



7mo encuentro de jóvenes investigadores en ciencia y tecnología de los materiales

5 y 6 de septiembre de 2019
Rosario, Santa Fe, Argentina

MICRODUREZA DE PELÍCULAS NANOESTRUCTURADAS DE ÓXIDO DE ALUMINIO ANÓDICO

S. Aballay⁽¹⁾, F. Bruera^{*(1,2)}, G. Kramer^(1,2), M. Vera^(1,2) y A. Ares^(1,2)

(1) Facultad de Ciencias Exactas, Químicas y Naturales, Universidad Nacional de Misiones (UNaM), Félix de Azara 1552, Posadas, Misiones, Argentina.

(2) Instituto de Materiales de Misiones (IMaM-CONICET), Colón 1551, Posadas, Misiones, Argentina.

* Correo Electrónico (autor de contacto): brueraflores@gmail.com

Tópicos: T5 Procesamiento y caracterización de Materiales; **Categoría:** C1. Estudiante de Grado.

Las películas nanoestructuradas de óxido de aluminio son de gran interés en nanotecnología por su amplia gama de aplicaciones y propiedades ajustables de acuerdo a su funcionalidad. En el presente trabajo se utilizó Al 1050 para sintetizar óxido de aluminio anódico, empleando como electrolito ácido oxálico 0,3 y 0,9 M, variando la temperatura del electrolito en 20, 30 y 40 °C y el voltaje de anodización en 20, 30, 40 y 60 V, con el objetivo de evaluar la microdureza en función de los parámetros de síntesis anódica a través de las propiedades morfológicas del óxido.

La oxidación anódica de aluminio es un proceso electroquímico simple, de bajo costo y versátil que permite obtener recubrimientos nanoporosos de diferentes morfologías, variando los parámetros electroquímicos de síntesis, como la naturaleza, la concentración y la temperatura del electrolito y el voltaje de anodización. Debido a sus aplicaciones en electrónica, almacenamiento de energía, filtración, catálisis, fotónica y biomateriales, el interés de éstas nanoestructuras ha aumentado significativamente durante la última década [1].

En general, la aplicabilidad de estas películas depende fuertemente de sus propiedades mecánicas, como la dureza, la resistencia a la fractura y al desgaste [2]. Sin embargo, poco se ha estudiado sobre la microdureza y su variación en función de las condiciones de síntesis anódicas y las propiedades morfológicas del óxido nanoestructurado.

En el presente trabajo se utilizó Al 1050 para sintetizar óxido de aluminio anódico (OAA), empleando como electrolito ácido oxálico en distintas concentraciones, variando la temperatura del electrolito y el voltaje de anodización con el objetivo de evaluar la influencia combinada de estas variables sobre la microdureza de las películas de OAA, y correlacionar esta propiedad con las características morfológicas del óxido como el diámetro de poro (\overline{dp}), la distancia interporo (\overline{di}), la densidad de poro ($\overline{\rho}$) y el espesor (e).

La preparación superficial del sustrato Al 1050 se realizó con las siguientes etapas sucesivas: 1-desbaste, 2-pulido, 3-electropulido y 4-ataque químico [3]. Luego, las anodizaciones se realizaron en dos pasos iguales durante 1 h cada uno, a 20, 30, 40 y 60 V en solución de ácido oxálico 0,3 y 0,9 M, a las temperaturas de 20, 30 y 40 ± 2 °C. Para remover la capa de óxido producida durante el primer anodizado, se atacó químicamente la superficie con solución de 6% H₃PO₄, 1,8 % H₂CrO₄, y 92,2 % de H₂O (porcentajes en peso), a 60 °C durante 3 h.

La identificación de nanoporos se realizó mediante Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), utilizando un equipo Carl Zeiss NTS - SUPRA 40. La determinación de \overline{dp} , \overline{di} y $\overline{\rho}$, se realizó con el software libre ImageJ. El espesor de las películas de óxido se midió mediante la observación de la sección transversal de las muestras en un microscopio óptico Nikon EPIPHOT. Las mediciones de microdureza vickers se efectuaron mediante un microdurómetro Future Tech FM-800, utilizando una carga de 25 y 100 gf durante 15 s, realizándose 15 mediciones por muestra. Cabe destacar, que la utilización de cargas diferentes no generó variación en los valores de microdureza obtenidos. En la Tabla 1 se presentan los valores de microdureza, \overline{dp} , \overline{di} , $\overline{\rho}$ y \overline{e} para cada condición de síntesis (la letra O seguida de un número, corresponden al ácido oxálico y la concentración en Molar; la letra T a la temperatura del electrolito en °C y la letra V al voltaje en voltios). La Figura 1-a muestra micrografías MEB de recubrimientos anodizados en diferentes condiciones, y la Figura 1-b representa la influencia de los parámetros de síntesis sobre la microdureza de las películas de OAA. En la Figura 1-b puede observarse

que los menores valores de microdureza corresponden a los recubrimientos obtenidos a 60 V y con electrolitos a 40 °C. Esto podría explicarse, considerando que altos voltajes y temperaturas de síntesis producen poros de mayor tamaño (Tabla 1) y de paredes finas, que consecuentemente generan un aumento en la porosidad del óxido. Además, se observa un efecto significativo de la concentración del ácido oxálico sobre la microdureza del óxido. Los recubrimientos sintetizados con ácido oxálico 0,9 M presentan menores valores de microdureza que los correspondientes de 0,3 M. La disminución de la microdureza con el aumento de la concentración de ácido podría explicarse considerando que la \bar{p} aumenta con la concentración de ácido oxálico (Tabla 1), aumentando consecuentemente la porosidad del óxido.

Condiciones de síntesis de OAA	Microdureza [HV]	\bar{d}_p [nm]	\bar{d}_i [nm]	$\bar{\rho}$ [poros/ μm^2]	\bar{e} [μm]
O0,3 T20 V30	$5,4 \times 10^2 \pm 5,3 \times 10^1$	$4,2 \times 10^1 \pm 4,9 \times 10^0$	$7,4 \times 10^1 \pm 1,0 \times 10^1$	$1,9 \times 10^2 \pm 9,4 \times 10^0$	$1,1 \times 10^1 \pm 0,9 \times 10^0$
O0,3 T20 V40	$5,4 \times 10^2 \pm 2,7 \times 10^1$	$4,4 \times 10^1 \pm 6,7 \times 10^0$	$9,2 \times 10^1 \pm 4,9 \times 10^0$	$1,1 \times 10^2 \pm 2,6 \times 10^0$	$2,4 \times 10^1 \pm 0,5 \times 10^0$
O0,3 T20 V60	$3,5 \times 10^2 \pm 2,1 \times 10^1$	$8,5 \times 10^1 \pm 1,9 \times 10^1$	$1,3 \times 10^2 \pm 2,2 \times 10^1$	$5,4 \times 10^1 \pm 3,8 \times 10^0$	$1,1 \times 10^2 \pm 0,9 \times 10^0$
O0,3 T30 V30	$5,1 \times 10^2 \pm 2,9 \times 10^1$	$4,2 \times 10^1 \pm 5,0 \times 10^0$	$7,4 \times 10^1 \pm 1,1 \times 10^1$	$1,8 \times 10^2 \pm 8,0 \times 10^0$	$2,2 \times 10^1 \pm 1,0 \times 10^0$
O0,3 T30 V40	$4,3 \times 10^2 \pm 1,3 \times 10^1$	$6,0 \times 10^1 \pm 7,2 \times 10^0$	$9,2 \times 10^1 \pm 1,6 \times 10^1$	$1,1 \times 10^2 \pm 7,2 \times 10^0$	$5,0 \times 10^1 \pm 0,6 \times 10^0$
O0,3 T30 V60	$4,6 \times 10^1 \pm 1,8 \times 10^0$	$1,3 \times 10^2 \pm 1,9 \times 10^1$	$1,4 \times 10^2 \pm 1,5 \times 10^1$	$5,0 \times 10^1 \pm 2,3 \times 10^0$	$1,2 \times 10^2 \pm 1,2 \times 10^0$
O0,3 T40 V30	$2,9 \times 10^2 \pm 1,0 \times 10^1$	$5,4 \times 10^1 \pm 4,8 \times 10^0$	$7,2 \times 10^1 \pm 7,2 \times 10^0$	$1,7 \times 10^2 \pm 8,7 \times 10^0$	$3,1 \times 10^1 \pm 0,7 \times 10^0$
O0,3 T40 V40	$2,0 \times 10^2 \pm 1,0 \times 10^1$	$7,9 \times 10^1 \pm 6,1 \times 10^0$	$1,0 \times 10^2 \pm 1,1 \times 10^1$	$1,2 \times 10^2 \pm 7,1 \times 10^0$	$7,3 \times 10^1 \pm 0,5 \times 10^0$
O0,3 T40 V60	$4,0 \times 10^1 \pm 5,4 \times 10^0$	$1,4 \times 10^2 \pm 8,7 \times 10^0$	$1,7 \times 10^2 \pm 1,9 \times 10^1$	$3,5 \times 10^1 \pm 2,3 \times 10^0$	$1,2 \times 10^2 \pm 0,6 \times 10^0$
O0,9 T20 V20	$3,9 \times 10^2 \pm 4,2 \times 10^1$	$2,7 \times 10^1 \pm 3,3 \times 10^0$	$5,3 \times 10^1 \pm 5,2 \times 10^0$	$3,8 \times 10^2 \pm 2,5 \times 10^0$	$1,0 \times 10^1 \pm 0,4 \times 10^0$
O0,9 T20 V30	$5,0 \times 10^2 \pm 4,1 \times 10^1$	$3,7 \times 10^1 \pm 3,5 \times 10^0$	$7,5 \times 10^1 \pm 5,4 \times 10^0$	$1,9 \times 10^2 \pm 7,0 \times 10^0$	$1,9 \times 10^1 \pm 0,6 \times 10^0$
O0,9 T20 V40	$5,0 \times 10^1 \pm 3,0 \times 10^1$	$3,9 \times 10^1 \pm 2,2 \times 10^0$	$9,6 \times 10^1 \pm 3,1 \times 10^0$	$1,2 \times 10^2 \pm 2,5 \times 10^0$	$3,6 \times 10^1 \pm 1,1 \times 10^0$
O0,9 T30 V20	$4,2 \times 10^2 \pm 2,6 \times 10^1$	$3,0 \times 10^1 \pm 3,6 \times 10^0$	$5,2 \times 10^1 \pm 5,8 \times 10^0$	$3,8 \times 10^2 \pm 6,3 \times 10^0$	$1,7 \times 10^1 \pm 0,3 \times 10^0$
O0,9 T30 V30	$4,1 \times 10^2 \pm 1,5 \times 10^1$	$4,2 \times 10^1 \pm 2,8 \times 10^0$	$7,2 \times 10^1 \pm 5,8 \times 10^0$	$2,1 \times 10^2 \pm 6,3 \times 10^0$	$4,1 \times 10^1 \pm 1,1 \times 10^0$
O0,9 T30 V40	$3,3 \times 10^2 \pm 2,2 \times 10^1$	$5,4 \times 10^1 \pm 3,3 \times 10^0$	$9,5 \times 10^1 \pm 4,7 \times 10^0$	$1,3 \times 10^2 \pm 2,6 \times 10^0$	$1,1 \times 10^2 \pm 1,2 \times 10^0$
O0,9 T40 V20	$3,7 \times 10^1 \pm 2,2 \times 10^0$	$3,6 \times 10^1 \pm 3,3 \times 10^0$	$5,4 \times 10^1 \pm 3,6 \times 10^0$	$3,5 \times 10^2 \pm 1,3 \times 10^1$	$3,0 \times 10^1 \pm 1,0 \times 10^0$
O0,9 T40 V30	$4,0 \times 10^1 \pm 4,4 \times 10^0$	$5,1 \times 10^1 \pm 3,3 \times 10^0$	$7,3 \times 10^1 \pm 4,6 \times 10^0$	$2,0 \times 10^2 \pm 1,5 \times 10^0$	$5,2 \times 10^1 \pm 2,6 \times 10^0$
O0,9 T40 V40	$7,6 \times 10^1 \pm 6,5 \times 10^0$	$7,1 \times 10^1 \pm 3,6 \times 10^0$	$9,5 \times 10^1 \pm 3,2 \times 10^0$	$1,1 \times 10^2 \pm 7,5 \times 10^0$	$9,2 \times 10^1 \pm 4,8 \times 10^0$

Tabla 1: Condiciones de síntesis, valores medios y su error asociado de microdureza, diámetro de poro, distancia interporo, densidad de poros y espesor de las películas de OAA.

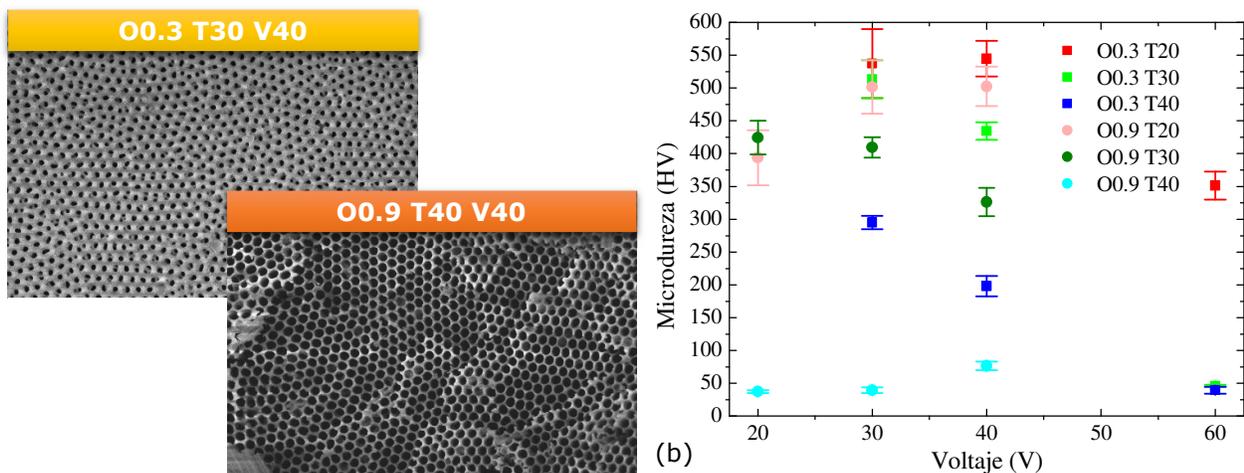


Figura 1: Micrografías MEB de los recubrimientos anodizados a diferentes concentraciones, temperaturas y voltajes (a) e influencia de estos parámetros sobre la microdureza de las películas de OAA (b).

Referencias

- [1] G.D Sulka, Nanostructured Materials in Electrochemistry, 2008, Ali Eftekhari (ed.), WILEY-VCH Verlag GmbH & Co.
- [2] R. Beri, M. Kumar Kushwaha, N. Grover, Review on Studies of Mechanical Properties of Anodized Alumina Oxide. International Research Journal of Engineering and Technology, 4:7, 2017, 778-782.
- [3] F.A. Bruera, G.R. Kramer, M.L. Vera, A.E. Ares, Selección de pretratamientos superficiales para la síntesis de recubrimientos anódicos nanoestructurados de Al 1050, 6º Encuentro de Jóvenes Investigadores en Ciencia y Tecnología de Materiales - JIM 2017, T06.05, 547-550.