

## CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA DE PELÍCULAS ANÓDICAS CRECIDAS SOBRE AL 2024-T3 MEDIANTE EL USO DE CORRIENTE DIRECTA

**Morphological characterization of anodic films formed on 2024-t3 aluminium alloy by means of the dc technique to different current densities.**

### RESUMEN

Se presenta la técnica de corriente directa (DC) para obtener películas de  $Al_2O_3$  sobre aluminio 2024-T3 a diferentes densidades de corriente usando soluciones de  $H_2SO_4$ . Para obtener las películas, se trabajó con concentración del electrolito del 15% v/v, temperatura de 20°C, pH=5, durante 30 minutos. Monitoreando el potencial anódico mediante software en LabVIEW. Las películas se caracterizaron por microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido (MEB) y con difracción de rayos X (DRX). Los resultados muestran la influencia de la densidad de corriente en la formación de películas de óxido más densas y con tamaño de grano más fino.

### PALABRAS CLAVES:

DC, Densidad de corriente, DRX, Película anódica, Tamaño de grano

### ABSTRACT

*Shows up the technique of direct current (DC) to obtain films of  $Al_2O_3$  on aluminum 2024-T3 to different current densities using solutions of  $H_2SO_4$ . To obtain the films, you work with concentration of the electrolyte of 15% v/v, temperature of 20°C, pH=5, during 30 minutes. The anodic potential are checking through software LabVIEW. The films were characterized by optical microscopy and, Scanning electronic microscopy (SEM) and with diffraction of X rays (DRX). The results show the influence of the current density in the formation of oxide denser and with size of more fine.*

### KEYWORDS:

*Anodic film, Current density, DC, DRX, Grain size.*

### ARIEL CAMARGO

Estudiante Física  
Universidad Pedagógica y  
Tecnológica de Colombia  
ariel26\_46@yahoo.com

### WILLIAM APERADOR

Estudiante Doctorado  
Universidad del Valle  
wiapch@yahoo.es

### ALEJANDRA RIOS ROJAS

Estudiante Maestría  
Universidad Pedagógica y  
Tecnológica de Colombia  
alejandra\_rios\_rojas@yahoo.es

### CESAR ORTIZ

Físico, M.Sc.  
Profesor asistente  
Universidad Pedagógica y  
Tecnológica de Colombia  
cesaroti@tunja.uptc.edu.co

### ENRIQUE VERA

Físico, Ph.D  
Profesor Asociado  
Universidad Pedagógica y  
Tecnológica de Colombia  
evera@tunja.uptc.edu.co

## 1. INTRODUCCIÓN

La electrodeposición de metales es un proceso que busca alterar las características superficiales de un material, por lo cual ha sido ampliamente empleado para mejorar propiedades mecánicas, proteger diferentes tipos de piezas de agentes corrosivos y para obtener superficies metálicas con acabados superficiales específicos [1], [2] y [3].

La oxidación anódica es un proceso electrolítico mediante el cual se origina una capa de óxido sobre la superficie del aluminio, con la intervención de una fuente externa de corriente eléctrica. Usualmente el sistema está formado por dos electrodos de aluminio conectados a una fuente de corriente continua. En medios ácidos, cuando pasa la corriente, en lugar de que el oxígeno se libere en

el ánodo como un gas, se combina con el aluminio para formar una capa de óxido de aluminio poroso. [4]

La técnica de corriente directa permite mejorar las propiedades anticorrosivas de la aleación de aluminio 2024-T3, influenciada por la densidad de corriente aplicada.

## 2. METODOLOGÍA

Como sustrato se emplearon láminas de aluminio 2024-T3 de 2 cm<sup>2</sup> de área, preparadas previamente a brillo espejo, desengrasadas por inmersión en alcohol y decapado en hidróxido de sodio al 5% p/v a 60°C durante 30 s, seguido del lavado con agua desionizada e inmerso en ácido nítrico 50% v/v a temperatura ambiente durante 60s y finalmente lavado con agua desionizada y secado

con aire caliente. Como electrolito fue empleada una solución de  $H_2SO_4$  al 15% v/v, durante 30 minutos a temperatura de  $20^\circ C$ , las densidades de corriente empleadas son: 10, 15 y  $20 \text{ mA/dm}^2$ . Se utilizó una fuente de corriente constante y se llevó a cabo un monitoreo del potencial anódico mediante un software elaborado en LabVIEW el cual nos permite manejar para metros como: Tiempo de proceso (t) y corriente usada en este (J).

La caracterización por microscopía electrónica de barrido se realizó en un equipo Leo Electrón Microscopy modelo 430 y por microscopía óptica mediante el microscopio para materiales Axiotech vario. Para los análisis de DRX se empleó un Difractómetro PANalytical PW3072.

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 3.1. Microscopía óptica.

La microscopía óptica se empleó para observar la topografía del recubrimiento. En la figura 1 se muestra el estado superficial del recubrimiento para la aleación Al 2024-T3 sin tratamiento superficial, con decapado y anodizado con las tres densidades de corriente empleadas para el estudio.

El proceso de decapado de la figura 1b permite observar, al comparar con las demás figuras (1c, 1d y 1e) que este proceso es el que define la morfología superficial de la película crecida.

Se pudo comprobar que el trabajo con este tipo de aleación 2024-T3 es complicado debido a que presenta fácilmente picaduras (fig. 1a) respecto a otras aleaciones de aluminio [5].

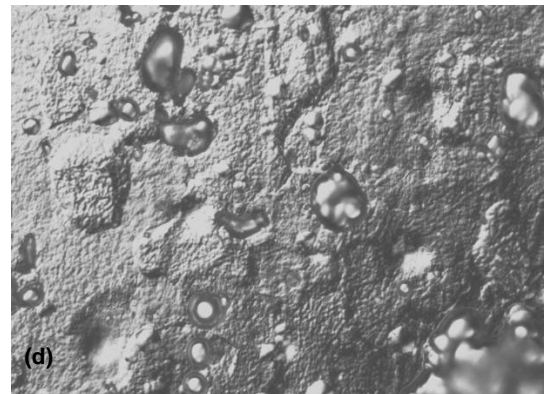
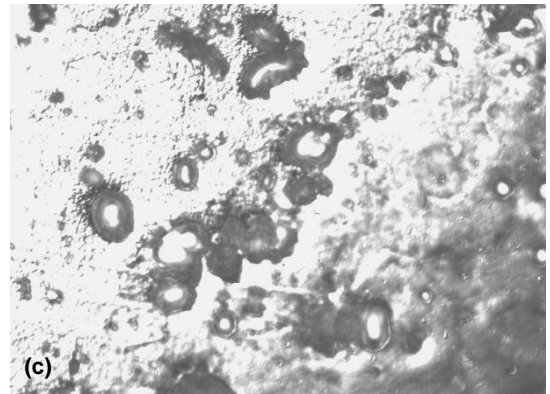
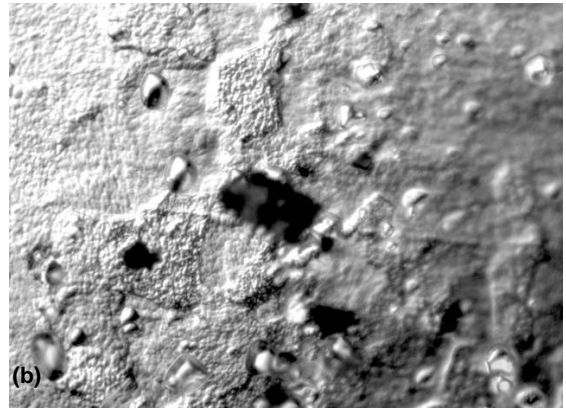


Figura 1. Estado superficial. (a) Blanco, (b) decapado, (c) 10mA/cm<sup>2</sup>, (d) 15mA/cm<sup>2</sup> y (e) 20mA/cm<sup>2</sup>. 500X.

Además al trabajar con decapado superficial ácido se ocasiona un daño superficial moderado, que influye en la morfología y espesor del anodizado esto se puede observar al comparar las figuras 1a, b, c y d, ya que en las zonas en que se presentan picaduras se observan depresiones en la película [6].

Se puede conservar en la figura 1 como la superficie cambia a medida que se aumenta la densidad de corriente aplicada, siendo más uniforme al emplear 20mA/cm<sup>2</sup>.

### 3.2. Microscopía electrónica de Barrido

Mediante MEB se pudo confirmar la presencia de zonas en las cuales no hubo un buen crecimiento de la película anódica, como ya se dijo debido a la presencia de picaduras. También se puede observar zonas de crecimiento homogéneo y ampollas de hidróxido debidas al proceso de electrólisis (figura 2) [6].

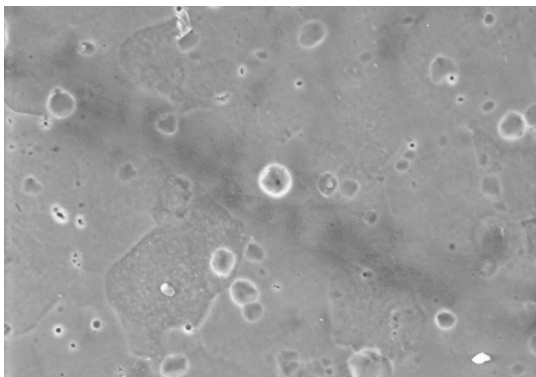


Figura 2. SEM a 2000X de una zona de la película anódica. (15mA/cm<sup>2</sup>).

Para determinar el espesor de las películas crecidas se procedió a realizar un corte transversal, debido a la fragilidad de la película, se realizo un recubrimiento con Cu.

DENSIDAD mA/cm <sup>2</sup>	ESPESOR μm (promedio)
10	6.32
15	7.65
20	11.25

Tabla 1. Espesor de las películas crecidas sobre Al 2024-T3.

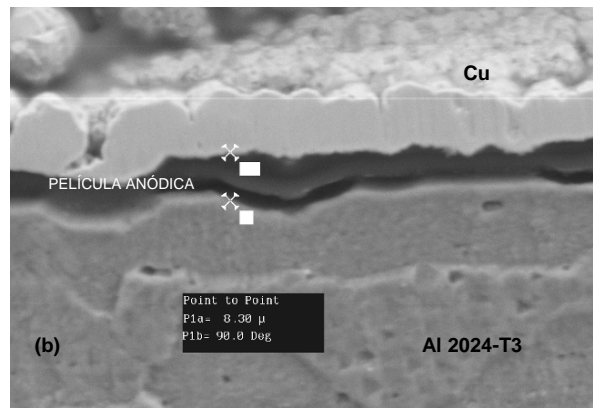
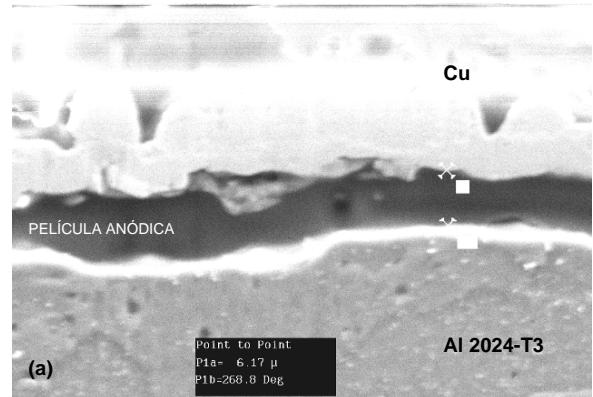


Figura 3. Micrografías a 5000X de las películas crecidas. (a) 10mA/cm<sup>2</sup>, (b) 15mA/cm<sup>2</sup> y (c) 20mA/cm<sup>2</sup>.

En la figura 3 se observan las micrografías de las películas para cada densidad empleada. En la tabla 1 se muestra el promedio de los espesores para las películas. Se puede notar que a medida que se incrementa la densidad de corriente el espesor aumenta, manteniendo un tiempo de proceso fijo de 30s.

### 3.3. Monitoreo del potencial anódico.



Figura 4. Diagrama esquemático del software usado para la adquisición de datos.

El monitoreo del potencial anódico se llevo a cabo mediante el software esquematizado en la Figura 4. El comportamiento del potencial anódico respecto a la densidad de corriente aplicada a la celda electroquímica, nos da una idea de la morfología de la película en la cual se observan tres etapas como se muestra en la figura 5.

El registro del comportamiento voltaje-tiempo durante el anodizado a corriente constante, que lleva al desarrollo de películas porosas, se caracteriza por poseer tres zonas particulares como se observa en la figura 5. En la primera etapa, que corresponde al comienzo del anodizado, el voltaje aumenta en forma aproximadamente lineal con el tiempo, hasta llegar a un máximo. De acuerdo a la evidencia experimental informada en literatura, la etapa 1, correspondería a la formación de la capa barrera. [7]

En la segunda etapa, hay una reducción del voltaje, que se asocia a una baja en la resistencia iónica del óxido debido a la formación de los poros. En la tercera etapa, que corresponde al estado estacionario, existe un equilibrio dinámico entre el crecimiento de la película y la disolución asistida por el campo eléctrico en la base del poro, manteniéndose el equilibrio de tal manera que sólo los poros mayores continúen propagándose durante el crecimiento de la película anódica porosa y la capa barrera de ésta, mantenga un espesor constante.

Tanto el voltaje máximo como el voltaje del estado estacionario, dependen de la densidad de corriente aplicada, la temperatura y el tipo de electrolito ácido. [7]

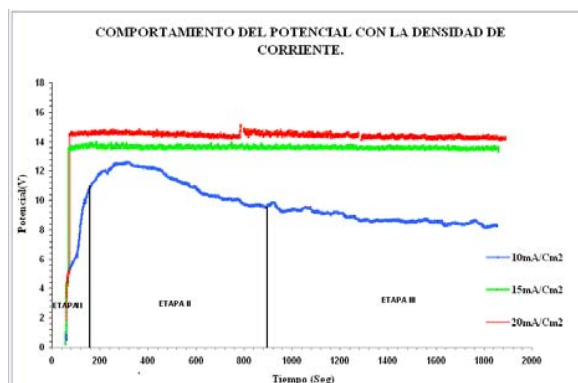


Figura 5. Comportamiento de voltaje en función del tiempo, durante el anodizado a corriente constante, en la formación de películas tipo porosas. Etapa I: formación de capa barrera, Etapa II: formación de poros y Etapa III: equilibrio dinámico entre la formación y disolución del óxido en la base del poro.

### 3.4. Difracción de Rx

Los difractogramas se realizaron en un difractómetro con radiación  $K_{\alpha 1}$  del cobre Cu, cuya longitud de onda es  $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$ , 40 mA y 40 KV la identificación de las fases se llevó a cabo comparando la posición de los picos de difracción y su intensidad relativa con una base de datos ASTM, usando la versión 1.1 del software X'PERT PRO. Además el equipo lo usamos en la modalidad de película delgada, en donde los ángulos son muy bajos para que la radiación no penetre hasta el sustrato.

Los barridos  $2\theta$  y un ajuste mediante el método Rietveld, que es en esencia una simulación de todo el perfil difractométrico, mostraron que el componente principal de las películas es óxido de aluminio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), se nota como a medida que se aumenta la densidad de corriente, la intensidad de los picos en el difractograma aumenta. Este aumento en la intensidad es debido a un mejor ordenamiento de la estructura cristalina. En la figura 6 se puede observar el difractograma para las tres densidades de corriente empleadas.

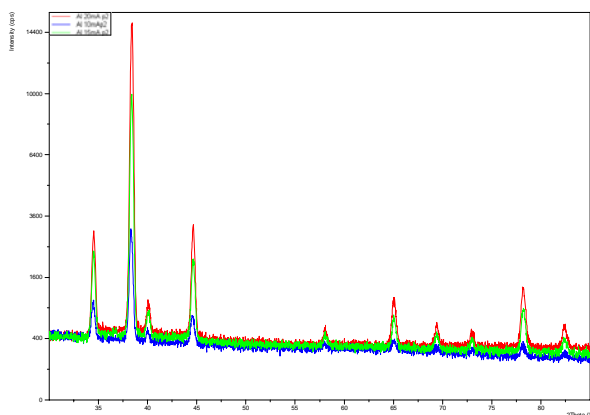


Figura 6. Difractograma DRX de las películas anódicas, rojo 20mA/Cm<sup>2</sup>, verde 15mA/Cm<sup>2</sup> y azul 10mA/Cm<sup>2</sup>.

Para la estimación del tamaño cristalino se puede utilizar la fórmula de Scherrer  $t = 0.9\lambda / B \cos(B_{\max})$ , donde  $t$  es el tamaño del cristalito,  $\lambda$  es la longitud de onda utilizada,  $B$  es la anchura del pico y  $B_{\max}$  es el Angulo de Bragg [8].

Con respecto al tamaño de grano calculado como se menciona anteriormente, podemos decir que es más grande cuando el ancho de banda es más estrecho (Afinado) y más pequeño cuando el ancho de banda es más amplio, en este caso el tamaño de grano se hace más pequeño a medida que aumenta la densidad de corriente aplicada en el proceso de obtención de la película como de observa en la figura 6 [9].

#### 4. CONCLUSIONES

El análisis por microscopía óptica permite establecer que la morfología presentada en la aleación, después del tratamiento de decapado influye notablemente en la formación de las películas anódicas. Y que la presencia de picaduras común en esta aleación afecta el espesor de la misma.

La densidad de corriente empleada para el proceso es un factor fundamental para el control del espesor de la película, lo cual es de gran interés a nivel industrial. Siendo mayor su valor a medida que se aumenta la densidad de corriente.

El comportamiento del potencial esta directamente relacionado con la densidad de corriente aplicada en el proceso, es decir un aumento en la densidad de corriente ocasiona un aumento en el potencial.

La difracción de RX permitió estimar de forma aproximada el tamaño de grano de las películas anódicas, observándose que la película con tamaño de grano más fino es la obtenida con una densidad de corriente de 20 mA/cm<sup>2</sup> y un mayor tamaño de grano para la película de 10mA/cm<sup>2</sup>.

#### BIBLIOGRAFÍA

- [1] F. Lowenhweim, *Modern Electroplating*, 2ª ed. John Wiley & Sons, New York, 1963.
- [2] A.M. El-Sherik, U. Erb, J Page, *Surf Coat Techn.*, 1996, 88, 70.
- [3] Kh. Youssef, C. Koch, P Fedkiw, *Corrosion Science*, 2004, 46, 51.
- [4] Lizarbe, R., *Oxidación anódica, coloración y sellado del aluminio, Teoría y Práctica de la Lucha Contra la Corrosión, Consejo Superior de Investigaciones Científicas (C.S.I.C.)*, 1ª Edición, Grafimad.S.A., Madrid, (1984).
- [5] J.D. Gorman, A.E. Hughes b, D. Jamieson, P.J.K. Paterson, *Oxide formation on aluminium alloys in boiling deionised water and NaCl, CeCl3 and CrCl3 solution*, *Corrosion Science*, 2003, 1103-1124.
- [6] G. E. Thompson and G. C. Wood, *Corrosion Aqueous Processes and passive Films, Treatise on Material Science and Technology*, V 23, Ed. J.C. Scully, Academic Press Inc., London, (1983), p. 205.
- [7] N. VALENCIA, *Estudio del Efecto del Anodizado en Aleaciones de Aluminio 7075 T735*, Tesis de Ingeniero Aeronáutico, Academia Politécnica Aeronáutica Cap. III, (2003), pp 27, 65, 116.
- [8] B.D. Cullity, *Elements of X-Ray Diffraction*, addison-wesley publishing company, Third edition, Pág 99, 1967
- [9] A. Camargo, W. Aperador, C. Ortiz, E. Vera, *Caracterización mediante difracción de rayos x de electrorecubrimientos Cu/Cd sobre sustratos de zamak obtenidos con las técnicas DC, PDC y PRC*, *Revista colombiana de Física*, Vol.38, Nº.2, 2006.