



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

**“ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES PROTECTORAS DE NYLON MEDIANTE LA
TÉCNICA DE ELECTROHILADO CON APLICACIÓN A RECUBRIMIENTOS HÍBRIDOS
SOL-GEL”**

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

INGENIERO QUÍMICO

PRESENTA

OMAR SÁNCHEZ ARREOLA



MÉXICO, D.F.

AÑO 2014



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



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: **Profesor: CARLOS GUZMÁN DE LAS CASAS**

VOCAL: **Profesor: JUAN GENESCÁ LLONGUERAS**

SECRETARIO: **Profesor: MIGUEL ANGEL HERNÁNDEZ GALLEGOS**

1er. SUPLENTE: **Profesor: FRANCISCO LÓPEZ SERRANO RAMOS**

2° SUPLENTE: **Profesor: FRANCISCO JAVIER GARFIAS VÁSQUEZ**

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

LABORATORIO PML4, EDIFICIO T, ESTUDIOS DE POSGRADO DE INGENIERÍA, “DR. BERNARDO QUINTANA ARRIOJA”. CU, D.F.

ASESOR DEL TEMA:

DR. MIGUEL ÁNGEL HERNÁNDEZ GALLEGOS

SUSTENTANTE:

OMAR SÁNCHEZ ARREOLA

ABREVIATURAS

A	Aminosilano Z-6011
Å	Angstrom
B	Aminosilano Z-6020
C	Capacitancia
CA	Corriente Alterna
CD	Corriente Directa
E	Potencial
E_{corr}	Potencial de corrosión
E_p	Potencial de picadura
E_{pp}	Potencial de primera pasivación
E_t	Potencial transpasivo
eV	Electrovoltios
f	Frecuencia
GLYMO	3-glicidoxipropiltrimetoxisilano
Hz	Hertz
I	Corriente
i_{corr}	Densidad de corriente de corrosión
i_{pass}	Densidad de corriente pasiva
kV	Kilovoltios
NF	Solución de Nylon 6,6 y ácido fórmico
PEO	Polietilenglicol
PIB	Producto Interno Bruto
R	Radical
R_e	Resistencia eléctrica
RPM	Revoluciones por minuto
TPOZ	Propóxido de Zirconio(IV)
X	Grupo hidrolizable
Z	Impedancia
θ	Ángulo de fase
λ	Longitud de onda
ω	Frecuencia angular



INDICE

HIPÓTESIS	1
OBJETIVOS	1
1. INTRODUCCIÓN	2
2. MARCO TEÓRICO.....	5
2.1 ALUMINIO.....	5
2.1.1 ALEACIONES DE ALUMINIO.....	5
2.2 SILANOS	7
2.2.1 VARIABLES PARA LA APLICACIÓN DEL SILANO	8
2.3 ELECTROHILADO (ELECTROSPINNING)	11
2.4 RECUBRIMIENTOS SOL-GEL	15
2.5 PROCESO DE DIP-COATING.....	17
2.6 PROCESO DE SPIN-COATING	18
2.7 ESPECTROSCOPIA DE IMPEDANCIA ELECTROQUÍMICA.....	19
2.8 CURVAS DE POLARIZACIÓN.....	21
2.8.1 DELAMINACIÓN CATÓDICA Y AMPOLLAMIENTO	23
2.9 MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO	25
2.10 MICROSCOPIO DE FUERZA ATÓMICA.....	27
3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	31
3.1 PREPARACIÓN DEL SUSTRATO.....	31
3.2 CAPA DE AMINOSILANO	31
3.3 CAPA DE ELECTROHILADO	32
3.4 PRUEBAS DE IMPEDANCIA.....	34
3.5 CAPA DE SOL-GEL.....	37
3.6 CARACTERIZACIÓN.....	40
3.6.1 SEM.....	40
3.6.2 AFM	40
3.6.3 DELAMINACIÓN CATÓDICA	41
4. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.....	42
4.1 PRUEBAS ELECTROQUÍMICAS	42

4.1.1 EIS	42
4.1.2 CURVAS DE POLARIZACIÓN	68
4.2 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM)	71
4.3 MICROSCOPIA DE FUERZA ATÓMICA (AFM)	75
4.4 ENSAYO DE ADHESIÓN (PULL-OFF)	77
5. CONCLUSIONES.....	79
BIBLIOGRAFÍA	80
ANEXO.....	83
A.1 DIAGRAMAS DE EIS	83
A.2 CARACTERÍSTICAS DE LOS REACTIVOS	87
A.3 DEFINICIONES DE INTERÉS.....	93



HIPÓTESIS

Los aminosilanos al ser compuestos que promueven la adherencia en sistemas orgánicos, se espera que mejoren la fuerza de adherencia del sistema de recubrimiento híbrido orgánico-inorgánico con sustratos de aluminio. Lo anterior se espera, que la aleación de aluminio empleada, al tener una capa de óxido en su superficie pueda servir como punto de interacción con el aminosilano.

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

Incorporar un aminosilano en conjunto con nylon 6,6 electrohilado en el recubrimiento sol-gel sobre la aleación AA2024-T3

OBJETIVOS PARTICULARES

1. Desarrollar una ruta de aplicación que promueva una buena adherencia entre el aminosilano y la capa de nylon 6,6 electrohilado.
2. Determinar entre dos aminosilanos, A y B, el mejor como agente de adherencia en el sistema propuesto.
3. Con base en los resultados obtenidos en el objetivo 1 y 2, desarrollar una ruta de aplicación para incorporar sol-gel mediante dip-coating y spin-coating.



1. INTRODUCCIÓN

La corrosión se puede definir como una reacción química o electroquímica entre un material, generalmente un metal, y su entorno, que produce un deterioro del mismo y sus propiedades. La corrosión es un proceso natural que fluye hacia el nivel más bajo de energía. Por ejemplo, el hierro se combina con frecuencia con el oxígeno y el agua, ambos presentes en la mayoría de los entornos naturales, para formar óxidos de similar composición química que los minerales de hierro encontrados en la naturaleza (magnetita, hematita etc.)

Los efectos de la corrosión en nuestra vida diaria pueden ser directos, donde la vida útil de nuestros bienes se ve afectada, e indirecta cuando los costos de corrosión se ven reflejados en bienes y servicios. Grandes estructuras se pueden venir abajo por el efecto de la corrosión y por daños de este tipo las reparaciones suelen ser muy costosas. La corrosión, en términos generales cuesta dinero a la sociedad y, en casos extremos, cuesta vidas humanas. Por ejemplo, el colapso repentino a causa de la corrosión por fatiga del puente de plata en Ohio, Estados Unidos en 1967, resultó la pérdida de 46 vidas y millones de dólares [1].

En México no hay cifras sobre costos de corrosión, y en el mundo la cifra más citada por dichos costos es de \$276 mil millones de dólares anuales, algo así como el 3.1% del PIB de Estados Unidos, estudio realizado por la organización NACE en 1998 [2], el informe examina cada sector con profundidad, proporcionando las discusiones sobre las causas, costos y resultados de la corrosión.

Si tratamos de ajustar la cifra a años más recientes se tiene que:

- El PIB nominal de Estados Unidos para el año 2012 fue de \$16.24 billones de dólares [3], entonces el 3.1% aplicado a costos directos de corrosión equivale a \$503 mil millones de dólares.



- Según el estudio de 1998, conservadoramente, menciona que los costos indirectos equivalen al costo directo de corrosión, por lo que se tiene que para el año 2012 el costo estimado total fue de \$1 billón de dólares.

Por lo anterior, es importante invertir en la prevención de la corrosión. Algunas medidas que se pueden tomar se enuncian a continuación [4]:

- **Seleccionar un material** que no se corroa o que tenga alta resistencia a la corrosión en el medio que será utilizado.
- **Usar inhibidores** que cambien el medio ambiente de trabajo aplicando químicos anticorrosivos. Así como algunas especies químicas como la sal promueven la corrosión, otros inhiben la corrosión como los cromatos, silicatos y aminas orgánicas.
- **Diseños** que anulen la corrosión, ya que a menudo se presenta en espacios muertos o grietas, donde el medio corrosivo se vuelve más corrosivo. Por ejemplo, evitar geometrías donde se pueda dar la acumulación de agua.
- Uso de **recubrimientos** aplicados sobre superficies para formar una barrera física entre el material y su entorno, se pueden clasificar en orgánicos, metálicos e inorgánicos. Los recubrimientos orgánicos son polímeros y resinas producidas en forma natural o sintética, generalmente formulados para aplicarse como líquidos que se secan o endurecen como películas sobre el sustrato; los recubrimientos metálicos se aplican mediante capas finas que puedan servir como ánodos sacrificables para ser corroídos en lugar del metal subyacente; los recubrimientos inorgánicos proporcionan acabados tersos y duraderos, los más usados son el vidrio y los cerámicos.
- **Implementar la protección catódica**, la cual suprime la corriente de corrosión de que causa daños en la celda de corrosión y obliga a que la corriente fluya a la estructura del metal a ser protegido.



La protección superficial de materiales mediante recubrimientos puede ser la solución a muchos problemas cuando las condiciones de trabajo son especialmente adversas, como temperaturas elevadas, ambientes químicamente agresivos, etc. Para obtener películas delgadas (orden de los nanómetros), la vía ***sol-gel*** es de las alternativas más interesantes. Estas películas se pueden depositar mediante diferentes procedimientos, siendo el de inmersión (dip-coating) uno de los más utilizados, ya que puede recubrir grandes superficies, el costo es reducido y el equipo necesario es simple.

Un recubrimiento sol-gel depositado por inmersión sobre el sustrato AA2024-T3 tiene buenas propiedades protectoras a la corrosión con apenas algunos micrómetros de espesor; sin embargo, aún no se puede comparar con la protección que ofrece una pintura comercial, ya que cuando se pone en contacto con una solución salina, el agua puede todavía difundirse en la matriz del recubrimiento por las áreas defectuosas y acumularse en la interfase y formar celdas de corrosión. Con el paso del tiempo, el recubrimiento se despega por los productos de corrosión, que a su vez, acelera el proceso de corrosión. Por lo que surge la idea de introducir una malla altamente porosa de un polímero (mediante el proceso de electrohilado), para que las moléculas de sol-gel se depositen en los poros y se obtenga un recubrimiento más uniforme y se mejore su adherencia.



2. MARCO TEÓRICO

2.1 ALUMINIO^[5,6]

El aluminio es un metal no ferromagnético, con una estructura cristalina centrada en las caras y es el más abundante de los metales, constituyendo cerca del 8% de la corteza terrestre. Sus propiedades han permitido que sea uno de los metales más utilizados en la actualidad. Es de color blanco y es el más ligero de los metales producidos a gran escala. La bauxita es la principal fuente del aluminio (figura 2.1).



Figura 2.1. Bauxita

Este metal es el único que proporciona **dureza** con bajo peso, es sumamente fácil de pulir, **tenaz**, **dúctil** y maleable, posee una gran resistencia a la corrosión y alta conductividad térmica y eléctrica, teniendo la mejor relación costo-beneficio que cualquier otro metal común. Por lo cual, es útil para toda industria desde la construcción, minería, iluminación hasta la industria automotriz y aeroespacial.

El metal puro es deficiente en dos aspectos, la **resistencia mecánica** y el **módulo de elasticidad**, de tal modo que el desarrollo de aleaciones de aluminio fue impulsado para mejorar estas características sin sacrificar otras cualidades.

2.1.1 ALEACIONES DE ALUMINIO

Las propiedades mecánicas, físicas y químicas de las aleaciones de aluminio dependen de la composición y la microestructura. La adición de elementos al aluminio puro mejora sus propiedades y amplía su utilidad. El cobre, magnesio, sílice, manganeso y zinc son los metales más utilizados en aleaciones con aluminio. En total, estos elementos pueden constituir hasta un 10% de la composición de la aleación.



El sistema de la nomenclatura para las aleaciones ha sido creado por la Aluminium Association. Las aleaciones se dividen en familias para su simplificación. Se usa un sistema de cuatro dígitos para producir una lista según su composición:

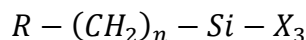
- 1xxx: Composición del 99%, usada principalmente en industrias eléctricas y químicas. Materia prima para las aleaciones.
- 2xxx: Aleaciones donde el cobre y el magnesio son los principales elementos en la aleación. Su principal uso es en la industria aeroespacial.
- 3xxx: El manganeso es el principal elemento de aleación, utilizado en general para aplicaciones arquitectónicas.
- 4xxx: El silicio es el metal más abundante en la aleación, usado en varillas de soldadura y la hoja de soldadura fuerte.
- 5xxx: Aleaciones en donde el magnesio es el principal elemento aleante, utilizado en cascos de barcos, pasarelas y en otras zonas expuestas a ambientes marinos por su alta resistencia a la corrosión en estos medios.
- 6xxx: El magnesio y el silicio son principalmente los elementos de aleación, comúnmente utilizados para extrusiones arquitectónicas.
- 7xxx: El zinc es el principal metal aleante, esta aleación presenta alta resistencia mecánica.

En particular, la aleación AA2024-T3 tiene grandes aplicaciones en la industria aeroespacial debido a su peso ligero y su alta resistencia. Los metales aleantes en AA2024-T3 incluye Cu (3.8-4.9% p/p), Mg (1.2-1.8% p/p), Mn (0.3-0.9% p/p), Si, Fe, Zn, Ti y Cr. Estos elementos son introducidos en la matriz de aluminio para mejorar las propiedades mecánicas; sin embargo, hacen a la aleación de aluminio muy susceptible a la corrosión. La matriz y las partículas intermetálicas asociadas con cobre, pueden formar celdas galvánicas internas que causan la corrosión localizada.



2.2 SILANOS^[7,8,9,10]

Dentro del conjunto de promotores de la adhesión, los silanos son unos de los más comúnmente utilizados. Frecuentemente se usan para mejorar la adherencia entre materiales inorgánicos y materiales poliméricos. En principio se usaban únicamente como agentes de adherencia pero ahora se ha descubierto también su acción de protección frente a la corrosión. La fórmula general es la siguiente:



Donde R es el grupo organofuncional, n es cualquier número real, X es un grupo hidrolizable típicamente alcoxi.

Los silanos tienen un átomo de silicio central, y en la misma molécula presentan reactividad orgánica e inorgánica. El uso de los silanos para la protección de metales se debe a que son capaces de formar uniones covalentes con el metal a través de la parte “inorgánica” de la molécula. Esto se logra mediante la reacción de la unión Si-O-C con el agua (reacción de hidrólisis) para obtener silanoles (Si-OH), que posteriormente reaccionan con los óxidos y/o hidróxidos presentes en la superficie del metal formando uniones covalentes del tipo Si-O-Metal. Otra posibilidad de reacción para los grupos silanol es la de reaccionar entre ellos formando uniones Si-O-Si con otras moléculas de silano. Así, puede formarse un polímero de silanos unido covalentemente al metal (figura 2.2).

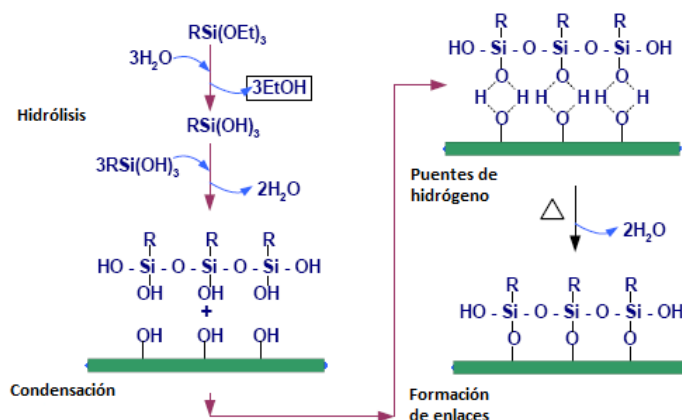


Figura 2.2. Reacción silano-metal.



La parte “orgánica” de la molécula del silano puede elegirse dependiendo del uso que se le dará al compuesto. Si se emplea como protector temporal, puede elegirse una cadena larga, hidrofóbica, de forma tal que retrase la entrada de agua hasta el metal lo cual rompería la unión covalente Si-O-Me y dejaría al metal sin protección. En cambio, si el silano será empleado como promotor de adhesión, la cadena carbonada puede elegirse compatible con el polímero obteniéndose así un puente covalente de silano entre el polímero y el metal.

Se han estudiado varios silanos aplicados sobre acero, acero galvanizado, aluminio, cobre, etc. De los trabajos realizados, queda claro que la elección del silano y las condiciones de preparación de la solución y de la película son muy importantes para que el silano proteja el metal y cumpla su función.

2.2.1 VARIABLES PARA LA APLICACIÓN DEL SILANO

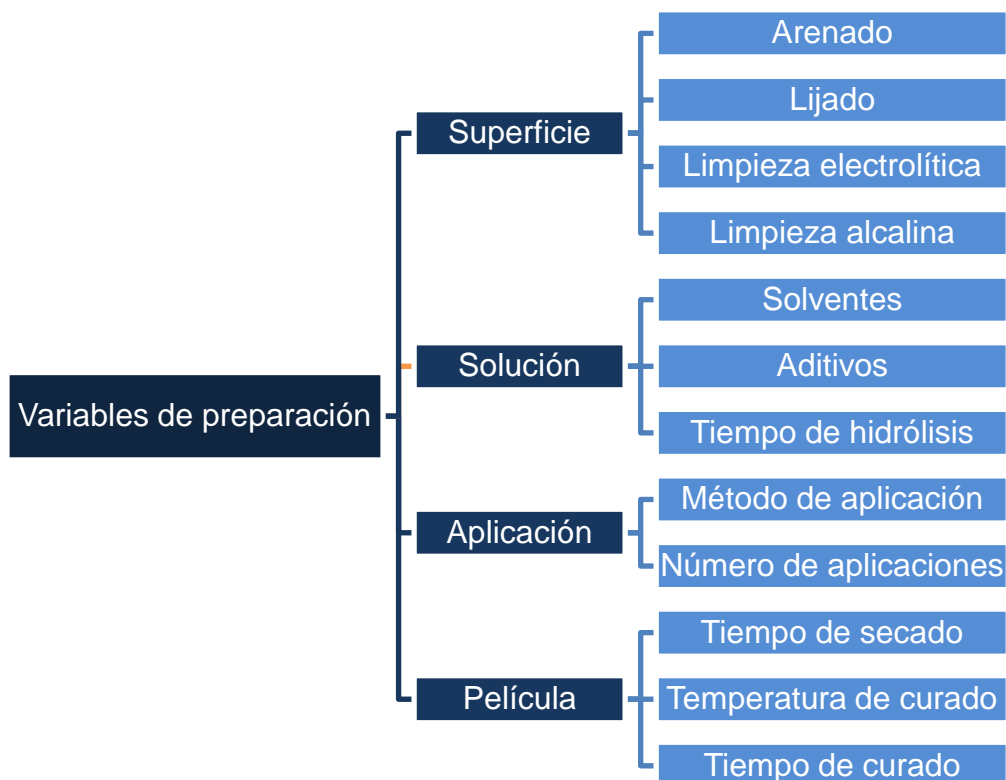


Figura 2.3. Variables para la obtención de una película de silanos.



En la figura 2.3 puede verse una clasificación arbitraria de las variables que hay que tener en cuenta para obtener una buena película de silano. A continuación se hace una breve descripción de los pasos más importantes de las variables de preparación:

- **Preparación de la superficie:** La preparación de la superficie metálica está relacionada con el grado de suciedad que presenta la misma y debe tenerse en cuenta que no puede haber ni sustancias grasas, ni polvo o partículas sobre la superficie al momento de aplicar la solución de silano. Si esto ocurriera, la película formada podría no adherir en forma adecuada o presentar heterogeneidades no deseadas. Entre los métodos de limpieza, tanto el arenado como el lijado modifican la rugosidad de la superficie metálica, siendo el arenado, en general, el tratamiento que más rugosidad le da al metal. Esto puede ser beneficioso ya que mejora la interacción metal-solución al haber más sitios de interacción para la reacción entre los grupos Si-OH y el metal. Sin embargo, para lograr una buena protección, el espesor final de la película de silano debe ser relativamente alto. La limpieza electrolítica y la alcalina no modifican la rugosidad del metal y puede lograrse la protección del mismo con un espesor de película menor.
- **Preparación de la solución:** Estos compuestos, en general, no son solubles en agua por lo que se agrega algún alcohol (metanol, etanol o isopropanol) a fin de solubilizar al silano y facilitar su reacción con el agua. Otro factor importante es el pH al que ocurrirá la hidrólisis: a pH ácidos se forma un alto número de **oligómeros** de silano de bajo peso molecular mientras que a pH alcalinos se forman pocos polímeros pero de alto peso molecular. El tiempo de hidrólisis también es importante ya que a tiempos cortos pueden no formarse suficientes grupos Si-OH, mientras que a tiempos largos estos grupos podrían empezar a reaccionar entre si formando uniones Si-O-Si disminuyendo el número de grupos capaces de interactuar con el metal una vez aplicada la solución.



- **Aplicación de la solución:** La aplicación de la solución de silano puede hacerse por medio de inmersión (dip-coating), aerosol (spray-coating) o centrifugado (spin-coating). El primer método tiene la ventaja de que puede emplearse en metales con geometrías complejas, huecos y cavidades donde el spray no puede aplicarse. A su vez, el método de spin-coating es aplicable sólo a muestras planas y pequeñas de metal. Las películas de silano tienen, en general, poco espesor y éste está relacionado con la concentración de la solución y con el número de ciclos aplicación-curado que se llevan a cabo. Se prefieren varias películas superpuestas a una única película gruesa debido a que durante el curado de la misma, se generan tensiones y fisuras que perjudicarían la función del silano como protector temporal. Sin embargo, películas con fisuras y grietas son aceptables y deseables cuando los silanos se usan como promotores de adhesión ya que, por ejemplo, la pintura puede penetrar por esos defectos y mejorar la adhesión al disponer de una mayor área de reacción, en comparación con una película perfectamente homogénea.
- **Curado de la película:** La elección de la temperatura y el tiempo de curado son importantes ya que es en este proceso cuando la película se compacta. Tenemos el caso del GLYMO aplicado sobre cobre, las propiedades protectoras de la película no varían en forma sustancial ni con el tiempo de curado (entre 0.5 y 1h) ni con la temperatura: la rapidez de corrosión del cobre protegido con una película curada a 100°C es similar a la obtenida con cobre curado a 200°C. En cambio, en el caso del acero galvanizado, se obtiene un mejor resultado cuando se cura la película a 200°C en lugar de hacerlo a 100°C.



2.3 ELECTROHILADO (ELECTROSPINNING)^[11,12,13,14]

La eficiencia de materiales poliméricos como recubrimientos para la protección de la corrosión para metales, incrementó cuando los ligantes poliméricos fueron modificados para usarlos como inhibidores de corrosión. Nanocontenedores con propiedades de almacenamiento, liberando inhibidores de una forma controlada, pueden ser utilizados para la fabricación de una nueva familia de recubrimientos híbridos que responden a los cambios en el entorno del recubrimiento de su integridad. La liberación de los inhibidores encapsulados dentro de los nanocontenedores se activa por el propio proceso de corrosión, previniendo fugas espontáneas. Con esta restricción, es posible llegar a un doble objetivo, la protección por una barrera y el mecanismo de inhibición de elementos metálicos.

El término “electrospinning” deriva de “electrostatic spinning”, fue usado por primera vez en 1994. La idea fundamental data de más de 70 años. De 1934 a 1944, Formalas publicó una serie de patentes, describiendo un equipo experimental para la producción de filamentos de polímeros usando una fuerza electrostática. Solamente hasta hace pocos años, debido a la demanda de materiales con dimensiones en escala nanométrica, la técnica de electrospinning se ha convertido en un proceso atractivo debido a la habilidad de transformar un sin número de materiales en forma de nanofibras a bajo costo y con relativa simplicidad.

El electrohilado es una técnica reconocida para crear fibras de polímero con diámetros entre los 40 y 2000nm. Las fibras pueden ser electrohiladas directamente en solución o del material fundido, controlando el diámetro a través del ajuste de la tensión superficial, de la concentración de la solución, conductividad etc., en el orden de los nanómetros, es posible encontrar características únicas, entre las que se encuentra: un área superficial muy grande en relación al volumen, flexibilidad en la superficie, alta porosidad, poros interconectados y un rendimiento mecánico superior comparado con otras formas ya conocidas del material.



Estas características hacen de las nanofibras óptimos candidatos para una variedad de aplicaciones, entre ellas: ingeniería de tejidos, textiles, medios de filtración, membranas especiales, aplicaciones médicas tales como reemplazo de huesos, implantes dentales, sistemas de liberación de fármacos, injertos vasculares, vasos sanguíneos artificiales, entre otros.

Hay básicamente tres componentes para cumplir con el proceso: una fuente de alto voltaje, un tubo capilar o una aguja de pequeño diámetro, y un colector metálico. La técnica se basa en usar un alto voltaje para crear un chorro (jet) eléctricamente cargado de la solución de polímero para ser expulsado desde el capilar hasta el colector. El disolvente se evapora y los segmentos de fibras son depositados al azar en un sustrato. Un electrodo se coloca en la solución de polímero, o polímero fundido, y el otro conectado al colector. En la mayoría de los casos, el colector está simplemente conectado a tierra. El arreglo clásico se muestra en la figura 2.4.

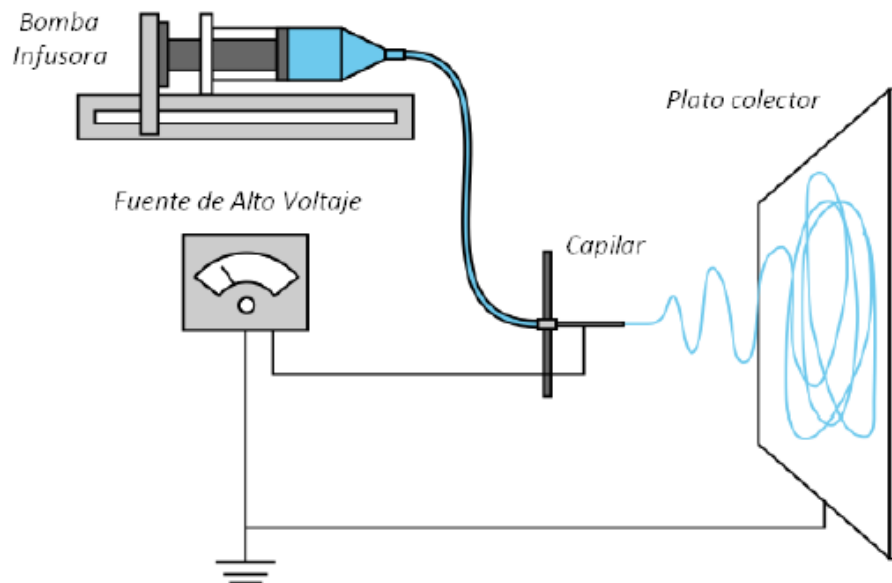


Figura 2.4. Montaje típico del sistema de electrohilado.



Para que el capilar no se tape, el polímero debe estar completamente diluido en el o los disolventes y así promueva la formación de fibras homogéneas. Cuando se aplica alto voltaje, las cargas se acumulan y forman una gota en la punta del capilar, a medida que la intensidad del campo eléctrico se incrementa, la gota se alarga para crear una forma cónica conocida como *cono de Taylor*. La fuerza de campo eléctrico supera la tensión superficial de la solución, donde un chorro se desprende y viaja hasta el colector, durante el trayecto el solvente se evapora y las fibras se solidifican sobre el colector. Por último se sugiere mantener las fibras en vacío para eliminar el disolvente remanente. En la tabla 2.1 se muestran algunas características al modificar algunas variables en el electrohilado.

Tabla 2.1. Características de algunos parámetros en el proceso de electrohilado.

PARÁMETRO		CARACTERÍSTICA
Concentración	Alta	Dificultad el paso de la solución a través del capilar
	Baja	Formación de gotas antes de llegar al colector
Tensión superficial	Alta	Defectos en las fibras
	Baja	Obtención de fibras lisas
Conductividad	Alta	Fibras más delgadas
	Baja	Fibras más gruesas
Voltaje	Muy Alto	Fibras gruesas en forma de bandas
	Muy Bajo	Poco impulso para la llegada al colector
Flujo de salida	Alto	Fibras gruesas y bandas de mayor grosor
	Bajo	Fibras sin defectos
Distancia aguja-colector	Muy Alta	Fibras defectuosas
	Alta	Fibras delgadas con posibilidad de que se rompan
	Baja	Fibras húmedas sobre el colector
	Muy Baja	Fibras defectuosas
Humedad	Alta	Poros en las fibras



En la figura 2.5 se muestra el efecto de la viscosidad en la formación de defectos (beads) con imágenes del microscopio electrónico de barrido (SEM), la cual muestra que al aumento de la viscosidad los defectos se reducen. La figura 2.6 muestra el efecto del potencial al electrohilar polietilenglicol (PEO), por ejemplo, cuando se aplican 5.5kV se obtienen fibras finas y conforme se aumenta el potencial el grosor de las fibras aumenta.

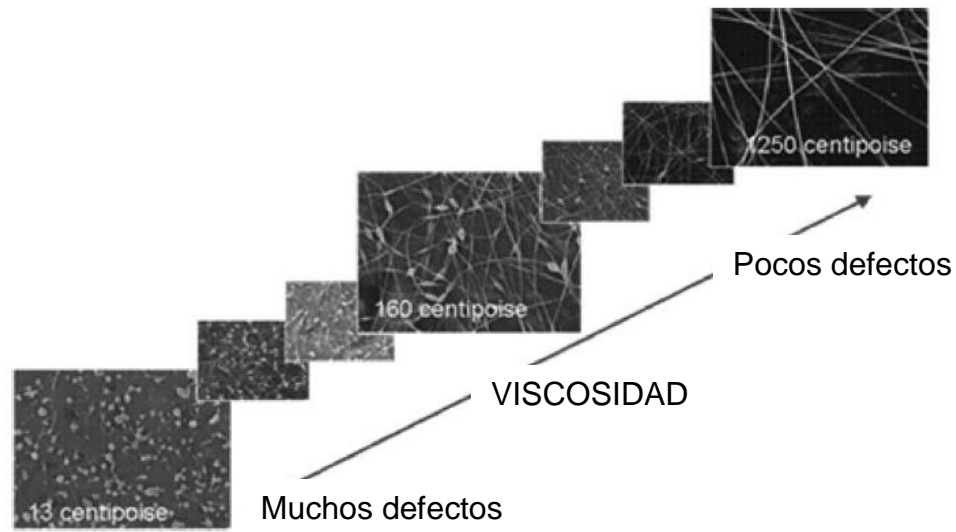


Figura 2.5. Imágenes de SEM de nanofibras electrohiladas de PEO a diferentes viscosidades.

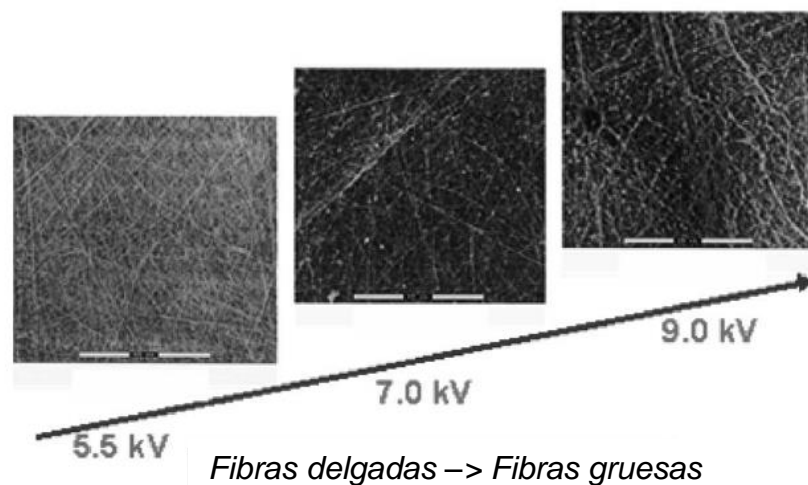


Figura 2.6. Imágenes de SEM de nanofibras electrohiladas de PEO a diferentes potenciales eléctricos.



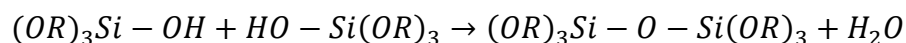
2.4 RECUBRIMIENTOS SOL-GEL^[15,16,17]

El proceso de sol-gel puede ser remontado al año de 1842, cuando el químico francés J. J. Ebelmen reportó la síntesis de óxido de uranio mediante su hidróxido, sin embargo, fue hasta la década de 1950 cuando R. Roy cambió el proceso de sol-gel tradicional en la síntesis de nuevos óxidos cerámicos, haciendo que los polvos de silicato de sol-gel fueran muy populares en el mercado. Con el tiempo ha sido mejorado y reorientado para obtener diversos materiales con tamaño de partícula hasta del orden de nanómetros, los cuales presentan un gran potencial tecnológico.

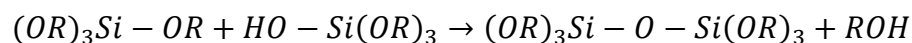
Este proceso consiste en la formación de redes compuestas por elementos inorgánicos obtenidos a través de dos reacciones químicas simultáneas que son la hidrólisis y condensación, éstas se inician a partir de una solución homogénea de alcóxido, solvente, agua y un catalizador, este último puede o no, ser usado, y lo anterior depende básicamente del tipo de material y su aplicación final. La primera etapa del proceso es la hidrólisis del alcóxido, y puede ser catalizada por medio de un ácido o una base, en esta etapa se obtienen soles, es decir una suspensión de aspecto similar a una disolución, que contiene partículas de tamaño inferior a 100nm y se forman grupos silanol (Si-OH) al tiempo en que se libera el alcohol correspondiente (R-OH). A continuación la representación general:



Los grupos silanoles comienzan a polimerizar por medio de la condensación, mediante dos rutas posibles:



ó



Así se van formando estructuras tridimensionales unidas por enlaces siloxano (Si-O-Si) al irse eliminando el agua y el alcohol. Al final de la segunda etapa de condensación se forma un gel sólido, más o menos compacto y denso, lo cual dependerá de las condiciones de secado.



El tiempo entre la formación del gel durante el secado es conocido como **envejecimiento**. Un gel no es estático durante el envejecimiento ya que continúan ocurriendo simultáneamente las reacciones de hidrólisis y condensación. Además ocurre una remoción del solvente a causa del encogimiento del gel y también puede ocurrir una disolución y precipitación de partículas. Durante la remoción del solvente se puede obtener como producto seco un xerogel o aerogel. Los aerogeles son obtenidos por secado a condiciones supercríticas para evacuar el fluido (solvente), son procesados por incremento de temperatura y presión arriba del punto crítico. Mientras que los xerogeles son obtenidos por la evaporación del solvente y agua hacia la atmósfera, mientras el líquido es evaporado, la estructura del gel es colapsada. Las diferentes rutas del proceso sol-gel son ilustradas en la figura 2.7.

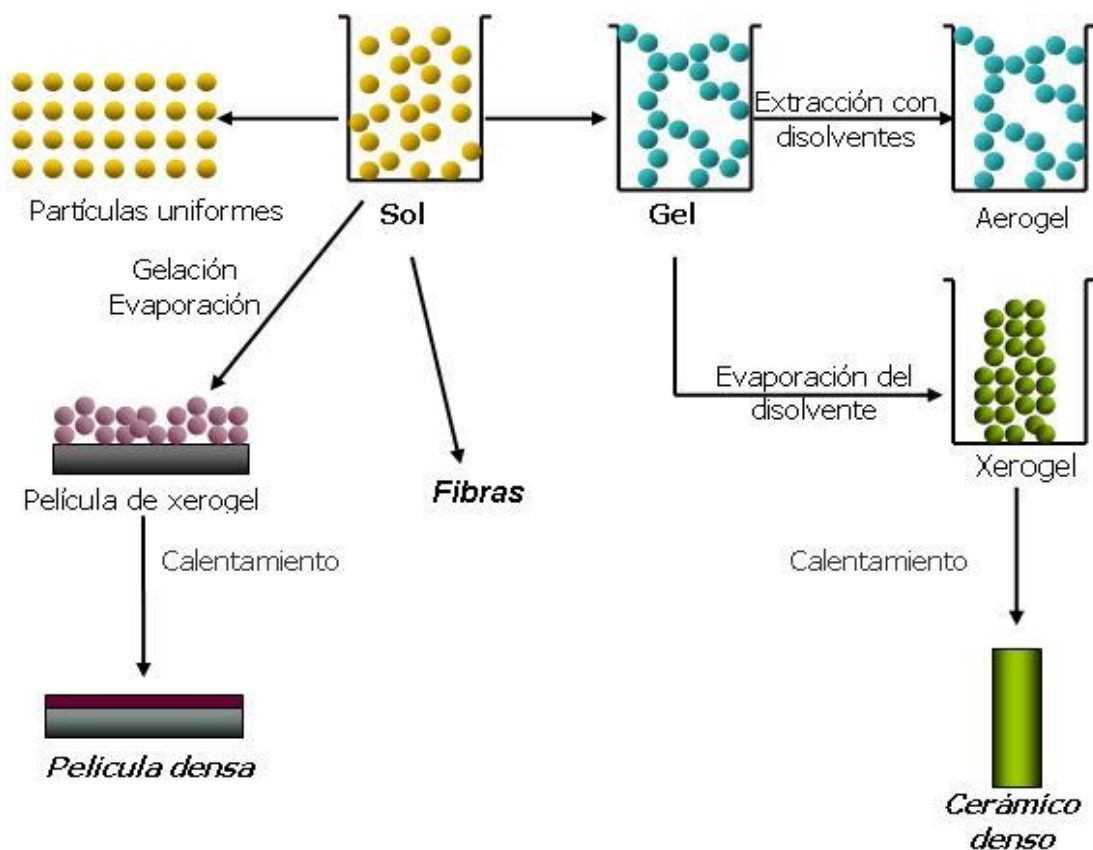


Figura 2.7. Rutas del proceso sol-gel



La deposición de los recubrimientos sol-gel se puede realizar por métodos muy diversos: inmersión (dip-coating), centrifugado (spin-coating), aerosol (spray-coating), escurrido (flow-coating), y capilaridad (capillary-coating), principalmente. Sin embargo, la mayoría de los recubrimientos y composiciones se han desarrollado siempre en base a un proceso de deposición por inmersión o centrifugado debido al profundo conocimiento de la física y química de los procesos sol-gel durante estos métodos de deposición, para luego ser optimizados o escalados a otros métodos de deposición que permiten un proceso de recubrimiento automatizado. No obstante, el método de deposición dependerá de las características del sol, y de la naturaleza del producto o recubrimientos requerido.

2.5 PROCESO DE DIP-COATING^[18]

Dip-coating es un proceso muy extendido para la producción de películas de espesor nanométrico.

El proceso de dip-coating se puede dividir en cinco etapas:

1. Inmersión: El sustrato se sumerge en la solución del material a depositar a velocidad constante.
2. Arranque: El sustrato que ha permanecido dentro de la solución por un determinado tiempo se comienza a extraer.
3. Deposición: La película se deposita sobre el sustrato mientras se extrae. La extracción se realiza a velocidad constante, evitando vibraciones. La velocidad determina el espesor de la película depositada (una velocidad más alta da lugar a películas más gruesas).
4. Drenado: El exceso de líquido se drena de la superficie.
5. Evaporación: El disolvente se evapora del líquido, formando la película. Para los disolventes volátiles, como por ejemplo los alcoholes, la evaporación se inicia en las etapas de deposición y drenado.



En el proceso continuo, los pasos se llevan a cabo uno detrás de otro (figura 2.8).

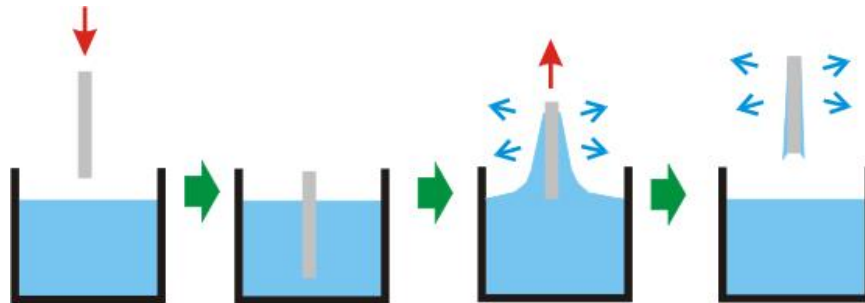


Figura 2.8. Proceso continuo de inmersión (dip-coating)

2.6 PROCESO DE SPIN-COATING^[19]

Al igual que la técnica de dip-coating, el proceso spin-coating constituye una de las formas más simples y utilizadas, ya que conduce a la obtención de recubrimientos bastante uniformes, planos y de alta calidad. El equipo principal se denomina spin-coater, el cual posee un torno que inmoviliza el sustrato durante el proceso de rotación. La técnica consta de cuatro etapas (figura 2.9):

- Etapa 1: Un exceso de solución es distribuido en la superficie del sustrato.
- Etapa 2: El sustrato se acelera hasta que alcanza las revoluciones por minuto deseadas. Debido a la fuerza generada, la disolución se esparce sobre toda la superficie del sustrato, y se expulsa cierta cantidad en forma de gotas.
- Etapa 3: El sustrato gira a velocidad constante y se produce un adelgazamiento gradual del fluido, generalmente uniforme sobre toda la superficie. En función de la tensión superficial, viscosidad de la solución, de las RPM, etc. El espesor final de la película puede ser ligeramente diferente en los bordes.
- Etapa 4: El soporte sigue girando a velocidad constante, la evaporación del solvente es el fenómeno que predomina.

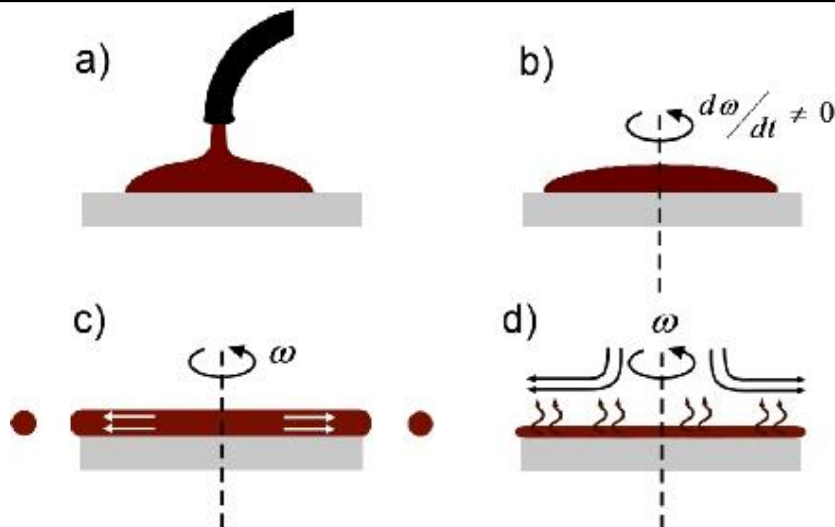


Figura 2.9. Etapas del proceso de spin-coating.

2.7 ESPECTROSCOPIA DE IMPEDANCIA ELECTROQUÍMICA^[20]

La técnica de Espectroscopía de Impedancia Electroquímica (EIS, por sus siglas en inglés Electrochemical Impedance Spectroscopy), es un método electroquímico utilizado en estudios de corrosión, el cual se basa en el uso de una señal de corriente alterna (CA) que es aplicada a un electrodo (metal en corrosión), donde se obtiene una respuesta característica, en función del tiempo y la frecuencia.

Experimentalmente, se aplica una pequeña señal de potencial a un electrodo y se mide su respuesta en corriente a diferentes frecuencias. El análisis de la respuesta contiene información acerca de los recubrimientos, además provee información acerca de la rapidez de los procesos que ahí suceden. EIS es una técnica muy sensitiva y la interpretación que se puede llegar a través de los datos experimentales aún está en debate, por lo que se recomienda utilizarla con especial cuidado.

La impedancia es un término que describe la resistencia eléctrica (R_e), utilizando en circuitos de corriente 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.

$$E = IR_e$$



Donde E está dado en volts, I en amperes y R_e en ohms. En el caso de una señal alterna la expresión es la siguiente:

$$E = IZ$$

Donde Z representa la impedancia del circuito en ohms y depende de la frecuencia angular (ω) dada por $\omega = 2\pi f$. En otras palabras, a diferencia de la resistencia, la impedancia de un circuito de corriente alterna depende de la frecuencia (f) de la señal que sea aplicada. La frecuencia se expresa en Hertz (Hz) o número de ciclos por segundo (s^{-1}).

La aplicación de una perturbación eléctrica, ya sea de corriente o de potencial, sobre un circuito eléctrico induce la respuesta. La perturbación en el caso de la EIS se basa en la aplicación de un voltaje armónico $E_0 \text{Sen}(\omega t)$ de amplitud E de algunos milivoltios y cuya frecuencia se hace variar desde los miliHertz hasta megaHertz; como señal de respuesta se detecta una corriente $I_0 \text{Sen}(\omega t + \theta)$.

Entonces tenemos podemos expresar la impedancia como:

$$Z = \frac{E}{I} = \frac{E_0 \text{Sen}(\omega t)}{I_0 \text{Sen}(\omega t + \theta)} = Z_0 \frac{\text{Sen}(\omega t)}{\text{Sen}(\omega t + \theta)}$$

El módulo de la impedancia ($|Z|$), el ángulo de fase (θ) y los componentes real e imaginario de la impedancia total, se relacionan entre sí de acuerdo a las siguientes expresiones:

$$|Z|^2 = Z'^2 + Z''^2$$

$$\tan\theta = Z'' / Z'$$

$$Z' = |Z| \cos\theta$$

$$Z'' = |Z| \sin\theta$$



Los gráficos de Nyquist y de Bode son los dos métodos más comunes para representar los datos de impedancia. El gráfico de Nyquist o de plano complejo se obtiene al graficar Z'' contra Z' . Los gráficos de Bode se obtienen al graficar $\log |Z|$ y θ contra el logaritmo base 10 de la frecuencia (f).

Los espectros de impedancia obtenidos en estudios de corrosión, suelen ser modelados mediante circuitos eléctricos, compuestos por resistencias (R_e), capacitancias (C), etc., combinados de tal manera que reproduzcan los espectros medidos. Estos circuitos eléctricos son denominados *circuitos eléctricos equivalentes*, de tal modo que se pueden realizar análisis más completos y complejos. Sin embargo, este modelado se encuentra fuera de los alcances de este proyecto, por lo que el estudio se limitará a la inspección visual del comportamiento de los diagramas.

2.8 CURVAS DE POLARIZACIÓN^[21,22]

El potencial mixto, el cual es referido comúnmente como el potencial de corrosión (E_{corr}) es el potencial donde la rapidez de las reacciones anódicas es igual al total de reacciones catódicas. La densidad de corriente correspondiente a E_{corr} se le llama densidad de corriente de corrosión (i_{corr}).

La densidad de corriente de corrosión, no puede ser medida directamente, ya que la corriente está envuelta entre sitios catódicos y anódicos microscópicos sobre la superficie del metal corroído. Una práctica conveniente es emplear un potencióstato con un electrodo de referencia. Esencialmente el potencióstato es un instrumento que aplica corriente a una muestra que permite controlar el potencial de la forma en que uno desea. El electrodo de referencia provee un potencial estándar conocido.

Una forma de medir i_{corr} es extrapolando ciertas regiones lineales de las curvas densidad de corriente-potencial. En este procedimiento la muestra inicialmente actúa como cátodo en la celda electroquímica que tiene al medio corrosivo (electrolito). La curva catódica es medida sobre un rango alrededor del potencial



de corrosión. La curva puede ser obtenida variando el potencial continuamente o por pasos. Aún E_{corr} la medición de densidad de corriente catódica es cercana a 0.

Para lograr que la muestra se comporte como ánodo, se aplica un potencial mayor al de corrosión. En teoría la variación de las curvas catódicas y anódicas deben ser lineales, intersectando en un punto definido como $E_{\text{corr}}/i_{\text{corr}}$, sin embargo, las curvas se desvían en consecuencia de los sitios anódicos y catódicos desarrollados en la superficie de la muestra conforme la corriente aplicada llega a ser pequeña. Extrapolando los segmentos lineales de cada medición de la curva anódica y catódica e intersectando estas líneas extrapoladas obtendremos el potencial de corrosión y por consiguiente la densidad de corriente de corrosión, como se muestra en la figura 2.10.

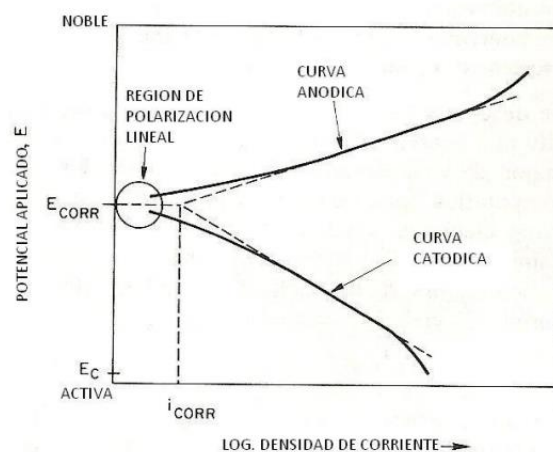


Figura 2.10. Medición de i_{corr} por extrapolación

La pasividad de un metal corresponde a un grado de corrosión bajo y se puede conocer al obtener el diagrama de potencial contra corriente, generando la curva de polarización (figura). La corriente incrementa cuando se aumenta el potencial a partir de E_{corr} . El potencial cuando la corriente cesa y comienza a descender, se le conoce como pasivación primera (E_{pp}). Alrededor de este potencial, la corriente cae a muy bajos valores, densidad de corriente pasiva (i_{pass}) y se mantiene a bajos valores sobre un ancho rango de potencial pasivo.

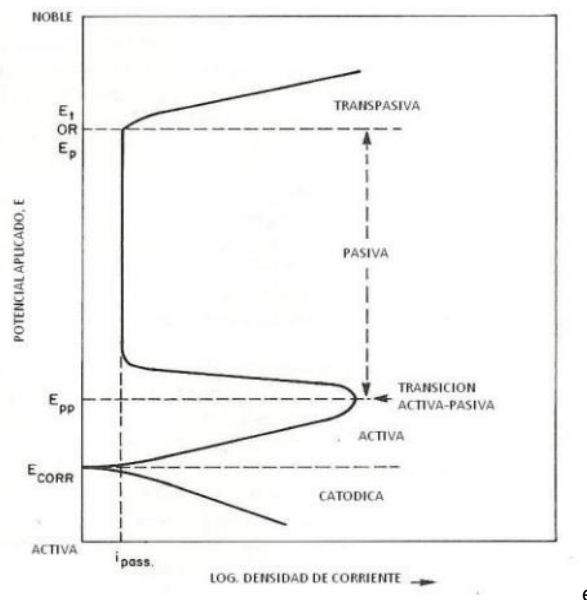
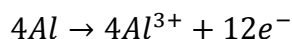


Figura 2.11. Curva de polarización esquemática.

Continuando con el incremento del potencial aplicado, se obtendrá otro potencial en el cual la densidad de corriente aumentará, conocido como potencial transpasivo (E_t). Cuando hay presencia de iones cloro, la corriente rompe a potenciales más bajos, donde se forman picaduras sobre la superficie del metal, al potencial característico se le llama potencial de picadura (E_p). El esquema completo se muestra en la figura 2.11.

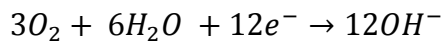
2.8.1 DELAMINACIÓN CATÓDICA Y AMPOLLAMIENTO

Cuando un recubrimiento es expuesto a un medio agresivo, como un ambiente marino, el ampollamiento y la delaminación son los mecanismos de falla más importantes a considerar. El proceso de corrosión de sistemas metálicos, como el acero, inicia en donde un defecto del recubrimiento (poros o grietas) posibilita una reacción anódica:





Para mantener la electroneutralidad del sistema se produce la reacción catódica en zonas cercanas a la anódica:



Inicialmente las dos reacciones ocurren al mismo tiempo, pero conforme avanza la corrosión a la zona catódica se desplaza por debajo del recubrimiento a zonas más alejadas. De tal modo que, se producen productos de corrosión en la zona dañada del recubrimiento (zona Anódica) y delaminación catódica a su alrededor y, a su vez, por conducción de electrones, se produce ampollamiento catódico alejado de estos procesos. La naturaleza alcalina de la solución resultante en estos sitios se considera el factor principal en el fallo del recubrimiento debido a la alcalinización del recubrimiento, disolución de la capa de óxido en la interfase y de la alteración iónica de la película. La figura 2.12 muestra una representación esquemática de las reacciones de corrosión.

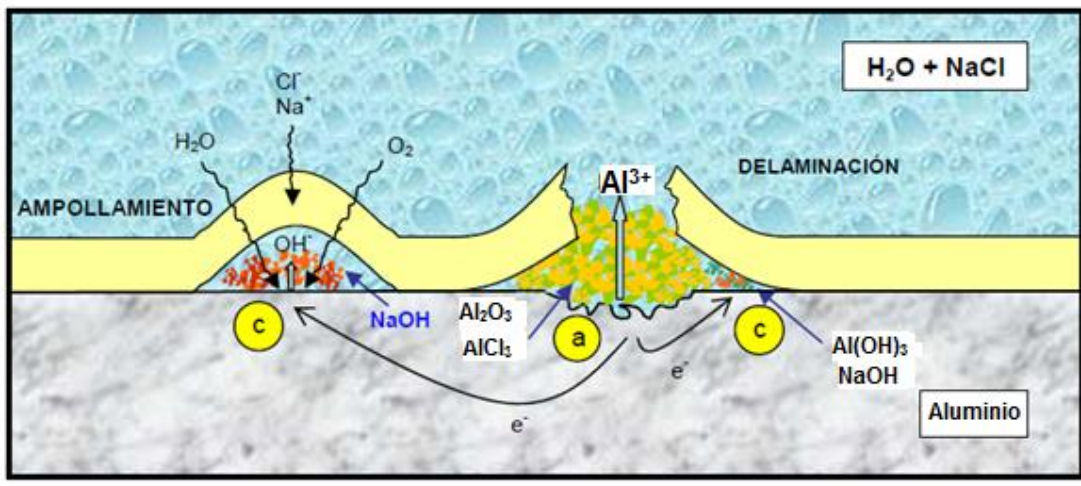


Figura 2.12. Proceso de degradación en un recubrimiento orgánico sobre aluminio sometido a un medio salino.



2.9 MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO^[23,24]

La posibilidad de observar muestras íntegras y en tres dimensiones mediante la microscopía electrónica, fue hecha realidad con la aparición del microscopio electrónico de barrido (SEM por sus siglas en inglés), en 1965. El SEM, al igual que el microscopio electrónico de transmisión (TEM), son equipos imprescindibles en distintos tipos de estudios, tanto sobre material biológico como en el campo inorgánico.

Aunque los fundamentos teóricos del TEM y del SEM son similares, conviene recalcar cuales son los puntos principales comunes y que diferencian ambos sistemas.

Tabla 2.3. Comparación entre el TEM y el SEM.

TEM	SEM
Necesidad de alto vacío	Necesidad de alto vacío
Haz electrónico estático	Haz electrónico móvil
Haz electrónico no puntual	Haz electrónico puntual
Necesidad de secciones ultrafinas	Muestras íntegras
Electrones transmitidos	Electrones secundarios
Lente proyectora	Ausencia de lente proyectora
Pantalla en el interior de la columna	Pantalla en tubo Brown
Imagen en dos dimensiones	Imagen tridimensional
Resolución de 0.5nm	Resolución de 10nm
Aumentos hasta 500,000	Aumentos hasta 140,000
Contraste químico de la muestra	Contraste no químico

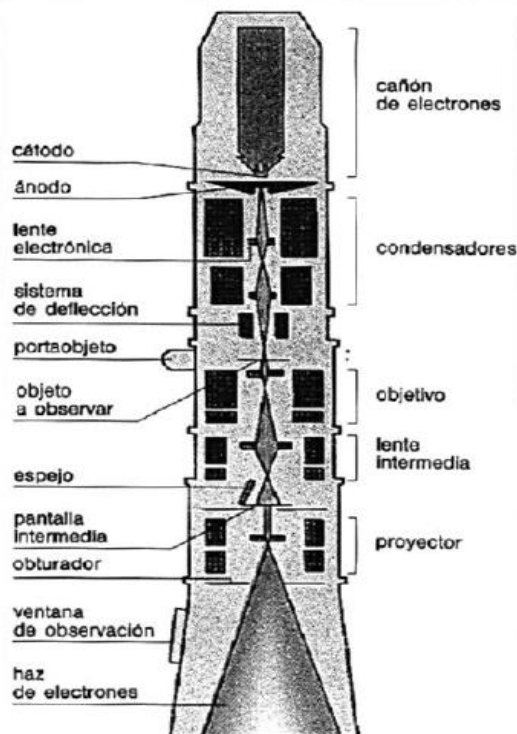


Figura 2.13. Esquema representativo del SEM

El SEM (figura 2.13) opera al generar electrones por efecto termoiónico en un filamento, que a su vez es un cátodo, generalmente de tungsteno; los electrones generados se aceleran a través de un campo eléctrico en un sistema sometido a vacío, con el cual estos se monocromatizan, es decir, adquieren la misma longitud de onda (λ). Para un voltaje de 100kV la longitud de onda asociada a los electrones es de 0.37\AA , al seguir aumentando el voltaje, las longitudes de onda se pueden obtener de hasta 0.01\AA .

La señal de electrones secundarios es la que se emplea normalmente para obtener una imagen de la muestra. Es la señal que nos proporciona una imagen más real de la superficie que estamos estudiando, se considera un electrón secundario aquel que emerge de la superficie de la muestra con una energía inferior a 50eV (electrovoltios).

La señal de electrones retrodispersados está compuesta por aquellos electrones que emergen de la muestra con una energía superior a 50eV. Estos electrones proceden en su mayoría del haz incidente que rebota en el material después de diferentes interacciones. La intensidad de la señal de retrodispersados, para una energía dada del haz, depende del número atómico del material (a mayor número atómico mayor intensidad). Este hecho permite distinguir fases de un material de diferente composición química. Las zonas con menor número atómico se verán más oscuras que las zonas con mayor número atómico.



En la figura 2.14 se muestran dos imágenes de la misma zona de una muestra de una aleación de Plata-Cobre-Níquel. En la imagen de secundarios no se aprecian con claridad las fases de la aleación, mientras que en la imagen de retrodispersados vemos con claridad estas fases, en donde las zonas claras están compuestas por Plata y las oscuras por Cobre-Níquel.

La mayoría de los microscopios sólo requieren que las muestras sean semiconductoras; de no serlo, la muestra se recubre de una capa de carbono o de algún metal como el oro para darle propiedades conductoras a la muestra.

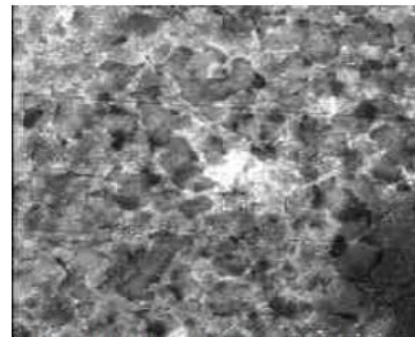


Imagen de electrones secundarios

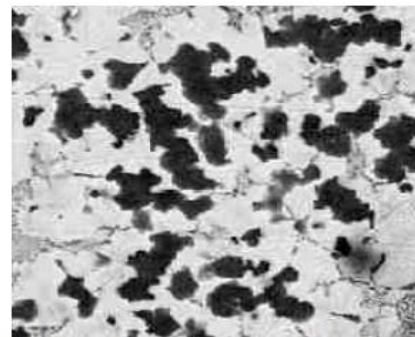


Imagen de electrones retrodispersados.

Figura 2.14. Imágenes de SEM

2.10 MICROSCOPIO DE FUERZA ATÓMICA^[25]

El microscopio de fuerza atómica (AFM por sus siglas en inglés Atomic Force Microscopy), pertenece a la familia de los microscopios de sonda de barrido (SPM por sus siglas en inglés Scanning Probe Microscopy).

La técnica de SPM proporciona imágenes tridimensionales en tiempo real, permitiendo monitorear un área localizada para obtener las propiedades físicas de los materiales simultáneamente. Todos los SPM's tienen 5 elementos fundamentales: la punta, el escáner, el detector, el sistema de control electrónico y el sistema de aislamiento de vibración como se muestra en la figura 2.15.

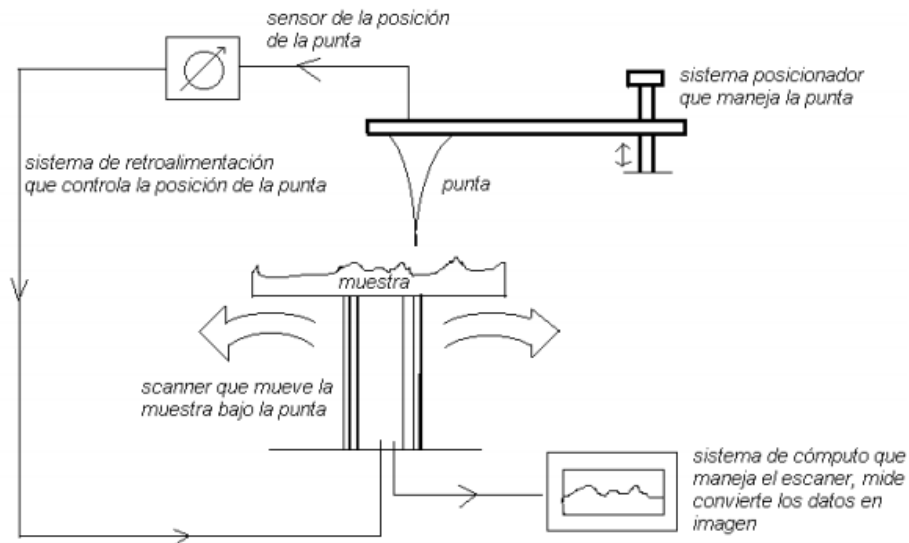


Figura 2.15. Diagrama general de un SPM

El Microscopio de Fuerza Atómica monitorea la superficie de la muestra con una punta de radio de curvatura de 20 a 60nm que se localiza al final de un soporte (cantiléver). Las fuerzas entre la punta y la muestra provocan la deflexión del cantiléver, simultáneamente un detector mide esta deflexión a medida que la punta se desplaza sobre la superficie de la muestra generando una micrografía de la superficie. La fuerza interatómica que contribuye a la deflexión del cantiléver es la fuerza de Van der Waals.

La figura 2.16 muestra la magnitud de deflexión del cantiléver como una función de la distancia entre la punta y la muestra. También, se muestra el intervalo de operación de contacto, en el cual y cantiléver se mantiene pocos angstroms de la superficie de la muestra y la fuerza interatómica entre el cantiléver y la muestra es repulsiva; y en el intervalo de operación de no contacto, el cantiléver se obtiene a decenas de angstroms de la superficie de la muestra y la fuerza interatómica entre la punta y la muestra es atractiva.

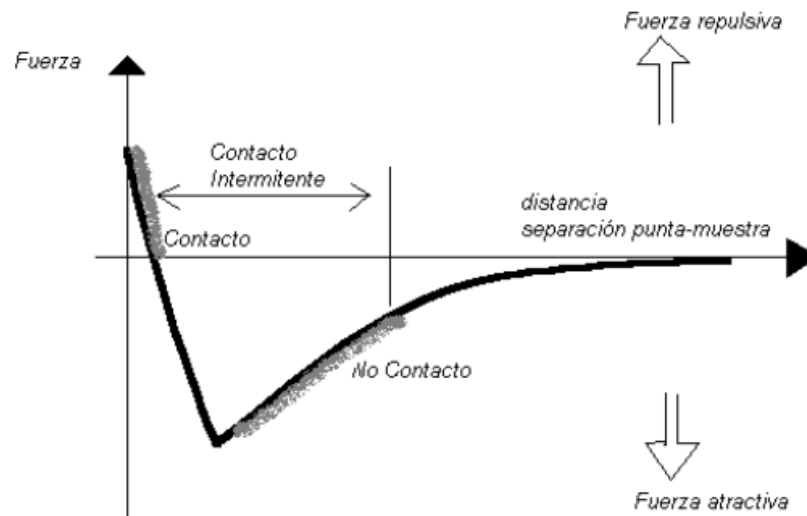


Figura 2.16. Magnitud de deflexión del cantiléver como función de la distancia entre la punta y la muestra.

El AFM utiliza múltiples modos de operación de acuerdo a las características físicas de la muestra y de las propiedades a medir.

- Contacto: Mide la topografía de la muestra deslizando la punta sobre su superficie.
- Tapping: También llamado contacto intermitente, mide la topografía de la muestra tocando intermitentemente su superficie.
- Imagen de Fase: Proporciona una imagen contrastada generada por las diferencias de adhesión en la superficie de la muestra.
- No contacto: Mide la topografía de acuerdo a las fuerzas de Van der Waals que existen entre la superficie de la muestra y la punta.
- Fuerza Magnética: Mide el gradiente de fuerza magnética sobre la superficie de la muestra.
- Fuerza Eléctrica: Mide el gradiente de fuerza eléctrica sobre la superficie de la muestra.
- Potencial de Superficie: Mide el gradiente de campo eléctrico sobre la superficie de la muestra.



- Modo Lift: Técnica que utiliza dos modos de operación usando la información topográfica para mantener la punta a una altura constante sobre la superficie.
- Modulación de Fuerza: Mide la elasticidad relativa de la superficie de las muestras.
- Fuerza Lateral: Mide la fuerza de fricción entre la punta y la superficie de las muestras.
- Microscopía de barrido por Tunelaje: Mide la topografía de superficie de la muestra utilizando la corriente de tunelaje.
- Microscopía Electroquímica: Mide la estructura de la superficie y las propiedades de los materiales conductores inmersos en soluciones electrolíticas.
- Litografía: Se emplea una punta especial para grabar información sobre la superficie de muestra.



3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Por motivos de confidencialidad, no se describe con exactitud el procedimiento experimental realizado ya que es desarrollo del grupo de trabajo CENISA de la Facultad de Ingeniería, UNAM.

Todos los reactivos utilizados fueron obtenidos de Sigma-Aldrich y usados tal y como se reciben.

3.1 PREPARACIÓN DEL SUSTRATO

Antes de poder aplicar algún recubrimiento, las placas de AA2024-T3 fueron **desbastadas** con una lija de agua comercial grado 220, para posteriormente aplicar una limpieza por ultrasonidos en una disolución etanol-agua 50/50 v/v durante 10 minutos. Después de ese tiempo las placas se lavaron con agua destilada y se secaron. Se procuró aplicar los recubrimientos inmediatamente después de este procedimiento, para evitar la formación de óxidos en la superficie de la placa.

3.2 CAPA DE AMINOSILANO

Los aminosilanos seleccionados para esta investigación obtenidos de forma comercial son etiquetados como 6011(A) y 6020(B). Éstos fueron usados como pre-tratamiento para todos los recubrimientos estudiados en esta primera parte. Los aminosilanos fueron almacenados en un desecador por su alta reactividad en presencia de humedad y se cubrieron con papel aluminio para evitar su exposición a la luz por su **fotosensibilidad**.

El primer parámetro a evaluar en esta primera parte fue la concentración de aminosilano. Teóricamente la óptima hidrólisis de las aminas ocurre a bajas concentraciones, de tal modo que se propuso experimentar con 1, 2, 4, 6, 8 y 10% de aminosilano.

La capa de aminosilano fue aplicada por inmersión, con el uso del Dip-Coater de la marca Nadetech Innovations. Este equipo es controlado desde una computadora con su respectivo programa, donde se utilizó una velocidad de inmersión de 100 mm/min con un tiempo total de 100 segundos (figura 3.1).

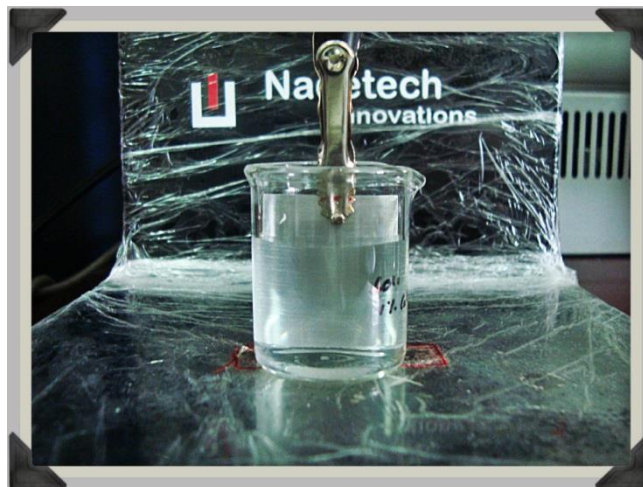


Figura 3.1. Inmersión de una placa de AA2024-T3 con el equipo Dip-Coater.

3.3 CAPA DE ELECTROHILADO

Lo siguiente fue aplicar la capa de electrohilado. Previamente se tuvo que preparar la solución de Nylon/Ácido Fórmico (NF).

El sistema se muestra en la figura 3.3. La bomba es la encargada de la velocidad, mientras que la fuente de poder regula el voltaje aplicado (figura 3.2). En la figura 3.4 podemos observar una placa al finalizar el tiempo de electrohilado. Después del electrohilado se curó el recubrimiento.



Figura 3.2. Fuente de poder

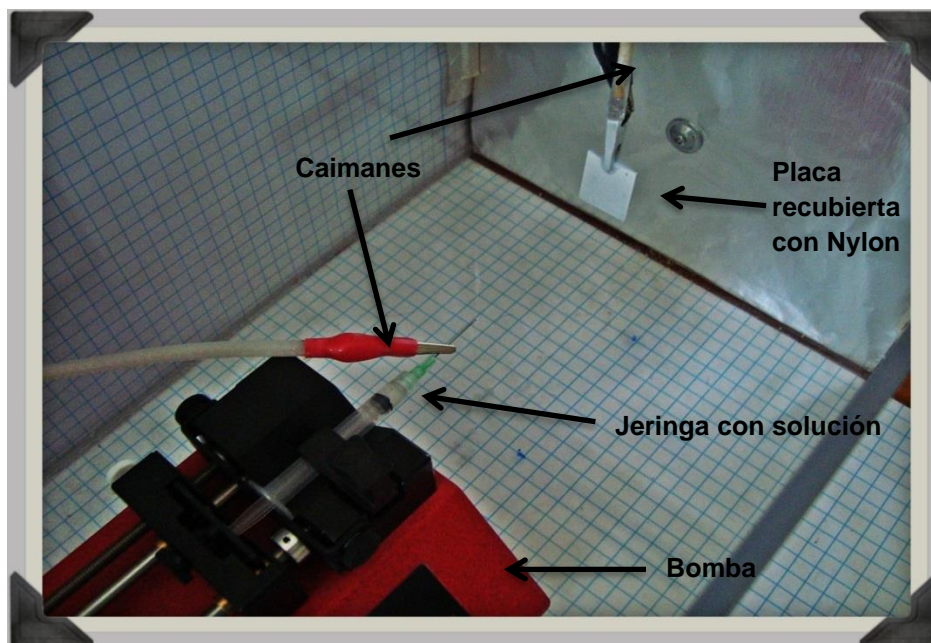


Figura 3.3. Componentes del proceso de electrohilado.



Figura 3.4. Detalle de una placa recién electrohilada.

3.4 PRUEBAS DE IMPEDANCIA

Las placas fueron montadas en celdas de acrílico (especialmente diseñadas para estas pruebas) y expuestas a una solución de 0.1M de NaCl, sin eliminar el oxígeno. El área expuesta de la placa fue de 1.38cm^2 . Condiciones ambientales de la Cd. de México.

El equipo utilizado fue un ACM Instruments, modelo Gill AC standar, el cual cuenta con varias terminales; la placa de aleación recubierta se conecta a la terminal de electrodo de trabajo WE1 (Working Electrode), el electrodo de referencia a la terminal RE (Reference Electrode) y la lámina de grafito a la terminal AE (Auxiliar Electrode). El montaje se muestra en la figura 3.5:

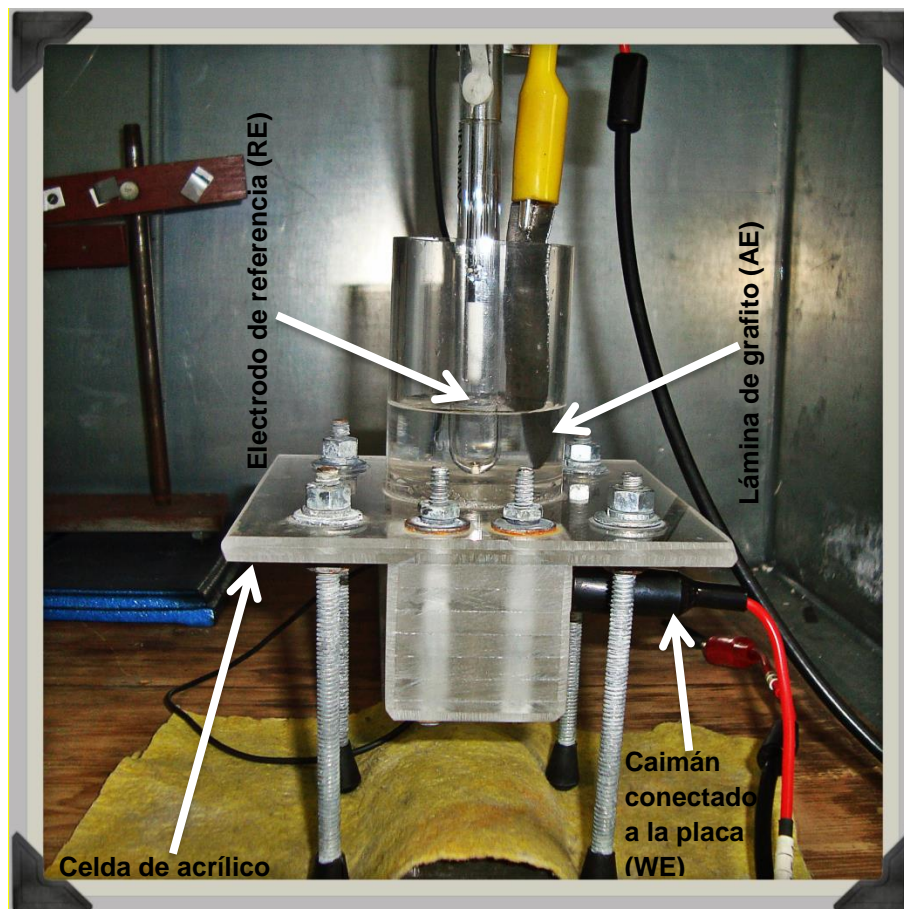


Figura 3.5. Montaje para las pruebas de EIS



Con la finalidad de aumentar las propiedades protectoras a la corrosión, se fueron modificando algunos parámetros, y se propusieron varios diseños de experimentos, con la finalidad de obtener las mejores condiciones para la aplicación de la capa aminosilano-nylon, como se muestra a continuación:

- Se introdujo 1.15mL de agua ácida como catalizador en la hidrólisis del aminosilano para diferentes concentraciones como muestra en la tabla 3.1.

Tabla 3.1. Introducción de catalizador.

Clave	% Aminosilano v/v	Electrohilado
1%Cat	1	NF
6%Cat	6	NF
10%Cat	10	NF

- Se mantuvo constante el porcentaje de aminosilano (1%) y se fue variando la cantidad de agua ácida, y por consecuente la cantidad de agua destilada utilizada, como se muestra en la tabla 3.2.

Tabla 3.2. Variación de agua ácida.

Clave	Agua Ácida (mL)	Electrohilado
1%Cat	1.15	NF
1%Cat_0.65	0.65	NF
1%Cat_2.00	2	NF

- Usando las condiciones correspondientes a la placa 3.1, y manteniendo las condiciones del electrohilado, se fue variando la manera de aplicar el curado de la amina:

C_C Inmersión en aminosilano + Curado + Electrohilado de Nylon 6,6 + Inmersión en aminosilano + Curado a 100°C



C_Camb Inmersión en aminosilano + Curado + Electrohilado de Nylon 6,6 + Inmersión en aminosilano + Curado a temperatura ambiente

Camb_Camb Inmersión en aminosilano + Curado a temperatura ambiente por 24 h + Electrohilado de Nylon 6,6 + Inmersión en aminosilano + Curado a temperatura ambiente.

CambX4 Inmersión en aminosilano + Curado a temperatura ambiente + Inmersión en aminosilano + Curado a temperatura ambiente + Electrohilado de Nylon 6,6 + Inmersión en aminosilano + Curado a temperatura ambiente + Inmersión en aminosilano + Curado a temperatura ambiente.

CambX4_1s CambX4 + una semana de curado a temperatura ambiente.

- Finalmente el procedimiento encontrado para la aplicación de la amina y el electrohilado se muestra en la figura 3.6.

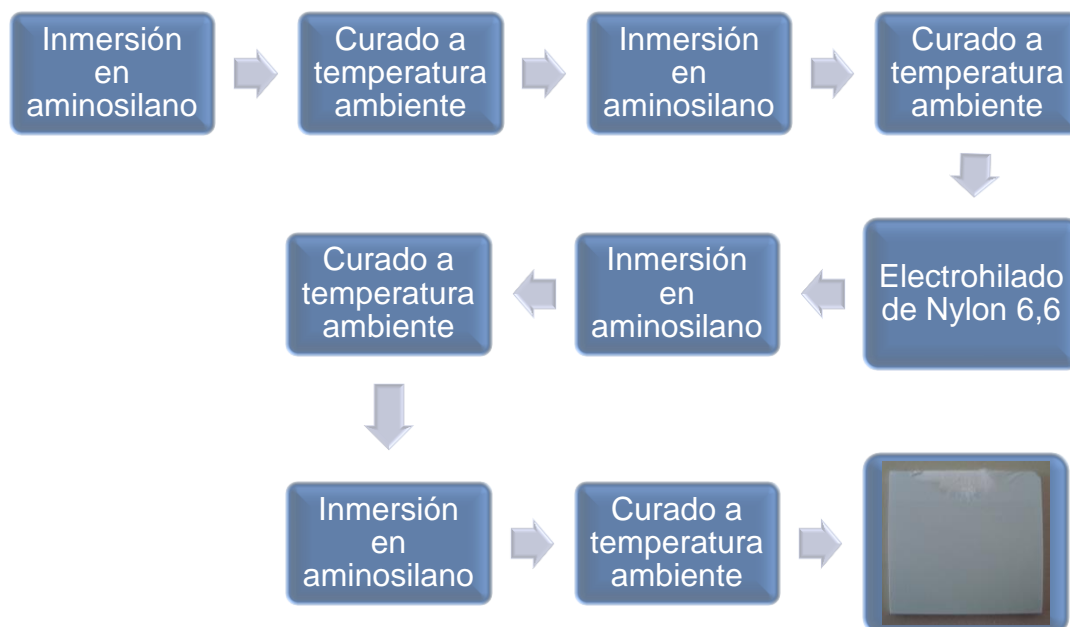


Figura 3.6. Procedimiento para la aplicación de la amina y el electrohilado.



3.5 CAPA DE SOL-GEL

El proceso de síntesis del sol-gel es el siguiente:



Figura 3.7. Solución 2.

Solución 1: Colocar un agitador magnético en un vaso de precipitados. Éste a su vez se colocó en un recipiente con agua fría. Se adicionó etilacetoacetato, junto con propóxido de zirconio IV (TPOZ). Se tapó el vaso con Parafilm® y se sometió a agitación magnética.

Fue fundamental el uso de pipetas de plástico y se evitó el contacto con el agua para que no polimerizaran los reactivos. Después se añadió el agua ácida que funcionó como catalizador.

Solución 2: En un segundo vaso de precipitados se colocó un agitador magnético al que se le adicionó 2-propanol y 3-glicidoxipropiltrimetoxisilano (GLYMO) junto con su respectiva agua ácida tapando el vaso con Parafilm® (figura 3.7).

Solución 3: Se obtiene al mezclar la solución 1 en la solución 2 con agitación magnética y ultrasónica (figura 3.8).



Figura 3.8. Solución 3.

Una vez obtenida la mejor ruta para la aplicación del aminosilano y el electrohilado, se optó por recubrir con una capa de sol-gel aplicada por dip-coating y spin-coating (figura 3.9).

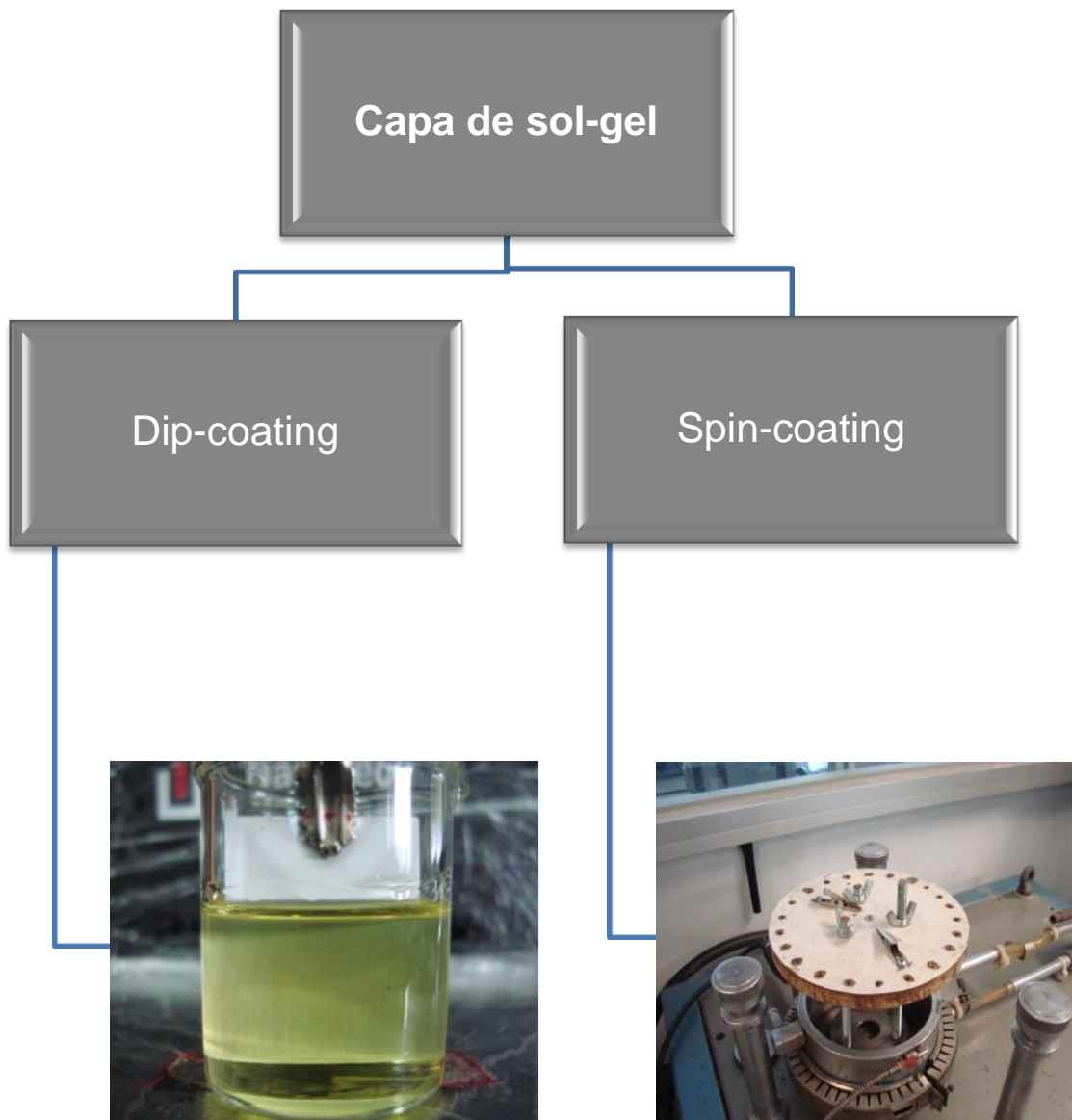


Figura 3.9. Dip-coating y spin-coating.

El procedimiento final, se muestra en la figura 3.10.



Figura 3.10. Procedimiento final para la aplicación de la capa de aminosilano, la capa de polímero electrohilado y la capa de sol-gel.

3.6 CARACTERIZACIÓN

3.6.1 SEM

El ensayo se realizó en la USAI de Facultad de Química. Se utilizó un microscopio de barrido de presión variable marca JEOL modelo 5900LV (figura 3.11) con un rango de magnificación de X18 A X300000, una resolución de 3nm en alto vacío y 5nm a bajo vacío con un sistema acoplado de energía por dispersión de rayos – X (EDAX) con un voltaje de aceleración de 20keV con ángulos de incidencia de 45°.

Se observaron las dos zonas características del recubrimiento, es decir, una zona con mayor tiempo de electrohilado que la otra.



Figura 3.11. Equipo de SEM-EDAX utilizado en la USAI-FQ

3.6.2 AFM



Las placas fueron analizadas en el centro de ciencias aplicadas y desarrollo tecnológico (CCADET), departamento de materiales y nanotecnología, laboratorio de microscopía. Se utilizó un microscopio de barrido para análisis topográfico de superficies, propiedades magnéticas y microscopía de tunelamiento.



3.6.3 DELAMINACIÓN CATÓDICA

Para esta prueba electroquímica se utilizó un potenciostato Copenhagen PGP201. La celda electroquímica consistió en un electrodo de referencia, un electrodo auxiliar (platino) y un electrodo de trabajo (placa a ensayar). Cloruro de sodio 0.1M como electrolito.

Primero se encontró el potencial al que se destruye el recubrimiento. Una vez conocido ese potencial, se mantiene constante mientras se grafica la densidad de corriente contra un tiempo de exposición más allá de la destrucción de la capa. Todo esto con la finalidad de encontrar gráficamente el tiempo en el que el recubrimiento falla.



4. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

El sistema propuesto para mejorar la adherencia del sol-gel en el sustrato AA2024-T3, es el representado en la figura 4.1. De tal modo que una primera capa de aminosilano sirva como anclaje entre la superficie del sustrato y de la capa de nylon 6,6 electrohilado, y así, siendo el electrohilado altamente poroso, permita que las moléculas de sol-gel puedan llenar esos espacios entre los hilos de la poliamida reduciendo la porosidad de todo el sistema.

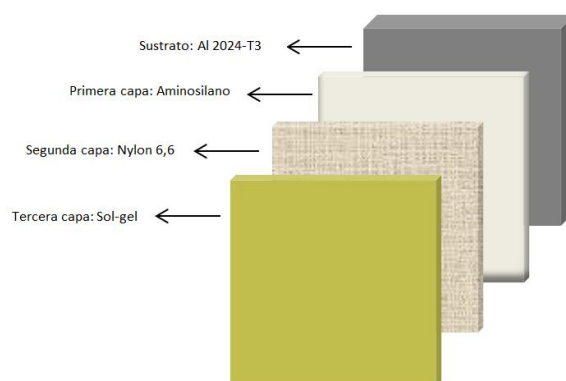


Figura 4.1. Diagrama representativo del sistema propuesto.

4.1 PRUEBAS ELECTROQUÍMICAS

4.1.1 EIS

Se comenzó por garantizar la mejora de la resistencia eléctrica de la capa de nylon 6,6 antes de depositar la capa de sol-gel. El uso de la técnica de espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS por sus siglas en inglés), fue la prueba inmediata para determinar la evolución de cada recubrimiento respecto a sus propiedades protectoras a la corrosión en NaCl 0.1 M.

El diagrama de Bode del módulo de impedancia se lee de derecha a izquierda, donde a valores altos de frecuencia se encuentra información del recubrimiento. Conforme se recorre el diagrama a la izquierda, las señales de la interfase recubrimiento-metal se hacen presentes, para finalmente a frecuencias bajas encontrar información sobre el metal.



El diagrama de Bode del ángulo de fase indica que a valores altos, cercanos a 90° , el recubrimiento tiene buenas propiedades protectoras por ser un sistema altamente resistivo. Un diagrama con ángulo de fase lejano a 90° , indica que es un sistema con propiedades capacitivas-resistivas y, por lo tanto, menores propiedades protectoras. El diagrama de Nyquist complementa la información de los diagramas de Bode. Para su análisis se interpretan con los semicírculos formados, de tal modo que a mayores volares de intersección para el primer semicírculo con el eje real (Z'), el recubrimiento presenta mayor resistencia a la transferencia de carga. Se pueden presentar más semicírculos debido a la formación de la capa de óxido sobre la superficie del sustrato.

Variación de la concentración.

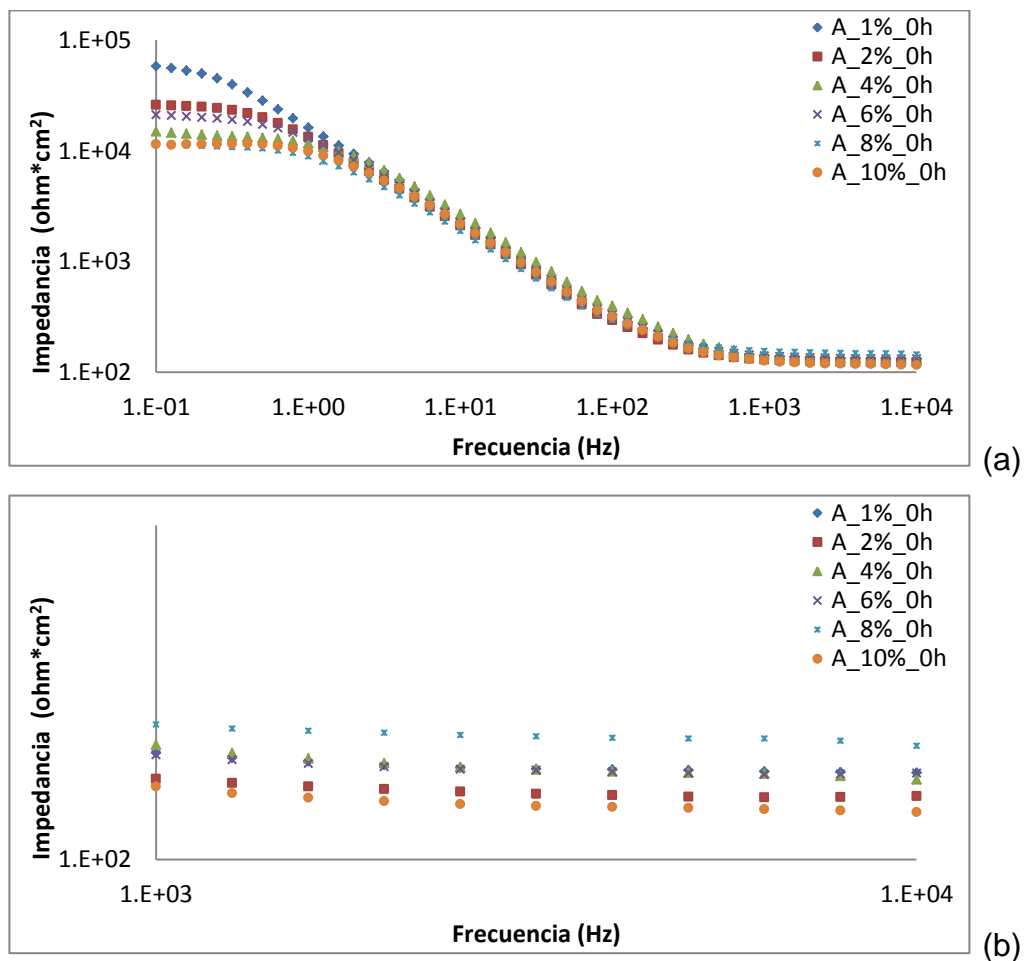


Figura 4.2. (a) Diagrama de Bode de módulo de impedancia para el aminosilano A a tiempo 0. (b) Detalle de las curvas a altas frecuencias.

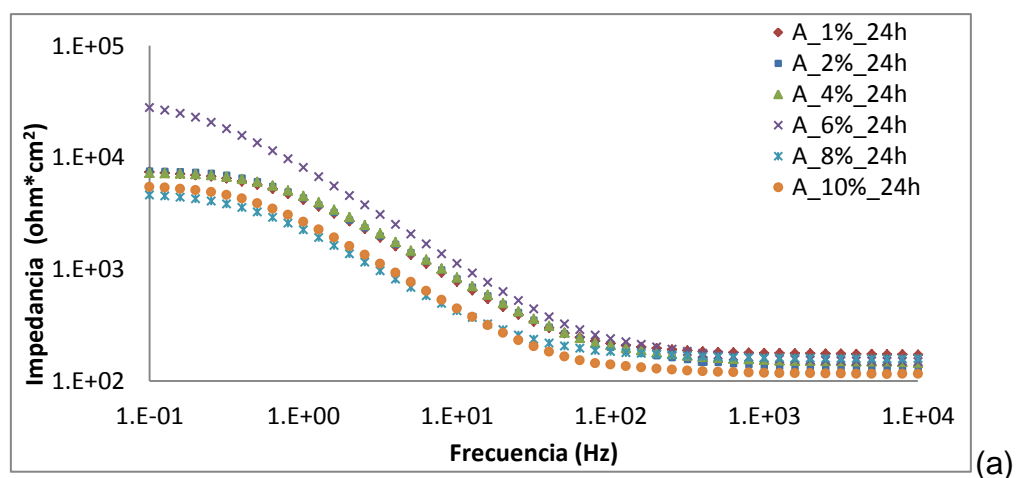


Para generar el primer sistema, se propusieron bajas concentraciones de aminosilano: 1, 2, 4, 6, 8, y 10%.

Tanto para la amina A como para la amina B, se hicieron pruebas una vez electrohiladas las placas al tiempo de inmersión, no sin antes permitir la estabilidad de la muestra en la disolución de NaCl durante unos minutos. Después se hicieron medidas cada 24 horas. A mayor tiempo de exposición (> 24h), en todos los sistemas antes de incorporar el sol-gel, los hilos de nylon se desprendían y los productos de corrosión se hacían visibles. Por lo tanto se reportaron y analizaron en a 0 y 24 horas.

La figura 4.2 muestra los gráficos de Bode del módulo de impedancia a 0 horas a las concentraciones antes mencionadas. A altas frecuencias el comportamiento es prácticamente igual, por lo que siendo más minuciosos (figura 4.2.b), se puede notar que el 8% de aminosilano presenta mayor resistencia (altas frecuencias) mientras que la concentración a 10% exhibió la menor resistencia. Sin embargo, a bajas frecuencias, el 1% presentó mayor resistencia total, mientras que el 10% siguió siendo el de menor resistencia.

A las 24h se observa como mejor al 1% de aminosilano a frecuencias altas y a bajas destaca la curva del 6% de aminosilano.



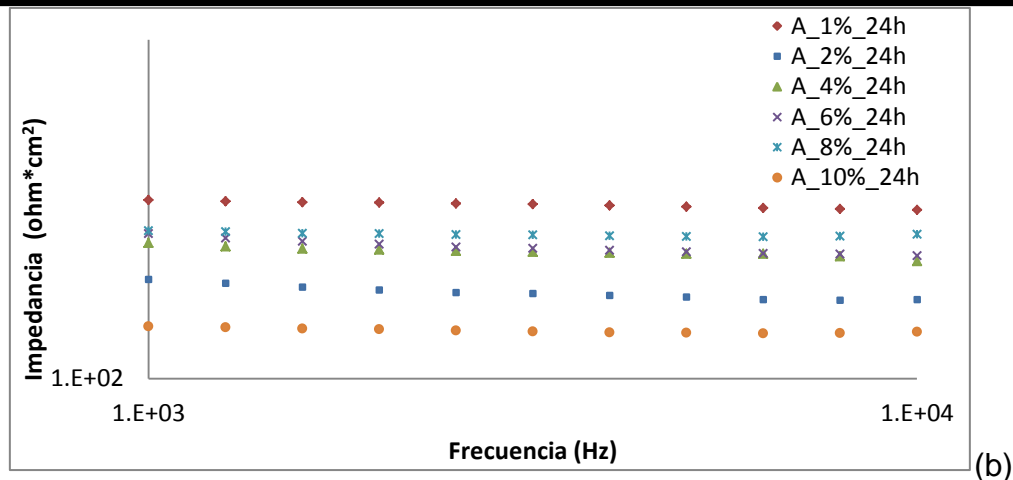


Figura 4.3. (a) Diagrama de Bode de módulo de impedancia para el aminosilano A a las 24h. (b) Detalle de las curvas a altas frecuencias.

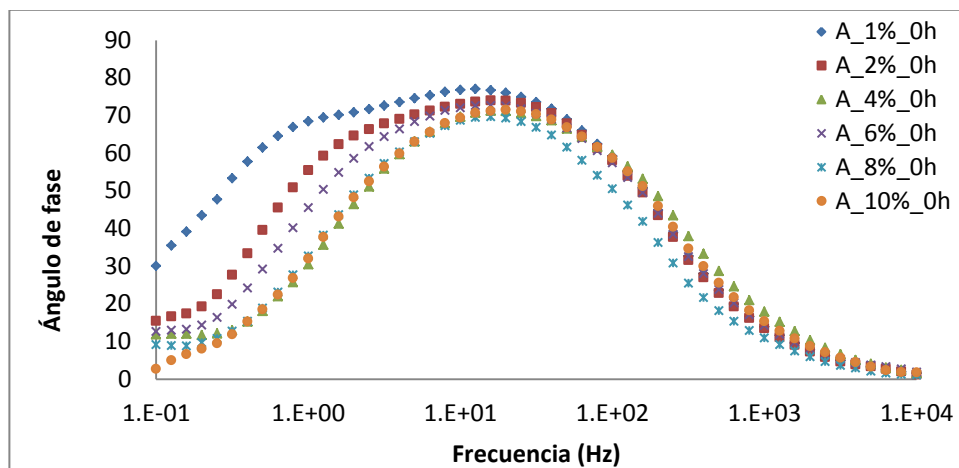
A las 24 horas de exposición en la disolución de cloruro de sodio, se observa que el sistema correspondiente al 1% de aminosilano es el mejor sistema a altas frecuencias y el correspondiente a 10% fue el peor sistema. A bajas frecuencias el sistema de 6% de aminosilano sobresale por mucho como el mejor y el peor resultó ser el de 8%.

Numéricamente los datos experimentales son muy cercanos entre sí, por lo tanto, para tener una mejor claridad en los resultados, se tabularon de tal modo que se indicara al sistema con mejores propiedades protectoras con el signo (+) y al peor sistema con el signo (-) como se muestra en la tabla 4.1. Este criterio se basó en los valores obtenidos de impedancia registrados en el diagrama de Bode “módulo de impedancia” considerando al mejor y peor sistema tanto a altas como a bajas frecuencias.

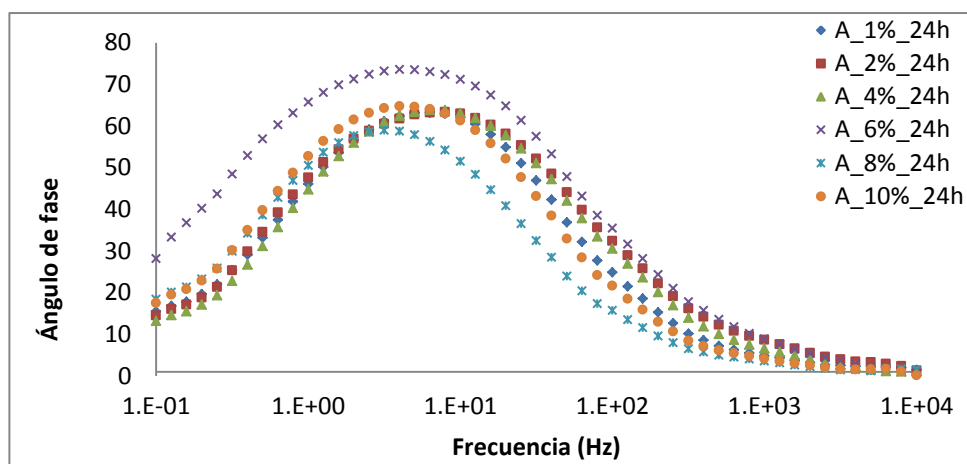


Tabla 4.1. Representación de los mejores y peores sistemas para cada uno de los gráficos anteriormente presentados.

% Aminosilano v/v	Impedancia Altas frecuencias		Impedancia Bajas frecuencias	
	0h	24h	0h	24h
1		+	+	
2				
4				
6				+
8	+			-
10	-	-	-	



(a)



(b)

Figura 4.4. (a) Diagrama de Bode de ángulo de fase para el aminosilano A 0h.
(b) Diagrama de Bode de ángulo de fase para el aminosilano A a 24h.



La figura 4.4 muestra los gráficos de Bode del ángulo de fase a 0h y 24h. A altas frecuencias se obtuvo prácticamente los mismos valores, muy cercanos a 0, lo que indicó que a 10,000Hz se empezó a leer el comportamiento más externo del sistema, es decir, el nylon electrohilado. Sin embargo, para los fines del proyecto, las pequeñas diferencias que se observen, que tiendan a mayores valores de protección, se tomarán en cuenta para determinar si los sistemas evolucionan positivamente y de esta manera encontrar el mejor método de aplicación de los aminosilanos y de la capa de nylon. A bajas frecuencias se encontró que la curva correspondiente al 6% tuvo el ángulo de fase mayor mientras que el 8% tuvo el menor valor.

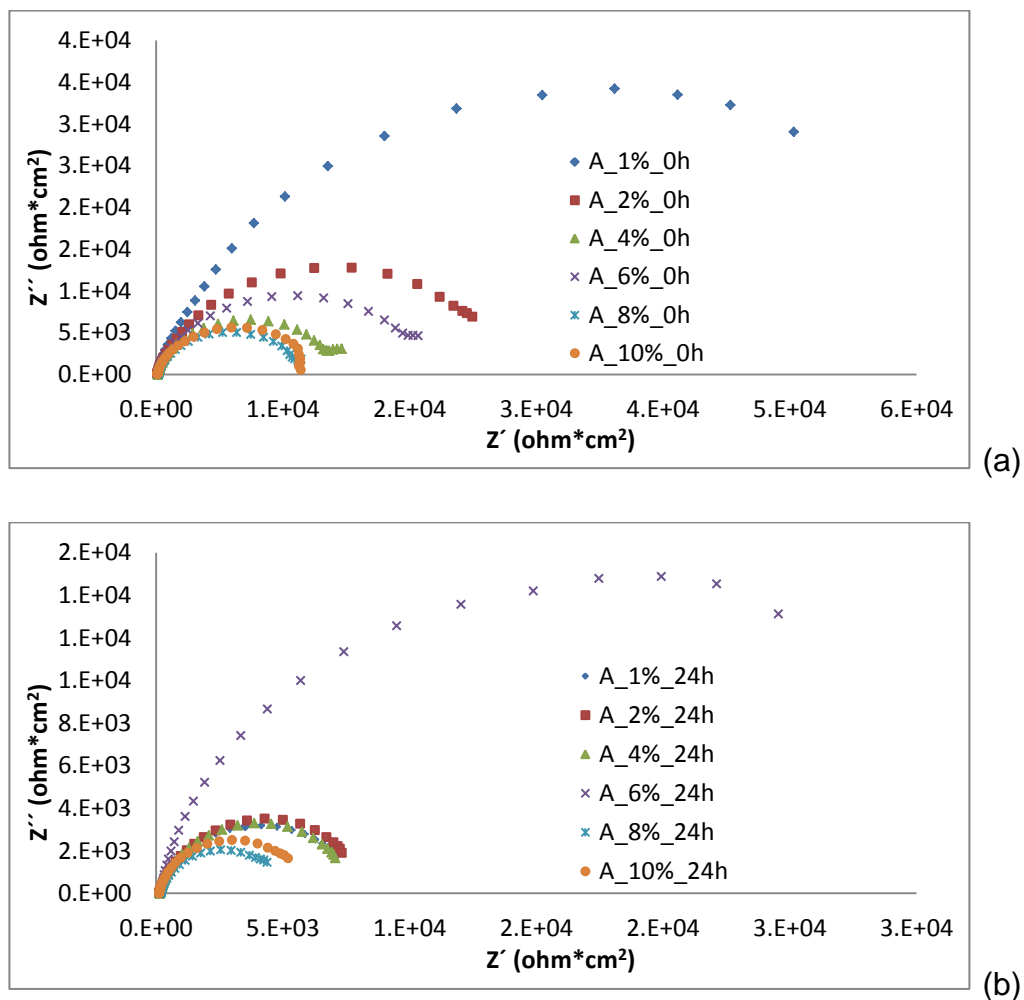


Figura 4.5. Diagramas de Nyquist para el aminosilano A a 0h (a) y a 24h (b).



Como información complementaria también se presentan los diagramas de Nyquist de los anteriores sistemas mostrados. Para las 0h las mejores resistencia totales corresponden al 1% de aminosilano mientras que las peores al 6% (Fig. 4.5). A las 24h el 6% de aminosilano es el mejor y el 8% el peor. Con base en los resultados de la tabla 4.1, y complementando con los diagramas de Nyquist, se tiene que el mejor sistema con mejores propiedades dieléctricas a 24h corresponde al 1% de aminosilano, seguido por el 6%.

El mismo análisis se hizo para la amina B. Los resultados para el módulo de impedancia se muestran en las figuras 4.6 y 4.7 mientras que para el ángulo de fase en la figura 4.8 y el diagrama de Nyquist en la figura 4.9.

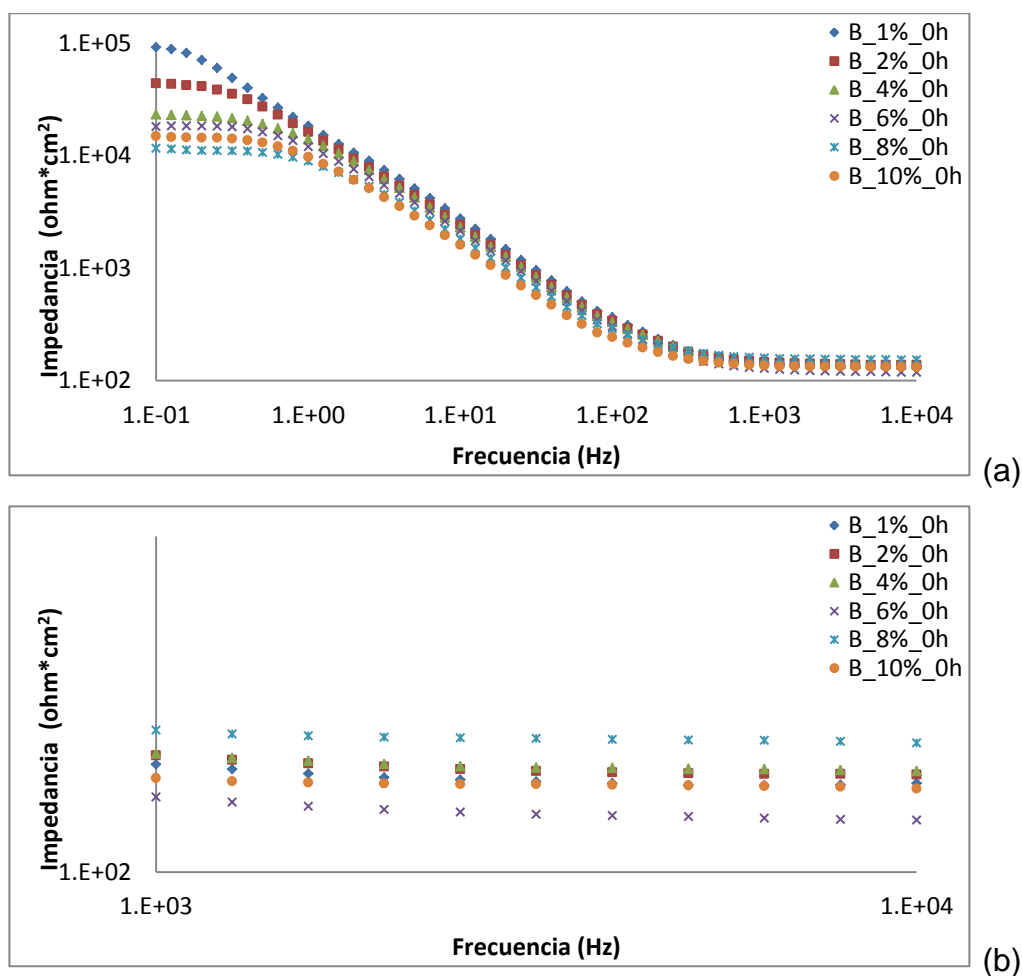


Figura 4.6. (a) Diagrama de Bode de módulo de impedancia para el aminosilano B a 0h. (b) Detalle de las curvas a altas frecuencias.

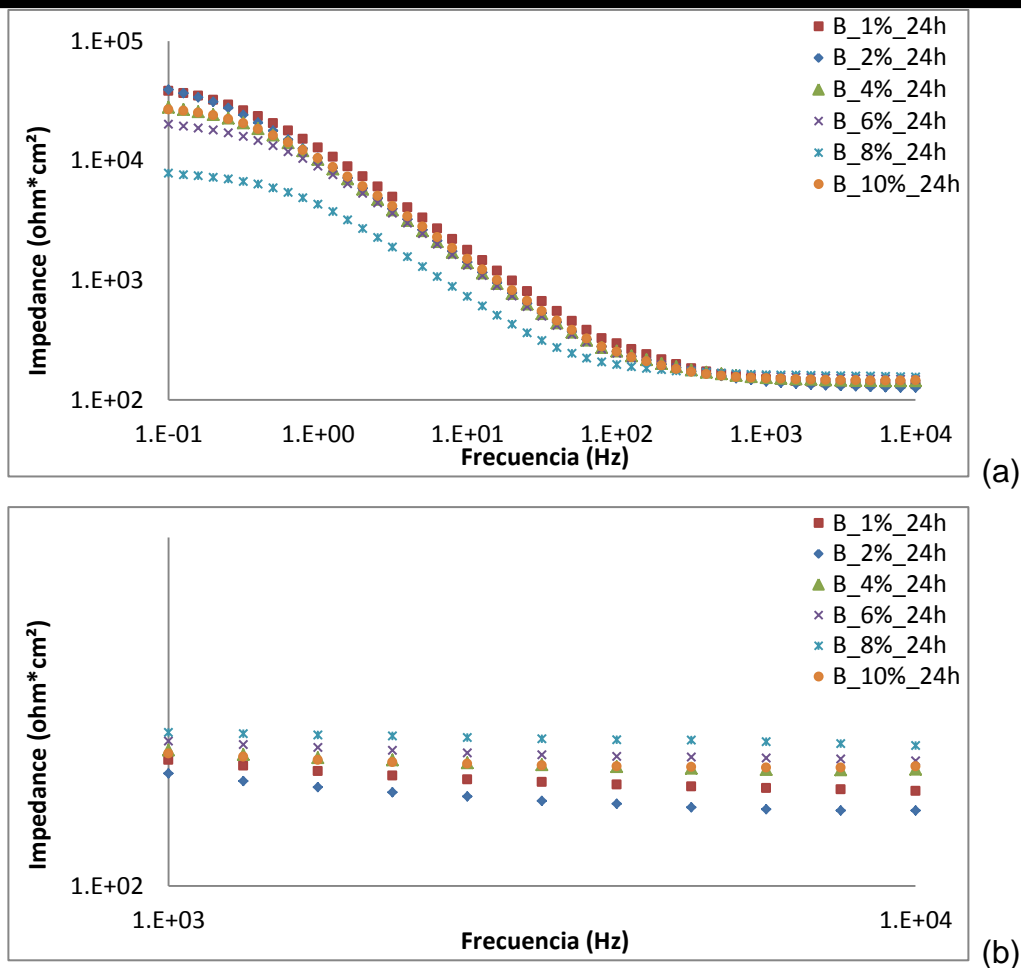


Figura 4.7. (a) Diagrama de Bode de módulo de impedancia para el aminosilano B a 24h. (b) Detalle de las curvas a altas frecuencias.

Tabla 4.2. Representación de los mejores y peores sistemas para cada uno de los gráficos presentados para el aminosilano B.

% Aminosilano v/v	Impedancia Altas frecuencias		Impedancia Bajas frecuencias	
	0h	24h	0h	24h
1			+	+
2		-		
4				
6	-			
8	+	+	-	-
10				



De las figuras 4.6 y 4.7 se pudo elaborar la tabla 4.2, en la que se observa que el nylon electrohilado de la placa de 8% fue el mejor (baja frecuencia); sin embargo, la resistencia total para este sistema fue la más baja. Por lo tanto, los mejores resultados en todo el rango de frecuencias corresponden al sistema de 1%.

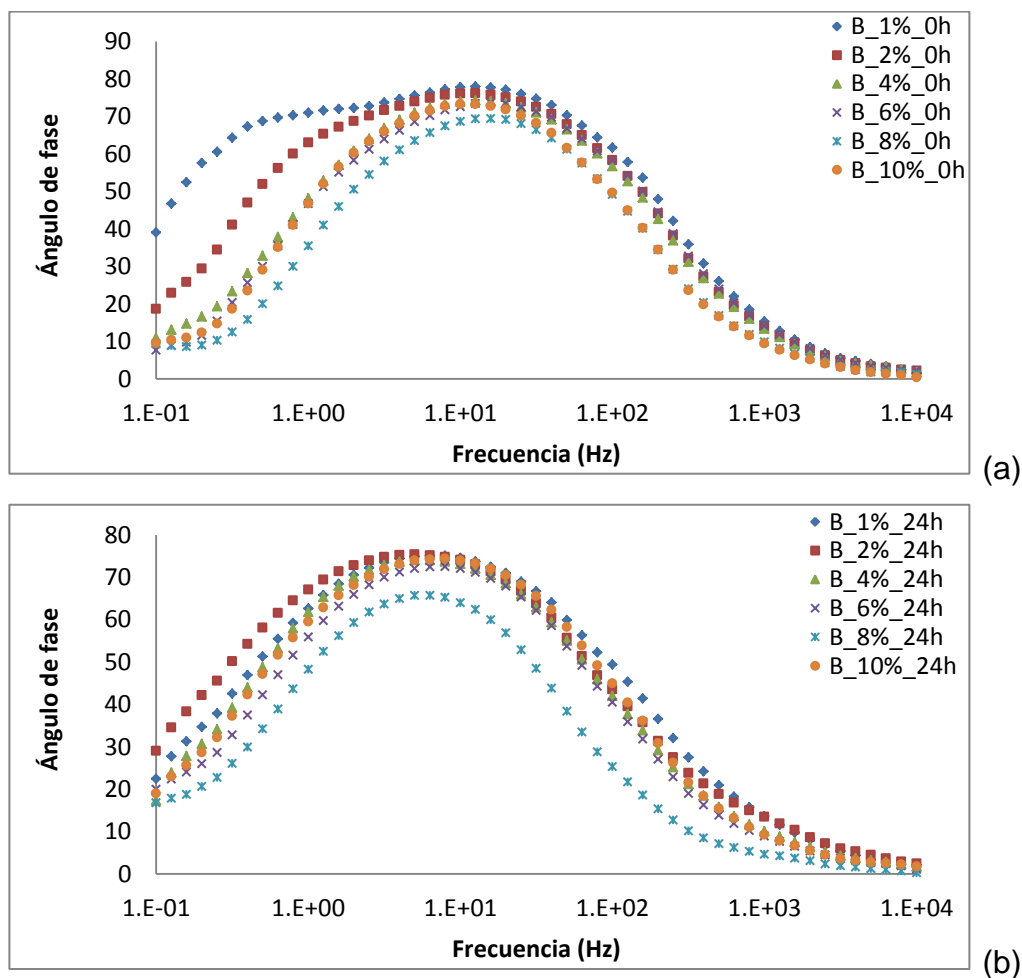


Figura 4.8. (a) Diagrama de Bode de ángulo de fase para el aminosilano B a 0h. (b) Diagrama de Bode de ángulo de fase para el aminosilano B a 24h.

A altas frecuencias, al igual que en el aminosilano A, no se obtiene mucha información en los diagramas de ángulo de fase ya que el comportamiento resistivo es similar en todos ellos; sin embargo, a bajas frecuencias se corrobora lo obtenido con los diagramas de Bode - impedancia.



También se observa que el punto máximo en las curvas del ángulo de fase a 24h está desplazado hacia frecuencias bajas en comparación a las 0h, lo que indica que a este tiempo, el proceso de corrosión del aluminio se encuentra presente (quizás productos de corrosión).

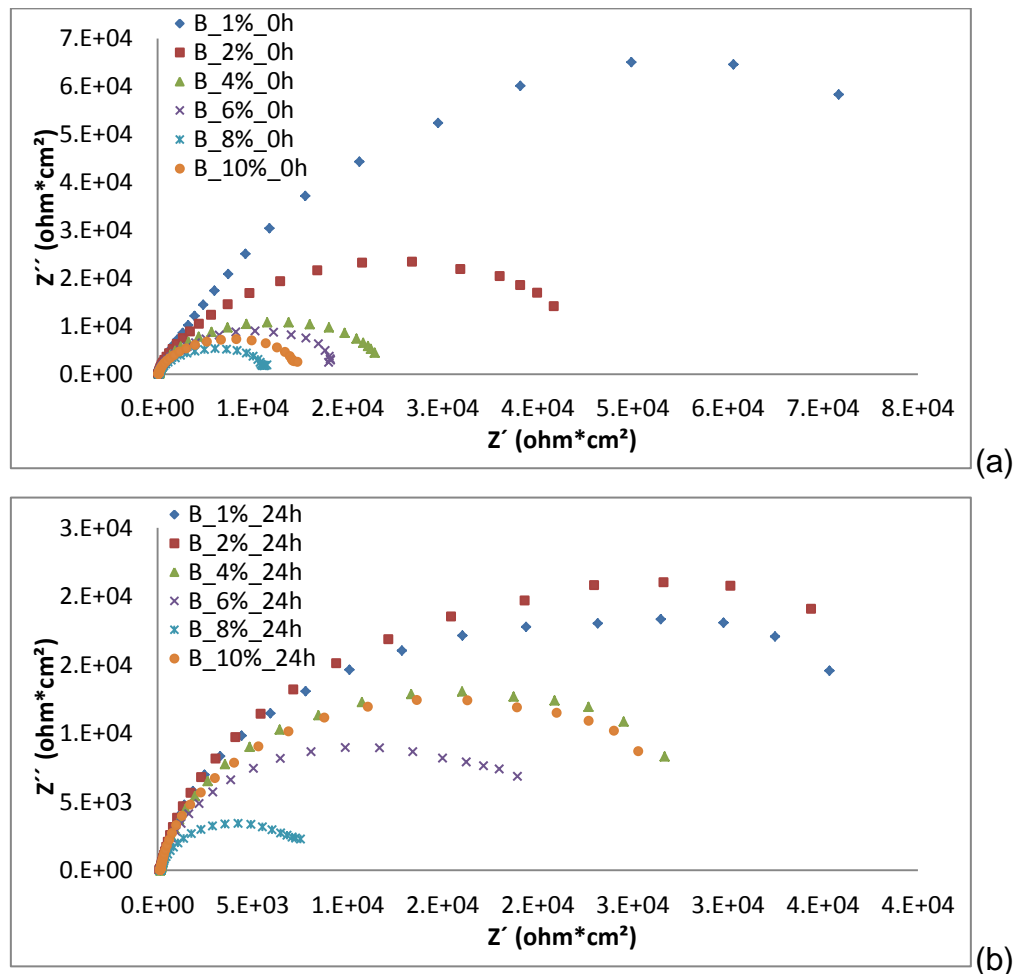


Figura 4.9. Diagramas de Nyquist para el aminosilano B a 0h (a) y a 24h (b).

De la figura 4.9 se tiene que a 0h la placa de 1% tiene las mejores resistencias mientras que a las 24h se ve superado por la placa de 2%.

Por lo tanto se tiene que también para el aminosilano B, la placa con 1% resultó ser la mejor a 24 horas de exposición.



Para mejorar estos resultados se optó por catalizar la hidrólisis con 1.15mL de agua ácida, aplicado únicamente a las concentraciones de 1%, 6% y 10% de aminosilano con el fin de reducir las pruebas experimentales.

Debido a que las curvas del ángulo de fase para los recubrimientos obtenidos no proporcionan información relevante en este momento, no se tomarán en cuenta hasta las pruebas donde se introduce el recubrimiento sol-gel. Aún así serán presentadas en el Anexo A.1 para efectos de comparación.

Hidrólisis catalizada.

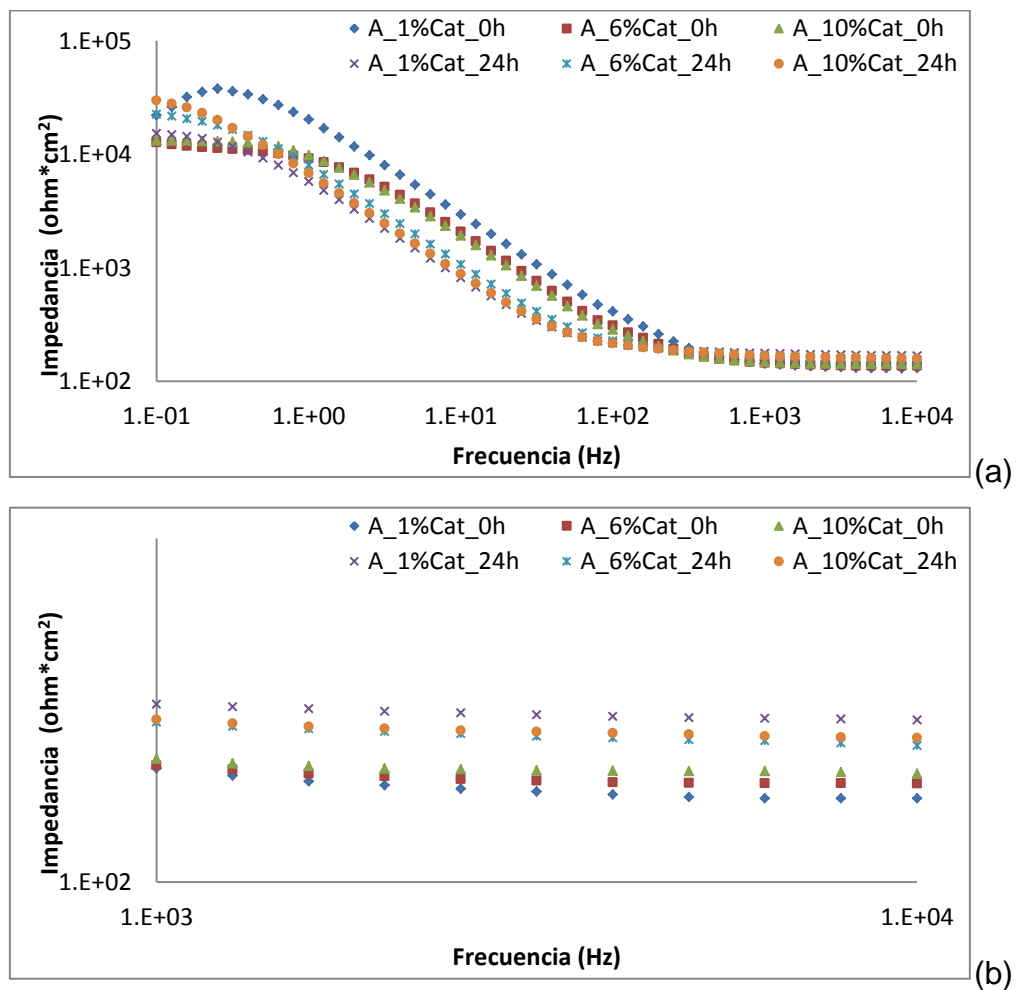


Figura 4.10. (a) Diagrama de Bode de módulo de impedancia para el aminosilano A a 0h y 24h. (b) Detalle de las curvas a altas frecuencias.



Tabla 4.3. Representación de los mejores y peores sistemas para cada uno de los gráficos presentados para el aminosilano A.

% Aminosilano v/v	Impedancia Altas frecuencias		Impedancia Bajas frecuencias	
	0h	24h	0h	24h
1	-	+	+	-
6		-		
10	+		-	+

Las curvas de impedancia para estas nuevas placas se muestran en la figura 4.10 y de su análisis se pudo obtener la tabla 4.3. Para las tres placas a las 24h de exposición a la solución de cloruro de sodio se esperaba menores valores de impedancia a altas frecuencias, debido al desprendimiento de hilos de la capa de nylon 6,6 como se mostró en los casos anteriores; sin embargo, se apreció lo contrario, por lo que se le atribuye a la hidratación de los hilos que redujeron la porosidad de dicha capa, más la protección que ofreció la capa de óxidos ya formada en la superficie del sustrato debido a la corrosión.

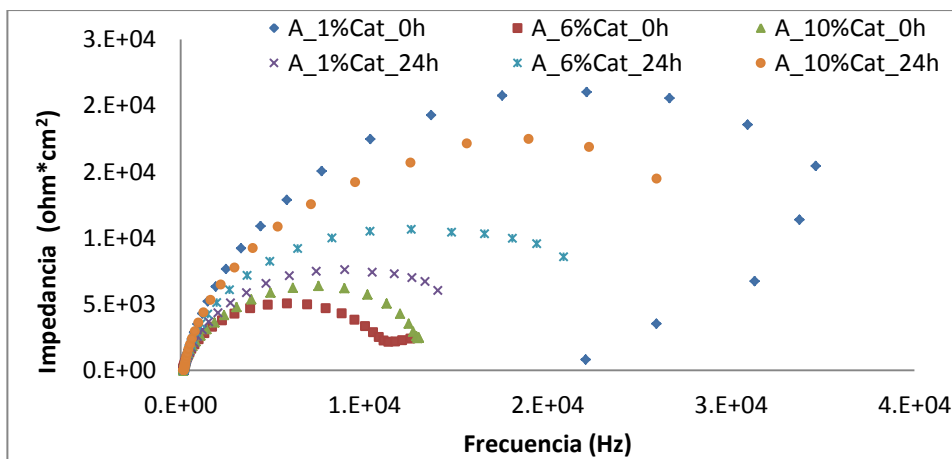


Figura 4.11. Diagramas de Nyquist para el aminosilano A a 0h y 24h.

De la tabla anterior y con el diagrama de Nyquist de la figura 4.11, se puede determinar que el aminosilano A 1% catalizado tuvo las mejores propiedades protectoras.

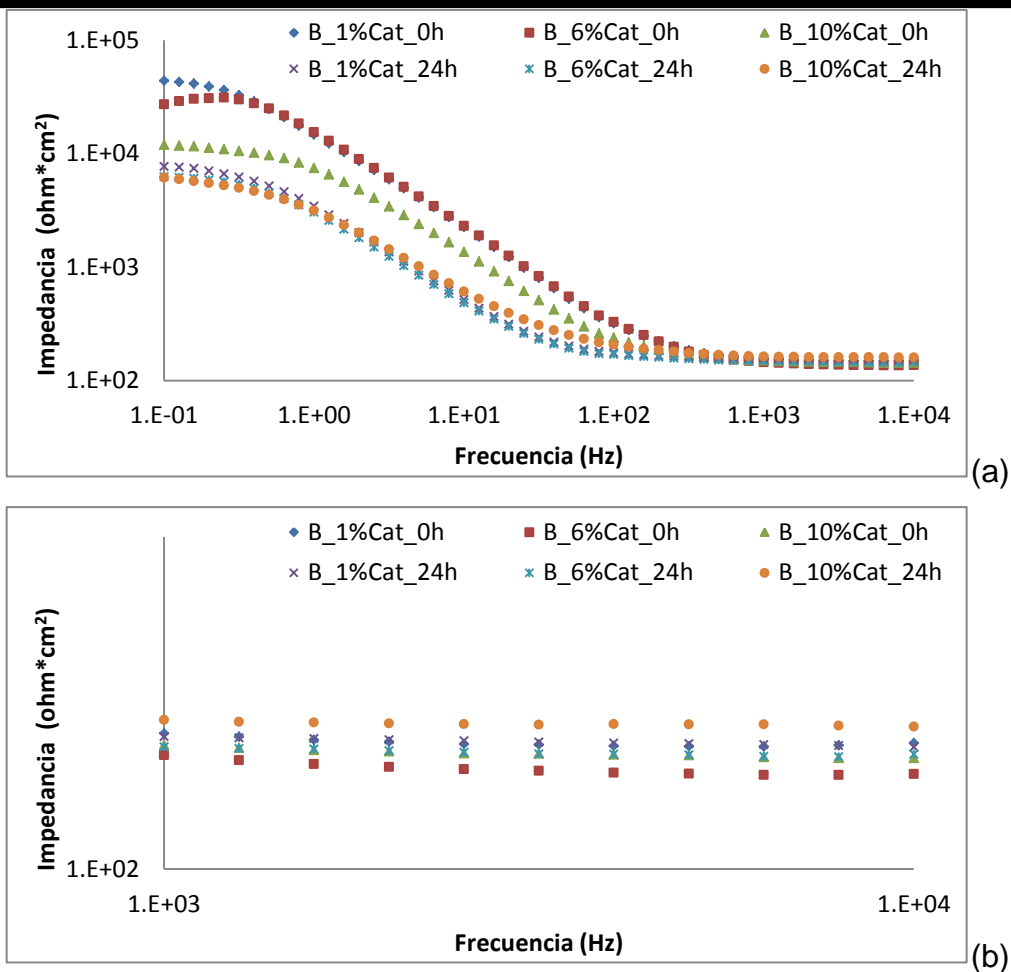


Figura 4.12. (a) Diagrama de Bode de módulo de impedancia para el aminosilano B a 0h y 24h. (b) Detalle de las curvas a altas frecuencias.

Tabla 4.4. Representación de los mejores y peores sistemas para cada uno de los gráficos presentados para el aminosilano B.

% Aminosilano v/v	Impedancia Altas frecuencias		Impedancia Bajas frecuencias	
	0h	24h	0h	24h
1	+		+	+
6	-	-		
10		+	-	-

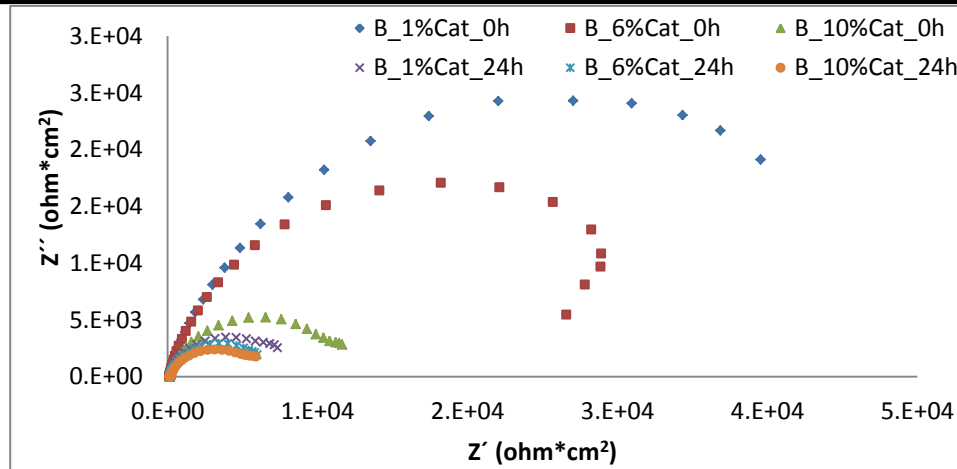
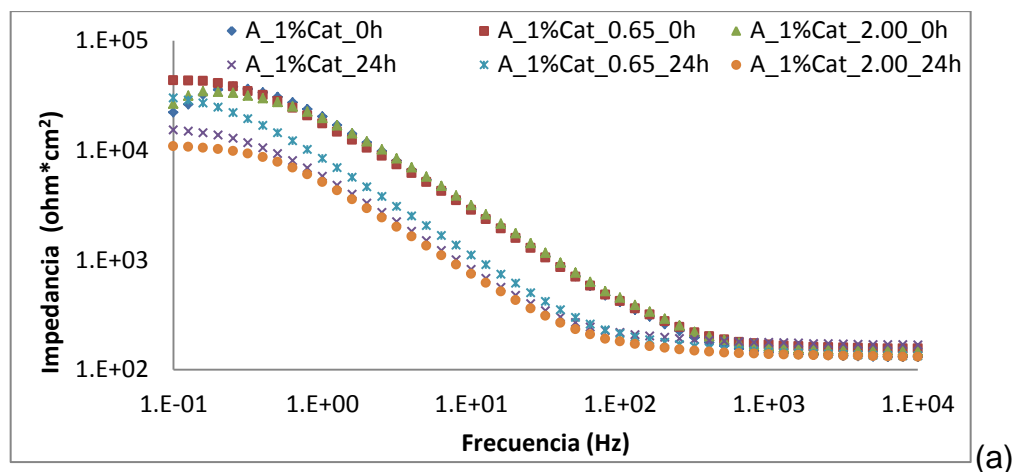


Figura 4.13. Diagramas de Nyquist para el aminosilano B a 0h y 24h.

Del análisis de la figura 4.12 se obtuvo la tabla 4.4 en la que las mejores propiedades protectoras corresponden también al 1% de aminosilano catalizado con agua ácida. Esta conclusión la confirma los diagramas de Nyquist en los que los mayores semicírculos corresponden al 1% tanto a las 0h como a las 24h. Al comparar los resultados del aminosilano A con los del B al 1%, se obtuvo que las resistencias más grandes correspondieron al primero.

Después, con base en lo obtenido en la experimentación anterior se evaluó el efecto de la cantidad de agua ácida en la hidrólisis manteniendo constante la concentración del 1% de aminosilano A. La cantidad de agua ácida corresponde a 1.15, 0.62 y 2mL.



(a)

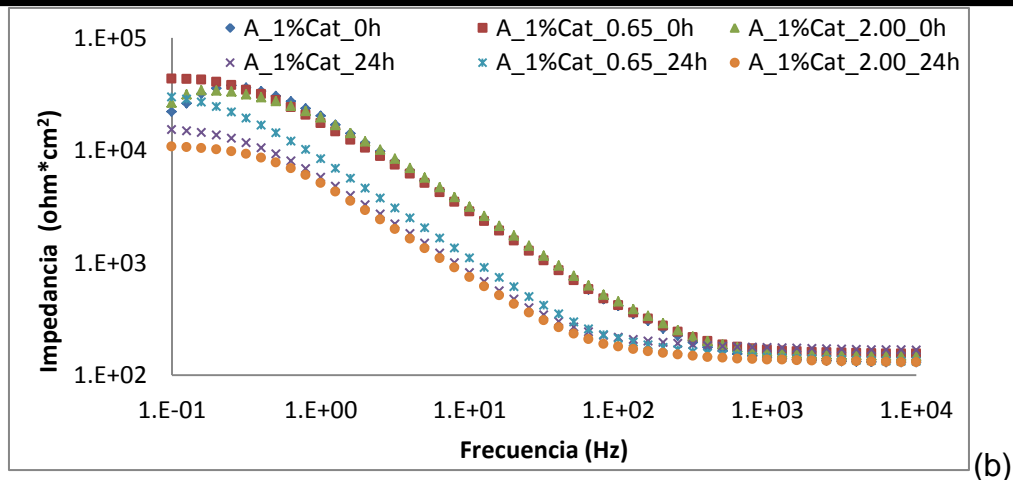


Figura 4.14. (a) Diagrama de Bode de módulo de impedancia para el aminosilano A a 0h y 24h. (b) Detalle de las curvas a altas frecuencias.

De las curvas de módulo de impedancia variando la cantidad de agua ácida (figura 4.14), se puede observar una mejora de las 0h a las 24h en el aminosilano al 1% catalizado con 1.15mL, caso contrario con 0.65 y 2mL. Por lo que esta característica 1.15mL tendrá prioridad para la selección del mejor sistema.

Tabla 4.5. Representación de los mejores y peores sistemas para cada uno de los gráficos presentados para diferentes cantidades de agua ácida.

Agua Ácida (mL)	% Aminosilano v/v	Impedancia Altas frecuencias		Impedancia Bajas frecuencias	
		0h	24h	0h	24h
1.15	1	-	+	-	
0.62	1	+		+	+
2	1		-		-

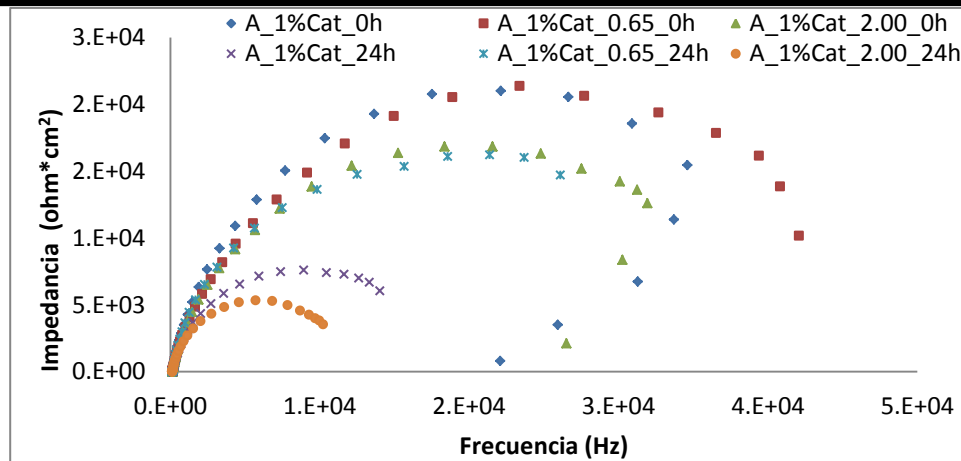


Figura 4.15. Diagramas de Nyquist para el aminosilano A a 0h y 24h.

Con el análisis del diagrama de Nyquist de la figura 4.15 se puede determinar que las más altas resistencias corresponderían para el sistema con 0.65mL de agua ácida; sin embargo, se observó que las placas de estos sistemas presentaron un mayor deterioro en la capa de nylon y una visible corrosión sobre la superficie del sustrato de dicha placa. Por esta razón y por la mejora ya antes mencionada, se determinó que el sistema más estable fue para la placa con aminosilano A al 1% catalizado con 1.15mL con agua ácida.

Efecto de varias inmersiones y temperatura del curado.

Los estudios continuaron para el sistema correspondiente al 1% de aminosilano catalizado con 1.15 mL de agua ácida. Se evaluó el efecto de **dos inmersiones** de aminosilano (A y B) y del curado como se muestra a continuación:

C_C *Inmersión en aminosilano + Curado a 100°C + Electrohilado de Nylon 6,6 + Inmersión en aminosilano + Curado a 100°C.*

C_Camb *Inmersión en aminosilano + Curado a 100°C + Electrohilado de Nylon 6,6 + Inmersión en aminosilano + Curado a temperatura ambiente.*



Camb_Camb Inmersión en aminosilano + Curado a temperatura ambiente + Electrohilado de Nylon 6,6 + Inmersión en aminosilano + Curado a temperatura ambiente.

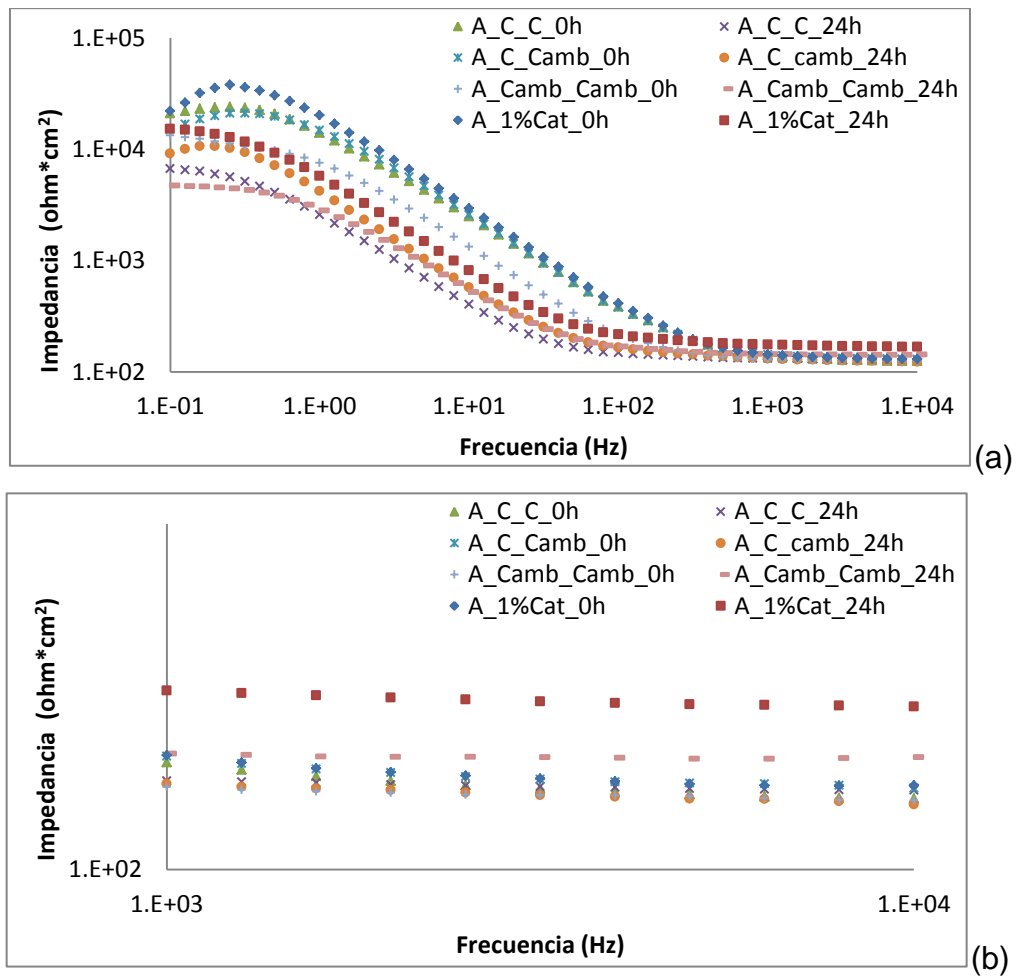


Figura 4.16. (a) Diagrama de Bode de módulo de impedancia para el aminosilano A a 0h y 24h. (b) Detalle de las curvas a altas frecuencias.

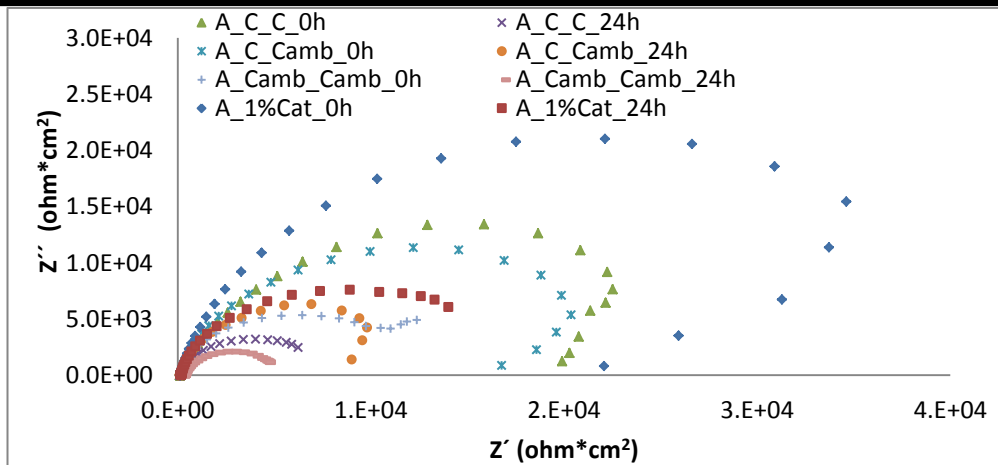


Figura 4.17. Diagramas de Nyquist para el aminosilano A a 0h y 24h.

Se compararon los resultados de los sistemas con doble capa de aminosilano con el de una sola capa (Fig. 4.14 y Fig. 4.15). Los diagramas de módulo de impedancia para el aminosilano A se muestran en la figura 4.16 y los diagramas de Nyquist en la figura 4.17.

Todos los resultados de las curvas de doble capa tanto a altas frecuencias como a bajas frecuencias están por debajo de los obtenidos por la monocapa de aminosilano, al igual que los semicírculos del diagrama de Nyquist son más pequeños que los correspondientes a los resultados de la monocapa.

Al momento de manipular las placas con dos capas de aminosilano, fue visible y tangible que mejoró la adherencia de la capa de nylon 6,6 con el sustrato ya que los hilos no se desprendieron de la muestra metálica; sin embargo, los resultados no se reflejan en esta observación, lo que entonces los resultados inducen a pensar que estos sistemas son más heterogéneos al tener dos capas de aminosilano que cuando se tiene una sola, debido a que los defectos que se pudieron generar en la primera capa, fueron acumulativos cuando se introdujo una segunda capa. Esta aseveración se comprueba al observar que la superficie de la muestra presentó picaduras de corrosión. Por eso se observa una menor protección al sustrato. Por otro lado, el curado a temperatura ambiente disminuyó también las propiedades protectoras.



Para el aminosilano B se observa, tanto para a altas como a bajas frecuencias con dos capas de aminosilano, una curada a 100°C (B_C_C) y la otra a temperatura ambiente (B_C_Camb), que se mejoran las propiedades protectoras que cuando se obtiene una sola capa de aminosilado curada a 100°C (B_1%Cat). Cuando se curan dos capas de aminosilano a temperatura ambiente (B_Camb_Camb) a 0h se muestra un comportamiento similar a la placa B_1%Cat sobre todo a 24h. Este análisis se obtuvo de las figuras 4.18 y 4.19.

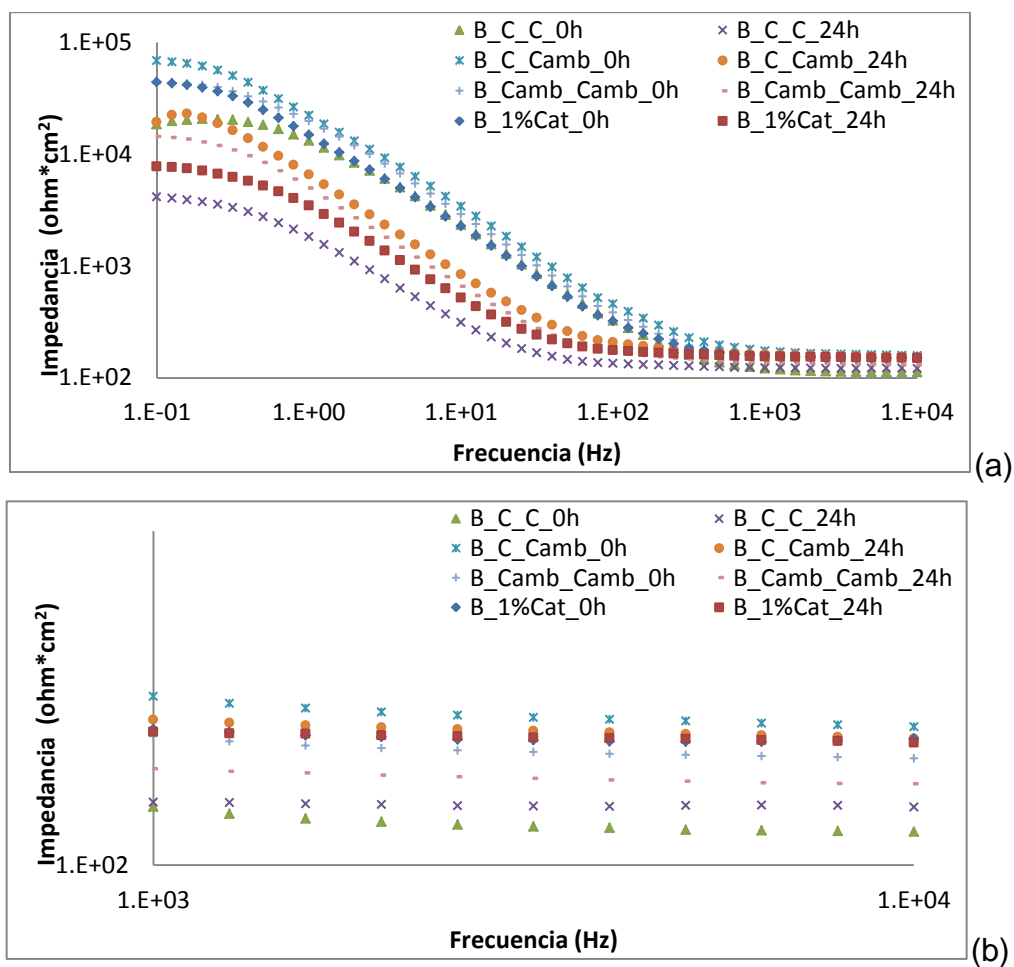


Figura 4.18. (a) Diagrama de Bode de módulo de impedancia para el aminosilano B a 0h y 24h. (b) Detalle de las curvas a altas frecuencias.

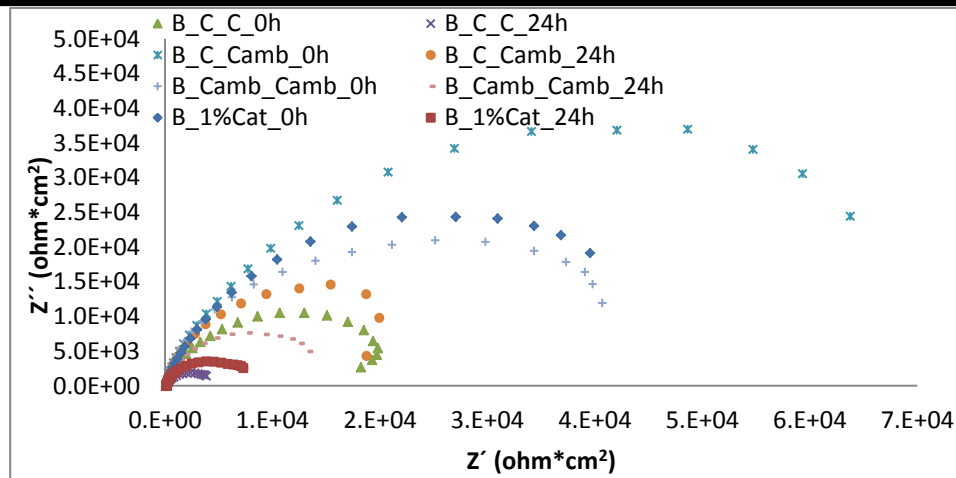


Figura 4.19. Diagramas de Nyquist para el aminosilano B a 0h y 24h.

Con el fin de observar el efecto de estas dos capas de aminosilano curadas a temperatura ambiente con una semana más de curado, esperando que los defectos acumulados fueran disminuidos y el depósito de aminosilano sobre la superficie del sustrato aumentara, se propusieron placas como se muestra a continuación:

CambX4 *Inmersión en aminosilano + Curado a temperatura ambiente + Inmersión en aminosilano + Curado a temperatura ambiente + Electrohilado de Nylon 6,6 + Inmersión en aminosilano + Curado a temperatura ambiente + Inmersión en aminosilano + Curado a temperatura ambiente.*

CambX4_1s *CambX4 + una semana de curado a temperatura ambiente.*

Los resultados de las pruebas electroquímicas para la amina A son presentadas en las figuras 4.20 y 4.21

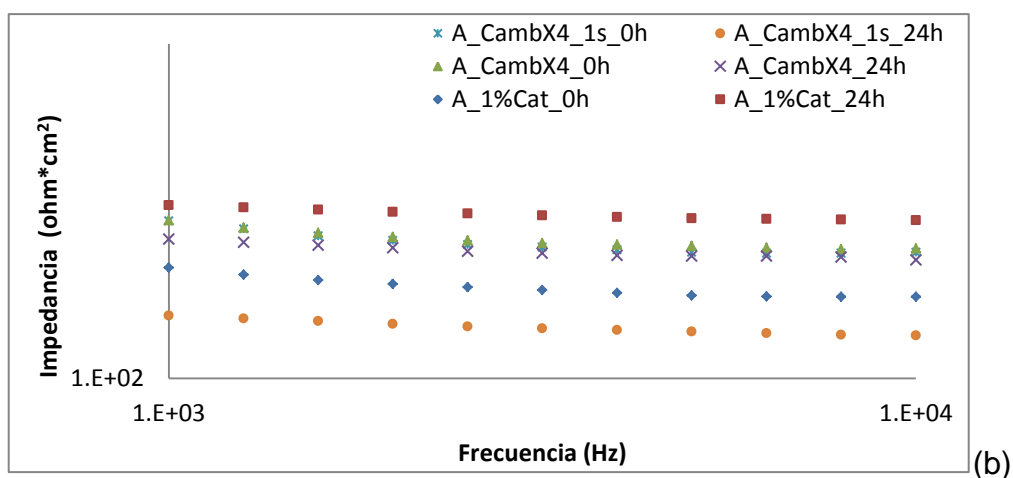
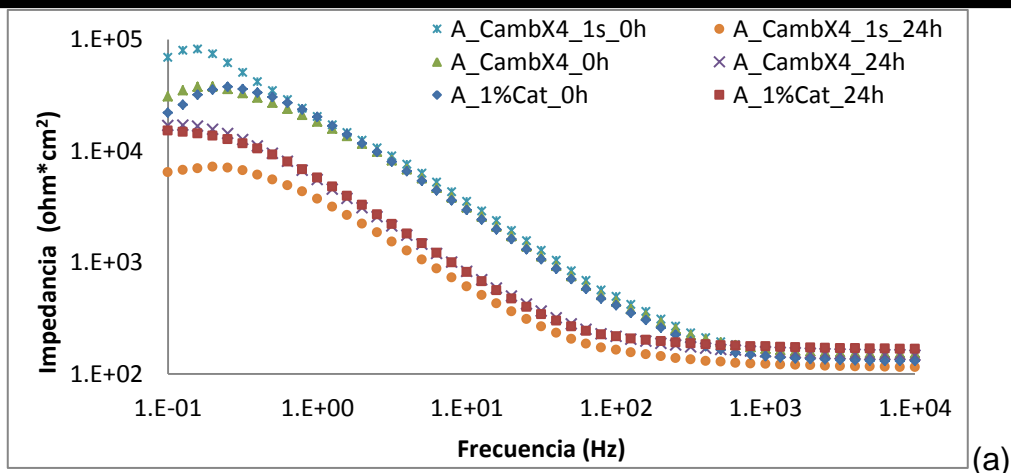


Figura 4.20. (a) Diagrama de Bode de módulo de impedancia para el aminosilano A a 0h y 24h. (b) Detalle de las curvas a altas frecuencias.

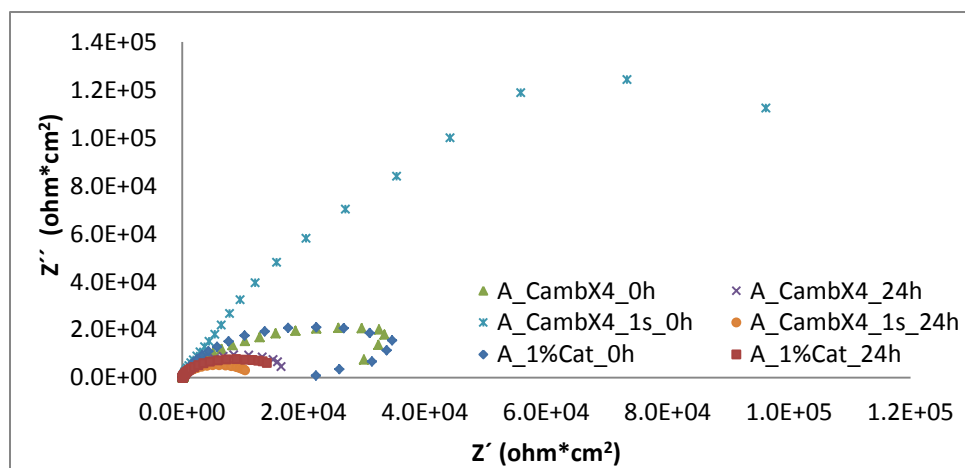


Figura 4.21. Diagramas de Nyquist para el aminosilano A a 0h y 24h.



De las curvas de impedancia se puede observar que tanto a bajas como a altas frecuencias cuatro capas de aminosilano curado a temperatura ambiente mejoraron las propiedades protectoras que cuando solo se hace una sola capa de aminosilano. El diagrama de Nyquist ayuda en determinar que la placa A_CambX4_1s es el mejor sistema para 0h mientras que el sistema A_CambX4 para 24h.

Las curvas de las pruebas electroquímicas para el aminosilano B se muestran en las figuras 4.22 y 4.23.

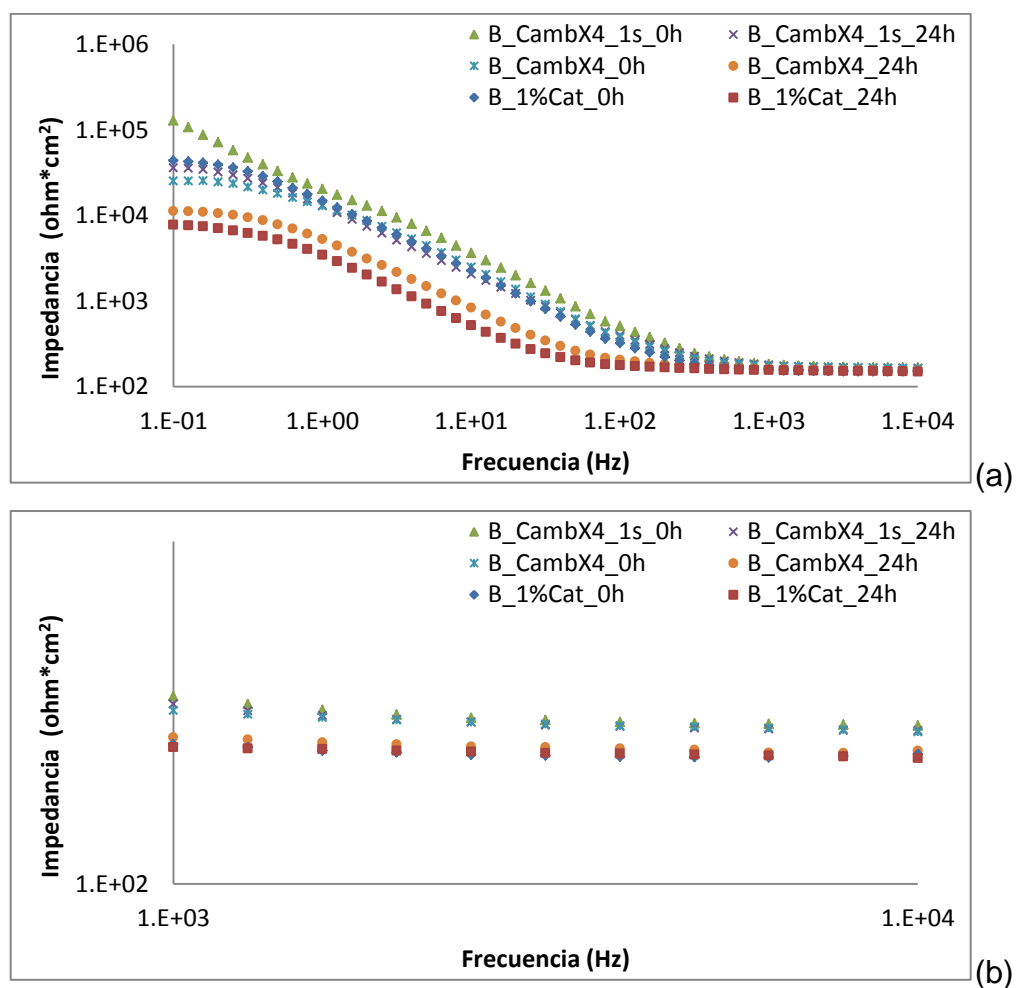


Figura 4.22. (a) Diagrama de Bode de módulo de impedancia para el aminosilano B a 0h y 24h. (b) Detalle de las curvas a altas frecuencias.



A altas frecuencias en el diagrama de módulo de impedancia (figura 4.20), se tiene una misma protección (resistencia) en los sistemas que se comparan. Tanto a bajas como a altas frecuencias la placa B_CambX4_1s para 0h y 24h se registraron valores más altos que la placa correspondiente a una capa de aminosilano (B_1%Cat).

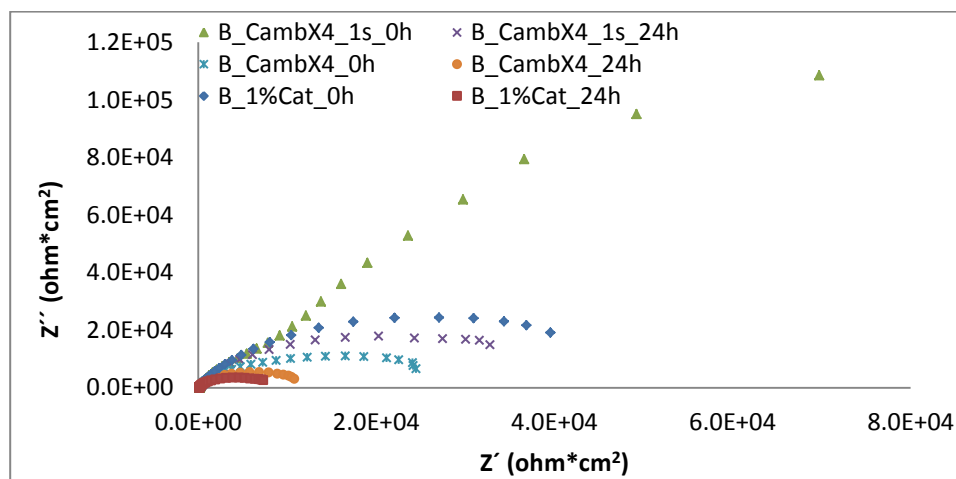


Figura 4.23. Diagramas de Nyquist para el aminosilano B a 0h y a las 24h.

Con el diagrama de Nyquist de la figura 4.23, se confirma que el mejor sistema es el B_CambX4_1s.

RESUMEN: Con base en los resultados obtenidos de todas las experimentaciones anteriores, se evidencia que el incremento de las propiedades dieléctricas del nylon 6,6, se ve beneficiado con un sistema de multicapas de aminosilano, en cambio no se registró una mejora de estas propiedades con el efecto de hidrólisis con menores contenidos de agua en el aminosilano.

A tiempos de exposición de 24 horas los sistemas más estables y similares fueron el A_CambX4_1s y el B_CambX4_1s. Por ello, con el propósito de evaluar el efecto del recubrimiento sol-gel sobre esta capas de aminosilano-nylon, sólo se depositará sobre un sistema, que será el aminosilano A.



SISTEMA AMINOSILANO-NYLON-SOL-GEL.

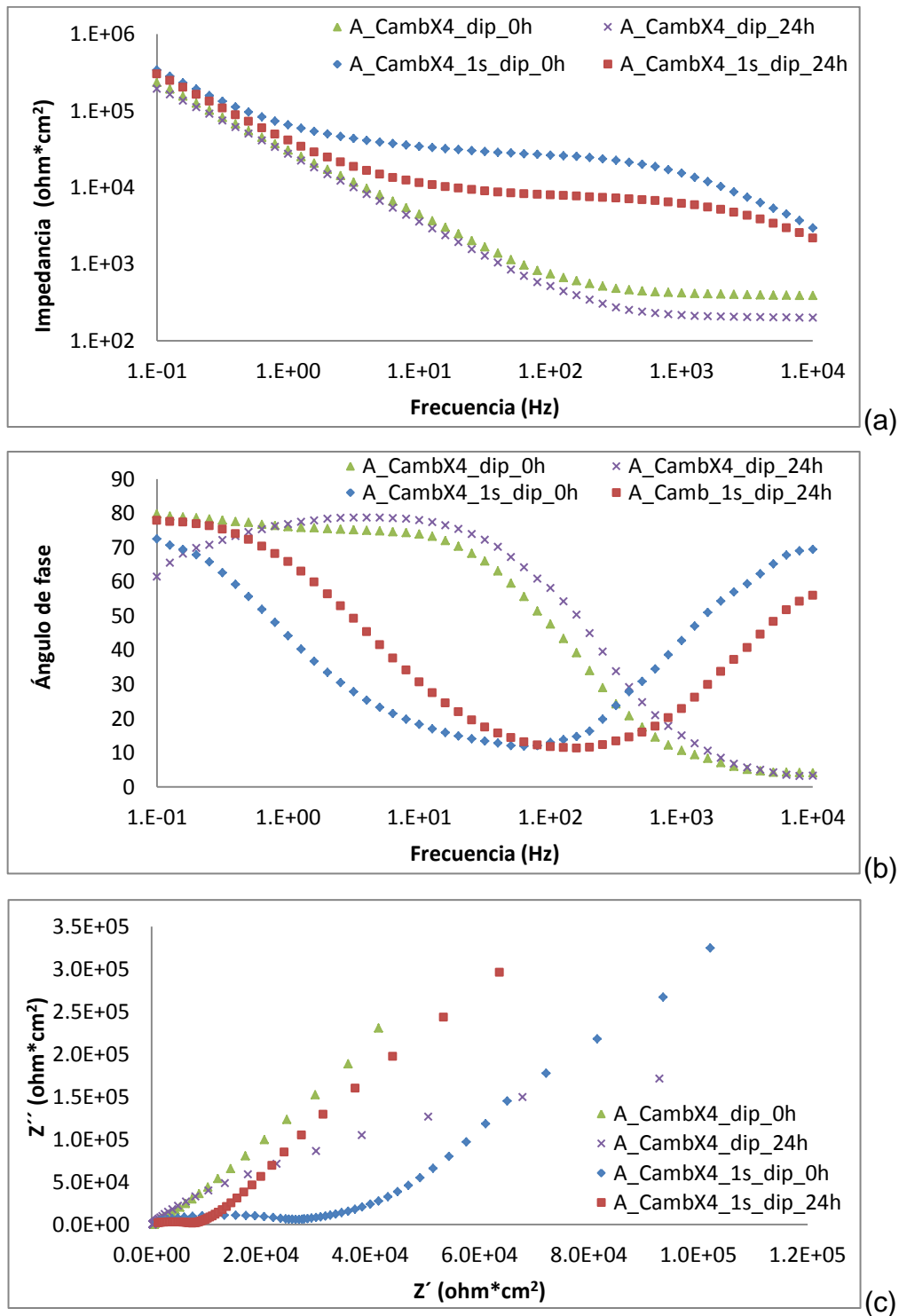


Figura 4.24. Diagrama de módulo de impedancia (a), ángulo de fase (b) y diagramas de Nyquist (c) para el aminosilano A por dip-coating a 0h y 24h.



Primero se evaluaron los dos sistemas con sol-gel utilizando la técnica por inmersión (dip-coating). La figura 4.24 muestra los resultados de EIS a 0h y 24h. Del módulo de impedancia a altas frecuencias (4.24.a), se observa una diferencia significativa, alrededor de una década, entre los dos sistemas comparados siendo el mejor sistema el **A_CambX4_1s_dip**. A bajas frecuencias se tienen propiedades protectoras muy similares entre ellos. Las curvas del ángulo de fase (4.24.b) confirman lo observado en las curvas de impedancia. Con la adición de la capa de sol-gel, los diagramas de Nyquist muestran dos semicírculos y así mismo dos constantes de tiempo en el diagrama del ángulo de fase. El primer semicírculo (de 1×10^4 Hz a ≈ 10 Hz) corresponde a las propiedades dieléctricas del sol-gel + nylon 6,6 (combinado con aminosilano), mientras que el segundo semicírculo (≈ 10 Hz a 0.1 Hz) a la respuesta del sustrato metálico. Es necesario destacar que la impedancia total de los sistemas ya sea a 0h ó a 24h (fig. 4.24.a) son similares, lo que quiere decir que el grado de protección del sustrato es similar (bajas frecuencias). Sin embargo, el comportamiento del recubrimiento sol-gel + nylon 6,6, (junto con aminosilano) si se ve modificado positivamente cuando el aminosilano se deja curar una semana más a temperatura ambiente (A_CambX4_1s_dip). Estos resultados sugieren que el curado del aminosilano por una semana le permite una mayor adhesión con el nylon 6,6 y a su vez con el recubrimiento sol-gel.

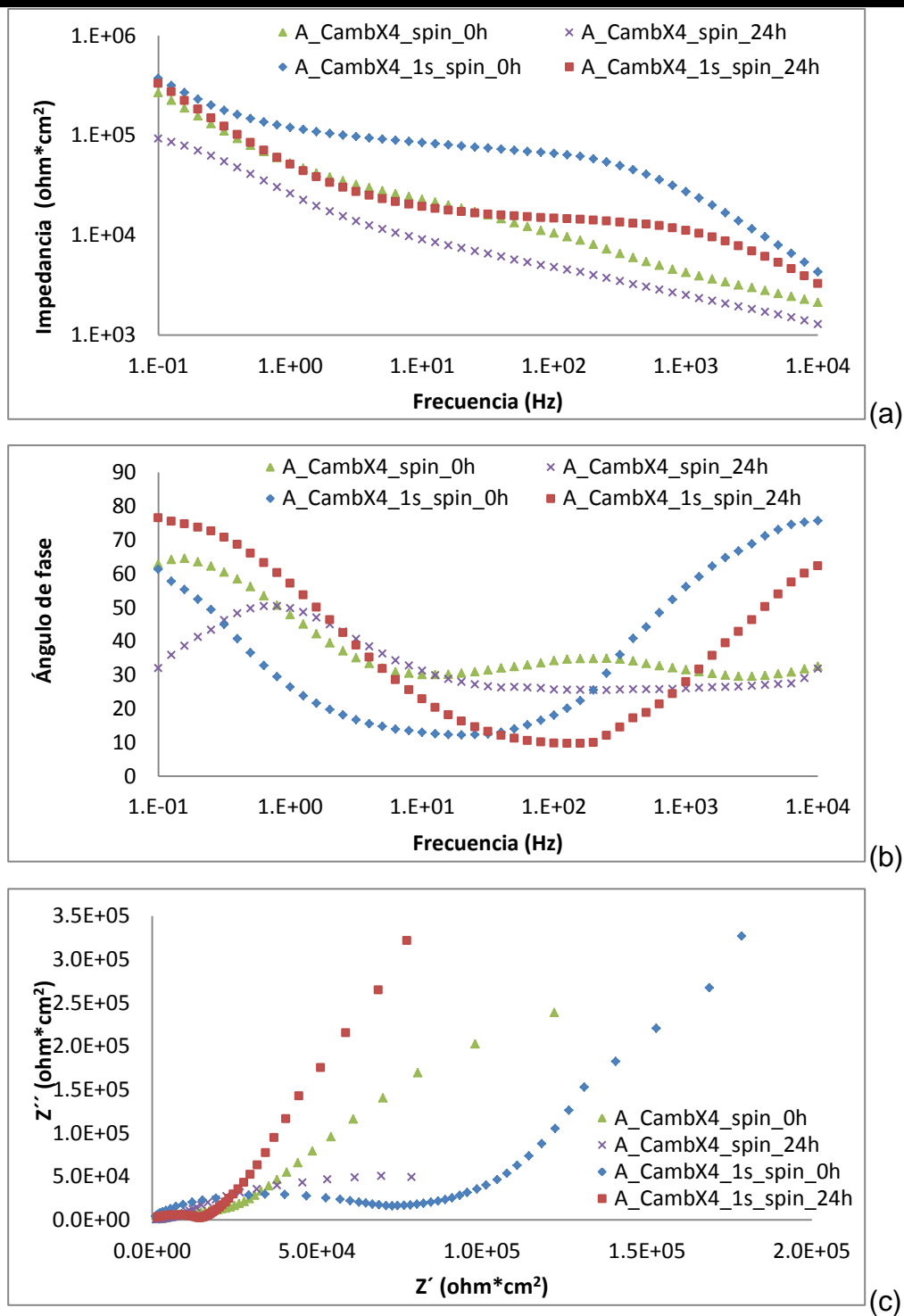


Figura 4.25. Diagramas de módulo de impedancia (a), ángulo de fase (b) y diagramas de Nyquist (c) para el aminosilano A por spin-coating a 0h y 24h.

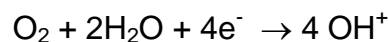


De los diagramas de Bode obtenidos (figura 4.25a y 4.25b) con la técnica de deposición de rotación (spin-coating) se obtuvo que, del gráfico de impedancia a altas frecuencias el sistema A_CambX4_1s_spin tiene mejores propiedades protectoras que el sistema A_CambX4_spin; sin embargo, los valores finales de impedancia tienden a mismos valores a frecuencias bajas. El gráfico de ángulo de impedancia permite observar que a bajas frecuencias el sistema A_CambX4_1s_spin evoluciona positivamente a las 24h mientras que el sistema A_CambX4_spin disminuye sus propiedades protectoras al mismo periodo de tiempo. De igual forma que en el caso anterior (deposición por dip-coating) se presentan los mismos dos semicírculos ya analizados.

Resumen: *La técnica de spin-coating proporciona mejores resistencias que las obtenidas por la técnica de dip-coating. Por lo tanto, la máxima mejora obtenida corresponde a la placa con clave **A_CambX4_1s_spin**.*

4.1.2 CURVAS DE POLARIZACIÓN

Se puede inducir la delaminación catódica de un recubrimiento con la aplicación de un voltaje constante, de tal modo que de forma cualitativa se puede conocer el tiempo en el que falla un recubrimiento. Para determinar este potencial, es necesario realizar una curva de polarización potenciodinámica que ayude a identificar el potencial catódico donde comienza la zona de corriente límite, que representa el inicio intenso de la reacción de reducción del sistema. Por lo general, la reacción de reducción se asocia a la evolución del oxígeno en medio neutro-básico, como lo es la condición de cloruro de sodio 0.1M.



De la figura 4.26 se obtiene el potencial donde se destruye el recubrimiento correspondiente a una placa A_CambX4_1s_spin. La zona donde ocurre este fenómeno se muestra en el recuadro donde la pendiente cae. El potencial obtenido es de -2.5V.

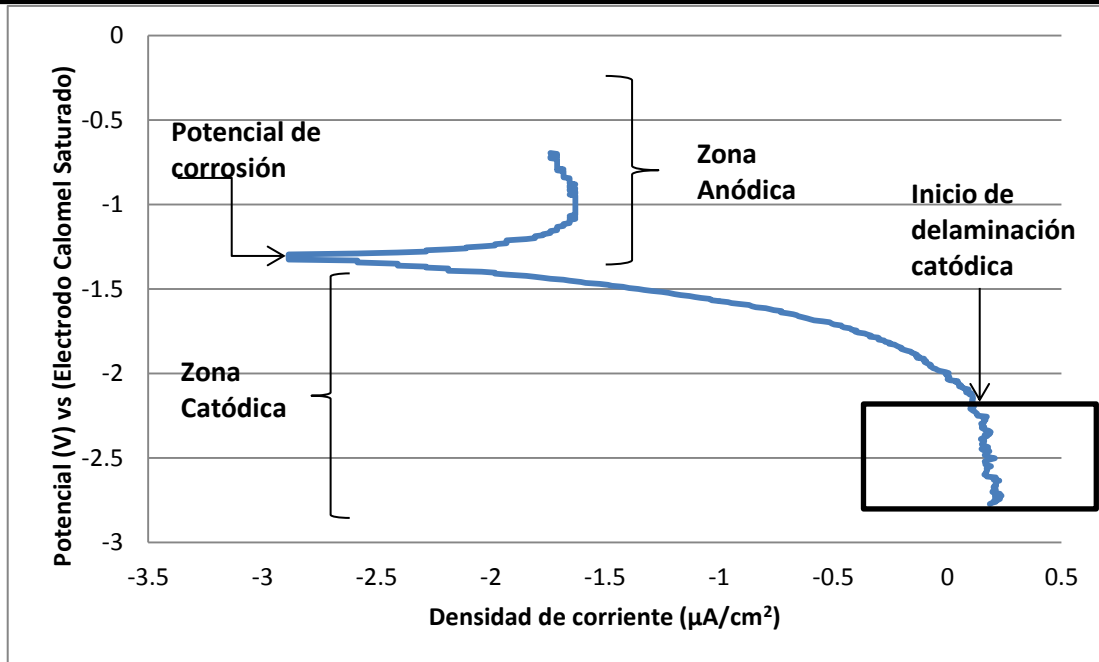
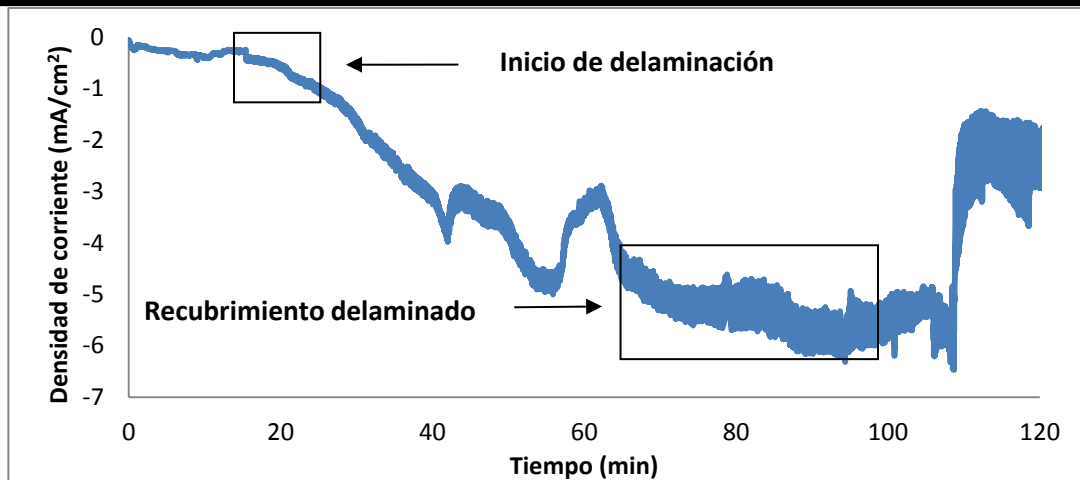


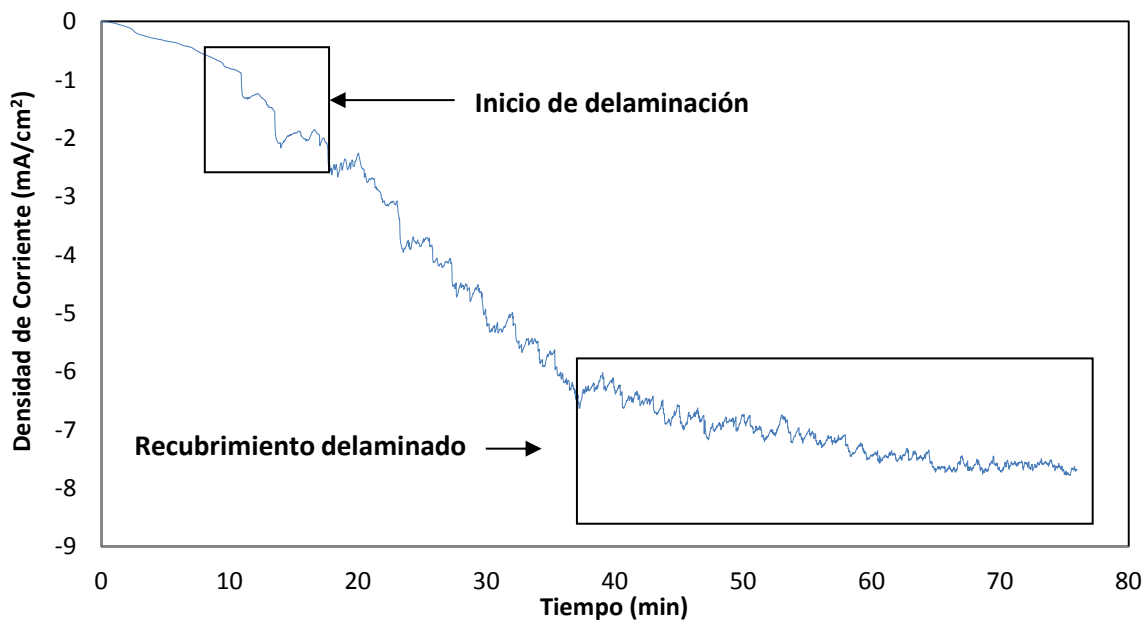
Figura 4.26. Potencial vs Densidad de corriente

Siendo el potencial de delaminación -2.5V, éste se mantiene constante para poder graficar la densidad de corriente con respecto al tiempo. La placa recubierta se sometió a ese potencial durante 120 minutos, obteniéndose la gráfica de la figura 4.27.a. El primer cambio de pendiente ocurrido cerca de los 20 minutos significa la destrucción inicial del recubrimiento, ya cercano a los 60 minutos se observa una destrucción total de la capa protectora. Comparando estos valores con los obtenidos para sol-gel blanco, sin aminosilano y sin nylon 6,6, (fig. 4.27b), se obtiene que el tiempo inicial de deterioro del recubrimiento comenzó entre los 10 y 20 minutos de ensayo. El deterioro total del sol-gel se produjo a partir de los 37 minutos del ensayo.

Con base en lo anterior, se demuestra que efectivamente la incorporación del aminosilano y el nylon 6,6 electrohilado, aumentan la adhesión del sistema de recubrimiento sol-gel.



(a)



(b)

Figura 4.27. Densidad de corriente a potencial constante contra tiempo; a) sol-gel dopado y b) sol-gel sin dopaje

La figura 4.28 muestra la destrucción del recubrimiento y la formación de productos de corrosión, en el área sometida a delaminación catódica.



Figura 4.28. Placa A_CambX4_1s_spin después de ser sometida a delaminación catódica.

4.2 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM)

La figura 4.29 muestra una micrografía de solamente la capa de nylon 6,6 sobre el sustrato AA2024-T3. A un aumento de X5000 se observa la distribución aleatoria en que los hilos se depositan sobre la superficie del sustrato. Al realizar un acercamiento de X10000 se pudo medir el diámetro promedio de los hilos, siendo de 200nm; así mismo, se pudo observar la porosidad con más detalle de dicha capa, en algunas zonas las líneas de lijado son visibles, como se señala en la figura 4.29b con un recuadro.

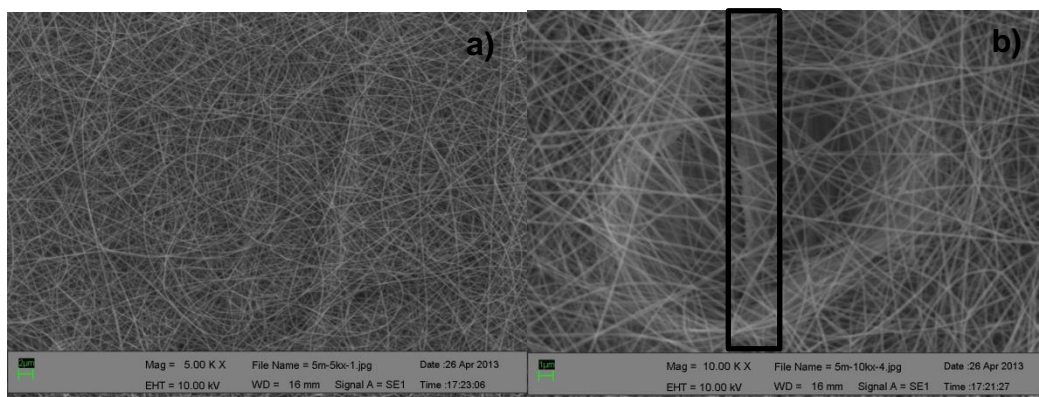


Figura 4.29. Micrografías de la capa de nylon 6,6 electrohilado sobre el sustrato AA2024-T3 a diferentes aumentos a) X5000 y b) X10000.



Después de lo obtenido en las pruebas electroquímicas se obtuvieron varias placas del sistema A_CambX4_1s_spin para su caracterización. El recubrimiento final obtenido mostraba dos zonas, debido a la capa de nylon 6,6 electrohilado. La diferencia a simple vista se muestra en la figura 4.31, una zona color blanca donde se garantiza los 5 minutos de electrohilado (1) y otra color plateada donde la densidad de hilos de polímero fue menor (2). Las imágenes de SEM se analizarán por separado. Las micrografías de la zona 1 se muestran en la figura 4.20 mientras que lo de la zona 2 en la figura 4.3.1.

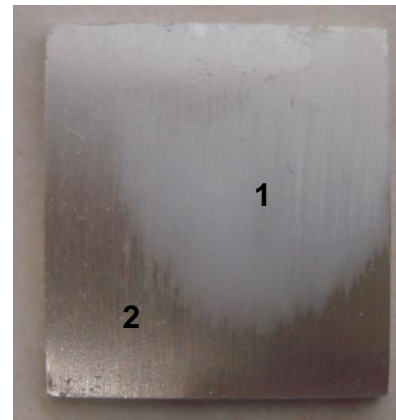


Figura 4.30. Placa A_CambX4_1s_spin.

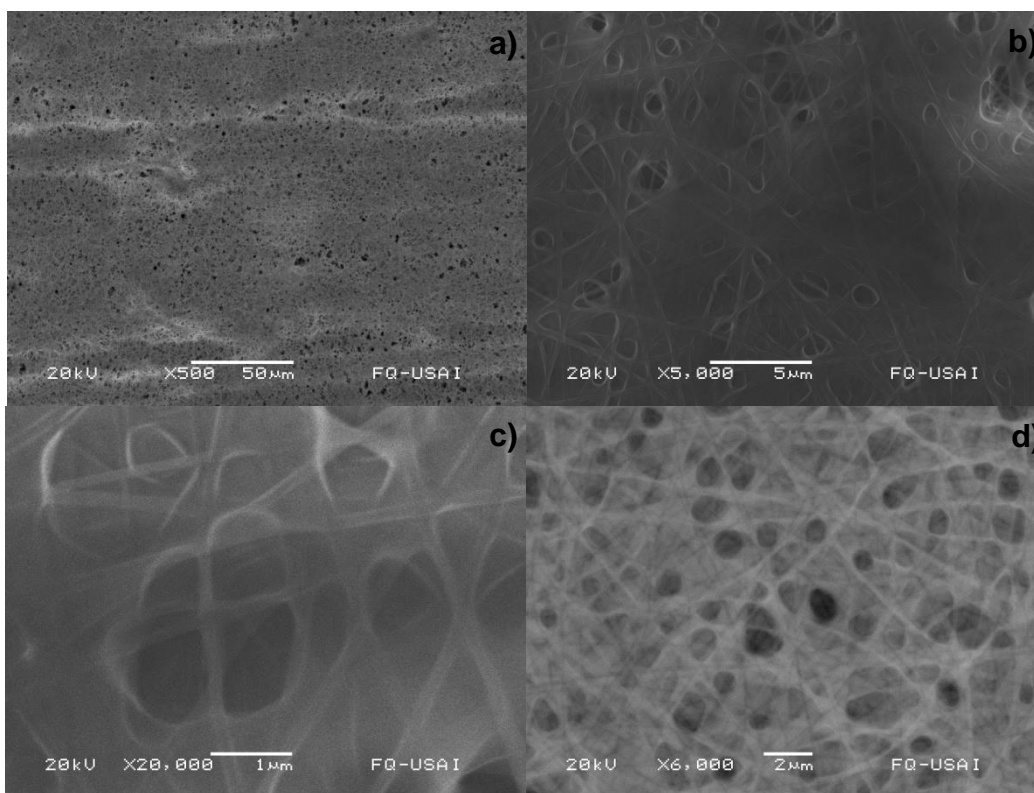


Figura 4.31. Micrografías de la zona 1 a diferentes aumentos a) X500, b) X5000, c) X20000 y d) X6000



A X500 (con electrones retrodispersados) se distingue la porosidad del recubrimiento en esa zona. Los hilos se distribuyen en todas direcciones a lo largo de la imagen de color blanco, pudiéndose distinguir las líneas de lijado. A un acercamiento de X5000, se observa la presencia del sol-gel. En la micrografía 4.3.1.a no se nota claramente el recubrimiento, sólo en algunas partes se forma una película delgada de sol-gel que cubre el electrohilado, pero otras donde hay mayor acumulación de hilos no lo hace. Con un aumento de X20000, se distorsiona la imagen por la capa de sol-gel en la que se puede apreciar que no solo se recubre la capa de electrohilado sino que también el recubrimiento penetra dentro de los huecos que ha dejado el electrohilado. Por último la figura 4.31.d fue realizada por electrones retrodispersados, en la que se muestra que se presentan zonas más oscuras atribuidas a huecos, la tonalidad cambia debido a la presencia de sol-gel. La incorporación de sol-gel sobre la matriz de nylon 6,6 electrohilado cambia la morfología de los hilos.

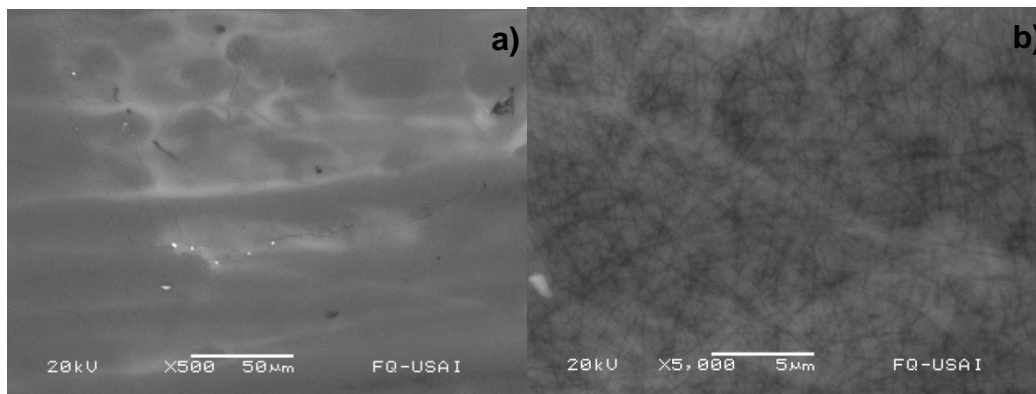


Figura 4.32. Micrografías de la zona 2 a diferentes aumentos por retrodispersados
a) X500 y b) X5000

Las imágenes del SEM de la zona 2 se muestran en la figura 4.32. A 500 aumentos el sol-gel cubrió por completo la capa de polímero electrohilado; sin embargo, algunas zonas quedaron sin recubrir, los puntos blancos indican zonas con donde el metal está desnudo. A X5000 se puede observar que los hilos por debajo de la capa de sol-gel representa un recubrimiento homogéneo.

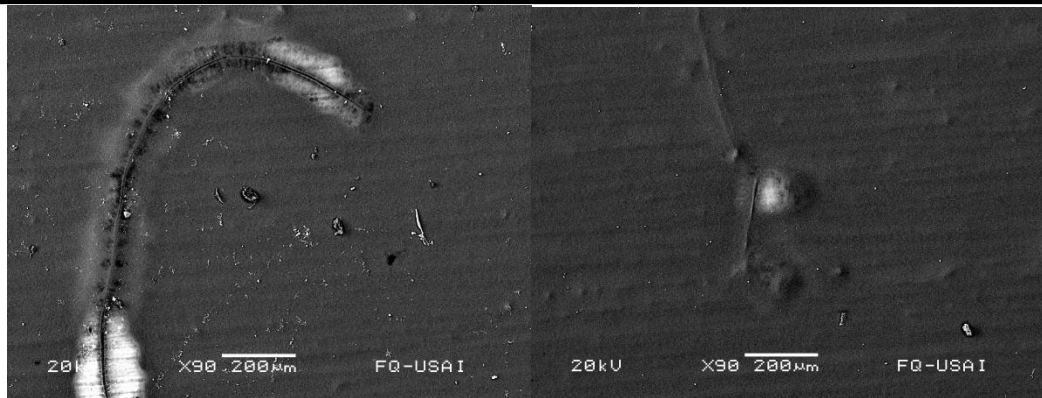


Figura 4.33. Micrografías de zonas defectuosas debido a un mal electrohilado a X90.

Los defectos que puede tener el recubrimiento final con el procedimiento de propuesto, se generan en su mayoría durante el proceso de electrohilado, debido a factores como la humedad y la viscosidad de la solución. La figura 4.33 muestra dos micrografías de los defectos más comunes. En la primera se observa una gran cantidad de polímero que no llegó a formar hilos, por la acumulación en la punta de la aguja se solución como gota y su posterior proyección repentina al reaccionar con el campo eléctrico presente. Parte del disolvente es evaporado en el trayecto pero por la distancia y una mayor cantidad de material sólo se logra estirar y formar un gran hilo en comparación a los formados comúnmente. Algunas veces el disolvente no se evapora antes de llegar al sustrato, quedando atrapado primero en la matriz de hilos de polímero y después de la capa de sol-gel, sin embargo con el paso del tiempo se evapora por los poros del recubrimiento y deja su huella como se muestra en la segunda metalografía de la figura 4.33.

4.3 MICROSCOPIA DE FUERZA ATÓMICA (AFM)

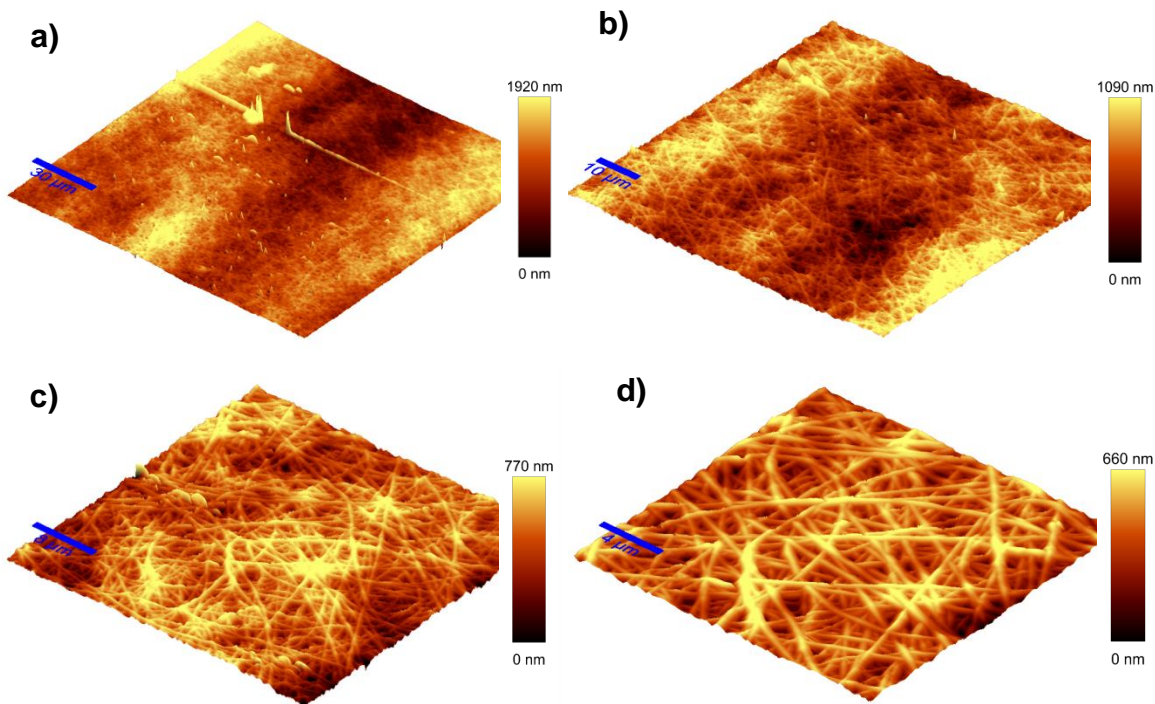


Figura 4.34. Topografías de AFM de la zona 1 a distintas áreas a) $22500 \mu\text{m}^2$, b) $6400 \mu\text{m}^2$, c) $1600 \mu\text{m}^2$, d) $400 \mu\text{m}^2$.

Con el fin de observar la topografía del recubrimiento final, se obtuvieron imágenes de AFM tanto para la zona 1 (figura 4.34) como para la zona 2 (figura 4.35). Las zonas más oscuras son las partes más profundas que reflejan el metal base (0 nm) mientras que las partes más altas indican el valle más alto del electrohilado del nylon. En la Fig. 4.34 se presentan cuatro diferentes mapeos de diferente área siendo el primero el mayor de $22500 \mu\text{m}^2$, el segundo de $6400 \mu\text{m}^2$, el tercero de $1600 \mu\text{m}^2$ y el último de $400 \mu\text{m}^2$. Si se observan estas cuatro figuras, se apreciará que a mayor área de mapeo más alta la diferencia de altura entre el punto máximo del electrohilado respecto al metal base, lo que indica que al tomar un área mayor se evidencian aquellas zonas de mayor aglomeración de fibras electrohiladas, lo que indica que el proceso de electrohilado no es uniforme a lo largo de la muestra ya que se concentra una mayor densidad de nanofibras en determinadas zonas de la placa.



En el caso específico de la figura 4.3.4d se aprecia con mayor detalle la morfología del nylon electrohilado, en dónde se aprecian distintas capas de nanofibras llegando inclusive a entrever el metal base. Este tipo de micrografía indica que la capa de nanofibras es heterogénea sin ningún tipo de orientación preferencial con distintos espesores obtenidos. Con este tipo de mapeo no se logra identificar la capa de sol-gel como en la zona 2.

Este tipo de resultados proporcionan información acerca de la morfología y distribución de las nanofibras de nylon electrohiladas sobre la aleación AA2024-T3.

Por otro lado, la figura 4.35 representa la zona 2 de la Fig. 4.30. En esta zona se muestra con mayor claridad como la capa de sol-gel se amolda a la superficie rugosa del sustrato, que cubre en su totalidad a la capa de polímero electrohilado. En las zonas más claras se distinguen los hilos por debajo del sol-gel que en términos de densidad fueron menores a los mostrados por la zona 1. La figura 4.35.b describe una sola línea de mecanizado, de derecha a izquierda de lo más oscuro a lo más claro.

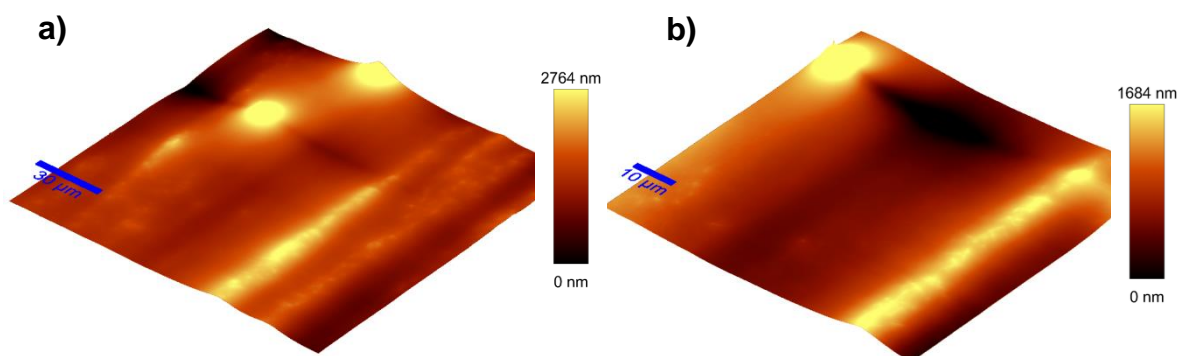


Figura 4.35. Topografías de AFM de la zona 2 a distintas áreas a) $22500 \mu\text{m}^2$, b) $6400 \mu\text{m}^2$.



4.4 ENSAYO DE ADHESIÓN (PULL-OFF)

Como prueba de adherencia, se usó la técnica de Pull-off estandarizada con la norma ASTM D4541 - 09e1 "Standard Test Method for Pull-Off Strength of Coatings Using Portable Adhesion Testers".. La figura 4.36 muestra el equipo utilizado y su montaje.

En la tabla 4.6 se muestran los resultados obtenidos de cuatro placas ensayadas (figura 4.37). El área real del pistón que se pega a la placa es de 308 mm²; sin embargo, ninguna prueba mostró un desprendimiento total, por lo que en la última columna se muestra el área desprendida para cada una de las placas.

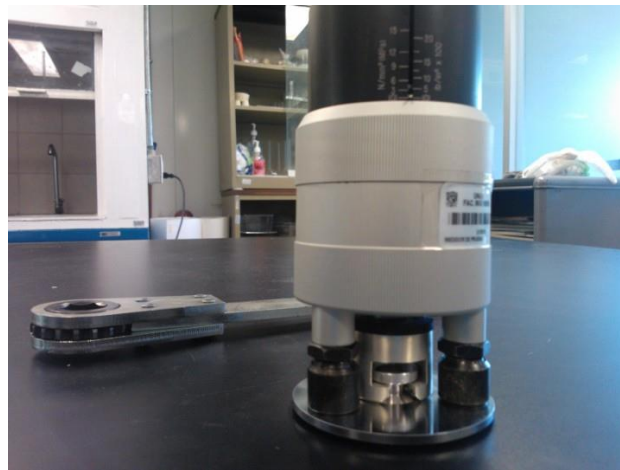


Figura 4.36. Montaje para la prueba de Pull-off

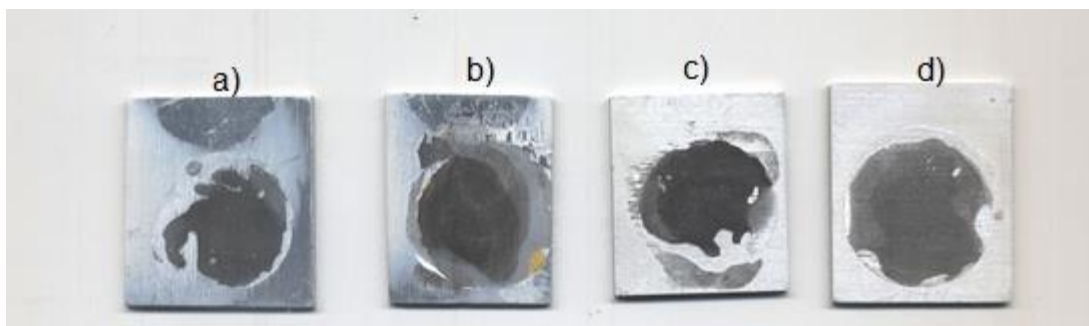


Figura 4.37. Cuatro placas después de la prueba de Pull-off



Tabla 4.6. Resultado de la prueba de Pull-off

Placa	N/mm² (MPa)	Área desprendida (mm²)	% Area desprendida	Esfuerzo corregido MPa
a	2.8	176	57.14	4.9
b	2.8	282	91.55	3.06
c	1.8	246	79.87	2.25
d	2.8	282	91.55	3.06
Promedio	2.55	246.5	80.02 %	3.31

En la tabla anterior se puede apreciar que hay cierto grado de reproducibilidad tanto en los valores de esfuerzo de adhesión así como en los últimos tres ensayos en el porcentaje de área desprendida. El esfuerzo corregido corresponde a los valores reales del área desprendida por el sistema de recubrimiento.

Comparando estos valores con los reportados en otras investigaciones del mismo grupo de investigación, se evidencia un aumento en el esfuerzo de desprendimiento de valores promedio de 2.0 MPa a valores de 3.31 MPa, es decir, un aumento del 60.4 %.



5. CONCLUSIONES

- ❖ La incorporación de un aminosilano en conjunto con nylon 6,6 electrohilado en el recubrimiento sol-gel sobre la aleación AA2024-T3, contribuyó a que las propiedades protectoras del sistema fueran más duraderas en medio salino, debido al aumento en las propiedades de adhesión del sol-gel.
- ❖ El aminosilano a bajas concentraciones hidrolizado con poca cantidad de agua ácida es más eficiente como agente de adherencia.
- ❖ La selección de un aminosilano u otro depende de la resistencia dieléctrica que le confiere al nylon 6,6 electrohilado.
- ❖ La aplicación de múltiples inmersiones de aminosilano aumenta la capacidad de anclaje, tanto de la parte inorgánica (sustrato) como la parte orgánica (nylon 6,6 electrohilado), obteniendo con ello una mejora en la protección al sustrato metálico.
- ❖ A partir de la técnica de electrohilado se lograron obtener nanofibras de nylon 6,6, de diámetro nanométrico que benefició al sistema sol-gel, ya que se evidenció mediante microscopía de fuerza atómica, que se genera una red que cubre toda la superficie metálica, proporcionando mayor efecto barrera al recubrimiento sol-gel en medio salino desde el inicio del ensayo.



BIBLIOGRAFÍA

1. <http://www.wvculture.org/history/wvhs1504.html>
2. <http://www.nace.org/uploadedFiles/Publications/ccsupp.pdf>
3. <http://datos.bancomundial.org/pais/estados-unidos>
4. J. Davis. Corrosion, Understanding de basics. 1^a edición, ASM International, Ohio, 2000.
5. http://www.aim.es/publicaciones/bol2/16_Aluminio.pdf
6. N. Sukiman, X. Zhou, N. Birblis, A. Hughes, J. Mol, S. Garcia, G. Thompson. Durability and Corrosion of Aluminium and Its Alloys: Overview, Property Space, Techniques and Developments. New Trends in Fabrication and Applications. InTech, 47-97, 2012.
7. H. Chen, J. Wang, Q. Huo. Self-assembled monolayer of 3-aminopropyltrimethoxysilane for improved adhesion between aluminum alloy substrate and polyurethane coating. Thin Solid Films 515, 7181–7189, 2007.
8. <http://viejositio.inpralatina.com/201205302403/articulos/proteccion-de-superficies-y-control-de-corrosion/silanos-para-proteccion-de-metales.html>
9. A guide to silanes solutions. Dow Corning. Revista en línea. 2009. <https://www.xiameter.com/en/ExploreSilicones/Documents/Silane%20Chemistry-2a-95-719-01-F2.pdf>
10. B. Arkles. Silane coupling agents: Connecting across boundaries. Gelest, Inc. Revista en línea. 2006. <http://www.gelest.com/goods/pdf/couplingagents.pdf>
11. L. M. Duque, L. Rodríguez, M. López. Electrospinning: La era de las nanofibras. Revista Iberoamericana de polímeros, vol. 14, 10-27, 2013.
12. Z. Huang, Y. Zhang, M. Kotaki, S. Ramakrishna. A review on polymer nanofibers by electrospinning and their applications in nanocomposites. Composites Science and Technology, vol. 63, 2223-2253, 2003.
13. C. Menchaca, I. Castañeda, A. Soto-Quintero, R. Guardián, R. Cruz, M. A. García-Sánchez, J. Uruchurtu. Characterization of a “Smart” Hybrid Varnish



Electrospun Benzotriazole Copper Corrosion Protection Coating. International Journal of Corrosion, 2012.

14. A. Frenot, I. Chronakis. Polymer nanofibers assembled by electrospinning. Current Opinion in Colloid and Interface Science, vol. 8, 65-75, 2003.
15. C. J. Brinker, G. Scherer. Sol-gel science. The physics and chemistry of sol-gel processing. 1^a edición, San Diego CA, Academic Press Inc., 1990.
16. D. Wang, G. Bierwagen. Sol-gel coatings on metals for corrosion protection. Progress in Organic Coatings, vol. 64, 327-338, 2006.
17. M. A. Ramírez, R. Huirache, G. Espinosa, G. Hernández. Estado del arte del proceso sol-gel. Espacio del divulgador UAEM, vol. 17, 183-188, 2009.
18. <http://www.nadetech.com/index.php/es/tecnologias>
19. M. Pérez. Películas orgánicas delgadas preparadas mediante diversos métodos: propiedades ópticas, morfológicas y eléctricas. Tesis doctoral, UDC, 2005, 331 pp.
20. J. Mendoza, R. Durán, J. Genescá. Espectroscopía de impedancia electroquímica en corrosión. Manual EIS IMP UNAM, 2014, 33 pp.
21. J. Vargas. Fabricación y caracterización del Acero Inoxidable 430 como estándar en las pruebas de polarización de acuerdo a la norma ASTM G5. Tesis (Maestría en ciencias), IPN, 2010, 75 pp.
22. S. J. García. Desarrollo de una técnica electroquímica para la evaluación acelerada de la protección anticorrosiva de recubrimientos orgánicos. Tesis doctoral, UPV, Valencia, 2006, 316 pp.
23. R. Medina. Caracterización mecánica y electroquímica de acero inox 316 tratado mediante implantación iónica. Tesis (Ingeniería Mecánica), UNAM, 2013, 77 pp.
24. http://www.mty.itesm.mx/dia/deptos/im/m00-862/Lecturas/SEM_ICP.pdf
25. M. C. Reséndiz, J. Castrellón. Microscopio de Fuerza Atómica. Encuentro de Investigación en IE, Zacatecas, 2005.
26. C. G. Ramos. Preparación de nanocompuestos de grafeno y su incorporación a recubrimientos híbridos sol-gel. Tesis (Química), UNAM, 2013, 115 pp.



27.C. Zamora. Evaluación de distintas técnicas de deposición de recubrimientos sol-gel en aleaciones de aluminio. Tesis (Ingeniería Mecánica), UNAM, 2014.



ANEXO

A.1 DIAGRAMAS DE EIS

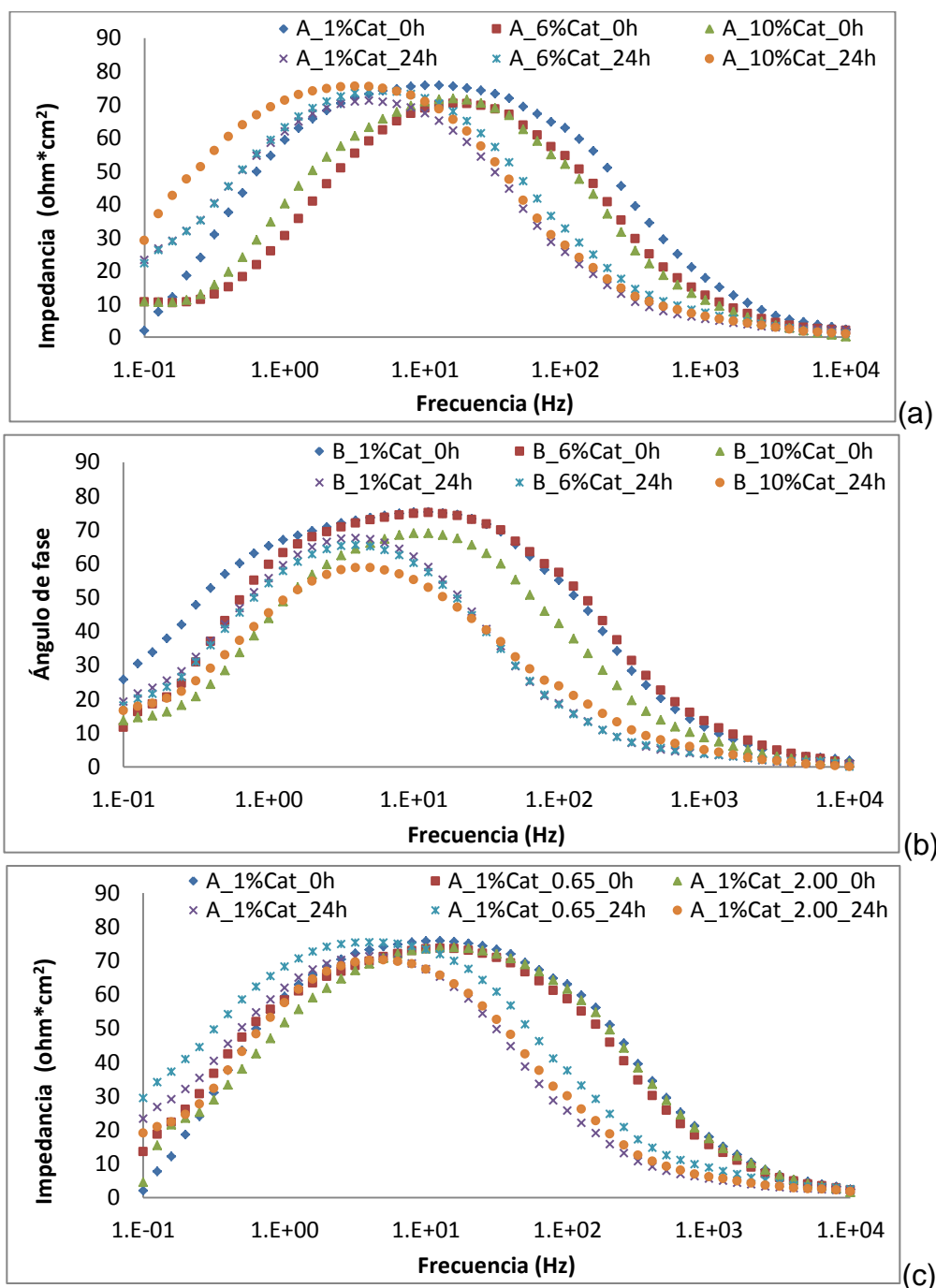


Figura A.1. Diagramas de ángulo de fase 0h y 24h. a) 1%, 6% y 10% de Aminosilano A catalizado con 1.15mL de agua ácida. b) 1%, 6% y 10% de Aminosilano B catalizado con 1.15mL de agua ácida. c) 1% de aminosilano A catalizado con 1.15mL, 0.65mL y 2mL de agua ácida.

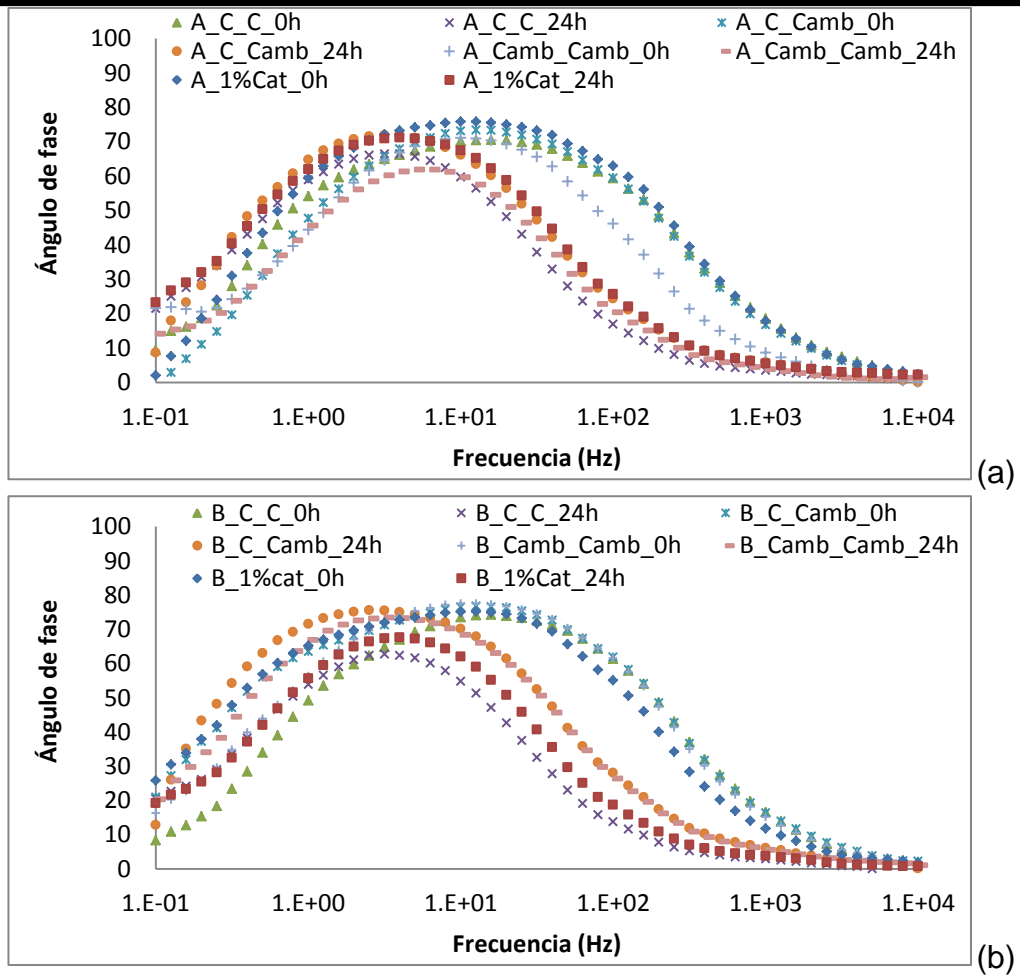
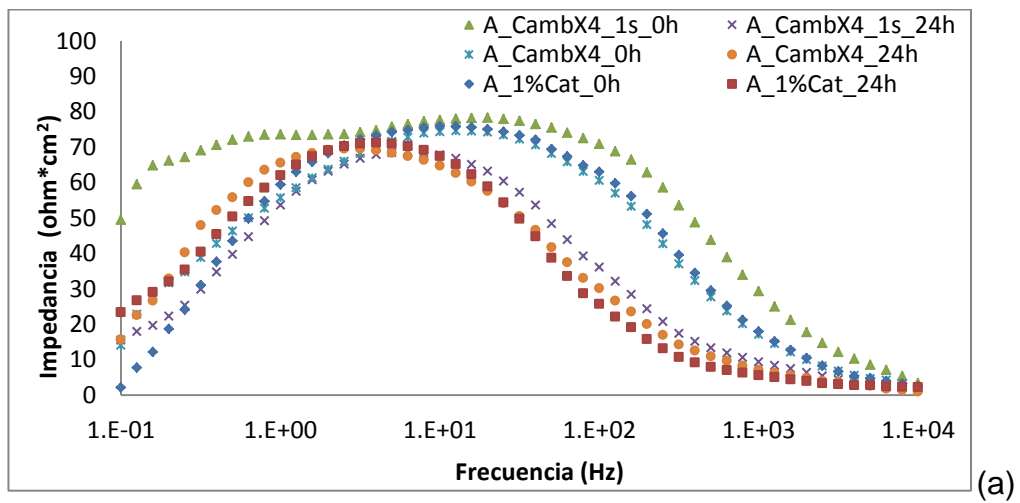


Figura A.2. Diagramas de ángulo de fase para dos inmersiones de aminosilano a 0h y 24h, variando el curado para a) Aminosilano A y b) Aminosilano B.



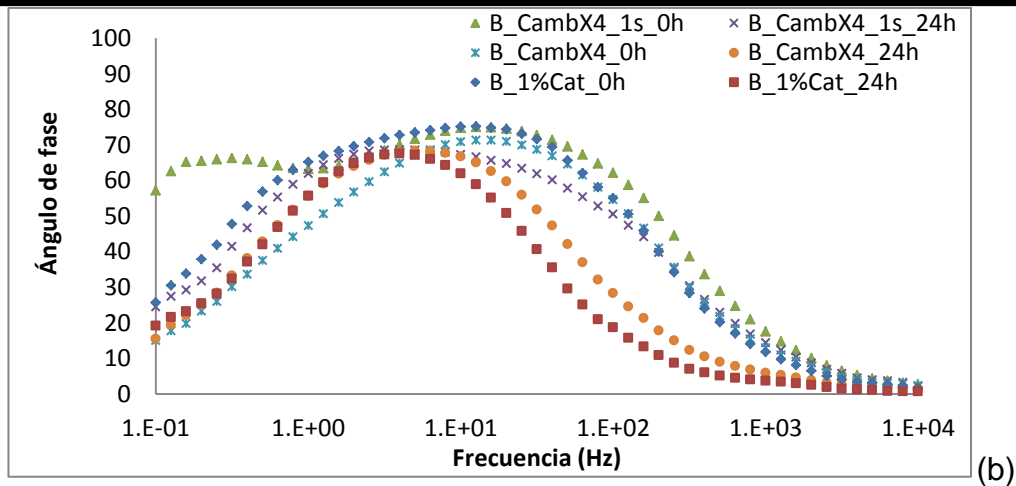
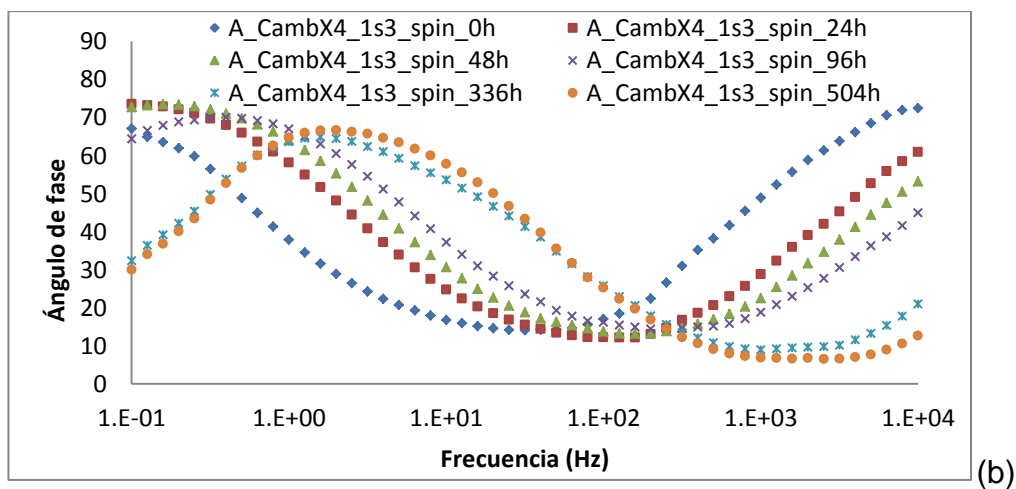
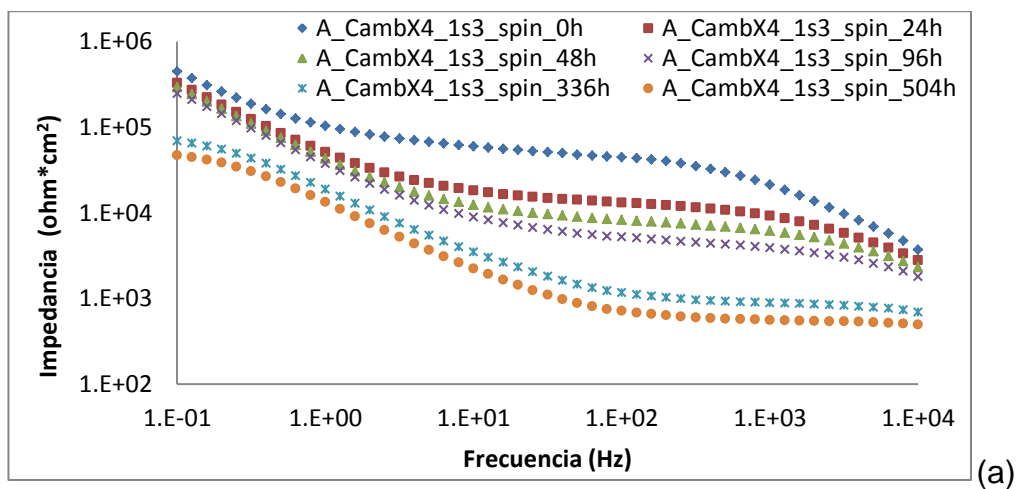


Figura A.3. Diagramas de ángulo de fase comparativos entre 4 capas y monocapa de aminosilano a) A y b) B



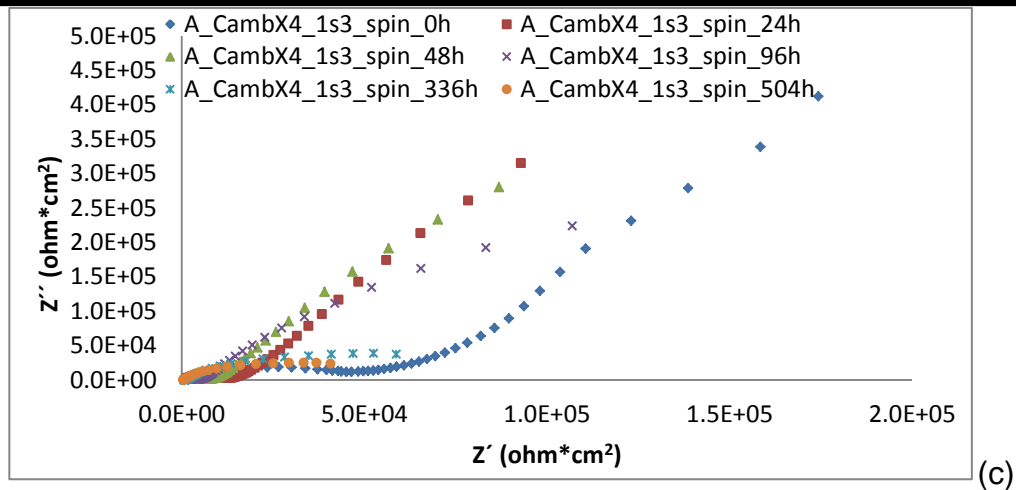


Figura A.4. Diagramas de a) módulo de impedancia, b) ángulo de fase y c) Nyquist de la placa A_CambX4_1s3_spin a distintas horas de exposición en NaCl 0.1M.

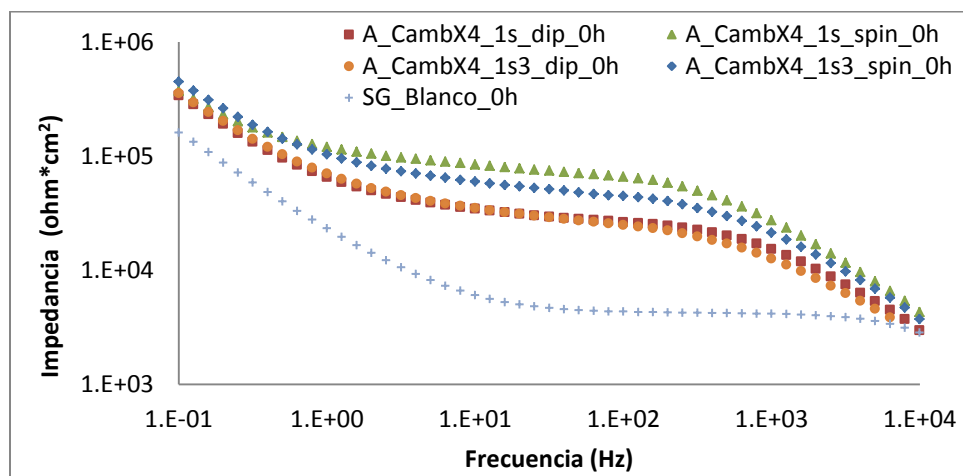
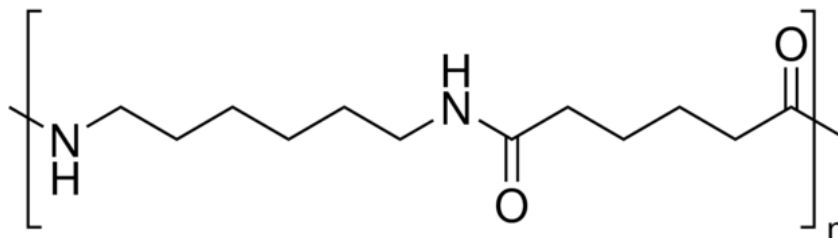


Figura A.5. Diagrama de curvas de módulo de impedancia para reproducibilidad para los dos métodos de aplicación dip-coating y spin-coating a 0h. La clave SG_Blanco se refiere a únicamente sol-gel depositado por dip-coating sobre el sustrato metálico.



A.2 CARACTERÍSTICAS DE LOS REACTIVOS

NYLON 6,6



Aspecto: Gránulos blancos

Peso molecular: 262.35 g/mol

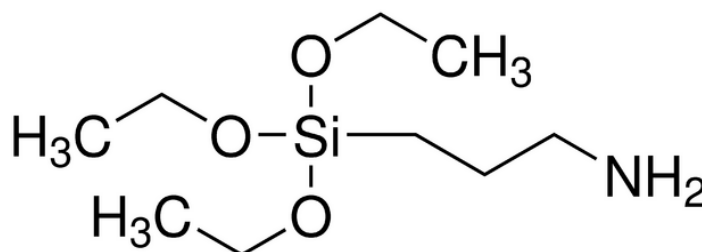
Fórmula química: C₁₂H₂₆N₂O₄

Punto de fusión: 250-260 °C

Indicaciones de peligro: No es una sustancia peligrosa.

Estabilidad y Reactividad: Estable bajo condiciones de almacenamiento normales. Agentes oxidantes fuertes y bases fuertes son materiales incompatibles.

3-AMINOPROPILTRIETOXISILANO



Sinónimos: APTES, Z-6011

Aspecto: Líquido incoloro

Peso molecular: 221.37 g/mol

Fórmula química: C₉H₂₃NO₃Si

Punto de ebullición: 217 °C

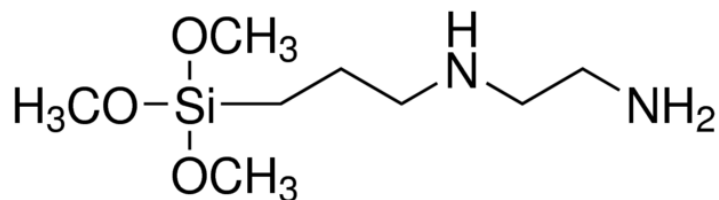
Presión de vapor: 10 mmHg a 100 °C



Indicaciones de peligro: Líquido combustible. Nocivo en caso de ingestión. Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves. Puede provocar una reacción alérgica en la piel.

Estabilidad y Reactividad: Puede descomponerse al exponerse al aire húmedo. Agentes oxidantes fuertes son materiales incompatibles.

[3-(2-AMINOETILAMINO)PROPIL]TRIMETOXISILANO



Sinónimos: Z-6020

Aspecto: Líquido amarillo claro

Peso molecular: 222.36 g/mol

Fórmula química: C₈H₂₂N₂O₃Si

Punto de ebullición: 146 °C

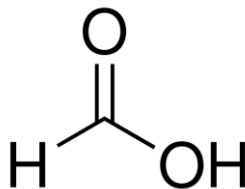
Presión de vapor: 5 mmHg a 25 °C

Indicaciones de peligro: Líquido combustible. Provoca irritación cutánea. Provoca lesiones oculares graves. Puede provocar una reacción alérgica en la piel.

Estabilidad y Reactividad: El agua y los ácidos reaccionan con este producto liberando metanol. El calor de la reacción puede inflamar los vapores del alcohol. Agentes oxidantes y ácidos son compuestos incompatibles. Se debe evitar calor, llamas y chispas.



ÁCIDO FÓRMICO



Aspecto: Líquido incoloro

Peso molecular: 46.03 g/mol

Fórmula química: CH₂O₂

Solubilidad en agua: Totalmente miscible

Punto de ebullición: 100 - 101 °C

Punto de fusión: 8.2 – 8.4 °C

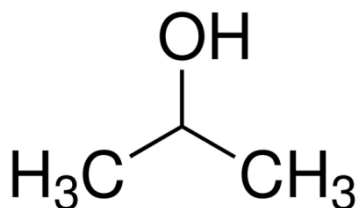
Presión de vapor: 31.5 mmHg a 20 °C

pH: 2.2 a 20 °C

Indicaciones de peligro: Líquidos y vapores inflamables. Nocivo en caso de ingestión. Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves. Tóxico en caso de inhalación. Nocivo para los organismos acuáticos

Estabilidad y Reactividad. Se recomienda refrigeración. Agentes oxidantes fuertes, bases fuertes y metales en polvo materiales incompatibles.

2-PROPANOL



Sinónimos: Isopropanol, isopropil alcohol

Aspecto: Líquido incoloro

Peso molecular: 60.10 g/mol



Fórmula química: C₃H₈O

Solubilidad en agua: Totalmente soluble

Punto de ebullición: 82 °C

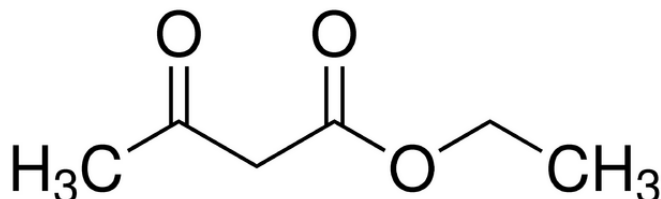
Punto de fusión: -89.5 °C

Presión de vapor: 32.4 mmHg a 20 °C

Indicaciones de peligro: Líquido y vapores muy inflamables. Provoca irritación ocular grave. Puede provocar somnolencia o vértigo

Estabilidad y Reactividad: Los vapores pueden formar una mezcla explosiva con el aire. Se deben evitar temperaturas extremas y luz directa del sol. Oxidantes, anhídridos de ácidos, aluminio, compuestos halogenados y ácidos son materiales incompatibles.

ETILACETOACETATO



Sinónimos: Acetoacetato de etilo

Aspecto: Líquido

Peso molecular: 130.14g/mol

Fórmula química: C₆H₁₀O₃

Solubilidad en agua: 130g/L a 20°C

Punto de ebullición: 181°C

Punto de fusión: -43°C

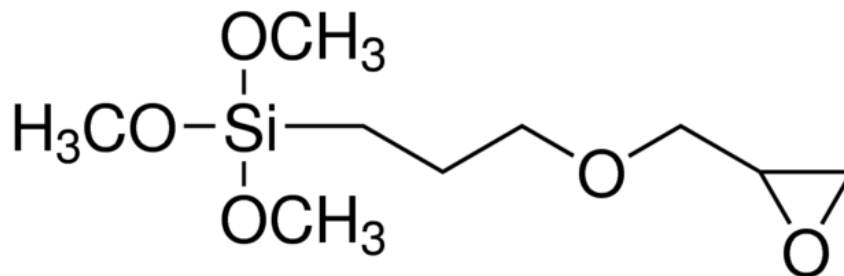
Presión de vapor: 0.20mmHg a 20°C

Indicaciones de peligro: Líquido combustible

Estabilidad y Reactividad: Ácidos, bases, oxidantes y agentes reductores materiales incompatibles.



3-GLICIDOXIPROPILTRIMETOXISILANO



Aspecto: Líquido incoloro

Peso molecular: 236.42 g/mol

Fórmula química: C₉H₂₀O₄Si

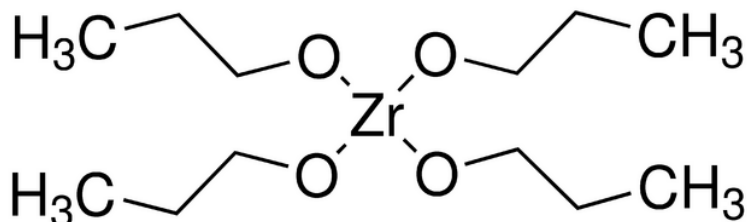
Punto de ebullición: 120 °C

Densidad relativa: 1.07 g/mL a 25 °C

Indicaciones de peligro: Provoca lesiones oculares graves. Nocivo para los organismos acuáticos, con efectos nocivos duraderos

Estabilidad y Reactividad: Incompatible con oxidantes.

PROPÓXIDO DE ZIRCONIO(IV)



Sinónimos: Tetrapropil zirconato

Aspecto: Líquido amarillo claro

Peso molecular: 130.14 g/mol

Fórmula química: C₁₂H₂₈O₄Zr

Punto de ebullición: 208 °C

Densidad relativa: 1.044 g/mL



Indicaciones de peligro: Líquidos y vapores inflamables. Provoca lesiones oculares graves. Puede provocar somnolencia o vértigo

Estabilidad y Reactividad: Los vapores pueden formar una mezcla explosiva con el aire. Agentes oxidantes materiales incompatibles.



A.3 DEFINICIONES DE INTERÉS

Curado: Proceso en el que un recubrimiento pasa de estado líquido a sólido. Se evaporan los solventes y ocurren reacciones químicas de diferente complejidad con elementos del medio ambiente o con agentes que se incorporan.

Desbaste: Eliminación de las partes más ásperas de un material que se va a trabajar.

Dúctil: Material que puede deformarse, moldearse o extenderse con facilidad.

Envejecimiento: En un proceso sol-gel se divide en tres partes. 1-Continuación de la polimerización de los grupos hidroxilo que no habían reaccionado, aumentando la conectividad de la red. 2-Encogimiento espontáneo e irreversible de la red gelificada. 3-Disolución y reprecipitación donde se fortalece el gel, y depende de factores tales como la solubilidad, la temperatura, el pH, la concentración y el tipo de disolvente.

Módulo de elasticidad o módulo de Young: Es el resultado de dividir la tensión entre la deformación unitaria, dentro la región elástica de un diagrama esfuerzo-deformación.

Oligómero: Número finito de monómeros (dímero, pentámero etc.), en contraste con un polímero que consiste en un número ilimitado de monómeros.

Resistencia mecánica: Capacidad de los cuerpos para soportar las fuerzas aplicadas sin romperse.

Secado: Evaporación de solventes.

Sol-gel: Proceso en el cual se producen materiales sólidos a partir de precursores como alcóxidos metálicos, por medio de una polimerización por policondensación.

Tenacidad: Energía total que absorbe un material antes de alcanzar la rotura. Resistencia que opone un material a ser roto, molido, doblado o desgarrado.