



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

**“Evaluación y comparación electroquímica entre sistemas de
pintado comercial con pintado de recubrimiento sol-gel en
aluminio”**

T E S I S

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE
INGENIERO QUÍMICO**

PRESENTA

EDUARDO ANTONIO GARCÍA

MÉXICO, D.F.

AÑO 2015





Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

JURADO ASIGNADO:

PRESIDENTE: **Profesor: MARTHA AGUILAR MARTÍNEZ**

VOCAL: **Profesor: FRANCISCO JAVIER GARFIAS VÁSQUEZ**

SECRETARIO: **Profesor: MIGUEL ÁNGEL HERNÁNDEZ GALLEGOS**

1er. SUPLENTE: **Profesor: PEDRO ROQUERO TEJEDA**

2° SUPLENTE: **Profesor: VIANEY TORRES MENDOZA**

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

LABORATORIO PML4, EDIFICIO U, ESTUDIOS DE POSGRADO DE INGENIERÍA. “DR. BERNARDO QUINTANA ARRIOLA”. CU, DF.

ASESOR DEL TEMA:

DR. MIGUEL ÁNGEL HERNÁNDEZ GALLEGOS _____

SUPERVISOR TÉCNICO:

MTRA. VIANEY TORRES MENDOZA _____

SUSTENTANTE:

EDUARDO ANTONIO GARCÍA _____



ÍNDICE

ÍNDICE	II
SIMBOLOGÍA	IV
ABREVIACIONES	V
INTRODUCCIÓN.....	1
OBJETIVO.....	3
OBJETIVOS PARTICULARES	3
HIPÓTESIS	3
CAPÍTULO 1: ANTECEDENTES	4
CAPÍTULO 2: MARCO TEÓRICO.....	8
2.1 HISTORIA DEL ALUMINIO.....	8
2.2 CORROSIÓN ELECTROQUÍMICA.....	9
2.3 MEDIDAS PARA PREVENIR LA CORROSIÓN	12
2.4 PREPARACIÓN DE SUPERFICIES	14
2.5 RECUBRIMIENTOS	17
2.6 RECUBRIMIENTOS COMERCIALES.....	17
2.7 RECUBRIMIENTOS HIBRIDOS: TÉCNICA DEL SOL-GEL.....	21
2.8 SPIN – COATING.....	24
2.8.1 DESCRIPCIÓN DEL PROCESO SPIN - COATING.....	25
2.9 TÉCNICAS ELECTROQUÍMICAS	26
2.9.1 ESPECTROSCOPIA DE IMPENDANCIA ELECTROQUÍMICA	26
2.10 PRUEBAS DE ADHERENCIA (PULL - OFF).....	32
2.11 CÁMARA DE NIEBLA SALINA	33
CAPÍTULO 3: PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....	35
3.1 CARACTERÍSTICAS DEL SUSTRATO, ACABADO SUPERFICIAL.....	35
3.2 PREPARACIÓN DEL RECUBRIMIENTO SOL-GEL.....	36
3.3 MEDIDA DE ESPESORES PROMEDIO.....	41
3.4 PRUEBAS ELECTROQUÍMICAS DE CORROSIÓN (IMPEDANCIA)	43
3.5 OBSERVACIÓN DE PRUEBAS BAJO MICROSCOPIO ÓPTICO	45
3.6 PRUEBAS DE ADHERENCIA	45
3.7 PRUEBAS DE CÁMARA DE NIEBLA SALINA	46

CAPÍTULO 4: ANÁLISIS DE RESULTADOS	48
4.1 RESULTADOS POR PRUEBAS DE IMPEDANCIA	48
4.1.1 EVALUACIÓN DE SISTEMAS CON UNA CAPA DE RECUBRIMIENTO ...	49
4.1.2 EVALUACIÓN DE SISTEMAS CON UNA CAPA DE RECUBRIMIENTO Y CINCO CAPAS DE PINTURA.....	54
4.1.3 ANÁLISIS DE LOS SISTEMAS DE ACUERDO AL TIPO DE TRATAMIENTO SUPERFICIAL	59
4.2 OBSERVACIÓN DE PRUEBAS ELECTROQUÍMICAS BAJO MICROSCOPIO .	65
4.3 RESULTADOS DE PRUEBAS DE ADHERENCIA.....	71
4.4 RESULTADOS DE PRUEBAS DE CÁMARA SALINA	74
CAPITULO 5: CONCLUSIONES.....	85
BIBLIOGRAFÍA.....	86
ANEXO I: TRATAMIENTO DE PRUEBAS DE ADHERENCIA PARA EL CÁLCULO DEL ÁREA DESPRENDIDA.	89
ANEXO II: INFORMACIÓN DEL RECUBRIMIENTO COMERCIAL, FICHA TÉCNICA.....	94
ANEXO III: ACEPTACIÓN DE TRABAJO EN EL CONGRESO DE LA SOCIEDAD MEXICANA DE ELECTROQUÍMICA	98

SIMBOLOGÍA

Símbolo	Significado
C	Capacitancia
CA	Corriente Alterna
CD	Corriente Directa
C_{dl}	Capacitancia de doble capa
E	Potencial
F	Frecuencia
I	Corriente eléctrica
I_c	Corriente de Corrosión
M_M	Metal
N	Grado de oxidación del metal
ϑ	Ángulo de Fase
R	Grupo Alquilo o metilo (en ecuaciones químicas)
R	Resistencia
R_{CT}	Resistencia de transferencia de carga
R_{sol}	Resistencia eléctrica del electrolito o solución
V	Rapidez de corrosión
Z	Módulo de impedancia
Z'	Componente Real de Impedancia
Z''	Componente Imaginaria de Impedancia
e_M⁻	Electrón en el metal
ω	Frecuencia angular

ABREVIACIONES

Abreviatura	Significado
Ac	Solución acuosa
ASCII	Código estándar estadounidense para el intercambio de información (<i>American Standard Code for Information Interchange</i>)
BWG	Calibre de lámina metálica (<i>Birmingham Wire Gauge</i>)
Ec	Ecuación
EIS	Espectroscopia de Impedancia electroquímica (<i>Electrochemical Impedance Spectroscopy</i>)
In	Pulgada
Mm	Milímetro
NACE	Asociación Nacional de Ingenieros en Corrosión (<i>National Association of Corrosion Engineers</i>)
Ox	Oxidante
Red	Reductor
Rpm	Revoluciones por minuto
SSPC	Consejo de pintado de estructuras metálicas (<i>Steel Structures Painting Council</i>)
SP	Preparación superficial (<i>Surface preparation</i>)

INTRODUCCIÓN

El término corrosión se define como la degradación o desgaste de un material, metálico frecuentemente, por efecto de una reacción química o electroquímica, ocurrida principalmente en el medio ambiente donde se expone. Este proceso ocurre normalmente y de forma natural, por lo que presenta una tendencia a buscar siempre un estado energético más bajo, lo que da lugar a la formación de óxidos, sulfuros, cloruros, sulfatos o carbonatos.

Tal y cómo se ha descrito, el proceso de corrosión es muy destructivo en muchos casos. Sin embargo, la oxidación forma una capa aislante de óxido protector que impide al metal en cuestión continúe oxidándose. Tal es el caso del aluminio, que es un material con el cual se fabrican miles de latas para bebidas gaseosas, y que en el ambiente sufre una corrosión química muy lenta debido a su capa protectora de óxido (Al_2O_3). Esta capa es impermeable al O_2 y al H_2O , por lo que protege al aluminio de una oxidación ulterior, al fenómeno de la formación de esta capa protectora se le conoce como pasivación.

Debido a lo ligero que es y a su elevada proporción resistencia-peso el aluminio ha sido utilizado ampliamente en diferentes industrias y su aplicación va desde la fabricación de tubos, recipientes y aparatos, hasta la construcción de aviones, vagones ferroviarios y automóviles, y para otras aplicaciones en las que es importante la movilidad y la conservación de la energía. Además, por su elevada conductividad térmica, el aluminio se emplea en utensilios de cocina y en pistones de motores de combustión interna.

Sin embargo, el aluminio tiende ser atacado localmente en medios que contienen cloruros, en particular en resquicios y en áreas de estancamiento, en las que desaparece la pasividad por la formación de celdas electroquímicas.

En este trabajo se compara primero el proceso de corrosión en el aluminio con la incorporación de recubrimientos comerciales y luego con la deposición de recubrimientos delgados híbridos obtenidos con la técnica sol-gel.

Estos recubrimientos puedan llegar a ser usados en la industria y a su vez llegar a resultar benéficos, sobre todo en aquellas, donde ocupen aluminio como principal material en la construcción de equipos y que se encuentren en zonas donde la corrosión sea un problema evidente.

Para tal motivo, se cortaron placas de aluminio de calibre 16', las cuales fueron sometidas a diversos tratamientos superficiales que tuvieron la finalidad de preparar la superficie del material para la deposición posterior de una capa del recubrimiento sol-gel.

Se seleccionaron diversos sistemas a los que se les depositó el recubrimiento sol-gel usando la técnica de Spin-coating, en otros, se les depositó una capa de un recubrimiento comercial, depositado mediante aire a presión (compresora), tal y como lo hacen habitualmente en las industrias automotrices.

Los sistemas de recubrimientos generados (sol-gel + pintura comercial y primario comercial + pintura comercial) fueron evaluados primero con mono-capa en pruebas electroquímicas y de medición de espesores, para después hacer la misma evaluación con la deposición de varias capas de pintura comercial. Adicionalmente, los sistemas recubiertos se evaluaron mediante pruebas de adherencia y de cámara de niebla salina.

Como se podrá constatar en el capítulo 4, los resultados obtenidos favorecen en gran medida, al recubrimiento comercial en las diferentes pruebas. De acuerdo al distinto tipo de tratamiento superficial que se efectuó sobre las pruebas, mostraron que tanto el recubrimiento sol-gel como el primario comercial + pintura comercial, parecen soportar mejor los daños causados por corrosión en tratamiento de acabado de llegada que en los tratamientos superficiales que implicaban un desgaste de la capa externa del sustrato. Adicionalmente, con base a los resultados obtenidos, se demuestra que la incorporación de un primario mediante la ruta sol-gel presenta resistencias a corroerse igual o mejores que el primario comercial utilizado en la industria automotriz, cuando se le aplica un recubrimiento comercial.

OBJETIVO

Caracterizar el desempeño electroquímico del primario híbrido sol-gel pintado con recubrimiento comercial depositado en aluminio AA2024-T3 en medio salino. Lo anterior tiene la finalidad de comparar el grado de protección conferido entre el sistema *sol-gel más pintura comercial* y el sistema *primario comercial más pintura comercial*, lo que permitirá establecer ventajas competitivas en el uso del primario sol-gel.

OBJETIVOS PARTICULARES

- A. Demostrar que la resistencia a la corrosión de un recubrimiento comercial pintado sobre un primario delgado obtenido mediante la ruta sol-gel protege igual o mejor que un primario y pintura comercial.
- B. Comparar los diversos sistemas de recubrimiento mostrando ventajas y desventajas electroquímicas y mecánicas (ensayo de adhesión).
- C. Evaluar el desempeño electroquímico de los sistemas de recubrimiento expuestos a una cámara de niebla salina

HIPÓTESIS

Al depositar un recubrimiento comercial sobre el primario delgado sol-gel, la resistencia a la corrosión del aluminio será igual o mejor a la del primario con pintura comercial debido a la baja porosidad y a la alta fuerza de enlace del sol-gel.

CAPÍTULO 1: ANTECEDENTES

Los metales, rara vez se encuentran en su estado elemental más puro, estos más bien se encuentran en combinación con uno o más elementos no metálicos. Estas combinaciones son conocidas comúnmente como minerales. Los minerales de hierro, cobre y zinc, son los más comunes en la corteza terrestre. Para poder transformar un mineral a un metal, es necesaria la aplicación de energía, que puede ser inducida por medios metalúrgicos o químicos y se consigue gracias a los procesos denominados fundición y refinación. La corrosión, no es otra cosa que la tendencia que presentan los metales a regresar a su estado natural, de menor energía mineral. [1]

El término corrosión se define como la degradación o desgaste de un material metálico normalmente, por efecto de una reacción química o electroquímica, ocurrida principalmente en el medio ambiente donde se expone. Este proceso ocurre normalmente y de forma natural, por lo que presenta una tendencia a buscar siempre un estado energético más bajo, lo que da lugar a la formación de óxidos, sulfuros, cloruros, sulfatos o carbonatos.

Los efectos de la corrosión en nuestra vida cotidiana suceden de manera directa e indirecta, la corrosión afecta la vida útil de nuestras posesiones de manera directa,



Fotografía 1.1 Ejemplo de efecto de corrosión, encontrada en el motor Lycoming IO-540 [29]

y de forma indirecta en que los productores y proveedores de bienes y servicios, los cuales se ven obligados a incurrir en costos por la corrosión que se trasladan a los consumidores.

En casa la corrosión se reconoce con mucha facilidad en los automóviles, las parrillas al carbón, muebles de jardín y

herramientas metálicas. [2]

Lo más peligroso de todo, es la corrosión que se produce en grandes plantas industriales,

tales como plantas de energía eléctrica o de procesamiento químico. Pueden ocurrir (y de hecho ocurren) cierres de plantas como resultado de la corrosión. Algunas de las consecuencias de carácter económico son:

- Reemplazo del equipo corroído
- Sobre diseño para inhibir la corrosión
- Mantenimiento preventivo, por ejemplo pintura
- Apagado del equipo debido a un fallo por la corrosión
- Contaminación del producto
- Pérdida de eficiencia, tales como cuando los productos de sobre diseño y de corrosión decrecen las tasa de transferencia de calor en los intercambiadores de calor.
- La pérdida de producto valioso, por ejemplo de un recipiente que se ha corroído por dentro.
- Incapacidad para utilizar los materiales de otro modo

Consecuencias sociales:

- Seguridad, por ejemplo, fallo repentino pudiendo causar un incendio, una explosión, liberación de productos tóxicos y colapso o destrucción
- Salud, por ejemplo, la contaminación por escape de producto de equipos corroídos o debido a un producto de la corrosión en sí
- El agotamiento de recursos naturales, incluidos los metales y los combustibles que se utilice para su fabricación
- Aspecto, como material corroído que es ingrato a la vista.

Claro, todos los elementos sociales mencionados tienen aspectos económicos también.

Las pérdidas económicas por la corrosión de los metales son tan altas que alcanzan varios puntos porcentuales del Producto Interno Bruto (PIB), que en naciones de primer mundo, como Estados Unidos, Japón o Gran Bretaña, fluctúan entre el 3 y 4 por ciento. [3]

Aunque en nuestro país no hay cifras precisas, si se toman en cuenta las estimaciones internacionales y que el PIB de México en el 2012 fue de 9 mil 530 billones de dólares anuales (de acuerdo a datos del Fondo Monetario Internacional), se hablaría de una pérdida por corrosión entre 285 y 381 billones de dólares en ese año.

Para aclarar en dónde se tuvieron esos gastos, en el caso de Estados Unidos, de los 138 billones de dólares de pérdidas que se tuvieron en 1998, 21.5 % de ellos

fueron por daños en transporte (aviones, barcos, autos), 16.4 % en infraestructuras (vías ferroviarias, puertos, aeropuertos, ductos de gas) y 12.8 % de producción y manufactura (explosión y explotación de petróleo y gas, agricultura, procesamiento de animales, electrónica). [3]

Tal y cómo se ha descrito, el proceso de corrosión puede ser muy destructivo en muchos casos, sin embargo, la oxidación forma una capa aislante de óxido protector que impide al metal en cuestión pueda continuar oxidándose, tal es el caso del aluminio, que es un material que con el cual se fabrican miles de latas para bebidas gaseosas, y que en el medio ambiente sufre una corrosión química muy lenta debido a su capa protectora de óxido (Al_2O_3); esta capa es impermeable al O_2 y al H_2O , por lo que protege al aluminio de una oxidación ulterior, al fenómeno de la formación de esta capa protectora se conoce como pasivación.

Es por ello que el aluminio ha sido utilizado ampliamente en diferentes industrias y su aplicación va desde la fabricación de tubos, recipientes y aparatos, así también debido a lo ligero que es y a su elevada proporción resistencia-peso es muy útil en la construcción de aviones, vagones ferroviarios y automóviles, y para otras aplicaciones en las que es importante la movilidad y la conservación de la energía. Por su elevada conductividad térmica, el aluminio se emplea en utensilios de cocina y en pistones de motores de combustión interna.

Sin embargo, el aluminio tiende a atacarse localmente en medios que contienen cloruros, en particular en resquicios y en áreas de estancamiento, en las que desaparece la pasividad por la formación de pilas electroquímicas. En algunos casos, pequeñas cantidades de Cu^{2+} (proporciones de 0.1 ppm) o de Fe^{3+} en el agua, también son eficaces para alterar la pasividad, debido a la formación de pilas galvánicas entre el aluminio y el cobre o el hierro depositados (por reacciones de desplazamiento) que estimulan la disolución del aluminio en áreas locales.

La corrosión por picadura representa la forma más común de corrosión del aluminio, particularmente en soluciones que contiene cloruros (Figura 1.2). Ello ocurre bajo condiciones donde la capa pasiva no es completamente protectora. [4]

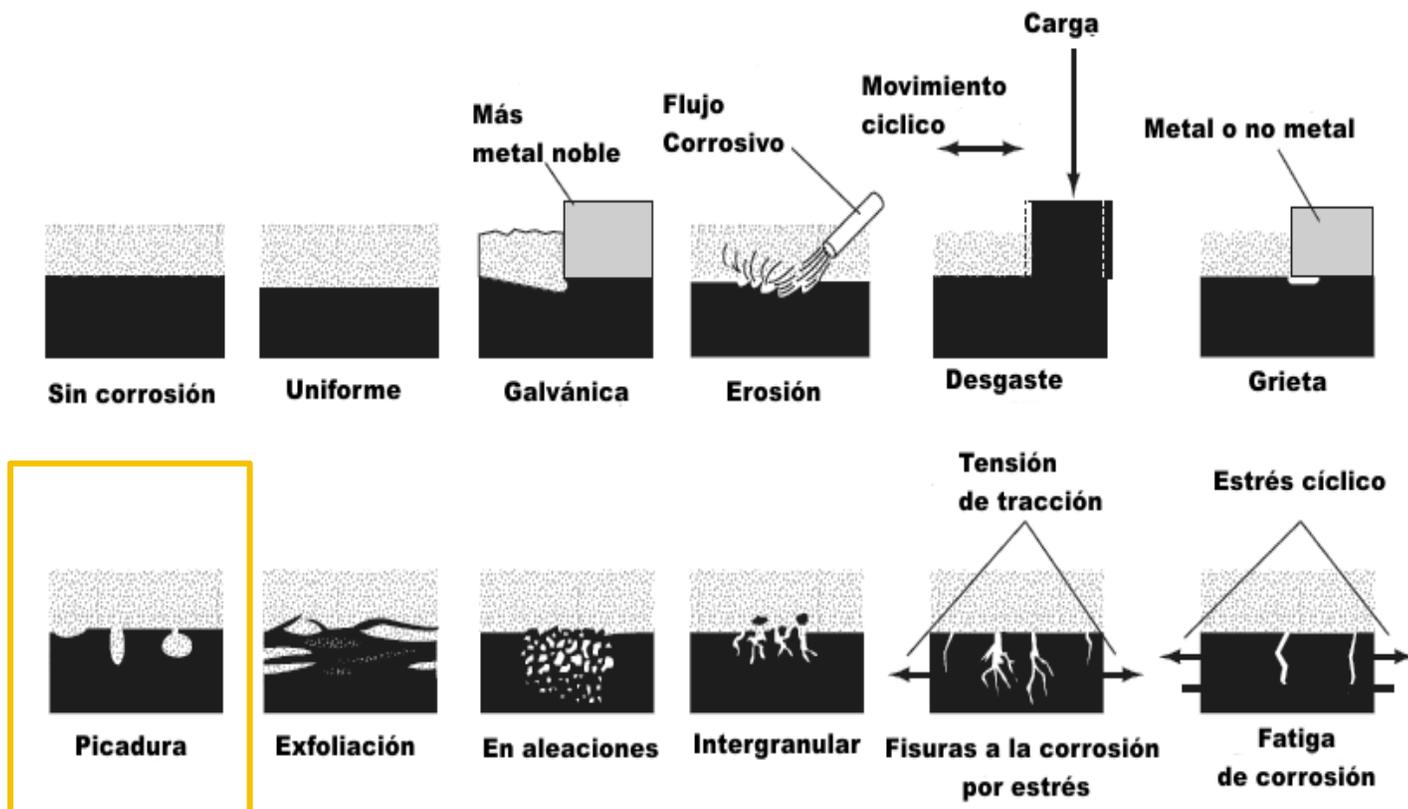


Figura 1.1 *Diferentes tipos de corrosión en el recuadro se observa la corrosión por picadura la más común en aluminio.*

Por las razones mostradas anteriormente, es necesario evitar la corrosión en el aluminio. Si se asocia a la importancia que tiene este metal en la industria y la vida diaria de las personas, así como su cada vez mayor, exposición a medios ácidos o salinos que pueden ocasionar la oxidación.

Por lo que, el objetivo de este trabajo experimental se enfoca en los recubrimientos protectores que se usan cotidianamente en las industrias tales como pinturas comerciales, comparándolas con un recubrimiento híbrido sol-gel, estos han ganado una gran aplicación en los últimos años en el estudio contra la corrosión de diferentes materiales, debido a su versatilidad y su buena adherencia al sustrato implicado.

CAPÍTULO 2: MARCO TEÓRICO

2.1 HISTORIA DEL ALUMINIO

El aluminio es un elemento químico de símbolo Al, se trata de un metal no ferromagnético. Este material posee una combinación de propiedades tales como su baja densidad y su alta resistencia a la corrosión que lo hacen muy útil en la ingeniería de materiales. [5]

Este metal es el más abundante en el suelo terrestre incluso más que el hierro. Sin embargo, se encuentra siempre combinado en forma de compuestos. Mientras que el hierro ha sido conocido y preparado a partir de sus menas desde los tiempos prehistóricos, el aluminio ni siquiera fue reconocido como metal hasta 1827 cuando se logró aislar una muestra pura por el científico Frederich Wöhler.

Fue así que hasta 1855, gracias al químico francés Henri Étienne Sainte-Claire Deville (1818-81), cuando se elaboró un método adecuado para preparar aluminio más o menos puro en cantidades moderadas. Pero incluso entonces siguió siendo mucho más caro que el acero, de modo que se utilizaba sólo para adornos tales como el sonajero del hijo de Napoleón III o la corona del monumento a Washinton.

En 1886, sin embargo, un joven estudiante americano de química Charles Martin Hall (1863 -1914), oyendo a su profesor decir que quien descubriese un medio barato para fabricar aluminio se haría rico y famoso, decidió emprender la tarea. Trabajando en su laboratorio de casa, descubrió que el óxido de aluminio criolita podía disolverse en un mineral fundido. Una vez que el óxido estaba en solución, la electrolisis producía el propio aluminio. En el mismo año, el metalúrgico francés Paul Loui-Toussain Héroult (1863-1914) ideó en esencia el mismo método para producir el metal. El método Hall-Héroult abarato el aluminio y lo puso al alcance de los usos más corrientes, como son las cacerolas de cocina. [6]

El máximo valor del aluminio reside en su ligereza (un tercio del peso del acero). Esta dualidad lo hace especialmente indicado para la industria de la aviación.

Para el presente proyecto se eligió aluminio como sustrato, debido a que es un material ligero, y que tiene diversas aplicaciones en la industria antes mencionadas.

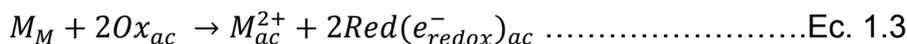
2.2 CORROSIÓN ELECTROQUÍMICA

Los materiales metálicos se corroen en una variedad de entornos gaseosos y acuosos; el proceso básico de corrosión en solución acuosa consiste en la disolución anódica de los metales y la reducción catódica de los óxidos presentes en la solución:



En la fórmula, M_M es un metal, M_{ac}^{2+} es el metal hidratado en solución acuosa, e_M^- es el electrón en el metal, Ox_{ac} es el oxidante, $Red(e_{redox}^-)_{ac}$, es el reductor y e_M^- es el electrón redox en el reductor.

La reacción global de corrosión se escribe como:



En estas reacciones tiene lugar un proceso de transferencia de carga, que ocurre a través de la interface entre el metal y la solución acuosa, por lo tanto, son dependientes del potencial de electrodo. En términos físicos el potencial de electrodo, representa el nivel de energía de los electrones. Para una corrosión metálica normal, en la práctica, el proceso catódico se lleva a cabo por la reducción de iones de hidrógeno y la reducción de las moléculas de oxígeno en solución acuosa. Estas dos reducciones catódicas son procesos de transferencia de electrones que se producen a través de la interfaz metal-disolución, mientras que la disolución del metal anódico es un proceso de transferencia de iones a través de la interfaz. [7]

Muchas reacciones de oxidación/reducción se pueden llevar a cabo en cualquiera de dos formas que son físicamente diferentes. En una, la reacción se desarrolla colocando el oxidante y el reductor en contacto directo en un recipiente indicado.

En la segunda, la reacción se lleva a cabo en una celda electroquímica en la cual los reactivos no se ponen en contacto directo uno con el otro.

Un aspecto característico de las reacciones de oxidación/reducción es que la transferencia de electrones con frecuencia se puede obtener en una celda electroquímica, en la cual el agente oxidante y el agente reductor están separados entre sí. La figura 2.1 muestra tal dispositivo. Puede verse que el puente salino aísla los reactivos pero mantiene el contacto eléctrico entre las dos medias celdas. Cuando un voltímetro de alta resistencia interna se conecta como se muestra (Figura 2.1), o los electrodos no están conectados externamente, se dice que la celda está en circuito abierto y entrega el potencial de celda total. El voltímetro mide la diferencia de potencial o voltaje, entre los dos electrodos en cualquier instante. Este voltaje es una medida de la tendencia de la reacción de la celda para avanzar hacia el equilibrio. [8]

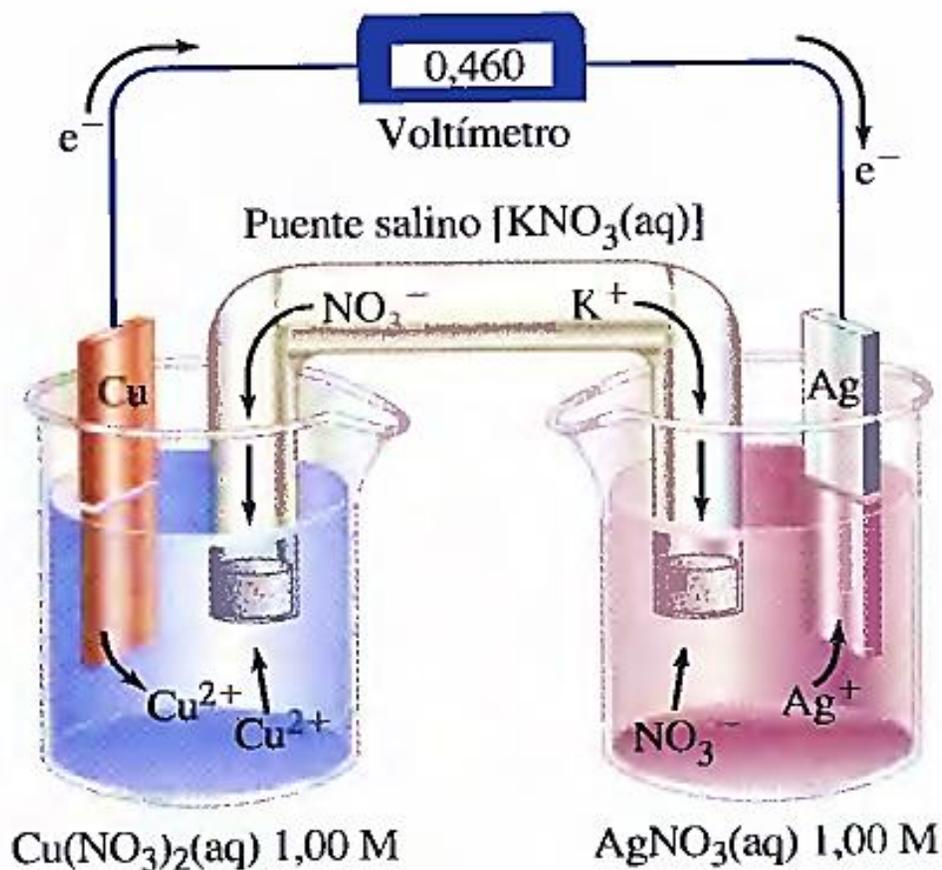
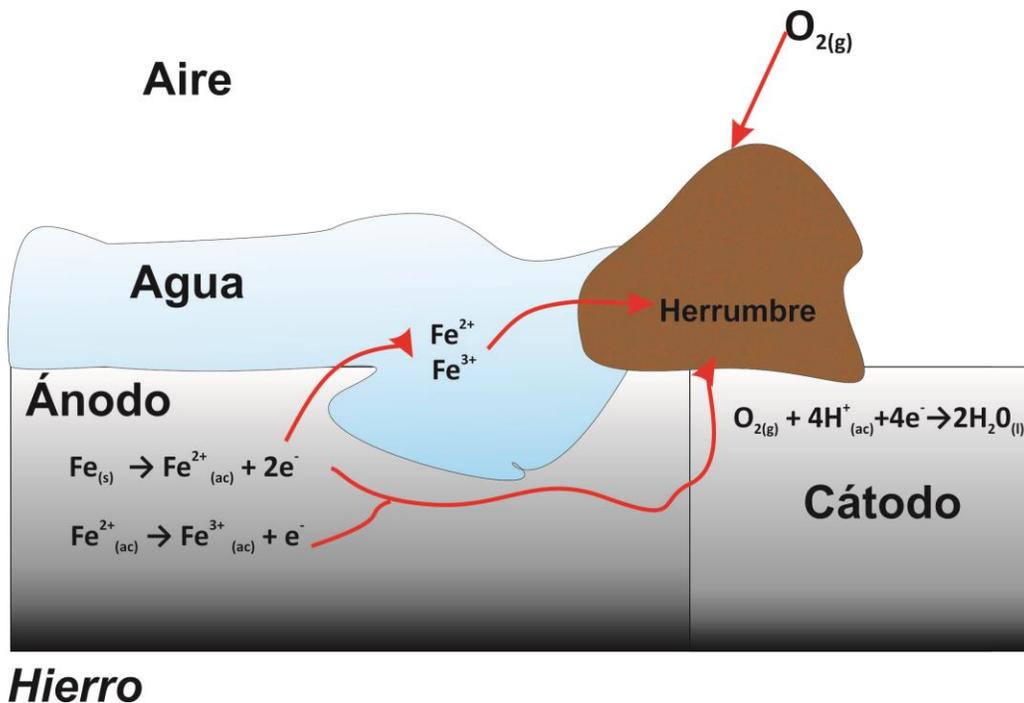


Figura 1.2 Celda electroquímica, ejemplo usando electrodos de cobre y de plata [9]

La figura 2.2 ejemplifica, la relación de las celdas electroquímicas en la corrosión normal de los metales, donde se muestra el proceso de la corrosión del hierro. Este proceso requiere de oxígeno y agua para dar lugar a la formación de herrumbre, aunque otros factores, tales como pH de la disolución en donde se encuentra, la presencia de sales y el esfuerzo del metal repercuten de igual forma, acelerando la oxidación. El propio al ser conductor de la electricidad hace que los electrones se desplacen a través del metal desde una región donde hay oxidación hasta otra donde hay reducción.

Una parte del hierro sirve como ánodo en el que ocurre una oxidación (Fe a Fe^{2+}). Los electrones producidos migran a través del metal a otra parte de la superficie que actúa como cátodo, donde se reduce el O_2 . Esta reducción requiere un consumo de iones H^+ ; y como consecuencia genera una disminución de la concentración de H^+ provocando un aumento del pH. Haciendo menos favorable la reducción de O_2 .

El Fe^{2+} que se forma en el ánodo termina por oxidarse nuevamente en Fe^{3+} , que forma el óxido de hierro (III) hidratado conocido como herrumbre. El cátodo por lo general es el área con mayor concentración de O_2 . Por lo tanto es ahí donde se acumula la mayor cantidad de herrumbre. [10]



Hierro
Figura 1.3 Corrosión del hierro, en el proceso ocurre oxidación y reducción, el propio metal conduce electricidad así los electrones se desplazan a través del metal desde una región donde hay oxidación a una donde hay reducción.

2.3 MEDIDAS PARA PREVENIR LA CORROSIÓN

Existen cinco métodos primarios para tener un control en la corrosión:

- Selección del material
- Recubrimientos
- Inhibidores
- Protección catódica
- Diseño

El estudio de cada uno de estos métodos representa una variedad muy amplia y vasta de información, la cual escapa de los fines reales de este trabajo. No obstante es conveniente mencionar brevemente lo que abarca cada una de estas medidas, para así, desglosar en términos más exactos lo que se busca y se espera en el desarrollo de esta tesis.

SELECCIÓN DEL MATERIAL: Cada metal y aleación presenta un comportamiento inherente a la corrosión que puede tener una variación que va desde una alta resistencia de los metales nobles, por ejemplo el oro y el platino, a los que tienen una baja resistencia a la corrosión como es el caso de todos los metales activos, tales como el sodio y el magnesio. Además, la resistencia a la corrosión de un metal depende primordialmente del medio ambiente donde sea expuesto, esto es, la composición química, la temperatura, la velocidad de corrosión y la exposición a diferentes medios.

De forma muy general, la relación que presenta la velocidad de corrosión, con el medio ambiente y la resistencia del metal a oxidarse es:

$$\frac{\textit{Corrosión del medio ambiente}}{\textit{Resistencia a la corrosión}} \approx \textit{Velocidad de corrosión}$$

Puede verse, según la relación anterior, que si la corrosión en el medio ambiente se incrementa, la velocidad de corrosión aumenta de igual manera. Por el contrario, si la resistencia a la corrosión incrementa, la velocidad de corrosión disminuye.

Gracias a esta sencilla relación pueden realizarse diferentes pruebas de metales o aleaciones, las cuales compiten por hacer que la velocidad de corrosión sea la menor posible.

La selección del material de proceso busca ser en la medida de lo posible la más económica. Esta medida es muy importante tanto como lo son las propiedades mecánicas del metal. Comúnmente ante un problema grave de corrosión, se busca sustituir la pieza corroída por un material que presente una mayor resistencia a la corrosión. [2]

RECUBRIMIENTOS: Los recubrimientos para la protección de la corrosión pueden ser divididos en dos amplios grupos, metálicos y no metálicos orgánicos e inorgánicos. Lo que se pretende con cualquier tipo de recubrimiento es aislar al metal de los medios corrosivos formando una barrera protectora.

Recubrimientos metálicos: En esta clase de recubrimiento se busca aplicar un metal más noble a un metal activo, con esto se aprovecha la mayor resistencia a la corrosión del metal noble. Un ejemplo de esta aplicación es el acero galvanizado, un metal más activo se aplica como recubrimiento y este se permite corroerse, o actuando como ánodo de sacrificio, concretamente en el galvanizado se ocupa un recubrimiento de zinc que se corroe para proteger al acero.

Recubrimientos orgánicos. Además de formar una capa de barrera para reprimir la corrosión, el revestimiento orgánico puede contener inhibidores de la corrosión tales como iones metálicos. Existen muchas formulaciones de recubrimientos orgánicos, al igual que una variedad de procesos de aplicación a elegir para una condición determinada del producto o del servicio.

Recubrimientos inorgánicos: Incluyen esmaltes de porcelana, revestimientos de fijación químicos formados por silicatos, revestimientos de vidrio y otros materiales cerámicos resistentes a la corrosión. Algunos revestimientos cerámicos, tales como carburos y siliciuros, se usan para aplicaciones resistentes al desgaste y al calor, respectivamente. [2]

INHIBIDORES: un inhibidor, es una sustancia química que cuando se añade en pequeñas concentraciones, disminuye eficazmente la velocidad de corrosión. Los cromatos, silicatos y aminas orgánicas son inhibidores comunes.

Los mecanismos de inhibición pueden ser bastante complejos. En el caso de las aminas orgánicas, el inhibidor se adsorbe en los sitios anódicos y catódicos y frena la corriente de oxidación. Otros afectan específicamente a un procesos, ya sea anódico o catódico, incluso otros, promueven la formación de películas protectoras sobre la superficie metálica.

El uso de inhibidores se ve favorecido en sistemas cerrados donde se mantiene más fácilmente la concentración necesaria de inhibidor. Los inhibidores se pueden incorporar en una capa protectora o en una imprimación para el revestimiento.

PROTECCIÓN CATÓDICA: Esta suprime la corriente de la corrosión que causa daños en una celda de corrosión y obliga a que la corriente fluya a la estructura del metal o disolución. El método más sencillo de aplicarla es mediante la conexión del metal a proteger con otro metal más fácilmente corrosible que actuará como ánodo de la celda electroquímica. Los sistemas de protección catódica son los que se usan comúnmente para proteger tuberías de acero las cuales transportan agua o combustible, o bien en tanques de almacenamiento, barcos, o una plataforma petrolífera tanto mar adentro como en tierra firme. [11]

DISEÑO: la aplicación de los principios de diseño racionales puede eliminar muchos problemas de corrosión y reducir considerablemente el tiempo y los costos asociados con el mantenimiento y la reparación de la corrosión. La corrosión ocurre a menudo en espacios aislados o grietas donde el medio corrosivo se vuelve más intenso. Estas áreas pueden ser eliminadas o minimizadas en el proceso de diseño.

Cuando el agrietamiento por tensión de corrosión es posible, los componentes pueden ser diseñados para funcionar a niveles de tensión por debajo de la tensión umbral para la formación de grietas. [2]

2.4 PREPARACIÓN DE SUPERFICIES

Una cuidadosa preparación de la superficie antes y durante la aplicación de un sistema protector, necesariamente permitirá obtener una mejor protección del sustrato, lo que al final se traducirá en la reducción de costos de mantenimiento. [12]

Para la selección del método más adecuado de preparación de superficies, así como evaluar las condiciones existentes, deberán ser considerados otros factores como:

- Seguridad
- Accesibilidad
- Protección de Maquinaria y Equipo
- Variables del medio ambiente
- Costos

En el caso de la preparación de superficies metálicas, existen diversos métodos de preparación de superficies especificados por el SSPC¹ y la NACE², que son las

¹ Steel Structures Painting Council

principales organizaciones internacionales que han nombrado los grados de preparación [13].

A continuación se describen algunos de mayor importancia y que engloban a los usados en el desarrollo de esta tesis, dejando claro que existen otros, los cuales se usan según las características del sustrato, su forma, las herramientas que se cuenten, entre otros factores.

SSPC-SP-1 [14]

Limpieza con disolvente

Se basa en el uso de productos tales como: vapor de agua, soluciones alcalinas, emulsiones jabonosas, detergentes y disolventes orgánicos. Mediante este método son removidos la mayoría de los contaminantes como: grasa, aceite, polvo y sales solubles en el agente limpiador. La solución limpiadora es aplicada suavemente o mediante equipo a presión, seguido de un lavado con agua natural y secado con equipo de vacío o simplemente usando aire seco.

SSPC-SP-2 [14]

Limpieza manual

Este método hace uso de herramientas manuales, no eléctricas, para eliminar impurezas, tales como: residuos de soldaduras, oxidación, pintura envejecida y otras incrustantes que pueden ser removidos con el esfuerzo humano únicamente.

A través de este método, generalmente no es posible desprender completamente todas las incrustaciones. Los bordes de pintura envejecida, deben ser desvanecidos para mejorar la apariencia del repintado que se haga posterior a la limpieza.

SSPC-SP-5 NACE-1 [14]

Limpieza con chorro abrasivo grado metal blanco

Este tipo de limpieza, utiliza algún tipo de abrasivo a presión para limpiar la superficie, a través de este método, se elimina toda la escama de laminación, óxido, pintura y cualquier material incrustante. Una superficie tratada con este método, presenta un uniforme color gris claro, ligeramente rugoso, que proporciona un excelente anclaje a recubrimientos. La pintura debe ser aplicada antes de que el medio ambiente ataque a la superficie preparada.

² National Association of Corrosion Engineers

SSPC-SP-10 NACE-2 [14]

Limpieza con chorro de abrasivo grado cercano a blanco

Método para preparar superficies metálicas, mediante abrasivos a presión, a través del cual es removido todo el óxido, escama de laminación, pintura y materiales extraños.

La superficie debe tener un color gris claro y deben eliminarse sombras de oxidación visibles en un 95%. De hecho la diferencia entre una limpieza con chorro de arena grado metal blanco y metal cercano al blanco, radica en el tiempo empleado para pintar, ya que el metal es atacado por el medio ambiente y pasa a ser grado cercano al blanco en poco tiempo.

SSPC-SP-6 NACE-3 [14]

Limpieza con chorro de abrasivo grado comercial

Procedimiento para preparar superficies metálicas, mediante abrasivos a presión, a través del cual es eliminado todo el óxido, escama de laminación, pintura y materiales anormales. Es permitido que una pintura en buen estado e incrustaciones permanezcan adheridas aún después de la preparación de la superficie, siempre y cuando éstas no rebasen la tercera parte de cada superficie.

SSPC-SP-7 NACE-4 [14]

Limpieza con chorro de abrasivo grado ráfaga

Este tipo de limpieza, utiliza algún abrasivo a presión para preparar superficies metálicas que tengan una cantidad mínima de escoria, pintura, oxidación y otros contaminantes, se conoce generalmente como 'Ráfaga' y consiste en una limpieza superficial que permite que algunas incrustantes y pintura no sean totalmente eliminadas del sustrato.

2.5 RECUBRIMIENTOS

Este es el método más utilizado para la lucha contra la corrosión. Recubrimientos orgánicos (pinturas y revestimientos de plásticos), recubrimientos metálicos y recubrimientos inorgánicos no metálicos (recubrimientos de conversión, cementos, cerámicas y vidrios) se utilizan en aplicaciones que requieren protección contra la corrosión. Estos materiales pueden ser colocados en una única capa o en múltiples para proporcionar una protección u otras funciones requeridas del recubrimiento.

Los recubrimientos aplicados a los sustratos a menudo son multifuncionales, proporcionando un control a la corrosión, mejorando el aspecto de la superficie estética, así como la resistencia del metal, a la abrasión, la resistencia al impacto, aislamiento eléctrico, entre otras propiedades importantes.

Los recubrimientos pueden proteger los sustratos por tres mecanismos básicos:

- La protección de barrera
- La inhibición química
- Protección galvánica (sacrificial)

La protección de barrera se consigue cuando los recubrimientos aíslan por completo al sustrato del medio ambiente.

La inhibición química se logra mediante la adición de pigmentos inhibidores en las pinturas.

La protección galvánica se consigue mediante el recubrimiento del sustrato con un metal más activo, generando que el sustrato se convierta en el cátodo en la celda de corrosión. [2]

2.6 RECUBRIMIENTOS COMERCIALES

Las pinturas, desde un punto de vista técnico-económico, constituyen el método más adecuado para la protección de los materiales empleados en la construcción y en la industria.

Una pintura líquida, desde el punto de vista fisicoquímico, es un sistema disperso. Está constituida generalmente por sólidos finamente particulados y dispersados en un medio fluido denominado vehículo. Este último está basado en una sustancia aglutinante, también llamada formadora de película o ligante, dispuesta en un

disolvente o mezcla disolvente a la cual se le incorporan aditivos y eventualmente plastificantes.

En el caso de las pinturas a base de disolvente orgánico, el vehículo es una solución líquida (dispersión molecular del material polimérico) que rodea a las partículas del pigmento dispersado en la pintura; durante el secado, el sistema se vuelve más viscoso y el ligante fluye alrededor de las partículas durante casi toda esta etapa.

La protección contra la corrosión por recubrimientos orgánicos se lleva a cabo por medio de una función de barrera. Se logra mediante el bloqueo de la entrada de la humedad por especies iónicas o gaseosas, en el sustrato reactivo por medio de un recubrimiento. [15]

Algunos sistemas de recubrimientos orgánicos incluyen partículas metálicas más activas, y proporcionan una cierta función de sacrificio (característica secundaria). El propósito de la capa orgánica y el revestimiento de partículas metálicas es promover, mejorar y mantener una capa pasiva de protección sobre el sustrato de metal reactivo.

Un sistema de recubrimiento a menudo se compone de varias capas o múltiples componentes dentro de las propias capas. El sistema puede comprender un tratamiento de superficie de metal, por ejemplo, una capa primaria de fosfato (u otro reactivo químico), seguida de una capa superior (de alguna solución polimérica). Un sistema de recubrimiento deseable proporciona resistencia química, baja permeabilidad a la humedad, adherencia, flexibilidad, resistencia al impacto, facilidad de aplicación y durabilidad.

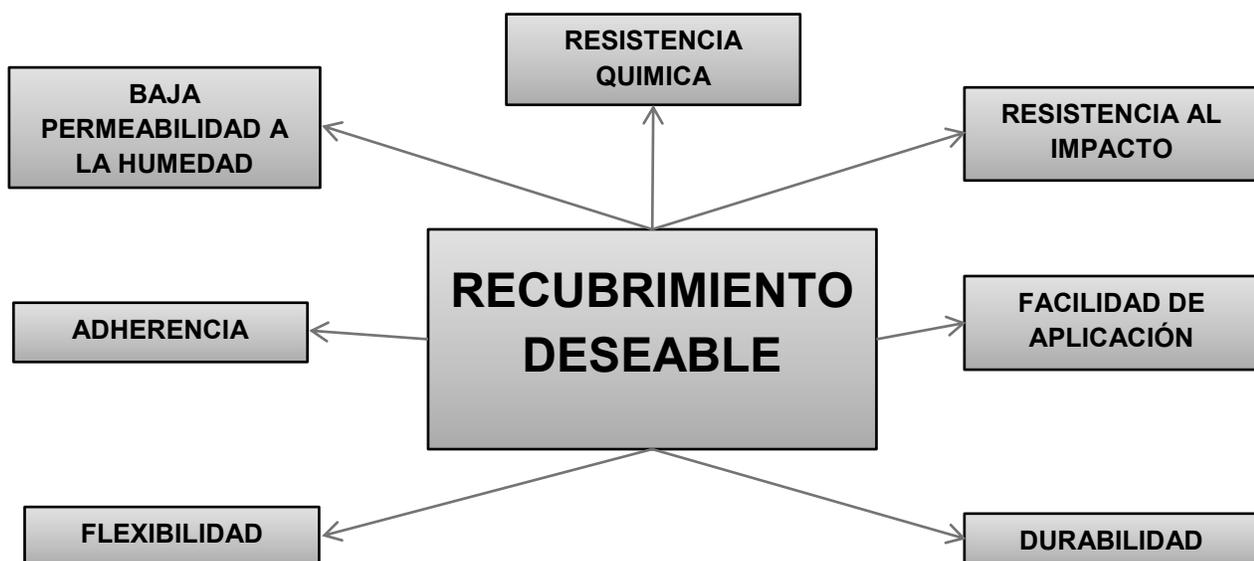


Figura 1.4 Características de un recubrimiento deseable

En aplicaciones específicas se considera importante que puedan requerir otras propiedades de recubrimiento, por ejemplo, en la corrosión atmosférica, para proporcionar resistencia a la degradación provocada por luz ultravioleta, bacterias u hongos.

El proceso de recubrimiento puede dividirse de acuerdo a los siguientes pasos:

- Diseño y selección
- Preparación de la superficie
- Aplicación
- Aseguramiento de inspección y calidad

Resulta oportuno mencionar que algunas pinturas líquidas están exentas de disolventes ya que el propio material formador de película es líquido (bajo peso molecular). Los pigmentos se dispersan en ese medio fluido altamente viscoso. Las pinturas líquidas exentas de disolventes se aplican con espátulas especiales sobre superficies que permanecen en contacto con productos alimenticios dado que no eliminan disolventes contaminantes. La formación de la película involucra exclusivamente reacciones de curado entre los dos componentes del sistema. [15]

La dispersión del pigmento en “emulsiones” y la forma en que la etapa de secado ocurre son únicas y diferentes a las del tipo disolvente orgánico. Las emulsiones, desde un punto de vista fisicoquímico, son sistemas conformados por una fase continua líquida y otra dispersa también líquida. Por su parte, en los látices³ la fase dispersa del sistema es sólida.

En la formulación y elaboración de pinturas y recubrimientos de base acuosa se emplean, desde un punto de vista conceptual, látices como materiales formadores de película. En consecuencia, el término “emulsión” se emplea erróneamente; debido a que los látices se elaboran generalmente en fase acuosa a partir de reactivos en forma de emulsión (las pequeñas gotas de las unidades monoméricas se comportan como verdaderos reactores en suspensión).

En general, las pinturas se aplican en capas delgadas sobre un soporte y tienen la propiedad de transformarse en una película sólida, continua y adherente por evaporación del disolvente y, en algunos casos, además por transformaciones químicas de la sustancia formadora de la película.

³ Plural de látex.

Finalizando el proceso de secado/curado se puede lograr una película brillante, semibrillante o mate con el fin de proteger y mejorar además el aspecto general del sustrato.

Secado. Involucra el pasaje de la película de pintura líquida, en forma de capa delgada aplicada sobre el sustrato, al estado sólido por la evaporación de la mezcla disolvente. Las propiedades fisicomecánicas de la película (flexibilidad, dureza, adhesión, etc.) dependen fundamentalmente del componente resinoso que conforma el ligante.

Las composiciones que forman la película exclusivamente por cambios físicos (evaporación de los disolventes y diluyentes) se les denominan termoplásticas. Estas películas se caracterizan porque se re-disuelven en contacto con disolventes similares a los empleados en la elaboración.

Las pinturas de naturaleza termoplástica exhiben en general un rápido secado. Además, el espesor final de la película tiene una relación directa con el contenido de sólidos en volumen del producto; se basan en materiales poliméricos de elevado peso molecular dado que las propiedades de la película seca en general son directamente proporcionales a este último. Sin embargo, el grado de polimerización está limitado por la solubilidad en las mezclas disolventes usualmente empleadas en la industria de la pintura: se deben alcanzar adecuados contenidos de sólidos en volumen.

Curado. La etapa de formación de la película sólida, adherente, elástica y de buena resistencia de algunas pinturas involucra, además de la evaporación de los disolventes, reacciones químicas de diferente complejidad con elementos del medio ambiente o con agentes que se incorporan a la formulación. [15]

2.7 RECUBRIMIENTOS HÍBRIDOS: TÉCNICA DEL SOL-GEL

Los recubrimientos sol-gel se clasifican dentro de los recubrimientos híbridos por contar con propiedades tanto de recubrimientos orgánicos como de recubrimientos inorgánicos, pues aíslan al metal del ambiente corrosivo y al mismo tiempo es un revestimiento conformado de silicatos.

De forma general, el proceso sol-gel puede ser descrito como la formación de una red tridimensional de óxido resultado de las reacciones de hidrólisis y condensación de las moléculas de los precursores presentes en un medio líquido. Al tratarse de un procedimiento que utiliza temperaturas de procesamiento relativamente bajas, proporciona ventajas adicionales al momento de obtener recubrimientos con un amplio rango de composiciones, dado que la deposición se realiza en estado líquido es posible recubrir piezas con geometrías complejas. [16]

Un sol es una dispersión estable coloidal de partículas o polímeros en un disolvente. Las partículas pueden ser amorfas o cristalinas.

Un gel consiste en una red tridimensional continua que encierra una fase líquida; en un gel coloidal, la red se construye a partir de la aglomeración de partículas coloidales.

En general, las partículas del sol pueden interactuar por enlaces de tipo Van der Waals, dichas interacciones son de naturaleza covalente en el proceso de gelificación. [17]

En este procedimiento químico, el sol evoluciona gradualmente hacia la formación de un sistema bifásico similar al gel, que contiene tanto una fase líquida como una fase sólida y cuyas morfologías varían de partículas discretas a redes poliméricas continuas. En ocasiones, la separación de fases puede llevarse a cabo por medio de la evaporación de la fase líquida o centrifugación; sin embargo, se prefiere utilizar el proceso de envejecimiento por ser más lento, lo que permite un entrecruzamiento de cadenas poliméricas y orden mayor, lo cual aumenta la eficacia del recubrimiento

.La eliminación de la fase líquida restante (disolvente) requiere de un proceso de secado, que típicamente se acompaña de un aumento de la contracción y densidad. La velocidad a la que el disolvente se elimina depende principalmente de la porosidad del gel.

A menudo es necesario un tratamiento térmico o proceso de cocción con el fin de favorecer la policondensación y mejorar las propiedades mecánicas y estabilidad estructural a través de la sinterización final, densificación y crecimiento del grano. [17] En la figura 2.4 se muestran las diversas rutas del proceso sol-gel.

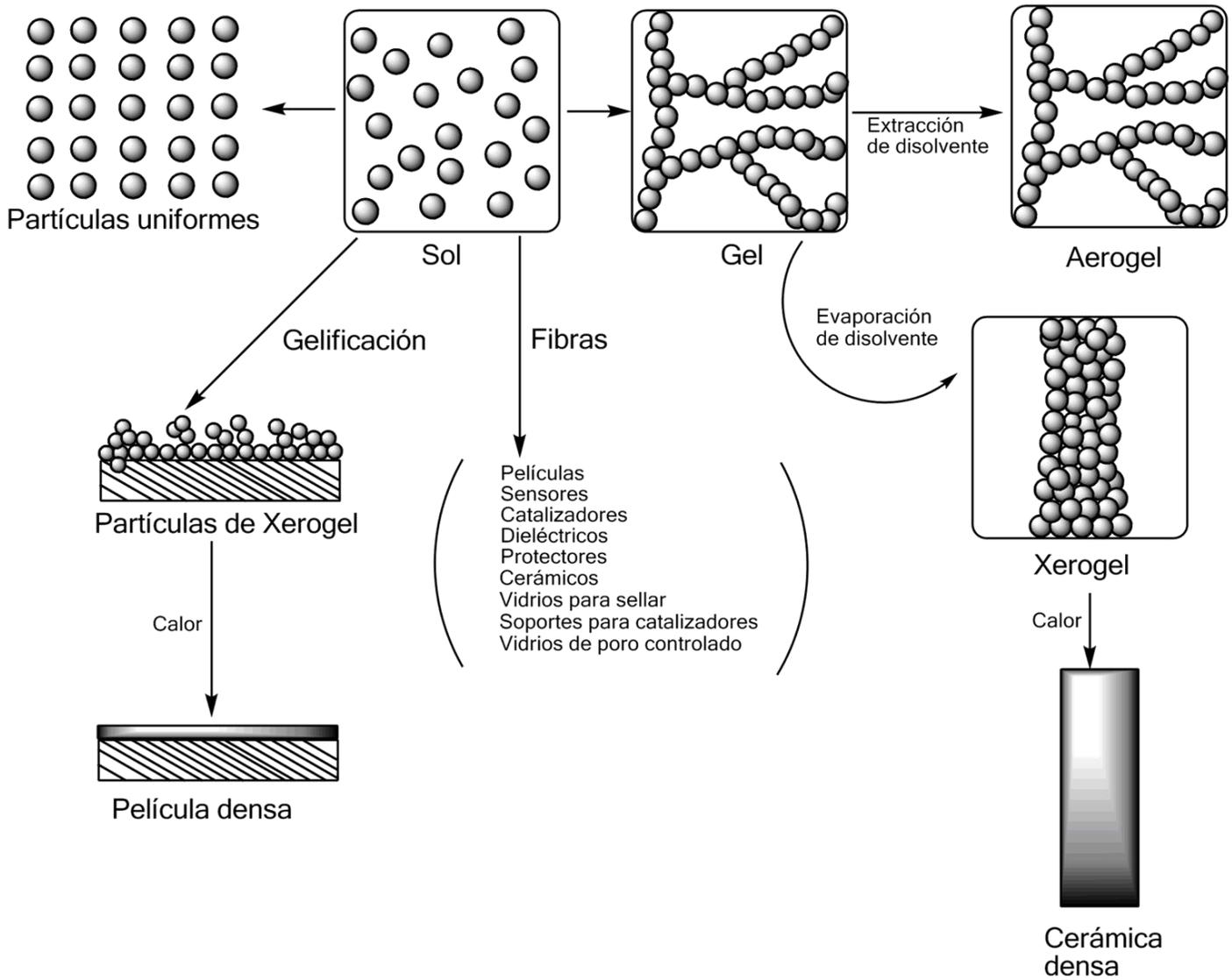


Figura 1.5 Diferentes rutas del proceso sol-gel [30]

La síntesis de sol-gel para este proyecto se realizó por medio de la ruta polimérica, esta se basa en la propiedad de algunos alcóxidos metálicos de sufrir una hidrólisis parcial o total, seguida de una condensación y formación de estructuras tridimensionales en forma de gel.

Los alcóxidos metálicos, pueden tener una composición muy diferente, pero de forma genérica se describen mediante la siguiente expresión:



Dónde:

M = es un metal o metaloide, Si, Ti, Al, Zr.....

R = es un grupo alquilo: metilo (-CH₃), etilo (-C₂H₅), propilo (-C₃H₇)...

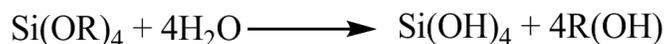
n = es el grado de oxidación del metal

Se lleva a cabo la completa solubilidad de los alcóxidos en una disolución con un disolvente de bajo peso molecular (alcohol y agua) garantizando una homogeneidad completa del producto. Una vez obtenida la disolución se inician las reacciones de hidrólisis y condensación. [18]

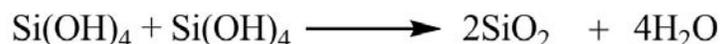
Durante la hidrólisis, las moléculas de agua interaccionan con el alcóxido reemplazando los grupos OR por grupos hidroxilo. Mientras que en las reacciones de policondensación se produce la eliminación de los grupos OR y OH. Estas reacciones tienen lugar a temperaturas bajas cercanas a la temperatura ambiente, y dan lugar a pequeñas partículas o polímeros dispersos en un líquido que se conecten entre sí, aumentando de tamaño y formando una red tridimensional que se extiende por el líquido y que va acompañado de un rápido aumento de la viscosidad. Se tiene así un gel elástico que aún contiene agua y alcohol como productos resultantes de las reacciones. [18]

Las reacciones de hidrólisis y condensación no ocurren de forma sucesiva, sino que se dan de forma simultánea una vez que la hidrólisis se ha iniciado. Tanto de unas como de otras, se obtiene agua y alcohol como productos de la reacción, los cuales se eliminan durante el secado, promoviendo la consolidación de la estructura tridimensional del óxido.

Hidrólisis de los grupos alcóxidos:



Condensación entre grupos alcóxidos:



Condensación entre un hidróxido y un alcóxido:



En las etapas iniciales de secado se produce la expulsión de las moléculas de agua y alcohol. Generando así que las reacciones de hidrólisis y condensación continúen produciendo agua y alcohol, por lo que el proceso de secado se extenderá mientras duren estas reacciones. Si las condiciones de síntesis están cuidadosamente controladas, eligiendo un disolvente adecuado cuya velocidad de evaporación sea suficientemente lenta o bien, incorporando agentes químicos para el control de secado que promuevan la formación de una distribución estrecha de tamaño de poro, se pueden obtener geles libres de grietas y defectos.

Posteriormente al secado ocurre la etapa de sinterización o consolidación, la cual se realiza para densificar el gel seco y convertirlo en un vidrio. Esta conversión requiere de un tratamiento a temperaturas por encima de la transformación vítrea (T_g), aunque todavía inferior a las temperaturas empleadas en un proceso convencional. En este tratamiento se producen una serie de transformaciones químicas y estructurales que no sólo promueven la desorción física de agua y de los disolventes de las paredes de los microporos, sino también la combustión de los grupos orgánicos residuales, la consolidación y polimerización de los enlaces, la relajación del volumen, mejorando la densificación y consolidando la estructura tridimensional de la red de óxidos. [18]

2.8 SPIN – COATING

La técnica de spin-coating ha sido usada desde hace ya algunas décadas para la aplicación de películas delgadas. El proceso típico se desarrolla depositando una pequeña gota de resina⁴ en el centro del sustrato colocado en el spin a una alta velocidad (típicamente alrededor de los 3000 rpm).

La aceleración centrípeta causa que la resina se repliegue sobre el sustrato hasta que eventualmente se genere una delgada capa de la resina sobre la superficie el sustrato.

⁴ Entiéndase como resina, al menos para este caso en particular, a cualquier material polimérico que funge como recubrimiento, para nuestros fines, la resina fue en realidad el recubrimiento híbrido sol-gel.

El grosor final de la película y otras propiedades dependen de la naturaleza de la resina (viscosidad, tiempo de secado, porcentaje de sólidos, tensión superficial, etc.) y de los parámetros en los que se elijan para el spin. Factores tales como la rotación final de velocidad, aceleración y el escape de vapores debido a los disolventes contribuyen en la película de recubrimiento final. [19]

2.8.1 DESCRIPCIÓN DEL PROCESO SPIN - COATING

El método spin - coating, usado en esta tesis se describe a continuación:

Dispersión estática: se refiere a la simple deposición de una pequeña cantidad del fluido a depositar sobre el sustrato, la cantidad usada varía según la viscosidad del fluido y del tamaño del sustrato a recubrir.

Dispersión dinámica, En este proceso el sustrato es girado a una alta velocidad. Comúnmente es cerca a las 500 rpm. Esto sirve para difundir el fluido sobre el sustrato y resulta una pérdida menor de material de resina, ya que normalmente no es necesario depositar tanto para impregnar toda la superficie del sustrato.

Es un método ventajoso cuando el sustrato o el fluido presentan capacidades humectantes pobres y pueden eliminar los huecos que se pueden formar de otra manera.



Figura 1.6 Giro de Spin-coating deposición de sustancia sobre sustrato a recubrir.

2.9 TÉCNICAS ELECTROQUÍMICAS

2.9.1 ESPECTROSCOPIA DE IMPENDANCIA ELECTROQUÍMICA

La técnica de Espectroscopia de Impedancia Electroquímica (EIS)⁵ es un método electroquímico usado en estudios de corrosión, que ha cobrado una gran popularidad en los últimos años. Esta se basa en el uso de una señal de corriente alterna (CA) que es aplicada a un electrodo (metal en corrosión) y se determina la respuesta correspondiente. [20]

Para su empleo, se aplica una pequeña señal de potencial (**E**) a un electrodo y se mide la respuesta en corriente (**I**) a diferentes frecuencias. En algunos casos, es posible aplicar una señal pequeña de corriente y medir la respuesta en potencia del sistema. Con esto, el equipo electrónico usado procesa las mediciones de potencia (tiempo y corriente), dando como resultado una serie de valores de impedancia correspondientes a cada frecuencia estudiada. La relación valores de impedancia- frecuencia se denomina “espectro de impedancia”.

Para un estudio de corrosión donde se ocupe la técnica EIS, la obtención de los espectros de impedancia se obtienen por circuitos eléctricos denominados “circuitos eléctricos equivalentes”, que se encuentran en componentes tales como resistencias (R), capacitancias (C), inductancias (L), etc. [20]

La impedancia es un término que describe la resistencia eléctrica (R), 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.

$$E = IR \text{ ec. 1.4}$$

Donde **E** está dada en volts, **I** en amperes y **R** es en Ohm. En el caso de una señal alterna la expresión equivalente es la siguiente:

$$E = IZ \text{ ec. 1.5}$$

En la ecuación 1.5 representa la impedancia del circuito, con unidades de ohm. Debe tenerse en cuenta que, a diferencia de la resistencia, la impedancia de un circuito de CA depende de la frecuencia de la señal que se aplicada. La frecuencia (f) de un sistema de CA se expresa en unidades de Hertz (Hz) o número de ciclos por segundo (s⁻¹).

⁵ EIS: *Electrochemical Impedance Spectroscopy* Por sus siglas en inglés

La presentación de los datos obtenidos en los ensayos de espectroscopia de impedancia electroquímica, son reportados por los equipos comerciales en una de dos formas:

- a) Módulo de impedancia ($|Z|$) y ángulo de fase (Θ)
- b) Componente real de la impedancia total (Z') y componente imaginaria de la impedancia total (Z'').

Estos dos métodos de describir los datos de Impedancia son la base de dos maneras comunes de presentar los datos, denominados gráficos de Nyquist y de Bode.

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.

$$|Z|^2 = Z'^2 + Z''^2 \dots\dots\dots \text{ec. 1.6}$$

$$\tan(\theta) = \frac{Z''}{Z'} \dots\dots\dots \text{ec. 1.7}$$

$$Z' = |Z|\cos(\theta) \dots\dots\dots \text{ec. 1.8}$$

$$Z'' = |Z|\text{sen}(\theta) \dots\dots\dots \text{ec. 1.9}$$

Gráfico de Nyquist

Este gráfico se conoce como gráfico de plano complejo, también es el resultado de la respuesta en frecuencia del sistema; que modela el comportamiento físico de éste proporcionando información acerca de la estabilidad de la respuesta ante una excitación externa. Las gráficas obtenidas de este diagrama indican el valor de la resistividad total del sistema, lo cual es de gran importancia al momento de evaluar las propiedades electroquímicas del material. De acuerdo a la ley de Ohm, se puede conocer la corriente de corrosión (i_c), sólo como la diferencia de potencial en la que el proceso ocurre sólo tras el despeje del valor de la resistencia a la transferencia de carga (R_{CT}). [21]

$$V = RI \text{ (Ley de Ohm)}$$

$$R_{CT} = \frac{v}{i_c} \dots\dots\dots \text{ec. 1.10}$$

Si se conoce la resistencia a la transferencia de carga R_{CT} , puede hacerse una rápida estimación de la rapidez de corrosión (v) del material, ya que esta velocidad, es inversamente proporcional a la resistencia y a la transferencia de carga. Lo anterior quiere decir que entre más grande sea R_{CT} , (que puede verse como una tasa menor de transferencia de electrones) hará que la rapidez de la reacción de oxidación (v) sea menor. Así, de la observación de la respuesta de este diagrama se obtendrá información acerca de que tan resistivo puede llegar a ser un sistema determinado. [22]

Cada uno de los elementos requeridos para la interpretación del diagrama de Nyquist, se describe en la figura 2.6.

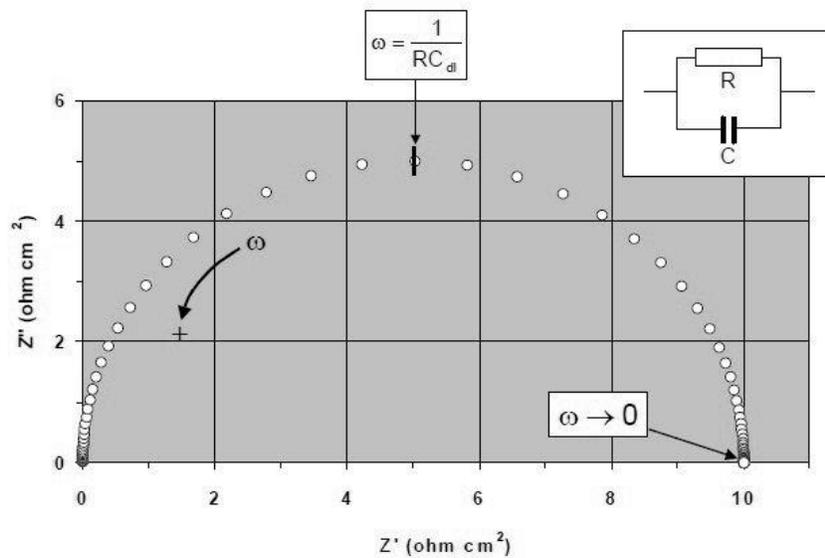


Figura 1.7 Diagrama de Nyquist. Componentes real (Z') e imaginario (Z'') de la impedancia total (Z) para un circuito en paralelo resistencia (R) – capacitancia (C) a diferentes frecuencias ($R=10 \text{ ohm}$, $C = 0.0001 \text{ F cm}^{-2}$, $f_{m\acute{a}xima} = 10^5 \text{ Hz}$, $f_{m\acute{i}nima} = 10^{-2} \text{ Hz}$). La flecha indica la direcci3n en la cual aumenta la frecuencia.

La exposici3n que describe los componentes real (Z') e imaginario (Z'') de la impedancia hace referencia a un circuito simple. En estudios de corrosi3n, el an\`alisis de un espectro de impedancia permite obtener par\`ametros relacionados con la cin\`etica de corrosi3n de un metal en un medio dado.

Gráfico de Bode

Es una representación gráfica que es útil al caracterizar la respuesta de diferentes parámetros de la impedancia contra la frecuencia. Los gráficos de Bode más comunes son:

- Logaritmo base 10 del módulo de la impedancia ($|Z|$) contra el logaritmo base 10 de la frecuencia (f).
- Ángulo de fase (Θ) contra el logaritmo base 10 de la frecuencia (f)

La primera corresponde a la magnitud de la respuesta y la segunda, permite evaluar el desplazamiento en fase de una señal a la salida del sistema respecto a la entrada para una frecuencia determinada; a diferencia de los gráficos de Nyquist, estas representaciones contienen toda la información de un ensayo de EIS, ya que las frecuencias se identifican claramente.

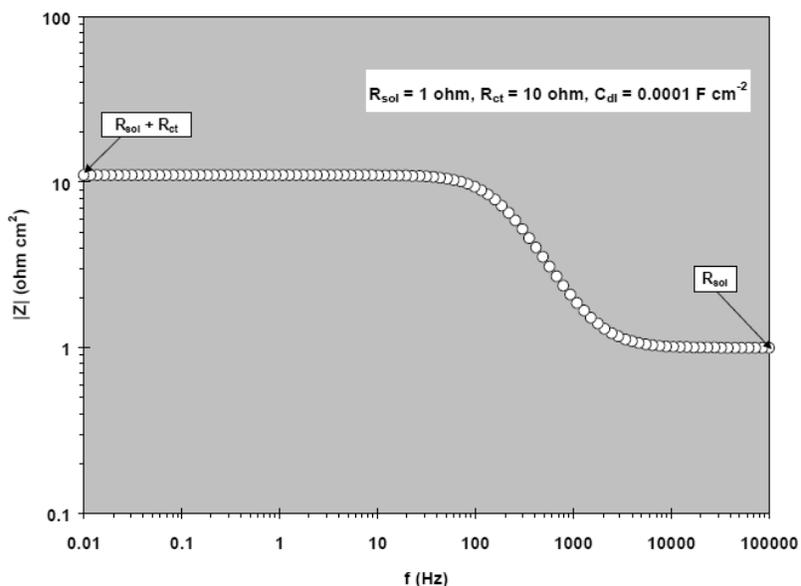


Figura 1.8 Gráfico de Bode de $|Z|$ vs f , correspondiente a la Impedancia de circuito serie – paralelo a diferentes frecuencias, que considera R_{CT} , C_{dl} y R_{sol}

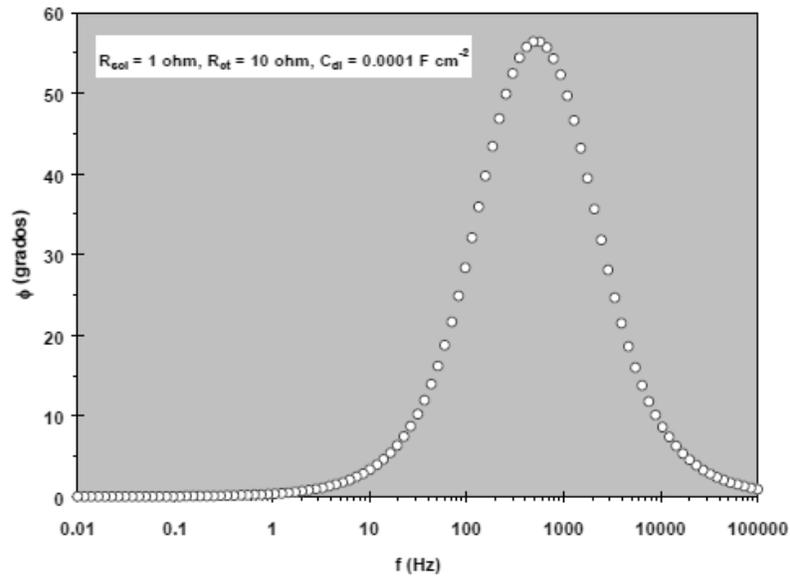


Figura 1.9 Gráfico de Bode de ángulo de fase (Θ) vs f , correspondiente a la impedancia de circuito serie – paralelo a diferentes frecuencias, que considera R_{ct} , C_{dl} y R_{sol}

Otras representaciones de Bode de utilidad corresponde a las mostradas en las figuras 2.9 y 2.10, las cuales muestran los componentes real e imaginario de la impedancia total del sistema, Z' y Z'' respectivamente, en función de la frecuencia (f).

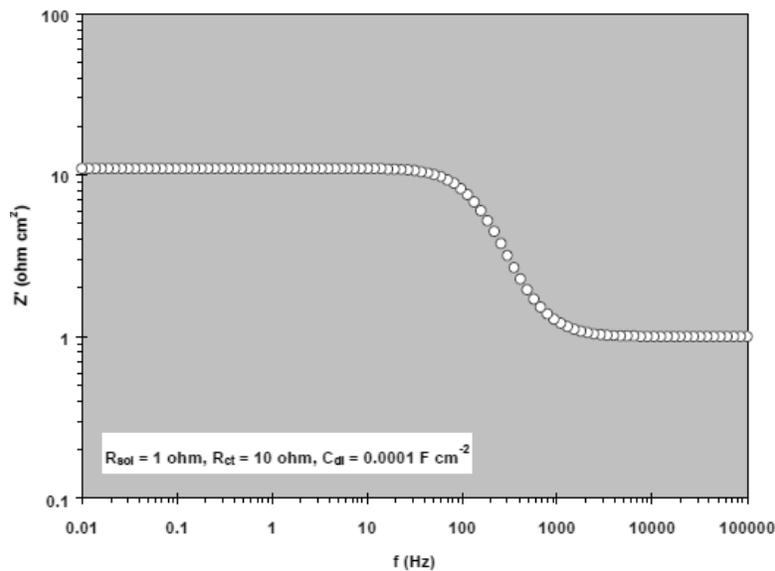


Figura 1.10 Gráfico de Bode del componente real de la impedancia total (Z') contra la frecuencia (f), correspondiente a un circuito serie – paralelo que considera R_{ct} , C_{dl} y R_{sol}

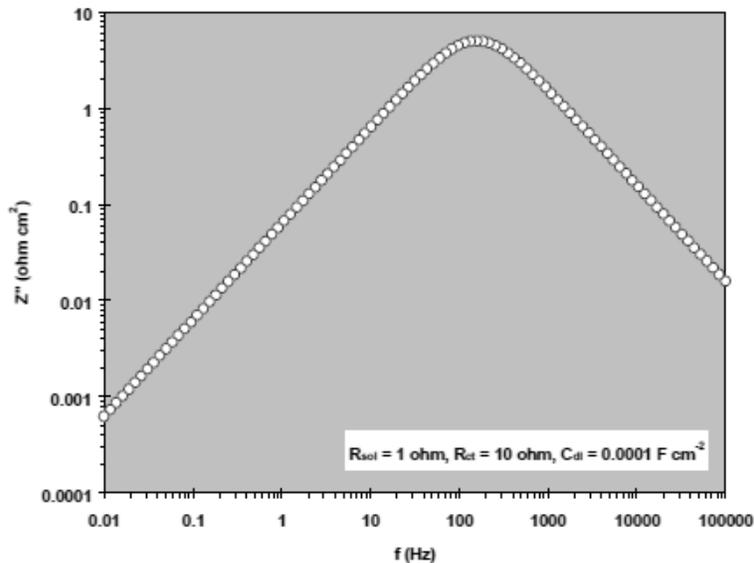


Figura 1.11 Gráfico de Bode del componente imaginario de la impedancia total (Z'') contra la frecuencia (f), correspondiente a un circuito serie - paralelo que considera R_{ct} , C_{dl} y R_{sol}

El análisis de la información generada por la técnica de espectroscopia de impedancia electroquímica depende, como en la mayoría de las técnicas electroquímicas, del tipo de información que el usuario requiera. Dos tipos de análisis pueden considerarse:

- a) Gráfico
- b) Ajuste de los datos obtenidos, a la respuesta de circuitos eléctricos equivalentes

Existen casos en los cuales, la mayoría de la información requerida por el usuario puede ser obtenida mediante la inspección de los gráficos correspondientes conjuntamente con cálculos simples. Lo anterior de los gráficos correspondientes cierto cuando, por ejemplo, la estimación de la velocidad de corrosión (V_{corr}) de un sistema dado, es el parámetro de interés para el usuario.

2.10 PRUEBAS DE ADHERENCIA (PULL - OFF)

La adhesión de un recubrimiento protector es un atributo crítico relacionado con el rendimiento; el “Método de prueba para la resistencia al desprendimiento de los recubrimientos utilizando probadores de adhesión portátiles”⁶ se creó con el fin de evaluar de manera uniforme la adhesión en el laboratorio, el taller o el campo. La prueba consiste en fijar un probador de carga a la superficie del recubrimiento con un adhesivo. Se fija un aparato al probador y se alinea de manera que se pueda tirar de él perpendicularmente. La fuerza se aumenta gradualmente hasta que se desprende el probador. Estas pruebas reportan la resistencia al desprendimiento (en psi o en MPa) y la ubicación de la rotura en el sistema de recubrimiento [23].

Forma de preparar las pruebas de Pull-off [24]

1. Se selecciona un área de prueba adecuada que es plana y tiene un área de prueba suficiente para fijar el medidor de adherencia.
2. Se lija el probador y la superficie, se limpia para retirar el polvo.

Fijación del probador

3. Se mezclan correctamente los adhesivos y se aplica una película uniforme sobre toda la cara del probador.
4. La prueba requiere que se tire del probador perpendicularmente a la superficie de la prueba. El probador por tanto debe ser adherida a una superficie plana como se muestra en la figura 2.10. Se aplica una presión uniforme al probador para que se garantice que la cara del probador es paralela a la prueba.
5. Eliminar el exceso de adhesivo alrededor del probador y dejar que se cure completamente, el tiempo que sea necesario (3 o más días).
6. Fijar el actuador a la plataforma y comenzar la prueba.

⁶ En inglés *Test Method for Pull-off Strength of Coatings Using Portable Adhesion Testers*



Figura 1.12 Colocación adecuada del pistón para las pruebas de Pull-off

Para que las pruebas sean válidas, el recubrimiento debe de cubrir al menos el 50% de la superficie de la cara de la superficie. Si el pegamento falla y no hay recubrimiento presente en el pistón, o bien, cubre menos del 50% del área de la prueba debe de repetirse.

2.11 CÁMARA DE NIEBLA SALINA

Las cámaras de niebla salina permiten realizar pruebas de corrosión. Es un equipo de laboratorio que puede reproducir con algunas limitaciones las condiciones ambientales corrosivas [25]. Por muchos años, el ensayo de niebla salina, ha sido usado con este fin por los investigadores en la evaluación de nuevos recubrimientos de pinturas, como ensayo de varios tratamientos químicos y como tratamientos de pre-pintado, para usar productos de planchas de acero recubiertas.

Para que un ensayo de corrosión acelerada sea útil, es necesario que los resultados se relacionen con el comportamiento en condiciones de servicio. En el caso del ensayo de niebla salina, no se ha podido demostrar la relación con la exposición al ambiente. Lo que ha llevado a concluir que el ensayo de niebla salina no tiene ninguna relevancia y debería ser discontinuado. Sin embargo, el ensayo sigue siendo usado extensamente en la literatura de los productos, especificaciones de clientes, hojas de datos de producto y bibliografía técnica. Los resultados típicamente citados en los libros dan valores de tiempo de vida de un determinado tipo de recubrimiento, los beneficios de nuevos sistemas de pinturas, etc. Así parece imposible al menos por el momento dejar de lado esta técnica. La

prueba de niebla salina es una buena prueba de selección, ya que los resultados pueden ser generados de manera oportuna. [26]

Para la prueba de cámara salina en el desarrollo de lo que concierne a las pruebas efectuadas de este trabajo se utilizaron los siguientes equipos, materiales y reactivos en grado analítico [27].

1. *Aparato de niebla salina*

Se muestra en la figura 2.14, la cual está constituida por un gabinete de un material que no afecta el poder corrosivo de la niebla, con dispositivos para calentamiento y control de temperatura, recipiente para la solución salina,

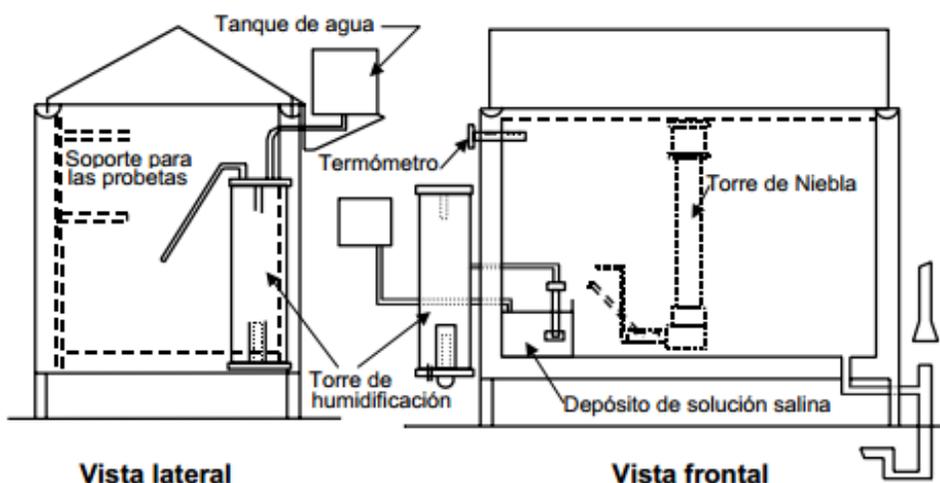


Figura 1.13 Cámara de niebla salina características

equipo de aire comprimido, una boquilla atomizadora y un soporte para las pruebas.

2. *Termómetro*
3. *Probeta Graduada de 100 mL*
4. *Agua destilada*
5. *Cloruro de sodio, libre de níquel, cobre, yoduro de sodio menos de 0.1% y contenido de impurezas menor al 0.3%*

La cámara de niebla salina consiste en una cámara de niebla, un depósito para la solución salina, un compresor que suministre aire en forma adecuada para así asegurar su continua alimentación y la presión requerida, una boquilla atomizadora, un soporte para las muestras, un dispositivo para incrementar la temperatura de la cámara y los medios necesarios para el control y manejo de todas las variables a considerar.

CAPÍTULO 3: PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

3.1 CARACTERÍSTICAS DEL SUSTRATO, ACABADO SUPERFICIAL

La lámina de aluminio AA2024-T3 con la cual se realizaron todas las pruebas tenía las siguientes características:

Tabla 3.1 Características del sustrato

Sustrato	Calibre			Dimensiones
	BWG	In	mm	
Aluminio AA2024-T3	14''	0.83	2.11	1.80 x 2.0 m

Esta lámina de aluminio se cortó en placas de tamaño 10 x 10 cm; posteriormente, se realizaron los siguientes modelos de tratamientos superficiales que se describen en la tabla 3.2

Tabla 3.2 Tratamiento de superficies

Acabado superficial	Descripción
Acabado de llegada ⁷	Las placas una vez cortadas, se limpiaron con agua destilada y alcohol.
Limpieza por medio de lijado	Las placas se lijaron usando una lija comercial de agua de grado 220 en seco.
Limpieza usando un medio abrasivo	Se utilizó la técnica de sandblasteo ⁸ , usando como material abrasivo arena, duración: 3 minutos y posición: 90°.

⁷ Acabado de llegada, se refiere a que a estas placas no se les hizo ningún tipo de tratamiento y simplemente se realizaron tratamientos simples tales como limpieza con disolventes.

⁸ Sandblasteo, proviene de la técnica de tratamiento de superficie descrita en Preparación de superficies en el capítulo 2, en inglés esta técnica se conoce como Sandblasting.

3.2 PREPARACIÓN DEL RECUBRIMIENTO SOL-GEL

Se preparó la solución sol-gel por la ruta polimérica de acuerdo al siguiente método experimental:

1. Preparación de la solución 1.

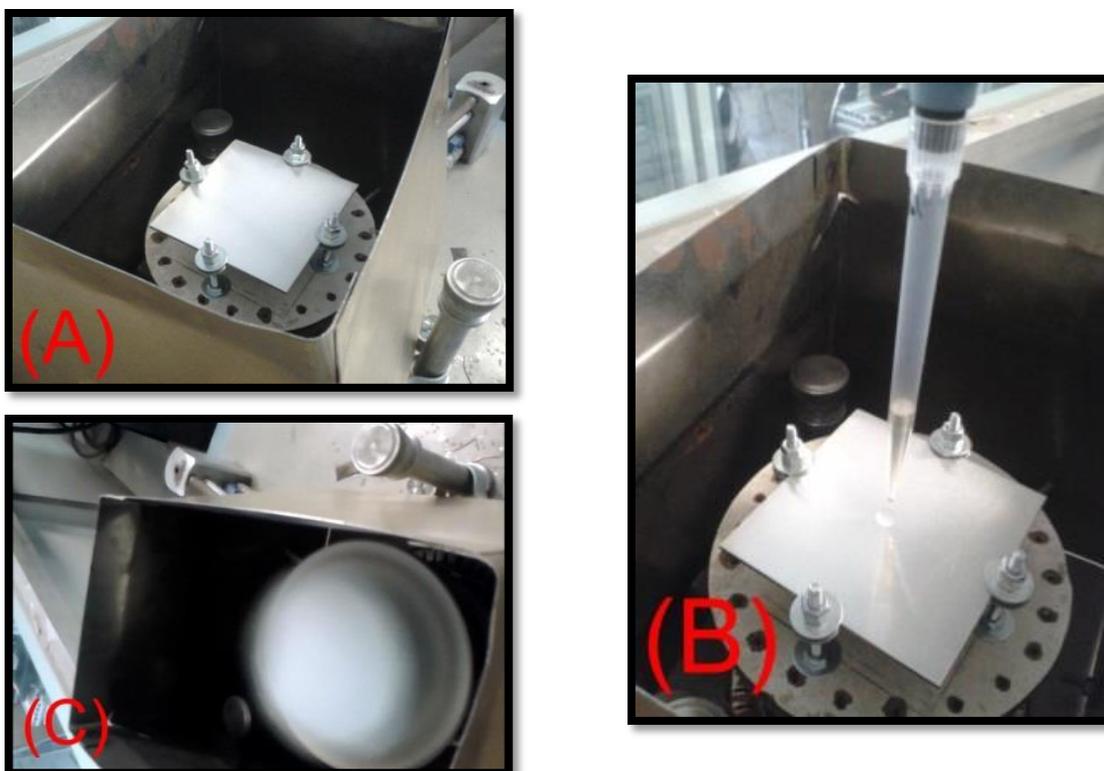
Se colocó en un baño de agua y una gradilla de ajuste, un vaso de precipitados con una barra de agitación magnética y agitación con ultrasonidos, a la cual se le agregó acetoacetato de etilo con propóxido de Zirconio IV (TPOZ). La agitación total fue de 60 min.

2. Preparación de la solución 2.

Se preparó la solución 2 colocando en otro vaso de precipitado isopropanol más 3-glicidoxipropiltrimetoxilano (GPTMS). Se agitó magnéticamente por 60 minutos, cubriendo el vaso con una película de parafilm.

3. Preparación de la solución 3.

El sol final se sintetizó al añadir la solución 1 a la solución 2 también por una hora. La deposición del sol-gel se efectuó por medio de la técnica del spin-coating, utilizando el equipo de desgaste y fricción "Cygnus".



Fotografía 3.1 Colocación de las placas de aluminio sobre el equipo Cygnus acoplado para spin-coating

En la fotografía 3.1 se muestra la colocación de cada una de las placas sobre el equipo Cygnus. En el inciso (A) se muestra la colocación de la placa de aluminio sobre el soporte del spin con el uso de rondanas y tornillos como soporte; en la fotografía (B) muestra la colocación de la solución sol-gel en la placa y en la fotografía (C) muestra el giro y pudiéndose apreciar la velocidad a la que es sometida para así adherir el recubrimiento sol-gel.

Luego de la impregnación del sol-gel, cada una de las placas fueron colocadas en el equipo para tratamiento térmico, lo anterior tuvo como objeto llevar a cabo el curado del sol-gel. Los intervalos de temperatura comienzan a una temperatura ambiente (20°C) y se incrementa a 25°C donde permanece constante en los primeros 30 minutos, donde luego se aumenta hasta alcanzar 110°C y permanece durante 150 min, y se retira del equipo cuando llegue a temperatura ambiente eventualmente. Dicho tratamiento se muestra en la Figura 3.1.

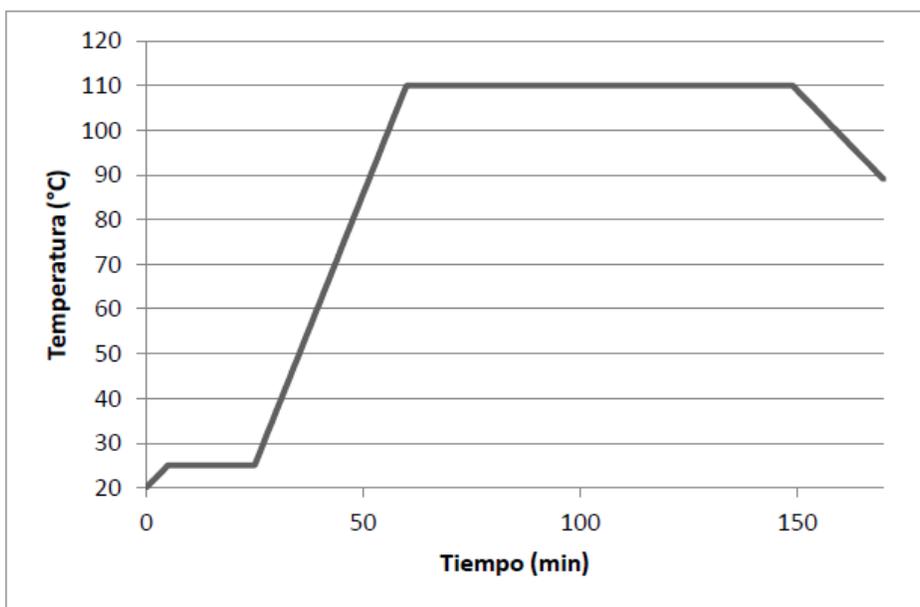


Figura 3.1 Programa de tratamiento térmico para el curado del sol-gel [17]

Posteriormente, los sistemas recubiertos se acoplaron según las tablas 3.3, 3.4 y 3.5.

La tabla 3.3 se les depositó una capa de recubrimiento híbrido sol-gel a placas con acabado de llegada, lijada 220 y sandblasteo, y, para estos mismos tratamientos superficiales pero en otras muestras se les impregnó una capa de primario comercial. Tal y como se muestra.

Las muestras de las tablas 3.4 y 3.5 tuvieron un terminado como describe en la tabla, se observa a su vez, una columna que describe la nomenclatura usada posteriormente en la elaboración de gráficos de la sección 4.

Cada uno de los sistemas de las tablas 3.3 y 3.4 fueron colocados en pruebas de impedancias en tiempos de 0, 24, 72, 396, 512 y 696 horas, para las gráficas sólo se reporta para los tiempos de 24 y 696 pues denotan en estos tiempos la mejor información para la comparación de los sistemas.

Posteriormente fueron observados bajo el microscopio electrónico luego de 696 horas de medición, a su vez se usaron 5 muestras diferentes para pruebas de pull – off.

Tabla 3.3 Sistemas conformados de sol-gel y capa primaria de comercial una capa en ambos casos, sistemas de impedancia electroquímica (EIS)

Sistemas de únicamente sol-gel y Primario		
	Acabado superficial	Nomenclatura para gráficos
Sol-gel	Acabado de llegada	ALLBSG
	Lijada 220	L220BSG
	Sandblasteo	SANDBSG
Primario Comercial	Acabado de llegada	ALLBPC
	Lijada 220	L220BPC
	Sandblasteo	SANDBPC

Tabla 3.4 Sistemas para pruebas de impedancia y pull-off

Acabado superficial/Tratamiento		Nomenclatura para gráficos
Sol-gel + Pintura comercial (5 capas)	Acabado de llegada	ALLBSG
	Lijada 220	L220BSG
	Sandblasteo ⁹	SANDBSG
Primario comercial + Pintura comercial (5 capas)	Acabado de llegada	ALLBPC
	Lijada 220	L220BPC
	Sandblasteo ²	SANDBPC
Pintura comercial (5 capas)	Acabado de llegada	ALLBP
	Lijada 220	L220BP

⁹ La coloración efectuada en las placas de sandblasteo es diferente debido a un problema en la igualación del color en el taller de pintura donde fueron llevadas.

La tabla 3.5 que se muestra en la siguiente página, muestra los tipos de tratamientos superficiales usados y los tratamientos efectuados para las pruebas que fueron colocadas en cámara de niebla salina, durante un periodo de 30 días y monitoreadas por inspección visual durante 30 días.

Tabla 3.5 Sistemas para pruebas en cámara de niebla salina

Acabado superficial/Tratamiento		Nomenclatura para gráficos
Blancos	Acabado de llegada	ALLB
	Lijada 220	L220B
	Sandblasteo	SANDB
Sol-gel + Pintura comercial (5 capas)	Acabado de llegada	ALLSGP
	Lijada 220	L220SGP
	Sandblasteo	SANDSGP
Primario comercial + Pintura comercial (5 capas)	Acabado de llegada	ALLPCP
	Lijada 220	L220PCP
	Sandblasteo	SANDPCP

3.3 MEDIDA DE ESPESORES PROMEDIO

Luego de tener cada uno de los sistemas descritos en las tablas 3.3, 3.4 y 3.5 se midieron los espesores de cada uno de los sistemas haciendo uso del medidor de espesores portátil marca Extech, que se muestra en la Fotografía 3.2. En las tablas 3.6 y 3.7 se muestran los espesores promedios de cada una de las placas con diversos tratamientos superficiales.

Para la tabla 3.6 se muestran los espesores promedios de todos los sistemas que fueron sometidos a pruebas de espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS).



Fotografía 3.2 Medidor de espesores promedio

Tabla 3.6 Espesor promedio del recubrimiento colocado en las celdas electroquímicas

SISTEMA		PROMEDIO [μm]
Sol-gel 1 capa + 5 capas de pintura acrílica	Lijada	31.75
	Acabado de Llegada	35.05
	Sandblasteo	33.4
Primario comercial 1 capa + 5 capas de pintura acrílica	Lijada	33.2
	Acabado de Llegada	34.1
	Sandblasteo	33.3
Sólo 5 capas de pintura acrílica	Lijada	23.85
	Acabado de Llegada	23.5
1 Capa de sol-gel	Lijada	1.5
	Acabado de Llegada	0.7
	Sandblasteo	26
1 Capa de primario comercial	Lijada	1.8
	Acabado de Llegada	1
	Sandblasteo	26.7

La tabla 3.7, muestra el valor promedio de los espesores de las muestras que fueron enviados a la cámara de niebla salina, cada resultado se muestra en la última columna de la tabla.

Tabla 3.7 Pruebas que fueron colocadas bajo tratamiento de corrosión por cámara de medios salinos

SISTEMAS PARA CÁMARA DE NIEBLA SALINA		PROMEDIO [μm]
Pruebas de referencia en sustratos metálicos (Blancos)	Lijada	0
	Acabado de Llegada	0
	Sandblasteo	0
Sol-gel 1 capa + 5 capas de pintura acrílica	Lijada	15.6
	Acabado de Llegada	15.45
	Sandblasteo	32.6
Primario comercial 1 capa + 5 capas de pintura acrílica	Lijada	6.4
	Acabado de Llegada	12.8
	Sandblasteo	32.5

Los sistemas descritos en la tabla 3.6 se llevaron a cortar a las instalaciones del Centro de Ciencias Aplicadas al Desarrollo Tecnológico (CCADET), con ayuda de la cortadora de chorro de agua que se muestra en la fotografía 3.3. Las dimensiones a las cuales se ajustaron para la realización de las diversas pruebas tanto electroquímicas como de adherencia que se describen más adelante, fueron de cuadrados de 2.5X2.5 cm, teniendo de esta manera un total de 9 partes por cada uno de los sistemas.

Tras estos cortes se realizaron las pruebas que se mencionan a continuación.



Fotografía 3.3 Cortadora de agua de las instalaciones del CCADET

3.4 PRUEBAS ELECTROQUÍMICAS DE CORROSIÓN (IMPEDANCIA)

Las muestras de aluminio se colocaron en la parte media de una celda de acrílico, fijándola por medio de un tornillo que ajustó cada placa en el centro de la celda, la cual cuenta con una abertura circular con un área de 1.3899 cm^2 . Se le introdujo una solución salina en la celda, el electrolito usado se trató de una solución salina acuosa de NaCl al 0.1 M fotografía 3.4.

Las pruebas electroquímicas fueron efectuadas en el potencióstato ACM Instruments descrito en la fotografía 3.4 (a). Todas las celdas estuvieron dentro de una celda de Faraday de acero, para con ello evitar interferencias del medio ambiente. En la fotografía 3.4 (b) se muestra la colocación de cada uno de los elementos que conforman las pruebas de corrosión así como las configuraciones que se tuvieron en cuenta para llevar a cabo cada una de las pruebas de impedancia.

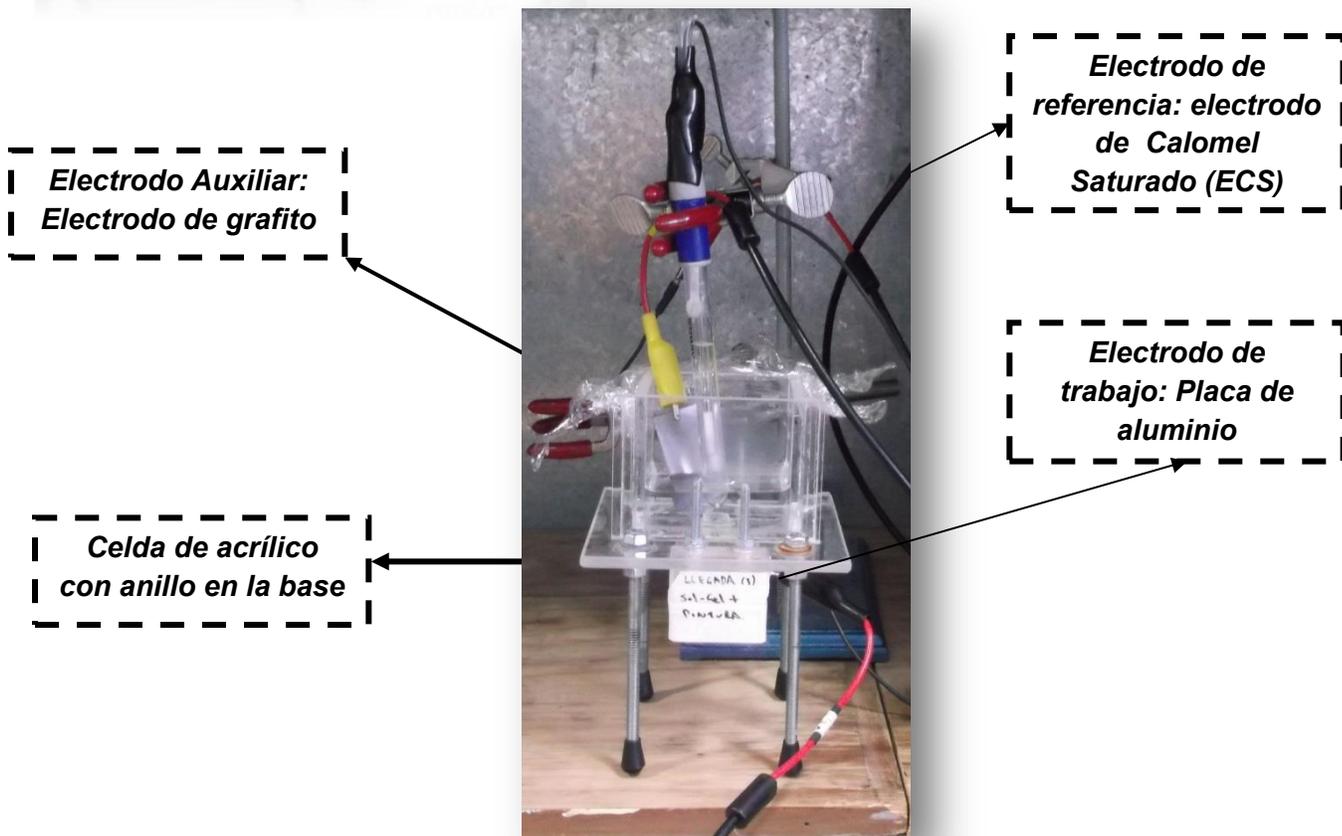
Las pruebas de impedancia se efectuaron en tiempos de 0, 24, 72, 396, 512 y 696 horas, en las gráficas del capítulo 4 únicamente se observan para las medias de 24 y 696 horas pues éstas muestran la comparación más apropiada para la comparación del sol-gel y el primario.

Condiciones experimentales para la prueba de impedancia:

- Software: ACM Sequencer versión 5.1.4
- Frecuencia de 10^4 hasta 10^{-1} Hz
- 51 lecturas por prueba
- Amplitud: 10 mV/RMS



Fotografía 3.4 (a) Potenciostato ACM Instruments



**Electrodo Auxiliar:
Electrodo de grafito**

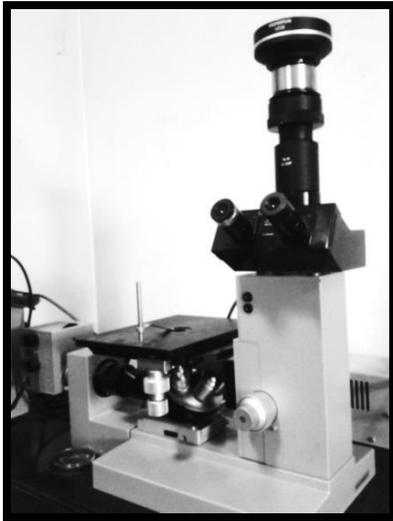
Electrodo de referencia: electrodo de Calomel Saturado (ECS)

Electrodo de trabajo: Placa de aluminio

Celda de acrílico con anillo en la base

Fotografía 3.4 (b) Montaje de la celda electroquímica

3.5 OBSERVACIÓN DE PRUEBAS BAJO MICROSCOPIO ÓPTICO



Fotografía 3.5 Microscopio óptico

Las placas de aluminio luego de haber sido sometidas bajo pruebas de espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS), fueron colocadas bajo el microscopio óptico, con el fin de buscar ataques por picaduras sobre los sistemas. Cada sistema fue observado con objetivos 5x, 10x y 20x. Dichos enfoques sólo se tuvieron en cuenta a lo largo del área circular de exposición con el medio salino. En la fotografía 3.5 se muestra el microscopio usado en las pruebas.

3.6 PRUEBAS DE ADHERENCIA



Fotografía 3.6 Equipo portátil para pruebas de adherencia Elcomter 106 Adhesion Tester

Las pruebas de adherencia o de Pull-Off, fueron realizadas usando el equipo **Elcometer 106 Adhesion Tester**.

Se fijaron cinco pruebas de los sistemas descritos en la tabla 3.4, en probadores, por medio de un pegamento que se formuló con la mezcla homogénea de dos pegamentos epóxicos marca Araldite®. La mezcla resultante se fijó perpendicularmente a la cara del probador, la cual fue tratada por medio de lija grado 220 para que no existiera ningún plano que pudiera ocasionar un desprendimiento incorrecto del recubrimiento. Se dejó secar el pegamento y luego de cuatro días se desprendió el recubrimiento con ayuda del equipo de Pull-off que se muestra en la Fotografía 3.6, midiendo el esfuerzo de desprendimiento de los sistemas, cuyos valores son reportados en unidades de MPa.

3.7 PRUEBAS DE CÁMARA DE NIEBLA SALINA

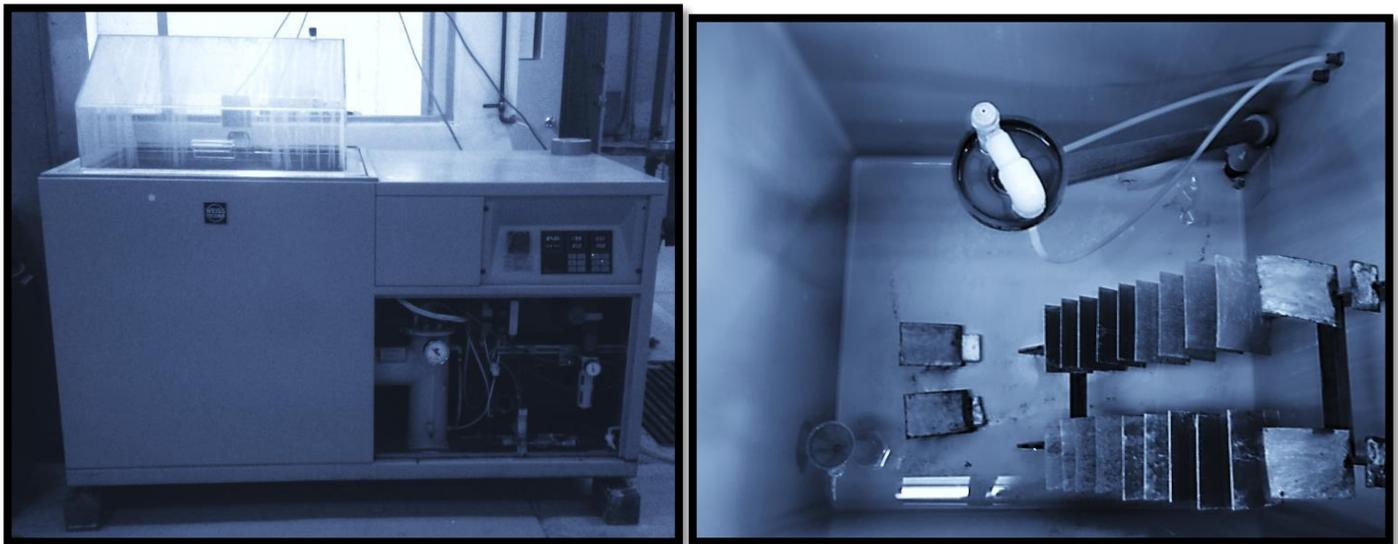
Para esta parte se tomaron las placas expuestas en la tabla 3.5, las cuales conservaron sus dimensiones de 10 x 10 cm. Estas muestras se colocaron dentro de la cámara de niebla salina con espacios de 2.5 cm entre cada placa, con una inclinación de 30°.

Las condiciones a las cuales fueron colocadas se mencionan en la tabla 3.8

Tabla 3.8 Datos de cámara de niebla salina por ensayo

Condición	Valor ajustado
Tiempo de exposición	30 días
Temperatura	35 °C
Presión	14 psi
pH	7.01

Las pruebas se dispusieron dentro de la cámara y se monitorearon (por inspección visual) por un lapso de 24 horas al principio y luego por intervalos de 72 horas durante 30 días. En la fotografía 3.7 se muestra la forma en que fueron colocadas las muestras dentro de la cámara de niebla salina utilizada.



Fotografía 3.7 Equipo de niebla salina a la izquierda y a la derecha la colocación de las muestras dentro de la cámara

La solución salina para esta prueba se preparó disolviendo 1 Kg de cloruro de sodio en 20 L de agua destilada, consiguiendo así una concentración final de 1M, de acuerdo a la Norma ASTM B117-94 [28], que se refiere a la operación de prueba para niebla salina (*Standard Practice for Operating SALT Spray Fog Testing Apparatus*).

El cloruro de sodio usado fue conforme a la norma, libre de níquel (Ni) y de cobre (Cu), que no contenían más de 0.1% de yoduro de sodio y no más de 0.3% de impurezas totales. Dichas especificaciones fueron importantes ya que de haber contenido algún compuesto químico como impureza, éstos podrían haber actuado como catalizadores en las pruebas de corrosión.

Conforme a la misma norma ASTM B117-94 [28]. La disolución salina era atomizada a una temperatura de 35°C, y para medir el pH, se recolectó una parte de la disolución mostrando así un pH de 7.01.

CAPÍTULO 4: ANÁLISIS DE RESULTADOS

4.1 RESULTADOS POR PRUEBAS DE IMPEDANCIA

A continuación se presentan los resultados de las pruebas de impedancia; éstos se analizan por medio de las gráficas que mayor información brindan sobre cada recubrimiento usando los diagramas de Bode y de Nyquist.

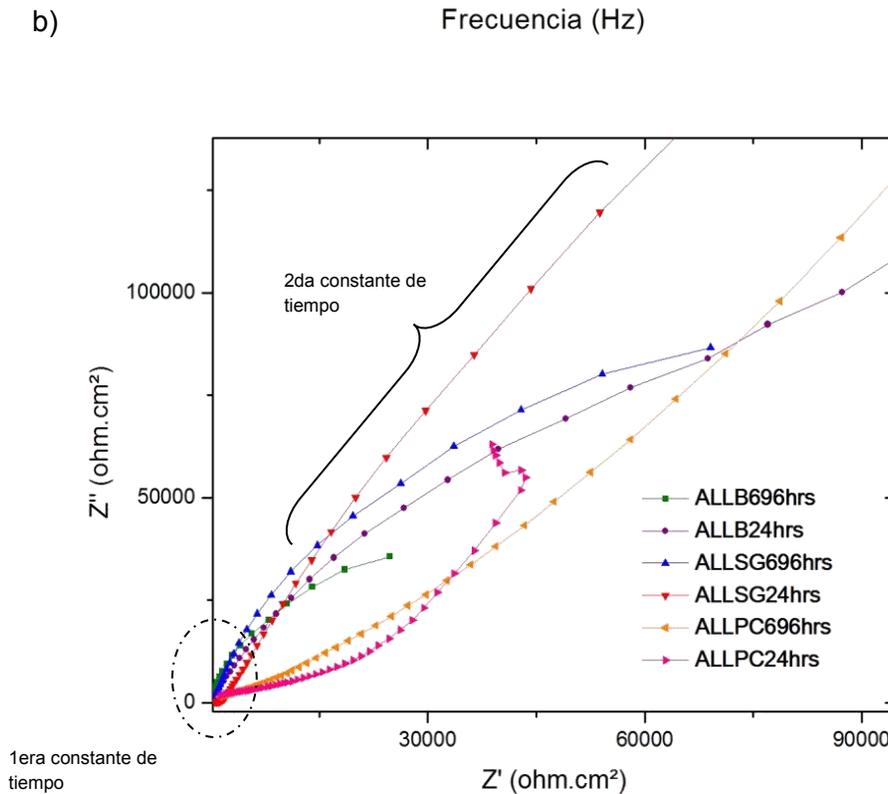
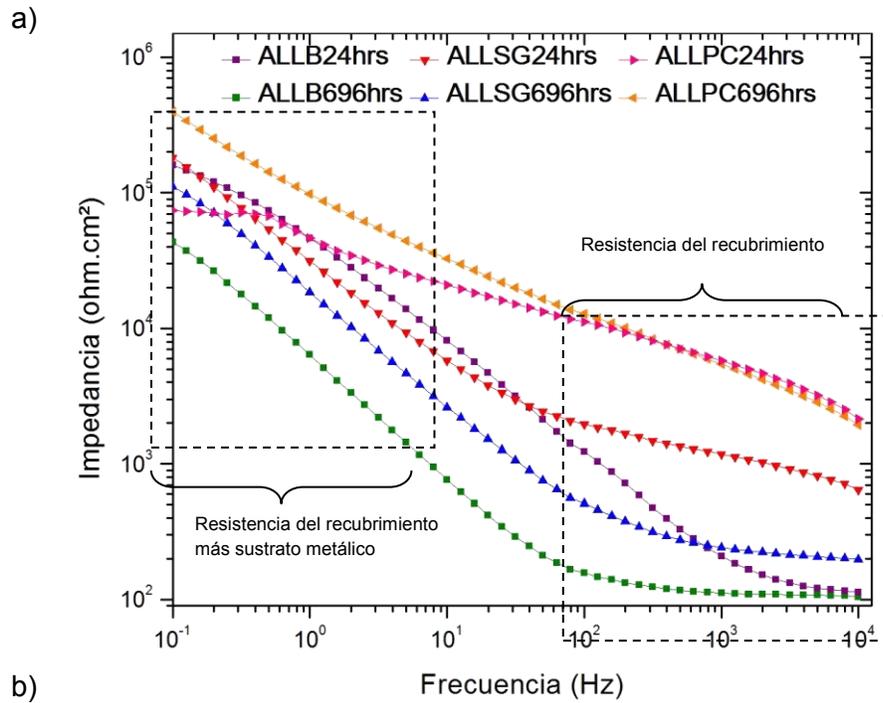
Se usó la nomenclatura de las tablas 3.3 y 3.4 con la adición de 24 y 696 horas según fue el caso para cada recubrimiento y tratamiento.

La interpretación de las gráficas de Bode se leen de derecha a izquierda. Para su interpretación debe verse siempre las líneas que provengan de la parte derecha de la gráfica, entre más altas sean los valores del eje X (Frecuencia) se estará interpretando las propiedades protectoras del recubrimiento y conforme avanza a lo largo de lo alto del eje Y (Impedancia) o bien los valores de frecuencia se vuelven menores, la información que proporcionada será sobre la intercara entre el metal/recubrimiento, es decir, entre mayor sea el módulo de impedancia más efectivo contra la corrosión es el recubrimiento.

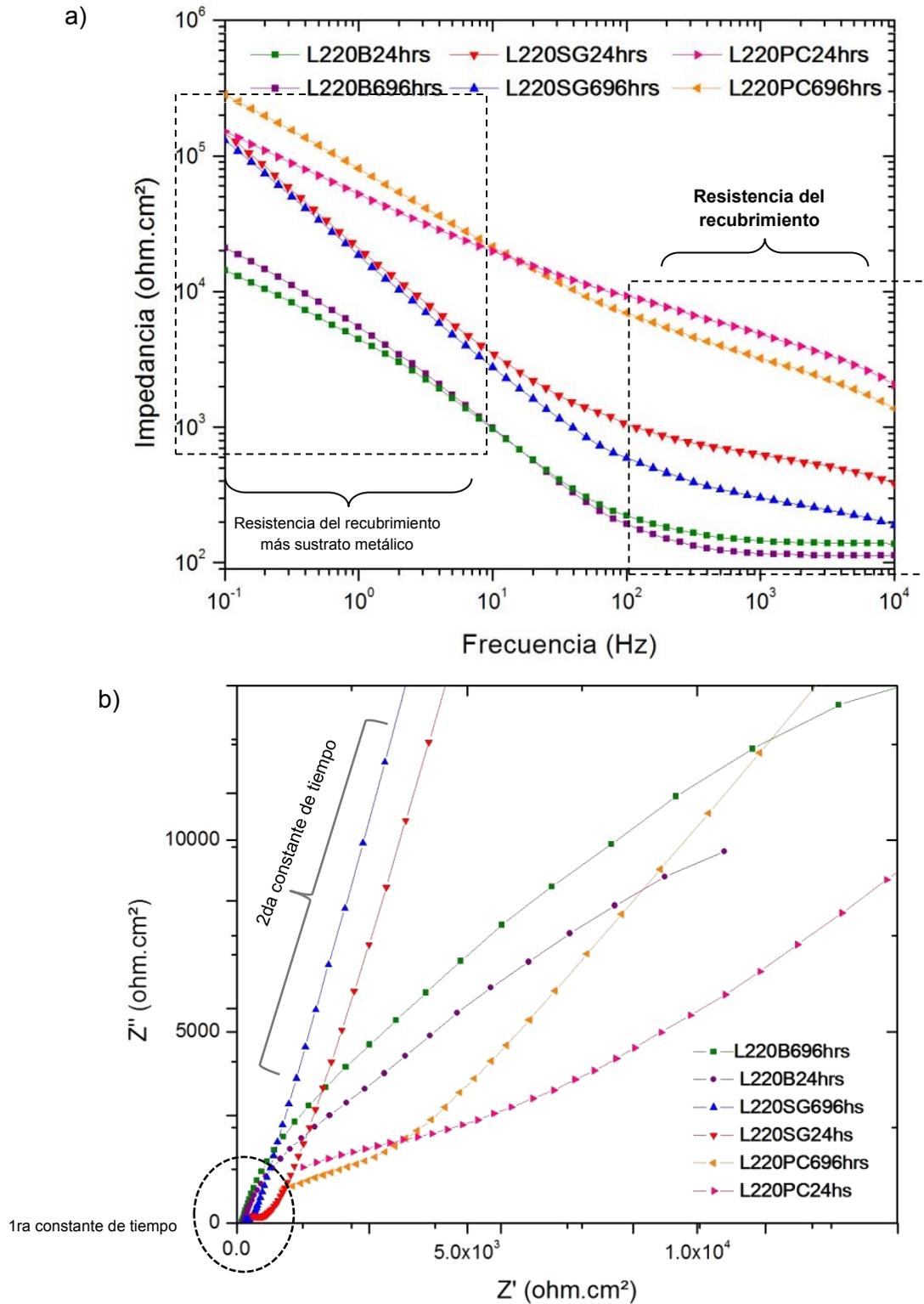
Por otro lado la interpretación de las gráficas de Nyquist se realiza de acuerdo a la curvatura de los semicírculos que generan cada sistema. Entre más cerca se encuentre la curva hacia el eje X (Z'), que representa la parte real del sistema, el mecanismo en cuestión se define o se lee mejor. Si la resistencia total de todo el diagrama de Nyquist en eje X sigue permaneciendo alta, esto indicará que la resistencia total del sistema que incluye la resistencia del recubrimiento más la resistencia de los óxidos de aluminio por debajo de éste, proveerá de un buen sistema de protección.

A continuación se muestran los resultados obtenidos para cada uno de los sistemas. Se comienza con la descripción de los sistemas con una única capa de sol-gel y primario comercial para los diversos tipos de acabados, siguiendo de esta forma hasta llegar a los sistemas multi-capas. Todas las observaciones hacen después de cada resultado.

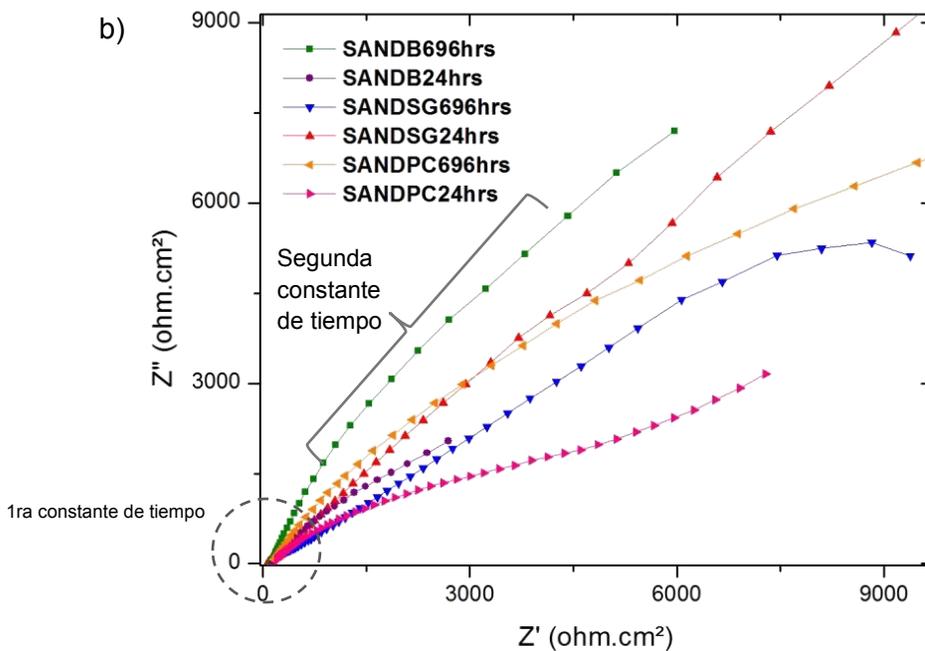
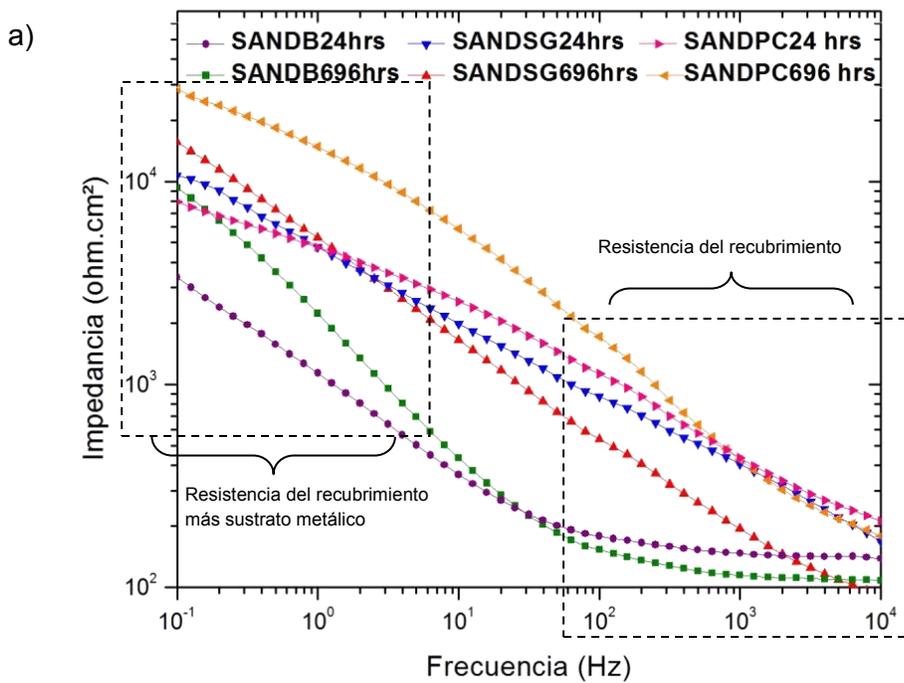
4.1.1 EVALUACIÓN DE SISTEMAS CON UNA CAPA DE RECUBRIMIENTO



Gráfica 4.1 a) Gráfica de Bode y b) Diagrama de Nyquist. Comparación de sol-gel contra primario comercial en tiempos de 24 horas y 696 horas en acabado de llegada.



Gráfica 4.2 a) Gráfica de Bode y b) Diagrama de Nyquist. Comparación de sol-gel contra primario comercial en tiempos de 24 horas y 696 horas en un acabado con lijado 220



Gráfica 4.3 a) Gráfica de Bode y b) Diagrama de Nyquist. Comparación de sol-gel contra primario comercial en tiempos de 24 horas y 696 horas en sandblasteo.

De acuerdo con la gráfica 4.1 del diagrama de Bode se observan los resultados de resistencia obtenidos para cada uno de los sistemas a los que se les aplicó una capa de recubrimiento primaria sobre el sustrato con acabado de llegada. A altas frecuencias ($10^4 - 10^2$ Hz) se observa una primera constante de tiempo asociado a la respuesta del recubrimiento, mientras que a bajas frecuencias (10^2 a 10^{-1} Hz) se va registrando la respuesta del recubrimiento más el sustrato metálico.

Al observar a detalle los resultados puede verse que la muestra del aluminio patrón o blanco representado por líneas de color morado para 24 horas y verde para 696 horas, al no estar protegidas por ninguna capa primaria su efecto ante la corrosión la vuelve mínima comparándola con los sistemas que contienen al menos una capa de primario. De igual forma, a 24 horas el propio aluminio es inclusive mucho más resistente que las que contienen alguna protección, sin embargo, con el paso del tiempo la resistencia en las mismas disminuye. Así mismo se observa que el primario comercial es más resistente que el sol-gel por un orden de magnitud superior (gráfica 4.1), lo que por un lado indica mejores propiedades de protección pero al mismo tiempo se evidencia que el sol-gel presenta un buen desempeño.

Los resultados para las gráficas 4.2 y 4.3, representan los sistemas con los tratamientos superficiales (Lija-220 y Sandblasteo), se observa que la respuesta general para el recubrimiento en ambos sistemas, se obtienen menores resistencias que los obtenidos en el acabado de llegada. Es decir, con estos resultados se está evidenciando que el acabado superficial es de primer orden ya que el desempeño de los primarios está en función de éste. Con los resultados anteriores se verifica que el primario comercial presenta mayor resistencia desde 24 hasta 696 horas.

Cabe señalar que las gráficas de Nyquist de estos mismos sistemas presentan una tendencia similar comparada con lo obtenido en Bode. Es necesario precisar que mientras más amplio sea el semicírculo, mayor será la resistencia del o de los procesos, es decir, las dos constantes de tiempo identificadas en el diagrama de Bode también se pueden identificar en el diagrama de Nyquist pero de diferente forma ya que en Nyquist se grafica Z' vs. Z'' y no frecuencia.

Por lo anterior, las líneas de colores rojo y azul que representan los sistemas con una capa de sol-gel para tiempos de 24 y 696 horas respectivamente, muestran un comportamiento intermedio entre el blanco (metal desnudo) y el primario comercial

En la gráfica 4.3 la tendencia del sol - gel muestra un comportamiento similar con el primario comercial, lo que indica que para el acabado que proporciona el sandblasteo, la adherencia o el perfil de anclaje de ambos primarios son similares

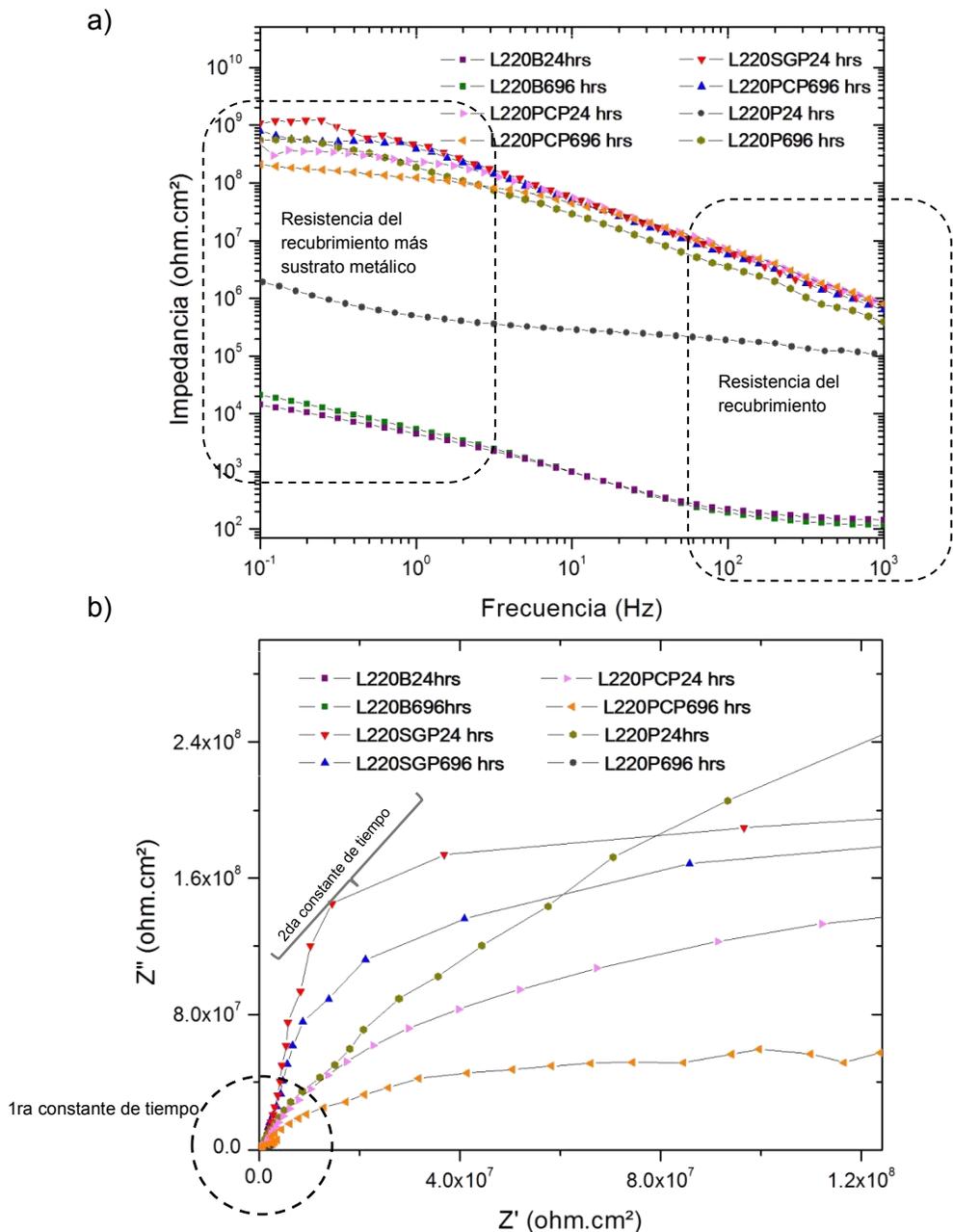
al sustrato metálico aún y a 696 horas de ensayo. Estos resultados son notablemente importantes ya que como se comentó anteriormente, el acabado superficial determina el desempeño de la resistencia del recubrimiento, por lo que la selección de un acabado superficial incorrecto repercutiría en una evaluación electroquímica de los recubrimientos. Este mismo comportamiento se exhibe en los resultados mostrados por el diagrama de Nyquist en que el desarrollo de los semicírculos (constante de tiempo) correspondientes al metal recubierto y al sistema completo, son similares entre los primarios. Como cabría esperar el metal desnudo (blanco) presenta los valores más bajos de resistencia durante todo el ensayo.

Como puede verse para los tres sistemas al parecer el mejor recubrimiento es el **primario comercial**, sin embargo, esto puede deberse a diversos factores: a) primeramente el espesor que genera una capa de sol-gel es ligeramente menor comparado con este espesor de recubrimiento comercial (*Lijada 220 con sol-gel: 1.5 μ m, Acabado de llegada con so –gel: 0.7 μ m, Sandblasteo con sol–gel: 26 μ m comparando Lijada 220 con Primario comercial: 1.8 μ m, Acabado de llegada con Primario comercial: 1 μ m, Sandblasteo con Primario comercial: 26.7 μ m*) por lo anterior y de acuerdo al Anexo II, b) la formulación del primario comercial contiene un ion metálico de cromo que le confiere un efecto inhibitor mayor al proporcionado por el primario sol-gel que no tiene ningún tipo de inhibitor.

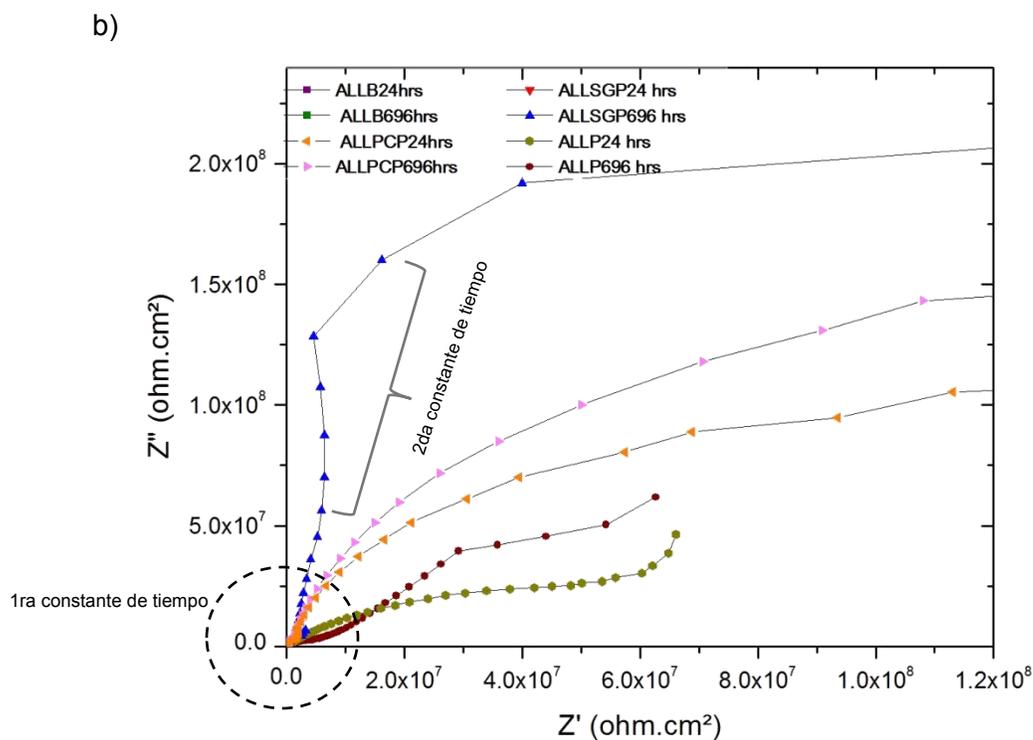
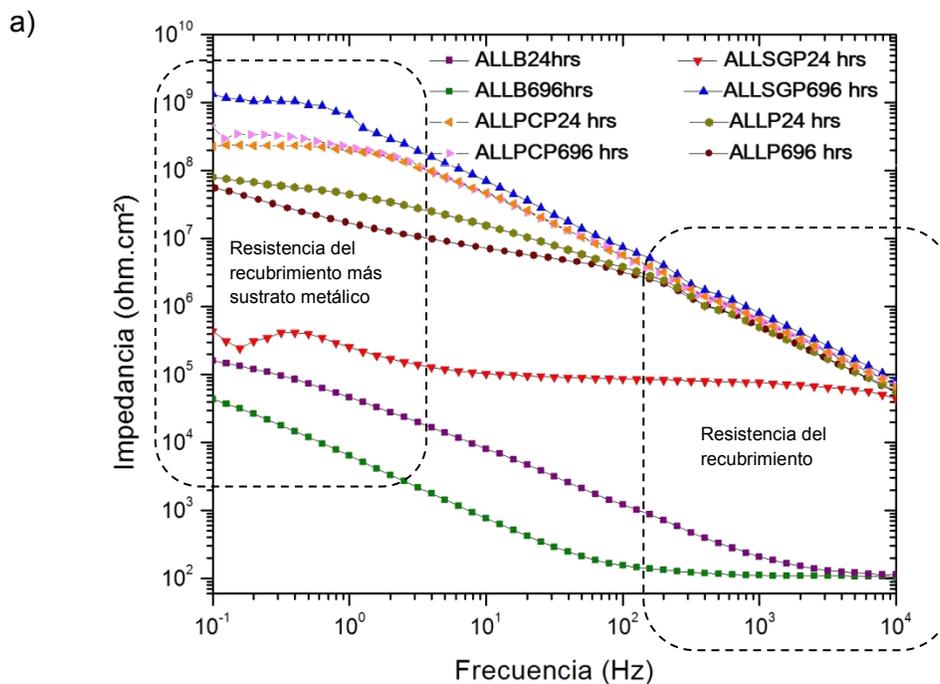
El objetivo de introducir el primario sol-gel es con la intención de eliminar precisamente compuestos altamente tóxicos como compuestos con cromo que por regulación ambiental están prohibidos. Por lo tanto, tomando en cuenta que el sol-gel no tiene ningún compuesto inhibitor, se puede establecer que su desempeño frente al primario comercial es altamente satisfactorio.

4.1.2 EVALUACIÓN DE SISTEMAS CON UNA CAPA DE RECUBRIMIENTO Y CINCO CAPAS DE PINTURA

A continuación se muestran los sistemas con un recubrimiento de protección primaria y con cinco capas de pintura comercial, las observaciones de las mismas se ven luego de las gráficas para los tres distintos tratamientos superficiales.

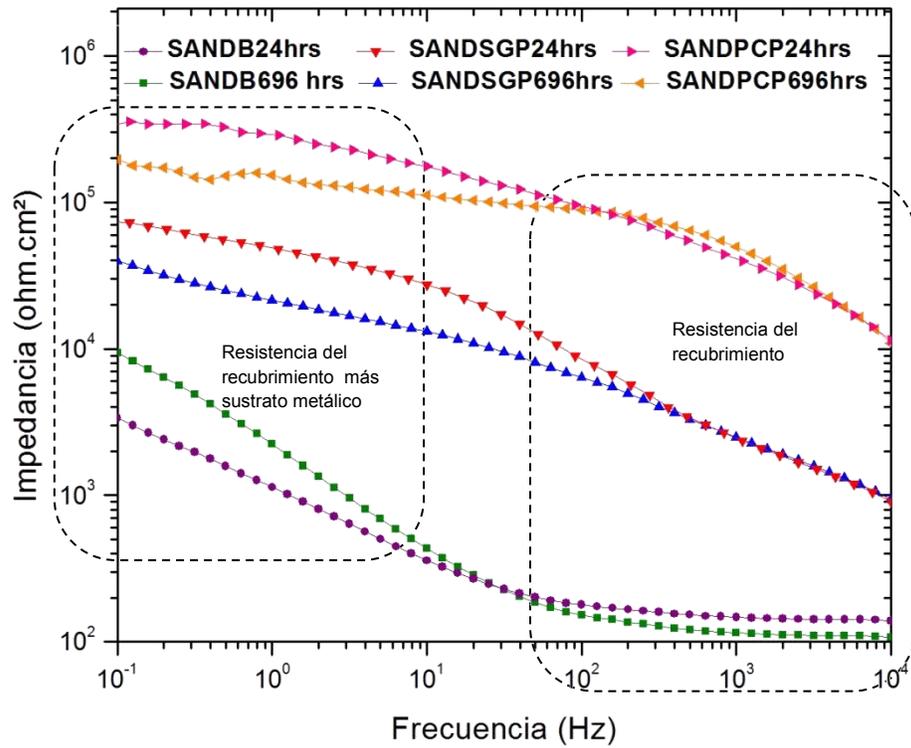


Gráfica 4.4 a) Gráfica de Bode y b) Diagrama de Nyquist. Comparación de sol- gel contra primario comercial con cinco capas de pintura en tiempos de 24 horas y 696 horas en un acabado de lijado 220

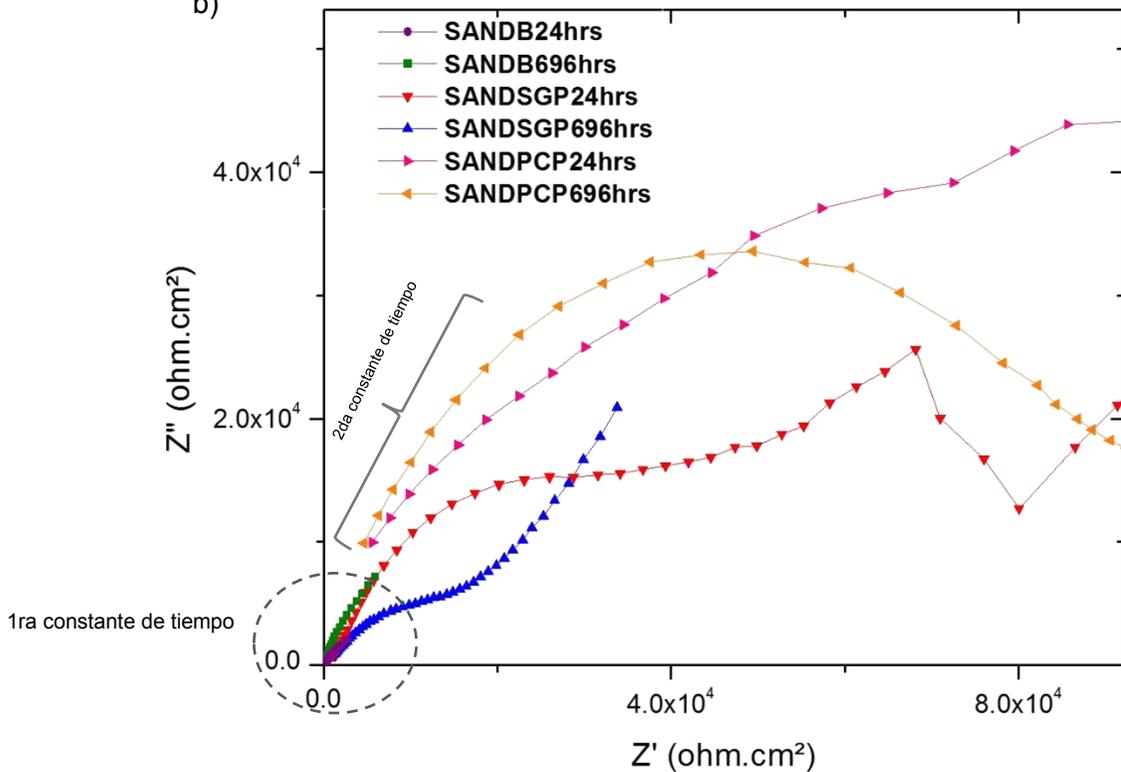


Gráfica 4.5 a) Gráfica de Bode y b) Diagrama de Nyquist. Comparación de sol-gel contra primario comercial con cinco capas de pintura en tiempos de 24 horas y 696 horas en acabado de llegada

a)



b)



Gráfica 4.6 a) Gráfica de Bode y b) Diagrama de Nyquist. Comparación de sol-gel contra primario comercial con cinco capas de pintura en tiempos de 24 horas y 696 horas en sandblasteo

Los sistemas expuestos en las gráficas 4.4 a la 4.6 como se describió al principio, son todos aquellos a los cuales además de agregarles una capa de primario comercial o de sol-gel se les añadieron también cinco capas de pintura comercial que es la forma en cómo se pintan los sistemas automotrices actuales. Las líneas de color café y vino en las gráficas 4.4 y 4.5 muestran el comportamiento obtenido de sistemas que sólo contaban con las cinco capas de pintura comercial, es decir, no tenían ningún tipo de primario.

Inicialmente puede notarse que, para el caso de los tres diferentes tratamientos superficiales en el diagrama de bode, los sistemas de las líneas color morado y verde muestran el comportamiento mostrado por el sustrato metálico (blanco) a los tiempos de 24 y 696 horas, respectivamente. De estos resultados se puede observar que estos tres tratamientos se encuentran por debajo de todos los demás sistemas, como era de esperarse, ya que al no contar con una protección de alguna clase, con el paso del tiempo la corrosión avanzó significativamente dando valores de resistencia muy bajos ($\approx 10^2$ ohm-cm²). Así mismo, en los diagramas de Nyquist, puede notarse de igual manera que el semicírculo es muy pequeño lo que indica una cinética de corrosión mínima.

La gráfica 4.4 muestra a los sistemas con tratamiento de lijado 220, se aprecia que tanto para el sistema de sol-gel más pintura comercial así como para el sistema de primario comercial más pintura comercial, el comportamiento de altas hasta bajas frecuencias es muy similar. Esto indica que los valores de resistencia de recubrimiento y valores totales de recubrimiento más sustrato metálicos son muy parecidos inclusive hasta las 696 horas de ensayo. Por debajo de estos dos sistemas se muestra el comportamiento de la capa de pintura comercial sin ningún tipo de primario.

Los resultados anteriores demuestran dos aspectos muy importantes: a) la incorporación de un primario proporciona un aumento de resistencia al sistema y b) que la incorporación tanto del sol-gel como primario, como del primario comercial con pintura comercial proporcionan los mismos niveles de protección a la corrosión. Demostrando que el sol-gel, si bien de forma aislada no proporciona mejores resistencias a la corrosión, si lo hace al combinarse con la pintura comercial, lo que permite que compita con el primario comercial, con la ventaja exclusiva de no tener ningún tipo de sustancia tóxica al medio ambiente.

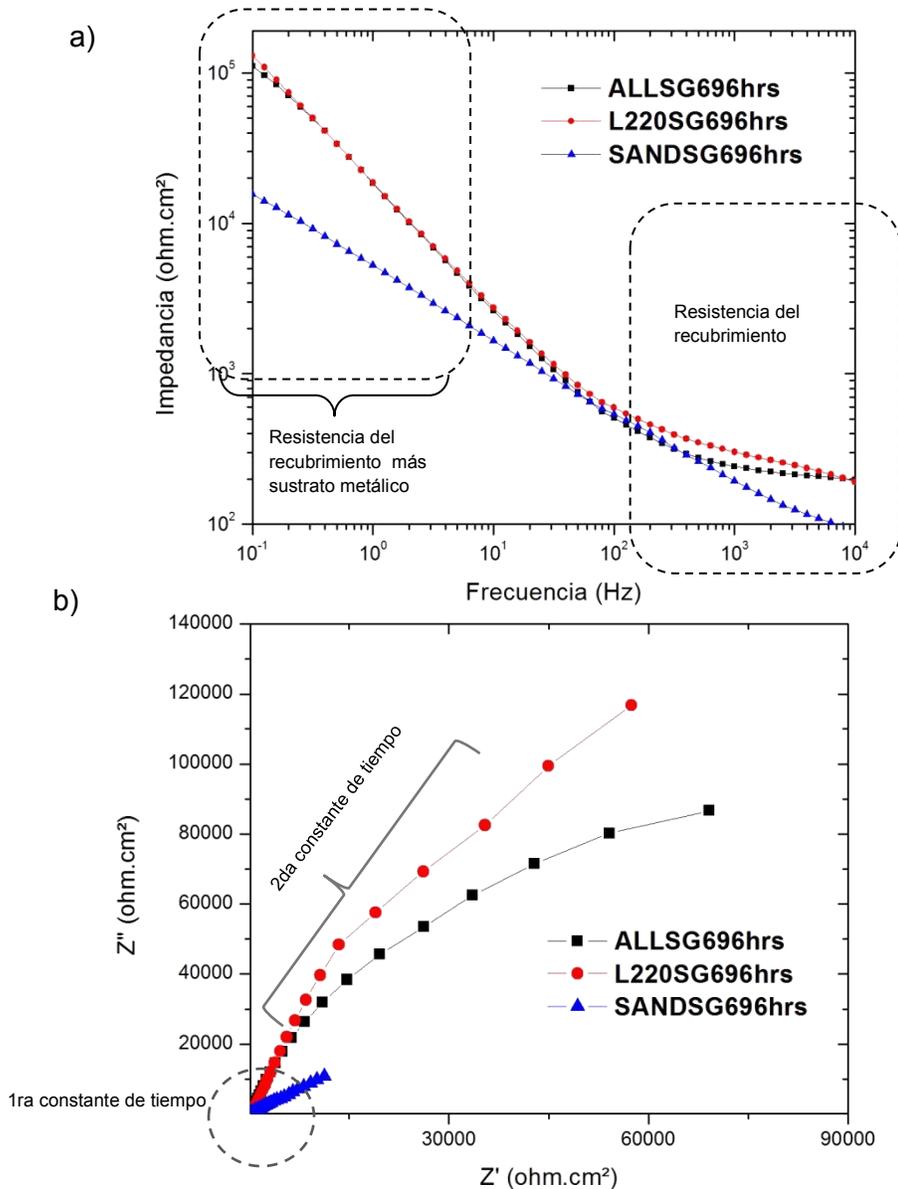
Los diagramas de Nyquist de la gráfica 4.4 muestran que a bajas frecuencias todos los sistemas mencionados presentan altos valores de resistencias con diámetros de semicírculos similares, lo que corrobora los resultados de Bode.

Por otro lado, la gráfica 4.5 muestra los resultados de los mismos sistemas anteriores pero con acabado de llegada. Se puede apreciar que este acabado superficial disminuye la resistencia a la corrosión de todos los sistemas casi un orden de magnitud. Resulta interesante notar que el sistema de sol-gel más pintura resultó ser entre todos los sistemas el mejor a 696 h de ensayo. Así mismo, se puede ver que a partir de 100 Hz hasta 0.1 Hz la respuesta electroquímica no presenta esa linealidad que se exhibió en el sistema de lijado 220, lo que indica que el grado de protección de todo el sistema es variable y más vulnerable al NaCl 0.1 M, es decir, con este acabado superficial el aluminio se corroe más rápido que en el acabado de llegada. Este mismo comportamiento se presenta en Nyquist donde la dispersión de datos a bajas frecuencias respalda la protección variable del sistema del aluminio.

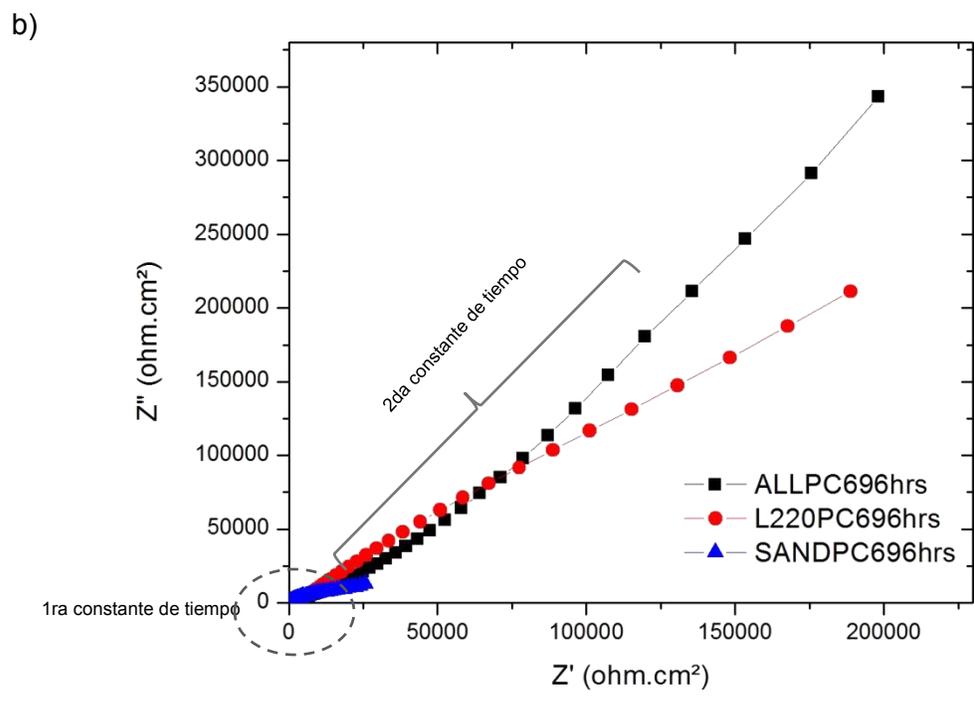
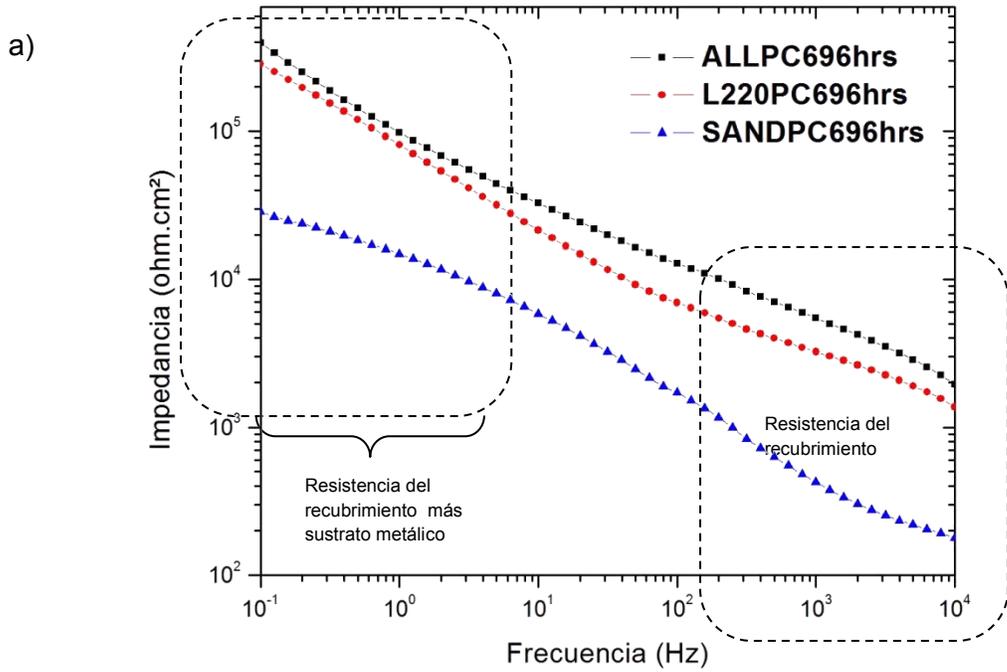
Finalmente los datos de la gráfica 4.6 que representan los sistemas con acabado de sandblasteo, muestran un desempeño electroquímico inferior a los mostrados con anterioridad. Es de llamar la atención cómo las resistencias obtenidas son tan diferentes para cada sistema lo que corrobora que este tipo de acabado sea perjudicial para una buena adherencia de los sistemas. Las bajas resistencias, también se aprecian en el diagrama de Nyquist.

4.1.3 ANÁLISIS DE LOS SISTEMAS DE ACUERDO AL TIPO DE TRATAMIENTO SUPERFICIAL

En este tratamiento se busca delimitar que sistema tuvo un mejor comportamiento de acuerdo al tipo de tratamiento superficial al que se expuso y en la mayor cantidad de tiempo, que para este caso fue de 696 horas de exposición. Se presentan diversas gráficas



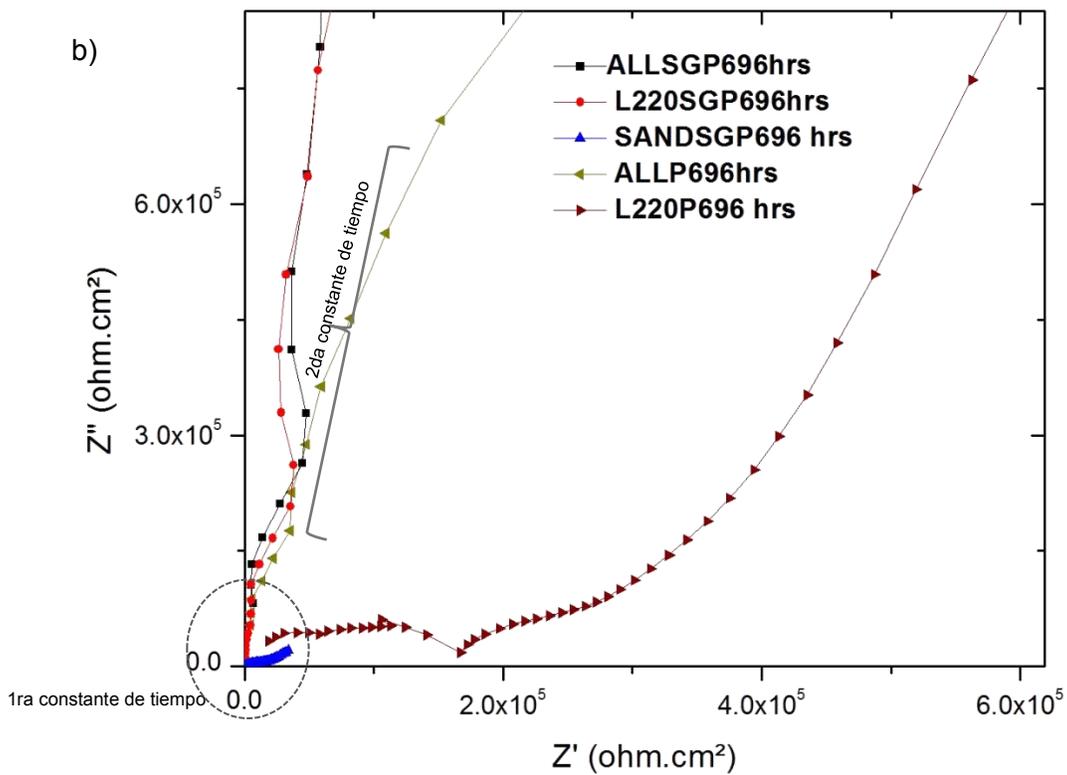
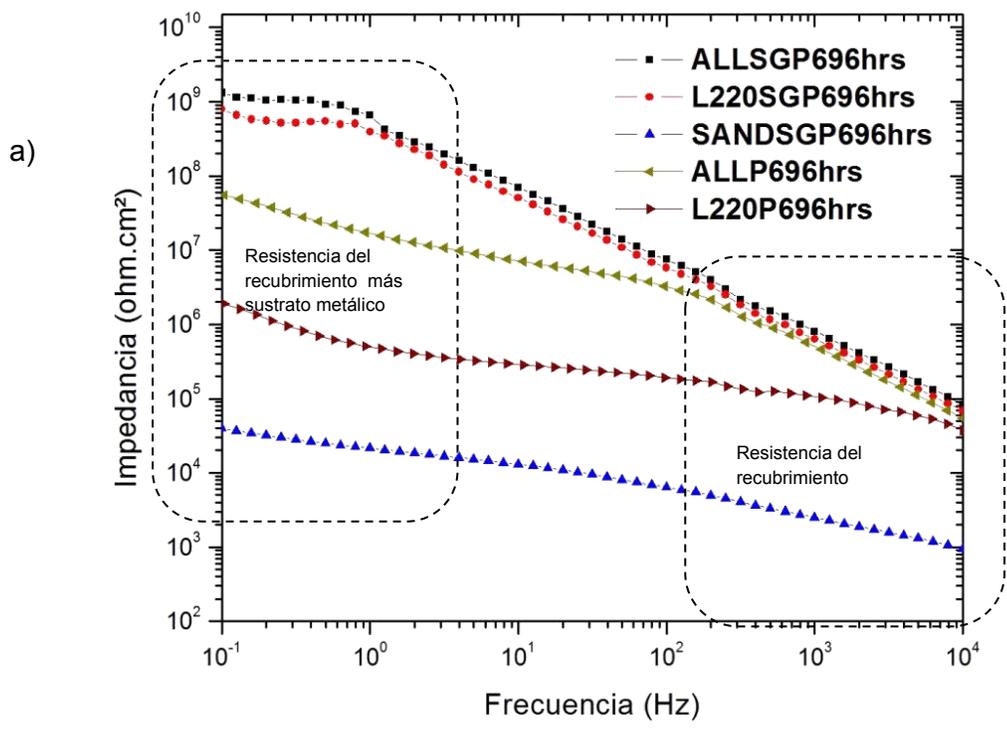
Gráfica 4.7 a) Gráfica de Bode y b) Diagrama de Nyquist. Comparación de sol-gel con diversos tratamientos superficiales a 696 horas



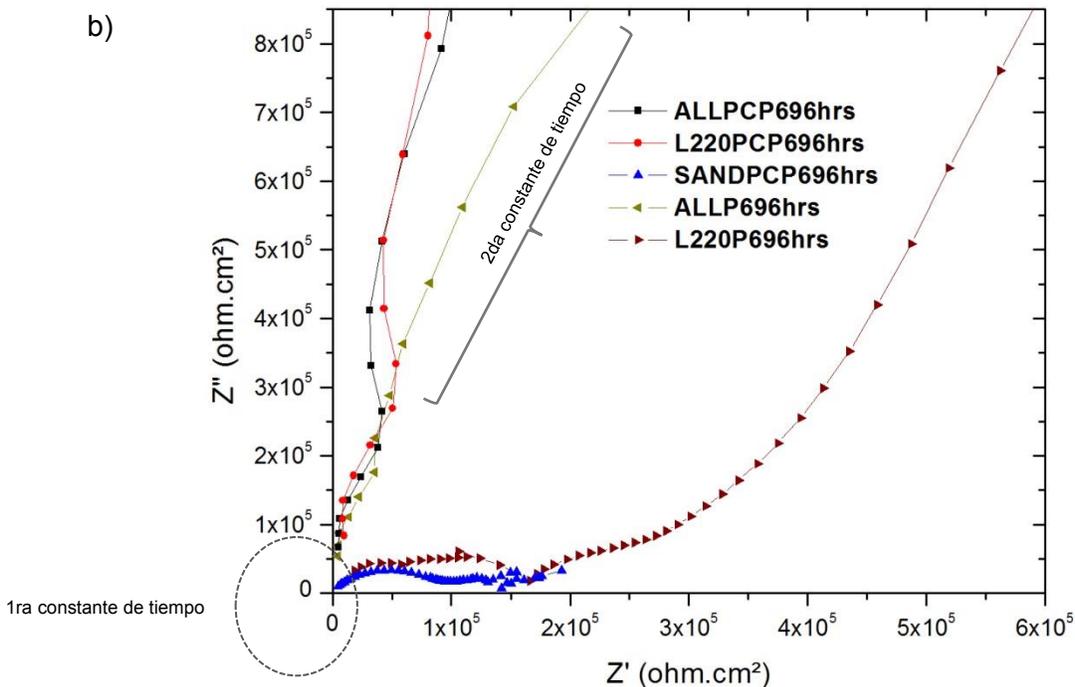
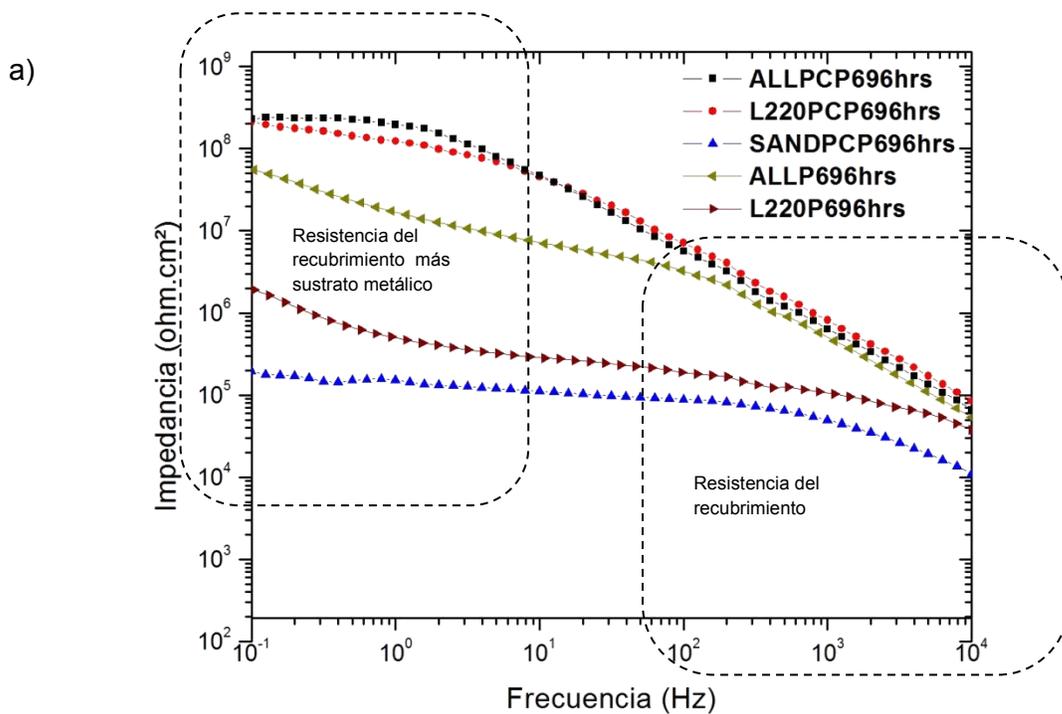
Gráfica 4.8 a) Gráfica de Bode y b) Diagrama de Nyquist. Comparación del primario comercial con diversos tratamientos superficiales a 696 horas

Las gráficas 4.7 y 4.8 muestran el comportamiento electroquímico de los dos recubrimientos primarios evaluados ahora. La respuesta del tratamiento superficial demuestra que a altas frecuencias (10^4 Hz- 10^2 Hz), que el mejor tratamiento superficial para el sol-gel, es el lijado 220 junto con el acabado de llegada. Conforme decrece el rango en frecuencias y se llega a 0.1 HZ, se corrobora que el mejor tratamiento es ligeramente mejor el lijado 220. Lo que se constata inmediatamente al ver la segunda constante de tiempo del diagrama de Nyquist, la que muestra un semicírculo más abierto, y que nos indicando una velocidad de corrosión menor comparada con los sistemas de acabado de llegada y sandblasteo.

La gráfica 4.8, muestra la respuesta del recubrimiento comercial observándose claramente que el mejor tratamiento superficial para este es el acabado de llegada, pues tiene un valor ligeramente mayor a bajas frecuencias que el valor de impedancia (3×10^5 ohm.cm²) comparado con el valor de impedancia del tratamiento lijado 220 (2×10^5 ohm.cm²). Además se constata con la tendencia de la línea color rojo, del diagrama de Nyquist que muestra ser la del semicírculo mayormente pronunciado.



Gráfica 4.9 a) Gráfica de Bode y b) Diagrama de Nyquist. Comparación de sol-gel más pintura comercial con diversos tratamientos superficiales a 696 horas



Gráfica 4.10 a) Gráfica de Bode y b) Diagrama de Nyquist. Comparación de primario comercial más pintura comercial con diversos tratamientos superficiales a 696 horas

Tal y como se observa en las gráficas 4.9 y 4.10, los distintos tratamientos superficiales con primario comercial más cinco capas de pintura adicional obtuvieron distintos resultados. Es de notarse que en el caso del recubrimiento primario sol-gel, tiene una mejor respuesta en el tratamiento de acabado de llegada a 696 horas, y se constata en la gráfica 4.9, aunque según se observa entre los sistemas de acabado de llegada y lijada 220 parecen tener una buena respuesta entre frecuencias del orden de 10^4 hasta 10^2 , sin embargo para frecuencias bajas en el orden de 10^{-1} presenta para sol-gel en acabado de llegada una mejor respuesta que en lijada 220. Este resultado se comprueba con ayuda del diagrama de Nyquist que muestra justamente a las líneas negro y rojo que representan los sistemas de acabado de llegada y lijada 220 teniendo una mayor pronunciación de su curva comparadas con el resto de los sistemas. Así mismo, se corrobora en la gráfica 4.5 que el mejor recubrimiento comparándolo inclusive con el primario resultó ser el sistema que contenía sol-gel.

La gráfica 4.10, es muy similar en cuanto al comportamiento de la gráfica 4.9 que evalúa la mejor respuesta del primario comercial con pintura en los diferentes tipos de tratamientos. De acuerdo a lo que se puede observar es de notarse que también se presenta mejor respuesta de resistencia a la corrosión para los tratamientos de acabado de llegada y lijada 220 en la zona a bajas frecuencias. Estos resultados presentan tendencias muy similares, pero conforme la frecuencia decrece, y toma el valor de magnitud de 10^{-1} , se forma una diferencia mínima entre ambos, dejando ver difícilmente por encima a los sistemas de acabado de llegada. Observando estos valores con el diagrama de Nyquist también se nota un aumento en los semicírculos de estos dos sistemas, con lo que comprueba su tendencia.

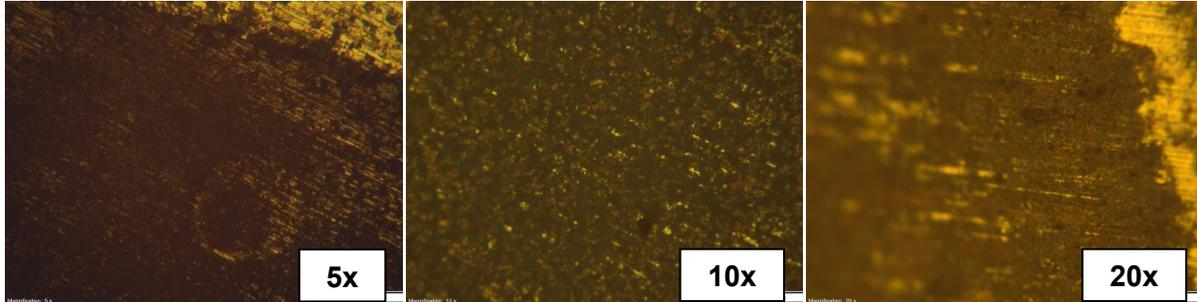
De igual forma puede verse que el sistema que únicamente contiene pintura comercial parece claramente mejor en acabado de llegada que lijado; así mismo, en estas gráficas se verifica el bajo desempeño electroquímico que muestran los sistemas con el tratamiento de sandblasteo.

Este último análisis esclarece de mejor manera cuál de los tres tratamientos superficiales presentan una mejor respuesta a la velocidad de corrosión ocurrida por el medio salino. Los sistemas con una capa de primario más cinco capas de pintura fueron los mejores con acabado de llegada, tanto para el sol-gel como para primario comercial.

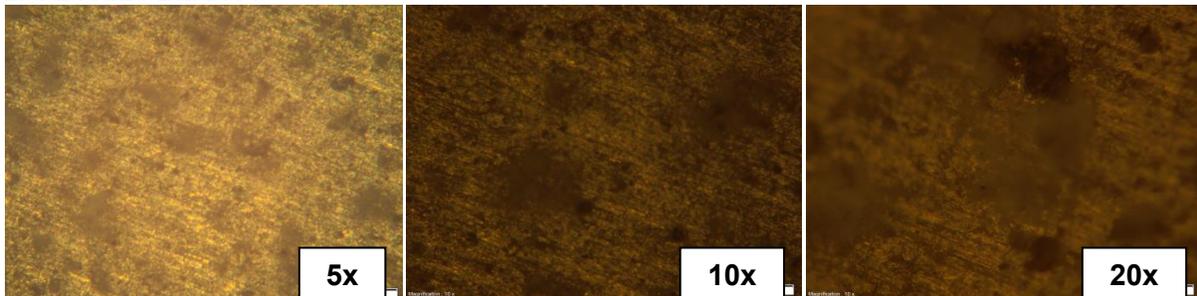
4.2 OBSERVACIÓN DE PRUEBAS ELECTROQUÍMICAS BAJO MICROSCOPIO

Después de las pruebas electroquímicas las muestras fueron observadas bajo el microscopio óptico, fijándolas justo en el área donde se realizó la prueba electroquímica con el fin de observar el desgaste y deterioro del sistema.

ACABADO DE LLEGADA BLANCO



LIJADA 220 BLANCO



SANDBLASTEO BLANCO

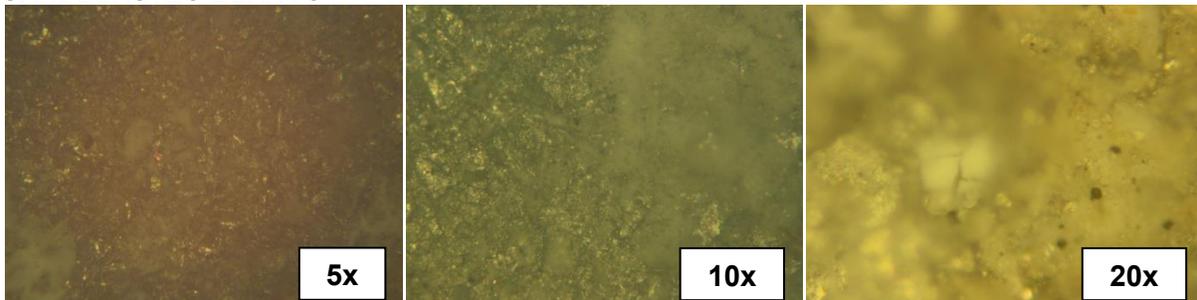
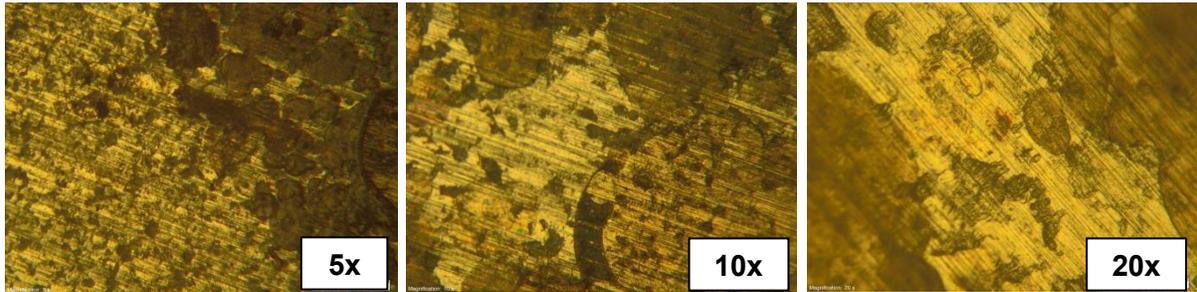


Figura 4.1 Sistemas en blanco pruebas observadas bajo microscopio

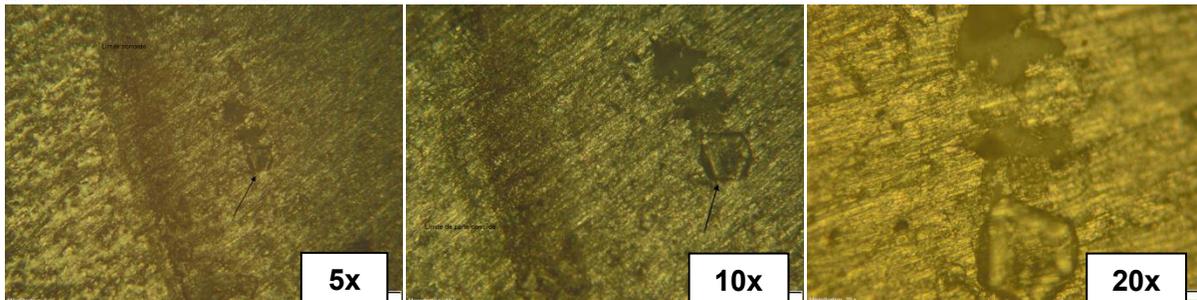
Como se aprecia en las imágenes anteriores el acabado de sandblasteo presenta los sistemas con mayor grado de corrosión ya que al tener productos de corrosión voluminosos resulta mucho más difícil enfocar la muestra por la diferencia de deterioro. Así mismo en este acabado se observa que las líneas de mecanizado

como producto del sandblasteo no se aprecian de la misma forma, como lo hacen las muestras con acabado de llegada o acabado de lija 220 en las que se pueden observar la dirección de laminación y la dirección de lijado, respectivamente, lo que quiere decir que la corrosión eliminó el patrón del sandblasteo.

ACABADO DE LLEGADA SOL-GEL



LIJADA 220 SOL-GEL



SANDBLASTEO SOL-GEL

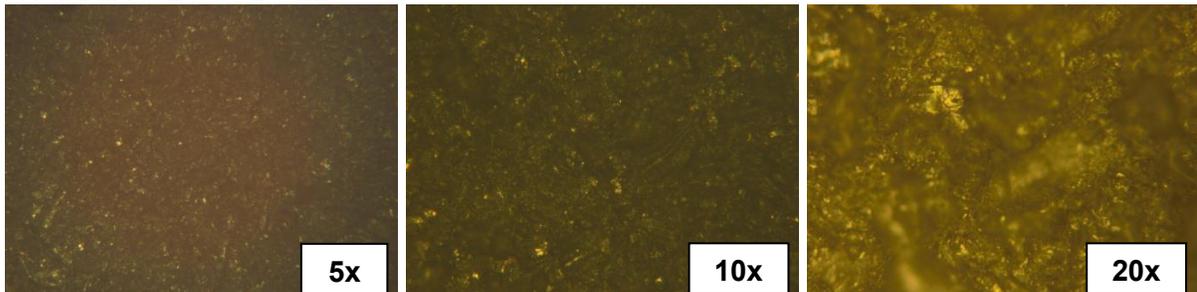
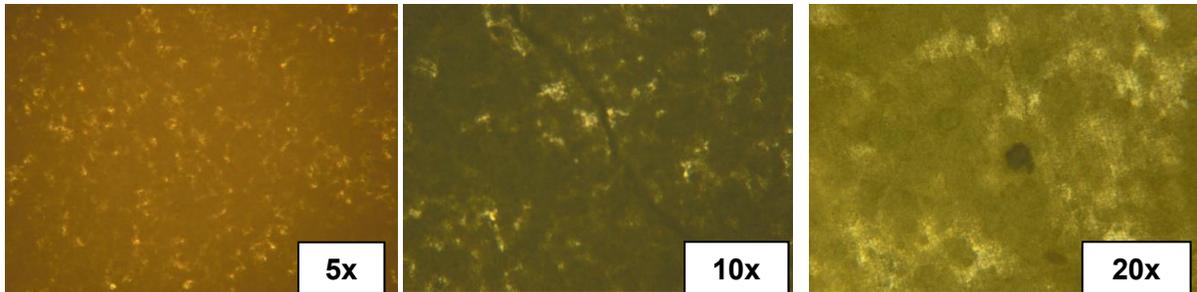


Figura 4.2 *Sistemas con tratamiento de una capa de recubrimiento sol-gel*

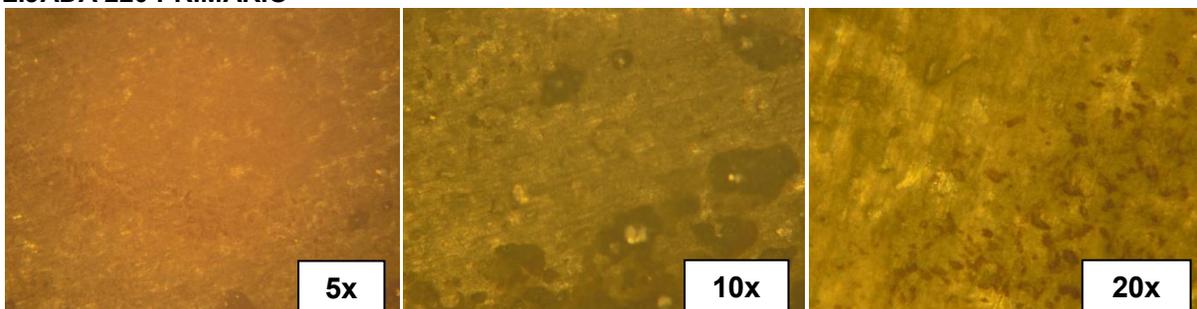
De manera similar al caso anterior se puede apreciar cómo del acabado de llegada al acabado de sandblasteo el aumento del deterioro de la muestra es notable. El sol-gel con acabado de llegada permite apreciar la microestructura del aluminio, así como las líneas de laminado del producto de manufactura. En estas imágenes se observa una incipiente corrosión (manchas negras) en ciertas partes de la muestra. En cambio, en las imágenes que corresponden al acabado de lija

220 se aprecia una corrosión uniforme que cubre toda la superficie en donde los detalles microestructurales del aluminio ya no están claramente visibles. Finalmente el acabado de sanblasteo exhibe que el área de exposición está fuertemente atacada al nivel que no se pudo definir una imagen clara.

ACABADO DE LLEGADA PRIMARIO



LIJADA 220 PRIMARIO



SANDBLASTEO PRIMARIO

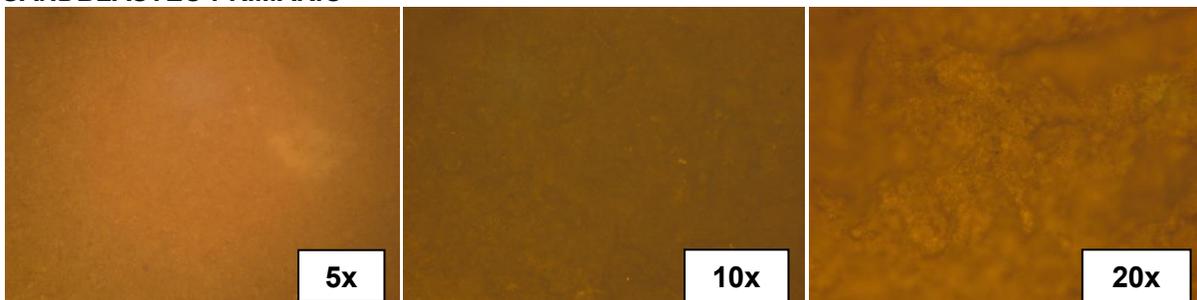
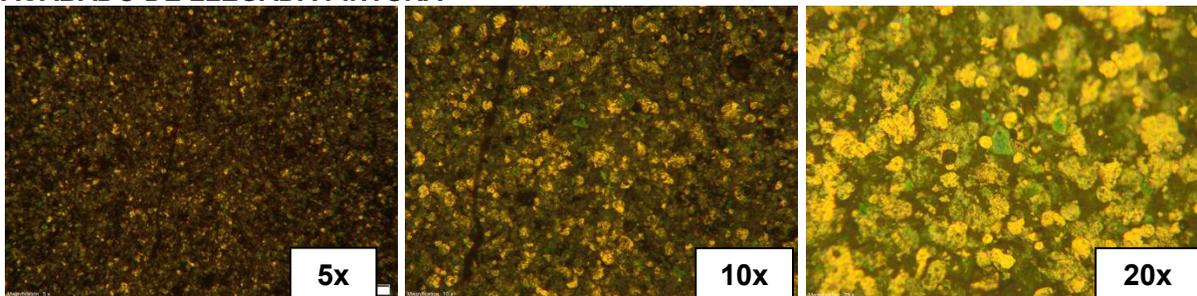


Figura 4.3 *Sistemas con tratamiento de una capa de recubrimiento primario comercial*

Los resultados obtenidos para el caso del primario comercial son diferentes al del sol-gel por el hecho de que no es traslúcido. En el acabado de llegada el primario presenta una morfología uniforme oscura debido al color rojo del primario. En el aumento de 20X se aprecia una mancha negra posiblemente atribuida a un punto de corrosión. En el caso del acabado de lija 220 la muestra exhibe un deterioro

más notable debido al incremento de manchas negras en la superficie. Para el caso del acabado de sandblasteo fue difícil enfocar el primario no tanto por el deterioro del mismo sino más bien por la posible hinchazón que sufrió por la absorción de agua ya que se observan protuberancias tipo burbujas en toda la superficie.

ACABADO DE LLEGADA PINTURA



LIJADA 220 PINTURA

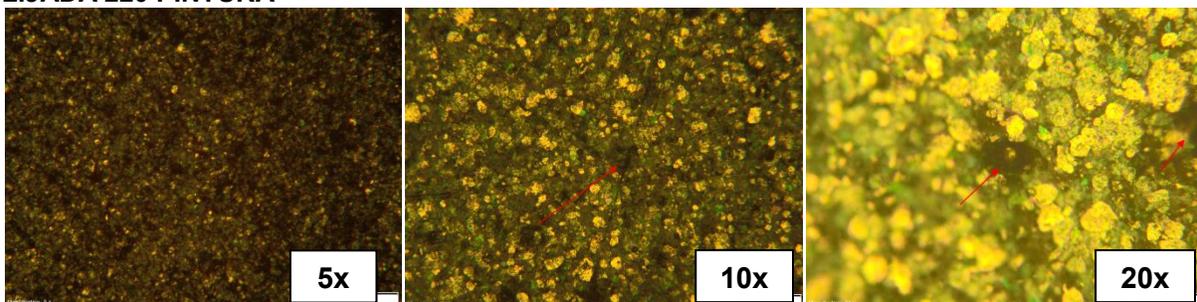
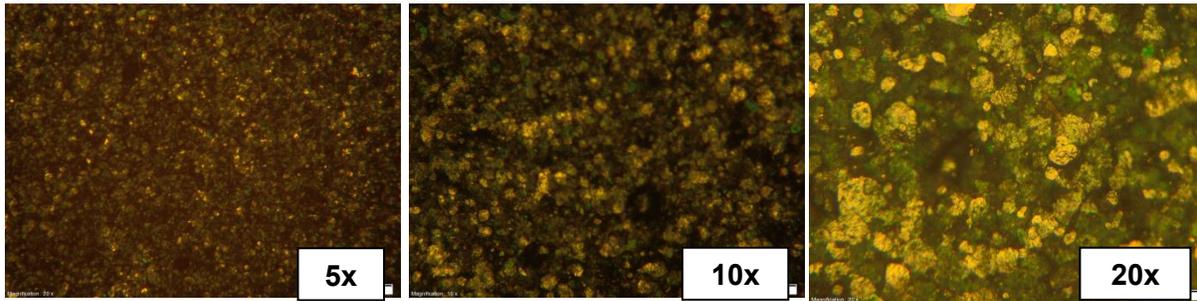


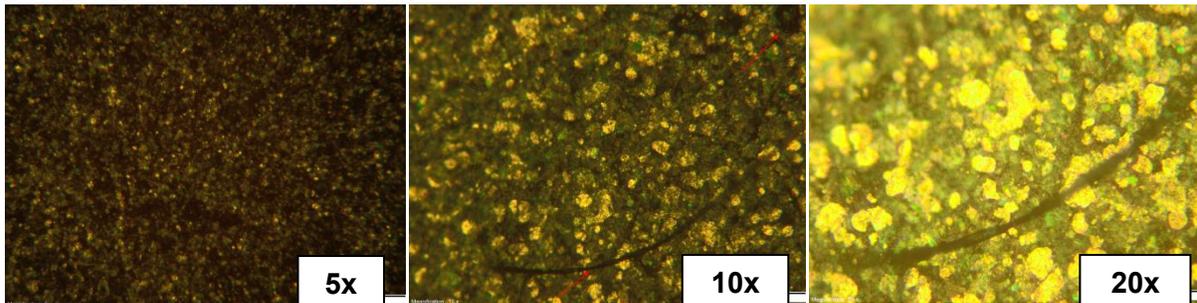
Figura 4.4 *Sistemas con tratamiento de cinco capas de pintura*

Para el caso de la pintura comercial se observa que en el acabado de llegada la muestra no sufrió deterioro alguno ya que la morfología del recubrimiento se presenta claramente en toda la superficie. En cambio, en el acabado de lijado 220 la muestra exhibe a 20X algunos puntos de deterioro. En términos generales la pintura está prácticamente intacta en ambos acabados superficiales.

ACABADO DE LLEGADA PRIMARIO PINTURA



LIJADA 220 PRIMARIO PINTURA



SANDBLASTEO PRIMARIO PINTURA

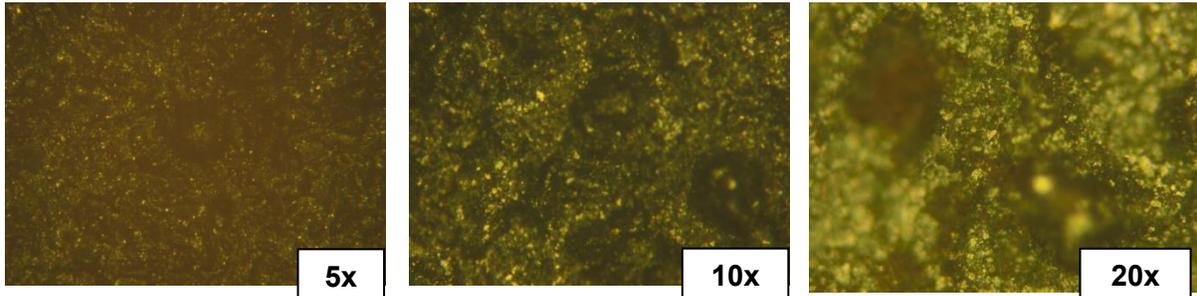
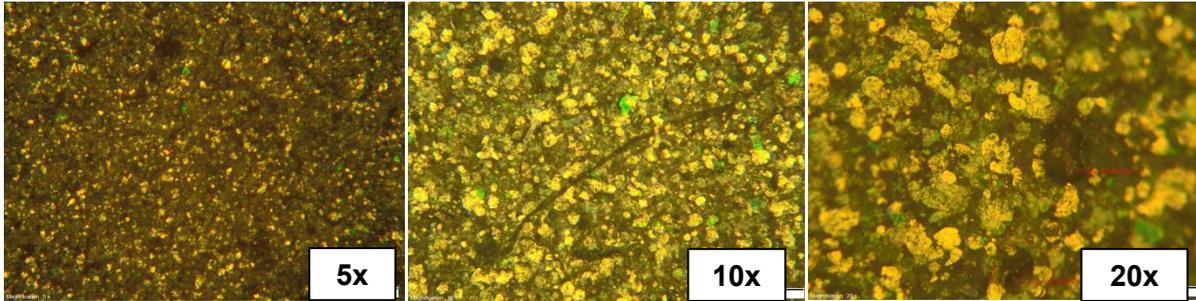


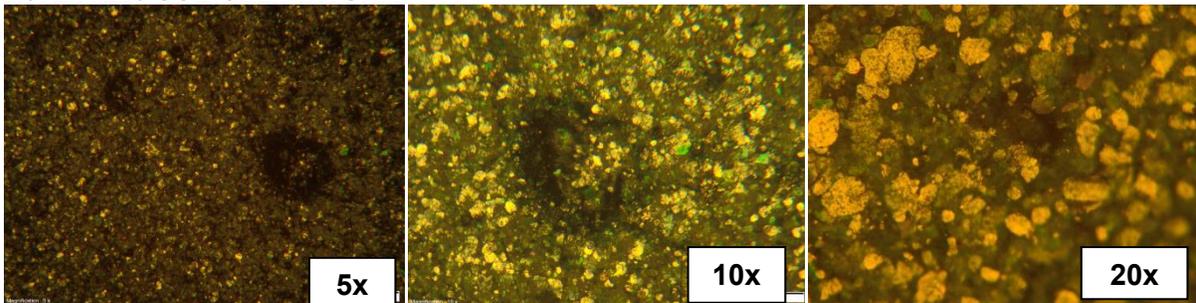
Figura 4.5 *Sistemas con tratamiento de una capa de recubrimiento primario comercial más cinco capas de pintura*

De forma similar al caso anterior, el sistema de primario comercial más pintura comercial no presenta un deterioro significativo en el acabado de llegada ni en el acabado de lijado 220. En cambio se puede observar un mayor deterioro en el acabado de sandblasteo ya que la superficie de la muestra presenta grandes manchas negras de distinto tamaño.

ACABADO DE LLEGADA SOL-GEL PINTURA



LIJADA 220 SOL-GEL PINTURA



SANDBLASTEO SOL-GEL PINTURA

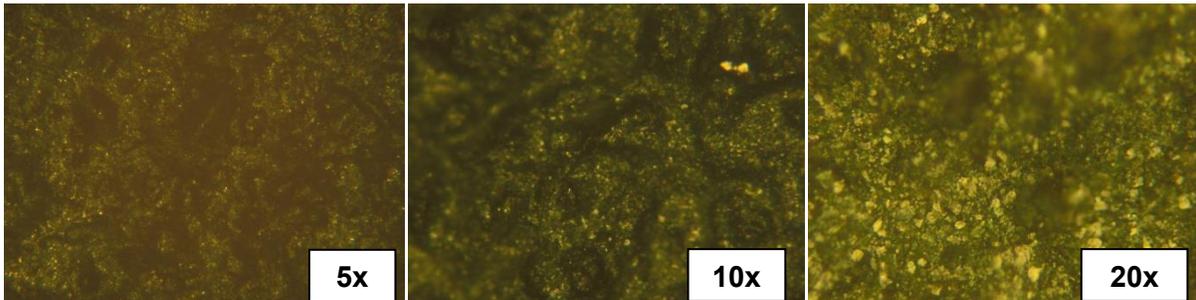


Figura 4.6 *Sistemas con tratamiento de una capa de recubrimiento comercial más cinco capas de pintura*

Finalmente se observa para el sistema sol-gel más pintura comercial, el acabado de llegada resultó ser el menos atacado por el medio salino ya que la morfología del recubrimiento se aprecia claramente aún a 20X. En cambio para el acabado superficial de 220 más el acabado de sandblasteo, la corrosión desarrollada en la superficie se aprecia claramente. Inclusive en este acabado se observa como si el recubrimiento hubiera desarrollado grietas o fisuras en toda la superficie ya que se aprecian finas hendiduras negras del mismo tamaño.

Tomando en cuenta la descripción realizada de todos los resultados anteriores obtenidos con microscopio óptico, se podrá establecer y correlacionar que el deterioro visual en cada uno de los distintos acabados corresponde análogamente a los resultados obtenidos por impedancia en el sentido de mayor a menor protección o resistencia de recubrimiento.

4.3 RESULTADOS DE PRUEBAS DE ADHERENCIA

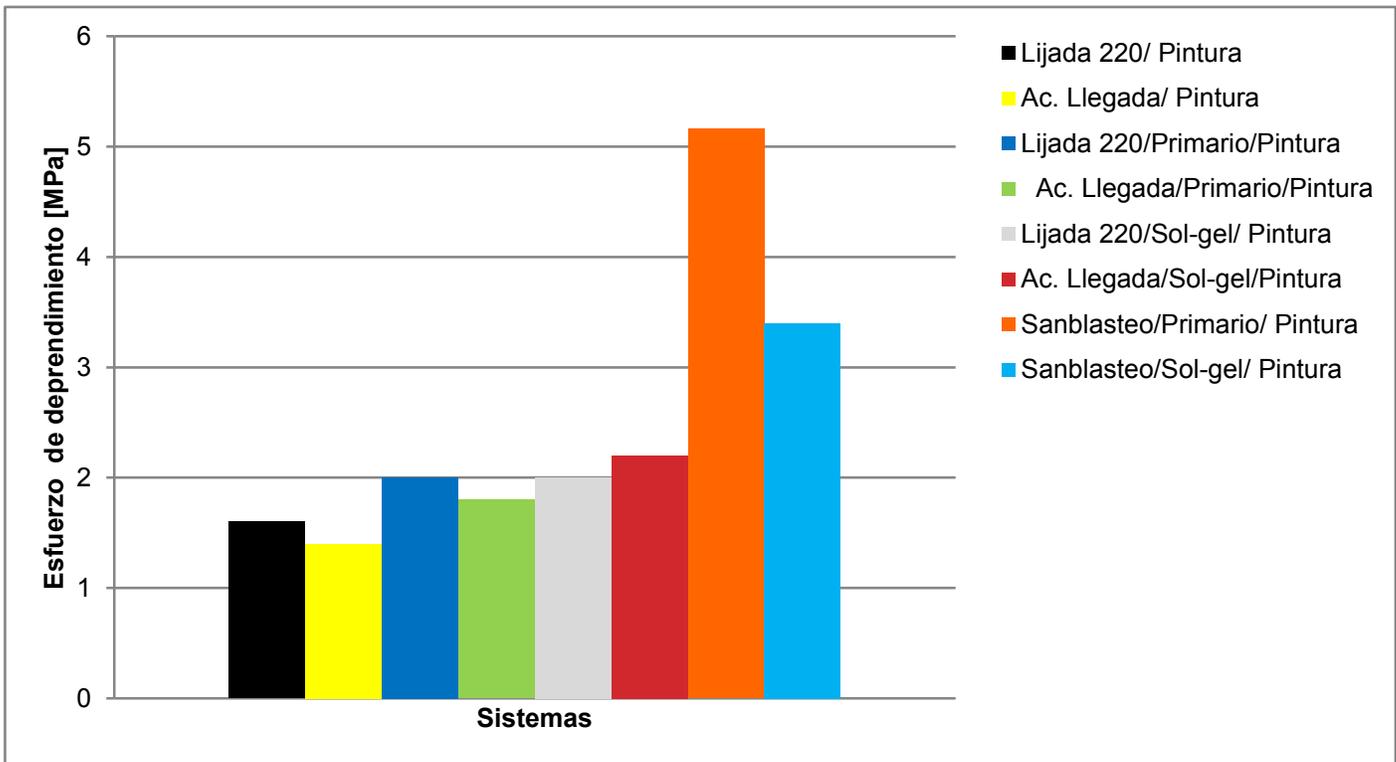
Para realizar los ensayos de adherencia se hicieron cinco muestras de reproducibilidad para cada uno de los sistemas presentados, en la gráfica 3.4. Para el tratamiento de los resultados de estas pruebas experimentales, se tomaron los datos recabados de esfuerzo que se obtuvo por el equipo que se señala en sección 3.6. Todos los valores recabados de las cinco muestras se observan en el Anexo I. Dichos valores indican el esfuerzo con el cual se desprendieron los recubrimientos del sustrato metálico. Posteriormente, al analizar las pruebas se puede notar que no toda el área fue desprendida de las muestras ya que hubo partes que quedaron recubiertas. Por eso, para determinar el área efectiva de desprendimiento, las muestras fueron expuestas a un tratamiento de HCl concentrado para que atacara el metal desnudo al que se le desprendió el recubrimiento. En ambos casos se obtuvo un promedio tanto del esfuerzo a desprenderse como del área desprendida. Este procedimiento se llevó a cabo mediante el tratamiento que se describe en el Anexo I.

Los valores promedio de las pruebas se reportan en la tabla 4.1, así mismo como en el Anexo I se muestran los valores por cada prueba individual.

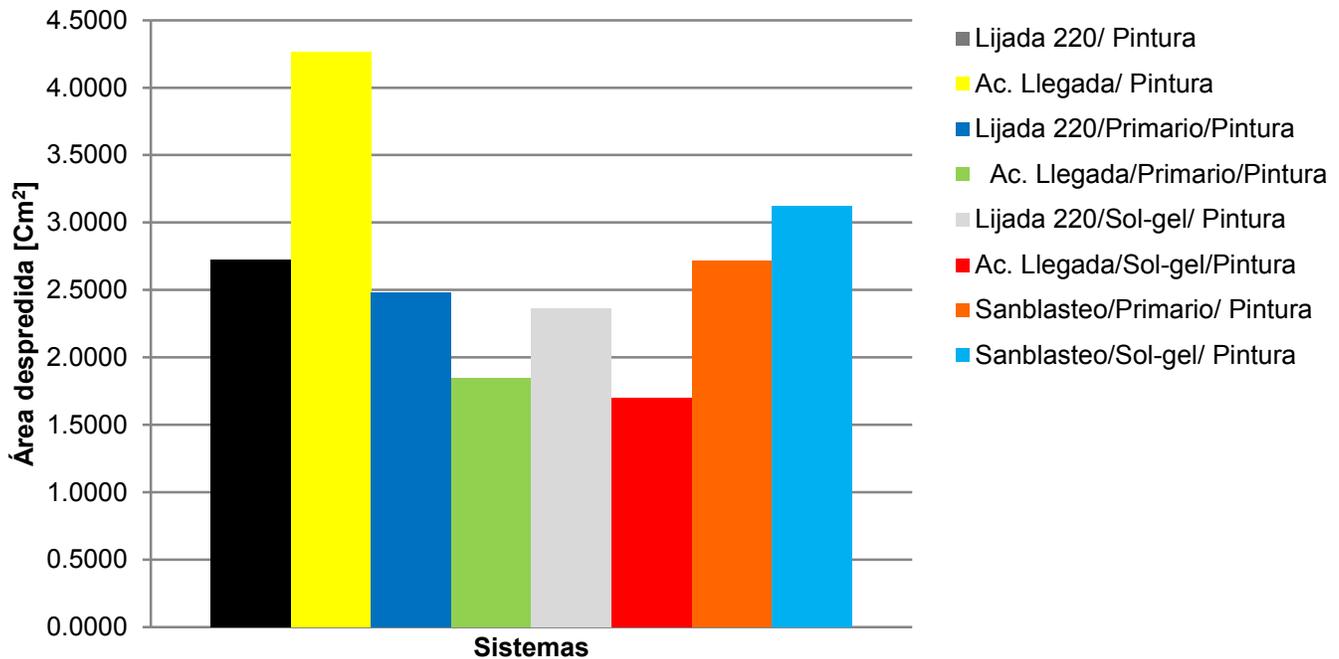
Tabla 4.1 Sistemas de pruebas de Adherencia valor promedio de las pruebas de esfuerzo y área desprendida

SISTEMA	Esfuerzo [MPa]	Área real de desprendimiento [cm ²]
Lijada 220/Pintura	1.60	2.7269
Ac. llegada/Pintura	1.40	4.2621
Lijada 220/Primario/Pintura	2.00	2.4818
Ac. llegada/Primario/Pintura	1.80	1.8445
Lijada 220/Sol-gel/Pintura	2.00	2.3642
Ac. Llegada/Sol-gel/Pintura	2.20	1.7007
Sandblasteo/Primario/Pintura	5.16	2.7162
Sandblasteo/Sol-gel /pintura	3.40	3.1212

La tabla 4.1 muestra toda la información necesaria para saber qué recubrimientos y tratamientos superficiales mostraron la mejor adherencia. Para hacer un análisis más preciso sobre cada recubrimiento se realizaron las gráficas de barras 4.11 y 4.12. Los resultados se discuten en seguida de las gráficas.



Gráfica 4.11 Gráfico de barras del valor promedio del esfuerzo presentado en las pruebas de adherencia



Gráfica 4.12 Gráfico de barras del valor promedio del área desprendida en las pruebas de adherencia

OBSERVACIONES

De acuerdo a la gráfica 4.11, se puede denotar que el desprendimiento de cada una de las muestras de las placas es variable, lo que indica que el ensayo de adherencia es sensible a los diferentes acabados utilizados.

Puede verse que el tratamiento superficial más adherente corresponde al sandblasteo lo que llama la atención pues esto parece no corresponder con lo visto en los resultados para las pruebas de impedancia. Esto pudo deberse a la manera en que se deforma el material durante el proceso de sandblasteo, la superficie del material no fue completamente plana, y en consecuencia la validez de la prueba para este tratamiento al menos pudo verse sesgada, por lo que hay que tomarla con reserva. Aun cambiando los parámetros del sandblasteo, no hay forma de evitar esta deformación en la placa.

En las capas de primario sol-gel más las capas de pintura, se obtuvo un desprendimiento con un mayor esfuerzo tal y como puede apreciarse en el gráfico. Cabe señalar que las placas a las que sólo se les impregno las capas de pintura comercial señaladas en la gráfica con los colores negro y amarillo, su adherencia fue la más baja, en especial la que se le expuso el recubrimiento en acabado de llegada.

Estos resultados no son los esperados ya que se pensaba que los sistemas más resistentes hubieran correspondido a los recubrimientos con acabado de llegada.

La gráfica 4.12 mide el área desprendida de las muestras. Como se observa en estos resultados, el sistema de acabado de llegada más sol-gel y pintura, registró la menor área desprendida lo que indica que este sistema tuvo las mejores propiedades de adhesión. Esto a pesar de que la fuerza empleada fue de un orden relativamente bajo (2.20 MPa) el área desprendida fue menor comparándola con el resto de los sistemas (1.7007 cm²) lo que indica una alta fuerza de enlace. El sistema que obtuvo un área similar fue el primario con acabado de llegada (1.8445 cm²), lo que bien se ajusta con lo obtenido en pruebas electroquímicas, donde el mejor tratamiento superficial había resultado justamente en acabado de llegada para estos dos sistemas.

El resto de las muestras presentan resultados similares de fuerza de adhesión y área desprendida.

Resumiendo, puede verse en ambas gráficas (4.11 y 4.12), los sistemas que presentan menos adherencia son los que contienen únicamente pintura ya que muestran un menor esfuerzo de desprendimiento del recubrimiento (Lijada 220: 1.60Mpa y Acabado de llegada: 1.40Mpa) lo que indica que el

efecto de anclaje se ve beneficiado al utilizar antes un recubrimiento primario.

Por otro lado, los sistemas que tuvieron un tratamiento superficial, tanto el lijado con grano 220 y en sandblasteo muestran que el recubrimiento primario comercial presenta mejor adherencia en comparación con el sol-gel. Finalmente el Sol-gel presenta una mejor tendencia a adherirse en sustratos con acabado de llegada.

De lo anterior, puede verse que los sistemas que contienen una pintura comercial, son al menos en adherencia, ligeramente mejores en comparación con los sistemas de sol-gel, los cuales parecen mejores si se comparan únicamente con aquellos que sólo contenían pintura.

4.4 RESULTADOS DE PRUEBAS DE CÁMARA SALINA

Los resultados para esta prueba se muestran por medio de la exposición de las placas en medio salino, la cual se realizó durante un periodo de 30 días. Para reportar cada cambio sobre las placas en ese tiempo se tomaron diversas fotografías en intervalos de tiempo, al principio de tres días continuos que brindaron la mayor información sobre la manera en que se corroe el material y luego con intervalos de tres días. Cabe recordar que el ensayo se realizó siguiendo la Norma ASTM B117-94 [28].

Como puede verse de las figuras 4.7 y hasta la figura 4.19 el desgaste provocado por la corrosión en el aluminio a lo largo del tiempo en que las placas fueron expuestas en la cámara de niebla salina es inminente y además se muestran diversos puntos a tener en cuenta y que se explican a continuación por cada una de las figuras que se presentan, donde se marca de color amarillo los días de mayor relevancia.

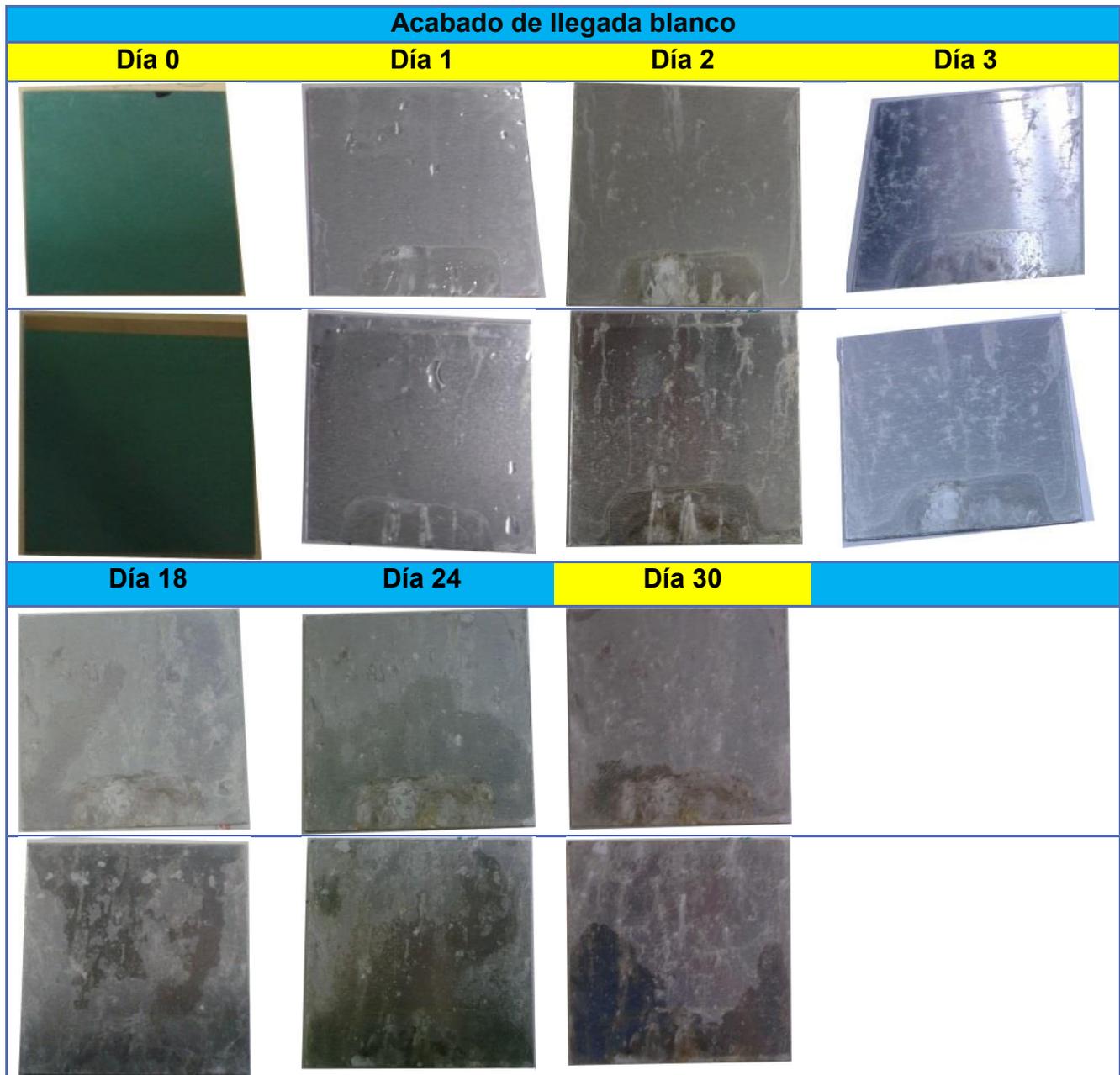


Figura 4.7 *Sistemas de pruebas de cámara salina, acabado de llegada blanco*

En la figura 4.7 se muestran los sistemas de acabado de llegada sin recubrimiento alguno, se observa que en los primeros tres días de exposición en la cámara de niebla salina, parece ser notoria una pérdida del brillo del metal. En ambos sistemas mostrados en la figura 4.7 se muestra un desgaste corrosivo mínimo del material en los primeros días; sin embargo, a medida que avanzaba el ensayo la actividad que presenta el electrolito sobre el sustrato, vuelve a la corrosión cada vez más notoria ya que se observan tanto las manchas oscuras debido al propio proceso corrosivo, así como muestras de óxido en tono blanco sobre la placa.

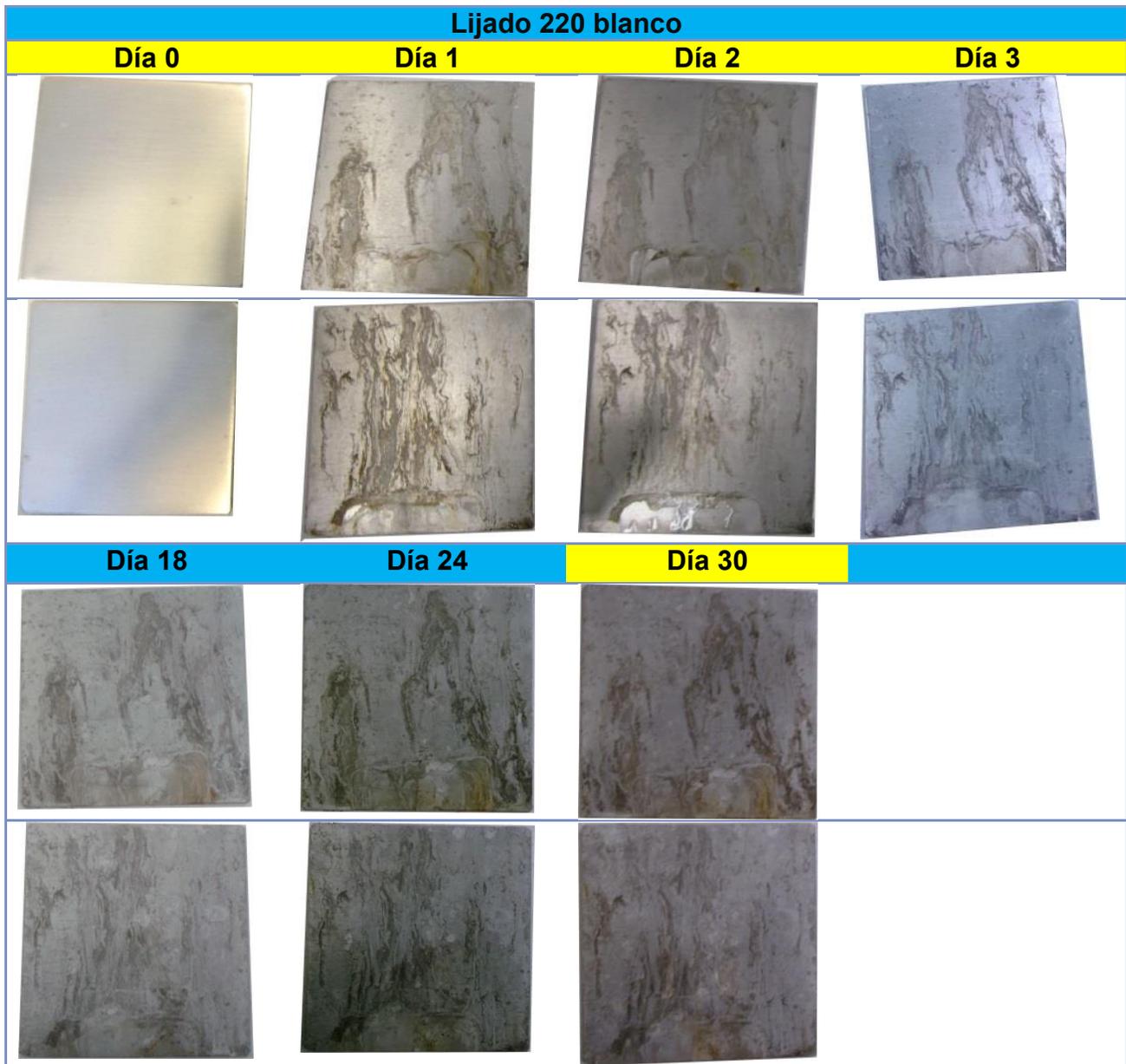


Figura 4.8 Sistemas de pruebas de cámara salina, lijada 220 blanco

De acuerdo a la figura 4.6 de sistemas patrón en acabado lijada 220, para el día 0, se observa en la placa el proceso laminado del tratamiento superficial (lijado 220) y tras dejarla expuesta en la cámara de niebla salina se observan rastros de sedimentos de cloruro de sodio que se depositaron en la superficie de ambas placas, para los días 2 y 3 de igual modo se comienza a notar una pérdida gradual del brillo de las placas. En los días subsecuentes a la colocación de la prueba, se observa lentamente un desgaste por corrosión cada vez mayor e inclusive se notan zonas de manchas blancas y oscuras en la superficie del material, que muestran la oxidación inevitable de material debido a la posible deposición de cloruro de sodio sobre el sustrato.

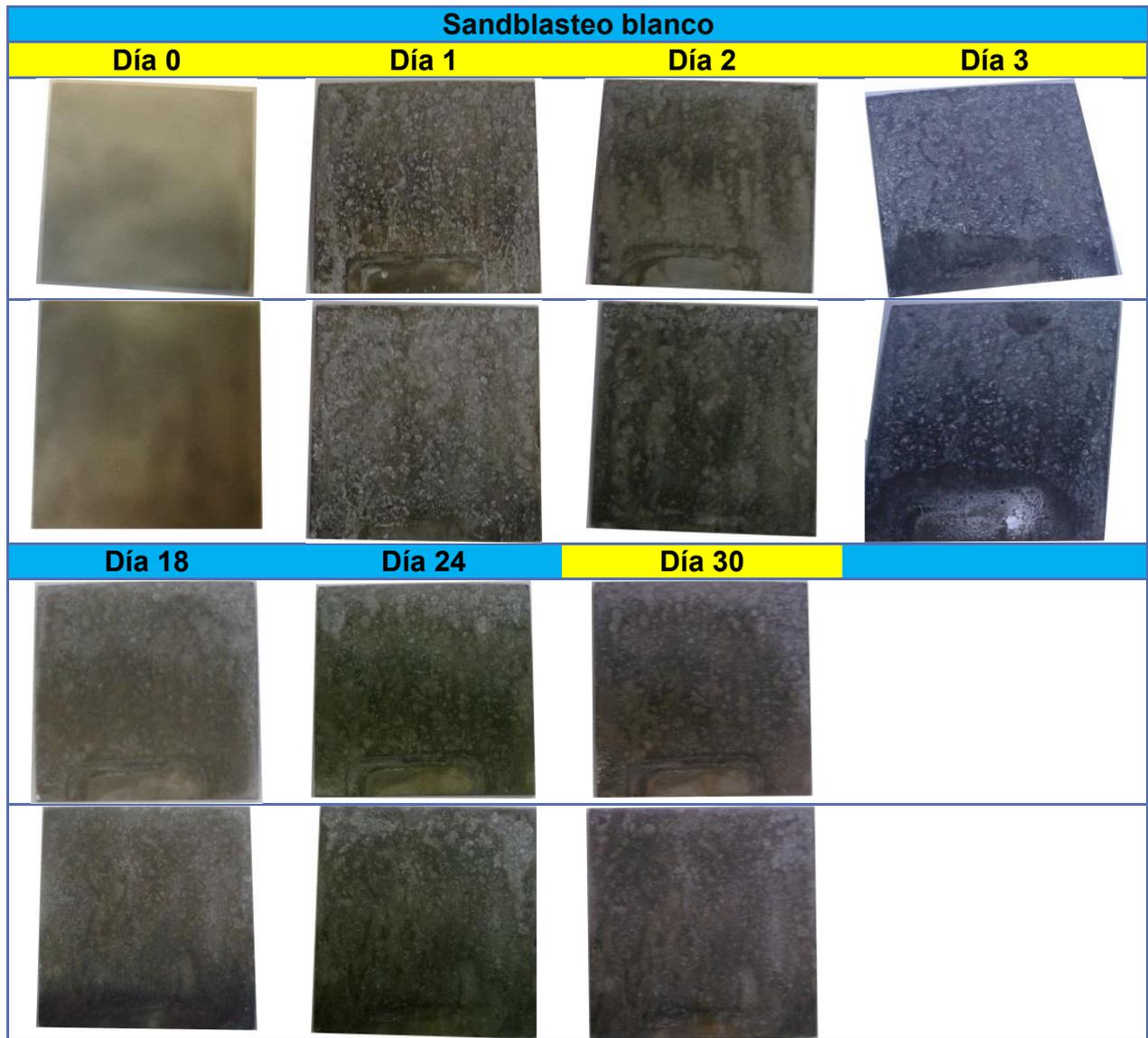


Figura 4.9 *Sistemas de pruebas de cámara salina, sandblasteo blanco*

En los sistemas patrón con tratamiento superficial de sandblasteo (Figura 4.9), se observa para el día 0 dos sistemas. La uniformidad que provocó el propio proceso de mecanizado del sandblasteo sobre estos sistemas, consiguió que existieran zonas con acabado diferentes de un punto a otro a lo largo de la placa. Esto originó que la corrosión fuera más agresiva que en el resto de los tratamientos, y es notoria una oxidación sobre toda la superficie desde los 3 primeros días de exposición. Para el día 30 la corrosión es más evidente que en los tratamientos superficiales descritos en las figuras 4.7 y 4.8

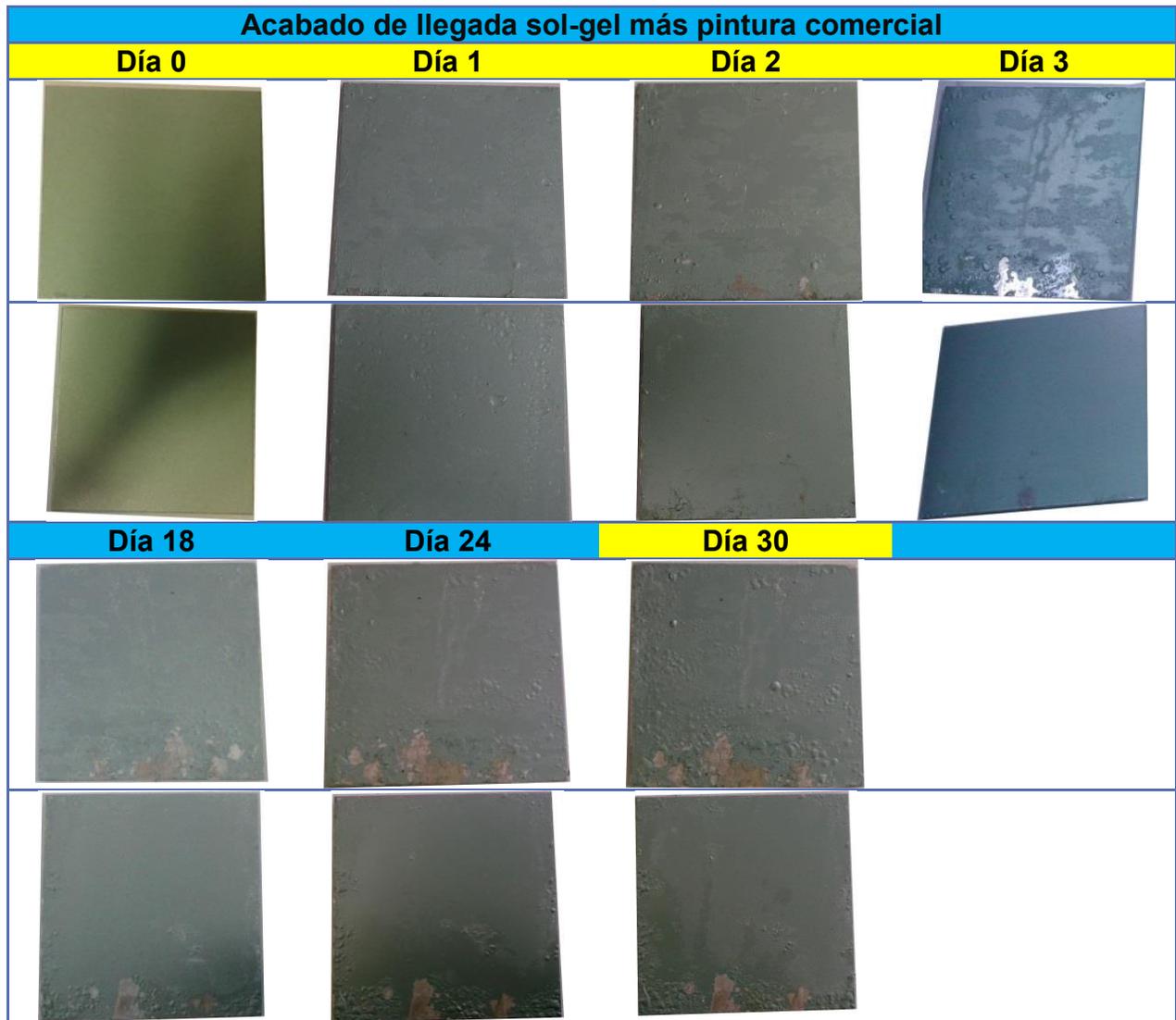


Figura 4.10 Sistemas de pruebas de cámara salina, acabado de llegadas sol-gel y pintura

A partir del primer día, en los sistemas que muestra la Figura 4.10, los sistemas de acabado de llegada y pintura muestran únicamente señales de humedad para el sistema pero ningún desgaste hasta el día dos, donde una pequeña rasgadura en la parte inferior de una de las muestras originó mayor corrosión. Estos desgastes culminarían por un deterioro debido a la absorción de agua, generando una protuberancia tipo burbuja generando así una mayor corrosión en ambas muestras como se observa en los días 18, 24 y 30.

En el sistema que tuvo la rasgadura se observan señales de hinchamiento en la pintura en la zona baja de la placa. Probablemente si continuara el deterioro corrosivo en la cámara de niebla salina para esta placa es probable que el recubrimiento se hubiera desprendido por completo.

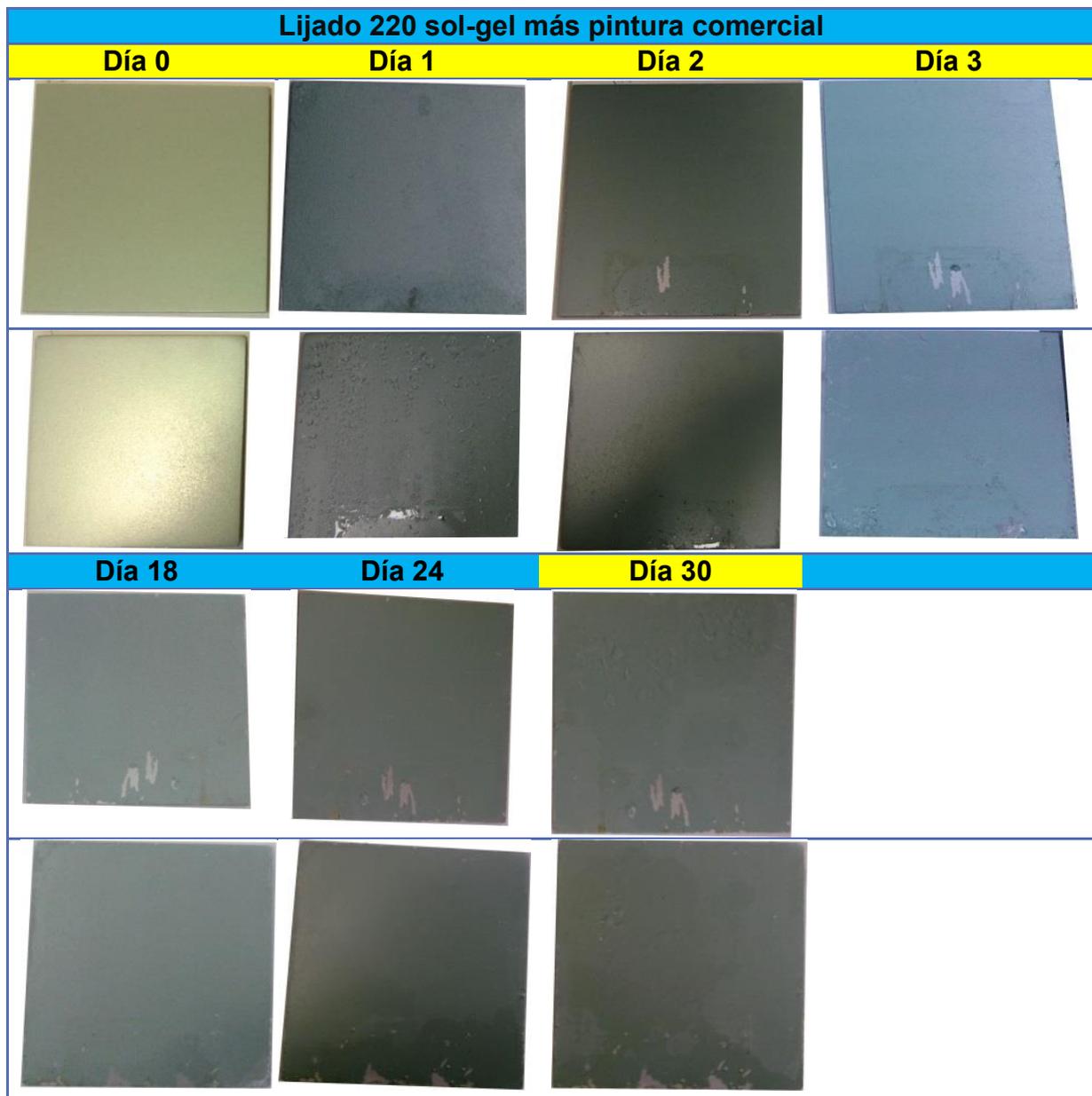


Figura 4.11 Sistemas de pruebas de cámara salina, lijado 220 sol - gel y pintura

En los sistemas de tratamiento lijado 220 sol-gel y pintura, no parece haber ninguna señal de corrosión para los tres primeros días, sin embargo, existe una pequeña ralladura en la parte inferior del primer sistema. En la segunda placa que se tenía, existió un desgaste de pintura en la parte inferior por efectos de desprendimiento debido en parte a la absorción de agua que genera un hinchamiento de la pintura y en consecuencia que esta comience a despegarse.

Los sistemas en el día 30 también perdieron coloración de la pintura y hubo otras pequeñas zonas de hinchamiento de pintura en ambas placas.

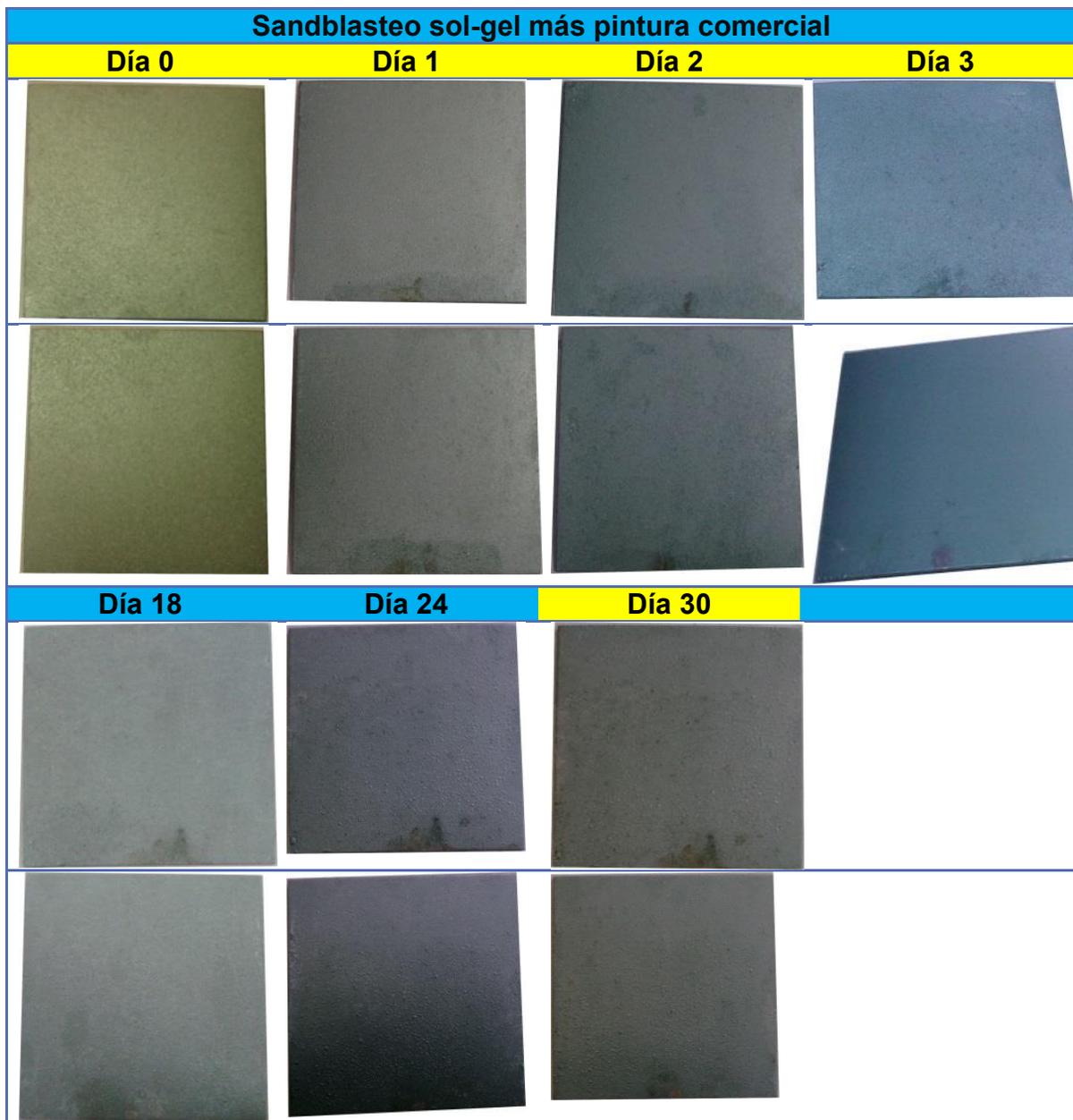


Figura 4.12 *Sistemas de pruebas de cámara salina, sandblasteo con sol-gel y pintura*

Los resultados de sandblasteo con sol-gel y pintura son de sumo interés, ya que como pudo notarse en las pruebas electroquímicas de impedancia, este tratamiento superficial presentó ser el menos efectivo contra la corrosión comparándolo con los dos sistemas anteriores. En estas pruebas de cámara de niebla salina se observan diversos puntos de corrosión sobre toda la superficie localizados principalmente en el borde inferior de la placa. Este desgaste progresivo del recubrimiento coincide con los resultados electroquímicos de impedancia.

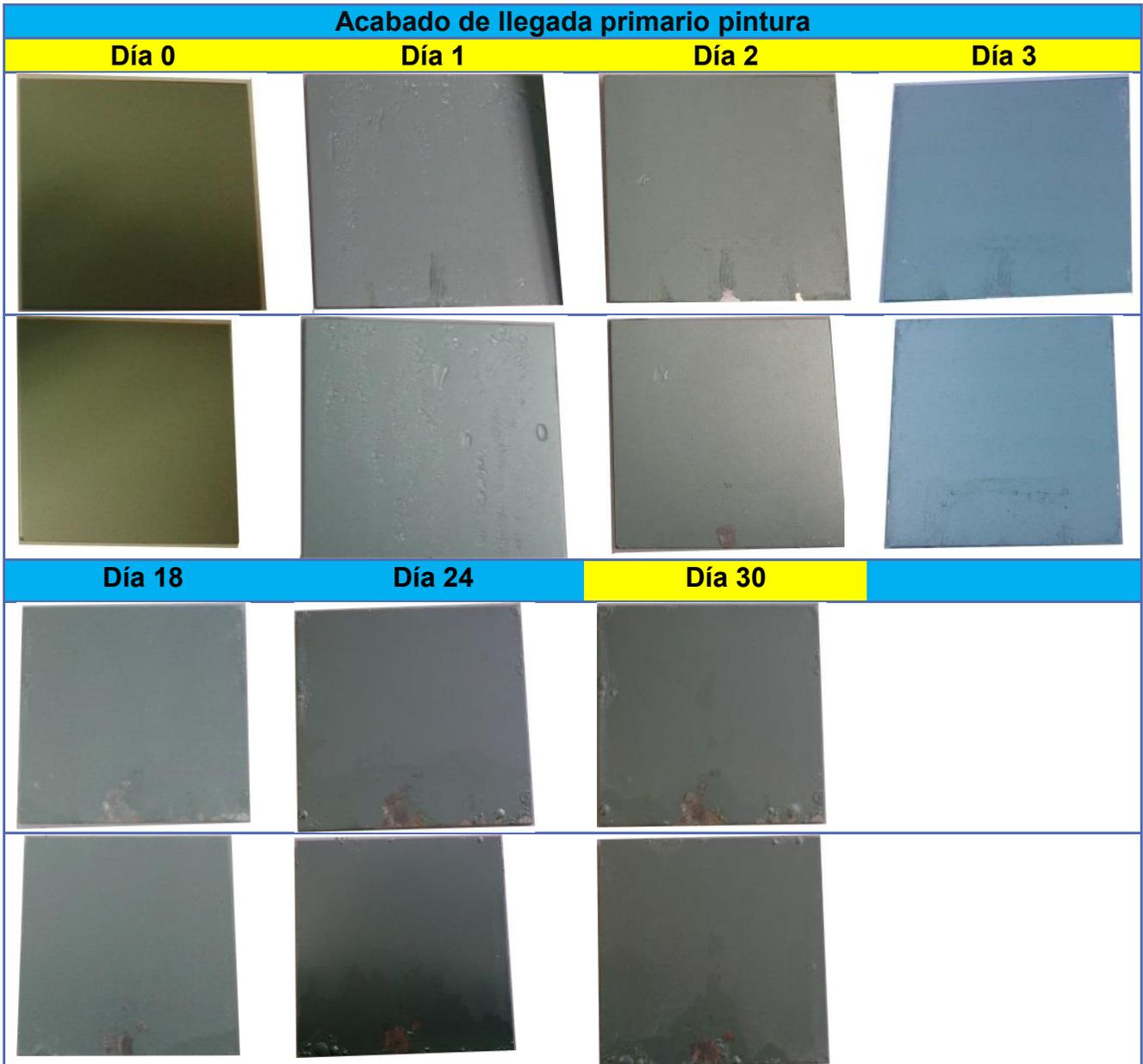


Figura 4.13 Sistemas de pruebas de cámara salina, acabado de llegada primario y pintura

Tal como indica la Figura 4.13, en los sistemas acabado de llegada primario y pintura se muestran pequeños rasgos en la parte inferior que no tuvieron ninguna repercusión en los primeros 3 días de exposición; sin embargo, conforme el tiempo avanzó hacia los días 18 y 24, ya comenzaban a presentarse pequeños indicios de corrosión en ambas muestras, siendo más notorio hasta el día 30 donde se observa al igual que en los caso anteriores, una degradación en la coloración de la pintura junto con zonas de hinchamiento de la pintura en las esquinas del material, así como una absorción de agua, similares a las que se ven en las imágenes de la Figura 4.10.

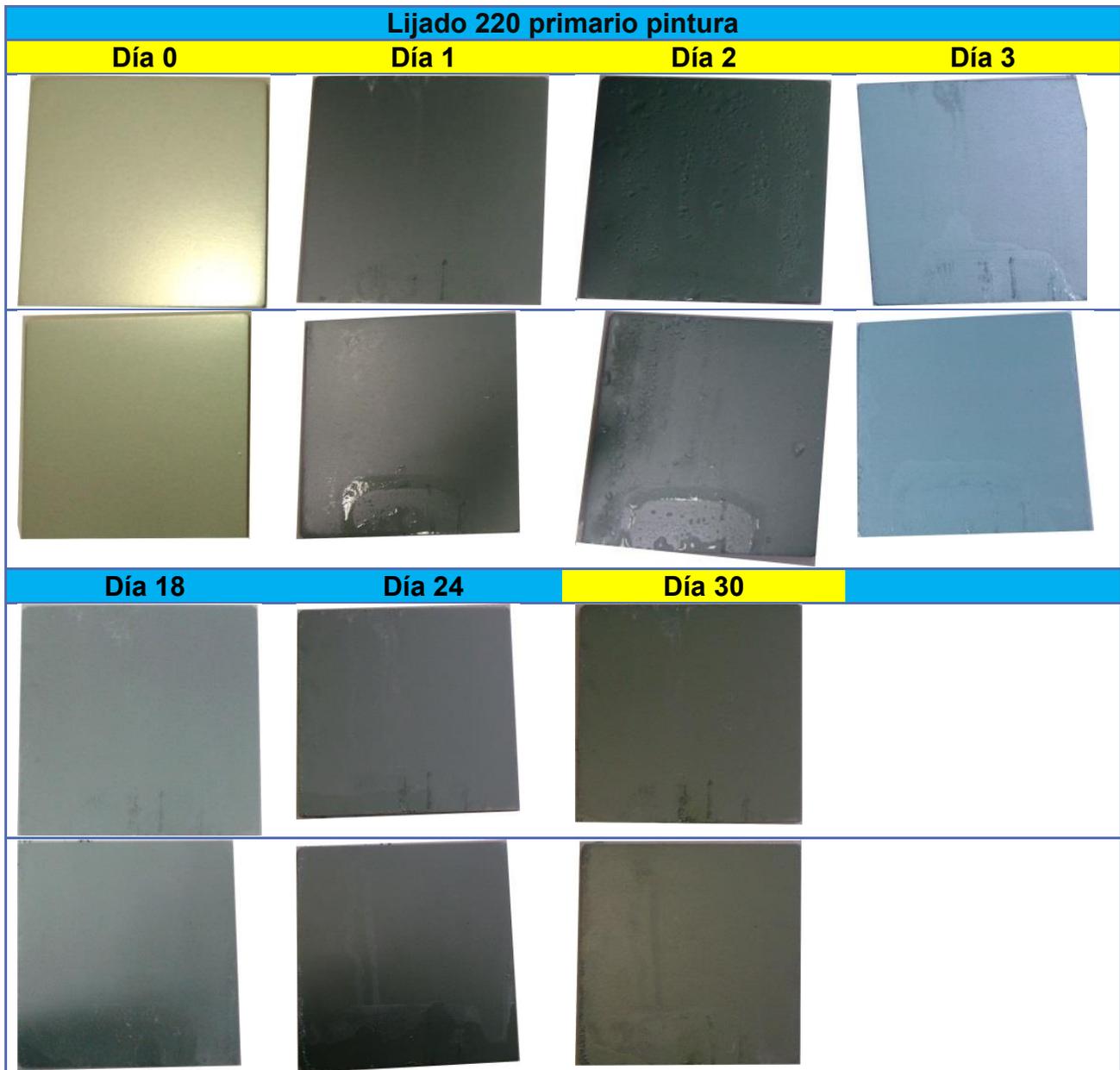


Figura 4.14 *Sistemas de pruebas de cámara salina, lijado 220 primario y pintura*

Como puede verse en las imágenes de la Figura 4.14 para sistemas con tratamiento lijado 220 con primario y pintura, no tuvieron ningún tipo de rasgadura ni daño superficial aparente durante los 3 primeros días de exposición, por lo que no se nota ningún tipo de daño hasta el día 30, donde a grandes rasgos se muestra únicamente el cambio de coloración que se presentó. En el resto de los días se observan pequeños rasgos de ralladuras o ataques localizados pero muy pequeños en comparación con los sistemas anteriores.

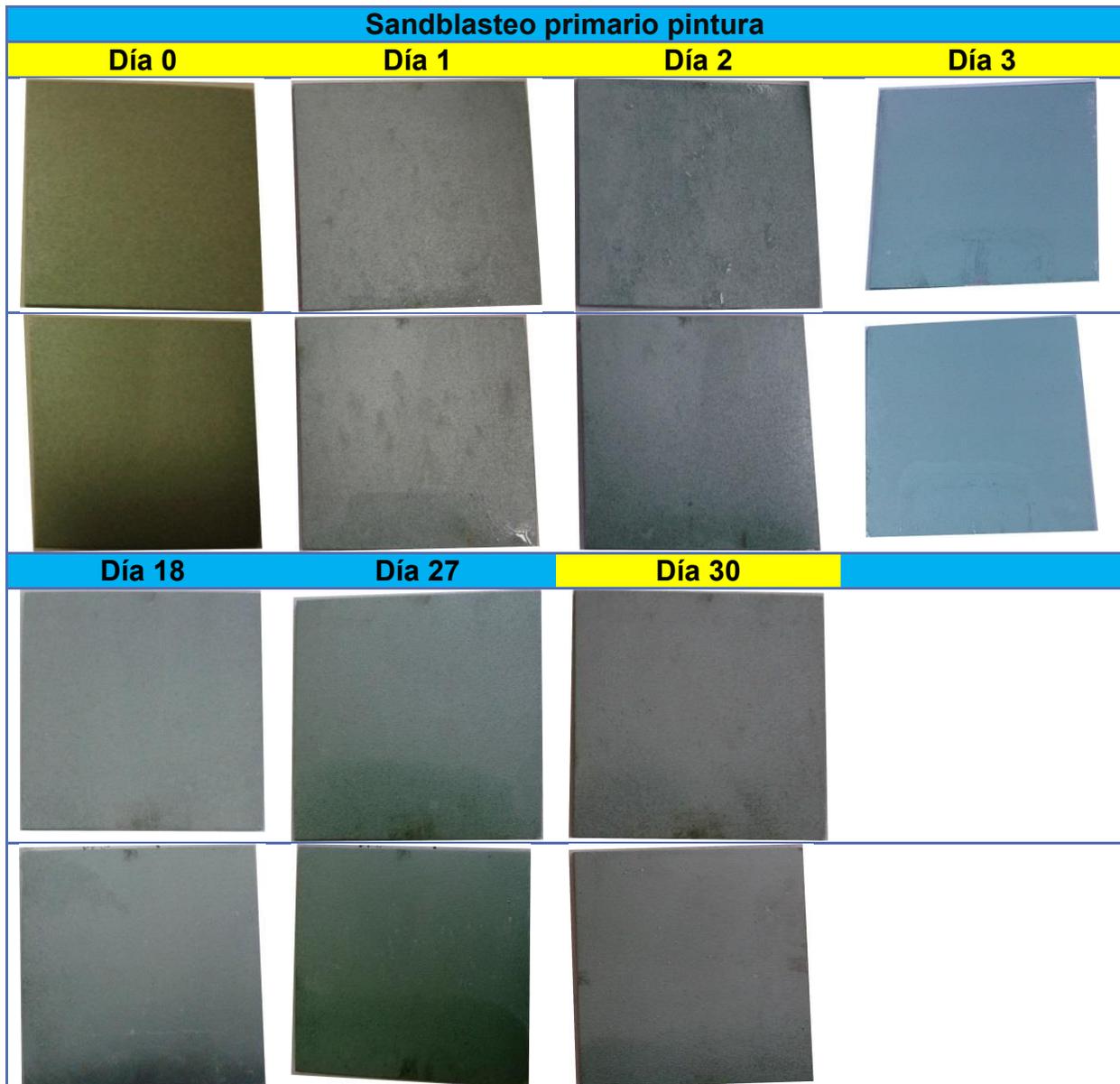


Figura 4.15 *Sistemas de pruebas de cámara salina, sandblasteo Primario y pintura*

Finalmente en los sistemas de sandblasteo con primario y pintura (figura 4.15) se muestra un comportamiento similar al observado en la figura 4.11. Para los primeros días de exposición no se percibe ninguna señal de corrosión en los sistemas, sólo una pequeño rasgo en la pintura en el primer sistema; sin embargo, el deterioro empieza a manifestarse como puntos negros sobre toda la superficie lo que indica la presencia de una mayor ataque por corrosión.

Gracias a la prueba de cámara de niebla salina fue posible constatar de forma visible el proceso corrosivo en el aluminio, así como evaluar ambos recubrimientos.

En conclusión, los sistemas a los que únicamente se les realizó un tratamiento superficial sin ningún recubrimiento adicional sufrieron una oxidación desde los primeros tres días de exposición en la niebla salina, siendo claramente más desgastante en sandblasteo, que en acabado de llegada y lijada.

Al evaluar y comparar los recubrimientos de sol-gel y pintura con los de primario y pintura se puede ver que para ambos casos presentaron una resistencia a oxidarse prolongada siendo mejor en las pruebas el primario sobre tratamientos superficiales de lijado 220 principalmente, debido en parte porque estos no sufrieron ninguna rasgadura, como lo fue en el caso del mismo tratamiento pero con recubrimiento sol-gel, lo que bien, sin duda influyó en gran medida para que se diera este comportamiento.

En superficies de acabado de llegada y pintura, es de notarse que tanto para el primario como en el sol-gel, existió una rasgadura en el recubrimiento lo que permitió el libre paso de la solución salina sobre el sustrato permitiendo así su oxidación, al menos en una de las muestras en cada caso, pero tanto en una como en otra prueba pareciera tener una resistencia similar, concluyendo así que en pruebas de niebla salina para pruebas con acabado de llegada se presenta un deterioro por corrosión que afecta por igual tanto a los sistemas con sol-gel como a los de primario comercial.

Finalmente en las pruebas de sandblasteo, puede notarse en las figuras 4.13 y 4.16, que al igual que en el caso anterior la respuesta de los recubrimientos es similar, y para las dos pruebas se observa que existe luego de treinta días de exposición al medio salino una humedad en la parte baja de las placas.

CAPITULO 5: CONCLUSIONES

- La comparación mostrada en las diversas pruebas deja claro que el recubrimiento sol-gel ha tenido un comportamiento muy similar al primario comercial. Por cómo se comportó en pruebas de EIS, fue claro que para el tratamiento de acabado de llegada, tuvo una mejor respuesta a altas frecuencias, incluso que el primario comercial. Por lo que es posible concluir, que el recubrimiento sol-gel puede llegar a sustituir en algún futuro a los recubrimientos convencionales, debido a su ligereza y a su ausencia de iones metálicos perjudiciales para el medio ambiente como lo es el cromo.
- La respuesta obtenida por parte de las pruebas electroquímicas de impedancia muestra que los recubrimientos híbridos sol-gel son suficientemente resistentes en diferentes tipos de tratamientos superficiales, tal y como se aprecia en cada una de las gráficas hay un comportamiento favorable para el sistema de acabado de llegada con sol-gel y pintura debido a sus altos valores de frecuencia en impedancia.
- Los tratamientos superficiales mostrados tendieron a respuestas distintas entre uno y otro tratamiento superficial, como se mencionó, los recubrimientos de acabado de llegada y pintura fueron los mejor dotados contra la corrosión como se constata en las gráficas de EIS, y a los menos favorecidos los de tratamiento de sandblasteo, pues siempre estuvieron valores bajos en su frecuencia. En medidas de adhesión en los sistemas descritos, parecen ir a la par, aun así, y en base de las evidencias presentadas en las otras pruebas, revelan que los sistemas de mejor respuesta ante la corrosión son los sistemas de acabado de llegada.
- Finalmente los resultados que se obtuvieron tanto en pruebas electroquímicas, como en las colocadas en niebla salina, revelan que los recubrimientos sol-gel necesitan quizás de algún dopante, con el fin de volverlo más resistente, o bien, que mejore la adherencia para con esto poder fungir mejor como una capa protectora; sobra decir que el recubrimiento comercial que se utiliza tiene una composición a base de cromo, que tiende a actuar como inhibidor y con motivo de eso ha logrado mostrarse mejor en la gran mayoría de las pruebas.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] J. S. V. & W. C. Philips, «Química, Conceptos y aplicaciones,» Segunda ed., México D.F., Mc. Graw Hill, 2001, pp. 178 - 198.
- [2] J. Davis, «CORROSION, UNDERSTANDING THE BASICS,» de *CORROSION, UNDERSTANDING THE BASICS*, Printed in the United States of America, ASM International, 2000, pp. 4-7.
- [3] «<https://journalmex.wordpress.com/>,» [En línea]. Available: <https://journalmex.wordpress.com/2013/06/21/corrosion-produce-perdidas-millonarias-al-pib-de-mexico-y-el-mundo/>. [Último acceso: 03 Abril 2014].
- [4] M. Baile, «<http://www.tdx.cat/>,» [En línea]. Available: <http://www.tdx.cat/bitstream/handle/10803/6045/25Mtbp25de29.pdf?sequence=25>. [Último acceso: 2014 Marzo 15].
- [5] «<http://es.wikipedia.org/wiki/Aluminio>,» [En línea]. Available: <http://es.wikipedia.org/wiki/Aluminio>. [Último acceso: 10 Marzo 2014].
- [6] ISSAC ASIMOV, «Química Inorgánica,» de *Breve historia de la química*, México D.F., Bruguera S.A, 1965, pp. 127-128.
- [7] S. K. Sharma, *Green Corrosion Chemistry and Engineering: Opportunities and Challenges*, Wiley-VCH Verlag & Company, 2012.
- [8] W. H. y. C. Skoog, *Fundamentos de química Analítica*, México. D.F: Thompson, 2005, pp. 501 - 520.
- [9] R. Petrucci, *Química General*, Pearson Educación, S.A de C.V., 2013, pp. 820 - 847.
- [10] T. L. Brown, *Química: la ciencia central*, 9na ed., México: Pearson Educación, 2004, pp. 809 - 815.
- [11] «<http://es.wikipedia.org/>,» [En línea]. Available: http://es.wikipedia.org/wiki/Protecci%C3%B3n_cat%C3%B3dica. [Último acceso: 20 03 2014].
- [12] <http://www.sspc.org>, «<http://www.sspc.org>,» 1995-2013 SSPC.. [En línea]. Available: http://www.sspc.org/standards/standards_techcommittee_lastrevision/. [Último acceso: 25 06 2014].

- [13] psm- DuPont, «<http://www.psm-dupont.com.mx>,» 20 01 2014. [En línea]. Available: <http://www.psm-dupont.com.mx/paginas/preparacion.htm>. [Último acceso: 25 06 2014].
- [14] Sherwin Williams, «<https://protective.sherwin-williams.com>,» 11 02 2005. [En línea]. Available: https://protective.sherwin-williams.com/pdf/tools-charts-list/surface_preparation_standards.pdf. [Último acceso: 25 06 2014].
- [15] C. A. Giudice y A. M. Pereyra, «Tecnología de pinturas y recubrimientos Componentes, Formulación, Manufactura y Control de Calidad,» [En línea]. Available: http://www.edutecne.utn.edu.ar/tecn_pinturas/A-TecPin_l_a_V.pdf. [Último acceso: 31 Marzo 2014].
- [16] H. Kozuka, HANDBOOK of SOL–GEL SCIENCE and TECHNOLOGY, NEW YORK, BOSTON, DORDRECHT, LONDON, MOSCOW: KLUWER ACADEMIC PUBLISHERS, 2007, pp. 3 - 21.
- [17] Ramos Cortes Claudia Guadalupe, Tesis: "Preparación de nanocompuestos de Grafeno y su incorporación a Recubrimientos híbridos Sol-gel", Ciudad de México: UNAM, 2013.
- [18] G. & B. P. Duhua Wang, Sol-Gel coatings on metals for corrosion protection, North Dakota State Univerisity: ND USA: Department of Coatings and Polimeryc Materials, .
- [19] Universty Of Lousiville [US], «<https://louisville.edu/>,» Octubre 2013. [En línea]. Available: <https://louisville.edu/micronano/files/documents/standard-operating-procedures/SpinCoatingInfo.pdf>. [Último acceso: 15 Agosto 2014].
- [20] J. Mendoza Flores, R. Durán Moreno y J. Genescá Llongueras, «Espectroscopía de Impedancia Electroquímica en Corrosión,» Manual EIS IMP-UNAM, Distrito Federal, 2002.
- [21] A. Lasia, Electrochemical Impedance Spectroscopy and its Applications, New York: Kluwer Academic/Plenum, 1999.
- [22] Medina García Rafael, Tesis: Caracterización mecánica y electroquímica de acero Inox 316 mediante implantación iónica, México D.F.: Facultad de Ingeniería, UNAM, 2012.
- [23] «<http://www.astm.org/>,» [En línea]. Available: http://www.astm.org/SNEWS/SPANISH/Q406/q406p_novcorbett.html. [Último acceso: 14 Abril 2014].

- [24] «<http://www.elcometer.com/>,» [En línea]. Available: <http://www.elcometer.com/es/component/productmanager/productmanager?prod=743>. [Último acceso: 14 Abril 2014].
- [25] Boustens, México, «<http://www.boustens.com/>,» Boustens, 2014. [En línea]. Available: <http://www.boustens.com/camara-climatica-niebla-salina-ensayo-corrosion/>. [Último acceso: 30 09 2014].
- [26] Asociación Latinoamericana de Zinc, «<http://latiza.com/>,» 25 03 2009. [En línea]. Available: http://latiza.com/archivos_publicar/galvinfo/GalvInfoNote3_4.pdf. [Último acceso: 30 09 2014].
- [27] P. p. r. d. E. Norma N-CMT2.07, «Métodos de muestreo y prueba de materiales,» [En línea]. Available: <http://normas.imt.mx/normativa/M-MMP-2-07-009-01.pdf>. [Último acceso: 10 11 2014].
- [28] Apparatus ASTM B117 Standar Practice For Operating Salt Spray (Fog), «<https://law.resource.org/>,» 03 10 2014. [En línea]. Available: <https://law.resource.org/pub/us/cfr/ibr/003/astm.b117.1973.pdf>. [Último acceso: 03 10 2014].
- [29] Civil Aviation Safety Authority Australia, «<http://www.flightsafetyaustralia.com/>,» 21 Mayo 2014. [En línea]. Available: <http://www.flightsafetyaustralia.com/2014/05/bulletin-highlights-corrosive-effects/>. [Último acceso: 9 Junio 2014].
- [30] C. J. Brinker, Sol-gel Science: the physics and chemistry of sol-gel precesing, United States of America : Elseiver, 1990, pp. 10 - 25.
- [31] C. G. Ramos Cortes, Tesis: "Preparación de nanocompuestos de Grafeno y su incorporación a Recubrimientos híbridos Sol-gel", Ciudad de México: UNAM, 2013.

ANEXO I: TRATAMIENTO DE PRUEBAS DE ADHERENCIA PARA EL CÁLCULO DEL ÁREA DESPRENDIDA.

Para realizar el análisis del área de cada una de las muestras a las que se les realizó el procedimiento de adherencia usando el equipo de pull-off, se digitalizó cada una de las muestras, por medio del programa GetData Graph Digitalizer 2.24. Con el cual se trazó por medio de varios puntos el área desprendida del recubrimiento de la placa. El resultado de esto conlleva a la obtención de los datos del área desprendida de la placa. Figura 1.1.

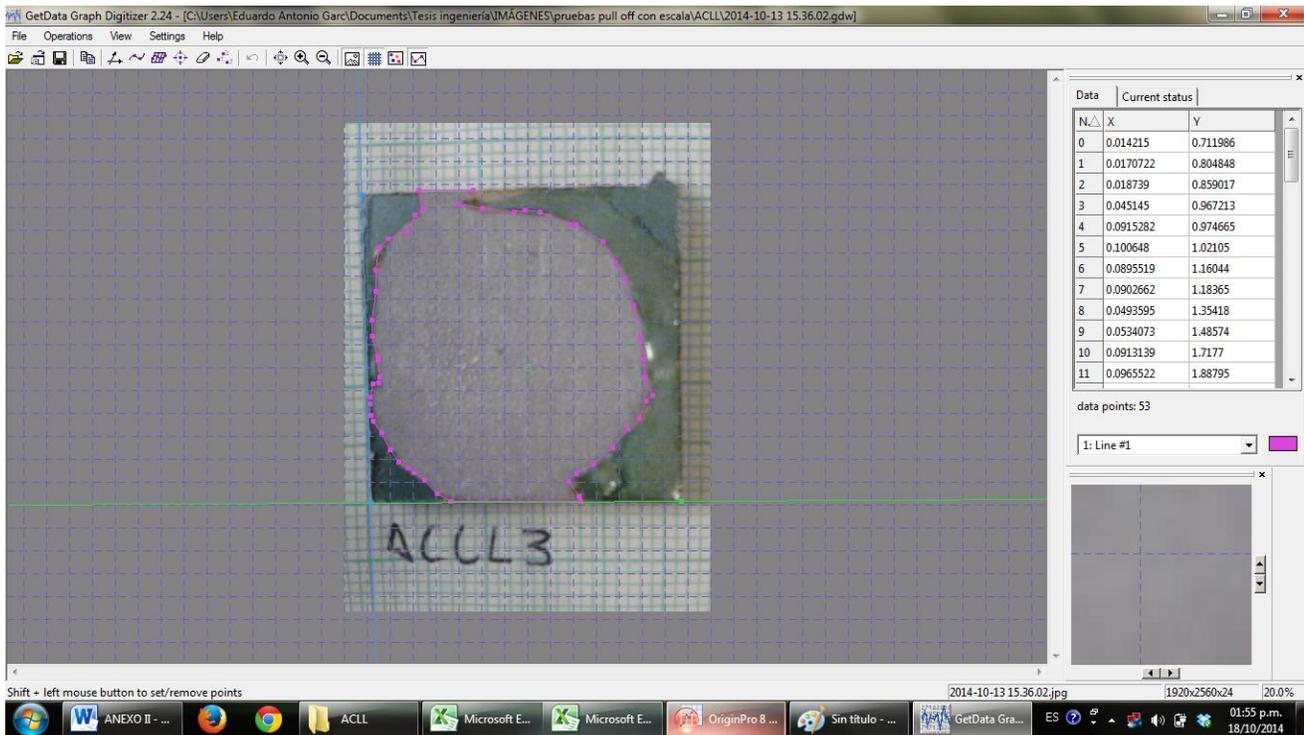


Figura 1.1 Trazado de puntos del área desprendida de la prueba de Pull-Of con el programa Get Data Digitalizer 2.24. Se fijaron $x_{min}=0$, $x_{max}=2.5$, $y_{min}=0$, $y_{max}=2.5$ de acuerdo al área de la placa.

Posteriormente una vez obtenido el código ASCII¹⁰ (Con el valor promedio de los datos), el cual fue tratado en el programa OriginPro8 para determinar el área aproximada de cada una de las placas, como se muestra en la siguiente imagen, por medio de la herramienta integrar, la cual brinda la información del área total de la figura. Este mismo programa finaliza dando un reporte de los datos que se le indican donde se incluye el área desprendida, cuyo valor es de real importancia para un tratamiento posterior. Figura 1.2.

¹⁰ Acrónimo en Inglés: *American Standard Code for Information Interchange* (Código estándar estadounidense para el intercambio de información)

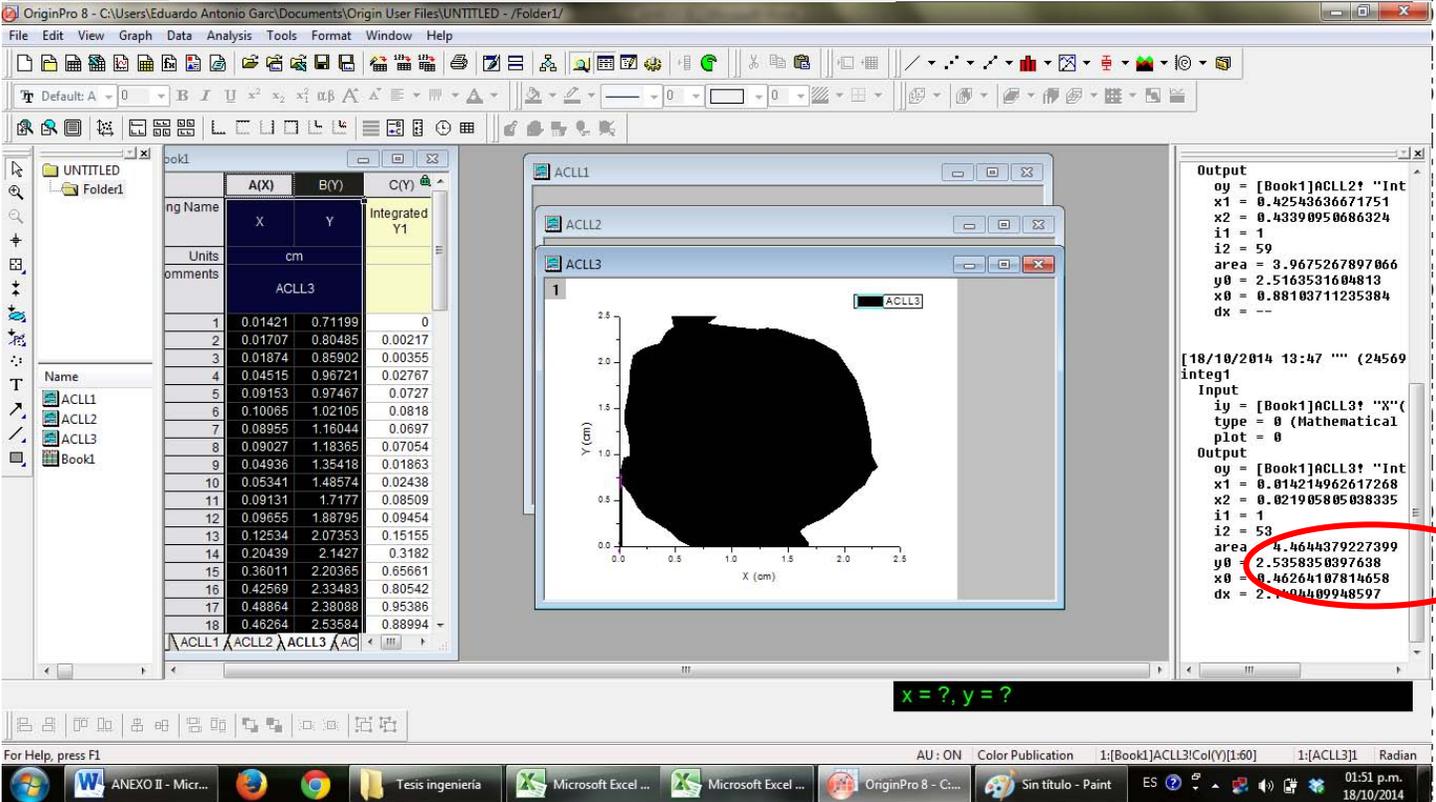
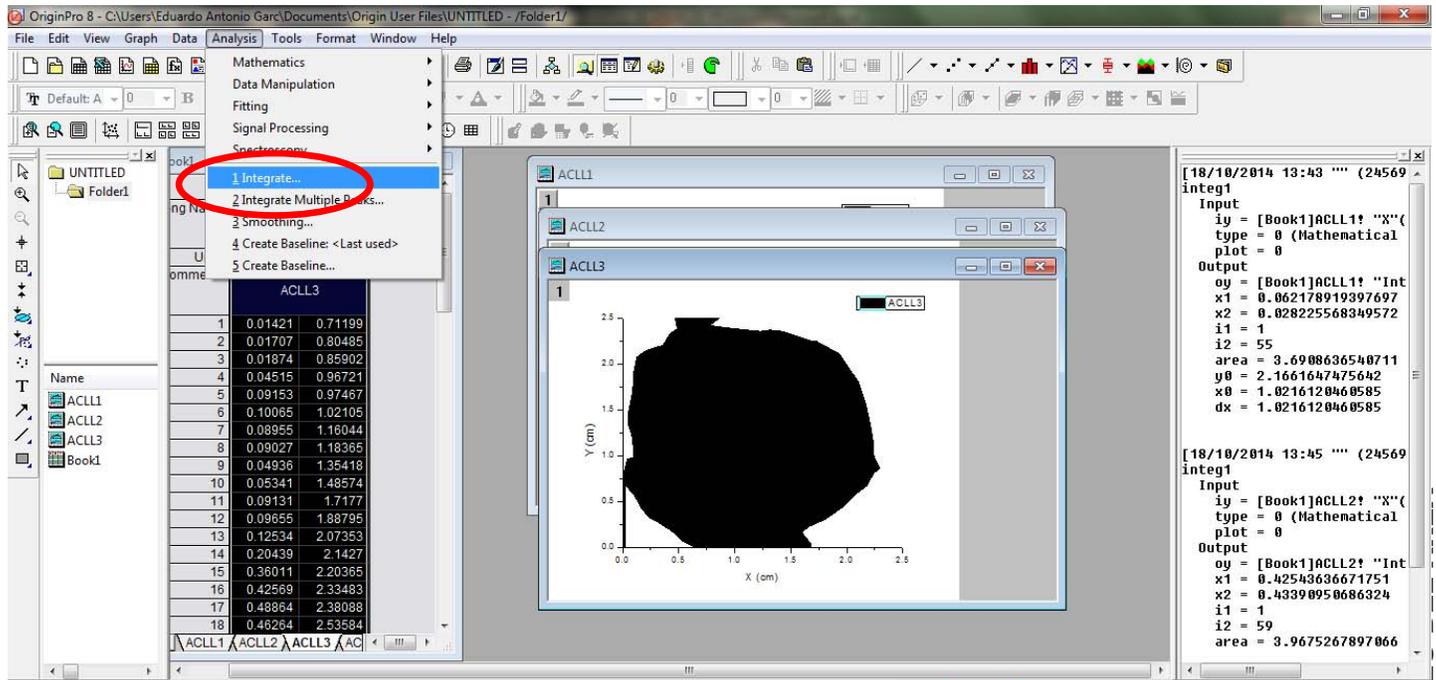


Figura 1.2 Tratamiento de los datos ASCII por medio de OriginPro8, en el inciso A) se muestra la forma en la que se realizó el cálculo del área de la superficie, con la herramienta Integrar, ubicada en análisis. En el inciso B) se muestra el reporte donde indica el valor de área este dato se marca con un círculo rojo.

RESULTADOS

AC. LLEGADA + PINTURA		
	PRESIÓN EJERCIDA [MPa]	ÁREA DESPRENDIDA cm²
	2	3.6909
	1	3.9675
	1	4.4644
	2	5.1348
	1	4.0529
PROMEDIO	1.4	4.2621

Resultado A.1 Placas de acabado de llegado con pintura

LIJADO 220 + PINTURA		
	PRESIÓN EJERCIDA [MPa]	ÁREA DESPRENDIDA cm²
	2	2.3063
	2	2.7033
	1	2.5780
	1	3.0297
	2	3.0169
PROMEDIO	1.6	2.7269

Resultado A.2 Placas lijadas 220 con pintura

AC. LLEGADA + PRIMARIO + PINTURA		
	PRESIÓN EJERCIDA [MPa]	ÁREA DESPRENDIDA cm²
	2	2.1430
	3	2.1793
	1	1.1895
	1	2.5394
	2	1.1712
PROMEDIO	1.8	1.8445

Resultado A.3 Placas de acabado de llegado con primario y pintura

LIJADO GRANO 220 + PRIMARIO + PINTURA	
PRESIÓN EJERCIDA [MPa]	ÁREA DESPRENDIDA cm²
3	2.0866
2	2.8452
2	2.5988
1	2.8775
2	2.0007
PROMEDIO	2.0
	2.4818

Resultado A.4 Placas lijadas 220 con primario y pintura

SANDBLASTEO + PRIMARIO + PINTURA	
PRESIÓN EJERCIDA [MPa]	ÁREA DESPRENDIDA cm²
5.1	2.4831
5.5	2.3359
5	2.6348
5.2	3.2346
5	2.8927
PROMEDIO	5.16
	2.7162

Resultado A.5 Placas en Sandblasteo con primario y pintura

SANDBLASTEO + SOL-GEL + PINTURA	
PRESIÓN EJERCIDA [MPa]	ÁREA DESPRENDIDA cm²
3	2.6416
3	4.4026
5	2.9681
3	3.1232
3	2.4707
PROMEDIO	3.4
	3.1212

Resultado A.6 Placas en Sandblasteo con Sol-gel y pintura

LIJADO GRANO 220 + SOL-GEL + PINTURA	
PRESIÓN EJERCIDA [MPa]	ÁREA DESPRENDIDA cm²
1	2.4831
2	2.7131
2	2.0262
3	2.2346
2	2.3642
PROMEDIO	2.0
	2.3642

Resultado A.7 Placas lijado grado 220 con Sol-gel y pintura

AC. LLEGADA + SOL-GEL + PINTURA	
PRESIÓN EJERCIDA [MPa]	ÁREA DESPRENDIDA cm²
2	1.0872
2	1.3692
3	2.2789
2	1.8666
2	1.9017
PROMEDIO	2.2
	1.7007

Resultado A.8 Placas de acabado de llegada con Sol-gel y pintura

ANEXO II: INFORMACIÓN DEL RECUBRIMIENTO COMERCIAL, FICHA TÉCNICA



ChromaSystem™ Technical Manual

DuPont™ Variprime® 615S™ Self-Etching Primer

Description

Variprime® is a fast-drying, two-component, self-etching primer. It provides excellent corrosion resistance and direct-to-metal adhesion for spot, panel and overall repairs.

General Information



Components

Variprime® 615S™
Variprime® 616S™ - Converter
Variprime® 620S™ - Fast Converter
Variprime® 614S™ - Slow Converter

Tips for Success

Keep cans closed when not in use to prevent moisture absorption, which may lead to blistering, loss of adhesion or other product failure.

Mix Ratio/Viscosity

Combine the components either by volume or weight and then mix thoroughly.

	Volume	Weight (cumulative qt)
Variprime® 615S™ Primer	1	553 grams
Variprime® 616S™/620S™/614S™ Converter	1	941 grams

Viscosity

17 - 19 seconds in a Zahn #2 (DuPont™ M-222) cup.



Pot Life

72 hours.

Additives

Accelerator: Not recommended.
Fish Eye Eliminator: Not recommended.
Flex Additive: Not recommended.
Retarder: DuPont™ 3979S™; use 5% and maintain a viscosity of 17 - 19 seconds.

Tinting

Not recommended.

DuPont™ Performance Coatings 1

DuPont™ Variprime® 615S™ Self-Etching Primer

Primer/Sealer

Fill 'N Sand® 131S™ Acrylic Primer-Surfacer
 DuPont™ 4004S™ 2K UltraProductive Primer-Filler
 DuPont™ ChromaSurfacer® 7701S™/7704S™/7707S™ Primer-Filler
 DuPont™ ChromaSeal® 7710S™/7740S™/7770S™ 2K Urethane ValueShade® Sealer
 ChromaPremier® Pro Primer-Filler 33430S™
 ChromaPremier® 42400S™/42410S™/42440S™/42470S™ Sealer

Tips for Success

For optimum holdout and performance, VarPrime® 615S™ must always be primed or sealed prior to topcoat application.

Application

Substrates

Properly prepared/cleaned steel, aluminum and galvanized

Surface Preparation



- Wipe surface with DuPont™ First Klean™ 3900S™ or Prep-Sol® 3919S™.
- Sand and featheredge with P180 DA grit paper followed by P240 DA grit.
- Remove sanding residue with DuPont™ 3939S™ Lacquer and Enamel Cleaner, DuPont™ Final Klean™ 3901S™ or DuPont™ Kwik Clean™ 3949S™.

Gun Setups*



Compliant

Siphon Feed: 1.5 mm - 1.8 mm
 Gravity Feed: 1.4 mm - 1.6 mm

HVLP

Siphon Feed: 1.5 mm - 1.8 mm
 Gravity Feed: 1.3 mm - 1.6 mm

Air Pressure*



Compliant

Siphon Feed: 30 - 45 psi @ the gun.
 Gravity Feed: 25 - 35 psi @ the gun.

HVLP

Siphon Feed: 6 - 8 psi @ the gun cap.
 Gravity Feed: 6 - 8 psi @ the gun cap.

*The listed setups cover the usual range for various application equipment.



DuPont™ Variprime® 615S™ Self-Etching Primer



Application
Apply 2 medium coats.



Flash/Dry Times
Air Dry

Flash between Coats:	Flash until dull (normally 5 minutes).
Nib Sanding:	5 - 10 minutes after flash (wet sanding not recommended).
Priming:	30 - 45 minutes.
Max Allowable Dry Time:	24 hours; then sanding is required.

Force Dry Not recommended.
Note: Variprime® 615S™ should be primed or sealed within 16 hours for best performance.



Cleanup
Clean spray equipment as soon as possible with DuPont Lacquer Thinner.

Physical Properties

Max VOC (LEIAP): Ready-To-Spray	6.0/5.9 lbs/gal (724/712 g/L)
Theoretical Coverage:	200 sq. feet per ready-to-spray gallon at 1 mil.
Avg. Weight Solids:	27.5% ready-to-spray.
Avg. Volume Solids:	12.5% ready-to-spray.
Avg. Gallon Weight:	8.29 lb/gal (994 g/L)
Avg. Weight Exempts:	6.0% ready-to-spray
Avg. Weight Water:	1.0% ready-to-spray
Recommended Dry Film Thickness:	0.8 - 1.0 mils in 2 coats.
Flash Point:	See MSDS.

VOC Regulated Areas

These directions refer to the use of products which may be restricted or require special mixing instructions in VOC regulated areas. Follow mixing usage and recommendations in the VOC Compliant Products Chart for your area.



DuPont™ Variprime® 615S™ Self-Etching Primer

Safety and Handling

For industrial use only by professional, trained painters. Not for sale to or use by the general public. Before using, read and follow all label and MSDS precautions. If mixed with other components, mixture will have hazards of all components.

Ready to use paint materials containing isocyanates can cause irritation of the respiratory organs and hypersensitive reactions. Asthma sufferers, those with allergies and anyone with a history of respiratory complaints must not be asked to work with products containing isocyanates.

Do not sand, flame cut, breeze or weld dry coating without a NIOSH approved air purifying respirator with particulate filters or appropriate ventilation, and gloves.

6/2013

For more information, call

Jobbers: 1.800.3.DUPONT

Shops: 1.800.get DUPONT

In Canada: 1.800.668.6945

or visit

<http://www.po.dupont.com/>

DuPont™ Low VOC Technical Manual

Available online



The miracles of science™

ANEXO III: ACEPTACIÓN DE TRABAJO EN EL CONGRESO DE LA SOCIEDAD MEXICANA DE ELECTROQUÍMICA

Este trabajo fue aceptado para su presentación oral en el día y lugar que describe el documento que se muestra a continuación.



XXX Congreso de la Sociedad Mexicana de Electroquímica
8th Meeting of the Mexican Section of The Electrochemical Society



Boca del Río, Ver., a 05 de marzo de 2015

Estimados Colegas

Por medio de este conducto, el Comité Organizador del XXX CSMEQ 2015 tiene el agrado de informarle que su resumen titulado:

Electrochemical evaluation of a hybrid organic-inorganic coating as a primer in transportation systems

Presentado por:

E. Antonio, A. Covelo, A. Barba, A. Tejeda, M. Hernández

Ha sido **Aceptado** en su modalidad **Oral** para su presentación en el marco del XXX Congreso de la Sociedad Mexicana de Electroquímica y el 8th Meeting of The Mexican Section of the Electrochemical Society, a celebrarse en la Cd. de Boca del Río, Veracruz del 7 al 12 de junio del año en curso.

El trabajo está registrado dentro de la temática: *Corrosión y Tratamiento de Superficies* con la clave **CTS-027**

Le recordamos que la fecha límite para enviar el trabajo en extenso es el 27 de marzo y que para la publicación del mismo en las Memorias del Congreso se requiere que al menos uno de los autores esté inscrito antes del 30 de abril, además le solicitamos que verifique los comentarios de su evaluación, si es que los tuviera, para garantizar el cumplimiento del formato y calidad técnica de las memorias del evento.

Agradecemos su participación y aprovechamos la ocasión para enviarle un afectuoso saludo.

ATENTAMENTE

Comité Organizador del XXX Congreso de la SMEQ y el
8th Meeting of The Mexican Section of The ECS



7 DE JUNIO – 12 DE JUNIO, 2015 BOCA DEL RÍO, VERACRUZ

