

MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM) APLICADA AL ESTUDIO MORFOLÓGICO DE ALUMINIO ANODIZADO

Diego E. Boldrini (1), Gonzalo Vela (2), María J. Yañez (3), Gabriela M. Tonetto (1).

(1) Planta Piloto de Ingeniería Química (UNS-CONICET), Camino "La Carrindanga" Km 7 E2, CP 8000, Bahía Blanca, Argentina. (2) Departamento de Ingeniería Química (UNS), Av. Alem 1253, CP 8000, Bahía Blanca, Argentina. (3) Centro Científico Tecnológico de Bahía Blanca (CONICET), Camino La Carrindanga Km 7 E3, CP 8000, Bahía Blanca, Argentina.
Email: dboldrini@plapiqui.edu.ar

Desde hace ya algún tiempo, los catalizadores monolíticos han sido una de las más relevantes aplicaciones en lo que hace a los reactores y procesos catalíticos. Además, mediante el proceso electroquímico de anodizado, el aluminio puede ser recubierto con una capa de alúmina con propiedades muy adecuadas para ser usada como soporte catalítico, tales como: tamaño de poros, forma y longitud similares, distribución de poros monodispersa, poros cerrados por un lado y sin ramificaciones [1]. En el presente trabajo se utilizó la Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) como herramienta de estudio a fin de explorar las características morfológicas superficiales de aluminio anodizado. Se evaluó el efecto de las diferentes variables involucradas en el proceso sobre la porosidad de las muestras obtenidas. Mediante el estudio desarrollado se buscó identificar las condiciones operativas del proceso de anodizado que conduzcan a superficies aplicables a usos catalíticos, es decir, poros definidos y de tamaño regular. Las muestras se prepararon por anodizado a partir de una aleación de aluminio ALUAR A1050 de 0.1 mm de espesor de acuerdo a lo reportado por [2]. Se trataron láminas de aluminio mediante el proceso electroquímico de anodizado anódico cubriendo el siguiente rango de variables no reportado anteriormente: Concentración=1.5-2.5 M; Temperatura=303-323 K; Voltaje=10-20 V; Tiempo=30-90 min. Para el estudio por SEM, las muestras se metalizaron con Au en un sputter coater (SPI). Se utilizó un Microscopio Electrónico de Barrido (SEM), LEO, EVO 40-XVP operado a 15kV y una magnificación de 80000x. A partir de las características morfológicas observadas en cada muestra se pudo determinar el rango de variables óptimo a fin de obtener superficies aptas para un uso catalítico. Se realizó un diseño factorial 2^4 con dos repeticiones en el punto central variando las condiciones del proceso en el siguiente rango: Concentración de electrolito=1.5-2.5 M (ácido oxálico); Temperatura=303-323 K; Voltaje=10-20 V; Tiempo=30-90 min. Las Imágenes 1 a 6 muestran las características de las superficies donde se puede apreciar el efecto generado por las diferentes variables involucradas en el proceso de anodizado. En las Imágenes 1 y 4 se puede observar como al aumentar el factor tiempo el diámetro de poros se incrementa [3]. Por su parte, el aumento en la concentración produce un mayor número de poros de tamaño aproximado [3], comportamiento que puede observarse al comparar las Imágenes 1 y 5. El efecto de la temperatura sobre la conductividad del electrolito produce un mayor número de poros con un diámetro mayor al aumentar la capacidad de disolución del ácido [3], como se observa en las Imágenes 1 y 3. Por su parte, a mayor voltaje utilizado, la densidad de poros disminuye generando un incremento en la corriente que atraviesa cada poro y en el calor desprendido, lo que explicaría un eventual incremento en el tamaño de los poros [3]. Al comparar las Imágenes 1 y 2 se observa el comportamiento descrito anteriormente. La Imagen 6 muestra el efecto generado al aumentar tanto la concentración como el tiempo respecto al ensayo correspondiente a la Imagen 1. El aumento en la resistencia óhmica provocado por el incremento en el espesor de la capa junto a la mayor capacidad de disolución del ácido (mayor concentración) ocasionan una desestabilización de la estructura de los poros formándose así cráteres sobre la superficie del óxido [3].

4° Congreso de la Asociación Argentina de Microscopía (SAMIC 2016)

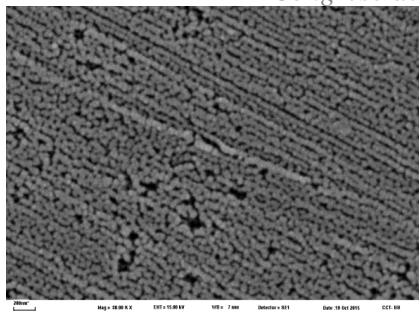


Imagen 1. Ensayo: 1.5 M,
303 K, 10 V, 30 min.

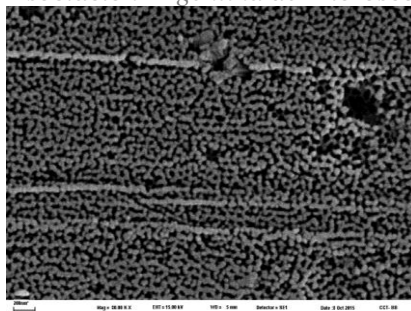


Imagen 3. Ensayo: 1.5 M,
323 K, 10 V, 30 min.

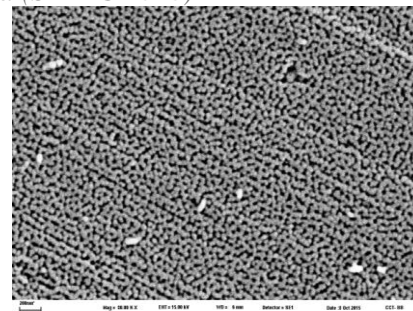


Imagen 5. Ensayo: 2.5 M,
303 K, 10 V, 30 min.

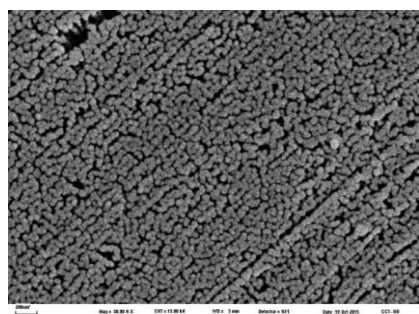


Imagen 2. Ensayo: 1.5 M,
303 K, 20 V, 30 min.

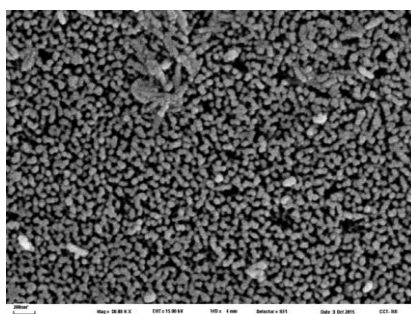


Imagen 4. Ensayo: 1.5 M,
303 K, 10 V, 90 min.

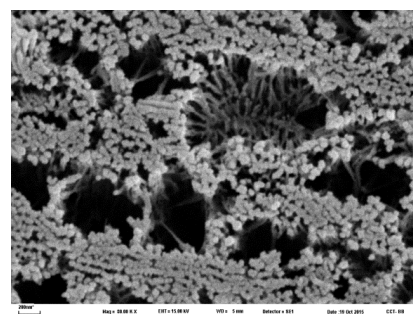


Imagen 6. Ensayo: 2.5 M,
303 K, 10 V, 90 min.

Mediante el uso de SEM se pudieron determinar las variables operativas del proceso que producen superficies adecuadas para su uso como material catalítica. Por su parte se encontró que al utilizar los valores más altos de las variables exploradas, se genera la ruptura de la superficie, pudiendo descartar de esta manera este rango operativo en función del objetivo planteado.

REFERENCIAS

- [1] Honicke, D. (1983) "Formation of an Al_2O_3 -Coated Catalyst With a Metallic Core by Anodic Oxidation of Aluminum" *Appl. Catal.*, 5(2):179-198.
- [2] Sánchez Morales J.F., Boldrini D.E., Tonetto G.M., Damiani D.E. (2011) "Palladium catalyst on anodized aluminum monoliths for the partial hydrogenation of vegetable oil" *Chem. Eng. J.* 167(1):355-361.
- [3] Sanz, O., Echave F.J., Odriozola J.A., Montes M. (2011) "Aluminum anodization in oxalic acid: controlling the texture of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Al}$ monoliths for catalytic applications" *Ind. Eng. Chem Res.* 50(4):2117-2125.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a la Universidad Nacional del Sur (UNS), a la Agencia Nacional de Promoción Científica y Tecnológica (ANPCyT) y al Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas (CONICET) por el soporte financiero.