



# Quantitative Analysis of Nanoporous Anodic Alumina Ordering Obtained with Different Anodizing Potentials

*Análisis cuantitativo del ordenamiento de alúmina anódica nanoporosa obtenida a diferentes potenciales de anodizado*

Sara María Aguilar-Sierra\* <sup>1</sup>, Félix Echeverría-Echeverría <sup>2</sup>

<sup>1</sup>Universidad Católica Luis Amigó, Grupo de Investigación Sistemas de Información y Sociedad del Conocimiento SISCO, (Medellín, Colombia), <sup>2</sup>Universidad de Antioquia, Centro de Investigación, Innovación y Desarrollo de Materiales CIDEMAT (Medellín, Colombia).

Correspondence email: sara.aguilarsi@amigo.edu.co

Recibido: 17/04/2020. Modificado: 21/11/2020. Aceptado: 26/11/2020.

## Abstract

**Context:** Nanoporous anodic alumina is a material of great interest due to its low density, high aspect ratio, and because it is possible to obtain highly ordered structures from it. In the last decades, researchers have focused on controlling the morphological characteristics of fabricated porous structures, particularly regarding their ordering. Recently, characterization of the ordering of these structures has started to migrate from qualitative to quantitative methods, leading to the development of more precise characterization tools.

**Method:** In this work, the ordering of the nanoporous anodic alumina (NAA) fabricated in oxalic acid 0,3 M was evaluated. Fast-Fourier transform was used to analyze the effect of anodizing potential in porous ordering. The regularity ratio was calculated based on the Fast-Fourier-transformed images generated from the top scanning electron microscopy (SEM) images of the obtained NAA samples.

**Results:** It was observed that increasing the anodizing potential decreases the regularity ratio for the evaluated potentials. Additionally, it was found that morphological characteristics such as pore diameter and interpore distance increase with the anodizing potential.

**Conclusions:** Highly ordered structures can be obtained through pure aluminum anodizing in 0,3 M oxalic acid at 40 V, 50 V, and 55 V. The regularity ratio is a useful instrument for the quantitative characterization of the ordering level of NAA structures. The NAA ordering level can be related with its properties, and then with NAA applications. The understanding of the anodizing potential effect on porous alumina ordering provides tools to improve the design of NAA-based devices.

**Keywords:** Nanoporous anodic alumina, regularity ratio, Fast-Fourier transform, ordering

**Acknowledgments:** The authors would like to thank Universidad Católica Luis Amigó for funding project number 57156, as well as Colciencias and Universidad de Antioquia (contract number 0636-2013).

**Language:** Spanish

Open access



Cite this paper as: Aguilar-Sierra, S. M., Echeverría, F.: "Análisis cuantitativo del ordenamiento de alúmina anódica nanoporosa obtenida a diferentes potenciales de anodizado", Ingeniería, Vol. 26, Num. 1, pp. 15-24 (2021).

© The authors; reproduction right holder Universidad Distrital Francisco José de Caldas.

<https://doi.org/10.14483/23448393.16164>

### Resumen

**Contexto:** La alúmina anódica nanoporosa es un material de gran interés debido a su baja densidad, alta relación de aspecto y a que es posible obtener estructuras altamente ordenadas de ella. En las últimas décadas, los investigadores han concentrado sus esfuerzos en controlar las características morfológicas de los arreglos de poros fabricados, particularmente su ordenamiento. Recientemente, se empezó a mirar la caracterización del ordenamiento de las estructuras de cualitativa a cuantitativa, conllevando esto al desarrollo de herramientas de caracterización más precisas.

**Método:** En este trabajo se evaluó el efecto del potencial de anodizado en el ordenamiento de alúmina anódica nanoporosa (AAN) fabricada en ácido oxálico al 0,3 M. Se empleó la transformada rápida de Fourier (TRF) como herramienta para cuantificar el ordenamiento de la AAN fabricada. Los valores del grado de ordenamiento se obtuvieron mediante el cálculo del radio de regularidad basado en las imágenes obtenidas de las TRF generadas a partir de las imágenes superficiales de microscopía electrónica de barrido (MEB) de las muestras de AAN.

**Resultados:** Se observó que a medida que el potencial de anodizado aumenta, el radio de regularidad disminuye para los potenciales evaluados. Adicionalmente, se evidenció que el diámetro de poro y la distancia entre poros aumentan con el potencial de anodizado.

**Conclusiones:** Estructuras altamente ordenadas pueden ser obtenidas mediante el anodizado de aluminio puro en ácido oxálico al 0,3 M a 40 V, 50 V y 55 V. El cálculo del radio de regularidad representa un valioso instrumento para la caracterización cuantitativa del ordenamiento de las estructuras de AAN. La determinación del grado de ordenamiento de la AAN se relaciona con sus propiedades y por lo tanto con su aplicación. La comprensión del efecto del potencial de anodizado en el ordenamiento de los poros de alúmina proporciona herramientas para mejorar el diseño de dispositivos basados en la AAN.

**Palabras clave:** Alúmina anódica nanoporosa, radio de regularidad, transformada rápida de Fourier, ordenamiento.

**Agradecimientos:** Los autores agradecen a la Universidad Católica Luis Amigó por la financiación del proyecto número: 57156 y a Colciencias y la Universidad de Antioquia, con el número de contrato: 0636-2013.

**Idioma:** Español

## 1. Introducción

La alúmina anódica nanoporosa (AAN) se ha convertido en una de las plataformas más utilizadas para producir varias nano-estructuras para aplicaciones en dispositivos magnéticos, electrónicos y ópticos [1]–[3]. Además, AAN es una plataforma adaptable para varios propósitos: obtención de sensores químicos y ópticos [4], aplicaciones biomédicas [5], [6], almacenamiento de energía [7], cristales fotónicos [8], catálisis [9], [10], como reflector Bragg [11], sistemas de liberación de medicamentos [12], entre otros. La AAN se caracteriza por una estructura en forma de panal de abejas con arreglos de poros empaquetados inscritos en celdas columnares hexagonales [1], [13], [15], este alto grado de ordenamiento se ha convertido en una de las características más sobresalientes de la AAN, por lo que los esfuerzos de los investigadores se han concentrado en fabricar estructuras cada vez más ordenadas [16]. Masuda y Fukuda [17] reportaron por primera vez el anodizado en dos pasos, en un proceso mediante el cual obtuvieron estructuras de AAN altamente auto-ordenadas. Posteriormente, Masuda y coinvestigadores, establecieron que existe un régimen de auto-ordenamiento que aplica para cada tipo de electrólito ácido [13], [17], [18]. Otros factores

reportados como influyentes en el auto-ordenamiento de la AAN son la necesidad de superficies planas [19] y la regla del 10 % de porosidad propuesta por Nielsch *et al.* [20] para estructuras ordenadas. Otros investigadores han obtenido estructuras altamente ordenadas con porcentajes de porosidad diferentes al 10 % [21]–[23].

A lo largo de los años, las investigaciones de la AAN no solo se han centrado en producir arreglos de poros altamente ordenados, sino también en comprender el efecto de los parámetros del proceso de anodizado en las características morfológicas de las capas de AAN fabricadas y por lo tanto en sus propiedades. Se ha determinado que características morfológicas de la AAN como el diámetro de poro, la distancia entre poros y el espesor dependen directamente de los parámetros del proceso de anodizado como potencial, temperatura, tiempo de anodizado y electrolito [14], [24]–[28]. Se conoce que el potencial aplicado afecta principalmente el diámetro de poros y el segundo tiempo de anodizado influye directamente en el espesor de las capas obtenidas [24], [29].

La importancia del control de la forma de los poros de AAN y el grado de ordenamiento de las estructuras de AAN se observa en aplicaciones como los cristales fotónicos en los que se requieren estructuras porosas con altos grados de ordenamiento [30], ya que en los cristales fotónicos la longitud de onda de la luz es comparable con la periodicidad de la estructura, lo que resulta en un efecto de *band gap* fotónico [31]. También se ha reportado la influencia del ordenamiento de la AAN en su respuesta fotoluminiscente [32]. En otros estudios, se ha establecido la importancia de la geometría en los cálculos teóricos de los parámetros de reacciones de un sistema de catalizador monolítico [33]. Por lo tanto, la relevancia del ordenamiento de la AAN se evidencia con más claridad en el campo de la opto-electrónica [34] y la catálisis donde se hace de vital importancia contar con herramientas que proporcionen una caracterización más precisa de parámetros como el ordenamiento de las capas obtenidas para diseñar y fabricar dispositivos más exactos. Algunas de las estrategias que se han propuesto para caracterizar el ordenamiento de los arreglos de AAN incluyen métodos de coloración en la evaluación cuantitativa del ordenamiento de estructuras de AAN, empleando la función de distribución angular y la distribución de orientación angular [35], la función de autocorrelación [36] y el uso de herramientas como la transformada rápida de Fourier (TRF) que es común en el estudio de estructuras ordenadas y periódicas como arreglos porosos.

Se han utilizado varias estrategias para llevar a cabo los análisis de ordenamiento basados en las imágenes de TRF. Para el caso de las estructuras altamente ordenadas se ha planteado dibujar un perfil que atraviese los puntos brillantes observados en la TRF y posteriormente relacionar la intensidad máxima de dicha curva con el ancho del pico a la mitad de la altura [21], [37], [38]. En el caso de las estructuras con menor grado de ordenamiento, en las que no se observan puntos sino anillos concéntricos se ha propuesto obtener un promedio radial desde el centro de la TRF hacia el último anillo observado [39], [40]. Otros autores reportaron que el número de poros tiene influencia en los valores de radio de regularidad obtenidos y plantearon dividir el valor de radio de regularidad entre el número de poros [41]–[43]. Otros estudios revelaron que la intensidad y el ancho de los picos generados en el perfil trazado están altamente influenciados por el área superficial analizada y el número de poros [44]–[47], considerando el efecto del número de poros y del área analizada y no solo la intensidad y el ancho de pico medio de los perfiles generados a partir de las imágenes de las TRF, en las que la expresión que utilizaron para calcular el radio de regularidad (RR) es:

$$RR = \frac{H}{W_{1/2}} \frac{\sqrt{n}}{S^{3/2}} \quad (1)$$

Donde  $H$  es la intensidad del promedio radial,  $W_{1/2}$  es el ancho del promedio radial en la mitad de su altura,  $n$  es el número de poros en la imagen analizada y  $S$  es el área superficial analizada.

En el presente trabajo se analizó la TRF obtenida de las imágenes superficiales de microscopía óptica de barrido de muestras de AAN con diferentes grados de ordenamiento, producidas a diferentes potenciales de anodizado. Se generaron perfiles radiales a partir de las TRF y posteriormente se calculó el radio de regularidad considerando el área superficial analizada y el número de poros. Los análisis cualitativos de las características morfológicas de las muestras de AAN a partir de las imágenes de microscopía electrónica de barrido (MEB) y de las TRF se correlacionaron con los resultados cuantitativos obtenidos con el cálculo del radio de regularidad.

## 2. Materiales y métodos

Se emplearon sustratos de aluminio de alta pureza Al 5N (99,999 % puro de Metalmen). Antes del anodizado, los sustratos se recoció a 500 °C durante 5 min y luego se electropulieron en una solución Brytal modificada a 3 V y 80 °C durante 10 min [48].

El anodizado se realizó en ácido oxálico al 0,3 M a potenciales de 40 V, 50 V, 55 V, 60 V y 75 V. El primer anodizado se realizó durante 6 h a 5 °C, la remoción del óxido se hizo empleando una mezcla de ácido fosfórico al 6 % p/p y ácido crómico al 4,8 % p/p a 60 °C. El tiempo de remoción de la capa de óxido y el tiempo del segundo anodizado se especifican en la Tabla I. El segundo anodizado se llevó a cabo durante un tiempo tal que el espesor de todas las muestras se mantuviera alrededor de 9 μm; el espesor de las capas de AAN se determinó mediante imágenes transversales de microscopía óptica y MEB.

**Tabla I.** Condiciones de anodizado empleadas.

Potencial (V)	Tiempo de remoción del óxido (min)	2 <sup>do</sup> tiempo de anodizado (min)	Espesor (μm)
40	40	200	9,4 ± 0,6
50	50	105	8,9 ± 0,5
55	55	80	9,2 ± 0,8
60	70	65	8,6 ± 0,7
75	75	15	8,6 ± 0,5

El software ImageJ 1.51j8 [49] fue usado para la estimación del diámetro de poro ( $d_p$ ), la distancia entre poros ( $d_{int}$ ), la porosidad (%p) y el número de poros a partir de las imágenes de MEB. Los cálculos de radio de regularidad se llevaron a cabo de acuerdo con la ecuación (1). Las TRF de las imágenes superficiales de MEB se generaron y analizaron con el software WSxM 5.0 [50]. Para llevar a cabo el proceso de electropulido se empleó una fuente de poder marca Matsusada Precision VOL500-20 y para anodizar se empleó una fuente marca BK Precision 9185. Para la

caracterización morfológica de las muestras se utilizaron un Microscopio Electrónico de Barrido (termoiónico) JEOL-JSM 6490LV y un microscopio óptico marca Nikon Eclipse E200.

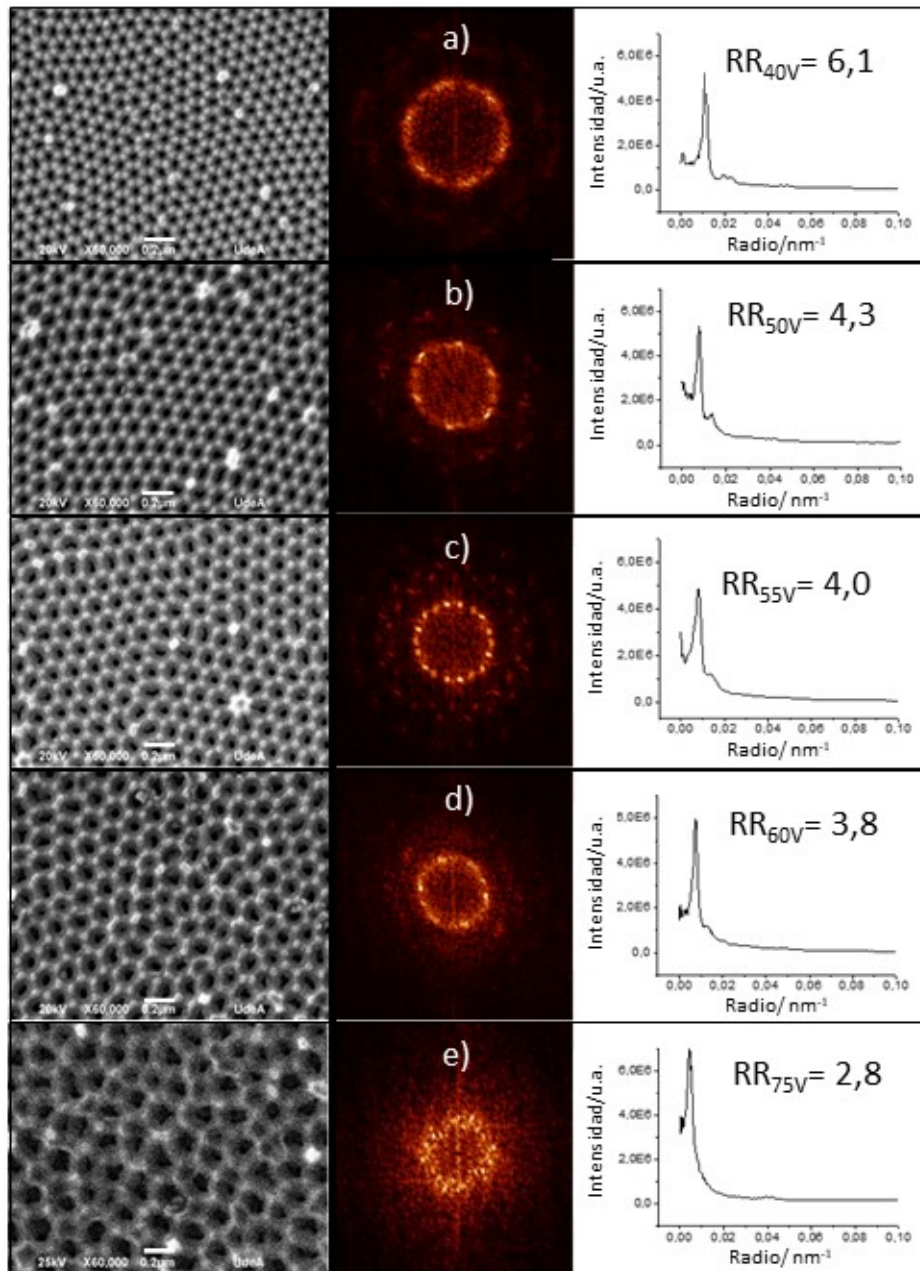
### 3. Resultados y discusión

En la Figura 1 se presenta el efecto del potencial de anodizado en el ordenamiento de las estructuras de AAN obtenidas. A la izquierda, las imágenes de MEB de las muestras de aluminio anodizadas en ácido oxálico a 40 V, 50 V, 55 V, 60 V y 75 V; las imágenes del centro corresponden a las TRF; a la derecha, los perfiles obtenidos del análisis radial de las TRF con los parámetros de corrección por área y número de poros. En las imágenes MEB puede observarse que de todos los potenciales se obtuvieron capas porosas de alúmina anódica, caracterizadas, en su mayoría, por arreglos hexagonales (40 V-60 V), a excepción de la muestra obtenida a 75 V. Se evidencia también que el tamaño de los poros aumenta con el potencial de anodizado y que, aparentemente, las muestras obtenidas a 60 V y 75 V tienen un menor grado de ordenamiento que las obtenidas a menores potenciales.

De las TRF puede observarse que todas las muestras presentan un anillo brillante, en ocasiones rodeado por hexágonos, puntos o halos. Se observa que el primer anillo, el más brillante de la TRF decrece en tamaño al aumentar el potencial. Las TRF de las muestras anodizadas a 40 V y 50 V (Figura 1 a y b) presentan seis puntos brillantes inscritos en el primer anillo exhibiendo la red hexagonal de la estructura anodizada. La TRF de la muestra de 55 V (Figura 1 c) presenta 18 puntos brillantes inscritos en el primer anillo. Por su parte, la muestra anodizada a 60 V (Figura 1 d) tiene un anillo brillante con un halo hexagonal difuso y, finalmente, la muestra anodizada a 75 V (Figura 1 e) presenta un anillo difuso.

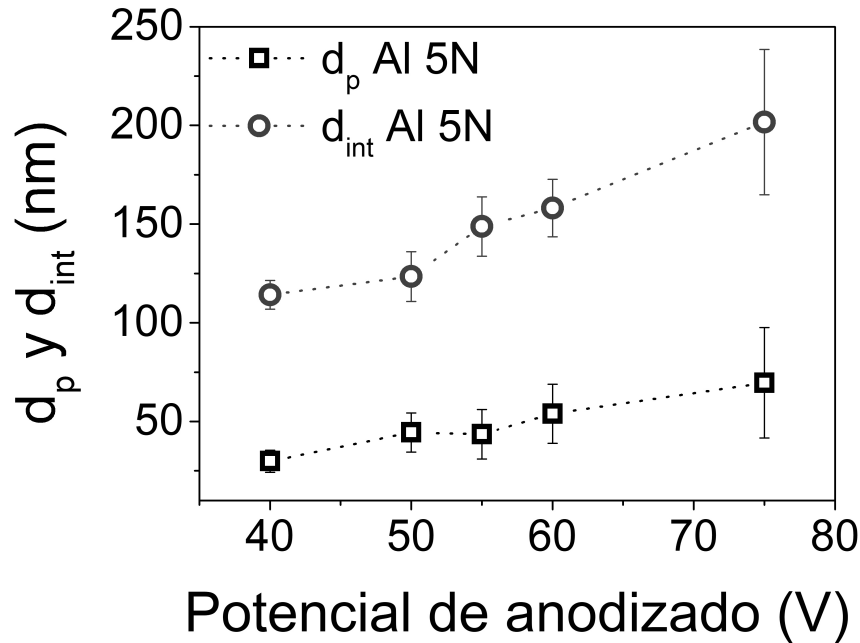
El tamaño del primer anillo observado en las TRF está inversamente relacionado con el tamaño de la estructura que se repite, que en este caso serán los poros. Por lo que puede decirse que a medida que aumenta el potencial de anodizado aumenta el diámetro del poro. El número de puntos brillantes se relaciona con la red de ordenamiento de la estructura analizada, siendo una estructura hexagonal para las muestras de 40 V y 50 V (Figura 1 a y b) que exhibieron seis puntos brillantes y tres estructuras hexagonales con distintas orientaciones para la muestra de 55 V (Figura 1 c) que presentó 18 puntos brillantes, puede decirse que la imagen analizada presentaba poros altamente ordenados en tres direcciones de orientación distintas. A medida que el primer círculo de la TRF se hace más difuso, el ordenamiento de la estructura es menor como se observa para la muestra de 75 V de la Figura 1 e. Se observa entonces que al aumentar el potencial de anodizado desde 40 V hasta 75 V se disminuye el RR. Estos resultados coinciden con el hecho de que el potencial de máximo ordenamiento para muestras de AAN fabricadas en ácido oxálico al 0,3 M es 40 V [13], [17], [18] y cualquier potencial de anodizado que se aleje de este generará estructuras menos ordenadas como lo reportado en el estudio realizado por Rao *et al.* [51] en el que concluyen que al disminuir el potencial desde 50 V hasta 20 V se observa un menor grado de ordenamiento.

En la Figura 2 se presenta el efecto del potencial de anodizado en el  $d_p$  y la  $d_{int}$  de las capas de AAN obtenidas. En la Figura 2 puede observarse que tanto el  $d_p$  como la  $d_{int}$  incrementan al aumentar el potencial de anodizado. También se observa que las muestras anodizadas a 40 V pro-



**Figura 1.** Imágenes MEB con la TRF y el perfil radial promedio de los perfiles generados en la TRF para la AAN producida en ácido oxálico al 0,3 M a 5 °C. (a) 40 V, (b) 50 V, (c) 55 V, (d) 60 V y (e) 75 V. El área superficial analizada fue  $3,48 \mu m^2$  y la escala blanca del MEB es de  $0,2 \mu m$ .

ducen las barras de error más pequeñas y que las muestras de 75 V exhiben las barras de error más grandes. El tamaño de dichas barras de error está relacionado con la homogeneidad de las estructuras, por lo que puede decirse que la muestra obtenida a 40 V es más homogénea que la muestra obtenida a 75 V. Resultados que concuerdan con el régimen de auto-ordenamiento reportado para las muestras anodizadas en ácido oxálico [16], [18]. Debe tenerse en consideración que las tendencias observadas son solo aplicables a las estructuras de AAN obtenidas en ácido oxálico 0,3 M para los potenciales evaluados.



**Figura 2.** Efecto del potencial de anodizado en el  $d_p$  y la  $d_{int}$  de la AAN obtenida en ácido oxálico al 0,3 M a 5 °C a 40 V, 50 V, 55 V, 60 V y 75 V.

## 4. Conclusiones

En este trabajo fue posible cuantificar el ordenamiento de las estructuras de AAN obtenidas a diferentes potenciales de anodizado, permitiendo correlacionar el potencial de anodizado con el grado de ordenamiento o radio de regularidad de las estructuras de AAN fabricadas. Se obtuvieron estructuras altamente ordenadas mediante el anodizado de aluminio puro en ácido oxálico al 0,3 M a 40 V, 50 V y 55 V considerando que a medida que el potencial de anodizado aumenta el radio de regularidad disminuye.

El radio de regularidad calculado con base en las imágenes de TRF obtenidas a partir de las imágenes MEB de la superficie de las muestras de AAN, representa un valioso instrumento para la caracterización cuantitativa del ordenamiento de los poros.

En relación con el efecto del potencial de anodizado en las características morfológicas de las estructuras de alumina anódica porosa obtenidas, pudo observarse que el diámetro de poro y la distancia entre poros aumentan con el aumento del potencial de anodizado.

La comprensión del efecto de los parámetros del proceso de anodizado en el ordenamiento de las estructuras de AAN proporciona una base para diseñar con mayor precisión dispositivos basados en la AAN según sea la aplicación requerida.

## Referencias

- [1] A. M. Abd-Elnaiem y A. Gaber, "Parametric Study on the Anodization of Pure Aluminum Thin Film Used in Fabricating Nano-Pores Template", *Int. J. Electrochem. Sci.*, vol. 8, no. 7, pp. 9741-9751, 2013. ↑16

- [2] J. Zhang, Z. Li, Z. Zhang, T. Wu y H. Sun, "Optical and Magnetic Properties of Porous Anodic Alumina/Ni Nanocomposite Films", *J. Appl. Phys.*, vol. 113, no. 24, pp. 244-305, 2013. 10.1063/1.4812466. <https://doi.org/10.1063/1.4812466> ↑16
- [3] C. T. Wu *et al.*, "Design of artificial Hollow Moth-Eye Structures Using Anodic Nanocones for High- Performance Optics", *Chem. Mater.*, vol. 22, no. 24, pp. 6583-6589, 2010. 10.1021/cm102408d. <https://doi.org/10.1021/cm102408d> ↑16
- [4] A. Santos y T. Kumeria, "Nanoporous anodic alumina for optical biosensing", en *Nanoporous Alumina*, no. ago., Suiza: Springer International Publishing, 2015, pp. 219-247. [https://doi.org/10.1007/978-3-319-20334-8\\_7](https://doi.org/10.1007/978-3-319-20334-8_7) ↑16
- [5] P. E. Petrochenko *et al.*, "Nanoporous Aluminum Oxide Membranes Coated with Atomic Layer Deposition-Grown Titanium Dioxide for Biomedical Applications: An in Vitro Evaluation", *J. Biomed. Nanotechnol.*, vol. 11, no. 12, pp. 2275-2285, 2015. <https://doi.org/10.1166/jbn.2015.2169> ↑16
- [6] M. Singh y D. Gobind, "Highly Ordered Anodic Porous Alumina Membrane and its Surface Modification Approaches for Biomedical Application", *IOSR J. Appl. Chem.*, vol. 7, no. 1, pp. 17-34, 2014. <https://doi.org/10.9790/5736-07111734> ↑16
- [7] P. Banerjee, I. Perez, L. Henn-Lecordier, S. B. Lee y G.W. Rubloff, "Nanotubular Metal-Insulator-Metal Capacitor Arrays for Energy Storage", *Nat. Nanotechnol.*, vol. 4, no. 5, pp. 292-296, 2009. <https://doi.org/10.1038/nnano.2009.37> ↑16
- [8] S. Sukarno, C. S. Law y A. Santos, "Realisation and Optical Engineering of Linear Variable Bandpass Filters in Nanoporous Anodic Alumina Photonic Crystals", *Nanoscale*, no. May, 2017. <https://doi.org/10.1039/C7NR02115A> ↑16
- [9] P. C. Stair *et al.*, "Novel, Uniform Nanostructured Catalytic Membranes", *Top. Catal.*, vol. 39, no. 3-4, pp. 181-186, 2006. <https://doi.org/10.1007/s11244-006-0055-0> ↑16
- [10] A. Mutalib, J. Zhou, M. R. Nussio, D. Losic, J. G. Shapter y N. H. Voelcker, "Pore Spanning lipid bilayers on silanised nanoporous alumina membranes", *Proceedings of SPIE*, 2008, vol. 7267, no. May, pp. 1-10. <https://doi.org/10.1117/12.808769> ↑16
- [11] Y. Chen *et al.*, "Biomimetic Nanoporous Anodic Alumina Distributed Bragg Reflectors in the Form of Films and Microsized Particles for Sensing Applications", *ACS Appl. Mater. Interfaces*, vol. 7, no. 35, pp. 19816-19824, 2015. <https://doi.org/10.1021/acsami.5b05904> ↑16
- [12] M. Porta-i-Batalla, C. Eckstein, E. Xifré-Pérez, P. Formentín, J. Ferré-Borrull y L. F. Marsal, "Sustained, Controlled and Stimuli-Responsive Drug Release Systems Based on Nanoporous Anodic Alumina with Layer By-Layer Polyelectrolyte", *Nanoscale Res. Lett.*, vol. 11, no. 372, pp. 1-9, 2016. <https://doi.org/10.1186/s11671-016-1585-4> ↑16
- [13] H. Masuda, F. Hasegawa y S. Ono, "Self-Ordering of Cell Arrangement of Anodic Porous Alumina Formed in Sulfuric Acid Solution", *J. Electrochem. Soc.*, vol. 144, no. 5, p. L127, 1997. <https://doi.org/10.1149/1.1837634> ↑16, 19
- [14] F. Keller, M. S. Hunter y D. L. Robinson, "Structural Features of Oxide Coatings on Aluminum", *J. Electrochem. Soc.*, vol. 100, no. 9, pp. 411-419, 1953. <https://doi.org/10.1149/1.2781142> ↑17
- [15] J. P. O'Sullivan y G. C. Wood, "The Morphology and Mechanism of Formation of Porous Anodic Films on Aluminium", , vol. 317, no. 1531, pp. 511-543, 1970. <https://doi.org/10.1098/rspa.1970.0129> ↑16
- [16] A. Christoulaki, C. Moretti, A. Chennevière, E. Dubois y N. Jouault, "Improving Structural Features of Nanoporous Alumina Using Deuterated Electrolytes", *Microporous Mesoporous Mater.*, vol. 303, no. mar., 2020. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2020.110201> ↑16, 20
- [17] H. Masuda y K. Fukuda, "Ordered Metal Nanohole Arrays Made by a Two-Step Replication of Honeycomb Structures of Anodic Alumina", *Science*, vol. 268, pp. 1466-1468, 1995. <https://doi.org/10.1126/science.268.5216.1466> ↑16, 19
- [18] H. Masuda, K. Yada y A. Osaka, "Self-Ordering of Cell Configuration of Anodic Porous Alumina with Large-Size Pores in Phosphoric Acid Solution", *J. Appl. Phys.*, vol. 37, no. 11A, pp. 1340-1342, 1998. <https://doi.org/10.1143/JJAP.37.L1340> ↑16, 19, 20
- [19] O. Jessensky, F. Müller y U. Gösele, "Self-Organized Formation of Hexagonal Pore Structures in Anodic Alumina", *J. Electrochem. Soc.*, vol. 145, no. 11, pp. 3735-3740, 1998. <https://doi.org/10.1149/1.1838867> ↑17
- [20] K. Nielsch, J. Choi, K. Schwirn, R. B. Wehrspoh y U. Gösele, "Self-Ordering Regimes of Porous Alumina: The 10



- Porosity Rule”, *Nano Lett.*, vol. 2, no. 7, pp. 677-680, 2002. <https://doi.org/10.1021/nl025537k> ↑17
- [21] G. D. Sulka y K. G. Parkoła, “Temperature Influence on Well-Ordered Nanopore Structures Grown by Anodization of Aluminium in Sulphuric Acid”, *Electrochim. Acta*, vol. 52, no. 5, pp. 1880-1888, 2007. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2006.07.053> ↑17
- [22] O. Nishinaga, T. Kikuchi, S. Natsui y R. O. Suzuki, “Rapid Fabrication of Self-Ordered Porous Alumina with 10-/Sub-10-Nm-Scale Nanostructures By Selenic Acid Anodizing.”, *Sci. Rep.*, vol. 3, p. 2748, 2013. <https://doi.org/10.1038/srep02748> ↑17
- [23] S. Ono, M. Saito, M. Ishiguro y H. Asoh, “Controlling Factor of Self-Ordering of Anodic Porous Alumina”, *J. Electrochem. Soc.*, vol. 151, no. 8, p. B473, 2004. <https://doi.org/10.1149/1.1767838> ↑17
- [24] B. Sellarajan, M. Sharma, S. K. Ghosh, H. S. Nagaraja, H. C. Barshilia y P. Chowdhury, “Effect of Electrolyte Temperature on The Formation of Highly Ordered Nanoporous Alumina Template”, *Microporous Mesoporous Mater.*, vol. 224, pp. 262-270, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2015.12.045> ↑17
- [25] M. A. Kashi y A. Ramazani, “The Effect of Temperature and Concentration on The Self-Organized Pore Formation in Anodic Alumina”, *J. Phys. D. Appl. Phys.*, vol. 38, no. 14, pp. 2396-2399, 2005. <https://doi.org/10.1088/0022-3727/38/14/015> ↑17
- [26] P. G. Wernick, S., Pinner y R., Sheasby, *The Surface Treatment and Finishing of Aluminum and its Alloys*, 5a ed., Gran Bretaña: ASM International, 1987. ↑17
- [27] L. Zaraska, A. Brudzisz, E. Wierzbicka y G. D. Sulka, “The Effect of Electrolyte Change on The Morphology and Degree of Nanopore Order of Porous Alumina Formed By Two-Step Anodization”, *Electrochimica Acta*, vol. 198, pp. 259-267, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2016.03.050> ↑17
- [28] C. K. Chung, M. W. Liao, H. C. Chang y C. T. Lee, “Effects of Temperature and Voltage Mode on Nanoporous Anodic Aluminum Oxide Films By One-Step Anodization”, *Thin Solid Films*, vol. 520, no. 5, pp. 1554-1558, 2011. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2011.08.053> ↑17
- [29] W. Lee y S.-J. Park, “Porous Anodic Aluminum Oxide: Anodization and Templated Synthesis of Functional Nanostructures”, *Chem. Rev.*, vol. 114, no. 15, pp. 7487-7556, 2014. <https://doi.org/10.1021/cr500002z> ↑17
- [30] I. V. Roslyakov *et al.*, “Growth of Porous Anodic Alumina on Low-Index Surfaces of Al Single Crystals”, *J. Phys. Chem. C*, vol. 121, no. 49, pp. 27511-27520, 2017. <https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.7b09998> ↑17
- [31] T. Fukuda y V. I. Chani (Eds.), *Shaped Crystals: Growth by Micro Pulling Down Technique*, Springer, 2007. ↑17
- [32] A. Rauf, M. Mehmood, M. Ahmed, M. ul Hasan y M. Aslam, “Effects of Ordering Quality of The Pores on The Photoluminescence of Porous Anodic Alumina Prepared in Oxalic Acid”, *J. Lumin.*, vol. 130, no. 5, pp. 792-800, 2010. <https://doi.org/10.1016/j.jlumin.2009.11.035> ↑17
- [33] D. E. Boldrini, G. M. Tonetto y D. E. Damiani, “Overall Effectiveness Factor for Slab Geometry in a Three-Phase Reaction System”, *Int. J. Chem. React. Eng.*, vol. 12, no. 1, pp. 417-427, 2014. <https://doi.org/10.1515/ijcre-2014-0018> ↑17
- [34] C. Toccafondi, W. J. Stepniowski, M. Leoncini y M. Salerno, “Advanced Morphological Analysis of Patterns of Thin Anodic Porous Alumina”, *Mater. Charact.*, vol. 94, pp. 26-36, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2014.05.003> ↑17
- [35] C. Cheng, “Quantitative evaluation of self-ordering in anodic porous alumina”, en *Electro-Chemo-Mechanics of Anodic Porous Alumina Nano-Honeycombs: Self-Ordered Growth and Actuation*, Springer Verlag Berlin Heidelberg, 2015, pp. 91-104. [https://doi.org/10.1007/978-3-662-47268-2\\_6](https://doi.org/10.1007/978-3-662-47268-2_6) ↑17
- [36] L. Sacco, I. Florea, M. Châtelet y C. Cojocaru, “Investigation of Porous Anodic Alumina Templates Formed By Anodization of Single-Crystal Aluminum Substrates”, *Thin Solid Films*, vol. 660, no. abril, pp. 213- 220, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2018.06.015> ↑17
- [37] X. Z. Liu, M. X. Xu, Y. M. Tian, M. Shang y P. Zhang, “Regularity Control of Porous Anodic Alumina and Photodegradation Activity of Highly Ordered Titania Nanostructures”, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, vol. 16, pp. s341-s344, 2006. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(06\)60206-9](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(06)60206-9) ↑17
- [38] C. Wang, S. Tanaka, K. Saito, T. Shimizu y S. Shingubara, “Fabrication of Ordered Arrays of Anodic Aluminum Oxide Pores with Interpore Distance Smaller Than the Pitch of Nano-Pits Formed By Ion Beam Etching”, *J. Mater. Sci. Nanotechnol.*, vol. 1, no. 1, pp. 1-6, 2014. <https://doi.org/10.15744/2348-9812.1.S105> ↑17
- [39] W. J. Stepniowska, A. Nowak-Stepniowska, A. Presz, . Czujko y R. A. Varin, “The Effects of Time and Temperature on the Arrangement of Anodic Aluminum Oxide Nanopores”, *Mater. Charact.*, vol. 91, pp. 1-9, 2014.

- <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2014.01.030> ↑17
- [40] C. Toccafondi, W. J. Stepniowski, M. Leoncini y M. Salerno, “Advanced Morphological Analysis of Patterns of Thin Anodic Porous Alumina”, *Materials Characterization*, vol. 94, pp. 26-36, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2014.05.003> ↑17
- [41] M. Michalska-Domańska, M. Norek, W. J. Stepniowski y B. Budner, “Fabrication of High Quality Anodic Aluminum Oxide (AAO) on Low Purity Aluminum - A Comparative Study with The AAO Produced on High Purity Aluminum”, *Electrochim. Acta*, vol. 105, pp. 424-432, 2013. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2013.04.160> ↑17
- [42] L. Zaraska, W. J. Stepniowski, M. Jaskuła y G. D. Sulka, “Analysis of Nanopore Arrangement of Porous Alumina Layers Formed By Anodizing in Oxalic Acid At Relatively High Temperatures”, *Appl. Surf. Sci.*, vol. 305, pp. 650-657, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2014.03.154> ↑17
- [43] R. Syed, D. Sen, K. V. Mani Krishna y S. K. Ghosh, “Fabrication of Highly Ordered Nanoporous Alumina Membranes: Probing Microstructures by SAXS, FESEM and AFM”, *Microporous Mesoporous Mater.*, vol. 264, no. December 2017, pp. 13-21, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2017.12.034> ↑17
- [44] A. M. Abd-Elnaiem, A. M. Mebed, W. J. Stepniowski y T. Czujko, “Characterization of Arrangement and Geometry of Porous Anodic Alumina Formed By One-Step Anodization of Al-1 Wt% Si Thin Films”, *Surf. Coatings Technol.*, vol. 307, pp. 359-365, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.09.013> ↑17
- [45] W. J. Stepniowski, T. Durejko, M. Michalska-Domańska, M. Łazińska y J. Aniszewska, “Characterization of Nanoporous Anodic Aluminum Oxide Formed on Laser Pre-Treated Aluminum”, *Mater. Charact.*, vol. 122, pp. 130-136, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2016.10.034> ↑17
- [46] W. J. Stepniowski, M. Michalska-Domańska, M. Norek y T. Czujko, “Fast Fourier Transform Based Arrangement Analysis of Poorly Organized Alumina Nanopores Formed Via Self-Organized Anodization in Chromic Acid”, *Mater. Lett.*, vol. 117, pp. 69-73, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2013.11.099> ↑17
- [47] K. S. Choudhari, S. D. Kulkarni, C. Santhosh y S. D. George, “Photoluminescence Enhancement and Morphological Properties of Nanoporous Anodic Alumina Prepared in Oxalic Acid with Varying Time and Temperature”, *Microporous Mesoporous Mater.*, vol. 271, no. April, pp. 138-145, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2018.06.004> ↑17
- [48] S. M. Aguilar-Sierra y F. Echeverría E, “Improvement of Electropolishing of 1100 Al Alloy for Solar Thermal Applications”, *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 27, no. 3, pp. 1387-1395, Mar. 2018. <https://doi.org/10.1007/s11665-018-3212-2> ↑18
- [49] C. A. Schneider, W. S. Rasband y K. W. Eliceiri, “NIH Image To ImageJ: 25 Years of Image Analysis”, *Nat. Methods*, vol. 9, pp. 671-675, 2012. <https://doi.org/10.1038/nmeth.2089> ↑18
- [50] I. Horcas, R. Fernandez, J. M. Gomez-Rodriguez, J. Colchero, J. Gomez-Herrero y A. M. Baro, “WSXM: A Software for Scanning Probe Microscopy and A Tool for Nanotechnology”, *Rev. Sci. Instrum.*, vol. 78, no. 1, p. 013705, 2007. <https://doi.org/10.1063/1.2432410> ↑18
- [51] Y. L. Rao, V. Anandan y G. Zhang, “Fast Fourier Transform Analysis of Pore Pattern in Anodized Alumina Formed at Various Conditions”, *J. Nanosci. Nanotechnol.*, vol. 5, no. 12, pp. 2070-2075, 2005. <https://doi.org/10.1166/jnn.2005.509> ↑19

---

## Sara María Aguilar Sierra

Ingeniera de Materiales, Magíster en Ingeniería y Doctora en Ingeniería de Materiales de la Universidad de Antioquia, Medellín, Colombia; docente del Programa de Ingeniería Industrial de la Universidad Católica Luis Amigó, 2019-actual.

Correo electrónico: sara.aguilarsi@amigo.edu.co

---

## Félix Echeverría Echeverría

Ingeniero Metalúrgico y Magíster en Ingeniería de la Universidad Industrial de Santander, Santander, Colombia; PhD in Corrosion, University of Manchester Institute of Science and Technology, Manchester, Inglaterra; docente del Programa de Ingeniería de Materiales de la Universidad de Antioquia, 1999-actual. Líder del Centro de Investigación, Innovación y Desarrollo de Materiales CIDEMAT - Universidad de Antioquia.

Correo electrónico: felix.echeverria@udea.edu.co