

Caracterización morfológica de películas de óxido de aluminio anódico obtenidas en ácido sulfúrico como electrolito

F. A. Bruera^(a), G. R. Kramer^(a), M. L. Vera^(a), A. E. Ares^(a)

^(a) Instituto de Materiales de Misiones (IMaM-CONICET), Facultad de Ciencias Exactas, Químicas y Materiales (FCEQyN), Universidad Nacional de Misiones (UNaM), Posadas, Misiones, Argentina.

Autor principal: brueraflorencia@gmail.com

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 [1]. En general, la mayoría de los investigadores que estudian la anodización de aluminio utilizan aluminio de alta pureza y electrolitos a bajas temperaturas (en el rango de 0–5 °C), para reducir la disolución del óxido. En el presente trabajo se utilizó la aleación Al 1050 (99,5% Al) para sintetizar óxido de aluminio anódico (OAA), empleando como electrolito ácido sulfúrico en diferentes concentraciones, variando la temperatura del electrolito y el voltaje de anodización, con el objetivo de relacionar la influencia combinada de estas variables en las características morfológicas de las películas de OAA, como el ordenamiento de la matriz de poros, el diámetro de poro (\overline{dp}), la distancia interporo (\overline{di}) y la densidad de poro ($\overline{\rho}$).

La preparación superficial del sustrato Al 1050 previo al anodizado, se llevó a cabo realizando en forma sucesiva las siguientes etapas: 1-desbaste, 2-pulido, 3-electropulido y 4-ataque químico.

Se realizaron anodizaciones en dos pasos iguales durante 1 h cada una, en solución de ácido sulfúrico (S) 0,3 y 2 M, a las temperaturas (T) de 5, 10, 20 y 30 ± 2 °C, a voltajes (V) 10, 12, 15 y 20 V. 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, mientras que el ordenamiento de poros se evaluó a través de las Transformadas Rápidas de Fourier (*Fast Fourier Transform, FFT*) [1].

En la Figura 1 se presentan micrografías MEB de películas nanoestructuradas obtenidas en diferentes condiciones. En la Figura 2 (a) y (b) se muestra la influencia de los parámetros de síntesis anódica sobre los parámetros morfológicos \overline{dp} y $\overline{\rho}$. Dependiendo de las condiciones de anodización utilizadas, se obtuvieron recubrimientos nanoporosos de óxido de aluminio con \overline{dp} entre 15,8 y 34,2 nm, \overline{di} entre 26,5 y 56,0 nm y $\overline{\rho}$ entre 1,3x10¹¹ y 3,7x10¹⁰ poros/cm². El análisis de las imágenes MEB de las películas de OAA y sus respectivas *FFT* mostraron un incremento en el ordenamiento de la matriz de poros a medida que aumentan la temperatura y el voltaje de anodizado para ambas concentraciones de ácido sulfúrico, obteniéndose el mejor ordenamiento en ácido sulfúrico 0,3 M a 30 °C y 20 V.

La variación del \overline{dp} con la concentración, la temperatura y el voltaje no fue significativa para las condiciones de síntesis evaluadas, mientras que \overline{di} aumentó significativamente con el voltaje de anodizado, independientemente de la temperatura y concentración del electrolito, aproximándose a una relación directamente proporcional. Por otra parte, la variación de $\overline{\rho}$ con el voltaje fue inversamente proporcional, identificándose una mayor densidad de poros con la menor concentración de ácido sulfúrico y las temperaturas más bajas.

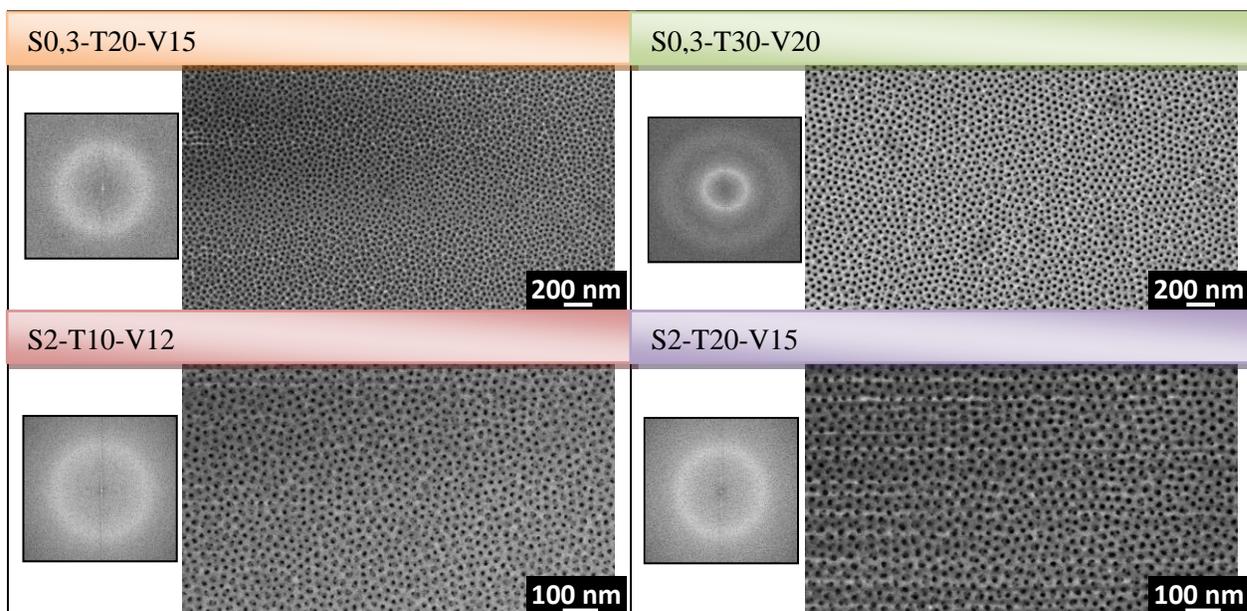


Figura 1. Micrografías MEB de los recubrimientos anodizados en ácido sulfúrico a diferentes concentraciones, temperaturas y voltajes y sus respectivas Transformadas Rápidas de Fourier.

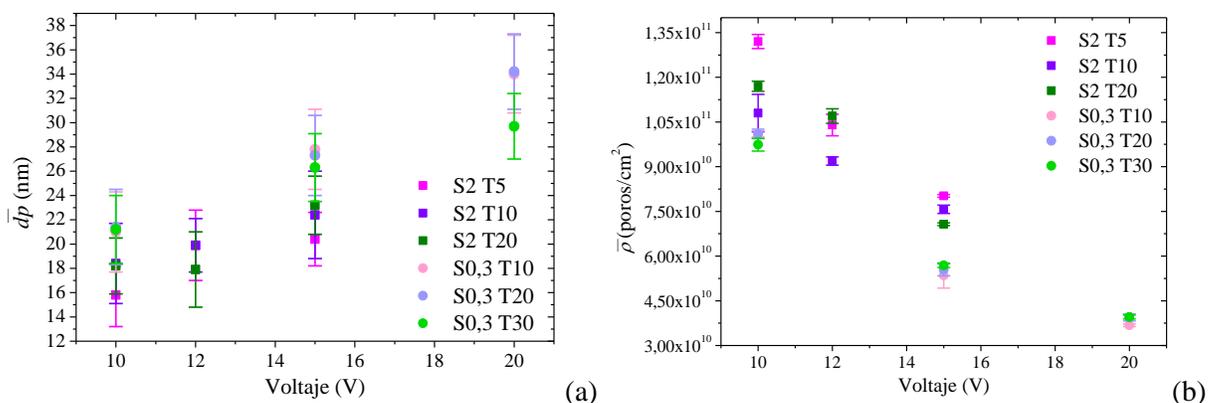


Figura 2. Influencia de los parámetros de síntesis anódica sobre el diámetro de poro promedio (a) y la densidad de poro promedio (b) de los recubrimientos nanoestructurados de óxido de aluminio.

Palabras claves: Nanoestructuras, oxidación anódica, ácido sulfúrico, Al 1050

Área de interés: Tópico 16, Materiales nanoestructurados

Tipo de presentación: Oral () Poster (X)

Referencias:

[1] Sulka, G.D. Highly ordered anodic porous alumina formation by self-organized anodizing. Nanostructured Materials in Electrochemistry, 2008, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA (ed.).