



UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTÓNOMA DE
MÉXICO

Universidad Nacional Autónoma de México

Facultad de Química

*“Evaluación electroquímica de pavonados como
alternativa a los tratamientos de conversión
química.”*

T E S I S

que para obtener el título de:

Ingeniero Químico Metalúrgico

presenta

Torres Equihua Leonardo Arturo



Facultad de Química "UNAM"

MÉXICO, D.F.

2007



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

Jurado Asignado:

Presidente	Prof. Rosa Elva Rivera Santillán
Vocal	Prof. Francisco Javier Rodríguez Gómez
Secretario	Prof. Marco Antonio Talavera Rosales
1er. Suplente	Prof. Vianey Torres Mendoza
2º Suplente	Prof. Ventura Becerril Reyes

Sitio en donde se desarrolló el tema: Laboratorio de Corrosión Edificio D,
Facultad de Química, UNAM

Asesor:

Dr. Francisco Javier Rodríguez Gómez

Supervisor técnico:

M en I. Edgar Onofre Bustamante

Sustentante:

Torres Equihua Leonardo Arturo

Dedicatorias:

A mi madre a la que le dedico este trabajo y todo lo que he logrado hasta el momento, ya que sin todo su esfuerzo y apoyo no hubiese podido llegar hasta esta instancia, la cual culmina una parte importantísima de mi vida, gracias por estar siempre conmigo y por la toda la confianza que has puesto en mí.

A mis abuelos los cuales me decían desde pequeño que yo debería ser ingeniero, lo cual estoy logrando y si no hubieran estado para oírme, para darme un palmada de confianza, todo lo que hice hubiera sido mas pesado, y gracias por todo el apoyo brindado a mi madre, ya que si soy una persona de bien, es gracias a ustedes y a ella.

A mi hermana la cual siempre ha confiado en mí, y a pesar de todas las diferencias que tenemos, sabes que te quiero mucho.

A la QFB. Alicia Román Barrios maestra de química de la secundaria diurna # 145, la cual fue la persona que me hizo ver lo maravillosa que es la química, y gracias a eso decidí estudiar en el área de la química, mil gracias por sus enseñanzas.

“En el horno de las industrias se funden los metales y en el crisol de la vida, se temple el corazón del hombre”

Socorro Pérez Montes

Agradecimientos:

Antes que nada agradezco a Dios y a la Virgencita de Guadalupe por no permitirme perder la esperanza durante mi vida y por ayudarme a mantener mi fe para levantarme cuando pensaba que mi mundo se acababa.

A mi queridísima Universidad la "UNAM" por permitirme estudiar y crecer en ella.

A mis tíos Roció, Enrique, Marco, Xochilt, Claudia y Laura, por todas sus palabras, sus consejos, sus regaños y por si fuera poco el permitirme verlos como hermanos, mas que mis tíos, gracias de corazón por todo.

A mis primos Toño, Marcela, Claudia, Claudio, Alejandra, Alejandro, Antonino, Shantal, Alfonso y Sonia, gracias a todos por los momentos divertidos que llevamos hasta el momento y lo que nos falta por pasar, espero no alejarnos mucho cuando crezcamos.

A Lorena ya que en todo este tiempo ha sido una persona muy importante en mi vida y a la cual le agradezco todo el cariño que me ha dado hasta el momento, gracias por soportarme, por aguantarme tantas cosas, gracias por toda la confianza que pusiste en mi y por nunca dejarme caer, mil gracias por todo y solo me resta decirte que te quiero mucho.

A mis tíos Héctor Cuellar (q.p.d.), Raquel Camarena y a su familia, por su cariño y por todas las atenciones que han tenido hacia conmigo.

A la familia Gasca Bobadilla por todas las atenciones que han tenido hacia conmigo y a mi familia, y por la gran amistad que nos une.

A mis amigos Ricardo y Elia por esta gran amistad de ya hace mucho tiempo, y por estar conmigo en las alegrías y tristezas de mi vida.

A mis amigos del primer semestre Diego, Lorena L., Diana, Liliana, José Enrique, Violeta, Pedro y Jorge por su amistad, por el apoyo brindado durante la carrera y por todos los buenos momentos vividos durante nuestra estancia en la UNAM y espero que sigamos juntos por mucho tiempo mas.

A todos los del Básquet incluyendo a los mejores entrenadores Fany, Chava y Marcela, ya que aprendí mucho de cada uno de ustedes y saben que los considero como grandes amigos y ustedes saben que pueden contar conmigo de igual modo.

A los metaleros Carlos, Ata, Memo, Luz, Gabriel, Vane, Erika, Ulises, Eva, Mauro, Quique, Paco, Walter, Lucero, Vicente, Edith V, Edith N, Toño Olvera, Luís Palomera, Saúl, El Couch, Yanet, Oscar, Judith, Cristian G., Leo, el Compa, Cesar A. y Orta por toda su ayuda brindada en nuestras clases, por la convivencia que hemos tenido, por el relajo hecho durante la carrera (como el fútbol y las fiestas), gracias por ser grandes personas y grandes amigos.

A los amigos que conocí durante la carrera: Irene, Anai, Xochitl, Gaby, Adriana, Mireya, Ángel, Lorena C, Edson, el Barbas, Israel, Demetrio, Luz, Ana, Jessica y Yamileth, que han sido grandes personas, con las cuales he vivido muchas cosas padres, además de conocer lugares hermosos con ustedes, y vivir situaciones importantes que me ayudaron a crecer y madurar.

A todos mis profesores de la carrera, los cuales me enseñaron todo lo que se y me formaron como profesionista, ya que sin ellos no podría alcanzar mis próximos objetivos.

Al profesor IQM. Carlos Rodríguez por toda su ayuda brindada en el laboratorio y principalmente por su amistad.

A Fernando Moreno y a Manuel Carabias por todo su tiempo extra brindado para que pudiese aprender el ingles, gracias por todo pero lo mas importante gracias por ser mis amigos.

Al Dr. Francisco Javier Rodríguez Gómez y al M en I. Edgar Onofre Bustamante por todo el apoyo brindado, por la confianza que me expresaron, por su amistad, por sus enseñanzas, por sus consejos los cuales me ayudaron para que pudiese terminar con éxito esta tesis, y por que gracias a ustedes se logro realizar un trabajo bueno, el cual me permito obtener el premio mas importante de mi vida, gracias por permitirme seguir adquiriendo más conocimiento día a día a su lado y por todo lo anterior aun me faltan palabras para expresarles mi agradecimiento, mil gracias.

Al Dr. Juan Genesca, a la M en I. Vianey Torres y al IQM. Manuel Ortega por permitirme conocerlos como personas, por la amistad brindada y de los cuales he aprendido mucho, mil gracias.

Al Sr. Rafael Iván Puente Lee y a la Q. Cecilia Salcedo Luna, por el apoyo brindado para las pruebas de Microscopía Electrónica de Barrido y Difracción de Rayos X, respectivamente.

Al proyecto DGAPA PAPIIT IN 115603 “**Tratamientos de Conversión Química Alternativos Libres de Cromo Hexavalente**” por el apoyo otorgado para la realización de este trabajo.

Índice:	Página
Objetivos	1
Capítulo I: Introducción	3
Capítulo II: Bases Teóricas	
2.1 ¿Qué es la Corrosión?	6
2.1.1 <i>Clasificación de la corrosión</i>	7
2.2 Pruebas electroquímicas para evaluar la corrosión	9
2.2.1 <i>Curvas de potencial vs tiempo</i>	9
2.2.2 <i>Resistencia a la polarización (Rp)</i>	9
2.2.3 <i>Espectroscopía de Impedancia Electroquímica (EIS)</i>	12
2.3 Técnicas para prevenir la corrosión	
2.3.1 <i>Recubrimientos</i>	14
2.3.2 <i>Tipos de Recubrimientos</i>	16
2.3.3 <i>Propiedades físicas de los recubrimientos metálicos</i>	17
2.3.4 <i>Tratamientos de Conversión</i>	18
2.4 Pavonados	20

2.4.1 <i>Tipos de pavonados</i>	22
2.5 Pruebas complementarias	
2.5.1 <i>Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)</i>	28
2.5.2 <i>Difracción de Rayos X</i>	29
2.5.3 <i>Pull off</i>	31
2.5.4 <i>N-metilpirrolidona</i>	32
Capítulo III: Desarrollo Experimental	34
Capítulo IV: Resultados y discusión	42
Capítulo V: Conclusiones	64
Capítulo VI: Bibliografía	67
Apéndice A	
<i>Ficha técnica del Recubrimiento</i>	70
<i>Ficha técnica de la N-metilpirrolidona</i>	72

Objetivos:

- Evaluar distintos métodos de pavonado (chileno, especial y negro) mediante técnicas electroquímicas y de adherencia para determinar si los pavonados pueden ser considerados como tratamientos de conversión química.
- Determinación de los tiempos de inmersión para la aplicación de los pavonados (chileno, especial y negro) en las placas de acero al carbón AISI 1010.
- Determinar las propiedades anticorrosivas y de adherencia de los distintos métodos de pavonado y compararlos con un proceso comercial (cromatado).

CAPÍTULO I

INTRODUCCIÓN

Introducción:

Los tratamientos de conversión química son utilizados como un tratamiento de superficie mediante ataque químico cuyo objetivo es crear un perfil de anclaje para los recubrimientos aumentando la adherencia de éstos además de proporcionar una protección anticorrosiva extra que permita incrementar el tiempo de vida del sistema metal-recubrimiento. Su aplicación generalmente es por inmersión en baños que contienen varios reactivos y después las muestras son retiradas. [2]

La mayoría de los procesos de tratamiento de la superficie consisten en tres pasos:

- (a) Limpieza y preparación de la superficie.
- (b) Modificación de la superficie, lo cual implica un cambio en las propiedades de la superficie para mejorar la adherencia de pinturas.
- (c) Enjuague de la pieza de trabajo para quitar las sales contenidas que se generan en el metal durante el tratamiento. [14]

Los tratamientos que en la actualidad son más utilizados emplean cromatos y fosfatos.

El pavonado es una técnica muy antigua que sólo se ocupa como acabado artesanal y no como tratamiento de protección, por lo que se propone el pavonado como una alternativa a los tratamientos de conversión química actuales.

Las propiedades del pavonado se evaluaron a través de:

- Pruebas electroquímicas, como potencial contra tiempo y resistencia a la polarización (R_p).
- Morfología y mapeo de elementos por medio de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB).

- Propiedades de Adherencia, por medio de “Pull off” y de N-metil pirrolidona (NMP).

Con los resultados obtenidos mediante técnicas electroquímicas para tres pavonados (chileno, especial y negro), se observan excelentes características anticorrosivas y de homogeneidad en las superficies de las placas tratadas, con lo que se ven mejoradas las propiedades de adherencia, al presentar el pavonado chileno a 5 min de inmersión, los mejores resultados, se demuestra que los pavonados pueden ser considerados como una alternativa económica y no tóxica entre los tratamientos de conversión química.

CAPÍTULO II

BASES TEÓRICAS

2.1 ¿Qué es la Corrosión?

La corrosión es el término que en forma común se aplica al deterioro de los metales por un proceso electroquímico, que desde el punto de vista de la termodinámica es inevitable.

A nuestro alrededor se puede observar muchos ejemplos de corrosión: el hierro oxidado, la plata empañada y la pátina verde que se forma en el cobre y el latón, por mencionar algunos de ellos.

La importancia y el costo asociados a la corrosión no están limitados al daño directo que este fenómeno pueda provocar: también existen inconvenientes colaterales como pérdidas de producto, paros de planta, disminuciones de eficiencia, contaminación y accidentes.

Desde el punto de vista de riesgo y seguridad, es común enterarse de problemas causados por corrosión como escapes de tuberías que conducen hidrocarburos y explosiones por derrame de productos inflamables, que algunas veces han provocado accidentes de grandes dimensiones y que han alcanzado la categoría de tragedia.

Cabe remarcar que en algunas ocasiones la corrosión resulta benéfica, por ejemplo en la formación de películas pasivantes, la electrodeposición, las celdas galvánicas o de combustión, ya que se involucran reacciones de oxidación y reducción. En algunas ocasiones el fenómeno mismo es aprovechado en procesos de producción o como protección de sistemas y materiales. [8]

2.1.1 Clasificación de la corrosión.

Diferentes autores han optado por clasificar la corrosión de acuerdo con su aspecto o las condiciones bajo las cuales se presenta. Por ejemplo, Fontana_[10] la clasifica en 8 tipos, de acuerdo su apariencia y características generales:

1. **Corrosión uniforme:** la corrosión uniforme es muy común y se caracteriza por una reacción sobre la superficie del material, representa la mayor pérdida del mismo, y en la superficie presenta micro zonas anódicas y catódicas, las cuales alteran, en forma aleatoria, su comportamiento con el tiempo.
2. **Corrosión en grietas:** frecuentemente ocurre una corrosión localizada dentro de una grieta o zonas donde el suministro de oxígeno es heterogéneo. En este tipo de fenómenos, la diferencia de potencial se genera por una aeración diferencial, la cual puede provenir de condiciones de estanco o de depósito, por lo cual geométricamente la pieza no requiere de la presencia de muescas o grietas, ya que lo mismo se puede presentar debajo de un empaque, en la base de un remache o en una zona recubierta por lodos.
3. **Corrosión por picaduras:** la corrosión en picaduras es una forma de ataque local, resultando en perforaciones del material. En la mayoría de los casos, estas perforaciones o picaduras son muy pequeñas. A veces las picaduras se encuentran aisladas, y en ocasiones se juntan hasta formar casi una superficie rugosa. En forma general, es factible describir una picadura como una de pequeñas cavidad o agujero en la superficie del metal.
4. **Corrosión intergranular:** se puede deber a impurezas segregadas en los límites de grano, enriquecimiento de un elemento de aleación en los límites,

empobrecimiento de uno de los límites; es tal vez el ejemplo más clásico de este tipo de corrosión, por ejemplo, pequeñas cantidades de hierro son segregadas en los límites de grano del aluminio, provocando corrosión intergranular.

5. **Disolución selectiva:** la disolución selectiva se puede definir como la remoción de un elemento de una aleación por un proceso de corrosión. El ejemplo más común es la remoción de zinc en los latones (dezinquificación), problemas similares se presentan en otros sistemas, en donde el aluminio, hierro, cobalto, cromo y otros son removidos.

6. **Corrosión erosión:** es la aceleración ó incremento en la velocidad de deterioro ó ataque en un metal debido al movimiento relativo entre el medio corrosivo y el material. Generalmente este movimiento es rápido y los efectos de desgaste mecánico ó abrasión están involucrados. El metal es removido de la superficie como iones en solución o como productos de corrosión, los cuales son mecánicamente desprendidos de la superficie metálica.

7. **Corrosión bajo esfuerzos:** el agrietamiento por corrosión y esfuerzos es una falla corrosiva en la que se forman las grietas de un componente bajo la acción combinada de esfuerzos mecánicos y un medio ambiente agresivo. Los esfuerzos y el medio ambiente agresivo se unen para ocasionar una falla súbita. [2]

Sin embargo cada autor ha definido diversas formas de agrupar los diferentes tipos de corrosión que se pueden presentar. [9]

2.2 Pruebas electroquímicas para evaluar la corrosión.

Las pruebas electroquímicas son aquellas que permiten obtener resultados numéricos del comportamiento anticorrosivo de un material, exponiéndolo a medios corrosivos y así observar su desempeño en estos tratamientos.

2.2.1 Curvas de potencial vs tiempo.

Estas pruebas se realizan con el fin de obtener y describir la manera en que el potencial se comporta al paso del tiempo, para determinar tiempos de trabajo y además conocer los valores de potencial (E_{corr}) en los cuales el sistema se encuentra, la prueba consiste en dejar que el sistema a analizar llegue a la estabilidad es decir al estado estable, para así obtener un parámetro inicial tanto para el acero desnudo como para los pavonados y estar al tanto si el tratamiento mejora las propiedades anticorrosivas o no.

Esta prueba, así como la R_p y la espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS), son complementarias una de otra, ya que con los resultados de estas pruebas se obtiene un conocimiento del comportamiento del material para un mejor manejo de los mismos.

2.2.2 Resistencia a la polarización (R_p).

La Resistencia a la Polarización (R_p) o Polarización Lineal es una de las técnicas electroquímicas que ha sido más utilizada en los últimos 50 años. Con el paso del tiempo se han desarrollado herramientas experimentales que son más complejas que la R_p , aportan información mecanística e implican el uso de instrumentación cara y sin embargo, no han conseguido desplazar a esta técnica de un lugar importante en el ámbito de la Ingeniería de Corrosión.

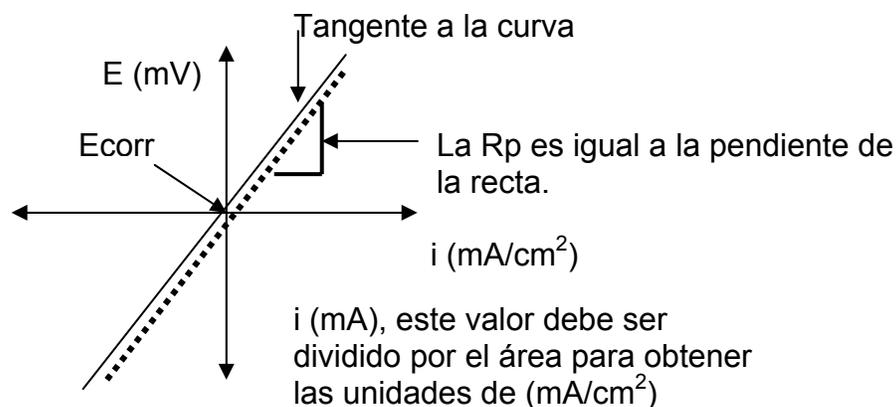
Esta técnica es el resultado de la aproximación de bajo campo a la ecuación de Butler–Volmer y por este motivo se debe aplicar solamente cuando existe control activacional o por transferencia de carga, aplicando sobrepotenciales de 10-30 mV en sentido anódico y catódico a partir del potencial de corrosión.

La aproximación de bajo campo implica que, aunque el sobrepotencial y la corriente se relacionan a través de la diferencia entre dos exponenciales (ec. Butler-Volmer), se puede asumir un comportamiento lineal en la inmediación del potencial de corrosión.

Cuando $\Delta\eta = (E - E_{\text{corr}}) \rightarrow 0$. La derivada de la corriente respecto al potencial en el punto $E = E_{\text{corr}}$, se expresa de la siguiente forma:

$$\left(\frac{1}{R_p}\right) = \left(\frac{\partial i}{\partial \eta}\right)_{\eta_{\text{CORR}}} \quad (1)$$

Por lo que la R_p , se define como la tangente a la curva de polarización en el potencial de corrosión, E_{corr} .



En el caso de la reacción sencilla controlada por transferencia de carga, la corriente de corrosión, i_{corr} , está relacionada con R_p , por la ecuación de Stern – Geary:

$$i_{corr} = \frac{B}{Rp} \quad (2)$$

$$B = \frac{(ba \times bc)}{|2.303(ba + bc)|} \quad (3)$$

donde ba y bc son las pendientes de Tafel anódica y catódica, respectivamente.

Por otra parte, se ha dicho que la mayor parte de las pendientes de Tafel oscilan entre valores de 60 y 120 mV/década (para metales desnudos en un electrolito), de donde se ha optado por hacer una aproximación suponiendo que ambas pendientes tuvieran el segundo valor.

Así, se obtiene una $B = 26$ mV, que puede emplearse con reserva, ya que las pendientes del sistema bajo estudio no tienen por qué tener esos valores. En cualquier caso, si se aplica este valor de constante B a un estudio, los valores de velocidad de corrosión serán comparables y estos serán al menos del mismo orden de magnitud que si se emplearan las pendientes de Tafel reales.

Las condiciones bajo las cuales la ecuación de Stern y Geary es válida y en consecuencia, puede ser aplicada sin restricción, son muy simples y pueden resumirse de la siguiente manera: son todas las condiciones que limitan a la ecuación de Butler-Volmer.

Aunque lo anterior implica que solo se puede aplicar cuando existe control activacional, si el proceso catódico está controlado por difusión, la ecuación se reduce a:

$$i_{corr} = \frac{b_a}{2.3Rp} \quad (4)$$

Las dimensiones de Rp son $\text{ohm} \cdot \text{cm}^2$. La ventaja de la polarización es la posibilidad de obtener la velocidad de corrosión instantáneamente y se usa esta

técnica para monitorear en línea un largo número de procesos en los cuales la corrosión pueda causar problema.

Para realizar el estudio experimental de Resistencia a la polarización lo mejor es acudir a la norma ASTM G 59-91 “Práctica estándar para realizar medidas de resistencia a la polarización potenciodinámica”

Los pasos a seguir de acuerdo con la norma son los siguientes:

- Usar un puente salino que acerque el electrodo de referencia a 2 ó 3 mm de la superficie del electrodo de trabajo para evitar la caída ohmica.
- Registrar el potencial de corrosión después de 5 minutos.
- Aplicar un potencial 30 mV más negativos que el potencial registrado.
- Un minuto después de que se aplique el potencial, se inicia un barrido en dirección anódica a 0.6 V / h (10 mV / min), registrando el potencial y la corriente continuamente.
- Terminar el barrido cuando se alcanza un valor de 30 mV más positivo que el potencial de corrosión.
- Graficar la curva de polarización.
- Determinar gráficamente la resistencia a la polarización, R_p , como la tangente a la curva en el origen de la gráfica ($\Delta E=0$)_[11]

2.2.3 Espectroscopía de Impedancia Electroquímica (EIS).

La técnica de Espectroscopía de Impedancia Electroquímica (EIS por sus siglas en inglés) es un método electroquímico utilizado en estudios de corrosión, el cuál se basa en el uso de una señal de corriente alterna (CA) que aplicada a un electrodo (metal en corrosión) generando una respuesta en corriente.

En el procedimiento experimental más comúnmente usado, se aplica una pequeña señal de potencial (E) en un electrodo y se mide su respuesta en

corriente (I) a diferentes frecuencias. No obstante, en ciertas circunstancias, es posible aplicar una señal pequeña de corriente y medir la respuesta en potencial del sistema. Así, el equipo electrónico usado procesa las mediciones de potencial – tiempo y corriente – tiempo, dando como resultado una serie de valores de impedancia correspondientes a cada frecuencia estudiada. Esta relación de valores de impedancia y frecuencia se denomina “espectro de impedancia”.

En el caso de los estudios de corrosión que utilizan la técnica de EIS, los espectros de impedancia obtenidos suelen ser analizados mediante circuitos eléctricos, compuestos por componentes tales como resistencias (R), capacitancias (C), inductancias (L), etc. combinados de tal manera que reproduzcan los espectros de impedancia medidos. Estos circuitos eléctricos son denominados “circuitos eléctricos equivalentes”.

La impedancia es un término que describe la resistencia eléctrica (R), utilizada en circuitos de corrientes alterna (CA). En un circuito de corriente directa (CD) la relación entre la corriente (I) y el potencial (E) está dada por la ley de Ohm.

$$(5) \quad E = IR$$

En donde E es en volts, I en ampere y R en ohms. En el caso de una señal alterna la expresión equivalente es la siguiente

$$(6) \quad E = IZ$$

En la ecuación (6) Z representa la impedancia del circuito, con unidades de ohm. Es necesario hacer notar que a diferencia de la resistencia, la impedancia de un circuito de CA depende de la frecuencia de la señal que sea aplicada. La frecuencia (f) de un sistema de CA se expresa en unidades de hertz (Hz) o número de ciclos por segundo (s^{-1}).

De esta manera, es posible definir la admitancia (Y) de un circuito de CA. La admitancia es el recíproco de la impedancia y es un parámetro de importancia en los cálculos matemáticos que involucra la técnica y por otra parte, los equipos usados en estudios de EIS miden en realidad la admitancia.

La impedancia de un sistema a cada frecuencia está definida por la razón entre la amplitud de la señal de corriente alterna y la amplitud de la señal de potencial alterno y el ángulo de fase. Un listado de estos parámetros a diferentes frecuencias constituye el “espectro de impedancia” (Figura 1). El desarrollo matemático de la teoría que fundamenta la técnica de EIS permite describir la impedancia de un sistema en términos de un componente real y un componente imaginario (asociado a la raíz cuadrada de -1). [11]

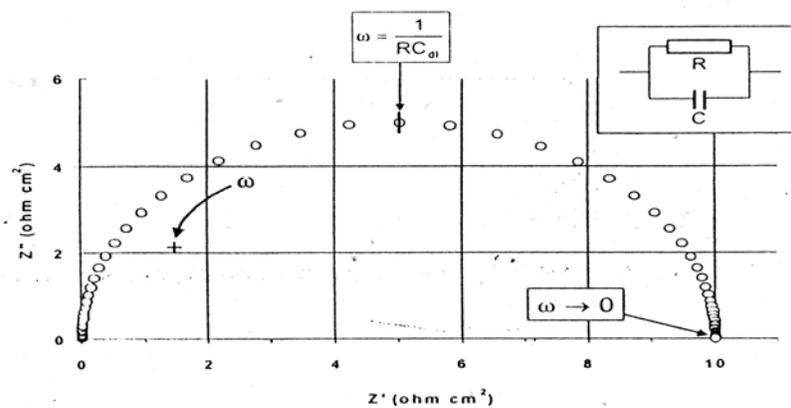


Figura 1: Componentes real (Z') e imaginario (Z'') de la impedancia total (Z) para el circuito en paralelo resistencia (R) – capacitancia (C) a diferentes frecuencias (R = 10 ohm, C = 0.0001 I² cm², f máxima = 10⁴ Hz, f mínima = 10² Hz). La flecha indica la dirección en la cual aumenta la frecuencia. [11]

2.3 Técnicas para prevenir la corrosión.

2.3.1 Recubrimientos.

La utilización de recubrimientos orgánicos para evitar la corrosión metálica data desde hace muchos siglos y encuentra un sinfín de aplicaciones industriales,

desde grandes estructuras metálicas expuestas a la acción atmosférica o a los ambientes industriales fuertemente agresivos hasta diminutos componentes electrónicos.

Los recubrimientos de pintura aplicados sobre superficies metálicas pueden cumplir funciones muy diversas: estética, anticorrosión y otras. Nos enfocaremos principalmente a la función anticorrosiva. Por lo general en la protección de estructuras metálicas no se acude a una única pintura, sino a un conjunto de ellas, que se denomina sistema o esquema de pintura. El sistema lo componen diversos recubrimientos, aplicados a modo de «sandwich» (fig. 2), cada uno de los cuales cumple una función determinada.^[12]

El esquema lo conforman dos partes:

- 1) Región interfacial: el cual nos permite la prevención de la corrosión.
- 2) Pintura: este protege y proporciona un acabado agradable y estético.

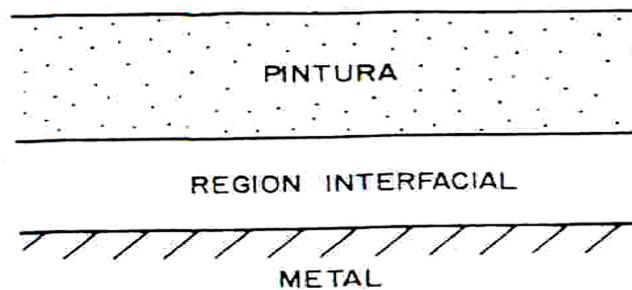


Figura 2. Representación esquemática de un sistema de pintura. ^[12]

Podríamos definir un recubrimiento de pintura como un material compuesto por una matriz polimérica (vehículo) y por un conjunto de partículas (pigmentos) dispersas en ella.

Los pigmentos son partículas sólidas dispersas en el vehículo, que se añaden en la formulación de los recubrimientos de pintura con distintos fines [12]:

- a) Para la coloración.
- b) Aumentar la durabilidad del polímero.
- c) Para disminuir la corrosión del metal subyacente.
- d) La disminución de la permeación de agentes agresivos del medio en contacto con el recubrimiento.

2.3.2 Tipos de Recubrimiento.

Algunos tipos de recubrimientos, como son los metálicos y no-metálicos, se pueden aplicar al metal a proteger, sin una modificación notable de la superficie metálica (Figura 3).

Recubrimientos no-metálicos: Podemos incluir dentro de éstos las pinturas, barnices, lacas, resinas naturales o sintéticas. Grasas, ceras, aceites, empleados durante el almacenamiento o transporte de materiales metálicos ya manufacturados y que proporcionan una protección temporal.

Recubrimientos metálicos: Pueden lograrse recubrimientos metálicos mediante electrodeposición de metales como el níquel, zinc, cobre, cadmio, estaño, cromo, etc.

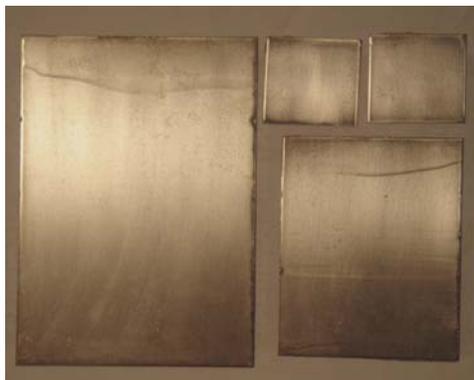


Figura 3. Muestras de placas pintadas

Reducción química (sin paso de corriente) electroless: Por ese procedimiento se pueden lograr depósitos de níquel, cobre, paladio, etc. Recubrimientos formados por modificación química de la superficie del metal. Los llamados recubrimientos de conversión consisten en el tratamiento de la superficie del metal con la consiguiente modificación de la misma. Entre las modificaciones químicas de la superficie del metal podemos distinguir dos tipos principales:

Recubrimientos de fosfato: El fosfatado se aplica principalmente al acero, pero también puede realizarse sobre cinc y cadmio. Consiste en tratar al acero en una solución diluida de fosfato de hierro, cinc o manganeso en ácido fosfórico diluido. Los recubrimientos de fosfato proporcionan una protección limitada, pero en cambio resultan ser una base excelente para la pintura posterior.

Recubrimiento de cromato: Se pueden efectuar sobre el aluminio y sus aleaciones, magnesio y sus aleaciones, cadmio y cinc. Por lo general, confieren un alto grado de resistencia a la corrosión y son una buena preparación para la aplicación posterior de pintura.

2.3.3 Propiedades físicas de los recubrimientos metálicos.

Refiriéndonos al caso del acero como el material de más amplia utilización, la selección de un determinado recubrimiento metálico se puede efectuar y justificar sobre la base de una de las siguientes propiedades físicas, cuando se trata de proteger de una manera eficaz y económica la superficie del acero en condiciones determinadas:

- Permeabilidad, esto es, que el recubrimiento sea continuo y de espesor suficiente, lo cual permitirá aislar la superficie del acero de los agentes agresivos.

- Resistencia mecánica de los metales utilizados en los recubrimientos, para garantizar una buena resistencia a los choques, rozamientos ligeros o accidentales, etc.
- Buena adherencia al acero.
- Posibilidad de proporcionar superficies pulidas o mates, capaces de conferir a los objetos un acabado con fines decorativos.

Para obtener buenos resultados con los recubrimientos metálicos, hay que tener en cuenta una serie de operaciones que deben llevarse a cabo con anterioridad a la aplicación del recubrimiento. [5]

2.3.4 Tratamientos de Conversión.

Durante la última década, la investigación en el campo de los nuevos materiales ha ido incrementándose de manera vertiginosa. Uno de los motores impulsores de este esfuerzo en la investigación es, sin lugar a dudas, la escasez de recursos minerales con que se veían amenazados los países desarrollados. Esta escasez hay que entenderla desde una doble perspectiva: en primer lugar, por motivos estrictamente económicos, puesto que la extracción de determinados materiales se va encareciendo continuamente y, en segundo lugar, por cuestiones estratégicas, dado que la relación consumo/recursos minerales es elevada.

Es fácil entender el surgimiento de toda una disciplina científica, la *Ingeniería de Superficies*, tendente a mejorar el comportamiento general de los materiales estructurales y, en especial, de los metálicos.

Los nuevos materiales metálicos necesarios para el desarrollo tecnológico deberán tener un compromiso entre las características generales del material y las específicas de su superficie. Se busca obtener características específicas de resistencia, tanto mecánica como a la corrosión, en un área perfectamente

delimitada de la superficie. Lógicamente, el ahorro que supone el pasar de una aleación másica a una superficial es considerable.

Desde el punto de vista de la corrosión, a la que se ajusta este trabajo, la ingeniería superficial incluye la aplicación de tecnología, tanto tradicional como innovadora, con el fin de obtener las propiedades deseadas.

Dentro de las tecnologías de protección anticorrosivas más tradicionales se puede localizar la electrodeposición, la deposición química, el recubrimiento por inmersión en caliente, el plaqueado mecánico e incluso el pintado.

La modificación superficial puede definirse como la alteración de la composición superficial mediante la acción de sustancias químicas.

Las técnicas de modificación superficial ofrecen la posibilidad de obtener aleaciones convencionales sobre la superficie incluso, amorfas, todas ellas con características semejantes a las aleaciones metalúrgicas; es decir, el objetivo es proporcionar una superficie rugosa de manera controlada buscando que la película de conversión sea lo más homogénea posible, ya que esto estará reflejado directamente con las buenas características de enlace, adherencia, etc. [12]

Las operaciones de tratamiento de superficie son típicamente procesos en lote donde las piezas de metal se sumergen y luego se remueven de baños que contienen varios reactivos. Los reactivos han sido especialmente formulados para lograr el acondicionamiento de la superficie que se requiere. Las piezas pueden ser cargadas en aparatos que las sostienen, o en barriles que rotan en el baño de conversión.

La mayoría de los procesos de tratamiento de la superficie consisten en tres pasos. El primero es de limpieza y preparación de la superficie. El segundo paso es la modificación de la superficie misma, lo cual implica algún cambio en las

propiedades de la superficie mejorando la adherencia de pinturas. El paso final es el enjuague de la pieza de trabajo, para quitar los residuos contenidos en el metal que se generan con estos procesos. [14]

Los tratamientos más utilizados son los que emplean cromatos y fosfatos.

2.4 Pavonado.

El proceso de pavonado permite producir una capa de óxido negro o café sobre una superficie metálica por medio de una sal que provoca una oxidación acelerada hasta obtener un óxido que es de color negro con un aspecto visual estético y cuyas finalidades por lo general son ornamentales, artesanales o como protección del metal (Figura 4).

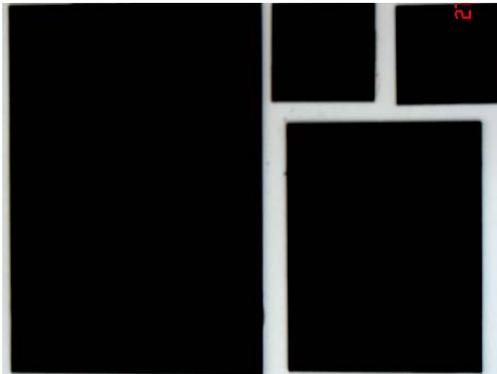


Figura 4. Muestras de placas pavonadas

El recubrimiento de pavonado sobre hierro hoy en día tiende a desaparecer. Sin embargo, su empleo sigue vigente y abarca un gran campo de uso. El color negro, característico del pavonado, da un acabado de aspecto elegante y serio a las piezas.

Las aplicaciones más comunes del pavonado se encuentran en la industria militar, específicamente en armamento. Otro uso actual es el de la industria de la electrónica, en particular a piezas que conforman parte de estructuras internas y/o externas de aparatos como artículos fotográficos, la industria automotriz ocupa

hoy en día el proceso de pavonado para algunas piezas como tornillos, anillos, valeros, bases metálicas de bujías, y entre otras tantas aplicaciones se sabe que el Sistema de Transporte Colectivo Metro emplea piezas estructurales pavonadas, además de la tornillería ya mencionada.

El proceso de pavonado no es nuevo, por el contrario podría decirse que es antiguo por lo sencillo que es; sin embargo existe muy poca información científica reciente al respecto.

Por otro lado, es por demás conocido que la contaminación en todos los aspectos se ha convertido en un problema a nivel mundial que ha provocado, y seguirá provocando si no se controla, grandes y graves trastornos al equilibrio ecológico del medio ambiente en el que vivimos. Uno de los problemas más graves causados por los avances de la tecnología, es la corrosión de los materiales como consecuencia de la agresividad atmosférica incluyendo la destrucción de las estructuras metálicas, construcciones, materiales y aleaciones debido a que el 80 % están expuestos a este medio. Existen muchos tipos de contaminantes como son: humo, lluvia "ácida", polvo, cenizas, diversos gases como el SO_2 , el NO_x y otras sustancias.

La mayoría de los metales en contacto con el medio ambiente forman un sistema termodinámicamente inestable. A excepción de los metales nobles, todos los demás reaccionan y se transforman en óxidos.

La capa de óxido de hierro reportada es de aproximadamente 5 millonésimas de pulgada ^[18], es porosa, lo que le proporciona unas características absorbentes, esto beneficia su capacidad para adoptar diversas coloraciones. Sin embargo, esta porosidad no es buena desde el punto de vista de la resistencia a la corrosión. Para mantener la eficacia aislante de la barrera de óxido a pesar de su carácter poroso, es conveniente aplicar un sellador en forma de aceite de pino, cera, o laca. ^[1]

La adición de iones OH^- a un medio acuoso disminuye la velocidad de corrosión del acero al igual que de otros metales. Los iones hidroxil actúan como inhibidores anódicos, los cuales incrementan la polarización anódica ayudando a formar una película protectora y manteniéndola en buen estado. [3]

2.4.1 Tipos de Pavonados:

Existen diferentes tipos de pavonados algunos de ellos tienen nombres parecidos pero en su formulación la diferencia es un reactivo o su forma de aplicación a continuación se nombran algunos de los pavonados más comunes los cuales son¹:

- **Pavonado azul:** En un recipiente de vidrio se realiza la siguiente mezcla con la ayuda de una varilla de vidrio.

Nitrato sódico con dos partes de sosa cáustica y dos partes de agua en volumen.

La mezcla se calienta hasta la ebullición fuerte. NO EMPLEAR RECIPIENTE DE ALUMINIO. Se introduce la pieza a pavonar en la mezcla y se mantiene la ebullición hasta que adquiera el color deseado. Se enjuaga la pieza con agua muy caliente y se deja secar.

- **Pavonado castaño:** Se necesitan dos recipientes de vidrio. En un recipiente de vidrio se realiza la siguiente mezcla con la ayuda de una varilla de vidrio:

Agua destilada (428 gramos), Sulfato de cobre (3 gramos), Ácido nítrico (3 gramos), Tintura de hierro (12 gramos).

¹ Las formulaciones que se presentan a continuación tienen origen artesanal y empírico, por lo que algunos de los reactivos tienen nombres populares heredados de generación en generación, esto implica que no presentan una nomenclatura común en la actualidad.

En el segundo recipiente se realiza la siguiente mezcla con la ayuda de una varilla de vidrio:

Muriato de mercurio (*cloruro de mercurio*) (6 gramos), Alcohol de 90° (12 gramos).

El contenido del segundo recipiente se agita para que el muriato de mercurio se disuelva completamente en el alcohol.

En un mortero se pulveriza Sal de amoníaco y Sublimado corrosivo (cloruro de mercúrico) a partes iguales. Téngase cuidado de no respirar el polvo, es muy venenoso y LA INHALACIÓN DE ESTE POLVO ES LETAL. Se mezclan los contenidos de los dos recipientes de vidrio y después se añade el polvo del mortero.

Agitar hasta disolver completamente. Se aplica la mezcla a la pieza con una esponja y se deja secar. Se cepilla la pieza hasta retirar el residuo de óxido. Se repite la aplicación hasta que la pieza adquiere el todo deseado. Se hierve la pieza en agua durante cinco minutos. Se seca con un trapo de algodón y se vuelve a aplicar otra vez el pavón. Se deja secar. Una vez seca, se sumerge en agua muy caliente durante unos segundos. Se saca la pieza del agua y se frota enérgicamente con un trapo de muselina hasta que se obtenga brillo. Aceitar las piezas pavonadas.

- **Pavonado especial:** En un recipiente de vidrio se realiza la siguiente mezcla con la ayuda de una varilla de vidrio:

Agua destilada (250 gramos), Cloruro férrico (30 gramos), Alcohol de 90° (14 gramos), Cloruro de mercurio (2 gramos), Ácido nítrico (20 gramos), Sulfato de cobre (2 gramos).

La mezcla se conserva tapada (con vidrio) en recipiente de vidrio. Con una muñequilla (bola de trapo de algodón) impregnada con la mezcla anterior, se unta la pieza a tratar sin que derrame líquido. Se deja actuar durante 24 horas. Sin

tocar la pieza con las manos, se sumerge en agua a punto de ebullición fuerte durante 30 minutos. Se saca la pieza y se deja que evapore por sí sola todo el agua. Una vez seca, se cepilla y pule con lana de acero.

- **Pavonado para fusiles:** En un recipiente de vidrio se realiza la siguiente mezcla con la ayuda de una varilla de vidrio:

Agua destilada (250 gramos), Sulfato de cobre (91 gramos), Alcohol de 90° (184.5 gramos), Sublimado corrosivo (cloruro de mercurio) (33 gramos), Nitro dulce (*combinacion de alcoholes*) (204 gramos), Ácido nítrico (102 gramos).

Elaboramos "**Tintura de Acero**" de la siguiente forma:

Ácido clorhídrico (88 gramos), Limaduras de acero (33 gramos), Alcohol de 90° (119 gramos). El alcohol no se añade hasta que el ácido y las limaduras se hayan mezclado totalmente.

El pavonado se aplica a brocha lo más uniformemente posible y se deja actuar durante 24 horas. Se sumerge la pieza en agua a punto de ebullición durante 20 minutos. Se saca la pieza y se deja secar por sí sola. Se cepilla escrupulosamente la capa de óxido. El proceso de aplicación se repite cuatro veces. Se prepara una solución con 600 gramos de agua y 10 gramos de Sulfato Potásico.

Después de completado el proceso por cuarta vez, se sumerge la pieza en la solución anterior. De esta manera se fijará definitivamente el pavón y eliminará los rastros de la cocción en agua.

- **Pavonado de piezas pequeñas:** Se obtiene arena de playa o sílice fino de cantera y se lava repetidamente con agua limpia hasta que quede exento de sales solubles.

En un recipiente, se pone la arena al fuego hasta que se elimina toda el agua del lavado. Una vez seca la arena, se entierra el tornillo completamente en esta y

se pone a calentar en el fuego. Transcurridos unos veinte minutos, desenterramos la pieza y observamos el color que va adquiriendo. Si está a nuestro gusto, la sacamos y la dejamos enfriar lentamente. Si no, la volvemos a enterrar y esperamos otros veinte minutos.

También puede obtenerse un resultado similar aplicando directamente el fuego sobre la pieza, aunque el pavonado no será tan uniforme y la pieza puede destemplarse.

- **Pavonado negro nº 1:** En un recipiente de vidrio se realiza la siguiente mezcla con la ayuda de una varilla de vidrio:

Agua destilada (125 gramos), Solución normal de cloruro férrico (15 gramos), Alcohol de 90° (7 gramos), Cloruro de mercurio (1 gramo), Ácido nítrico (10 gramos), Sulfato de cobre (1 gramo).

La mezcla se aplica a brocha sobre la superficie del metal y se deja actuar hasta que se seque, aproximadamente 18 horas.

Una vez seca se sumerge en agua a punto de ebullición y se mantiene en esas condiciones durante 30 minutos. Se saca la pieza del agua y se deja secar. Se limpia la superficie del metal con lana de acero.

- **Pavonado negro nº 2:** En un recipiente de vidrio se realiza la siguiente mezcla con la ayuda de una varilla de vidrio:

Agua destilada (900 gramos), Biclорuro de mercurio (*cloruro de mercurio II*) (16 gramos), Sulfato de cobre (16 gramos). Con el recipiente tapado, se deja reposar hasta transcurridas 24 horas.

En un segundo recipiente de vidrio se realiza la siguiente mezcla con la ayuda de una varilla de vidrio:

Alcohol de 40° (50 gramos), Subcarbonato de hierro (*carbonato de hierro II*) (*combinacion de alcoholes*) (9 gramos), Ácido clorhídrico (9 gramos), con el recipiente tapado, se deja reposar hasta transcurridas 24 horas.

Se mezclan completamente los contenidos de los dos recipientes. Se aplica a brocha, dejando secar durante 24 horas. Se lava la pieza con agua caliente y se deja secar. Una vez seca, se cepilla para eliminar la capa de óxido.

- **Pavonado negro nº 3:** En un recipiente de vidrio se realiza la siguiente mezcla con la ayuda de una varilla de vidrio:

Agua destilada (360 gramos), Sulfato de cobre molido (30 gramos), Ácido nítrico puro (15 gramos), Espíritu de nitro dulce (*combinacion de alcoholes*) (30 gramos), Tintura de acero (60 gramos), Espíritu de vino rectificado (*combinacion de alcoholes*) (30 gramos).

Con una muñequilla (bola de trapo de algodón) impregnada con la mezcla anterior, se unta la pieza a tratar sin que derrame líquido. Se deja actuar durante 24 horas.

La mezcla se conserva tapada (con vidrio) en recipiente de vidrio. Sin tocar la pieza con las manos, se sumerge en agua a punto de ebullición fuerte durante 30 minutos. Se saca la pieza y se deja que evapore por sí sola todo el agua. Una vez seca, se cepilla y pule con lana de acero. Se repite la aplicación de untado y hervido hasta tres veces.

Pavonado negro nº 4: En un recipiente de vidrio se realiza la siguiente mezcla con la ayuda de una varilla de vidrio:

Agua destilada (100 gramos), Sulfato de hierro sólido (20 gramos), Cloruro férrico ($FeCl_3$) (6 gramos), Sulfato de cobre (20 gramos), Ácido nítrico (30 gramos), Alcohol de 90° (30 gramos).

La mezcla se conserva tapada (con vidrio) en recipiente de vidrio. Con una muñequilla (bola de trapo de algodón) impregnada con la mezcla anterior, se unta la pieza a tratar sin que derrame líquido. Se deja actuar durante 24 horas. Sin tocar la pieza con las manos, se sumerge en agua a punto de ebullición fuerte durante 30 minutos. Se saca la pieza y se deja que evapore por sí sola todo el agua. Una vez seca, se cepilla y pule con lana de acero. Se repite la aplicación de untado y hervido hasta tres veces.

Pavonado negro nº 5: En un recipiente de vidrio se realiza la siguiente mezcla con la ayuda de una varilla de vidrio:

Agua destilada (97 gramos), Sulfato de cobre (29.5 gramos), Espiritu de vino puro (*combinación de alcoholes*) (34 gramos), Sublimado corrosivo molido (*cloruro de mercurio molido*) (5.5 gramos), Espiritu de nitro dulce (*combinación de alcoholes*) (34 gramos), Ácido nítrico (17 gramos), Tintura de acero (45 gramos).

La mezcla se conserva tapada (con vidrio) en recipiente de vidrio. Con una muñequilla (bola de trapo de algodón) impregnada con la mezcla anterior, se unta la pieza a tratar sin que derrame líquido. Se deja actuar durante 24 horas. Sin tocar la pieza con las manos, se sumerge en agua a punto de ebullición fuerte durante 30 minutos. Se saca la pieza y se deja que evapore por sí sola todo el agua. Una vez seca, se cepilla y pule con lana de acero. Se repite la aplicación de untado y hervido hasta tres veces. Cuanto mejor se cepille y pula entre operaciones, de mayor calidad será el pavonado resultante.

Pavonado chileno: En un recipiente de hierro, una lata de conservas, (por ejemplo para pavonar un martillo).

Un litro de agua, 1 kilo de sosa cáustica y 300 gramos de salitre (*nitrate*) de Potasio.

En el recipiente se agrega el agua (cualquier agua), después la sosa lentamente y el salitre (*nitrate*). Se revuelve con algo de vidrio o una cuchara de acero inoxidable y se pone a calentar.

Cuando comienza a hervir, se baja la llama para que hierva lentamente. En ese momento se introduce la pieza a pavonar, perfectamente limpia y desgrasada, colgada de alambres de hierro. Dependiendo del tiempo que esté, será el color que tome, que va de un marrón, pasando por un azulado, hasta un negro bellissimo.

Se lava la pieza con agua corriente, después se pone a hervir en agua pura para sacarle todas las sales, ESTO ES MUY IMPORTANTE, si no, después afloran y el artefacto se pone blanco. Después se seca muy bien y se lubrica con grasa y/o aceite. PRECAUCIONES: ponerse guantes de goma, lentes y hasta una mascarilla, pues las salpicaduras son peligrosas para la piel, y también ataca todo artefacto de aluminio.

Otra cosa muy importante: DEJAR ENFRIAR antes colocar las piezas en agua, dado que las piezas calientes en contacto con el agua fría ocasiona que salte para todos los lados.

2.5 Pruebas complementarias

2.5.1 Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

El microscopio electrónico de barrido, también conocido como SEM (*Scanning Electron Microscopy*), es un microscopio que usa electrones y no luz para formar una imagen. Tiene una gran profundidad de campo, la cual permite que se enfoque a la vez una gran parte de la muestra. También produce imágenes de alta resolución, que significa que características espacialmente cercanas en la muestra pueden ser examinadas a una alta magnificación.

En el microscopio electrónico de barrido la muestra es recubierta con una capa de metal delgado, y es barrida con electrones enviados desde un cañón. Un detector mide la cantidad de electrones enviados que arroja la intensidad de la zona de muestra, siendo capaz de mostrar figuras en tres dimensiones, proyectado en una imagen de TV. Su resolución está entre 3 y 20 nm, dependiendo del microscopio (Figura 5).



Figura 5. Equipo de microscopia electrónica de barrido.

Este instrumento permite la observación y caracterización superficial de materiales inorgánicos y orgánicos, entregando información morfológica del material analizado. A partir de él se producen distintos tipos de señal que se generan desde la muestra y se utilizan para examinar muchas de sus características. Con él se pueden realizar estudios de los aspectos morfológicos de zonas microscópicas de diversos materiales, además del procesamiento y análisis de las imágenes obtenidas. [16]

2.5.2 Difracción de Rayos X (DRX)

Los rayos-X son una forma de radiación electromagnética de elevada energía y pequeña longitud de onda; del orden de los espacios interatómicos de los sólidos (Figura 6).



Figura 6. Equipo de difracción de rayos X

Cuando un haz de rayos-X incide en un material sólido, parte de este haz se dispersa en todas direcciones a causa de los electrones asociados a los átomos o iones que encuentra en el trayecto, pero el resto del haz puede dar lugar al fenómeno de difracción de rayos-X, que tiene lugar si existe una disposición ordenada de átomos y relaciona la longitud de onda de los rayos-X y la distancia interatómica con el ángulo de incidencia del haz difractado (Figura 7).

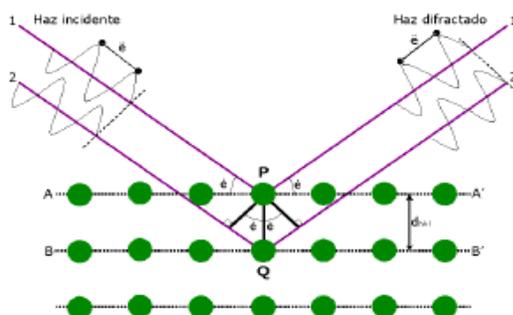


Figura 7. Representación de la incidencia del haz difractado.

Aplicaciones

Esta técnica es de aplicación en:

- Química Inorgánica, Cristalografía, Física del Estado Sólido, Física Aplicada, Mineralogía, Química Analítica, Química Orgánica, Farmacología, etc.

- Ciencia de Materiales: cerámicos, materiales de la construcción, catálisis, etc.
- Ciencias Ambientales: residuos sólidos cristalinos, polvos en suspensión, etc.
- Arqueología: análisis de fases de muestras.

Las muestras deben ser:

- Polvo fino policristalino.
- Material policristalino compacto soportado (láminas delgadas).
- Material policristalino con forma irregular.

Tipos de análisis:

- Identificación de fases cristalinas mediante comparación de los difractogramas con la base de datos PDF *Powder Diffraction File*.
- Análisis cuantitativo de fases cristalinas (análisis mineralógico) por el método de Rietveld.
- Análisis cuantitativo de fase amorfa por el método de Rietveld añadiendo estándar interno.
- Identificación y análisis cuantitativo de polimorfos y pseudopolimorfos de fármacos sólidos cristalinos.
- Afinamiento de estructuras cristalinas por el método de Rietveld.
- Análisis microestructural (tamaños y formas de partículas /dominios coherentes de difracción).
- Análisis de capas delgadas.
- Transiciones de fase a procesos de calentamiento/enfriamiento.^[17]

2.5.3 Prueba de “Pull off”.

Prueba mecánica que consiste de un sistema de muelles que aplican una fuerza ascendente sobre la “dolly” (pieza pequeña de aluminio de forma redonda). Cuando la fuerza separa la “dolly” de la superficie, un indicador muestra en la

escala el valor numérico de la adherencia expresado en la cantidad de fuerza necesaria para despegarla. Este aparato es capaz de detectar valores de adherencia baja de 0,05-0,2N/mm² (50-30 psi) hasta 5-22N/mm² (500-3.200 psi).^[15]

2.5.4 Prueba de N-metilpirrolidona (NMP).

Consiste en la inmersión de las muestras en una solución a una temperatura de 60°C, una vez hecho esto se recomienda retirar de la solución la placa cada 10 min. para así observar qué tanto se está removiendo el recubrimiento, hasta observar la pérdida total del mismo o un 95%^[19], el tiempo total que se obtiene se reporta como tiempo de retención de la pintura.

Ya teniendo todos los conceptos necesarios se puede iniciar con el desarrollo experimental y la presentación de los resultados obtenidos.

CAPÍTULO III

DESARROLLO EXPERIMENTAL

Para realizar los ensayos electroquímicos se trabajó con acero AISI 1010 el cual se cortó en placas de dimensiones 2 x 2 x 0.1 cm.; se procedió a desengrasar las placas para la aplicación del pavonado, para lograr esto se sigue el método:

- a) Lavado con agua y jabón.
- b) Enjuague con agua de la llave.
- c) Enjuague con agua destilada.
- d) Secado y desengrasado con acetona.

Las placas se sumergen en 3 diferentes soluciones pavonantes, conocidas como:

“Pavonado Chileno” (PCh) la cual consta de hidróxido de sodio (NaOH), agua destilada y nitrato de potasio (KNO₃).

“Pavonado Especial” (PE) la cual consta de agua destilada, cloruro de mercurio (Hg₂Cl₂), cloruro férrico (FeCl₃), ácido nítrico (HNO₃), alcohol de 90°, sulfato de cobre (CuSO₄).

“Pavonado Negro o Belga (PN)” la cual consta de agua destilada, sulfato de hierro (FeSO₄), percloruro de hierro (FeCl₃), sulfato de cobre (CuSO₄), ácido nítrico (HNO₃), alcohol del 90°. [12]

Las placas se sumergen en las diferentes soluciones pavonantes por tiempos de 5 y 10 min., estos tiempos se determinaron a partir de las gráficas de potencial contra tiempo, usando como electrolito las soluciones anteriormente mencionadas, la única que difiere en forma de aplicación es la primera ya que en ésta se trabaja a una temperatura de 80 °C según la literatura, para las 2 soluciones restantes se trabajó a temperatura ambiente. En los 3 pavonados se dejaron secar las placas tratadas por 24 hrs., después se sumergieron en agua destilada hirviendo para sellar y eliminar residuos de sales que pueda tener la

superficie de acero y nuevamente se dejaron secar por 24 hrs. antes de realizar cualquier prueba posterior.

Después de lo anterior se procedió a realizar las siguientes pruebas para caracterizar la calidad del pavonado las cuales se presentan en la siguiente matriz experimental.

	<i>Tiempo (min.)</i>	<i>E vs T</i>	<i>Rp</i>	<i>MEB</i>	<i>Pull off</i>	<i>NMP</i>	<i>DRX</i>	<i>Cámara de Niebla</i>
Acero Desnudo	-	√	√	√	√	√	X	X
Pavonado Chileno	5	√	√	√	√	√	X	√
	10	√	√	√	√	√	X	√
Pavonado Especial	5	√	√	√	√	√	√	X
	10	√	√	√	√	√	√	X
Pavonado Negro	5	√	√	√	√	√	X	X
	10	√	√	√	√	√	X	X

En las pruebas de potencial vs tiempo y en los de Rp se utiliza una celda de acrílico de 3 electrodos constituida por un electrodo de trabajo que es el acero al carbono, un electrodo de referencia de calomel saturado, un contra electrodo de grafito y conteniendo como electrolito solución de NaCl al 3% en peso (Figura8).

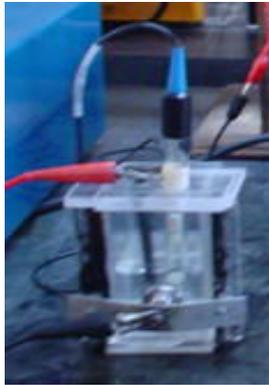


Figura 8. Imagen de la celda de tres electrodos

- Se conecta la celda al equipo potenciostato-galvanostato de la marca Vimar (Figura 9) para realizar las pruebas de potencial vs tiempo y tomando mediciones cada 30 seg. hasta llegar al potencial de corrosión (E_{corr}) a estado estable.

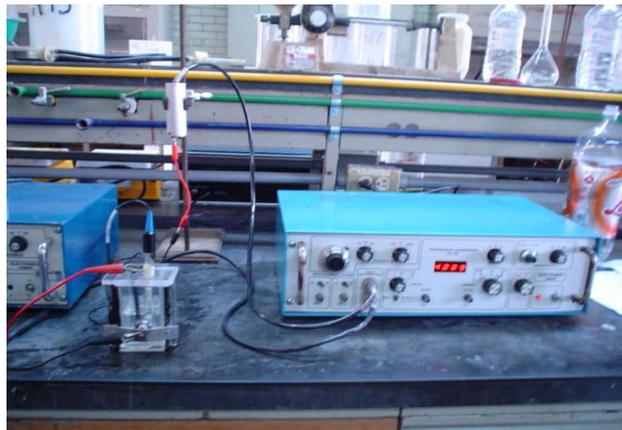


Figura 9. Equipo potenciostato-galvanostato en el cual se realizaron las pruebas de potencial vs tiempo y de R_p .

A partir de los resultados obtenidos de las gráficas de potencial vs tiempo se realizan las pruebas de R_p utilizando el método conocido como de los 3 puntos y que consiste en:

- Aplicar un potencial de ± 20 mV con respecto al potencial de reposo, primero en sentido catódico y después en sentido anódico.
- En cada aplicación de potencial se realiza la medición de la corriente; la lectura se toma 15 seg. después de aplicado el potencial, una vez que este se estabiliza.
- Graficar los resultados (para obtener la pendiente la cual es el valor de la R_p esta se sustituye en la ecuación de Stern and Geary para conocer la densidad de corriente la cual permitirá conocer la velocidad de corrosión).

Aplicando la misma técnica pero considerando diferentes tiempos y diferentes potenciales, se explica el comportamiento anticorrosivo que presenta el pavonado, para realizar estas pruebas de R_p se ocupó el equipo Gill 478 (potenciostato-galvanostato) (Figura 10).



Figura 10. Equipo Gill 478 con el que se realizaron las pruebas de R_p a los diferentes tiempos.

A placas ya preparadas, se les realiza una observación de la morfología y un mapeo de elementos que se encuentren en la superficie convertida, por medio de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB).

Una vez que las placas fueron pavonadas y se determinaron potencial contra tiempo, R_p y MEB, se sometieron a un proceso de pintado, el cual se

realizó utilizando un barniz transparente de Polyform de la serie 11000 cuya hoja técnica se presenta en el apéndice A.

Para llevar a cabo el control del espesor de pintura se utilizó una cuchilla BYK Gardner Serie AG-4300 (Figura 11) aplicando un espesor de película húmeda de 100 micras para obtener un espesor de 40 a 50 micras (película seca). Un medidor de espesores marca ELCOMETER modelo 345 (Figura 12) fue utilizado para cuantificar el espesor de película seca. [2]



Figura 11. Cuchilla BYK Gardner serie AG-4300.



Figura 12. Medidor de espesores Elcometer 345.

Para realizar pruebas de “Pull-off” (prueba mecánica) y n-metil pirrolidona (NMP) (prueba química), para determinar las propiedades de adherencia en el sustrato, se emplean placas de 10 x 15 x 0.1 cm. y 4 x 4 x 0.1 cm.

El ensayo mecánico de adherencia se realizó con un probador de adherencia portátil ELCOMETER 106 y consiste en lo siguiente:

Seleccionar un área libre de polvo ó cualquier otra sustancia que impida la correcta adhesión. La “dolly” que es una sección metálica de área conocida será la que se adhiera a la superficie pintada por medio de un adhesivo instantáneo marca TOP; ambas superficies deberán de estar limpias, en caso de requerirlo se podrá aplicar una abrasión por medio de una lija de carburo de silicio del número 400 o de granulometría más fina, esto es con el fin de garantizar una perfecta adhesión entre la “dolly” y el recubrimiento.^[2] El equipo utilizado para realizar la prueba es un ELCOMETER 106 (Figura 13).



Figura 13. Medidor de pruebas para adherencia por arranque Elcometer 106

Una nueva prueba química para estimar la adherencia de sustratos metálicos, consiste en la inmersión de las muestras en una solución conocida como NMP a una temperatura de 60°C y se cuantifico el tiempo de retención.

Una vez determinado el mejor pavonado (PCh a 5 min), se realizo la prueba de cámara de niebla salina.

En el PE se realizó la prueba de DRX, por que de los tres pavonados es el único que presentaba residuos (polvo) sobre la superficie y con lo cual se realizó la prueba.

Con todo esto se procedió a la evaluación de los pavonados, e intentar demostrar que estos poseen propiedades anticorrosivas buenas para ser considerados como tratamientos de conversión química.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Con la figura 14, se determinaron los intervalos de tiempo para exponer las placas en cada una de las soluciones pavonantes, para tomar estos tiempos de inmersión se tomó de esta Figura el comportamiento más lineal, hay que mencionar que en algunos casos la zona lineal se presenta antes, pero para igualar condiciones de aplicación se consideran tiempos iguales, esto quiere decir, que a los tiempos de 5 y 10 min. de inmersión, la superficie expuesta ante la solución pavonante ya formó una capa pasiva, esto indica que la superficie del sustrato está protegida y así obtener las condiciones óptimas de aplicación de los mismos.

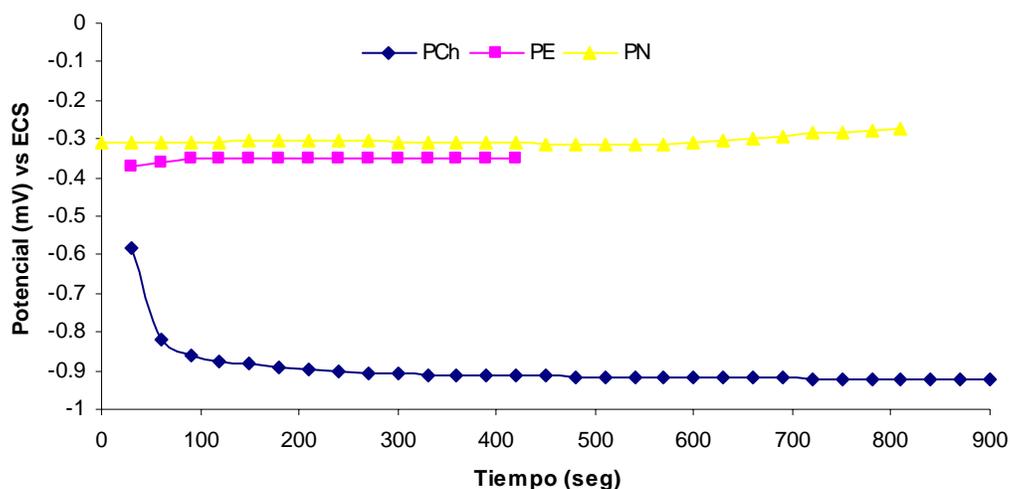


Figura 14. Comportamiento de potencial vs tiempo para muestras de acero desnudo expuesto a las distintas soluciones pavonantes PCh, PE y PN.

Las figuras 15 y 16 indican el comportamiento del pavonado expuesto a un electrolito altamente corrosivo como es el NaCl al 3% en peso, en estas se tomaron intervalos de tiempos con los cuales se observará la conducta de la R_p al paso del tiempo y así obtener el comportamiento anticorrosivo del material expuesto a NaCl al 3%.

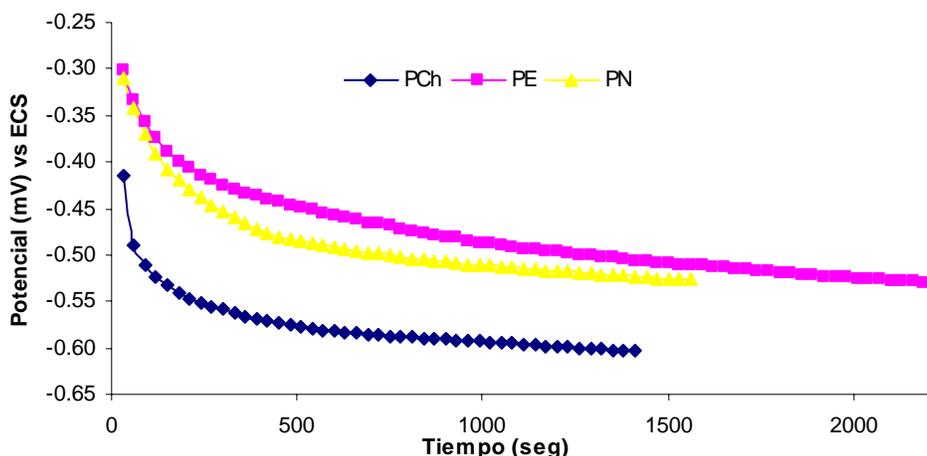


Figura 15. Comportamiento de potencial vs tiempo para los PCh, PE y PN a 5 min. expuestos en NaCl al 3% en peso.

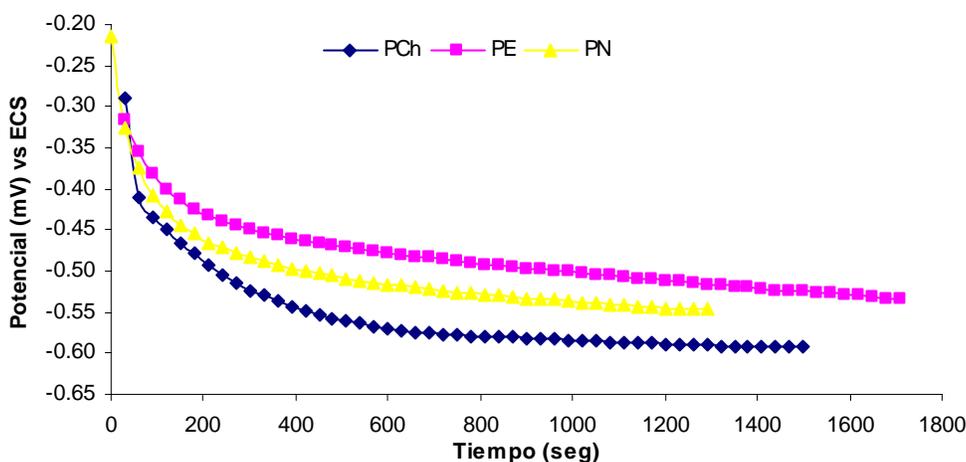


Figura 16. Comportamiento de potencial vs tiempo para los PCh, PE y PN a 10 min. expuestos en NaCl al 3% en peso.

A continuación se presentan los resultados (figuras 18 a 23) que proporcionan la información del comportamiento de la R_p para conocer las condiciones adecuadas en las cuales el tratamiento proporciona las mejores propiedades anticorrosivas, hay que mencionar que antes de medir la R_p , las placas se dejaron previamente en inmersión en el electrolito (NaCl 3% en peso) a los tiempos tomados de las figuras 15 y 16 para obtener reproducibilidad a las condiciones iniciales (tiempo de inmersión y potencial), esto se aplicó en todos los

casos, se toma como referencia la R_p para acero desnudo evaluado en NaCl al 3% en peso, la cual es de $717.19 \text{ ohm}\cdot\text{cm}^2$ correspondiente a un potencial de corrosión de -611 mV vs ESC .

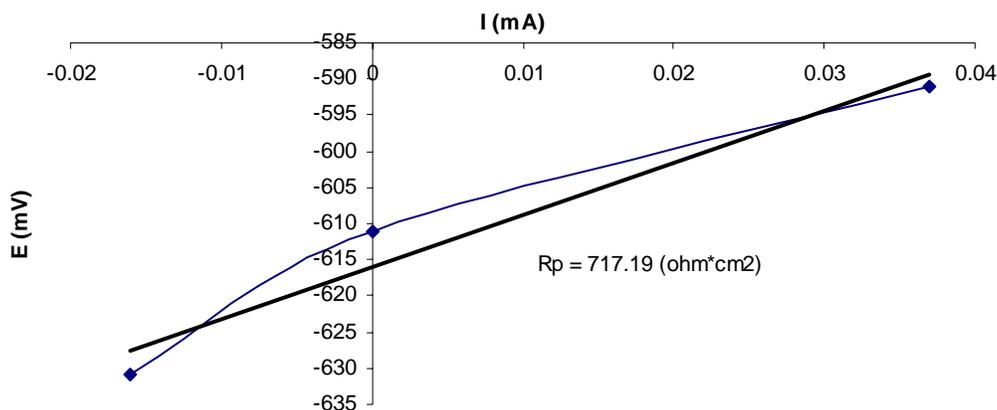


Figura 17. Grafica de R_p para el acero desnudo en NaCl al 3% en peso.

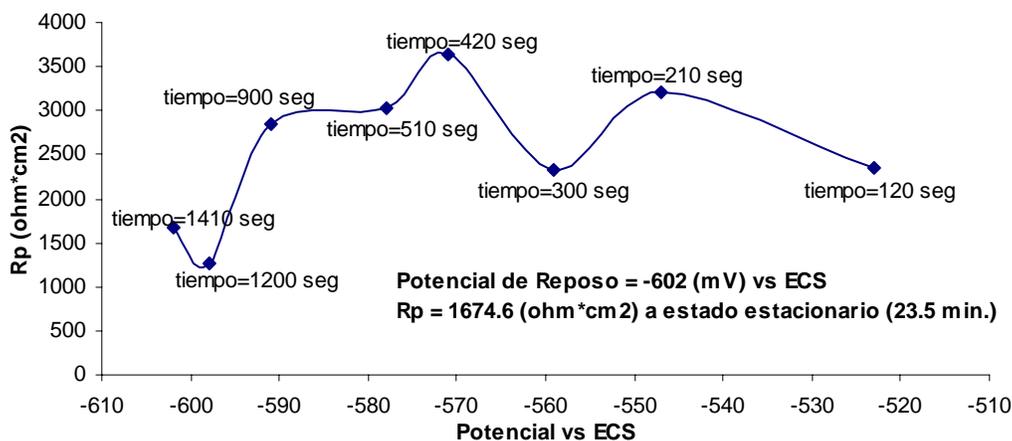


Figura 18. Comportamiento de la R_p vs Potencial para el PCh a 5 min. en NaCl al 3% en peso.

Tiempo (seg.)	120	210	300	<u>420</u>	510	900	1200	1410
Rp (5 min.)	2352.2	3203.2	2318.3	<u>3628.5</u>	3022.4	2846.6	1262	1674.6

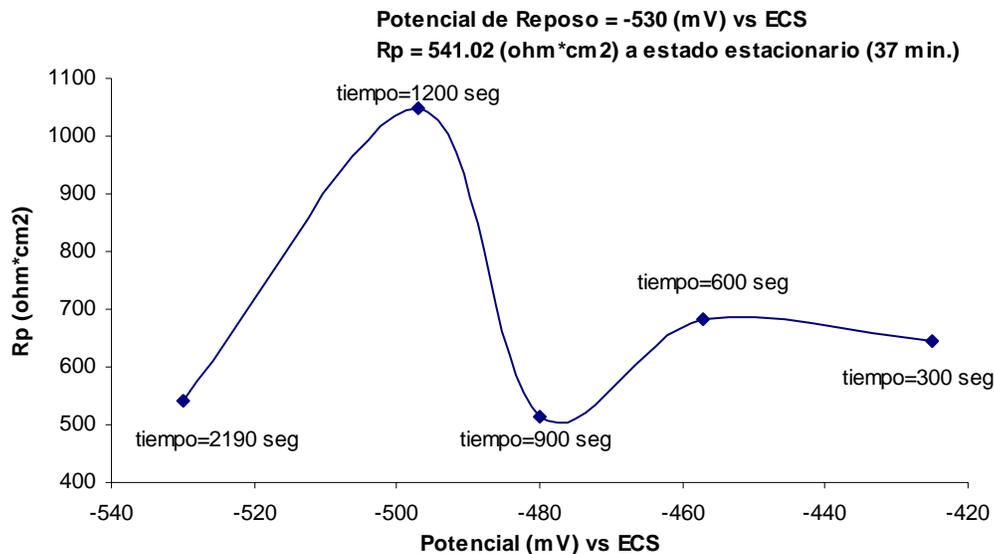


Figura 19. Comportamiento de la Rp vs Potencial para el PE a 5 min. en NaCl al 3% en peso.

Tiempo (seg.)	300	600	900	<u>1200</u>	2190
Rp (5 min.)	646	684	513	<u>1047</u>	541.02

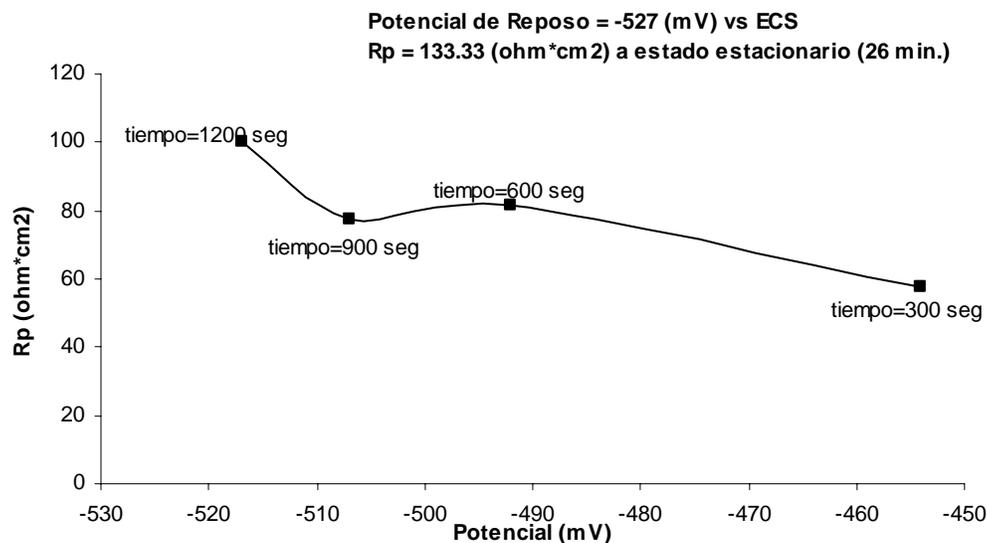


Figura 20. Comportamiento de la Rp vs Potencial para el PN a 5 min. en NaCl al 3% en peso.

Tiempo (seg.)	300	600	900	1200	<u>1560</u>
Rp (5 min.)	57.655	81.275	77.704	100.48	<u>133.33</u>

Los resultados de los 3 pavonados, PCh, PE y PN a 5 min. de inmersión permiten observar que los valores de R_p más altos: $3628.5 \text{ ohm}\cdot\text{cm}^2$, $1047 \text{ ohm}\cdot\text{cm}^2$ y $133.33 \text{ ohm}\cdot\text{cm}^2$, respectivamente, obtenidos a tiempos de 420 seg, 1200 seg, y 1560 seg (correspondientes a los potenciales de -571 mV vs ECS , -497 mV vs ECS y -527 mV vs ECS respectivamente), presentan las mejores propiedades anticorrosivas, sin embargo, fuera de estas condiciones los pavonados empezarán a disminuir sus propiedades protectoras sin perderlas por completo.

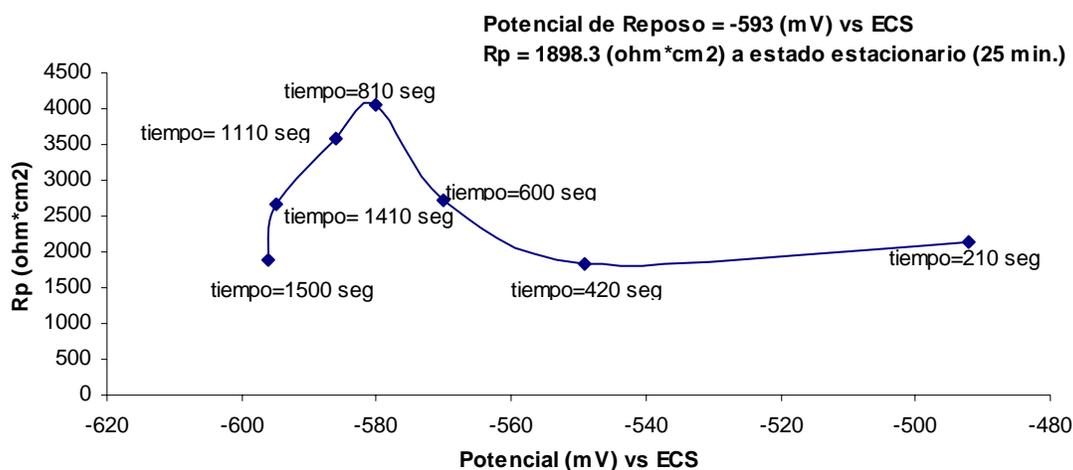


Figura 21. Comportamiento de la R_p vs Potencial para el PCh a 10 min. en NaCl al 3% en peso.

Tiempo (seg.)	210	420	600	810	1110	1410	1500
R_p (10 min.)	2146.5	1843.8	2722.6	4059.6	3578.9	2653.3	1898.3

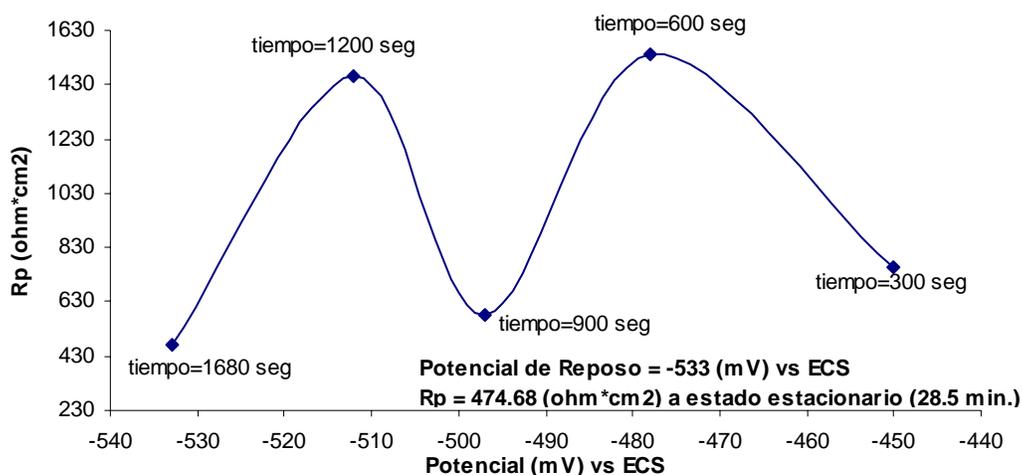


Figura 22. Comportamiento de la Rp vs Potencial para el PE a 10 min. en NaCl al 3% en peso.

Tiempo (seg.)	300	<u>600</u>	900	1200	1680
Rp (10 min.)	754.91	<u>1538.7</u>	578.59	1458	474

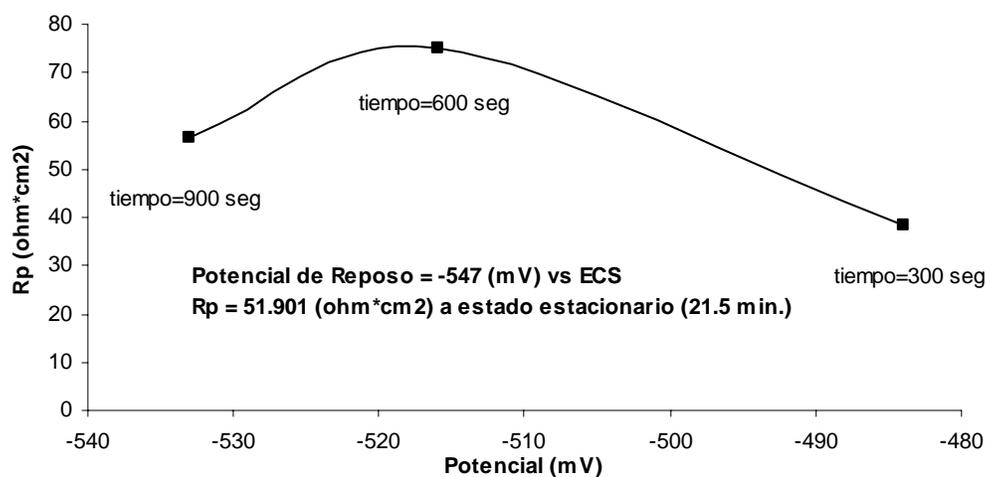


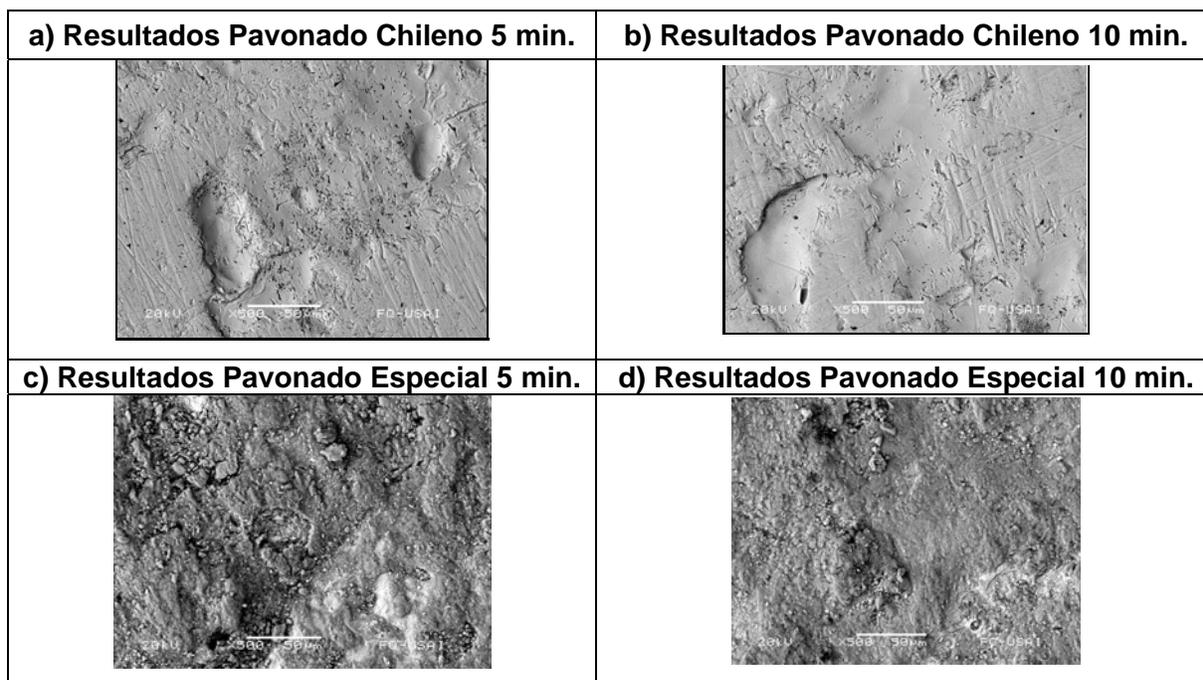
Figura 23. Comportamiento la Rp vs Potencial para el PN a 10 min. en NaCl al 3% en peso.

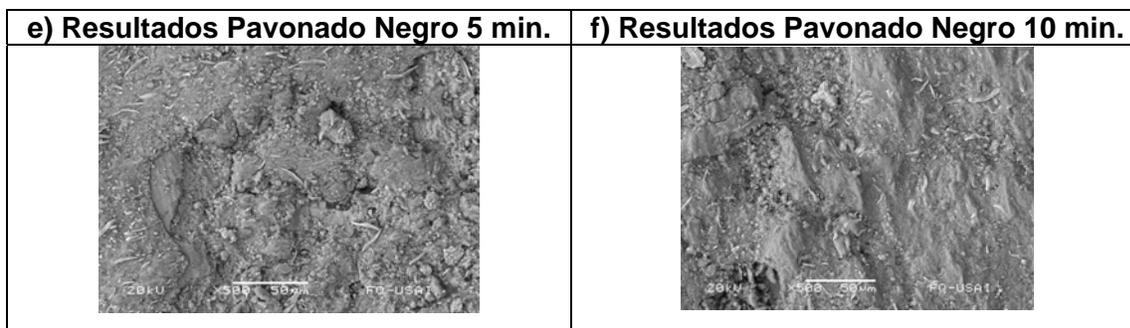
Tiempo (seg.)	300	<u>600</u>	900	
Rp (10 min.)	38.476	<u>75.253</u>	56.482	51.901

En los resultados de los 3 pavonados a 10 min. de inmersión permiten observar que los valores de R_p más altos ($4059.6 \text{ ohm}\cdot\text{cm}^2$, $1538.7 \text{ ohm}\cdot\text{cm}^2$ y $75.253 \text{ ohm}\cdot\text{cm}^2$) para el pavonado chileno, especial y negro, respectivamente, obtenidos a tiempos de 810 seg., 600 seg., y 600 seg. (correspondientes a los potenciales de -580 mV vs ECS , -478 mV vs ECS y -516 mV vs ECS respectivamente), presentan las mejores propiedades anticorrosivas, sin embargo, fuera de estas condiciones los pavonados empezarán a disminuir sus propiedades protectoras sin perderlas por completo.

Con lo anterior se observa que el pavonado chileno es el que presenta de nuevo las mejores propiedades de los 3 con el valor de R_p más alto, lo cual indica que la velocidad de corrosión será la más pequeña de los 3, no quiere decir que los otros 2 pavonados no sean buenos, con las demás pruebas se confirma cuál o cuáles de los pavonados serán los que proporcionen las mejores propiedades anticorrosivas.

Figura 24: MEB a 500X de la superficie de las placas de acero.



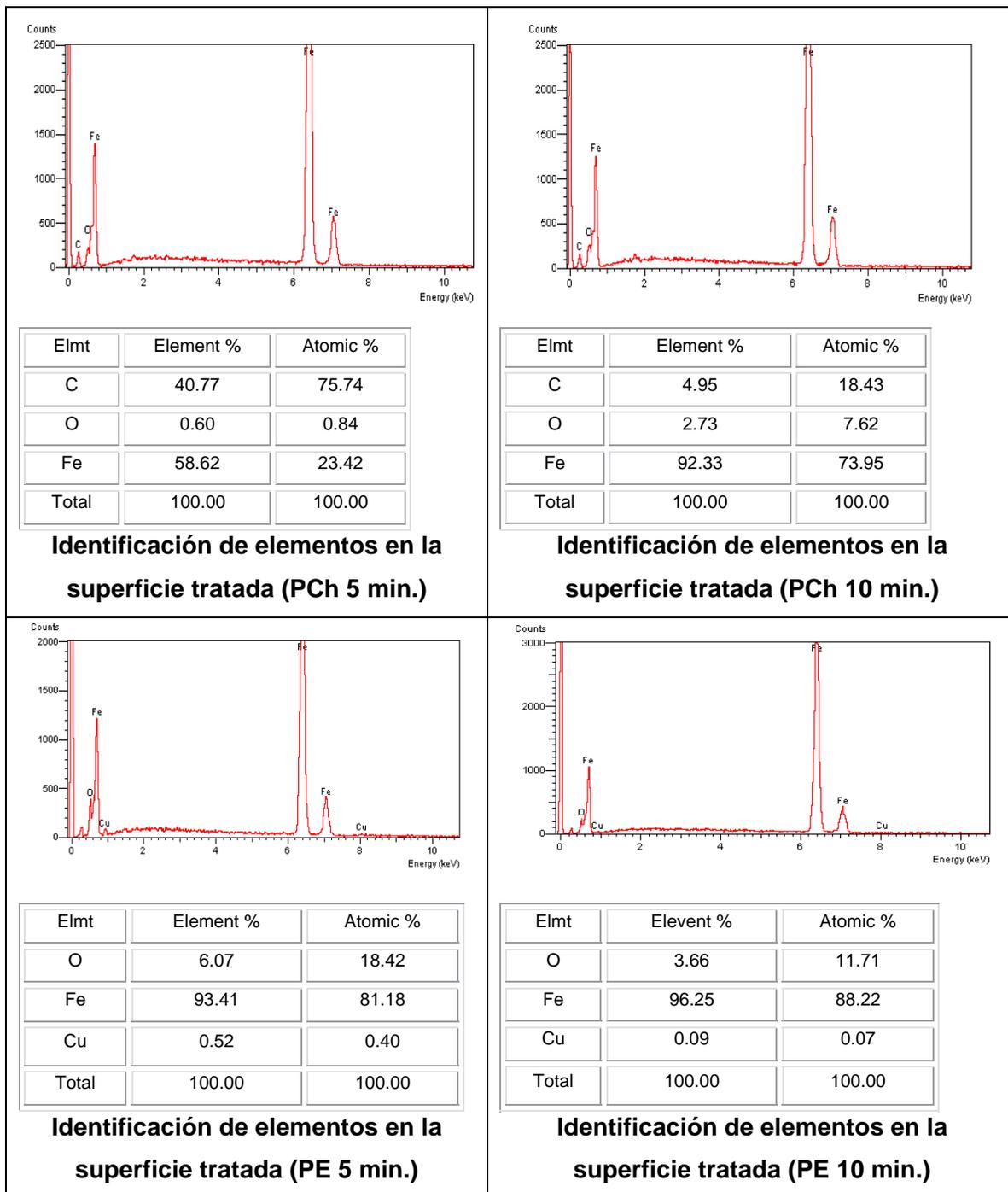


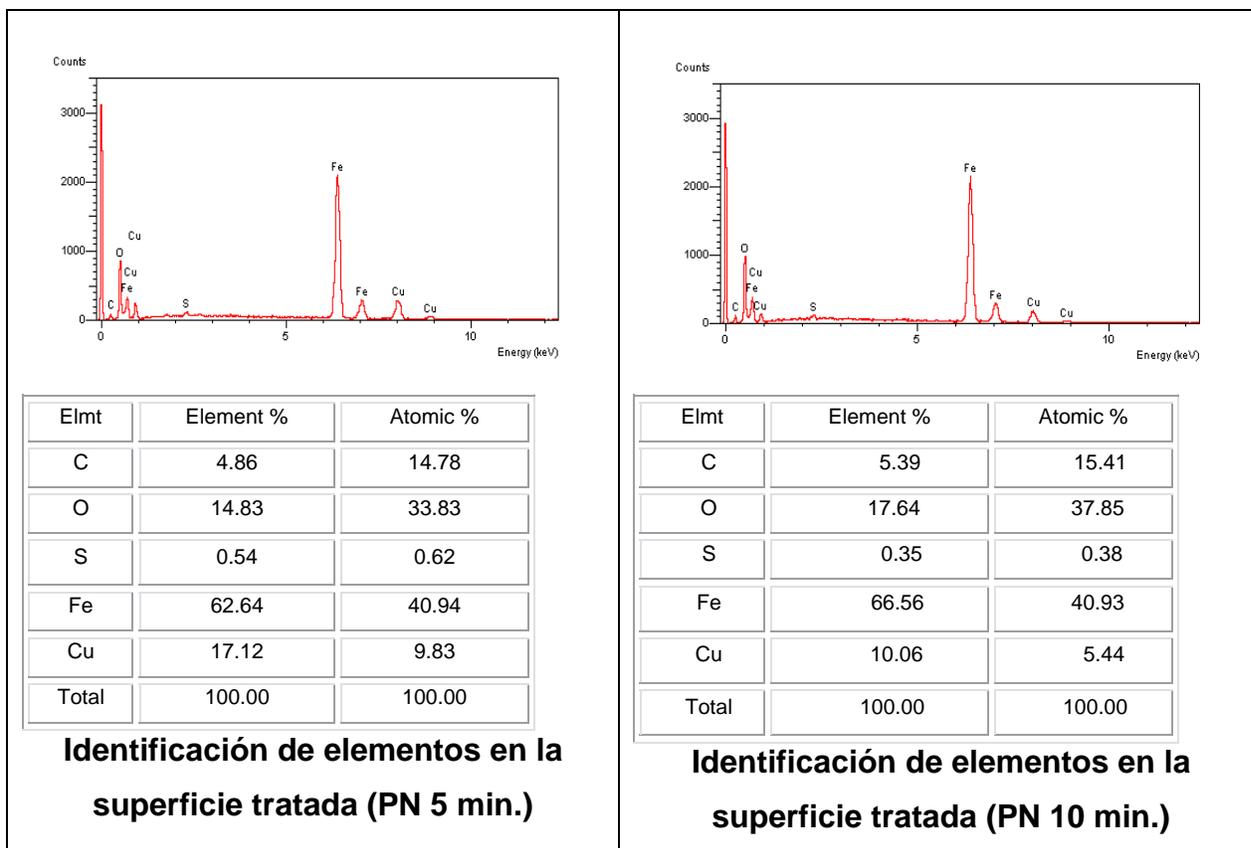
En todas las figuras se observan superficies muy parecidas con rugosidades de diferentes tamaños, lo que implica una heterogeneidad en la superficie que puede favorecer la adherencia de los recubrimientos, sin embargo en las figuras 24c y 24e se observa la presencia de agrietamiento sobre la superficie, lo que podría afectar las propiedades de adherencia; esto se podría justificar si tomamos en cuenta que para las placas tratadas durante 5 minutos (figuras 24a, 24c y 24e) las cuales en su mayoría presentan menor cantidad de oxígeno, al no tener suficiente oxígeno para reaccionar con el hierro, no se forma de manera homogénea la capa protectora (en este caso magnetita), con la excepción de la figura 24c la cual corresponde al PE y que muestra una mayor cantidad de oxígeno en la superficie pero, el tiempo de contacto con la solución es pequeño, por ende se observa un agrietamiento en la superficie por lo que la película de conversión es muy frágil y parece desprenderse fácilmente.

En las figuras 24b, 24d y 24f se observa una disminución de la rugosidad, esto podría ser por la alta presencia de oxígeno ya que en presencia de éste la formación de magnetita sobre el sustrato será más homogénea.

Por tanto se podría pensar que para el caso de las placas tratadas a 10 min. de inmersión (figuras 24b, 24d y 24f) se podría esperar que presenten las mejores propiedades de adherencia comparadas con el acero desnudo.

Figura 25: Difractogramas de los elementos de la película de conversión obtenidos mediante SEM.





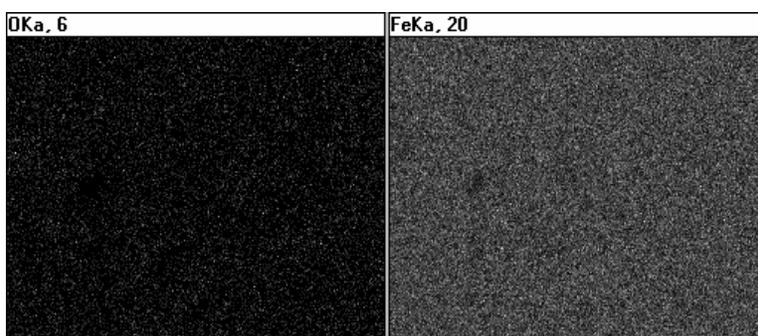
En la figura 25 las gráficas anteriores se revelan los elementos de los cuales está constituida la película de conversión de los 3 pavonados, junto a ellas se encuentran, en forma de tabla, los valores numéricos en porcentaje de los elementos presentes para así tener una visión más práctica de estos elementos.

Con estos resultados se puede sustentar la posibilidad de que la presencia de oxígeno sobre la superficie de las placas tratadas puede ser el causante de que la superficie de las mismas sea más estable o menos estable.

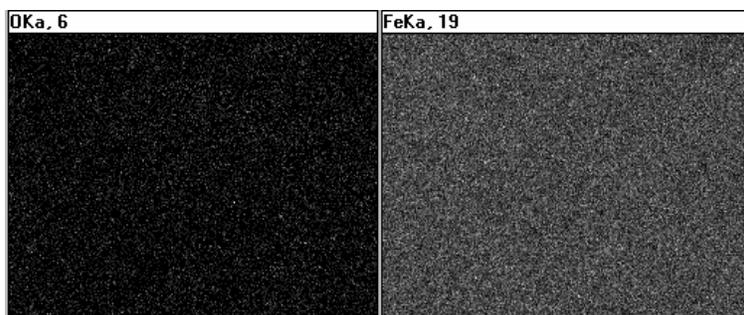
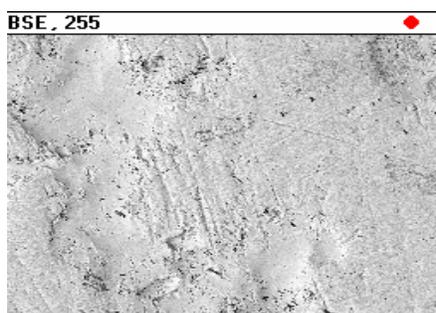
Mapeo de los pavonados

Se presentan las imágenes obtenidas por medio del MEB las cuales ayudan a ubicar en forma de mapeo la presencia de elementos como el hierro y el oxígeno en los 3 tipos de pavonados:

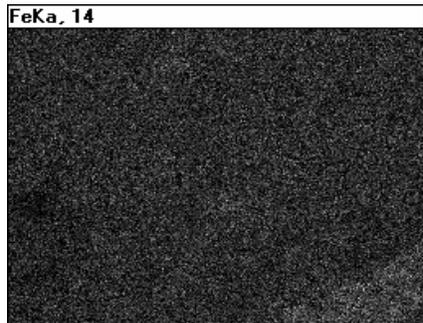
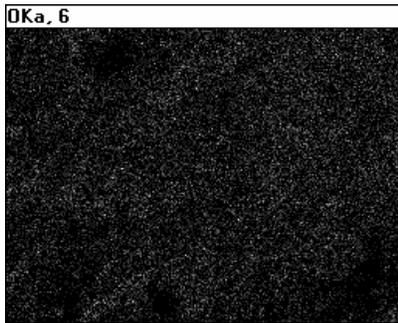
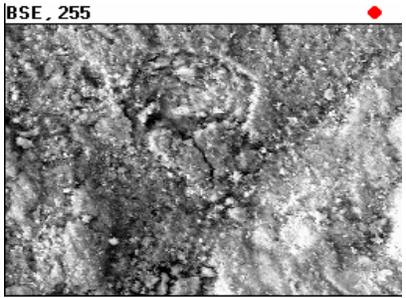
"5 minutos PCh"



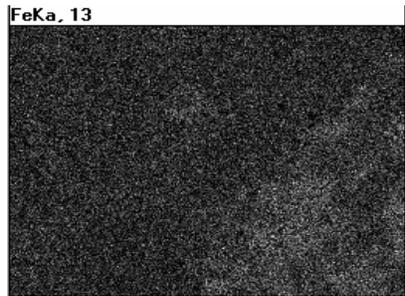
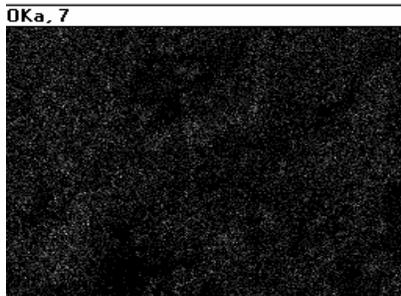
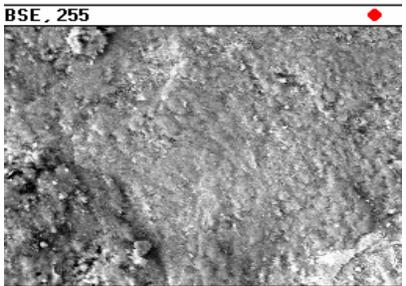
"10 minutos PCh"



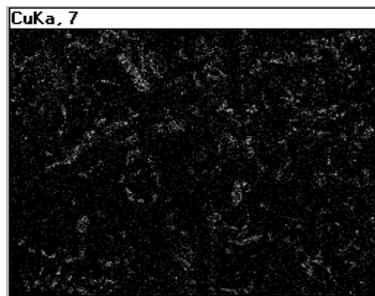
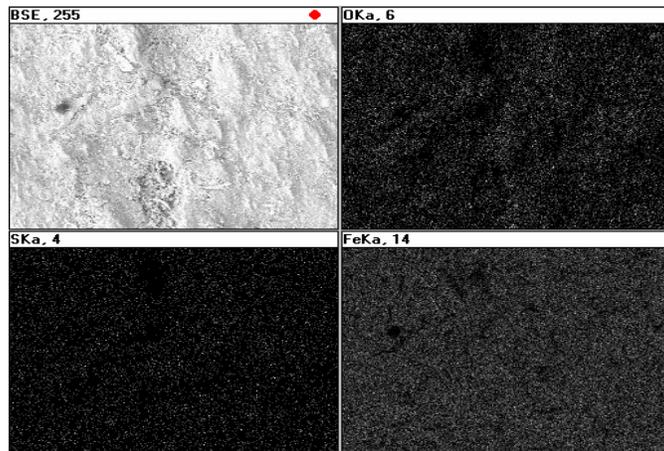
"5 minutos PE"



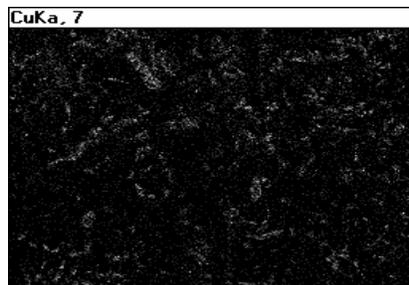
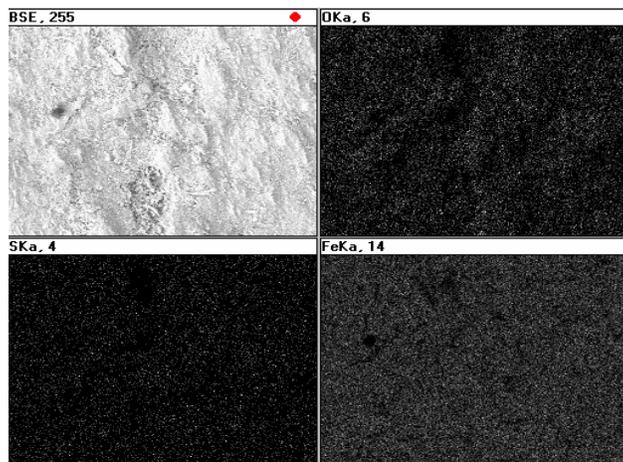
"10 minutos PE"



"5 minutos PN"



"10 minutos PN"



Pruebas de Adherencia por el método de Pull off**Resultados para Acero Desnudo**

Espesor Promedio del Recubrimiento	Unidades	Valores	% de Desprendimiento	Fuerza Necesaria para el 100%
48 micras	Mpa	1	100	1
	lb/in²	150	100	150

Resultados para PCh 5 min.

Espesor Promedio del Recubrimiento	Unidades	Valores	% de Desprendimiento	Fuerza Necesaria para el 100%
65 micras	Mpa	1.5	25	6
	lb/in²	200	25	800

Resultados para PCh 10 min.

Espesor Promedio del Recubrimiento	Unidades	Valores	% de Desprendimiento	Fuerza Necesaria para el 100%
60 micras	Mpa	0.5	95	0.526315789
	lb/in²	100	95	105.2631579

Resultados para PE 5 min.

Espesor Promedio del Recubrimiento	Unidades	Valores	% de Desprendimiento	Fuerza Necesaria para el 100%
72 micras	Mpa	0.5	100	0.5
	lb/in²	100	100	100

Resultados para PE 10 min.

Espesor Promedio del Recubrimiento	Unidades	Valores	% de Desprendimiento	Fuerza Necesaria para el 100%
74 micras	Mpa	1	15	6.666
	lb/in ²	150	15	1000

Resultados para PN 5 min.

Espesor Promedio del Recubrimiento	Unidades	Valores	% de Desprendimiento	Fuerza Necesaria para el 100%
44 micras	Mpa	1	90	1.111
	lb/in ²	150	90	166.666

Resultados para PN 10min.

Espesor Promedio del Recubrimiento	Unidades	Valores	% de Desprendimiento	Fuerza Necesaria para el 100%
60 micras	Mpa	1.5	50	3
	lb/in ²	200	50	400

En las pruebas de Pull off, se tiene que recordar que es un ensayo mecánico para la medición de adherencia, por lo que se observa que los resultados para acero desnudo presentan una fuerza aplicada para el desprendimiento total de 1 Mpa o 150 lb/in², tomando ésta como referencia, se mejoró el comportamiento con la ayuda del pavonado, ya que los mejores resultados se presentan en los arreglos de PCh a 5 min. (6 Mpa o 800 lb/in²), el PE a 10 min. (6.66 Mpa o 1000 lb/in²), y el PN a 10 min. (3 Mpa o 400 lb/in²) esto significa que la fuerza necesaria para desprender el recubrimiento en su totalidad se incrementó; que reafirmando lo antes discutido en los resultados de MEB, en donde se mencionó, que la estabilidad de la superficie y la presencia de mayor

rugosidad, podrían favorecer la adherencia del recubrimiento, hay que recordar que se mencionó que las placas con un tiempo de 10 min de inmersión para todos los pavonados, serían las óptimas para incrementar la adherencia.

En el caso del PCh 10 min. la adherencia disminuye, esto se lo atribuimos a que, en la superficie de la placa se observó menor rugosidad con una mayor profundidad por lo que probablemente el recubrimiento no penetra lo suficiente para mojar toda la superficie de los poros, mientras que en la rugosidad observada en el PCh a 5 min., fue mayor y de menor profundidad esto favoreció la adherencia del recubrimiento lo cual se ve reflejado en los resultados.

Con todo lo anterior se asegura que el arreglo experimental más indicado de los 3 diferentes pavonados es: para el chileno a 5 min., para el especial a 10 min., y para el negro a 10 min., estos serían los tiempos indicados para que se presentaran las mejores propiedades de adherencia, de superficie y de Rp.

Pruebas de Adherencia por el método de NMP

Resultados para Acero Desnudo

<i>Unidades</i>	<i>Tiempo</i>	<i>% de retención</i>	<i>Tiempo de retención en min. para el 100%</i>
<i>Min.</i>	<i>20</i>	<i>100</i>	<i>20</i>
<i>Min.</i>	<i>14</i>	<i>100</i>	<i>14</i>

Resultados para PCh 5 min.

<i>Unidades</i>	<i>Tiempo</i>	<i>% de retención</i>	<i>Tiempo de retención en min. para el 100%</i>
<i>Min.</i>	<i>30</i>	<i>30</i>	<i>100</i>
<i>Min.</i>	<i>30</i>	<i>30</i>	<i>100</i>

Resultados para PCh 10 min.

Unidades	Tiempo	% de retención	Tiempo de retención en min. para el 100%
Min.	20	85	23.53
Min.	10	85	11.76

Resultados para PE 5 min.

Unidades	Tiempo	% de retención	Tiempo de retención en min. para el 100%
Min.	30	90	33.33
Min.	30	97	30.93

Resultados para PE 10 min.

Unidades	Tiempo	% de retención	Tiempo de retención en min. para el 100%
Min.	30	40	75
Min.	30	40	75

Resultados para PN 5 min.

Unidades	Tiempo	% de retención	Tiempo de retención en min. para el 100%
Min.	30	30	100
Min.	30	30	100

Resultados para PN 10 min.

Unidades	Tiempo	% de retención	Tiempo de retención en min. para el 100%
Min.	30	80	37.50
Min.	20	95	21.05

La muestra de NMP es una prueba “química” para la medición de adherencia, los resultados observados para acero desnudo son 14 a 20 min. de retención; con este parámetro podemos ver que en los pavonados se obtuvo un incremento de los tiempos de retención, si podemos decir que los mejores tiempos se observan en los pavonados chileno a 5 min. (100 min.), especial a 10 min. (75 min.) y negro a 5 min. (100 min.), para retirar en su totalidad el recubrimiento, se puede ver que el comportamiento de la adherencia es similar a los resultados obtenidos en Pull off, por lo que no se puede decir que una técnica es mejor que la otra dado que son pruebas de diferente aplicación. Claro que las 2 pruebas proporcionan resultados de adherencia, pero de interpretación diferente.

Con todos los resultados obtenidos se puede concluir que el arreglo experimental más indicado de los 3 pavonados por todas las propiedades anticorrosivas que presentan, y por las características superficiales apropiadas en cuanto a rugosidad se refiere (mejores comportamientos de adherencia), es el pavonado chileno a un tiempo de 5 min.

Para corroborar que el pavonado chileno a 5 min. de inmersión presenta el mejor arreglo, se aplicó la técnica llamada cámara de niebla salina, la cual se realizó bajo la norma ASTM B-117-90, ya que ésta es una prueba de corrosión atmosférica acelerada de gran peso para la industria, y a continuación se presentan los resultados obtenidos por medio de esta técnica.

Resultados de Cámara de Niebla Salina para PCh

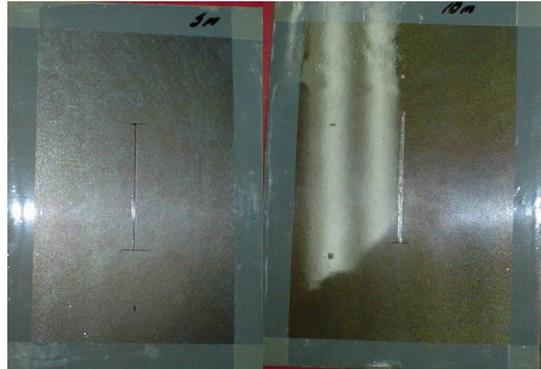


Figura 26: Aspecto físico de las muestras antes de evaluar en cámara de niebla salina.



Figura 27: Aspecto físico de las muestras del PCh a 5 min después de evaluar en cámara de niebla salina durante 520 hrs. de exposición.



(A)

(B)

Figura 28: productos de corrosión en área de falla, muestras 5 y 10 min. de pavonado.

En la figura 28 A (5 min.) se observa una superficie limpia de productos de corrosión, se llega a visualizar un poco manchada pero esto ocurre por escurrimiento de los productos de corrosión del área dañada (en la ranura se observa un producto de corrosión de forma característica de este ataque) sobre la demás muestra.

En la figura 28 B (10 min.) se observa, al igual que la imagen anterior, una superficie limpia de productos de corrosión, pero a diferencia de la placa anterior ésta sí presenta un poco más de estos productos en la ranura (daño localizado).

Difracción de Rayos X para PE

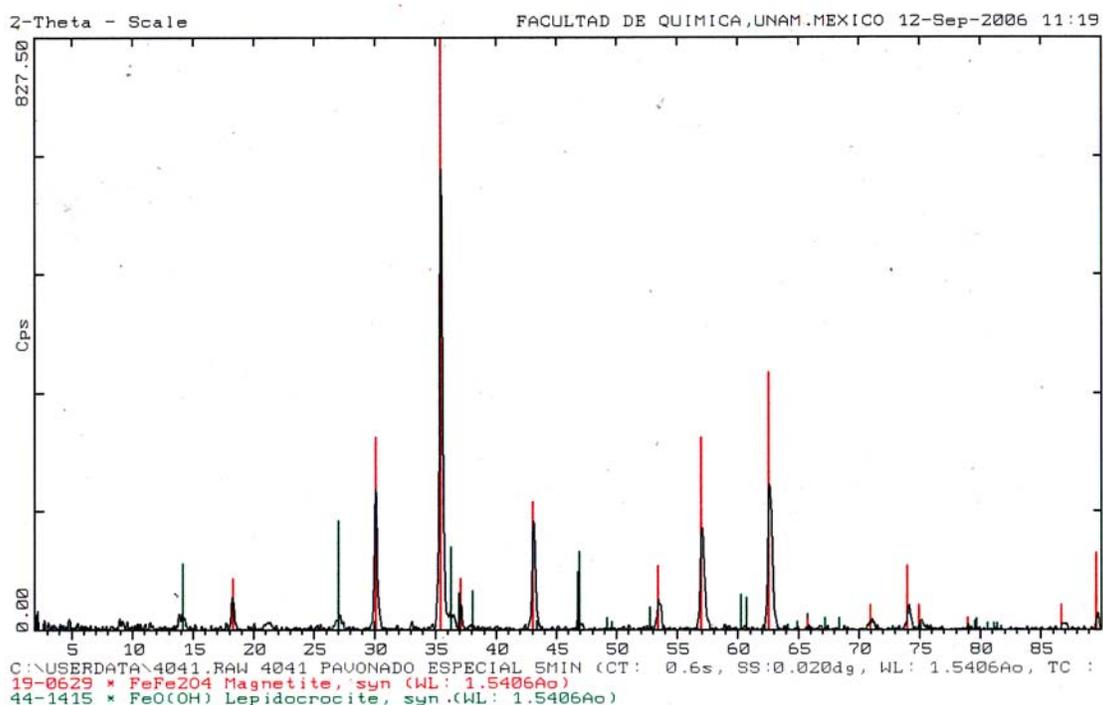


Figura 31. Difracción de Rayos X para PE a un tiempo de 5 min.

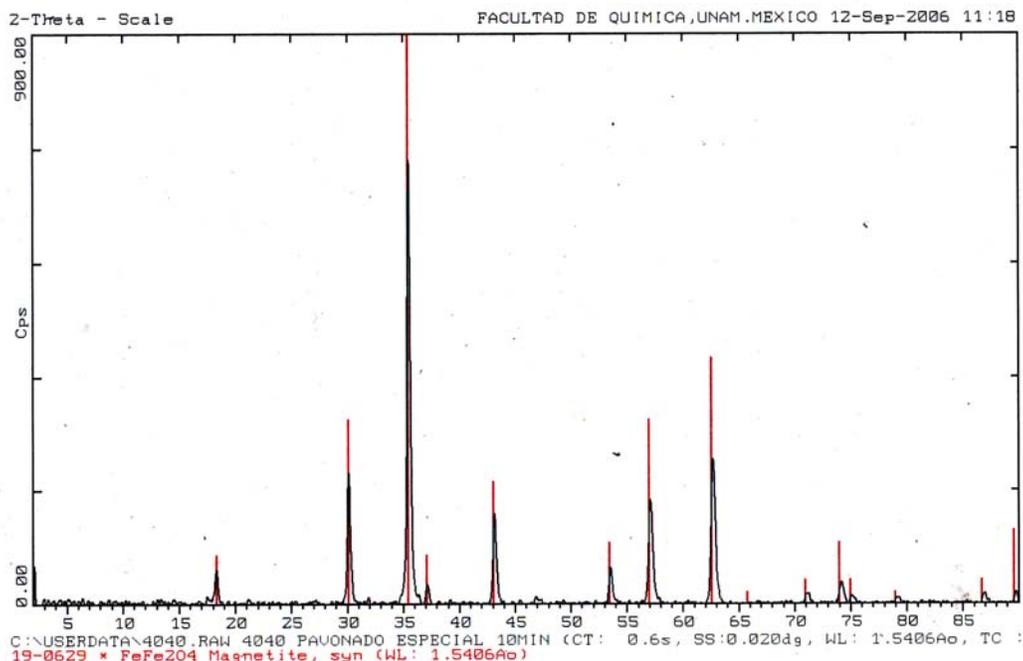


Figura 32. Difracción de Rayos X para PE a un tiempo de 10 min.

La prueba de difracción de rayos X se realizó para observar que compuesto presentaba la superficie de la placa tratada con el pavonado especial a tiempos de 5 y 10 min., mediante los resultados se observó la presencia de magnetita en la superficie, y además en el PE a 5 min se observa la presencia de lepidocrocita y se descarta la presencia de otros compuestos que puedan perjudicar a la superficie y a sus propiedades anticorrosivas y de adherencia.

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES

CONCLUSIONES PARTICULARES

Pavonado chileno

Con los resultados anteriormente presentados se concluye que el comportamiento óptimo se obtiene a un tiempo de 5 min. de inmersión, ya que presenta una superficie homogénea con pequeñas porosidades que favorecen la adherencia, una R_p de $3628 \text{ ohm}\cdot\text{cm}^2$ la cual aumenta, ya que la R_p obtenida para el acero desnudo es de $717.19 \text{ ohm}\cdot\text{cm}^2$. Aunque el PCh que corresponde a un tiempo de 10 min. es el que presenta el valor de R_p mayor $4059 \text{ ohm}\cdot\text{cm}^2$, los resultados de adherencia no fueron los esperados, obteniendo con lo anterior las mejores propiedades anticorrosivas y de adherencia para el arreglo de 5 min.

Concluyendo sobre la formulación hay que considerar que los reactivos que contiene la solución pavonante no son tóxicos y son de fácil neutralización, lo que implica que este tratamiento tiene un impacto ambiental bajo, esto implica que en cuestión ambiental y económica el tratamiento es viable.

Pavonado especial

Con los resultados anteriormente presentados se concluye que el PE a un tiempo de 10 min. de inmersión, con una superficie estable y homogénea, muestra la mayor R_p $1538.7 \text{ ohm}\cdot\text{cm}^2$.

El problema que presenta el método de pavonado es la presencia de cloruro de mercurio en su formulación, ya que es muy tóxico, ocasionando que no sea fácil la neutralización del cloruro de mercurio

Pavonado Negro

Con los resultados anteriormente presentados concluimos que el PN a un tiempo de 5 min. de inmersión presenta el mayor valor de Rp 133.33 ohm*cm² con las mejores propiedades anticorrosivas; pero hablando de la adherencia, el óptimo con una superficie estable y homogénea es el pavonado de 10 min.

Los reactivos que contiene la solución pavonante no son muy tóxicos, un poco más costosos, de fácil neutralización y esto implica que en cuestiones ambientales este tratamiento presenta un impacto ambiental bajo, lo que implica que el tratamiento es bueno.

CONCLUSIONES GENERALES

Con todos los resultados obtenidos podemos concluir que los pavonados pueden ser considerados además de tratamientos de acabado artesanal, como tratamientos de conversión química ya que estos presentan buenas propiedades anticorrosivas y de adherencia en los 3 pavonados evaluados.

Los tiempos de aplicación para los 3 pavonados fueron de 5 y 10 min con lo que hace que los pavonados sean rápidos en su aplicación.

El pavonado óptimo es el chileno a 5 min de inmersión el cual se recomienda su aplicación.

Otra conclusión que se obtiene es que los valores obtenidos de Rp y adherencia son semejantes a los reportados para el cromatado (Rp = 1400 ohm*cm²) que es un tratamiento común en la industria, por lo que el pavonado podría ser considerado como una alternativa al cromatado.

CAPÍTULO VI

BIBLIOGRAFÍA

Tesis

1. El pavonado, una alternativa para la protección del acero. (Tesis) Autor: Ralf Richard Rose Domínguez., 1994.
2. Evaluación de las propiedades anticorrosivas de los tratamientos de conversión química libres de cromo (VI) en acero 1018, como una alternativa ecológica. (Tesis) Autor: Olvera Martinez Antonio., 2006

Libros

3. Nelson, J., PPG Industries, Inc. Corrosion by Alkalies and Hypoclorite ASM Handbook. Vol. 13, 9ª. Ed., 1992, 1174-1178, U.S.A.
4. Mansfeld, F., Corrosion Mechanisms, Edit. Marcel Dekker, Vol 28, 1987, U.S.A.
5. Genesca J., Ávila J., Más allá de la herrumbre. I., Fondo de cultura económica., Colección la ciencia para todos/79, 1999, México.
6. Genesca J., Ávila J., Más allá de la herrumbre. II. La lucha contra la corrosión, Fondo de cultura económica., Colección la ciencia para todos/79, 1999, México.
7. Bockris, J., Electroquímica moderna, Editorial Reverté S.A., Vol. 1, Barcelona, 1979.
8. Galvele, J. R., Corrosión, Secretaría General de la Organización de los Estados Americanos Washington D.C., 1979.
9. M.I Sara M., M.I Víctor H, M.I Armando Ortiz, Corrosión y Protección, Unidad de Investigación y asistencia técnica en materiales, UNAM, Julio 2003.
10. Fontana M.G., Corrosion Engineering, McGraw-Hill, USA, 1999.
11. Genesca J., F. J. Rodríguez, J. Mendoza, R. Durán y otros autores, Técnicas Electroquímicas para el Control y Estudio de la Corrosión, Facultad de química, UNAM, diciembre 2002.
12. Ma. Carmen Andrade (editora), Corrosión y protección metálicas Vol. II, Consejo superior de investigaciones científicas, Madrid, 1991

Paginas Electrónicas

13. <http://www.miarma.com/miarma-02-04-01.php>.
14. <http://www.p2pays.org/ref%5C03%5C02383/0238301.pdf>.
15. <http://www.elcometer.com/international%20index%20pages/spain/data%20sheets/106.pdf>.
16. http://es.wikipedia.org/wiki/Microscopio_electr%C3%B3nico_de_barrido
17. <http://www.uma.es/scai/servicios/xrd/xrd.html>

Artículos

18. Robert W. Farrell, Jr., Blackening of ferrous metals, Metal Finishing. Vol. 103, no. 6A, pp. 343-349. 2005.
19. Testing the adhesion of paint films to metals by swelling in N-methylpyrrolidone, J. Adhesion Sci. Technol. Vol. 7, Nc. S. pp. 897-917 (1993),
20. Standard test Method of Salt Spray (Fog) Testing, ASTM B 117-90; United State of America.
21. Standard test method for Pull Off of Coating Using Portable Tester; Annual Book of ASTM Standards; Designation D 4541-02; Section 06; Volume 02; United State of America.

APÉNDICE A

Producto: BARNIZ TRANSPARENTE 11000



Hoja: 1 De: 5

HOJA DE DATOS DE SEGURIDAD

SALUD	3
INFLAMABILIDAD	3
REACTIVIDAD	0
EQUIPO DE PROTECCION	H
RIESGO ESPECIAL	N.D.

FECHA DE ELABORACION
07 DE SEPTIEMBRE 2001

No. DE REVISION
0

FECHA DE REVISION
07 DE SEPTIEMBRE 2001

SECCION I. DATOS GENERALES DE LA EMPRESA

1.- NOMBRE DEL FABRICANTE O IMPORTADOR POLY FORM DE MÉXICO S.A DE C.V.		2.- EN CASO DE EMERGENCIA COMUNICARSE AL TELEFONO SETIQ EN LA REP. MEXICANA TEL: 018000021400 EN LA CD. DE MÉXICO Y ZONA METROPOLITANA 55591588 PLANTA POLYFORM 56-12-01-45	
3.- DOMICILIO COMPLETO: BELLAVISTA	559	SAN NICOLAS 09850 TOLENTINO.	
CALLE IZTAPALAPA	No. EXT.	No. INT. D.F	COLONIA CODIGO POSTAL
DELEGACION/MUNICIPIO		LOCALIDAD O POBLACIÓN	

SECCION II. DATOS GENERALES DEL PRODUCTO

1.- NOMBRE COMERCIAL BARNIZ TRANSPARENTE BRILLANTE 11000 BARNIZ TRANSPARENTE SEMI MATE 11000-216. BARNIZ TRANSPARENTE MATE 11000-214	2.- NOMBRE QUIMICO O CODIGO 00711 00711SM 00711M
3.- FAMILIA QUIMICA POLIURETANO ALIFATICO	
4.- SINONIMOS N.D.	5.- OTROS DATOS N.A

SECCION III. IDENTIFICACION DE COMPONENTES

1.- NOMBRE DE LOS COMPONENTES	%	No. CAS	No. ONU	CPT,CCT o P	IPVS	GRADO DE RIESGO				
						S	I	R	ESPECIAL	E.P.P
RESINA ACRILICA	28-40%	N.D.	N.D	N.D.	N.D.	2	2	0	N.D.	F
ACETATO DE BUTILO	0-49%	123-88-4	1123	150 ppm	1700ppm	2	3	0	N.D.	H
ACETATO DE ETILO	0-14%	141-78-6	1173	400 ppm	2000ppm	3	3	0	N.D.	H
ACETATO DE METIL PROPASOL	0-20%	108-65-6	N.D.	N.D.	N.D.	3	3	0	N.D.	H
XILENO	14-56%	1330-20-7	1307	100ppm	10000ppm	2	3	0	N.D.	F
DIOXIDO DE SILICIO	1-4%	112945-52-5	N.D.	10mg/m ³	N.D.	2	2	0	N.D.	H

SECCION IV. PROPIEDADES FISICO-QUIMICAS

1.- TEMPERATURA DE EBULLICION (°C) 77 °C (ACETATO DE ETILO) A 1 ATM. DE PRESIÓN	2.- TEMPERATURA DE FUSION (°C) N.A.
3.- TEMPERATURA DE INFLAMACION (°C) - 4 °C (ACETATO DE ETILO)	4.- TEMPERATURA DE AUTOIGNICIÓN (°C) 485°C (ACETATO DE ETILO)

Producto: BARNIZ TRANSPARENTE 11000



Hoja: 2 De: 5

SECCION IV. PROPIEDADES FISICO-QUIMICAS

5.- DENSIDAD RELATIVA 0.93-1.05 g/cc A 20°C.	6.- DENSIDAD DE VAPOR (AIRE=1) N.A.
7.- PESO MOLECULAR N.A.	8.- ESTADO FISICO, COLOR Y OLOR LIQUIDO VISCOSO CON APARIENCIA LECHOSA Y OLOR CARACTERISTICO
9.- VELOCIDAD DE EVAPORACION (BUTIL ACETATO=1) 4.1 (ACETATO DE ETILO)	10.-SOLUBILIDAD EN AGUA INMISCIBLE
11.- PRESION DE VAPOR mmHg 20°C 75 mmHg (ACETATO DE ETILO) A 20° C	12.- % DE VOLATILIDAD 55-70%
13.-LIMITES DE INFLAMABILIDAD O EXPLOSIVIDAD	14.- OTROS DATOS N.D.
INFERIOR 2.00% (ACETATO DE ETILO)	
SUPERIOR 11.50% (ACETATO DE ETILO)	

SECCION V. RIESGOS DE FUEGO O EXPLOSION

1.- MEDIO DE EXTINCION NIEBLA DE AGUA _____ ESPUMA <input checked="" type="checkbox"/> _____ CO ₂ <input checked="" type="checkbox"/> _____ POLVO QUIMICO SECO <input checked="" type="checkbox"/> _____ OTROS (ESPECIFICAR) _____
2.- EQUIPO DE PROTECCION PERSONAL USE EQUIPO DE PROTECCIÓN ESPECIAL CON EQUIPO AUTÓNOMO DE RESPIRACIÓN.
3.- PROCEDIMIENTOS Y PRECAUCIONES ESPECIALES EN EL COMBATE DE INCENDIO UTILICE EQUIPO DE RESPIRACIÓN AUTÓNOMO Y COMBATA EL FUEGO A DISTANCIA SEGURA.
4.- CONDICIONES QUE CONDUCEN A OTRO RIESGO ESPECIAL LOS VAPORES GENERADOS SON MAS PESADOS QUE EL AIRE Y PUEDEN VIAJAR DISTANCIAS CONSIDERABLES Y ENCONTRAR UNA FUENTE DE IGNICIÓN. EVITE QUE SE ACUMULE ELECTRICIDAD ESTATICA EN LOS EQUIPOS CONECTÁNDOLOS A TIERRA FÍSICA.
5.-PRODUCTOS DE LA COMBUSTION NOCIVOS PARA LA SALUD DIÓXIDO DE CARBONO, MONÓXIDO DE CARBONO.

SECCION VI. DATOS DE REACTIVIDAD

1.-PRODUCTO: ESTABLE <input checked="" type="checkbox"/> _____ INESTABLE _____	2.- CONDICIONES A EVITAR TEMPERATURAS SUPERIORES A 50°C, FLAMA ABIERTA, CHISPAS.
3.- INCOMPATIBILIDAD (SUSTANCIA A EVITAR) ACIDOS Y ÁLCALIS.	4.- PRODUCTOS PELIGROSOS DE LA DESCOMPOSICION DIÓXIDO DE CARBONO.
5.- POLIMERIZACION ESPONTANEA PUUEDE OCURRIR _____ NO PUEDE OCURRIR <input checked="" type="checkbox"/> _____	
CONDICIONES A EVITAR N.D.	

FICHA TÉCNICA: N-METIL-PIRROLIDONA

1-METIL-2-PIRROLIDONA	ICSC: 0513
1-METIL-2-PIRROLIDONA, N-Metil-2-pirrolidona NMP, C ₅ H ₉ NO Masa molecular: 99.1	

Fichas Internacionales de Seguridad Química

1-METIL-2-PIRROLIDONA **ICSC: 0513**

I M P O R T A N T E S	<p>ESTADO FÍSICO; ASPECTO Líquido higroscópico, entre incoloro y amarillo claro, de olor característico.</p> <p>PELIGROS FÍSICOS</p> <p>PELIGROS QUÍMICOS La sustancia se descompone al calentarla intensamente por encima de 315°C produciendo humos tóxicos. Reacciona con ácidos fuertes. Ataca al aluminio.</p> <p>LÍMITES DE EXPOSICIÓN TLV no establecido.</p>	<p>VÍAS DE EXPOSICION La sustancia se puede absorber por inhalación y a través de la piel.</p> <p>RIESGO DE INHALACIÓN Por evaporación de esta sustancia a 20°C no se alcanza, o se alcanza sólo muy lentamente, una concentración nociva en el aire, mucho más rápidamente por pulverización.</p> <p>EFFECTOS DE EXPOSICION DE CORTA DURACION La sustancia irrita el tracto respiratorio.</p> <p>EFFECTOS DE EXPOSICIÓN PROLONGADA O REPETIDA La sustancia puede tener efectos sobre los pulmones, médula ósea y sistema linfático, a muy elevadas concentraciones.</p>
	<p>PROPIEDADES FÍSICAS</p> <p>Punto de ebullición: 202°C Punto de fusión: -24°C Densidad relativa (agua = 1): 1.027 Solubilidad en agua: muy elevada Presión de vapor, Pa a 25°C: 66</p>	<p>Densidad relativa de vapor (aire = 1): 3.42 Punto de inflamación: 91°C Temperatura de autoignición: 270°C Límites de explosividad, % en volumen en el aire: 0.99%-3.9%</p>
NOTAS		
<p>La 1-Metil-2-pirrolidona facilita la absorción cutánea para otras sustancias. Los datos disponibles sobre efectos de esta sustancia en la salud humana son insuficientes, por consiguiente debe procederse con sumo cuidado.</p>		