nacional de Colombia. Por cuidado y prevención, se sugiere que la frecuencia rotacional del husillo se limite aproximadamente al 80% del máximo listado en los parámetros de la máquina.
- Para procurar un acabado lo más uniforme posible, se sugiere que la velocidad de corte esté dentro del rango sugerido por el fabricante de la herramienta (600-900 m/min) [29] [30]. Sin embargo, debido a la limitante de la frecuencia rotacional del husillo, se recomienda que sea igual o superior a 150 m/min, equivalente al maquinado de aceros. Esto impide utilizar herramientas cuyo diámetro efectivo sea muy pequeño.

En la Tabla 2-1 se evalúa la posibilidad de que la herramienta a emplear sea de 3, 5, 6 u 8 mm de diámetro. Se muestra como al aumentar la inclinación de la probeta aumenta el diámetro efectivo de la herramienta y disminuye la frecuencia rotacional de la herramienta. Si se limita el voladizo a

valores cercanos a tres veces el diámetro de la herramienta (paso 1 mostrado en Tabla 2-1) y la velocidad de corte a más de 150 m/min (paso 2 mostrado en Tabla 2-1), resultan dos configuraciones que cumplen con los requerimientos; entre estos, la decisión se decanta por el de menor voladizo (paso 3 mostrado en Tabla 2-1). Los parámetros escogidos se muestran a continuación:

- Diámetro herramienta esférica: 8 mm
- Inclinación de la superficie, respecto a la horizontal: 45°
- Altura del rizado deseado: 0,005 mm
- Profundidad de corte radial para rizado deseado, a_e : 0,400 mm
- Longitud de voladizo de la herramienta: 24,0 mm = 3,0 x Diámetro
- Velocidad de corte redondeada: 150 m/min
- Frecuencia rotacional husillo resultante: 6566 rpm

2.1.1 Montaje SMED para maquinado de probetas

El acabado de las probetas debe ser medido una vez realizado el maquinado, luego se les debe realizar el pulido electrolítico y el acabado obtenido se debe medir nuevamente. Pensando en estas cuatro etapas que tiene cada probeta y para facilitar cada una se propusieron dos tipos de sujeción para realizar el maquinado:

- Barra sujeta en prensa autocentrante de tres mordazas y superficie inclinada maquinada en sesgo a los grados determinados en la Tabla 2-1 (Figura 2-2). El beneficio de esta sujeción es que no requiere la realización de ningún montaje especial para el maquinado, sin embargo, requiere la realización de un montaje especial para la metrología y dificulta la sujeción durante el electropulido. Material necesario por probeta: barra de 42 mm de alto por 25 mm de diámetro.
- Disco sujeción en mordazas maquinadas a los grados determinados en la Tabla 2-1 (Figura 2-3). El beneficio de esta sujeción es que facilita los procesos de maquinado, metrología y

electropulido, además de ahorrar material; sin embargo, requiere la realización de las mordazas. Material necesario por probeta: disco de 7 mm de alto por 25 mm de diámetro.

En los cuatro procesos (maquinado, medición, electropulido y segunda medición) es necesario posicionar y sujetar el material o probeta de manera repetible, confiable y ágil. Para ello es beneficioso aprovechar las ventajas de la metodología de producción SMED (*single-minute exchange of die*). El principio fundamental de ésta es reducir los tiempos muertos reduciendo al mínimo los tiempos de intercambio de herramental, prensas, moldes y/o material [31]. En esta técnica se monitorean y clasifican los tiempos empleados durante el intercambio del herramental/material con la máquina detenida, así como los tiempos de ajustes y preparación mientras que la máquina está trabajando.

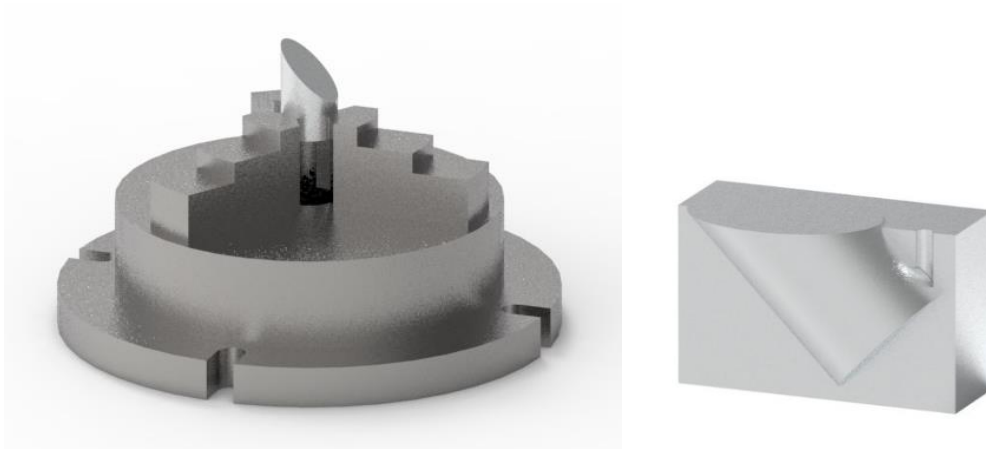


Figura 2-2. Barra sujeta en prensa autocentrante (izquierda) y montaje especial para la metrología y electropulido (derecha – vista en corte).

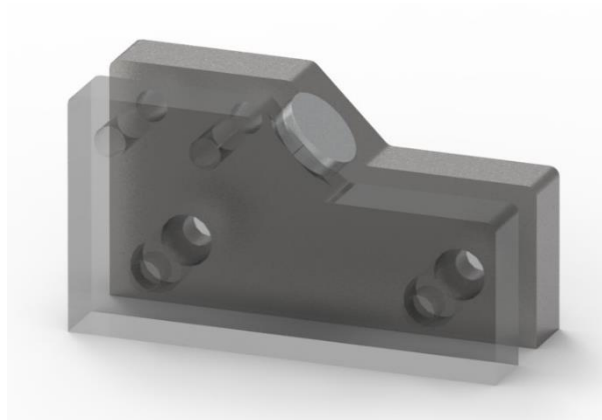


Figura 2-3. Disco sujeta en mordazas maquinadas (vista transparente de una de ellas).

En los procesos de metrología y electropulido se requiere facilidad en la sujeción y, de ser posible, caras planas y paralelas entre sí; en el proceso de maquinado se requiere remover la menor cantidad de material y que la sujeción sea rápida, confiable y repetible. Es por esto que la opción escogida para realizar las probetas fue la de sujeción por mordazas maquinadas dado que presenta ventajas no solo durante el maquinado sino en los tres procesos, aun cuando el montaje en la prensa autocentrante maneja elementos de un sistema SMED al facilitar el reglaje repetitivo y en consecuencia eliminar el levantamiento de cero de pieza.

La geometría básica de las mordazas fue obtenida mediante el corte de platinas acero de bajo carbono de $\frac{3}{4}$ " de espesor con oxiacetileno. Luego se perforaron y abocardaron los agujeros de los tornillos de sujeción y otros dos para mantener la alineación entre montajes de una mordaza respecto a la otra. Sujetadas en la inclinación establecida en la Tabla 2-1, se realizó el maquinado de la geometría diseñada para sujetar las probetas (Figura 2-4).



Figura 2-4. Maquinado de mordazas a medida para sujeción de probetas.

El intercambio repetible, confiable y ágil de pieza maquinada a material se logra al mantener inalterado el cero de pieza, es decir, el punto de referencia coordinado en los ejes X, Y y Z no cambia de una probeta a otra. En las mordazas maquinadas se logró mediante la producción de una geometría realizada en la mordaza fija de la prensa, que proporciona una referencia en los tres ejes (reglaje), y una geometría en la mordaza móvil que proporciona la fuerza de sujeción (fijación) y asiste con la referencia. La mordaza fija posee un plano perpendicular al eje de la probeta y dos planos perpendiculares al primero y en ángulo entre sí. Estos tres planos describen un sistema 3x2x2: un plano y dos líneas de contacto (3 puntos describen un plano, 2 puntos describen una línea). La mordaza móvil posee un plano perpendicular al eje de la probeta que asiste con la

referencia, y un plano perpendicular que ejerce la fuerza de sujeción en una línea de contacto con la probeta (Figura 2-5).

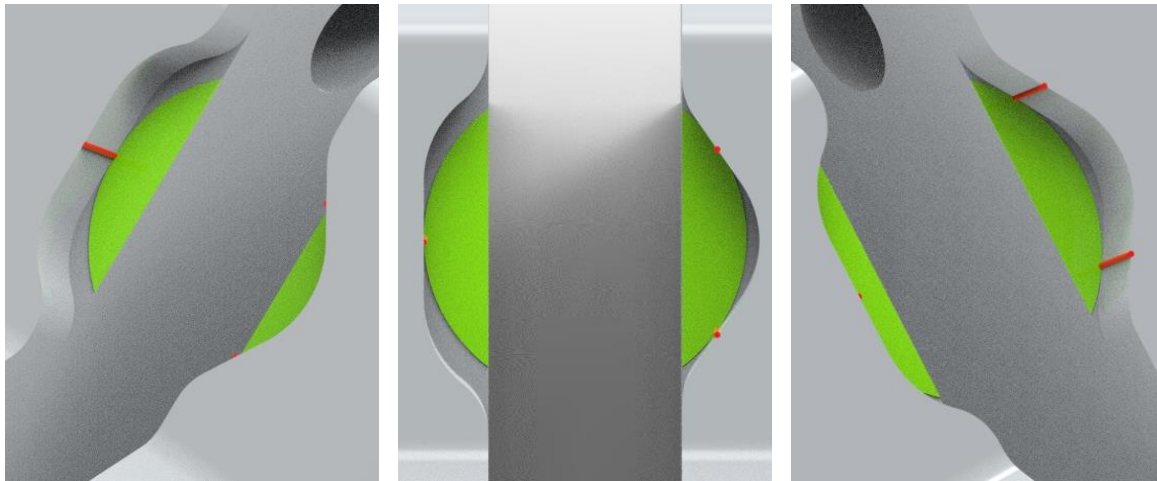


Figura 2-5. Mordaza fija (derecha), móvil (izquierda) y vista perpendicular de ambas (centro), donde se pueden ver las líneas (rojas) y el área del plano (verde) de contacto con la probeta.

2.1.2 Estrategias de maquinado

Las estrategias de maquinado que generan el rizado de manera más clara y consistente son las que generan pasadas de la herramienta paralelas entre sí. Este es el caso de la estrategia *raster*, del programa CNC, Mastercam. En esta se puede configurar el ángulo del trazado paralelo respecto al eje X y la profundidad de corte radial, a_e . De la Tabla 1-3 se puede extraer que la rugosidad promedio, R_a , que se suele encontrar en los moldes después del maquinado es de $3.20 \mu\text{m}$. Por aproximación, se toma una altura de rizado de $5 \mu\text{m}$. Luego de tomar la herramienta escogida con la ayuda de la Tabla 2-1, se determina que la profundidad de corte radial, a_e , es aproximadamente 0.4 mm. El sentido de corte se realiza en concordancia y el sentido del barrido, hacia arriba (*up milling* – Figura 2-6), con la intención de maximizar el diámetro efectivo. En la Figura 2-7 se muestran esquemáticamente el paso radial y el diámetro efectivo para obtener el rizado deseado con la herramienta determinada.

Para partir de una superficie lo más uniforme posible, se realiza una operación de semiacabado, previa al acabado, con una fresa de punta esférica de 10 mm de diámetro y empleando una profundidad de corte radial, a_e , de 0.3 mm, con la intención de obtener las menores perturbaciones para el acabado; esto resulta en un rizado teórico de $2.5 \mu\text{m}$ de alto.

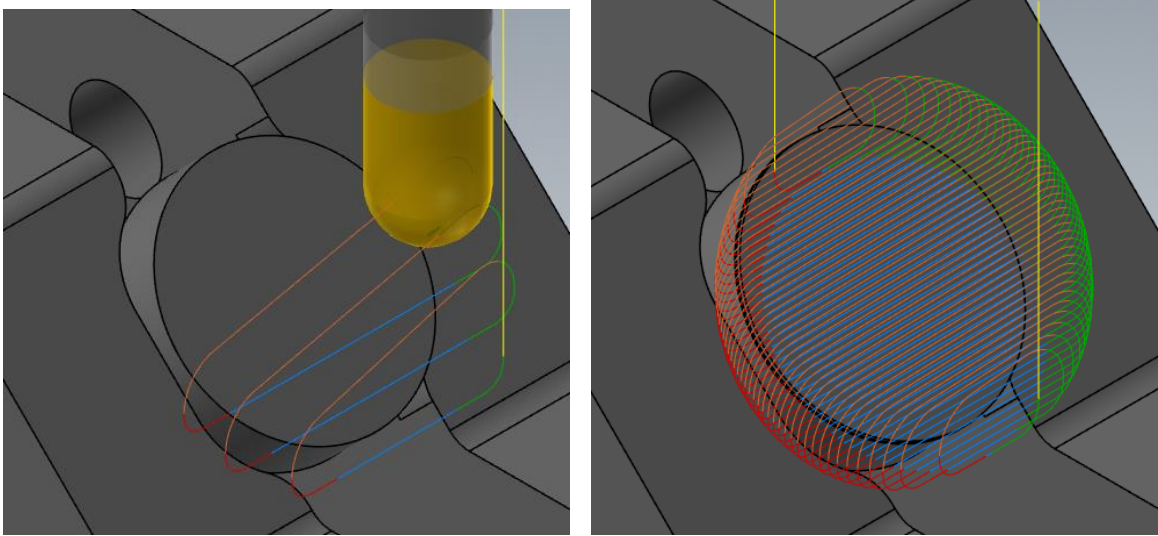


Figura 2-6. Ejemplo del movimiento (izquierda) de estrategia *raster* y estrategia actual de acabado (derecha) en probeta inclinada a 45°.

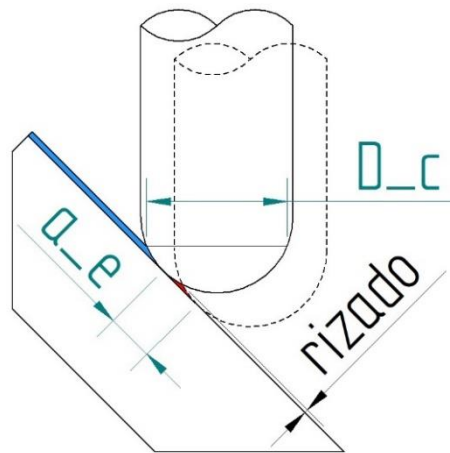


Figura 2-7. Esquema del paso radial y el diámetro efectivo para una altura de rizado deseada.

2.1.3 Proceso de maquinado

El material para las probetas fue cortado con un sobrematerial de un milímetro, es decir, cilindros de 25 milímetros de diámetro por 8 milímetros de alto (Figura 2-8). Se le realizó el semiacabado y acabado programado a todas las probetas (Figura 2-9). Uno de los factores de diseño de las mordazas maquinadas fue la facilidad de cambio rápido de material (SMED). El cambio de probeta maquinada a material nuevo tomó 40 segundos, desde apertura de la puerta del centro de maquinado hasta el cierre de la misma. Fueron maquinadas un total de 40 probetas. La herramienta

empleada para realizar el acabado fue una fresa de punta esférica, de 8mm de diámetro, dos filos, en carburo de tungsteno, marca Gühring y modelo 5533 [30].



Figura 2-8. Preparación de material para probetas.

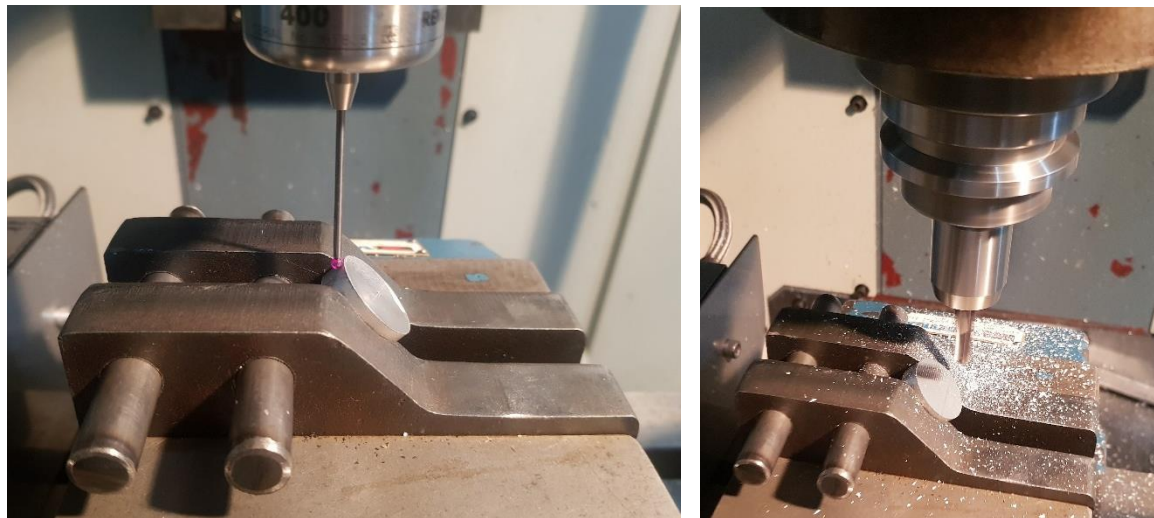


Figura 2-9. Reglaje y maquinado de probetas.

2.2 Experimentación con electropulido

La experimentación con el electropulido se debe realizar de manera previa a la generación del acabado para conocer los parámetros involucrados y su debido manejo. En esta se determina principalmente la curva de voltaje vs densidad de corriente (V vs A/cm^2) para establecer el rango de estos parámetros en los que se hará el pulido (zona de pulido). Así mismo, se comprueba que los valores o rangos en los que deben estar los factores a mantener constantes faciliten la experimentación y, por ende, la obtención de resultados concluyentes.

2.2.1 Composición del material a electropulir

La composición de la pieza a electropulir se estudió en primera instancia debido a que de esta dependen todos los parámetros del electropulido. Aun cuando el material se adquirió como aleación de aluminio 7075-T651, para mayor seguridad se realizó un análisis mediante espectrometría de metales, empleando el equipo Baird DV4 del Laboratorio de Metalografía de la Universidad Nacional de Colombia. Los resultados se muestran en la Tabla 2-2. La composición esperada, usos y tratamientos de esta aleación se mencionó en el numeral 1.4, Tabla 1-5.

Tabla 2-2. Composición del material de las probetas [porcentaje de masa]

| Elemento | Toma 1 | Toma 2 | Toma 3 | Promedio | Desviación estándar |
|----------|--------|--------|--------|----------|---------------------|
| Al | 87,587 | 87,370 | 87,546 | 87,501 | 0,1150 |
| Zn | 7,519 | 7,597 | 7,508 | 7,541 | 0,0485 |
| Mg | 2,863 | 2,941 | 2,882 | 2,895 | 0,0407 |
| Cu | 1,315 | 1,359 | 1,332 | 1,335 | 0,0218 |
| Cr | 0,273 | 0,276 | 0,278 | 0,276 | 0,0027 |
| Fe | 0,189 | 0,194 | 0,193 | 0,192 | 0,0028 |
| Si | 0,095 | 0,098 | 0,097 | 0,097 | 0,0011 |
| Mn | 0,066 | 0,067 | 0,067 | 0,067 | 0,0007 |
| Ti | 0,056 | 0,057 | 0,057 | 0,057 | 0,0003 |
| Pb | 0,011 | 0,012 | 0,012 | 0,012 | 0,0006 |
| V | 0,011 | 0,012 | 0,012 | 0,012 | 0,0003 |
| Sn | 0,006 | 0,007 | 0,007 | 0,007 | 0,0008 |
| Ni | 0,006 | 0,006 | 0,006 | 0,006 | 0,0002 |
| Co | 0,004 | 0,004 | 0,004 | 0,004 | 0,0003 |

2.2.2 Composición del electrolito

Para el electrolito se evaluaron 4 posibilidades acordes al material, obtenidas de bibliografía:

- Ácido perclórico, etanol, butyl cellosolve y agua destilada [16].
- Etanol, butyl cellosolve, agua destilada y tiocianato de sodio [16].
- Ácido fosfórico al 85% [13].
- Ácido fosfórico, ácido sulfúrico, ácido nítrico [12].
- Agua destilada, etanol y ácido fosfórico [12].

Para la selección del electrolito se descartaron las mezclas que tuviera ácido perclórico, ácido sulfúrico o butyl cellosolve para facilitar la experimentación y evitar riesgos de incendio o explosión. Se realizó un acercamiento con el ácido fosfórico sin mezclar, durante el cual se evidenció que la burbuja ubicada en la abertura de la máscara de exposición, no desaparecía por sí sola. El manual del equipo expone que el caudal del electrolito se debe calibrar ubicando un vidrio en remplazo de la probeta, con el fin de poder observar el movimiento del electrolito a través del vidrio. Luego se debe encender la bomba de recirculación y, finalmente, incrementar la frecuencia rotacional de la bomba de recirculación hasta que el electrolito llene el agujero de la máscara y se dejen de apreciar burbujas pasando a través. Al realizar este procedimiento, se intentó eliminar la burbuja persistente en el agujero de la máscara, pero no fue posible, inclusive al elevar la frecuencia rotacional de la bomba de recirculación al máximo. Esta burbuja aislaba la pieza e impedía el electropulido.

Para solucionarlo, fue necesario destapar levemente (de manera apenas perceptible) el agujero de la máscara con el fin de que el electrolito pudiera salir por allí, llevándose consigo el aire atrapado (la burbuja). El resultado fue satisfactorio, por lo que fue posible realizar la curva de voltaje contra densidad de corriente, para este electrolito. En la Figura 2-10 se muestra cómo debería ser el flujo y el contacto del electrolito con la superficie de la probeta, cómo lo altera la inclusión de una burbuja y el cambio que le proporcionó el desplazar la probeta para permitir la salida del electrolito por la máscara. Se registraron los datos para tres ensayos y se calculó el promedio. Los datos y gráfica obtenidos se muestran en la Tabla 2-3 y la Figura 2-11, respectivamente; en esta última se graficó una línea de tendencia polinómica de grado 3 y R cuadrado igual a 0,9931 para los datos promedio. El paso a paso para la realización se expone más adelante, en el numeral 2.2.3.

Ya que se evidenció esta dificultad del montaje, se procuró la selección de otra mezcla de electrolito. La obtenida fue agua destilada, etanol y ácido fosfórico [12]. El agua más etanol reducen la viscosidad del ácido fosfórico, reduciendo la capa viscosa y aumentando así la capacidad de transporte de iones, entre otras mejoras para el proceso. La composición empleada fue 286 ml (20%) de agua destilada, 543 ml (39%) de alcohol isopropílico y 571 ml (41%) de ácido fosfórico (al 85% - Anexo A), para un total de 1400 ml requeridos por la celda. Se reemplazó el etanol por alcohol isopropílico por su menor viscosidad y tensión superficial, resultando en una mayor humectación de la pieza.

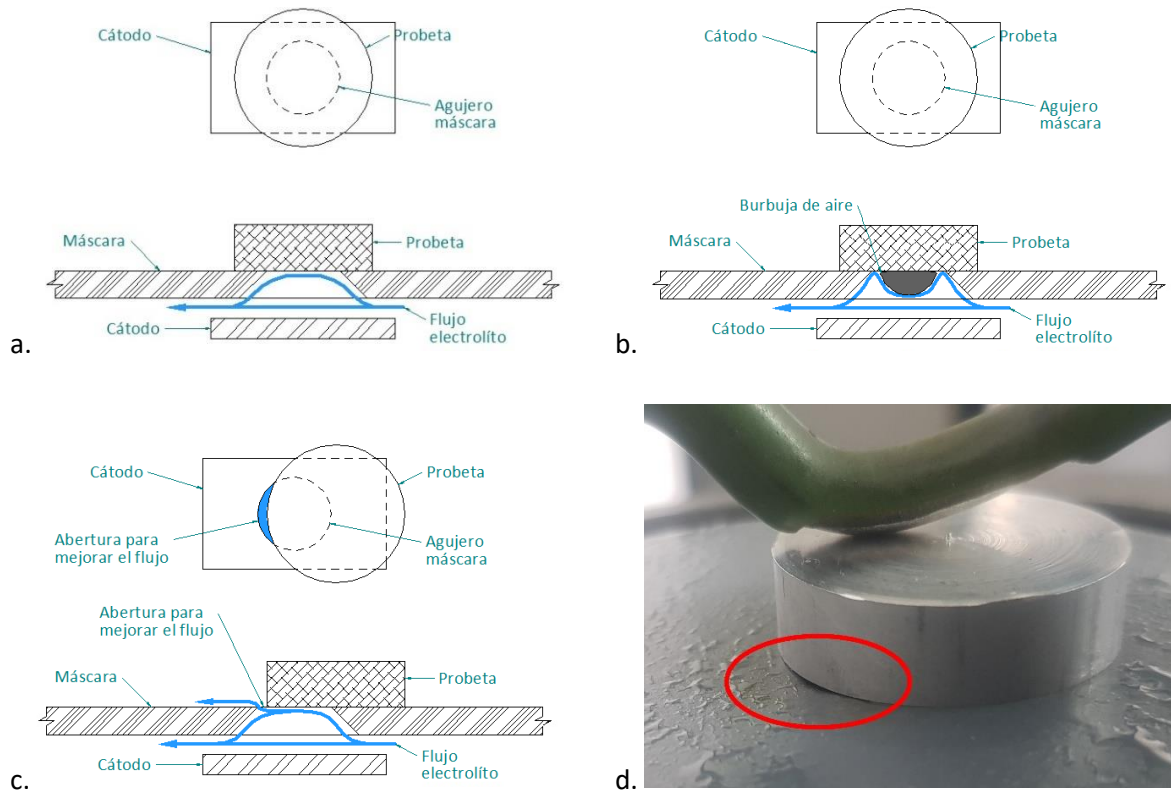


Figura 2-10. (a) Flujo esperado del electrolito y correcto contacto con la superficie. (b) Flujo alterado por una burbuja. (c) Creación de abertura para mejorar el flujo del electrolito. (d) Foto de la abertura implementada.

Tabla 2-3. Valores obtenidos para la curva de voltaje vs densidad de corriente para ácido fosfórico como electrolito.

| Voltaje [V] | Probeta 1 [A/cm ²] | Probeta 2 [A/cm ²] | Probeta 3 [A/cm ²] | Promedio [A/cm ²] | Desviación estándar [A/cm ²] |
|-------------|--------------------------------|--------------------------------|--------------------------------|-------------------------------|--|
| 5 | 0,090 | 0,054 | 0,098 | 0,081 | 0,0234 |
| 10 | 0,120 | 0,100 | 0,140 | 0,120 | 0,0200 |
| 15 | 0,152 | 0,132 | 0,204 | 0,163 | 0,0372 |
| 20 | 0,240 | 0,156 | 0,288 | 0,228 | 0,0668 |
| 25 | 0,320 | 0,240 | 0,396 | 0,319 | 0,0780 |
| 30 | 0,416 | 0,320 | 0,518 | 0,418 | 0,0990 |
| 35 | 0,746 | 0,426 | 0,698 | 0,623 | 0,1726 |
| 40 | 1,062 | 1,282 | 1,440 | 1,261 | 0,1898 |
| 45 | 2,164 | 3,630 | 2,454 | 2,749 | 0,7763 |
| 50 | 2,930 | - | 5,288 | 4,109 | 1,6674 |

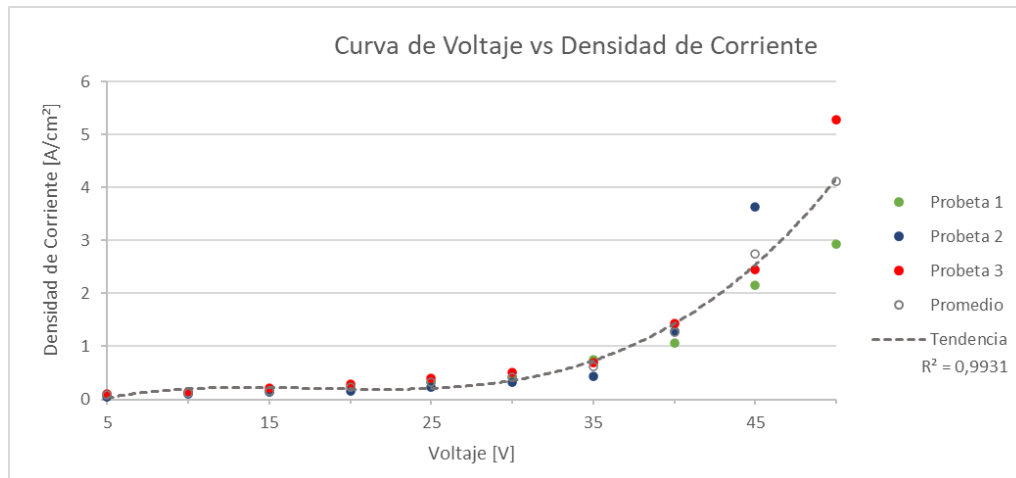


Figura 2-11. Curva de voltaje vs densidad de corriente para ácido fosfórico como electrolito.

2.2.3 Curva voltaje vs densidad de corriente

Para realizar la experimentación se emplea el equipo de electropulido EP-50 830-100 de Leco Corporation, el cual posee una celda de electropulido con control de voltaje, lectura de corriente, control de tiempo de exposición, control del caudal del electrolito, control indirecto de la temperatura del electrolito en la celda mediante flujo de líquido refrigerante alrededor de la celda, y máscaras para exposición controlada del área a electropulir.

El procedimiento empleado para obtener la curva de voltaje vs densidad de corriente eléctrica fue el siguiente:

- Preparación de las probetas: Limpieza con alcohol isopropílico y secado al aire.
- Composición del electrolito: Como se expresó en el numeral 2.2.2, la composición empleada fue 286 ml (20%) de agua destilada, 543 ml (39%) de alcohol isopropílico y 571 ml (41%) de ácido fosfórico (al 85% - Anexo A), para un total de 1400 ml requeridos por la celda.
- Configuración celda: Se emplea un cátodo de acero inoxidable y una máscara de exposición de la probeta con agujero de 0,79 cm de diámetro, equivalente a 0,50 cm² (Figura 2-12 y Figura 2-13).
- Medición de voltaje y corriente eléctrica: Se conecta un multímetro en paralelo para medir voltaje y otro en serie para medir corriente. La Figura 2-14 muestra cómo se realizó dicha conexión. Los multímetros empleados fueron Fluke 175.

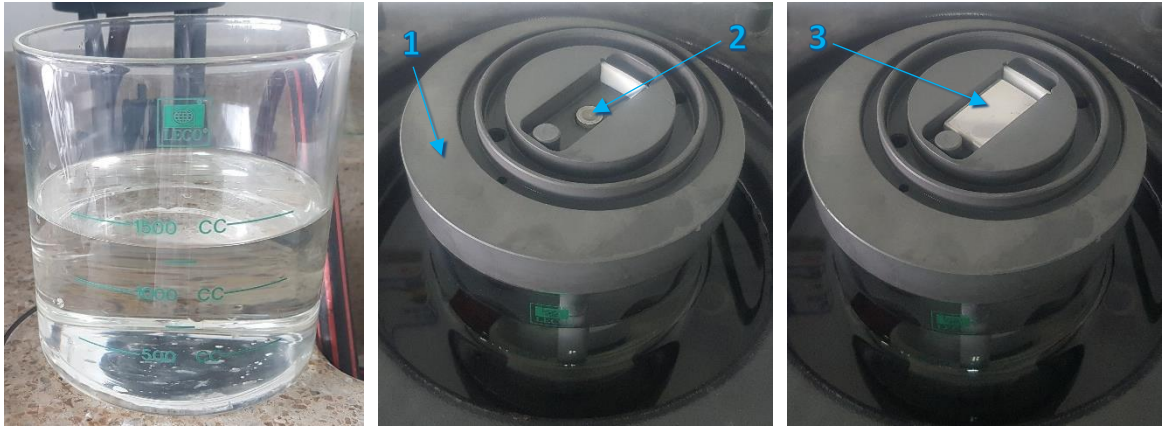


Figura 2-12. Contenedor del electrolito (izquierda), cuerpo de la bomba recirculante (1) antes de poner el cátodo sobre el punto de conexión (2) (centro) y con el cátodo (3) en su sitio (derecha).



Figura 2-13. Montaje de la celda con máscara de exposición de la probeta (1) (izquierda) y probeta (2) ubicada sobre la máscara con conexión (3) sobre la misma (derecha).

- Temperatura electrolito: Para mantener la temperatura de la celda de electropulido, esta se sumergió en agua con una temperatura ambiente, inicialmente ($\approx 18^{\circ}\text{C}$). Durante la experimentación, la temperatura de la cuba de refrigeración osciló entre 18 y 26°C ; los valores fueron tomados mediante termómetro infrarrojo, Extech 42570, $\epsilon=0.83$.

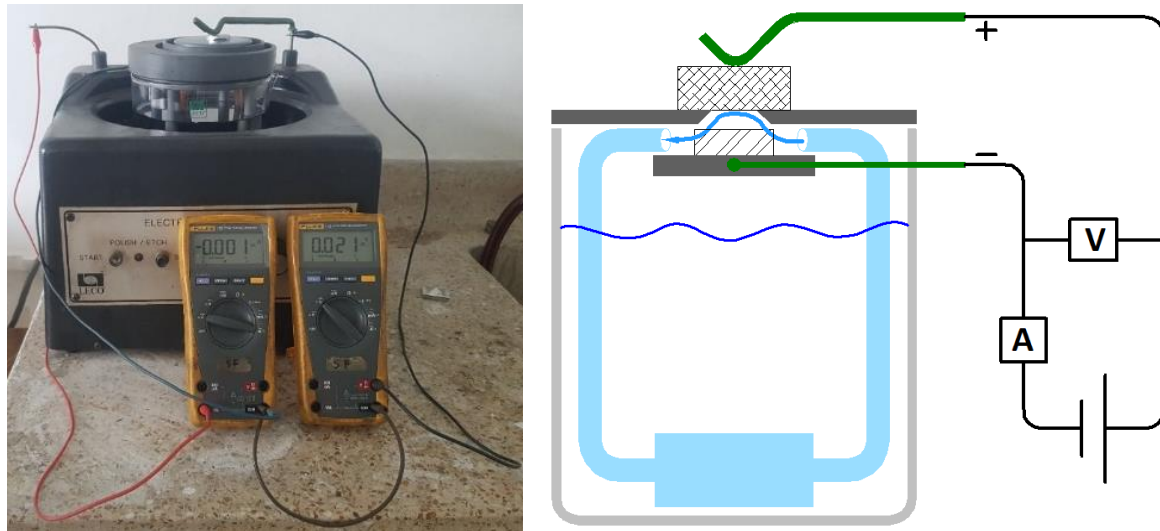


Figura 2-14. Imagen (izquierda) y diagrama esquemático (derecha) de la conexión de la celda y los multímetros.

- Control de temperatura de las probetas: Durante la aplicación de la corriente se registró la temperatura de la probeta antes de realizar cada cambio en el voltaje; los valores fueron tomados mediante termómetro infrarrojo, Extech 42570, $\varepsilon=0.83$.
- Flujo del electrolito: Según la configuración del flujo recomendada por el manual, se debe ubicar un vidrio sobre la máscara (en remplazo de la probeta), encender la bomba de recirculación del electrolito y aumentar su frecuencia rotacional hasta que no se vean más burbujas pasar. Se debe tener cuidado de no elevar demasiado el flujo ya que puede generar prevalencia de remoción de material en alguna región (ondulaciones, depresiones). Como la bomba de recirculación del electrolito se encuentra dentro del vaso de precipitados, esta recibe la rotación de un motor por debajo de la celda mediante magnetismo. Debido a las diferentes viscosidades y densidades que pueden tener los electrolitos empleados, el acople magnético actúa como un embrague, variando así el caudal. Para calcular el caudal al que se trabajó la celda, se adaptó una manguera al retorno de la bomba (Figura 2-15) y se extrajo electrolito por un treinta (30) segundos. La cantidad bombeada en dicho intervalo de tiempo dio un caudal aproximado de 16.94 ml/s o 1.02 l/min.
- Aplicación de la corriente eléctrica: Se aplicó una corriente eléctrica, iniciando en 5 voltios; se aguardó hasta que la corriente se estabilizara y luego se incrementó el voltaje en 5 voltios. Esto se realizó hasta que, sin variar el voltaje, la corriente seguía subiendo sin estabilizarse. En

este momento se detuvo el experimento ya que se evidenció un comportamiento asintótico de la corriente.



Figura 2-15. Posición del control del caudal (1) en consola (izquierda) y adaptación para extracción de electrolito para cálculo de caudal (derecha): entrada de manguera a la celda para conexión al retorno de la bomba (2) y almacenamiento del electrolito extraído (3).

- Para la generación de la gráfica se tomaron registros del voltaje y la corriente cada vez que se evidenció su estabilización o cambios muy leves. La correspondiente densidad de corriente fue calculada a partir de la corriente obtenida, dividida entre el área expuesta por la máscara (0.50 cm^2).

Este procedimiento se realizó tres (3) veces por la cantidad limitada de probetas y este es el mínimo experimental útil: un ensayo no tiene punto comparativo para determinar si la información obtenida es correcta; en dos ensayos no se sabe si los dos son correctos, uno es correcto o los dos son errados; tres ensayos es el mínimo para validar si hay alta dispersión o valores atípicos, y así se pueden analizar posibles errores. Los valores y gráficas obtenidas para la densidad de corriente y temperatura se muestran en la Tabla 2-4, Figura 2-16 y Figura 2-17. En dichas gráficas se trazó una línea de tendencia polinómica de grado 3 y R cuadrado igual a 0,9961 y 0,9843 para los datos promedio de densidad de corriente y temperatura, respectivamente.

Tabla 2-4. Valores obtenidos para la curva de voltaje vs densidad de corriente para ácido fosfórico (41%), agua destilada (20%) y alcohol isopropílico (39%) como electrolito.

| Voltaje [V] | Probeta 1 | | Probeta 2 | | Probeta 3 | | Promedio | | Desviación estándar | |
|-------------|----------------------|------|----------------------|------|----------------------|------|----------------------|------|----------------------|--------|
| | [A/cm ²] | [°C] | [A/cm ²] | [°C] | [A/cm ²] | [°C] | [A/cm ²] | [°C] | [A/cm ²] | [°C] |
| 5 | 0,040 | 25,5 | 0,048 | 25,5 | 0,064 | 29,9 | 0,051 | 27,0 | 0,0122 | 2,5403 |
| 10 | 0,084 | 28,3 | 0,088 | 26,5 | 0,158 | 28,9 | 0,110 | 27,9 | 0,0416 | 1,2490 |
| 15 | 0,120 | 28,1 | 0,120 | 26,4 | 0,192 | 30,2 | 0,144 | 28,2 | 0,0416 | 1,9035 |
| 20 | 0,166 | 30,6 | 0,200 | 30,5 | 0,268 | 33,3 | 0,211 | 31,5 | 0,0519 | 1,5885 |
| 25 | 0,320 | 32,5 | 0,316 | 33,7 | 0,406 | 40,2 | 0,347 | 35,5 | 0,0508 | 4,1429 |
| 30 | 0,720 | 48,5 | 0,646 | 46,4 | 0,594 | 46,8 | 0,653 | 47,2 | 0,0633 | 1,1150 |
| 35 | 1,340 | 65,1 | 1,150 | 65,2 | 1,030 | 60,6 | 1,173 | 63,6 | 0,1563 | 2,6274 |
| 40 | 1,650 | 68,3 | 2,544 | 80,9 | 1,446 | 75,9 | 1,880 | 75,0 | 0,5840 | 6,3446 |
| 45 | 1,884 | 68,0 | 3,040 | 84,4 | 4,026 | 82,7 | 2,983 | 78,4 | 1,0721 | 9,0179 |
| 50 | 3,964 | 75,0 | 3,420 | 84,4 | 4,110 | 86,9 | 3,831 | 82,1 | 0,3636 | 6,2746 |

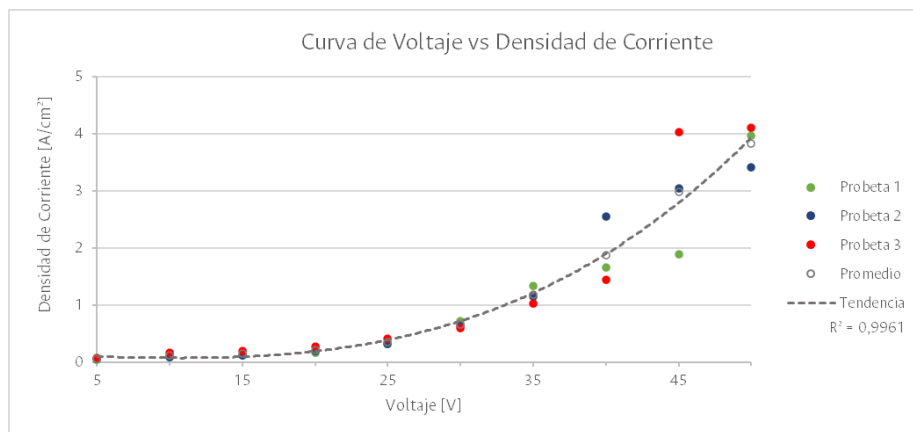


Figura 2-16. Curva de voltaje vs densidad de corriente para ácido fosfórico, agua destilada y alcohol isopropílico como electrolito.

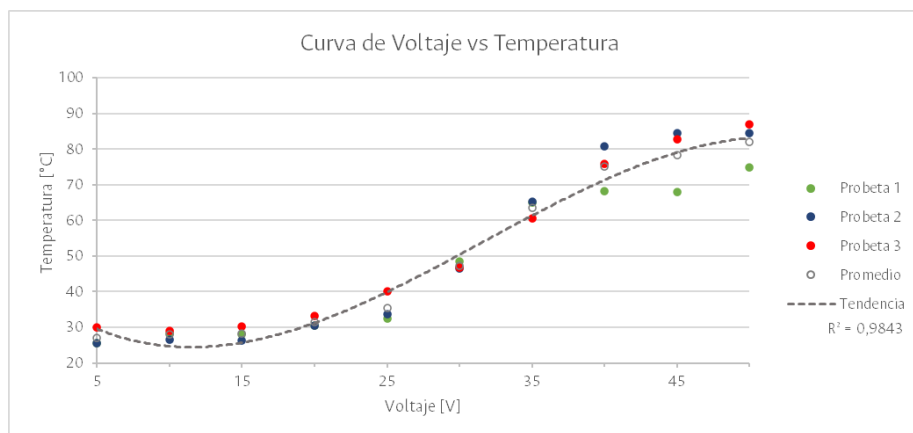


Figura 2-17. Curva de voltaje vs temperatura en la probeta para ácido fosfórico, agua destilada y alcohol isopropílico como electrolito.

2.2.4 Factores del electropulido

Recordando los factores de los cuales depende el electropulido expuestos en el numeral 1.3 (temperatura, concentración y composición del electrolito, tiempo de electropulido, rugosidad inicial de la superficie y rotación del electrodo o agitación), el manejo dado a cada uno según el diseño experimental (constantes y variables) fue como se menciona a continuación.

- **Factores constantes:**

La rugosidad inicial: para el electropulido es la obtenida del maquinado, de la cual, la altura teórica del rizado es $\approx 5 \mu\text{m}$, y la rugosidad superficial media medida es $S_a \approx 1,86 \mu\text{m}$.

Mezcla para el electrolito: se empleó agua destilada, alcohol isopropílico y ácido fosfórico, como se estableció durante la realización de las curvas de voltaje vs densidad de corriente.

La agitación del electrolito: está dada por el caudal del mismo, que a su vez está dado por la frecuencia rotacional de la bomba que proporciona su recirculación. Esta se mantuvo como se configuró durante la realización de las curvas de voltaje vs densidad de corriente ($\approx 1.02 \text{ l/min}$).

- **Factores variables (experimentales):**

Se toman dos parámetros (factores experimentales), tres (3) variantes de cada uno (niveles) y de cada una de estas se realizaron tres (3) probetas (replicación), es decir, una estructura factorial de tratamientos simétrica de la forma $s^k = 3^2$; la cantidad resultante de probetas maquinadas es de veintisiete (27) unidades. Se realizaron tres (3) réplicas de cada combinación de factores por la cantidad limitada de probetas que se tenía, así como la necesaria reducción de los altos costos de medición del acabado; igualmente, este es el mínimo experimental útil: un ensayo no tiene punto comparativo para determinar si la información obtenida es correcta; en dos ensayos no se sabe si los dos son correctos, uno es correcto o los dos son errados; tres ensayos es el mínimo para validar si hay alta dispersión o valores atípicos, y así se pueden analizar posibles errores. Estas son las mismas razones para hacer tres niveles de cada factor experimental, sumado con el hecho de que tres pueden describir una tendencia (valle, pico o pendiente ascendente o descendente). Los dos parámetros (factores experimentales) son los siguientes:

Tiempo de pulido electrolítico: se realizaron pruebas previas a 5, 10, 15 y 20 minutos con 30V en probetas de sacrificio. En estas pruebas se evidenció que con 5 minutos de exposición la probeta

no tenía cambio alguno. Así mismo, después de los 20 minutos tampoco había cambio significativo respecto a lo ya obtenido a los 20 minutos. Por estas razones se tomaron los niveles 10, 15 y 20 minutos para la experimentación.

Voltaje: este se debe mantener en la región central de la curva de voltaje vs densidad de corriente para poder obtener el pulido electrolítico y evitar la evolución gaseosa. Dicho intervalo coincide con el recomendado por la ASM, de 25 a 30 voltios [12]. Se realizaron dos pruebas en probetas de sacrificio: una a 20 y otra a 35 voltios, con exposición por 15 minutos. En la primera no se encontró gran cambio, sin embargo, en la segunda se percibió un ataque desmedido. Con el fin de intentar obtener un valle mediante los tres niveles, se decidió hacer el electropulido a 25, 30 y 35 voltios.

▪ **Factores inherentes al montaje:**

La temperatura: se deben mantener electrolito y la probeta entre 10 y 30°C para evitar la desaparición de la zona de electropulido [14]. Entre más cercana al límite superior, menor será la viscosidad, mayor la capacidad de carga y transporte iónica, menor será la capa viscosa y por ende mayor será la remoción de material. La temperatura se puede controlar relativamente en el electrolito mas no en la probeta ya que, en el montaje empleado, no es posible su refrigeración; en el circuito eléctrico, la probeta es una resistencia y, por ende, se calienta.

2.2.5 Generación del electropulido

El procedimiento para realizar el electropulido fue el siguiente:

- Limpieza de las probetas con alcohol isopropílico. Secado al aire.
- Configuración celda: Se emplea un cátodo de acero inoxidable y una máscara de exposición de la probeta con agujero de 0,79 cm de diámetro, equivalente a 0,50 cm².
- La composición y concentración empleada fue la misma de la construcción de la curva voltaje vs densidad de corriente: 286 ml de agua destilada, 543 ml de etanol y 571 ml de ácido fosfórico (al 85%), para un total de 1400 ml requeridos por la celda.
- Medición de voltaje y corriente eléctrica: Se conecta un multímetro en paralelo para medir voltaje y otro en serie para medir corriente. Durante la experimentación se controló el voltaje

para mantenerlo en el rango de ± 0.50 voltios del valor objetivo. Los multímetros empleados fueron Fluke 175.

- **Temperatura electrolito:** Para mantener la temperatura de la celda de electropulido, esta se sumergió en agua con una temperatura ambiente, inicialmente ($\approx 18^\circ\text{C}$). Durante la experimentación, la temperatura de la cuba de refrigeración osciló entre 22 y 26°C , y la de la celda de electropulido, entre $22,8$ y $34,6^\circ\text{C}$; los valores fueron tomados mediante termómetro infrarrojo, Extech 42570, $\epsilon=0.83$. Se registró la temperatura final de la celda de electropulido para cada probeta y luego se promediaron los valores de las tres réplicas de cada combinación de factores experimentales (variantes del experimento).
- **Control de temperatura de las probetas:** Durante la aplicación de la corriente se registraron mediciones de la temperatura de la probeta cada 2 minutos. Se registraron valores entre $21,3$ y $77,7^\circ\text{C}$; los valores fueron tomados mediante termómetro infrarrojo, Extech 42570, $\epsilon=0.83$.
- **Flujo del electrolito:** Se mantuvo la configuración realizada durante la generación de la curva de voltaje vs densidad de corriente (≈ 1.02 l/min).
- **Corriente eléctrica y tiempo de electropulido:** el voltaje y el tiempo de electropulido se aplicaron en tres variaciones (niveles) cada uno y se realizó una combinatoria de ambos parámetros, es decir, se realizaron 9 grupos. Para reducir el error experimental y las fuentes de variación extrañas [32] producidas por el desgaste de la herramienta empleada para realizar el maquinado, así como aleatorizar la anisotropía inherente del material, las probetas se distribuyeron de manera aleatoria entre los grupos, es decir, del orden de producción del maquinado se ordenaron aleatoriamente para cada factor experimental. Así mismo, se realizó el pulido de una probeta por cada grupo a la vez. Los grupos y sus correspondientes probetas se muestran en la Tabla 2-5.

Tabla 2-5. Grupos de voltaje y tiempo de exposición de las probetas electropulidas.

| | | Tiempo [min] | | |
|-------------|----|------------------------------|------------------------------|------------------------------|
| | | 10 | 15 | 20 |
| Voltaje [V] | 25 | Grupo 1 21, 30, 22 | Grupo 2 29, 36, 19 | Grupo 3 1, 31, 8 |
| | 30 | Grupo 4 13, 14, 2 | Grupo 5 5, 26, 4 | Grupo 6 33, 10, 32 |
| | 35 | Grupo 7 9, 7, 3 | Grupo 8 25, 16, 20 | Grupo 9 17, 12, 24 |

- Enjuague posterior al pulido electrolítico: Enjuague progresivo en tres piscinas de agua destilada, diez segundos en cada una. Posteriormente un enjuague con aspersor de alcohol isopropílico. Finalmente se deja secar al aire.

2.3 Medición del acabado

En un principio se estimó realizar la medición de la rugosidad de las probetas mediante el rugosímetro de palpador, Tesa Rugosurf 10G, disponible en el Laboratorio LabFabEx. Sin embargo, este rugosímetro, al ser de contacto posee un palpador que deja marcas al realizar la medición. Ya que se requería realizar varias mediciones en la misma área, antes y después del electropulido, las marcas que se hubieran generado en la primera medición alterarían la segunda, por lo que se procuró emplear un método de análisis sin contacto. Se hizo un acercamiento al microscopio confocal Carl Zeiss LSM700 del Laboratorio de Tratamientos Térmicos de la Universidad Nacional de Colombia. Desafortunadamente, el ancho de la ventana de observación del lente que proporcionaba resultados de acuerdo a norma es muy similar a la medida del paso del fresado realizado en las probetas; esto resultaba en que los resultados solo tendrían en cuenta dos picos y un valle, en el mejor de los casos. Por esta razón se descartó su utilización.

Finalmente, la rugosidad de las superficies de las probetas obtenidas del maquinado y del acabado por electropulido fueron medidas de manera óptica mediante el microscopio de variación focal, Alicona InfiniteFocus G5, del Laboratorio de Metrología Dimensional de Precisión de la Universidad Nacional de Colombia, con los siguientes parámetros:

- Parámetros a medir: rugosidad de superficie.
- Lente de aumento de 20X.
- Lambda C (Lc)= 800 y 2500 μm según norma, ISO 21920-3, Tabla 1-7. Este factor separa la forma y ondulación de la rugosidad de una superficie.
- La dimensión de cada ventana de observación con dicho lente de aumento es de 0,811 mm x 0,811 mm. Este microscopio posee la capacidad de unir varias ventanas de observación adyacentes en un arreglo matricial (en el eje X y el eje Y) para generar una imagen de mucho mayor tamaño. Con el fin de evitar los contornos del área electropulida donde el flujo del electrolito es más turbulento y reducir el tiempo de medición, se redujo a 9 ventanas (3x3),

aun cuando la máxima cantidad de ventanas unidas que podrían estar circunscritas dentro del área electropulida (círculo de 7,9 mm de diámetro) puede ser mayor a este valor (Figura 2-18).

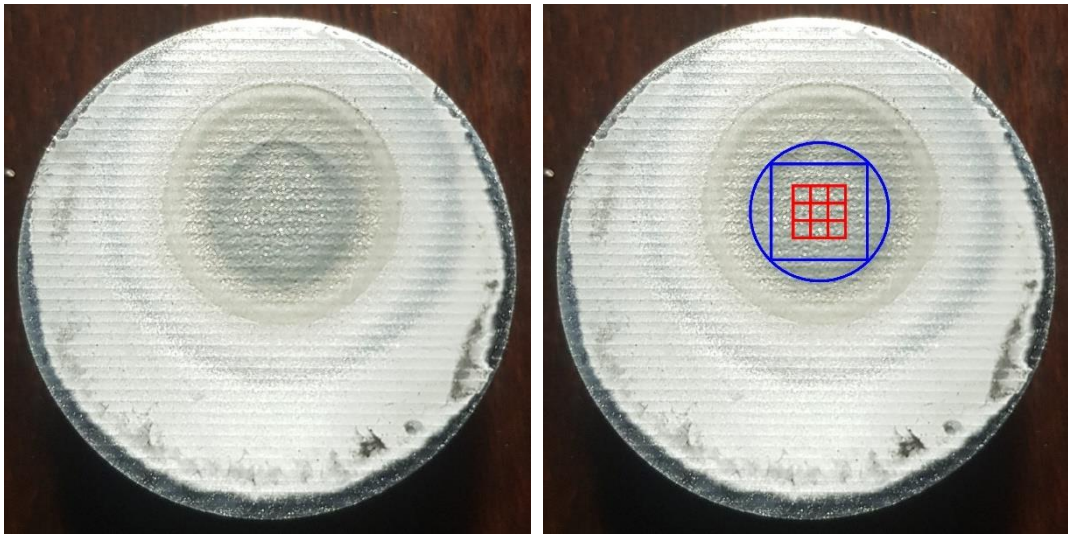


Figura 2-18. Probeta con área pulida (izquierda), y su contorno, cuadrado circunscrito en este y matriz de ventanas, esquematizados (derecha).

La medición de la rugosidad superficial mediante el microscopio de variación focal arroja los parámetros S_a , S_q , S_p , S_v , S_z , S_{10z} , S_{sk} , S_{ku} , S_{dq} , S_{dr} y $FLTt$. Debe entenderse que estos parámetros describen estadísticamente los picos y valles de cada réplica y no corresponden a la estadística general del experimento; esta se analiza en el capítulo 4. De estos parámetros, los más relevantes para este estudio son:

- La rugosidad media aritmética, S_a , porque da el valor comparativo por excelencia y es el más representativo.
- La rugosidad media cuadrática, S_q , que, aunque su uso es menos destacado que el de la rugosidad media aritmética, es más sensible a los cambios y tiene un valor matemático superior.
- La asimetría, S_{sk} , representa la asimetría que tiene la gráfica respecto a la media: $S_{sk} < 0$ es una asimetría cargada por encima de la media, $S_{sk} = 0$ es una distribución simétrica y $S_{sk} > 0$ es una distribución asimétrica cargada por debajo de la media.

- La curtosis, S_{ku} , que evalúa cómo están distribuidos las alturas dentro del área de estudio: Si $S_{ku} < 3$, la rugosidad esta descrita por una distribución aplanada sobre la media, si $S_{ku} = 3$, la rugosidad esta descrita por una distribución normal, y si $S_{ku} > 3$, la rugosidad esta descrita por una distribución puntiaguda.

Los valores de S_p , S_v , S_z y S_{10z} corresponden a datos extremos casi atípicos y que no representan el área en general de las probetas. Finalmente, los parámetros S_{dr} , S_{dq} y $FLTt$ corresponden a valores que describen la forma y cuyas posibles conclusiones están por fuera del alcance de este estudio.

3. Resultados

3.1 Proceso de maquinado

Empleando las mordazas hechas a medida con enfoque SMED se obtuvieron tiempos de intercambio de probeta-material durante el maquinado de alrededor de 40 segundos, de probeta maquinada a material listo para maquinar. La mayor reducción de tiempo provino del levantamiento de cero de pieza: Empleando el montaje con enfoque SMED se hizo el levantamiento del cero de pieza una única vez para la primera pieza y con un consumo de tiempo de alrededor de 6 minutos; sin este montaje, dicho levantamiento habría sido necesario en cada cambio de pieza. Así mismo, por las dificultades de un montaje no SMED (p.ej. empleando bloques en V, escuadras a 45°, etc.), el reglaje y fijación también habrían aumentado los tiempos de cambio de pieza, variando estos según la experiencia del operario. Así mismo, es posible que un montaje cuyo reglaje y fijación no sea consistente, repercuta en misma forma en el acabado.

Además de la reducción en tiempos muertos durante el maquinado, luego de realizar la medición de la rugosidad de las probetas se comprobó que el acabado obtenido fue repetible y, por ende, confiable para las etapas posteriores de la experimentación; evidencia de esto es la baja desviación estándar de los parámetros de rugosidad superficial S_a y S_q , 0,136 y 0,148 respectivamente, para las 27 probetas maquinadas, antes de ser electropulidas (Tabla 3-1). Un ejemplo de probeta maquinada se puede ver en la Figura 3-1.

Tabla 3-1. Parámetros de rugosidad de las probetas antes de ser electropulidas.

| Parámetro rugosidad | Promedio | Desviación estándar |
|-------------------------|----------|---------------------|
| S_a [μm] | 1,86 | 0,136 |
| S_q [μm] | 2,29 | 0,148 |
| S_{sk} | 0,67 | 0,097 |
| S_{ku} | 2,87 | 0,179 |

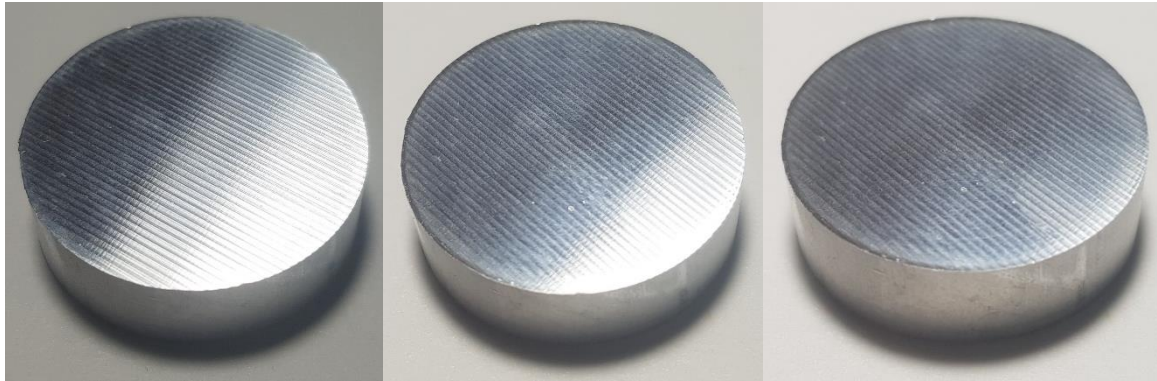


Figura 3-1. Probeta en estado maquinado, $S_a=1.82 \mu\text{m}$.

3.2 Rugosidad

Como se expresó en el capítulo anterior, la rugosidad fue medida antes y después de aplicar el electropulido. Esto divide en dos el tratamiento estadístico de las probetas: antes del electropulido todas las probetas corresponden a una muestra; después, cada uno de los nueve grupos experimentales es una muestra independiente.

Las mediciones comparativas (antes y después del electropulido) obtenidas de las probetas fueron analizadas mediante la prueba Q de Dixon para eliminar los datos atípicos de cada grupo de factores, con un porcentaje de confianza del 95%. Para una cantidad de replicas, $n = 3$, el valor crítico de $Q_{95\%}$ es 0.970. De 27 probetas, una medición antes y otra después del electropulido y 11 parámetros obtenidos por medición, se obtuvieron 594 datos; de estos, 9 fueron descartados como atípicos por la prueba Q de Dixon, uno de ellos correspondiente a la réplica 1, grupo 2 (25V - 15min).

Los resultados de los promedios de las réplicas sin datos atípicos y para los parámetros escogidos se pueden observar en la Tabla 3-2 y las gráficas de la Figura 3-2 y Figura 3-3; los demás parámetros de la rugosidad arrojados por el equipo Alicona se encuentran consignados en las tablas y gráficas del Anexo B. En la Figura 3-4 se muestra en imágenes del microscopio de variación focal el antes y después del proceso de electropulido en una probeta del grupo 4, expuesta a 30 voltios durante 10 minutos, para ejemplificar el cambio en la superficie. Así mismo, en la Figura 3-5 se muestra una probeta del grupo 5, expuesta a 30 voltios durante 15 minutos, con un cambio en la rugosidad de $1.84 \mu\text{m}$ a $1.70 \mu\text{m}$ (-8%), y en la Figura 3-6 se muestra una probeta del grupo 9, expuesta a 35 voltios durante 20 minutos, con un cambio en la rugosidad de $1.84 \mu\text{m}$ a $5.21 \mu\text{m}$ (183%). En el capítulo 4 son analizados los detalles de la morfología encontrada en estas probetas, al igual que

el análisis de variación, ANOVA, para determinar la significancia o no de las diferencias entre grupos experimentales; allí también se muestra la prueba Shapiro-Wilk que se empleó para se comprobar que los datos obtenidos poseen una distribución normal.

Tabla 3-2. Promedio del cambio ($\Delta\%$) obtenido en la rugosidad mediante el electropulido.

| Grupo experimental | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 |
|------------------------------|-----|------|-----|------|-----|-------|-------|-------|-------|
| Voltaje de electropulido [V] | 25 | 25 | 25 | 30 | 30 | 30 | 35 | 35 | 35 |
| Duración electropulido [min] | 10 | 15 | 20 | 10 | 15 | 20 | 10 | 15 | 20 |
| S_a | -2% | 1% | 2% | -9% | -5% | 119% | 96% | 155% | 189% |
| S_q | -2% | 0% | 1% | -10% | -6% | 126% | 98% | 158% | 192% |
| S_{sk} | 20% | -45% | -1% | -10% | -7% | -142% | -109% | -121% | -144% |
| S_{ku} | 1% | 11% | 3% | 0% | -5% | 32% | 12% | -3% | 3% |

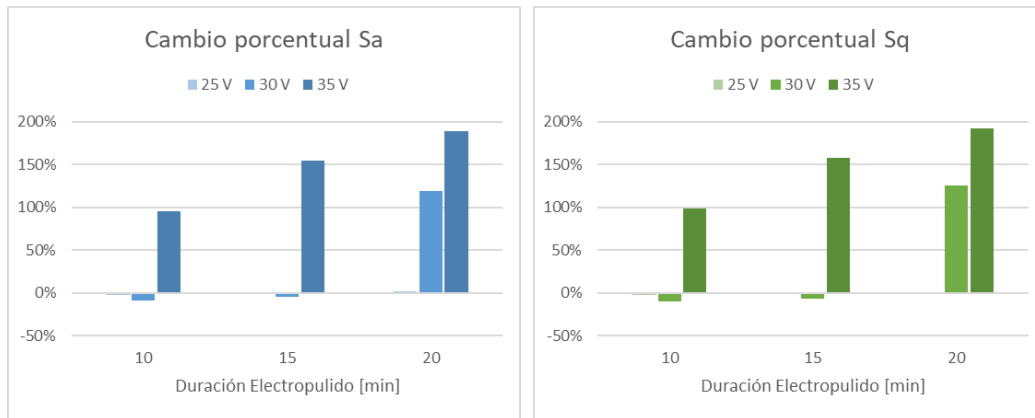


Figura 3-2. Rugosidad media aritmética (izquierda) y rugosidad raíz media cuadrática (derecha) para cada uno de los tres voltajes, agrupados por intervalos de tiempo de exposición.

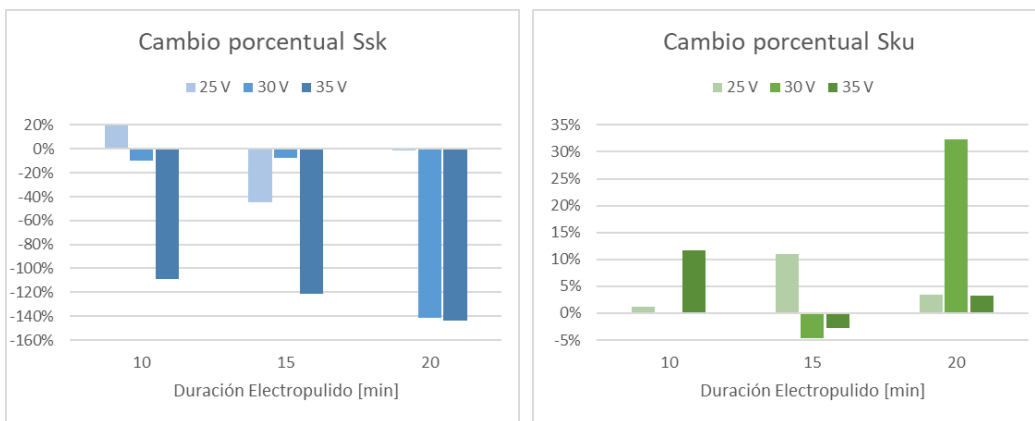


Figura 3-3. Asimetría estadística (izquierda) y curtosis de la distribución de alturas (derecha) para cada uno de los tres voltajes, agrupados por intervalos de tiempo de exposición.

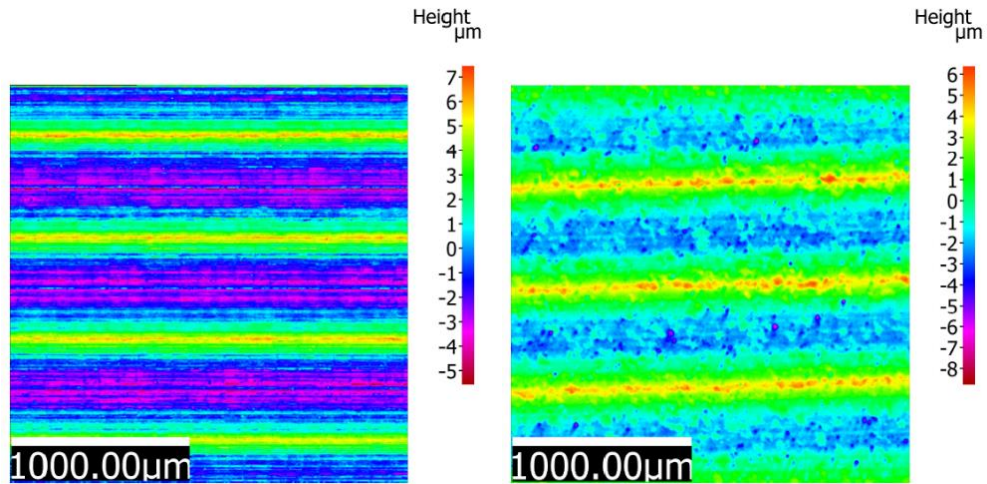


Figura 3-4. Antes y después del proceso de electropulido para una probeta del grupo 4, expuesta a 30V durante 10 minutos.

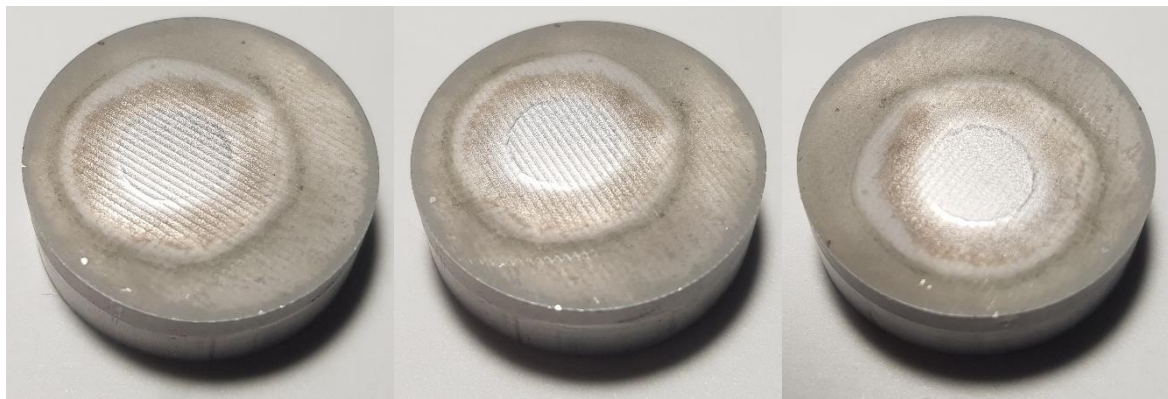


Figura 3-5. Probeta del grupo 5 (30 V – 15 min), de $S_a=1.84 \mu\text{m}$ a $S_a=1.70 \mu\text{m}$, -8%.

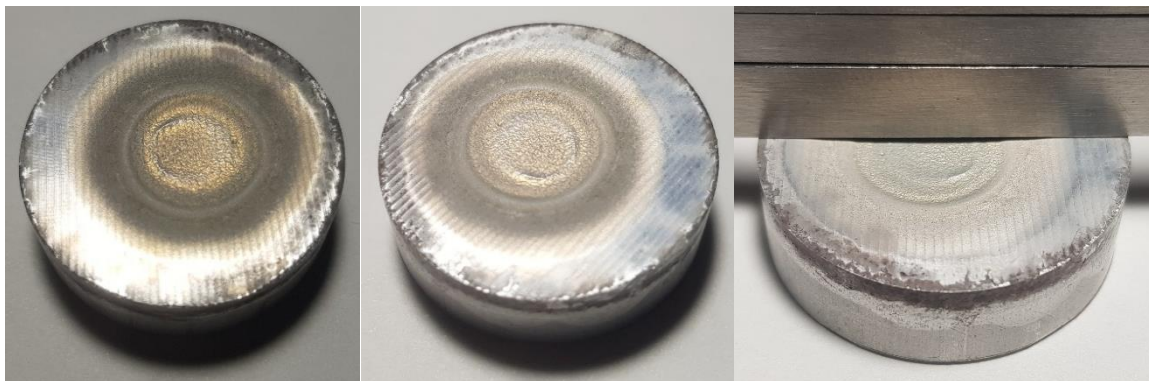


Figura 3-6. Probeta del grupo 9 (35 V – 20 min), de $S_a=1.84 \mu\text{m}$ a $S_a=5.21 \mu\text{m}$, 183%.

3.3 Temperatura y corriente

Durante el proceso de experimentación se realizaron registros de la temperatura final de la celda de electropulido, así como de la corriente final y la temperatura a intervalos de dos minutos para cada una de las probetas sometidas al tratamiento de electropulido. A continuación, se procedió al cálculo del promedio de los valores obtenidos en tres réplicas independientes para cada combinación de factores experimentales. Los valores resultantes se encuentran detallados en el Anexo C, mientras que su representación gráfica se encuentra en la Figura 3-7 y Figura 3-8. En estos gráficos se presenta una comparativa de los valores correspondientes a cada uno de los tres voltajes, agrupados por intervalos de tiempo de exposición. En el capítulo 4 se desarrolla el análisis de variación, ANOVA, el cual se determina la significancia o no de las diferencias entre grupos experimentales.

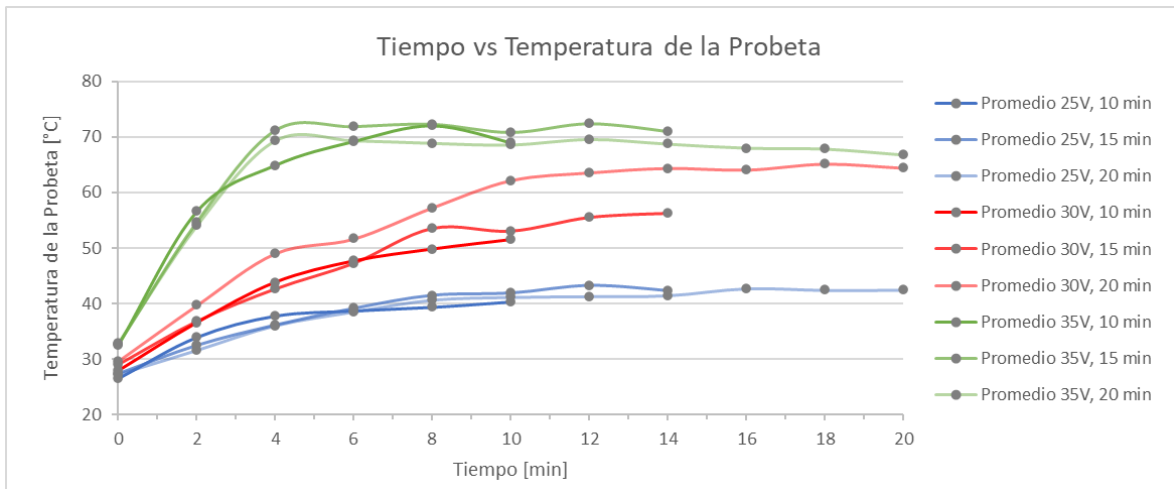


Figura 3-7. Promedios de la temperatura de las probetas, tomadas a intervalos de dos minutos durante el electropulido.

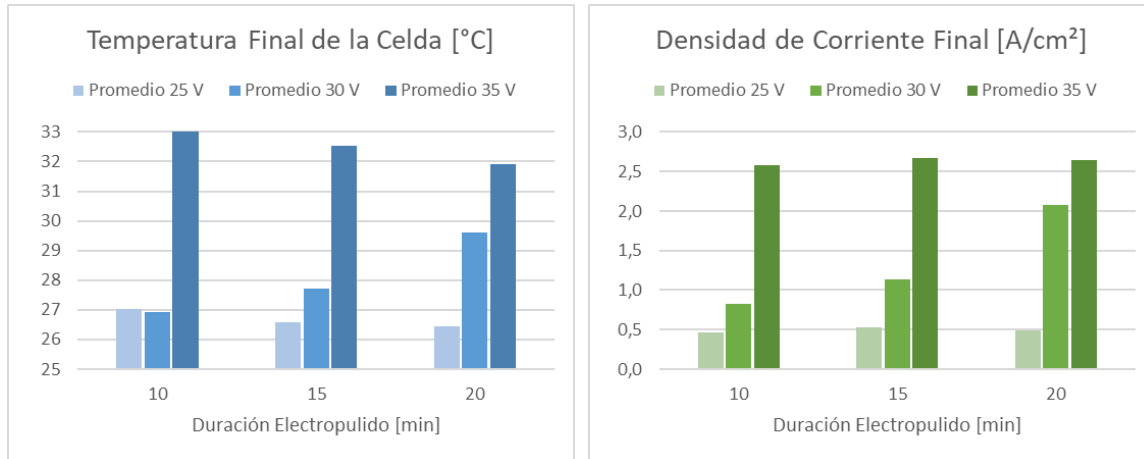


Figura 3-8. Promedios de la temperatura final de la celda de electropulido (izquierda) y densidad de corriente final (derecha) para cada grupo de estudio.

4. Análisis y Discusión

4.1 Diseño y manufactura de probetas

En primera instancia, el diseño de las probetas facilitó las etapas posteriores, siendo el punto crítico la contrastación de los acabados generados. Los datos obtenidos se concentraron plenamente en la rugosidad obtenida y la forma de la probeta no generó interferencia alguna.

El montaje con enfoque SMED cumplió con su propósito: facilitó el maquinado, agilizó el cambio de material, mantuvo la rigidez y proporcionó repetibilidad, logrando obtener valores consistentes, característica primordial para la comparación que dependía de esta. Prueba de esto son los valores de la Tabla 3-1. Así mismo facilitó el montaje en los procesos siguientes, mediciones y electropulido.

4.2 Exploración del electropulido

Una vez obtenidas las probetas, se inició con la exploración del proceso de electropulido. Se realizó la curva de voltaje vs densidad de corriente empleando como electrolito el ácido fosfórico al 85% sin mezclar con nada más. Se evidenció la formación de una burbuja en el agujero de la máscara de exposición y que esta no se disipaba, aun cuando la bomba de recirculación se graduara al máximo. Esta reducía el área de exposición de la pieza casi en su totalidad, resultando en una corriente registrada casi insignificante. El hecho se le atribuyó en su momento a la gran viscosidad del ácido fosfórico. Para lograr obtener datos para la gráfica, se optó por desplazar la probeta para generar un camino minúsculo entre ésta y el agujero de la máscara y así facilitar la evacuación de dicha burbuja, como se mostró en la Figura 2-10. En primera instancia se probó con probetas de sacrificio, inclusive algunas sin tener el acabado del maquinado, con el fin de obtener la evacuación de la burbuja. A pesar de que se logró un flujo a través de la rendija generada y con esto la expulsión de la burbuja, se evidenció remoción de material localizada sobre el filo y el canto de la probeta (Figura 4-1). Por esto, y aun cuando se logró obtener la gráfica de voltaje vs densidad de corriente, se optó por cambiar el electrolito para eliminar esta afectación.

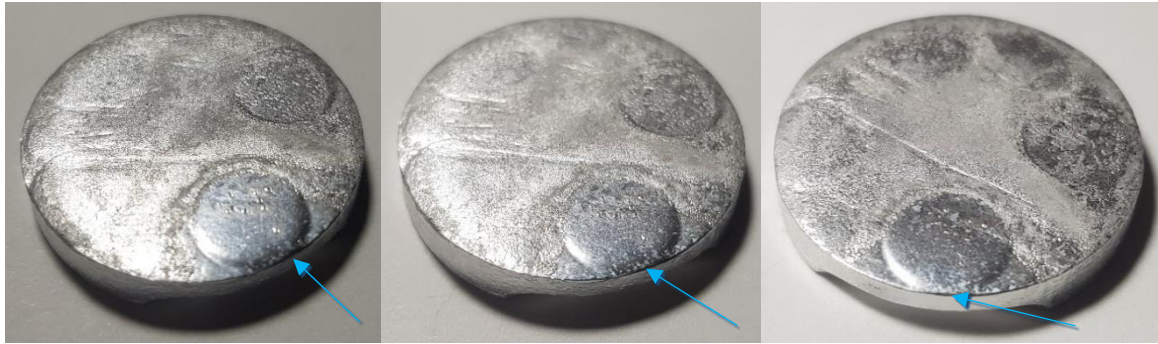


Figura 4-1. Probeta de sacrificio para prueba de rendija contra la máscara.

4.3 Gráficas voltaje vs densidad de corriente

Las gráficas de voltaje contra densidad de corriente obtenidas para el electrolito de ácido fosfórico sin mezclar y mezclado evidenciaron una tendencia a la estabilidad en densidades de corriente bajas hasta un punto donde la corriente subía fácilmente y la dispersión de los valores obtenidos aumentaba. Este comportamiento es diferente al común de las gráficas, donde estas tienen una estabilidad a densidad de corriente elevada, hasta un punto donde se eleva fácilmente. Sin embargo, se encontró que este es el comportamiento típico al tratarse de electrolitos de alta resistencia eléctrica [10].

4.4 Cambio obtenido de la rugosidad media aritmética ($\Delta\%$ de S_a)

La comparación cuantitativa de la rugosidad obtenida mediante electropulido con la obtenida del maquinado indicó un aumento en seis de los nueve grupos experimentales y reducción apenas notoria en los restantes tres. Esta se obtuvo en los grupos de 25V-10min, 30V-10min y 30V-15min, siendo la máxima reducción la de 30V-10min, con un promedio de 9%.

En primera instancia se evaluó si los datos obtenidos tienen un comportamiento estadístico normal. Para esto se graficaron, se realizó una regresión lineal y se calcularon los residuos; las gráficas se muestran en la Figura 4-2. A estos se les aplicó una prueba de normalidad Shapiro-Wilk cuya hipótesis nula (H_0) es que los datos poseen una distribución normal y la hipótesis alternativa es que no, con un porcentaje de confianza del 95%, de significancia del 5% ($\alpha=0.05$) y un tamaño muestral de 27. Para comprobar que la distribución es normal, se debe cumplir que el valor de coeficiente debe ser mayor que el valor crítico; caso contrario se rechaza la hipótesis nula y los

datos no tendrían una distribución normal. Como se puede apreciar en la Tabla 4-1, el valor del coeficiente de Shapiro-Wilk calculado es mayor a su valor crítico ($0.955 > 0.923$), así como el valor de probabilidad ($0.285 > 0.05$). Es por esto que se puede decir que no hay evidencia para rechazar la hipótesis nula y, por ende, la distribución de los valores tiende hacia una distribución normal. Los datos de la regresión y de la prueba de normalidad se encuentran en la Tabla 5-3 del Anexo D.

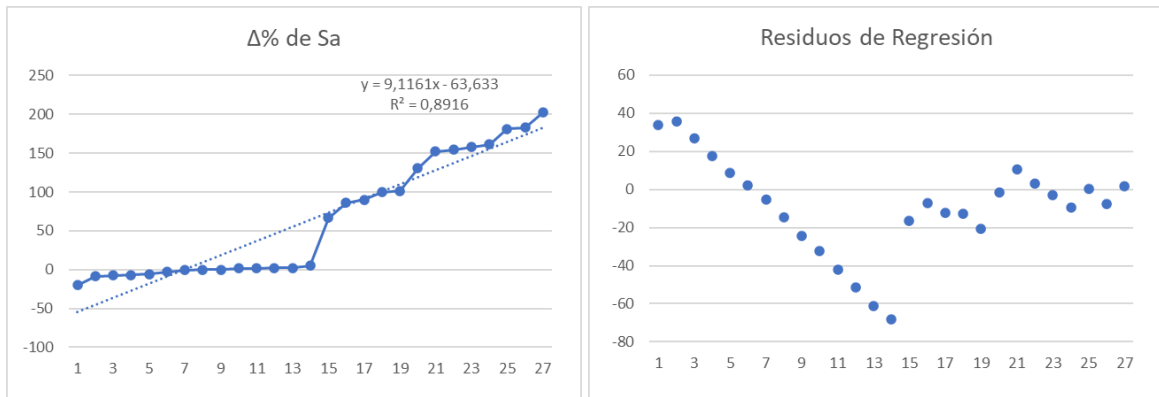


Figura 4-2. Graficas de los datos obtenidos para el cambio porcentual de la rugosidad superficial ($\Delta\%$ de S_a , izquierda) y de los residuos calculados de la línea de tendencia (derecha).

Tabla 4-1. Cálculo de significancia prueba de normalidad Shapiro-Wilk.

| | | | |
|---|--------|--|-------|
| $\bar{x} =$ | -9,2 | $W_{critico} (\alpha=0.05, n=27) =$ | 0,923 |
| $\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 =$ | 17269 | $W = \frac{(\sum_{i=1}^n a_{in} (x_i - x_i inv))^2}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} =$ | 0,955 |
| $\sum_{i=1}^n a_{in} (x_i - x_i inv) =$ | -128,4 | Probabilidad, $p =$ | 0,285 |

Luego entonces, para evaluar la distribución estadística del cambio de la rugosidad media aritmética en los grupos experimentales ($\Delta\%$ de S_a), se realizó un análisis de varianza, ANOVA, de dos factores (voltaje [V] y tiempo [min] de electropulido). En este, la hipótesis nula es que la rugosidad superficial no cambió con el cambio en ninguno de los dos factores. En contraposición, la hipótesis alterna es que algún cambio en los factores generó un cambio en la rugosidad superficial. En la Tabla 5-4 del Anexo E se muestran los datos de entrada para el análisis de varianza y en la Tabla 4-2 se exponen los resultados. Ya que los valores de probabilidad son mucho menores que α ($1,18E-09$, $1,77E-05$, $0,0003 < 0.05$), se debe rechazar la hipótesis nula y, por ende, se

entiende que existen diferencias estadísticas significativas en las rugosidades promedio obtenidas al varía el voltaje y/o el tiempo de electropulido.

Tabla 4-2. Resultados ANOVA de dos factores, para rugosidad superficial media, S_a .

| Origen de las variaciones | Suma de cuadrados | Grados de libertad | Promedio de los cuadrados | F | Probabilidad | Valor crítico para F |
|---------------------------|-------------------|--------------------|---------------------------|------|--------------------------------|----------------------|
| Voltaje | 94746 | 2 | 47373 | 79,3 | 1,18E-09 | 3,6 |
| Tiempo | 25499 | 2 | 12750 | 21,4 | 1,77E-05 | 3,6 |
| Interacción | 21685 | 4 | 5421 | 9,1 | 0,0003 | 2,9 |
| Dentro del grupo | 10749 | 18 | 597 | | ↑ se rechaza la hipótesis nula | |
| Total | 152679 | 26 | | | | |

Aun cuando el rango de los voltajes a los que se obtuvo la reducción corresponde a los recomendados por la ASM [12], se esperaba que la diferencia en la rugosidad hubiera sido mayor, como se menciona en otros estudios (de 153.2 nm a 46.74 nm) [13]. Como se evidenció durante la experimentación con ácido fosfórico al 85%, la burbuja no se podía eliminar mediante la recirculación del electrolito. Aunado a esto, la constante formación de burbujas de hidrógeno en la superficie de la probeta es inherente al proceso de electrolisis. Si estas no se remueven de la superficie, reducen el área expuesta; de ahí la importancia de la agitación. El resultado es que la superficie que sí resulta expuesta, lo hace a densidades de corriente mucho mayores que las calculadas y por ende se ubica en la zona de evolución gaseosa de la gráfica de voltaje vs densidad de corriente (Figura 1-4). Para mitigar esto se requiere que la celda no facilite la acumulación de burbujas y, por el contrario, asista en su disipación.

La superficie obtenida de las probetas se puede evaluar de manera cualitativa. En la Figura 4-3 se muestra una comparativa de tres probetas, de izquierda a derecha, así: en estado maquinado con $S_a=1.82 \mu\text{m}$, del grupo 5 con $S_a=1.70 \mu\text{m}$ y del grupo 9 con $S_a=5.21 \mu\text{m}$. En la imagen de la izquierda se puede evidenciar el acabado consistente obtenido del maquinado e inclusive se pueden observar las deformaciones generadas por cada filo. Al costado derecho de esta se encuentra una de las probetas en las que se pudo obtener reducción en la rugosidad superficial, del 8%. Aunque todavía se pueden apreciar las marcas del maquinado, estas se ven más tenues. En contraste, a la derecha se muestra una de las probetas que mayor incremento tuvo en la rugosidad superficial, del 183%. En esta se puede observar la remoción localizada de material generando ondulaciones y superficie irregular.

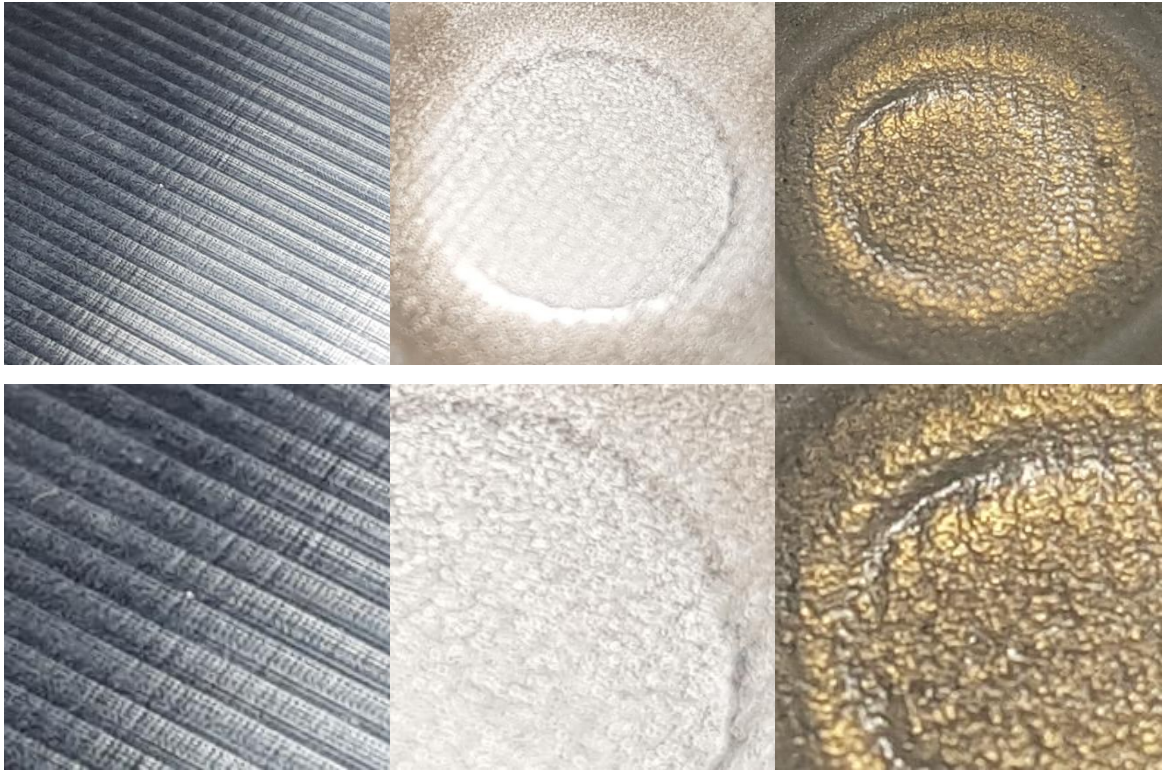


Figura 4-3. Comparación cualitativa de tres probetas: en estado maquinado (izquierda), acabado de $S_a=1.70 \mu\text{m}$ (centro) y $S_a=5.21 \mu\text{m}$ (derecha).

De manera complementaria se puede observar la Figura 4-4 en la que se muestra la misma probeta y sobre la cual se dispuso el cuerpo de un calibrador con el fin de evidenciar la cantidad de remoción de material generada; evidentemente fue considerable y, sin embargo, en la Figura 4-3 aún se pueden percibir los surcos del maquinado. Una posible razón es que la remoción se generó en toda la superficie, valles y picos, a pesar de que los picos poseen mayor potencial y la electrolisis los ataca primero.

A manera de comparación estadística, se tomaron los histogramas estadísticos obtenidos del microscopio Alicona para las probetas mostradas en la Figura 3-5, Figura 3-6 y Figura 4-3. En estos, el eje de las abscisas es el valor del dato encontrado en μm y el eje de las coordenadas es el porcentaje de datos encontrados con ese valor del total de datos tomados. Para los 4 histogramas mostrados, la cantidad de datos tomados es cercana a los 26 millones por ende son comparativos. Se ubicaron a escala en ambos ejes para facilitar la comparación, el antes (arriba) y el después (abajo) de la probeta con reducción del 8% en la Figura 4-5 y de la probeta con aumento del 183% en la Figura 4-6. De la primera se puede deducir que se tomaron datos casi en el mismo rango de

medidas, es decir, se encontraron defectos con los mismos tamaños, sin embargo, la cantidad de defectos profundos o altos se redujeron y dieron paso a defectos más pequeños; en otras palabras, la cantidad de picos y valles grandes se redujeron. Por su parte, en la segunda probeta se generaron defectos en un rango más amplio, tanto picos como valles, y de una manera casi equitativa, un poco más valles que picos, apoyando esto la teoría de que hubo remoción localizada y probablemente en la zona de evolución gaseosa.



Figura 4-4. Vista inclinada de la probeta en la Figura 4-3 (derecha) con un elemento recto sobre ella para fines comparativos.

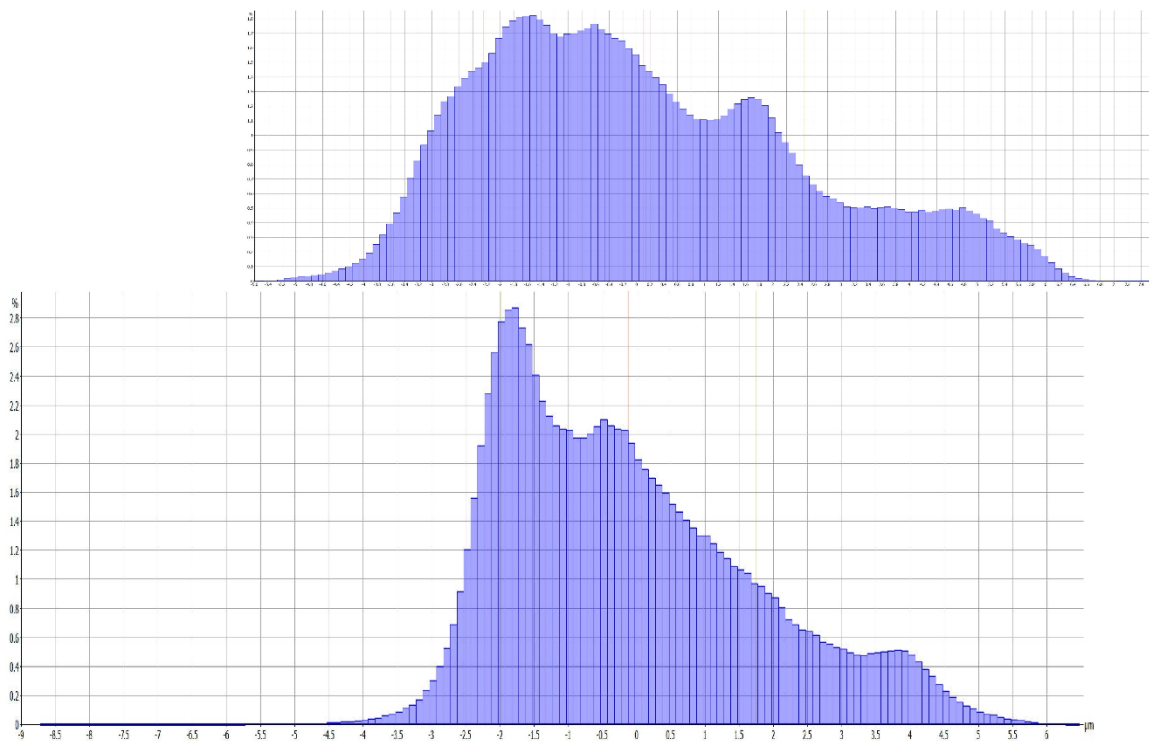


Figura 4-5. Comparativa histogramas antes (arriba) y después (abajo) del electropulido para probeta del grupo 5 (30 V – 15 min), de $S_a=1.84 \mu\text{m}$ a $S_a=1.70 \mu\text{m}$, -8% (Figura 4-3, centro).

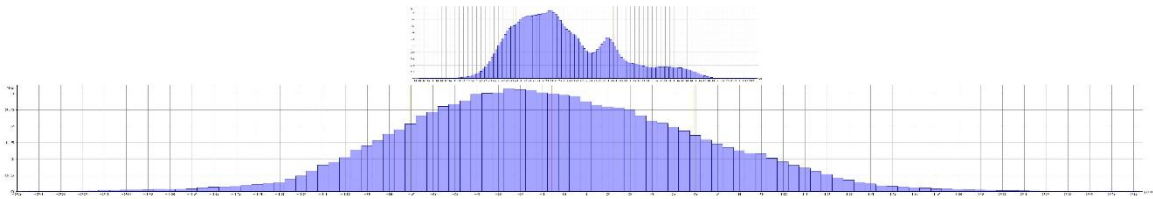


Figura 4-6. Comparativa histogramas antes (arriba) y después (abajo) del electropulido para probeta del grupo 9 (35 V – 20 min), de $S_a=1.84 \mu\text{m}$ a $S_a=5.21 \mu\text{m}$, 183% (Figura 4-3, derecha).

4.5 Temperatura del electrolito al final de cada procedimiento de electropulido.

Por otra parte, se encontró un incremento de temperatura en la probeta mayor al recomendado por la literatura [13]. Este reduce la capa viscosa, reduce la viscosidad, facilita el transporte de iones y aumenta la tasa de remoción. Durante la experimentación previa se encontró que a 5 minutos de exposición no había cambio superficial aparente; sin embargo, al estar en el circuito por periodos mayores, la probeta acumula calor. Debido a la posición de la probeta en la celda, es muy difícil y peligroso bañarla en el electrolito para facilitar la disipación de calor de forma eficiente, y es imposible hacerlo con otro líquido porque se mezclaría con el electrolito. Esto resulta en un montaje que puede facilitar la remoción localizada y la evolución gaseosa. Es de notar que, aunque la temperatura del electrolito se elevó más de lo aconsejado [13] [14], no fue demasiado, y esto puede atribuírsele a la gran cantidad de electrolito que requiere la celda y que esta se encuentra sumergida en un recipiente de agua.

Como se mencionó en el numeral 2.2.5, la temperatura del electrolito varió entre 22,8 y 34,6°C. Si el electrolito eleva mucho su temperatura, reduce su viscosidad, reduce el espesor de la capa viscosa y como resultado, aumenta demasiado la capacidad de remoción. Prueba de ello fue un experimento que se realizó durante la fase exploratoria de las variables: al iniciar la experimentación el electrolito se encuentra a temperatura ambiente y esta es inferior en horas de la mañana. Se probaron variables que el día anterior habían dado resultados prometedores pero esta vez no funcionaron. Luego de evaluar parámetros, se midió la temperatura del electrolito y esta era $\approx 18^\circ\text{C}$. Para elevarla se ubicó una probeta de sacrificio y se inició el procedimiento a 40

voltios por 10 minutos. Al detener el equipo, la temperatura del electrolito había incrementado hasta $\approx 22^{\circ}\text{C}$ y la probeta había sufrido un fuerte ataque. En la Figura 4-7 se puede apreciar la remoción localizada y las ondulaciones creadas, inclusive fuera de la zona de exposición, en la zona protegida por la máscara. Como lo menciona el Handbook de la ASM, los pulidos químicos y electroquímicos sufren de ser propensos a producir ondulaciones sobre las piezas [12]. Es posible interpretar que el electrolito en contacto con la probeta, en la capa viscosa, está a una temperatura más elevada que el resto, solo por el hecho que la probeta se calienta vigorosamente durante el electropulido (Figura 3-7). De ahí que sea tan importante la refrigeración de la probeta y el mantenimiento de la temperatura del electrolito.



Figura 4-7. Probeta de sacrificio sobreexpuesta.

Para evaluar la distribución estadística de la temperatura del electrolito al final de cada procedimiento de electropulido, se realizó un análisis de varianza, ANOVA, de dos factores (voltaje [V] y tiempo [min] de electropulido). En este, la hipótesis nula es que la temperatura final del electrolito en cada prueba no varía en función del voltaje o duración del electropulido. En contraposición, la hipótesis alterna es que la temperatura final del electrolito varió significativamente con el cambio de voltaje y/o tiempo de exposición. En la Tabla 5-5 del Anexo E se muestran los datos de entrada para el análisis de varianza y en la Tabla 4-3 se exponen los resultados. Ya que el valor de probabilidad para la variación del voltaje es menor que α ($0.0003 \leq 0.05$), se debe rechazar la hipótesis nula. De esta manera se puede concluir que las diferencias en la temperatura final del electrolito son estadísticamente significativas al menos en una de las variaciones (niveles) del factor experimental, voltaje.

Tabla 4-3. Resultados ANOVA de dos factores para la temperatura final del electrolito.

| Origen de las variaciones | Suma de cuadrados | Grados de libertad | Promedio de los cuadrados | F | Probabilidad | Valor crítico para F |
|---------------------------|-------------------|--------------------|---------------------------|------|--------------|----------------------|
| Voltaje | 166,0 | 2 | 83,0 | 12,8 | 0,0003 | 3,6 |
| Tiempo | 0,7 | 2 | 0,3 | 0,1 | 0,95 | 3,6 |
| Interacción | 13,2 | 4 | 3,3 | 0,5 | 0,73 | 2,9 |
| Dentro del grupo | 116,5 | 18 | 6,5 | | | |
| Total | 296,4 | 26 | | | | |

↑ se rechaza la hipótesis nula

4.6 Densidad de corriente al final de cada procedimiento de electropulido

Para evaluar la distribución estadística del cambio de la densidad de corriente al final de cada procedimiento de electropulido, se realizó un análisis de varianza, ANOVA, de dos factores (voltaje [V] y tiempo [min] de electropulido). En este, la hipótesis nula es que la densidad de corriente final para cada prueba no varía en función del voltaje o duración del electropulido. En contraposición, la hipótesis alterna es que la densidad de corriente final para cada prueba varió significativamente con el cambio de voltaje y/o tiempo de exposición. En la Tabla 5-6 del Anexo E se muestran los datos de entrada para el análisis de varianza y en la Tabla 4-4 se exponen los resultados. Ya que los valores de probabilidad son mucho menores que α ($1,73E-11$, $0,011$, $0,006 < 0,05$), se debe rechazar la hipótesis nula y, por ende, se entiende que existen diferencias estadísticas significativas en la densidad de corriente final obtenida al variar el voltaje y/o el tiempo de electropulido.

Tabla 4-4. Resultados ANOVA de dos factores para la densidad de corriente final.

| Origen de las variaciones | Suma de cuadrados | Grados de libertad | Promedio de los cuadrados | F | Probabilidad | Valor crítico para F |
|---------------------------|-------------------|--------------------|---------------------------|---------|--------------|----------------------|
| Voltaje | 20,813 | 2 | 10,406 | 132,243 | 1,73E-11 | 3,555 |
| Tiempo | 0,929 | 2 | 0,465 | 5,904 | 0,011 | 3,555 |
| Interacción | 1,632 | 4 | 0,408 | 5,184 | 0,006 | 2,928 |
| Dentro del grupo | 1,416 | 18 | 0,079 | | | |
| Total | 24,790 | 26 | | | | |

↑ se rechaza la hipótesis nula

4.7 Otros parámetros

La distribución de la asimetría, S_{sk} , es otra manera en la que es posible evidenciar la remoción localizada de material o evolución gaseosa. En siete de los nueve grupos experimentales bajó, es decir, la rugosidad estuvo distribuida hacia los picos. Sin embargo, en los tres donde la rugosidad

bajó, la asimetría fue la que menos se cargó hacia los picos. Con estos dos datos en conjunto se puede decir de los grupos 1, 4 y 5 que la altura de los picos y valles disminuyó y que la cantidad de valles disminuyó en mayor medida que la de picos (S_{sk}).

Por su parte, los valores del cambio en la curtosis de los grupos 4 y 5 (-0.21 y -4.58 respectivamente) muestran una tendencia a una distribución más aplanada, más regular, apoyando así la reducción de la rugosidad superficial

Es de anotar que el voltaje no se mantenía estable durante la aplicación del electropulido; se requería su constante nivelación a medida que la corriente subía. Luego de un tiempo, (6-10 minutos) se llegaba a un punto de estabilización. Esto se repitió a través de todas las probetas. Dicha variación estuvo acompañada por la variación en la temperatura, mostrada en las gráficas de la Figura 3-7.

5. Conclusiones y Recomendaciones

- **Maquinado y probeta:** Al emplear un enfoque SMED se obtuvo un diseño de montaje de maquinado y probeta que proporcionaron un proceso de maquinado práctico, ágil y de alta repetibilidad, mediante el cual se produjeron probetas con acabado consistente entre ellas. Igualmente, el diseño de la probeta facilitó los montajes de metrología y electropulido.
- **Agitación y burbujas:** El control de la agitación del electrolito es tan importante como la misma aplicación de la corriente. De la forma de interactuar del flujo de electrolito con la superficie de la probeta depende la formación de la capa viscosa, su calidad, la remoción de material y cómo se distribuye esta remoción (pulido o evolución gaseosa). La celda de electropulido empleada tiene un diseño que atrapa y no facilita la salida del gas liberado por la electrólisis. Se recomienda realizar una modificación que permita posicionar de manera vertical la cara expuesta de la probeta y el flujo de forma vertical ascendente, reduciendo así la posibilidad de atrapar las burbujas generadas. Es primordial que no se tengan cavidades donde la probeta haga las veces de techo para evitar que el gas quede atrapado por su menor densidad respecto al electrolito.
- **Temperatura:** El diseño de la celda dificulta el control de temperatura de la probeta. Se recomienda evaluar la posibilidad de sumergir la probeta en el flujo de electrolito y con esto se podría aprovechar el flujo de electrolito como medio para retirar el calor de la probeta; la desventaja sería que el área expuesta aumentaría y por ende la densidad de corriente disminuiría. Por otra parte, aun cuando el recipiente donde se introduce la celda funciona para controlar la temperatura del electrolito, se le podría sacar más provecho al conectarle una bomba recirculante y un tanque/reservorio que haga las veces de tanque de enfriamiento pasivo (solo empleando el volumen de agua).
- **Reducción de rugosidad obtenida:** Aun con las dificultades impuestas por el montaje de la celda, se logró obtener una combinación de parámetros que redujo la rugosidad superficial:

30 voltios durante 10 minutos. Así mismo, dada la tendencia obtenida hacia los 25 voltios y 15 minutos, se recomienda la realización de pruebas a voltajes y tiempos intermedios (p. ej. 28V-10 min, 28V-12 min, 30V-12min).

- **Control y registro de voltaje y corriente:** Dada la variabilidad constante del voltaje y de la corriente durante el electropulido, se recomienda implementar un control dinámico de ambas variables, ya que estas son esenciales para la obtención de un acabado satisfactorio. Esta mejora se puede complementar con la implementación del registro de ambos parámetros en intervalos de tiempo configurables.
- **Costo de medición:** Se recomienda generar algún método que reduzca el costo de la medición de la rugosidad para estudios posteriores, ya que el correspondiente al del maquinado y electropulido son mucho menores y como todo estudio estadístico, entre más muestras (replicas) y valores intermedios de los factores experimentales se tengan, más robusto es el experimento.
- **Responsabilidad social:** El electrolito se debe poder reutilizar para que sea empleado de manera industrial. Remover los iones disueltos en él es un tema cuya investigación es necesaria.

Luego de manipular y/o monitorear diferentes variables del proceso de electropulido, ver sus efectos y gran influencia que tienen en la alteración (reducción o aumento) de la rugosidad superficial, se entiende el porqué del concepto generalizado de que no se puede tener una “receta” universal para el electropulido, de manera análoga al pulido químico [12]. Este depende en gran medida del montaje: muchas variables dependen de la morfología de la celda de electropulido y la forma de la pieza, y por ende se debe explorar el proceso en cada montaje específico para maximizar los resultados.

Anexos

| | Pág. |
|---|------|
| Anexo A. Composición ácido fosfórico empleado | 63 |
| Anexo B. Parámetros de rugosidad registrados en la medición | 65 |
| Anexo C. Temperaturas y corrientes de la generación del electropulido | 69 |
| Anexo D. Regresión del cambio porcentual de S_a y prueba normalidad Shapiro-Wilk..... | 71 |
| Anexo E. Datos entrada ANOVA | 73 |

Anexo A. Composición ácido fosfórico empleado

| | | | |
|--|--------------------------------|--|----------------------------|
|  Casa Químicos | CERTIFICADO DE ANALISIS | | ACIDO FOSFORICO 85% |
| | | | |

| | | | |
|-----------------------------|--------------|-----------------------------|---------------|
| LOTE | WFPPA22-62-4 | ORIGEN | XIAMEN, CHINA |
| FECHA DE FABRICACION | MAR 06, 2022 | FECHA DE VENCIMIENTO | MAR 05, 2024 |

| NAME OF INDEX | STANDARD | RESULT OF ANALYSIS |
|--------------------------|-----------|--------------------|
| Colour | 20 max | 15 |
| Phosphoric acid (H3PO4)% | 85 min | 85.2 |
| Chloride (cl) mg/kg | 5 max | 2 |
| Sulphate mg/kg | 50 max | 44 |
| Fluoride as F mg/kg | 10 max | 5 |
| Iron as FE mg/kg | 10 max | 3 |
| Lead ppm | 2 max | 2 |
| Mercury | Nil | Nil |
| Cadmium ppm | 3 max | 1 |
| Sulfur dioxide | Nil | Nil |
| Arsenico ppm | 0.5 max | 0.5 |
| Copper ppm | 1 max | 1 |
| P2O5% | 61.5 min | 61.70 |
| Density to 25°C | 1.683 min | 1.684 |

LA INFORMACION CONTENIDA AQUI NO ES CONSIDERADA COMO GARANTIA DEL PRODUCTO. NOSOTROS CERTIFICAMOS QUE ESTA INFORMACION ES UNA FIEL COPIA DEL CERTIFICADO DE ANALISIS DE NUESTRO PROVEEDOR. POR LO TANTO, NO LIBERA AL CLIENTE DE HACER LA VERIFICACION DE SU PEDIDO. LOS DOCUMENTOS ELECTRONICOS NO REQUIEREN FIRMA

Anexo B. Parámetros de rugosidad registrados en la medición

Tabla 5-1. Valores promedio para los parámetros de rugosidad obtenidos del microscopio de variación focal Alicona InfiniteFocus G5, una vez aplicada la prueba Q.

| | Promedio variación con valores descartados - Prueba Q "Dixon" [%] | | | | | | | | |
|----------------|---|-----|-----|-----|-----|------|------|------|------|
| Grupo | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 |
| Voltaje [V] | 25 | 25 | 25 | 30 | 30 | 30 | 35 | 35 | 35 |
| Duración [min] | 10 | 15 | 20 | 10 | 15 | 20 | 10 | 15 | 20 |
| S_a | -2 | 1 | 2 | -9 | -5 | 119 | 96 | 155 | 189 |
| S_q | -2 | 0 | 1 | -10 | -6 | 126 | 98 | 158 | 192 |
| S_p | 54 | 87 | 86 | 25 | 18 | 154 | 131 | 139 | 159 |
| S_v | -18 | 79 | -16 | -30 | -12 | 347 | 194 | 243 | 250 |
| S_z | 22 | 122 | 34 | 5 | 5 | 239 | 158 | 205 | 198 |
| S_{10z} | 7 | 76 | 33 | 0 | -4 | 197 | 158 | 163 | 202 |
| S_{sk} | 20 | -45 | -1 | -10 | -7 | -142 | -109 | -121 | -144 |
| S_{ku} | 1 | 11 | 3 | 0 | -5 | 32 | 12 | -3 | 3 |
| S_{dq} | -37 | -7 | -8 | -43 | -38 | 18 | 4 | -4 | -7 |
| S_{dr} | -59 | -36 | -19 | -64 | -60 | 45 | 13 | 1 | -8 |
| $FLTt$ | 22 | 122 | 34 | 5 | 5 | 239 | 158 | 205 | 198 |

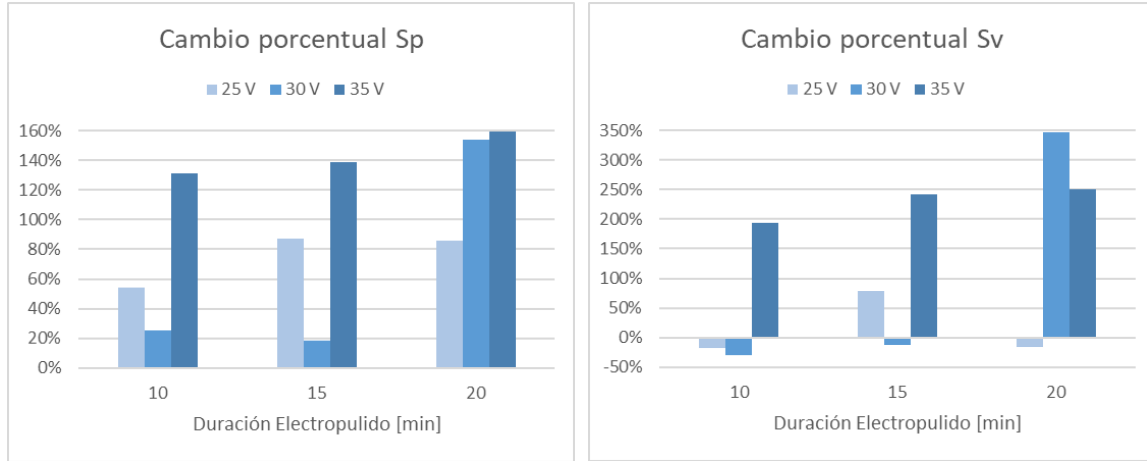


Figura 5-1. Datos de rugosidad superficial complementarios obtenidos del microscopio de variación focal Alicona InfiniteFocus G5. Máxima altura de los picos de la superficie de muestreo (izquierda) y máxima profundidad de los valles de la superficie de muestreo (derecha).

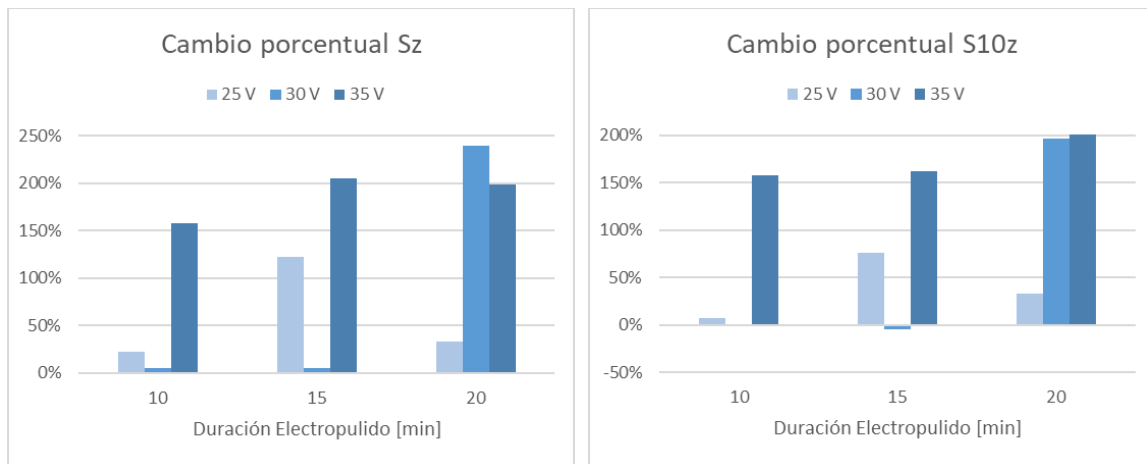


Figura 5-2. Datos de rugosidad superficial complementarios obtenidos del microscopio de variación focal Alicona InfiniteFocus G5. Máxima altura de la superficie de muestreo (izquierda) y 10 puntos de máxima altura y profundidad de la superficie de muestreo (derecha).

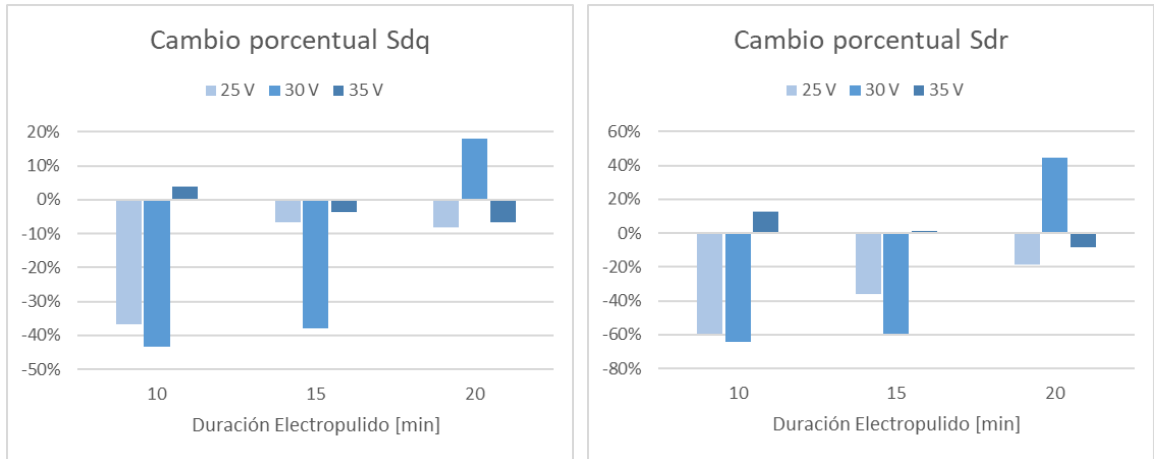


Figura 5-3. Datos de rugosidad superficial complementarios obtenidos del microscopio de variación focal Alicona InfiniteFocus G5. Gradiente de la raíz media cuadrática de las alturas de la superficie de muestreo (izquierda) y relación del área interfacial desarrollada de la superficie de muestreo (derecha).

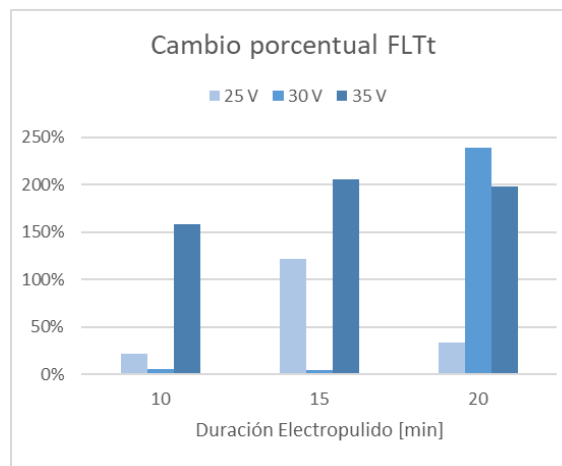


Figura 5-4. Planitud utilizando el plano de referencia de mínimos cuadrados

Tabla 5-2. Valores de rugosidad obtenidos del microscopio de variación focal Alicona InfiniteFocus G5, antes de descartar los valores determinados por la prueba Q; estos se han resaltado en rojo.

| Número | 21 | 29 | 1 | 13 | 5 | 33 | 9 | 25 | 17 | 30 | 36 | 31 | 14 | 26 | 10 | 7 | 16 | 12 | 22 | 19 | 8 | 2 | 4 | 32 | 3 | 20 | 24 |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Grupo experimental | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 |
| Voltaje de electropulido [V] | 25 | 25 | 30 | 30 | 30 | 30 | 35 | 35 | 35 | 25 | 25 | 25 | 30 | 30 | 30 | 35 | 35 | 35 | 25 | 25 | 25 | 30 | 30 | 30 | 30 | 35 | 35 |
| Duración electropulido [min] | 10 | 15 | 20 | 10 | 15 | 20 | 10 | 15 | 20 | 10 | 15 | 20 | 10 | 15 | 20 | 10 | 15 | 20 | 10 | 15 | 20 | 10 | 15 | 20 | 10 | 15 | 20 |
| Sa μ m Average height of selected area | 1.79 | 1.83 | 1.78 | 1.86 | 1.84 | 2.51 | 1.84 | 1.90 | 1.84 | 1.92 | 1.81 | 1.77 | 1.81 | 1.82 | 1.82 | 1.83 | 1.82 | 1.81 | 1.82 | 1.84 | 1.86 | 1.91 | 1.83 | 1.78 | 1.83 | 1.79 | 1.86 |
| Después $\Delta\%$ | 1.82 | 3.48 | 1.82 | 1.70 | 1.70 | 4.18 | 3.67 | 4.84 | 5.21 | 1.79 | 1.85 | 1.86 | 1.84 | 1.82 | 1.82 | 1.82 | 1.82 | 1.81 | 1.81 | 1.84 | 1.81 | 1.53 | 1.72 | 4.10 | 3.40 | 4.62 | 5.23 |
| Sq μ m Root-Mean-Square height of selected area | 2.23 | 2.27 | 2.21 | 2.29 | 2.28 | 3.00 | 2.29 | 2.34 | 2.28 | 2.35 | 2.24 | 2.19 | 2.25 | 2.26 | 2.24 | 2.24 | 2.28 | 2.21 | 2.24 | 2.27 | 2.29 | 2.35 | 2.29 | 2.21 | 2.27 | 2.20 | 2.31 |
| Después $\Delta\%$ | 2.25 | 4.49 | 2.24 | 2.07 | 2.06 | 5.31 | 4.66 | 6.04 | 6.50 | 2.19 | 2.28 | 2.30 | 2.27 | 2.23 | 2.23 | 2.28 | 2.21 | 2.24 | 2.22 | 2.24 | 2.21 | 2.18 | 2.11 | 5.15 | 4.24 | 5.78 | 6.57 |
| Sp μ m Maximum peak height of selected area | 9.22 | 7.94 | 8.74 | 8.44 | 7.39 | 10.19 | 8.23 | 9.64 | 8.68 | 8.12 | 8.80 | 9.79 | 8.43 | 8.10 | 8.01 | 9.18 | 18.13 | 7.28 | 7.38 | 8.72 | 7.95 | 7.45 | 8.23 | 7.44 | 14.69 | 8.59 | 14.11 |
| Después $\Delta\%$ | 13.33 | 23.47 | 14.71 | 8.33 | 9.97 | 23.51 | 22.05 | 26.55 | 26.14 | 17.57 | 14.12 | 26.59 | 12.81 | 9.69 | 21.69 | 19.17 | 26.68 | 22.48 | 7.49 | 9.18 | 9.29 | 6.38 | 8.24 | 19.44 | 31.88 | 25.17 | 23.65 |
| Sv μ m Maximum valley depth of selected area | 6.55 | 5.74 | 5.85 | 6.13 | 6.07 | 7.66 | 6.83 | 7.55 | 6.65 | 7.12 | 5.74 | 12.27 | 7.44 | 5.60 | 6.07 | 6.77 | 5.39 | 5.75 | 6.96 | 6.17 | 6.25 | 5.57 | 6.23 | 9.07 | 6.25 | 6.71 | 9.53 |
| Después $\Delta\%$ | 4.00 | 26.19 | 5.51 | 4.75 | 4.53 | 40.65 | 24.42 | 22.90 | 24.77 | 8.46 | 10.80 | 6.20 | 4.65 | 4.85 | 29.96 | 19.16 | 19.61 | 24.23 | 4.68 | 10.44 | 6.78 | 8.73 | 6.33 | 28.75 | 15.12 | 24.21 | 24.50 |
| Sz μ m Maximum height of selected area | 15.77 | 13.69 | 14.59 | 14.57 | 13.46 | 17.85 | 15.05 | 17.20 | 15.33 | 15.24 | 14.54 | 22.06 | 15.87 | 13.70 | 14.08 | 15.95 | 23.52 | 13.03 | 14.34 | 14.89 | 14.20 | 13.02 | 14.46 | 16.51 | 20.93 | 15.30 | 23.63 |
| S10z μ m Ten point height of selected area | 15.12 | 41.17 | 17.39 | 11.84 | 13.57 | 46.71 | 43.64 | 41.03 | 46.98 | 19.11 | 14.76 | 30.42 | 15.53 | 12.98 | 45.87 | 34.65 | 41.56 | 43.54 | 11.75 | 16.16 | 14.90 | 13.33 | 12.97 | 41.47 | 32.29 | 45.76 | 45.90 |
| Ssk Skewness of selected area | 0.60 | 0.76 | 0.61 | 0.72 | 0.72 | 0.43 | 0.66 | 0.74 | 0.65 | 0.64 | 0.57 | 0.64 | 0.74 | 0.70 | 0.72 | 0.46 | 0.91 | 0.55 | 0.66 | 0.76 | 0.74 | 0.67 | 0.74 | 0.62 | 0.65 | 0.65 | 0.73 |
| Después $\Delta\%$ | 0.86 | -0.36 | 0.66 | 0.63 | 0.55 | -0.27 | -0.13 | -0.07 | -0.11 | 0.66 | 0.78 | 0.72 | 0.82 | 0.75 | -0.11 | -0.06 | -0.08 | -0.19 | 0.74 | 0.58 | 0.56 | 0.48 | 0.70 | -0.29 | 0.04 | -0.30 | -0.59 |
| Sku Kurtosis of selected area | 2.97 | 2.86 | 3.03 | 2.83 | 2.91 | 2.34 | 2.89 | 2.79 | 2.92 | 2.70 | 2.86 | 2.98 | 2.93 | 2.86 | 2.82 | 2.78 | 3.48 | 2.75 | 2.82 | 2.90 | 2.87 | 2.68 | 2.91 | 2.95 | 2.88 | 2.97 | 2.91 |
| Después $\Delta\%$ | 2.87 | 3.86 | 2.90 | 2.82 | 2.69 | 3.70 | 3.48 | 2.88 | 3.05 | 2.97 | 2.89 | 3.49 | 2.90 | 2.85 | 3.32 | 2.95 | 2.96 | 2.76 | 2.73 | 2.81 | 2.79 | 2.70 | 2.74 | 3.57 | 3.12 | 3.07 | 3.06 |
| Sdq Root mean square gradient | 0.18 | 0.18 | 0.19 | 0.18 | 0.19 | 0.19 | 0.18 | 0.19 | 0.18 | 0.20 | 0.19 | 0.19 | 0.18 | 0.17 | 0.20 | 0.18 | 0.19 | 0.18 | 0.16 | 0.19 | 0.14 | 0.19 | 0.19 | 0.17 | 0.19 | 0.18 | 0.20 |
| Después $\Delta\%$ | 0.10 | 0.22 | 0.14 | 0.09 | 0.12 | 0.22 | 0.22 | 0.19 | 0.18 | 0.13 | 0.15 | 0.18 | 0.14 | 0.11 | 0.23 | 0.17 | 0.18 | 0.18 | 0.11 | 0.15 | 0.15 | 0.08 | 0.11 | 0.21 | 0.18 | 0.17 | 0.16 |
| Sdr % Developed interfacial area ratio | 1.64 | 1.57 | 1.67 | 1.63 | 1.65 | 1.74 | 1.48 | 1.71 | 1.61 | 1.94 | 1.70 | 1.79 | 1.60 | 1.47 | 1.82 | 1.59 | 1.53 | 1.54 | 1.31 | 1.65 | 1.00 | 1.70 | 1.80 | 1.41 | 1.71 | 1.57 | 1.79 |
| Después $\Delta\%$ | 0.50 | 2.41 | 0.94 | 0.41 | 0.77 | 2.44 | 2.32 | 1.76 | 1.66 | 0.84 | 1.05 | 1.44 | 1.03 | 0.57 | 2.70 | 1.48 | 1.65 | 1.60 | 0.63 | 1.09 | 1.07 | 0.31 | 0.64 | 2.05 | 1.51 | 1.45 | 1.22 |
| Flt μ m Flatness using least squares reference plane | 15.77 | 13.69 | 14.59 | 14.57 | 13.46 | 17.85 | 15.05 | 17.20 | 15.33 | 15.24 | 14.54 | 22.06 | 15.87 | 13.70 | 14.08 | 15.95 | 23.52 | 13.03 | 14.34 | 14.89 | 14.20 | 13.02 | 14.46 | 16.51 | 20.93 | 15.30 | 23.63 |
| Después $\Delta\%$ | 17.34 | 49.66 | 20.22 | 13.08 | 14.50 | 64.16 | 46.47 | 49.46 | 50.91 | 26.02 | 24.93 | 32.80 | 17.46 | 14.54 | 51.65 | 38.32 | 46.30 | 46.71 | 12.17 | 19.63 | 16.08 | 15.10 | 14.58 | 48.19 | 47.00 | 49.38 | 48.15 |
| Lc μ m Lambda C: cutoff wavelength | 800 | 800 | 800 | 800 | 800 | 2500 | 800 | 800 | 800 | 800 | 800 | 800 | 800 | 800 | 800 | 2500 | 800 | 800 | 800 | 800 | 800 | 800 | 800 | 800 | 800 | 800 | 800 |
| Después $\Delta\%$ | 800 | 2500 | 800 | 800 | 800 | 2500 | 2500 | 2500 | 2500 | 800 | 800 | 800 | 800 | 800 | 2500 | 2500 | 2500 | 2500 | 800 | 800 | 800 | 800 | 800 | 800 | 2500 | 2500 | 800 |

Anexo C. Temperaturas y corrientes de la generación del electropulido

| Probeta | Grupo | Voltaje [V] | Tiempo [min] | Corriente final [A] | Densidad de corriente final [A/cm ²] | Temperatura final celda [°C] | Temperatura de la probeta cada 2 minutos [°C] | | | | | | | | | | | | | | |
|----------|-------|-------------|--------------|---------------------|--|------------------------------|---|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|--|--|--|--|
| | | | | | | | 0 | 2 | 4 | 6 | 8 | 10 | 12 | 14 | 16 | 18 | 20 | | | | |
| 21 | 1 | 25 | 10 | 0,136 | 0,272 | 22,8 | 21,3 | 26,4 | 28,5 | 31,2 | 33,0 | 33,6 | | | | | | | | | |
| 29 | 2 | 25 | 15 | 0,183 | 0,366 | 22,9 | 24,4 | 28,4 | 30,9 | 32,1 | 32,5 | 32,6 | 33,3 | 33,9 | | | | | | | |
| 1 | 3 | 25 | 20 | 0,264 | 0,528 | 23,7 | 23,5 | 28,6 | 32,6 | 34,3 | 37,3 | 38,5 | 39,2 | 40,0 | 41,3 | 40,6 | 40,3 | | | | |
| 13 | 4 | 30 | 10 | 0,371 | 0,742 | 24,4 | 25,4 | 29,3 | 30,9 | 46,6 | 47,1 | 48,3 | | | | | | | | | |
| 5 | 5 | 30 | 15 | 0,491 | 0,982 | 25,0 | 26,6 | 35,2 | 38,7 | 49,4 | 54,2 | 49,9 | 50,4 | 53,5 | | | | | | | |
| 33 | 6 | 30 | 20 | 0,997 | 1,994 | 28,1 | 31,0 | 30,5 | 41,1 | 47,3 | 56,2 | 60,5 | 62,0 | 62,7 | 62,0 | 61,9 | 63,9 | | | | |
| 9 | 7 | 35 | 10 | 1,069 | 2,138 | 33,7 | 33,7 | 54,3 | 56,1 | 64,4 | 67,3 | 65,2 | | | | | | | | | |
| 25 | 8 | 35 | 15 | 1,304 | 2,608 | 34,6 | 32,7 | 59,8 | 69,0 | 69,1 | 70,2 | 70,8 | 68,4 | 67,2 | | | | | | | |
| 17 | 9 | 35 | 20 | 1,340 | 2,680 | 32,6 | 32,0 | 56,4 | 65,9 | 68,8 | 71,1 | 65,7 | 64,5 | 64,4 | 64,5 | 64,7 | 63,2 | | | | |
| 30 | 1 | 25 | 10 | 0,283 | 0,566 | 28,1 | 26,4 | 38,0 | 40,9 | 43,4 | 44,3 | 46,4 | | | | | | | | | |
| 36 | 2 | 25 | 15 | 0,290 | 0,580 | 27,1 | 28,6 | 36,2 | 38,5 | 40,1 | 42,5 | 42,0 | 45,5 | 44,0 | | | | | | | |
| 31 | 3 | 25 | 20 | 0,241 | 0,482 | 26,7 | 27,7 | 31,2 | 35,0 | 38,2 | 40,1 | 41,5 | 40,1 | 41,2 | 42,8 | 41,8 | 42,2 | | | | |
| 14 | 4 | 30 | 10 | 0,315 | 0,630 | 27,0 | 27,6 | 34,8 | 46,4 | 44,6 | 45,1 | 46,4 | | | | | | | | | |
| 26 | 5 | 30 | 15 | 0,931 | 1,862 | 28,7 | 28,7 | 35,9 | 44,6 | 47,1 | 57,9 | 59,4 | 65,3 | 62,8 | | | | | | | |
| 10 | 6 | 30 | 20 | 1,043 | 2,086 | 28,7 | 28,5 | 43,9 | 52,3 | 55,2 | 55,5 | 61,9 | 63,6 | 63,8 | 62,5 | 67,1 | 60,9 | | | | |
| 7 | 7 | 35 | 10 | 1,384 | 2,768 | 32,4 | 31,8 | 64,0 | 64,7 | 65,0 | 67,3 | 62,5 | | | | | | | | | |
| 16 | 8 | 35 | 15 | 1,355 | 2,710 | 31,2 | 33,6 | 53,7 | 71,2 | 70,9 | 71,2 | 65,6 | 71,0 | 68,3 | | | | | | | |
| 12 | 9 | 35 | 20 | 1,315 | 2,630 | 33,7 | 34,0 | 57,0 | 70,0 | 69,9 | 68,1 | 67,1 | 70,5 | 69,1 | 67,0 | 68,0 | 67,8 | | | | |
| 22 | 1 | 25 | 10 | 0,273 | 0,546 | 30,2 | 31,5 | 37,3 | 43,9 | 41,5 | 40,8 | 41,0 | | | | | | | | | |
| 19 | 2 | 25 | 15 | 0,324 | 0,648 | 29,7 | 29,3 | 32,9 | 39,0 | 45,1 | 49,3 | 50,9 | 50,8 | 48,9 | | | | | | | |
| 8 | 3 | 25 | 20 | 0,231 | 0,462 | 28,9 | 30,2 | 34,8 | 40,4 | 43,0 | 44,5 | 43,4 | 44,5 | 43,1 | 44,0 | 44,8 | 44,8 | | | | |
| 2 | 4 | 30 | 10 | 0,560 | 1,120 | 29,4 | 30,6 | 45,5 | 54,1 | 51,7 | 57,1 | 59,7 | | | | | | | | | |
| 4 | 5 | 30 | 15 | 0,285 | 0,570 | 29,5 | 31,7 | 39,2 | 44,5 | 45,2 | 48,4 | 49,7 | 50,7 | 52,3 | | | | | | | |
| 32 | 6 | 30 | 20 | 1,079 | 2,158 | 32,0 | 29,4 | 44,6 | 53,6 | 52,4 | 60,0 | 64,0 | 65,0 | 66,5 | 67,6 | 66,3 | 68,3 | | | | |
| 3 | 7 | 35 | 10 | 1,414 | 2,828 | 33,1 | 31,7 | 51,3 | 73,8 | 78,1 | 81,4 | 79,1 | | | | | | | | | |
| 20 | 8 | 35 | 15 | 1,348 | 2,696 | 31,8 | 31,7 | 50,5 | 73,3 | 75,5 | 75,4 | 76,0 | 77,7 | 77,4 | | | | | | | |
| 24 | 9 | 35 | 20 | 1,310 | 2,620 | 29,4 | 32,7 | 48,6 | 72,0 | 69,2 | 67,3 | 72,8 | 73,6 | 72,6 | 72,4 | 70,7 | 69,2 | | | | |
| Promedio | 1 | 25 V | 10 | 0,231 | 0,461 | 27,0 | 26,4 | 33,9 | 37,8 | 38,7 | 39,4 | 40,3 | | | | | | | | | |
| | 2 | 25 V | 15 | 0,266 | 0,531 | 26,6 | 27,4 | 32,5 | 36,1 | 39,1 | 41,4 | 41,8 | 43,2 | 42,3 | | | | | | | |
| | 3 | 25 V | 20 | 0,245 | 0,491 | 26,4 | 27,1 | 31,5 | 36,0 | 38,5 | 40,6 | 41,1 | 41,3 | 41,4 | 42,7 | 42,4 | 42,4 | | | | |
| | 4 | 30 V | 10 | 0,415 | 0,831 | 26,9 | 27,9 | 36,5 | 43,8 | 47,6 | 49,8 | 51,5 | | | | | | | | | |
| | 5 | 30 V | 15 | 0,569 | 1,138 | 27,7 | 29,0 | 36,8 | 42,6 | 47,2 | 53,5 | 53,0 | 55,5 | 56,2 | | | | | | | |
| | 6 | 30 V | 20 | 1,040 | 2,079 | 29,6 | 29,6 | 39,7 | 49,0 | 51,6 | 57,2 | 62,1 | 63,5 | 64,3 | 64,0 | 65,1 | 64,4 | | | | |
| | 7 | 35 V | 10 | 1,289 | 2,578 | 33,1 | 32,4 | 56,5 | 64,9 | 69,2 | 72,0 | 68,9 | | | | | | | | | |
| | 8 | 35 V | 15 | 1,336 | 2,671 | 32,5 | 32,7 | 54,7 | 71,2 | 71,8 | 72,3 | 70,8 | 72,4 | 71,0 | | | | | | | |
| | 9 | 35 V | 20 | 1,322 | 2,643 | 31,9 | 32,9 | 54,0 | 69,3 | 69,3 | 68,8 | 68,5 | 69,5 | 68,7 | 68,0 | 67,8 | 66,7 | | | | |

Anexo D. Regresión del cambio porcentual de S_a y prueba normalidad Shapiro-Wilk

Tabla 5-3. Datos de la regresión y de la prueba de normalidad Shapiro-Wilk.

| # | $\Delta\%$ de S_a | Regresión $\Delta\%$ de S_a | Residuos de Regresión | x_i | $(x_i - \bar{x})^2$ | a_{in} | $x_i inv$ | $x_i - x_i inv$ |
|----|---------------------|-------------------------------|-----------------------|-------|---------------------|----------|-----------|-----------------|
| 1 | -19,9 | -53,9 | 34,0 | -68,1 | 3470,1 | 0,4366 | 35,5 | -103,6 |
| 2 | -8,6 | -44,1 | 35,5 | -61,2 | 2700,8 | 0,3018 | 34,0 | -95,2 |
| 3 | -7,6 | -34,3 | 26,7 | -51,5 | 1783,4 | 0,2522 | 26,7 | -78,2 |
| 4 | -6,8 | -24,5 | 17,8 | -42,2 | 1088,2 | 0,2152 | 17,8 | -60,0 |
| 5 | -6,0 | -14,8 | 8,7 | -32,5 | 539,7 | 0,1848 | 10,5 | -43,0 |
| 6 | -2,7 | -5,0 | 2,3 | -24,4 | 228,4 | 0,1584 | 8,7 | -33,1 |
| 7 | -0,5 | 4,8 | -5,3 | -20,5 | 126,2 | 0,1346 | 3,3 | -23,8 |
| 8 | 0,0 | 14,6 | -14,6 | -16,5 | 52,3 | 0,1128 | 2,3 | -18,8 |
| 9 | 0,0 | 24,4 | -24,4 | -14,6 | 28,5 | 0,0923 | 1,9 | -16,5 |
| 10 | 1,7 | 34,1 | -32,5 | -12,9 | 13,3 | 0,0728 | 0,4 | -13,3 |
| 11 | 1,7 | 43,9 | -42,2 | -12,4 | 10,0 | 0,0540 | -1,6 | -10,8 |
| 12 | 2,2 | 53,7 | -51,5 | -9,5 | 0,0 | 0,0358 | -3,1 | -6,3 |
| 13 | 2,2 | 63,5 | -61,2 | -7,4 | 3,4 | 0,0178 | -5,3 | -2,0 |
| 14 | 5,1 | 73,2 | -68,1 | -7,0 | 5,1 | 0,0000 | -7,0 | 0,0 |
| 15 | 66,5 | 83,0 | -16,5 | -5,3 | 15,1 | | -7,4 | |
| 16 | 85,8 | 92,8 | -7,0 | -3,1 | 37,5 | | -9,5 | |
| 17 | 90,2 | 102,6 | -12,4 | -1,6 | 59,1 | | -12,4 | |
| 18 | 99,5 | 112,3 | -12,9 | 0,4 | 93,2 | | -12,9 | |
| 19 | 101,6 | 122,1 | -20,5 | 1,9 | 123,8 | | -14,6 | |
| 20 | 130,3 | 131,9 | -1,6 | 2,3 | 132,9 | | -16,5 | |
| 21 | 152,2 | 141,7 | 10,5 | 3,3 | 157,1 | | -20,5 | |
| 22 | 154,7 | 151,4 | 3,3 | 8,7 | 323,3 | | -24,4 | |
| 23 | 158,1 | 161,2 | -3,1 | 10,5 | 391,0 | | -32,5 | |
| 24 | 161,5 | 171,0 | -9,5 | 17,8 | 728,9 | | -42,2 | |
| 25 | 181,2 | 180,8 | 0,4 | 26,7 | 1291,4 | | -51,5 | |
| 26 | 183,2 | 190,5 | -7,4 | 34,0 | 1866,4 | | -61,2 | |
| 27 | 202,2 | 200,3 | 1,9 | 35,5 | 1999,8 | | -68,1 | |

Anexo E. Datos entrada ANOVA

Tabla 5-4. Datos entrada ANOVA de dos factores (voltaje y tiempo) para la rugosidad superficial media, S_a .

| Tiempo | 10 minutos | 15 minutos | 20 minutos | Total |
|-------------------|------------|------------|------------|--------|
| 25 voltios | | | | |
| Cuenta | 3 | 3 | 3 | 9 |
| Suma | -5,6 | 92,4 | 4,6 | 91,4 |
| Promedio | -1,9 | 30,8 | 1,5 | 10,2 |
| Varianza | 19,2 | 2645,1 | 15,5 | 911,7 |
| 30 voltios | | | | |
| Cuenta | 3 | 3 | 3 | 9 |
| Suma | -26,8 | -13,6 | 358,4 | 317,9 |
| Promedio | -8,9 | -4,5 | 119,5 | 35,3 |
| Varianza | 116,2 | 16,1 | 2345,0 | 4605,4 |
| 35 voltios | | | | |
| Cuenta | 3 | 3 | 3 | 9 |
| Suma | 286,9 | 465,0 | 566,5 | 1318,5 |
| Promedio | 95,6 | 155,0 | 188,8 | 146,5 |
| Varianza | 73,8 | 8,8 | 134,9 | 1724,5 |
| Total | | | | |
| Cuenta | 9 | 9 | 9 | 9 |
| Suma | 254,4 | 543,8 | 929,6 | |
| Promedio | 28,3 | 60,4 | 103,3 | |
| Varianza | 2614,1 | 5934,4 | 7348,9 | |

Tabla 5-5. Datos entrada ANOVA de dos factores (voltaje y tiempo) para la temperatura final del electrolito.

| Tiempo | 10 minutos | 15 minutos | 20 minutos | Total |
|-------------------|------------|------------|------------|-------|
| 25 voltios | | | | |
| Cuenta | 3 | 3 | 3 | 9 |
| Suma | 81,1 | 79,7 | 79,3 | 240,1 |
| Promedio | 27,0 | 26,6 | 26,4 | 26,7 |
| Varianza | 14,5 | 11,8 | 6,8 | 8,4 |
| 30 voltios | | | | |
| Cuenta | 3 | 3 | 3 | 9 |
| Suma | 80,8 | 83,2 | 88,8 | 252,8 |

Tabla 5-5. Datos entrada ANOVA de dos factores (voltaje y tiempo) para la temperatura final del electrolito. (Continuación)

| Tiempo | 10 minutos | 15 minutos | 20 minutos | Total |
|-------------------|------------|------------|------------|-------|
| Promedio | 26,9 | 27,7 | 29,6 | 28,1 |
| Varianza | 6,3 | 5,8 | 4,4 | 5,5 |
| 35 voltios | | | | |
| Cuenta | 3 | 3 | 3 | 9 |
| Suma | 99,2 | 97,6 | 95,7 | 292,5 |
| Promedio | 33,1 | 32,5 | 31,9 | 32,5 |
| Varianza | 0,4 | 3,3 | 5,0 | 2,4 |
| Total | | | | |
| Cuenta | 9 | 9 | 9 | 9 |
| Suma | 261,1 | 260,5 | 263,8 | |
| Promedio | 29,0 | 28,9 | 29,3 | |
| Varianza | 14,6 | 12,7 | 9,7 | |

Tabla 5-6. Datos entrada ANOVA de dos factores (voltaje y tiempo) para la densidad de corriente final.

| Tiempo | 10 minutos | 15 minutos | 20 minutos | Total |
|-------------------|------------|------------|------------|--------|
| 25 voltios | | | | |
| Cuenta | 3 | 3 | 3 | 9 |
| Suma | 1,384 | 1,594 | 1,472 | 4,450 |
| Promedio | 0,461 | 0,531 | 0,491 | 0,494 |
| Varianza | 0,027 | 0,022 | 0,001 | 0,013 |
| 30 voltios | | | | |
| Cuenta | 3 | 3 | 3 | 9 |
| Suma | 2,492 | 3,414 | 6,238 | 12,144 |
| Promedio | 0,831 | 1,138 | 2,079 | 1,349 |
| Varianza | 0,066 | 0,436 | 0,007 | 0,445 |
| 35 voltios | | | | |
| Cuenta | 3 | 3 | 3 | 9 |
| Suma | 7,734 | 8,014 | 7,930 | 23,678 |
| Promedio | 2,578 | 2,671 | 2,643 | 2,631 |
| Varianza | 0,146 | 0,003 | 0,001 | 0,039 |
| Total | | | | |
| Cuenta | 9 | 9 | 9 | 9 |
| Suma | 11,610 | 13,022 | 15,640 | |
| Promedio | 1,290 | 1,447 | 1,738 | |
| Varianza | 1,018 | 1,027 | 0,937 | |

Bibliografía

- [1] M. P. Groover, Fundamentos de Manufactura Moderna, Tercera ed., México: McGraw-Hill Interamericana, 2007.
- [2] S. Kalpakjian y S. R. Schmid, Manufactura, Ingeniería y Tecnología, México: Pearson Educación, 2008.
- [3] D. M. Bryce, Plastic Injection Molding: Mold Design and Construction Fundamentals, Dearborn, Michigan: Society of Manufacturing Engineers, 1998.
- [4] 3D HUBS, «The manufacturing & design guide: Injection molding,» 3D HUBS B.V., [En línea]. Available: www.3dhubs.com/guides/injection-molding/#design-for-injection-molding. [Último acceso: 17 Abril 2021].
- [5] D. V. Rosato, D. V. Rosato y M. G. Rosato, Injection Molding Handbook, Tercera ed., Norwell, Massachusetts: Kluwer Academic Publishers, 2000.
- [6] Plastics Industry Association, «AR-106 Mold Finish Guide,» [En línea]. Available: access.plasticsindustry.org/ItemDetail?iProductCode=AR-106&Category=PUBLICATION&WebsiteKey=7cf6f8c9-ad49-40af-a01f-0b8c06a4b8f6. [Último acceso: 4 Abril 2021].
- [7] A. Bournias Varotsis, «Injection molding SPI surface finishes,» [En línea]. Available: www.3dhubs.com/knowledge-base/injection-molding-spi-surface-finishes/#recommendations. [Último acceso: 4 Abril 2021].

-
- [8] M. Faraday, *Experimental Researches in Electricity*, Volume III, London: Richard Taylor and William Francis, 1833.
- [9] W. Han y F. Fang, «Fundamental Aspects and Recent Developments in Electropolishing,» *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, vol. 139, pp. 1-23, 2019.
- [10] G. Melendez C., «Puesta a punto de la técnica de ataque y pulido electrolítico en aleaciones de uso común,» Universidad Nacional de Colombia, Bogotá, 1992.
- [11] P. A. Jacquet, The mechanism of electrolytic polishing of Copper, vol. 202, *CR Acad Sci*, 1936, p. 402.
- [12] ASM International, «Metallography and Microstructures,» de *ASM Handbook*, vol. 9, Materials Park, Ohio: ASM International, 2004, pp. 694, 712-713.
- [13] H. Liu, M. Ye, Z. Ye, L. Wang, Y. Hao, J. Zhu, P. Xu y C. Wang, «Electrochemical Polishing of 7075 Al Alloy in Phosphoric Acid,» *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 168, nº 12, p. 123505, 2021.
- [14] D. Ma, S. Li y C. Liang, «Electropolishing of high-purity aluminium in perchloric acid and ethanol solutions,» *Corrosion Science*, vol. 51, nº 4, pp. 713-718, 2009.
- [15] N. Lakshman, A. Pareek y A. W. Hassel, «Electro-dissolution of 30Nb–Ti alloys in methanolic sulfuric acid—Optimal conditions for electropolishing,» *Electrochimica Acta*, vol. 56, nº 19, pp. 6678-6682, 2011.
- [16] LECO Corporation, EP-50 Electropolisher Model No. 830-000, 830-400, St. Joseph, Michigan: LECO Corporation, 1986.
- [17] M. Haïdopoulos, S. Turgeon, C. Sarra-Bournet, G. Laroche y D. Mantovani, «Development of an optimized electrochemical process for subsequent coating of 316 stainless steel for stent applications.,» *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, vol. 17, nº 7, pp. 647-657, 2006.

-
- [18] A. J. Bard, L. R. Faulkner y H. S. White, *Electrochemical Methods: Fundamentals and Applications*, Hoboken, NY, USA: John Wiley & Sons Ltd, 2022.
- [19] Axxecol S.A., «Prodax,» Axxecol S.A., Bogotá D.C., 2019.
- [20] ASM International, «Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials,» de *ASM Handbook*, Materials Park, Ohio, ASM International, 2004, pp. 69, 115, 116.
- [21] J. K. Park y A. J. Ardell, «Microstructures of the commercial 7075 Al alloy in the T651 and T7 tempers,» *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 14, nº 10, pp. 1957-1965, 1983.
- [22] International Organization for Standardization, ISO 21920-2:2021 Geometrical product specifications (GPS) - Surface texture: Profile - Part 2: Terms, definitions and surface texture parameters, Geneva: ISO copyright office, 2021.
- [23] C. Gómez Pérez, «Diseño de patrón a medida para la calibración de microscopios ópticos,» Universidad Politécnica de Madrid, Madrid, 2020.
- [24] C. J. Cortés-Rodríguez, F. A. Herreño Cuestas y I. Z. Araque-Salazar, *Medición de rugosidad superficial 3D*, Kassel: Kassel University Press GmbH, 2019.
- [25] International Organization for Standardization, ISO 25178-2:2012 Geometrical product specifications (GPS) - Surface texture: Areal - Part 2: Terms, definitions and surface texture parameters, Geneva: ISO copyright office, 2012.
- [26] International Organization for Standardization, ISO 12781-1:2011 Geometrical product specifications (GPS) - Flatness - Part 1: Vocabulary and parameters of flatness, Geneva: ISO copyright office, 2011.
- [27] International Organization for Standardization, ISO 21920-3:2021 Geometrical product specifications (GPS) - Surface texture: Profile - Part 3: Specification operators, Geneva: ISO copyright office, 2021.

- [28] W. J. Dixon, «Ratios Involving Extreme Values,» *Annals of Mathematical Statistics*, vol. 22, nº 1, pp. 68-78, 1951.
- [29] Gühring, Inc., Milling Tools, Quinta ed., Brookfield, WI: Gühring, Inc., 2019, p. 308.
- [30] Gühring UK, «Product data sheet 9055330080000,» Gühring UK, Birmingham, 2022.
- [31] S. Shingo, A Revolution in Manufacturing: The SMED System, Portland, OR: Productivity, Inc., 1985.
- [32] O. O. Melo, L. A. López y S. E. Melo, Diseño de Experimentos, Bogotá D.C.: Universidad Nacional de Colombia, 2020.
- [33] R. Leach, Introduction to Surface Texture Measurement, Berlin: Springer Berlin Heidelberg, 2011.