

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE INGENIERÍA

Caracterización de recubrimientos de Zinalco generados por medio de energía solar concentrada aplicados en aceros de bajo contenido de carbono

> TESIS Que para obtener el título de Ingeniero Mecánico

> > PRESENTA

Alan Alejandro de Jesús Franco

DIRECTOR DE TESIS

Dr. Jesús Rafael González Parra

CO-DIRECTOR DE TESIS

Dr. Arturo Barba Pingarrón

Ciudad Universitaria, Cd. Mx., 2024





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.

Agradecimientos.

Especialmente al **Dr. Jesús Rafael González Parra** por el apoyo, paciencia y confianza brindada a lo largo del desarrollo y dirección del presente trabajo.

A los honorables miembros del jurado **Dr. Jesús Rafael González Parra, Dr. Arturo Barba Pingarrón, Dr. Adrián Espinosa Bautista, Dra. Jacquelyn Martínez Alavez, M.C. Jorge Luis Romero Hernández,** por el tiempo ofrecido para revisar el presente, así como las observaciones y atenciones para la mejora del mismo.

A todos los profesores que, con su compromiso y experiencia, han contribuido a mi aprendizaje y crecimiento. Sus lecciones no solo han ampliado mi conocimiento en sus respectivas materias, sino que también han dejado una huella duradera en mi vida. Agradezco especialmente al **Dr. Arturo Barba Pingarrón** y al **M.I. Rogelio Darío Gutiérrez Carrillo**, por su pasión por la enseñanza y habilidad para transmitir conceptos complejos han hecho que cada clase sea inspiradora y enriquecedora.

Al **Centro de Ingeniería de Superficies y Acabados (CENISA)**, donde se llevaron a cabo la mayoría de las técnicas experimentales, quiero expresar mi profundo agradecimiento por brindar el espacio y los recursos necesarios para llevar a cabo esta investigación. Su apoyo fue esencial para el éxito de este proyecto.

Al Laboratorio Central de Microscopía del Instituto de Física de la UNAM (LCM-IFUNAM), agradezco sinceramente por el valioso servicio proporcionado con el Microscopio Electrónico de Barrido. La disponibilidad de esta herramienta fue crucial para el análisis detallado de las muestras y contribuyó significativamente a los resultados obtenidos.

Asimismo, quiero expresar mi reconocimiento al **Laboratorio de Difracción de Rayos X del Instituto de Investigaciones en Materiales de la UNAM** por facilitar el uso del difractómetro. Su colaboración y asistencia fueron fundamentales para la caracterización precisa de los materiales estudiados.

Al proyecto **PAPIIT** que lleva por nombre **"Desarrollo de Tecnologías de Superficie Alternativas para la Mejora de Materiales de Potencial Industrial"** con clave IT101221, así como a la **DGAPA-UNAM**.

A la **Facultad de Ingeniería de la Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM)**. Durante mi trayectoria académica, he encontrado en esta institución un entorno enriquecedor que ha contribuido significativamente a mi formación y crecimiento profesional.

A mi familia, gracias por ser mi constante fuente de amor, aliento y comprensión. Agradezco profundamente las palabras de ánimo cuando las cosas se volvían desafiantes y la celebración de cada pequeño y gran logro.

A mis amigos, quienes han estado a mi lado en cada etapa, gracias por compartir risas, aliviar la tensión y ser mi red de apoyo.

A mi pareja, por su amor, paciencia y apoyo incondicional durante este desafiante viaje académico.

Índice

Resumen	9
Introducción	11
1. Marco teórico	22
1.1 Reacciones Redox	22
1.2 Celda electroquímica	22
1.3 Celda Galvánica	22
1.4 Corrosión	24
1.5 Corrosión de metales en presencia de electrolitos	25
1.6 Protección catódica	25
1.7 Recubrimientos metálicos	27
1.8 El zinc y sus aleaciones	28
1.8.1 Zinalco	29
2. Metodología experimental.	32
2.1 Fabricación del soporte empleado	32
2.2 Lugar y parámetros relevantes para la realización del experimento	32
2.3 Material y preparación de las probetas utilizadas	
2.4 Procedimiento para la generación de recubrimientos.	
2.4.1 Aplicación del recubrimiento	
2.5 Técnicas de caracterización para la morfología de las muestras	
2.5.1 Rugosidad	
2.5.2 Caracterización metalográfica (OM y SEM-EDS)	
2.5.3 SEM-EDS	
2.5.4 Difracción de rayos X (XRD)	
2.5.5 Pull-off	
2.6 Técnicas de caracterización electroquímica.	
2.6.1 Curvas de polarización.	40
2.6.2 Espectroscopia de Impedancia Electroquímica	40
2.7 Resumen de las técnicas experimentales.	41
3. Resultados	43
3.1 Morfología de los recubrimientos.	43

3.1.1 Rugosidades.	.43
3.1.2 Caracterización metalográfica por microscopía óptica	.44
3.1.3 Morfología de la sección transversal del recubrimiento.	.48
3.1.4 Caracterización de las fases cristalinas por medio de XRD	. 50
3.1.5 Pull-off	.51
3.1.6 Conclusión de las técnicas de caracterización morfológica	.51
3.2 Resultados de las técnicas de caracterización electroquímicas.	. 52
3.2.1 Curvas de polarización	. 52
3.2.2 Espectroscopía de Impedancia Electroquímica (EIS)	.57
3.2.3 Conclusión de las técnicas electroquímicas	. 62
3.3 Morfología de los productos de corrosión	. 64
3.3.1 Microscopía óptica	.64
3.3.2 Morfología de los productos de corrosión de la superficie de las probetas y su composición elemental.	.66
3.3.3 Caracterización de las fases cristalinas de los productos de corrosión por medio de XRD	. 68
3.3.4 Conclusión de los resultados de los productos de corrosión	. 69
3.4 Resumen de la sección de resultados	. 70
4. Conclusiones	.71
Anexo 1 – Fundamentos de las técnicas experimentales empleadas.	.72
A 1.1 Metalografía y microscopía óptica	.72
A 1.2 Rugosidad.	.77
A 1.3 Pull-off	.78
A 1.4 SEM-EDS	. 80
A 1.5 XRD	.83
A 1.6 Curvas de polarización potencio dinámica.	.86
A 1.7 Espectroscopia de impedancia electroquímica.	. 89
Anexo 2 – Equipo de protección personal	.92
ANEXO 3 – Portada del artículo presentado en SOMIXXXVIII Congreso de instrumentación	.93
Referencias	.95

Índice de Figuras

Figura 1. I barcos Roma	Pintura de Cherubino Cornienti mostrando el uso del espejo de Arquímedes para quemar Inos. [3]
Figura 2.	Lente desarrollado por Von Tschirnhaus [[4] pp. 122]13
Figura 3. I lentes conve	Horno solar construido por Antoine Lavoisier que consta de un arreglo de dos grandes xos. [6]13
Figura 4. (California. [7	Caja de cigarrillos que muestra el motor solar diseñado por Aubrey G. Eneas en Pasadena,]14
Figura 5. I	Horno solar de Mont-Louis. [8]14
Figura 6.	Tipos de sistemas termosolares. [16]18
Figura 7. I	Planta solar Ivanpah [18]18
Figura 8. I	rradiación directa normal en México [23]20
Figura 9. I	Esquema del horno sola HoSIER [25]20
Figura 10. una disolució	Celda galvánica compuesta de un electrodo de cobre y un electrodo de zinc, inmersos en ón de sulfato de cobre y una disolución de cobre respectivamente. [[28] pp.817]23
Figura 11.	Herrumbre presente en engranes de acero debido a la corrosión atmosférica. [33]24
Figura 12.	Representación esquemática de la estructura iónica. [35]25
Figura 13.	Diagrama de Pourbaix (Potencial vs pH) para el hierro-agua a 25 [°C]. [36]26
Figura 14.	Protección catódica por ánodo galvánico. [37]26
Figura 15.	Sistema de protección catódica de corriente impresa. [38]27
Figura 16. autor). [[30]	Esquema de la sección transversal de un recubrimiento catódico. (modificado por el] pp.107]28
Figura 17. [30] pp. 107]	Esquema de la sección transversal de un recubrimiento anódico. (modificado por el autor) 28
Figura 18.	Soporte móvil para la lente de Fresnel construido con material PETG
Figura 19.	Irradiación global horizontal y difusa horizontal en la zona de Nezahualcóyotl. [41]33
Figura 20.	Irradiación directa normal en la zona de Nezahualcóyotl. [41]
Figura 21. Nezahualcóy	Valores de irradiación disponibles a lo largo del día de cada mes en la zona de otl. [41]34
Figura 22.	Valores promedio de la temperatura del aire en Nezahualcóyotl. [41]
Figura 23.	Capa de óxido formada en la superficie de las placas
Figura 24.	Fotografía de la apariencia superficial de las placas recubiertas.
Figura 25.	Distribución de temperaturas a lo largo de la placa

Figura 26.	Celdas electroquímicas
Figura 27.	Diagrama de procesos para la generación de recubrimientos de Zinalco en placas de acero
y la caracteriza	ación de las mismas42
Figura 28.	Fotografía de la apariencia superficial a una magnificación de 10x del sustrato44
Figura 29. con 5 capas.	Fotografía de la apariencia superficial a una magnificación de 20x de una placa recubierta
Figura 30. con 10 capas.	Fotografía de la apariencia superficial a una magnificación de 40 x de una placa recubierta 45
Figura 31. con 15 capas.	Fotografía de la apariencia superficial a una magnificación de 40x de una placa recubierta 45
Figura 32.	Microfotografía de una placa recubierta con 15 capas de zinalco46
Figura 33.	Micrografía de una placa con 15 capas de zinalco47
Figura 34.	Micrografía de una placa con 10 capas de Zinalco48
Figura 35.	Micrografía del recubrimiento de una placa de Zinalco con 15 capas
Figura 36.	Micrografías de un recubrimiento electrodepositado de Zinc en dos distintos baños. [44]
Figura 37.	Difractograma de una placa recubierta con Zinalco50
Figura 38.	Curvas de polarización potenciodinámica para los distintos tipos de placas52
Figura 39. [46] pp.3]	Curva ideal de polarización anódica de un metal que puede alcanzar el estado pasivo [53
Figura 40.	Curva de polarización para acero inoxidables 316 y 316 LVM. [47]53
Figura 41.	Curva de polarización para recubrimientos de Zn, Zn-TiO2 y Zn-ZnO [46]54
Figura 42.	Densidades de corriente en cada placa55
Figura 43.	Resistencias a la polarización de cada placa56
Figura 44.	Nyquist para 24 horas de inmersión57
Figura 45.	Bode para 24 horas de inmersión58
Figura 46. compuestos d	Gráficas de impedancia a) Nyquist b) Bode para recubrimientos electrodepositados e Zinc y Zn-SiC, en una solución de NaCl AL 3.5%. [48]59
Figura 47.	Nyquist para 240 horas de inmersión60
Figura 48.	Bode para 240 horas de inmersión61
Figura 49.	Gráfica de representativa a los cambios de módulo de impedancia a bajas frecuencias 62
Figura 50. recubrimiento	Productos de corrosión obtenidos por EIS tras 240 de inmersión. a) placa desnuda, b) de 5 capas, c) recubrimiento de 10 capas, d) recubrimiento de 15 capas64

Figura 51. capas c) Placa	Productos de corrosión bajo el microscopio ópticos a 10X. a) Placa desnuda b) Placa con 5 con 10 capas d) Placa con 15 capas64
Figura 52. corrosión en u Zinalco. c) Mic elemental de l	EDS realizados para los productos de corrosión a) Micrografía de los productos de ina placa con 5 capas de Zinalco. b) Análisis elemental de la muestra con 5 capas de irografía de los productos de corrosión en una placa con 15 capas de Zinalco. d) Análisis a muestra con 15 capas de Zinalco
Figura 53. Zinalco.	Difractograma de los productos de corrosión de una placa recubierta con 5 capas de
Figura 54. Zinalco.	Difractograma de los productos de corrosión de una placa recubierta con 15 capas de
Figura 55.	Cortadora metalográfica. [51]73
Figura 56.	Ejemplos de muestras encapsuladas en bakelita y resina acrílica. [53]73
Figura 57.	Pulidora metalográfica TEKNIPOL de doble plato. [51]74
Figura 58.	Muestra siendo lijada por un disco abrasivo. [54]75
Figura 59.	Microestructura de un acero de bajo contenido de carbono. [56]76
Figura 60.	Parte móvil de un rugosímetro mecánico77
Figura 61.	Perfil de rugosidad. [58]78
Figura 62.	Comprobador de adherencia por arranque Elcometer 106. [60]79
Figura 63.	Distintas fallas del recubrimiento al ser separados del sustrato. [61]80
Figura 64.	Componentes de un SEM [63]81
Figura 65. imágenes en c	Micrografía de una roca volcánica realizada con electrones retrodispersados, las olores muestran la composición elemental de la muestra
Figura 66.	Representación de la ley de Bragg. [67]83
Figura 67. precipitación d	Difractograma de rayos-X de una muestra de fosfatos de calcio sintetizada por química. [69]
Figura 68.	Curva de polarización. [71]87
Figura 69.	Esquema de los componentes de una celda electroquímica de tres electrodos. [72] 88
Figura 70.	Diagrama de Argand. [74]90
Figura 71. Nyquist b) Dia	Gráficos utilizados en EIS para describir el comportamiento corrosivo. a) Diagrama de grama de Bode [75]91

Índice de Tablas

Tabla 1.	Propiedades físicas del Zinalco	.31
Tabla 2. tiempo en e	Valores de Irradiación global horizontal e irradiación directa normal en el intervalo de I que se desarrolló el proceso de recubrimiento. [41]	.35
Tabla 3.	Resumen de las técnicas utilizadas y la cantidad de muestras necesarias	.41
Tabla 4.	Rugosidades de los recubrimientos	.43
Tabla 5.	Espesores de los recubrimientos.	.46
Tabla 6.	Fuerzas aplicadas en Pull-off	.51
Tabla 7.	Parámetros de curvas de polarización potenciodinámica	. 55
Tabla 8.	Resistencia a la polarización de las placas.	.56
Tabla 9.	Valores del módulo de impedancia en frecuencias bajas	. 62

Resumen.

Dadas las actuales restricciones climáticas, es necesario adoptar el uso de energías renovables para mitigar la huella de carbono acumulada a lo largo de décadas. Al incorporar este tipo de energías, no solo contribuimos a la disminución de las emisiones contaminantes en el entorno, sino que también se logra una reducción significativa en los costos asociados a la conversión de energía.

Este trabajo está enfocado en una de las aplicaciones de la energía solar, la cual se basa en la concentración de la misma para la fundición de un material metálico de bajo punto de fusión (Zn-18Al-2Cu) para ser utilizado como recubrimiento en placas de acero de bajo contenido de carbono. También, tiene como objetivo determinar la viabilidad de éstos recubrimientos como protectores contra la corrosión, ya que este fenómeno es muy importante a nivel mundial dado que provoca daños irreversibles a materiales metálicos que están presentes en diversas áreas, causando pérdidas económicas, industriales e incluso daños a la salud.

El primer capítulo abarca distintos rubros, como la composición de la energía solar, la historia de su explotación, procesos y estudios de su aplicación, así como la importancia de la protección a la corrosión.

El segundo capítulo comprende la metodología experimental que fue llevada a cabo para la generación de recubrimientos (mediante capas) en la que se muestra el equipo construido, la preparación de los materiales, así como el procedimiento para la formación de los recubrimientos. Además, se describen los parámetros utilizados en las técnicas de caracterización para conocer la morfología de los recubrimientos y de los productos de corrosión. Los métodos empleados fueron rugosidad, microscopia óptica, microscopía electrónica de escaneo (SEM-EDS) y difracción de rayos X (XRD) y "Pull-off" utilizada conocer la adherencia de los recubrimientos. También se describen las técnicas de caracterización electroquímicas que fueron realizadas para comprender el proceso de corrosión e identificar el recubrimiento con las mejores características protectoras. En este caso, se hizo uso de las curvas de polarización potencio dinámica y espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS).

El tercer capítulo presenta los resultados de cada técnica de caracterización, los cuales describen que la rugosidad promedio medida en la superficie de las probetas es de 0.63 micrómetros, indicando un recubrimiento de apariencia homogénea, las imágenes obtenidas por microscopía óptica muestran que los espesores no aumentan significativamente en cada adición de capas y mediante SEM se determina que mientras más capas se coloquen, el recubrimiento resulta ser más homogéneo a lo largo de su espesor, presentándose menos grietas y porosidades.

Mediante las técnicas de caracterización electroquímicas, se observa en las curvas de polarización que la protección a la corrosión tiene una mejora significativa a medida que las capas aumentan y para EIS, las gráficas de Nyquist y Bode muestran que los mejores resultados se obtienen con la placa de 15 capas.

La evaluación de los productos de corrosión muestra que los recubrimientos de 5 y 10 capas no brindan una protección significativa al acero debido a las imperfecciones presentes a lo largo de su espesor. Sin embargo, se observa una mejora notable en el caso de la placa con 15 capas ya que proporcionó una protección superior al sustrato evidenciada por una menor presencia de óxido de hierro en la superficie.

El cuarto capítulo muestra las conclusiones del presente trabajo.

Finalmente, el presente documento incluye tres anexos. El primero de ellos detalla las técnicas de caracterización empleadas, en el segundo se describe el equipo de protección personal utilizado en cada fase del proceso de recubrimiento y el tercero presentan la portada del artículo presentado en el SOMIXXXVIII Congreso de instrumentación.

Introducción.

La energía solar es fundamental para la vida en la Tierra, ya que sustenta numerosos ciclos y procesos vitales como la fotosíntesis que es esencial para la nutrición de los organismos vegetales y el ciclo del agua que permite la distribución de este recurso a través de la evaporación y la lluvia. Esta energía, provista por el Sol, llega a la Tierra en forma de radiación electromagnética, cuya composición consta de un 56% de infrarrojos, 36% de radiación visible y 7% de ultravioleta, el resto pertenece a rangos fuera de los espectros conocidos. [1]

La radiación solar no llega en su totalidad a la superficie de la Tierra debido a diversas barreras que debe atravesar. Parte de esta radiación es dispersada por la atmósfera y parte de ella es reflejada de nuevo hacia el espacio. Las nubes también actúan como obstáculos, disminuyendo la cantidad de radiación que llega a la superficie, contribuyendo con la regulación de la temperatura terrestre. Además, ciertas moléculas presentes en la atmósfera, como el agua, el dióxido de carbono, el ozono y el oxígeno, pueden absorber parte de esta radiación, lo que reduce el flujo total de energía solar en un 40%. Finalmente, la radiación que llega a la superficie terrestre se compone en última instancia de un 50% de luz visible y un 47% de radiación infrarroja, teniendo como resultado un flujo total de 1.08x10⁸ [GW] en la superficie expuesta del planeta, valor que al extrapolarlo a un año da como resultado 3.4x10⁶ ExaJoules, cantidad que supera hasta por 8000 veces el consumo energético del planeta. [1]

Por lo anteriormente descrito, la energía solar es una de las energías renovables más prometedoras, ya que es gratuita y abundante por lo que su adecuada explotación podría reducir drásticamente las emisiones de gases contaminantes que se generan día a día. En la actualidad existen dos tecnologías empleadas para el aprovechamiento de este recurso, la primera consiste en la captación de radiación solar a partir de medios fotovoltaicos usados para la generación de energía eléctrica y la segunda radica en la concentración de la radiación solar mediante espejos o lentes usados para diversos campos que requieren de temperaturas elevadas, como el de la metalurgia, la producción de calor industrial y la generación de electricidad, por dar algunos ejemplos.

El presente trabajo abarca la segunda tecnología, llamada energía solar concentrada (ESC), la cual será el tema de relevancia que se desarrollará a continuación.

Los inicios de la explotación de la energía solar se remontan a la antigüedad, donde hace más de diez mil años se secaban ladrillos de adobe, siendo uno de los primeros registros escritos con los que cuenta la humanidad. Posteriormente, se registraron aplicaciones con un mejor aprovechamiento de este recurso, las cuales consisten en su concentración para alcanzar temperaturas más altas que comienzan desde del periodo Romano.

Arquímedes fue un matemático griego, físico, inventor y astrónomo que habitaba en Siracusa. Durante la segunda guerra púnica (218-201 a.C.) Siracusa se aliaba con Cártago para librar una batalla en contra de Roma; el rey Herión pidió ayuda a Arquímedes para defender la ciudad griega colocándolo como ingeniero militar para desarrollar máquinas de guerra, uno de sus inventos fue un arreglo grande de espejos cóncavos que reflejaba la luz solar y la concentraba en un punto, el objetivo de este artefacto era ser un arma capaz de incendiar barcos enemigos. [2].



Figura 1. Pintura de Cherubino Cornienti mostrando el uso del espejo de Arquímedes para quemar barcos Romanos. [3]

Si bien este relato es una leyenda de la cual no hay evidencia científica sólida, es un gran ejemplo de los inicios de la energía solar concentrada.

A lo largo de diversas épocas, se llevaron a cabo experimentos con diferentes objetivos relacionados con la energía solar, entre los que se incluyen la creación de bombas que utilizaban el calentamiento del agua, hornos solares, la síntesis de materiales y la fundición de metales. Leonardo Da Vinci realizó experimentos con un espejo parabólico con el propósito de generar energía térmica destinada a la industria textil. En el siglo XV, el científico francés Salomon de Caux desarrolló la primera bomba solar, que operaba mediante lentes que concentraban el calor en una caja de cobre parcialmente llena de agua. A medida que el agua se calentaba, el aire atrapado en el recipiente se expandía, lo que provocaba un bombeo del nivel inferior al superior. [4]

En el siglo XVII, se iniciaron las primeras investigaciones relacionadas con la Energía Solar Concentrada (ESC) de alta temperatura gracias al matemático alemán Ehrenfried Walter Von Tschirnhaus. Von Tschirnhaus diseñó, construyó y utilizó lentes y espejos para lograr la fusión del hierro. También, experimentó con mezclas de silicatos para calentamiento y la obtención de porcelana. Los avances en esta área continuaron durante el mismo siglo, destacándose la invención de un lente de un metro de diámetro por parte de Cassini, creado como regalo para el rey Luis XIV. Este dispositivo permitía alcanzar temperaturas cercanas a los 1000 [°C], lo que posibilitó la fusión de metales como la plata y el hierro. [5]



Figura 2. Lente desarrollado por Von Tschirnhaus [[4] pp. 122]

En el siglo XVIII, Antoine-Laurent de Lavoisier, considerado el padre de la química, se aventuró en la creación de artefactos capaces de aprovechar la Energía Solar Concentrada (ESC). Desarrolló un horno solar móvil con el propósito de investigar cómo el calor afecta a los diamantes. Este invento tenía la capacidad de fundir hierro y platino, alcanzando temperaturas superiores a los 1780 [°C]. Además, Lavoisier demostró la viabilidad del tratamiento de metales en una atmósfera controlada, como el nitrógeno. [4]



Figura 3. Horno solar construido por Antoine Lavoisier que consta de un arreglo de dos grandes lentes convexos. [6]

Para finales del siglo XIX la tecnología pasaba de Europa a Estados Unidos por científicos franceses donde la principal aplicación era el bombeo de agua por motores solares. Eventualmente a principios del siglo XX Aubrey G. Enea desarrolló motores solares comerciales con una superficie de 70 [m²] instalados en California y Arizona que lamentablemente fueron destruidos por granizadas. [4]



Figura 4. Caja de cigarrillos que muestra el motor solar diseñado por Aubrey G. Eneas en Pasadena, California. [7]

Después de la Segunda Guerra Mundial, Felix Trombe, un ingeniero francés pionero en el campo de la energía solar en su país, retomó su investigación en aplicaciones de alta temperatura, reafirmando la eficiencia de la Energía Solar Concentrada. Demostró su capacidad para fundir materiales refractarios como alúmina (2050 [°C]), óxido de cromo (2260 [°C]), circonia (2680 [°C]), hafnia (2780 [°C]) y toria (3350 [°C]) utilizando un espejo de 2 metros de diámetro. Este logro impulsó la necesidad de incorporar esta tecnología en procesos industriales, marcando el inicio de la construcción del primer horno solar en Mont-Louis en 1949, con una potencia de 50 kW, y posteriormente el horno solar de Odeillo en 1970, con una potencia de 1 [MW]. [5].



Figura 5. Horno solar de Mont-Louis. [8]

Otro avance significativo se llevó a cabo en 1957 cuando investigadores japoneses, Tetsuo N., Masao M. y Choji N., estudiaron la fusión de varios óxidos metálicos [9]. Asimismo, en el laboratorio de la Universidad de Florida, el profesor e ingeniero mecánico Erich A. Farber realizó investigaciones sobre el

crecimiento de cristales de óxidos de calcio en un horno solar [10]. Estos estudios reflejaron un creciente interés en esta tecnología por parte de diversos países, dada la potencia significativa que podía generar.

Desde entonces, esta tecnología ha sido objeto de estudios para su implementación en diversos procesos, centrándose principalmente en la generación de energía eléctrica y en aplicaciones que demanden altas temperaturas, especialmente en campos como la metalurgia y la ciencia de materiales. A continuación, se detallan algunos de los avances alcanzados con la energía solar concentrada:

- Aplicaciones en metalurgia
 - Producción del Silicio: Se propuso una alternativa al proceso convencional en donde se forma nitruro de silicio (Si₃N₄) con la termo reducción del óxido de Silicio (SiO₂) en una atmósfera de nitrógeno usando esta tecnología, logrando un proceso más limpio y barato, reduciendo gases contaminantes y creando un silicio de grado solar, que se encuentra entre el grado electrónico con un 99.99999% de pureza y el grado metalúrgico que tiene un 99% de pureza. [9]
 - Producción de aluminio: El elemento es termo reducido, así como su aleación con el silicio. También se realizan procesos que generan Nitruro de Aluminio (AIN) o Sulfuro de aluminio (Al₂S₃) para que posteriormente sean electrolizados usando medios fotovoltaicos para obtener Aluminio con cierto grado de pureza. [9]
 - Producción de Zinc: Mediante el par Zinc y el óxido de Zinc (Zn-ZnO) se puede crear un ciclo termoquímico para la disociación del agua. Este proceso consta de dos fases, la primera consta de la disociación termoquímica del ZnO en Zn y oxígeno a 1900 [°C] y la segunda consiste en añadir agua al Zn para realizar un proceso químico denominado hidrólisis que rompe con los enlaces químicos de esta sustancia para obtener hidrógeno que puede ser usado como combustible y nuevamente ZnO que es reutilizado para continuar con el ciclo. La implementación de la ESC en este ciclo vuelve el proceso más amigable con el medio ambiente. [11]
 - Producción de magnetita: Se han llevado a cabo estudios para la recuperación del hierro a partir de sus óxidos, no obstante, se han obtenido resultados más prometedores mediante la descomposición de la magnetita a temperaturas 300 [°C] por encima de su punto de fusión. Esta descomposición se ha logrado de manera completa en una atmósfera de Argón. [9]
- Procesamiento de materiales
 - Formación de espumas de aluminio y titanio: Las investigaciones evidenciaron que, en cuanto a tiempo y energía, el proceso es más eficiente. El molde utilizado para estos artefactos se calentó en un periodo de tiempo menor, y la formación de espuma se llevó a cabo a temperaturas más bajas. Sin embargo, surge una limitación, ya que este método solo permite la creación de espumas de dimensiones reducidas. [9]
 - Sinterizado: Se ha realizado en cobre con el propósito de fabricar hilos nanoestructurados, así como también en polvos de óxidos de hierro, níquel y zinc para formar ferritas de níquel-zinc que son materiales magnéticos utilizados en diversos dispositivos electrónicos. El sinterizado de polvos de aceros de alta velocidad utilizados para herramientas de maquinado ha sido efectivo consiguiendo una mayor dureza y la aparición de micro fases de nitruros de vanadio, debido al rápido calentamiento, así como el rápido enfriamiento. Por último, ha habido éxito en el

sinterizado de titanio y en la cerámica de titanato de manganeso, obteniendo muestras de porosidades muy bajas y tiempos de sinterizado menores en hornos solares al vacío. [11]

- Recubrimientos: Se aplican recubrimientos protectores en la superficie de metales con el objetivo de mejorar las propiedades del material, ya sea en términos de resistencia al desgaste o a la corrosión. En el caso de aceros inoxidables 304L, se ha empleado polvo de molibdeno a temperaturas de 1300 [°C] en atmósfera de argón, logrando espesores de 1 [mm] con una baja porosidad. Además, se han realizado recubrimientos con polvo de carburo de tungsteno sobre fundiciones de hierro nodular, logrando durezas de hasta 1000 Vickers. [9] Experimentos adicionales incluyen recubrimientos con polvo de acero al carbono de 55 [mm] de longitud y 6 [mm] de ancho en un horno solar vertical con atmósfera controlada. Sometiendo la superficie a un flujo de energía de 13.4 [MW/m²], se variaron las velocidades (0.8, 1.6 y 1.8 [mm/s]), resultando en capas sólidas de 2 [mm] de espesor. [12]
- Nitrurado: Es un proceso termoquímico utilizado para mejorar las propiedades de las superficies metálicas, consiste introducción de nitrógeno en la capa superficial del material mediante atmósferas controladas. Se ha realizado con titanio, logrando películas de 6 micrómetros de espesor utilizando lentes de Fresnel con calentamientos de apenas 2 minutos. [13]
- Tecnologías de unión: La soldabilidad de diversos materiales ha sido objeto de estudio, revelando tanto casos desafiantes, como en el aluminio y la plata, como casos exitosos, como la unión de aceros dulces, bronce y cobre mediante soldaduras de estaño-plomo. Asimismo, se ha observado una destacada eficacia en la soldadura de aceros AISI H13, aceros inoxidables AISI 316, así como en aleaciones de titanio, aluminio y vanadio, donde se lograron uniones robustas y libres de defectos. [9]
- Tratamientos térmicos superficiales: En la plataforma solar Almería en España se realizaron tratamientos térmicos en muestras cilíndricas de acero al carbono con una instalación de tipo torre central. Dicha instalación cuenta con un arreglo de 93 espejos planos de una superficie máxima de 3655 [m²], con una potencia de 3600 [kW], logrando en los experimentos una temperatura cercana a los 1200 [°C]. Las muestras de dos composiciones diferentes fueron colocadas en paneles de alúmina y luego colocados en el horno solar. Los resultados mostraron un aumento de dureza en la superficie a una profundidad de entre 1.5 a 2 [mm], para el acero con un porcentaje de carbono (0.38 %), la dureza más alta registrada fue de más de 600 Vickers, mientras que para el acero con alto contenido de carbono (1%), la dureza más alta registrada fue de más de fue de más de 900 Vickers. [14]
- Sinterización de polvos de cerámicos: Se han llevado a cabo con alúmina, carburos de titanio, carburos de tungsteno, carburos de tantalio y carburos de molibdeno. Aunque han demostrado buenos resultados, presentan una desventaja asociada a esfuerzos térmicos por el rápido calentamiento y enfriamiento. [11]
- Síntesis de fullerenos y nanotubos de carbono: Los fullerenos, moléculas compuestas mayormente de carbono, desempeñan roles fundamentales en campos como la medicina, la electrónica y los

materiales compuestos. Su producción implica la vaporización del grafito, un proceso costoso debido al elevado consumo energético. Flamant, mediante ESC y una atmósfera de argón logró la formación de fullerenos, además de aumentar su producción. Al igual que los tubos de nanocarbono, estos fueron exitosamente fabricados, demostrando la alta eficiencia de la ESC comparada con los láseres, tecnología ocupada en el proceso convencional. Lamentablemente, las investigaciones se han detenido ya que estos estos materiales han quedado en segundo plano por el desarrollo del grafeno. [13]

Producción de cal. Se realiza con la descomposición térmica del carbonato de calcio (CaCO₃) para obtener óxido de calcio y dióxido de carbono. Usando esta tecnología, se observó un decremento en las emisiones de CO₂ hasta en un 40% en una planta de cemento, pero el costo incrementaba al doble, además de que según los estudios realizados por Meier en 2004. [9] Por lo que el uso de esta tecnología estaría enfocada a otros sectores, como la industria farmacéutica y cosmética.

Estos avances fueron realizados mediante instalaciones capaces de alcanzar altas temperaturas, las cuales se distinguen cuatro tipos principales:

Tipo 1: Sistema receptor de torre central. En esta configuración, se dispone de un conjunto de espejos que dirigen la radiación solar hacia una torre central, donde el haz es concentrado. Esta torre central funciona de manera similar a un horno solar.

Tipo 2: Sistema de espejos planos y parabólicos. Este sistema involucra un espejo plano que redirige la radiación solar hacia un conjunto de espejos dispuestos en una forma parabólica, logrando así una concentración del haz en un punto focal. El espejo plano es móvil para seguir el movimiento del sol y aprovechar al máximo la energía disponible durante el día.

Tipo 3: Espejo parabólico. En esta configuración, se utiliza un espejo parabólico móvil que puede seguir el movimiento del sol. Las muestras que se someten al haz concentrado se colocan en el punto focal de la parábola. [14]

Tipo 4: Sistema reflectores lineares de Fresnel. Esta instalación se aproxima a una forma parabólica donde se hace uso de filas largas de espejos planos o ligeramente curveados que reflejan y concentran la radiación solar sobre un receptor lineal que a su vez puede ser redirigido por otro pequeño reflector. Estos sistemas pueden ser reorientados. [15]



Figura 6. Tipos de sistemas termosolares. [16]

Estos tipos de sistemas termosolares además de su utilidad para fines metalúrgicos, también son utilizados para la generación de energía eléctrica, como lo es el caso de la planta solar Ivanpah, la cual se encuentra en el desierto de Mojave en California. Esta planta, considerada una de las más grandes del mundo, cuenta con tres sistemas receptores de torre central de 139 metros de altura y 300000 espejos controlados que en conjunto tienen una extensión de aproximadamente 13 kilómetros cuadrados. [17]



Figura 7. Planta solar Ivanpah [18]

A finales de 2022 se registró una capacidad térmica solar mundial de 542 [GW] que corresponden a un área de captación de 774 millones de metros cuadrados, siendo China, Turquía, Estados Unidos, Alemania y Brasil los países con mayor capacidad total instalada. [19]

Aunque esta tecnología presenta notables ventajas desde el punto de vista energético y económico que podrían competir con los procesos convencionales, aún no está en condiciones de sustituirlos debido a varios factores. Entre ellos se encuentran la limitada disponibilidad de la energía solar, que solo está presente durante unas pocas horas; la producción relativamente baja en comparación con los procesos

convencionales; y la necesidad de ubicar las instalaciones en zonas con una alta insolación, a menudo distantes de las áreas urbanas. No obstante, las investigaciones continúan y ha habido innovaciones en estos últimos años.

En México, diversas empresas líderes en la industria del cemento, como Holcim, Moctezuma y Cemex, han adoptado la innovadora tecnología para la producción de cemento. Cabe destacar que Cemex, en colaboración con Synhelion, implementó una prueba piloto en 2022 para la producción del componente clave del cemento, el Clinker. Este material es tradicionalmente obtenido mediante el calentamiento de minerales a temperaturas superiores a 1400 [°C], un proceso que, en su forma convencional, implica el uso de hornos rotativos, generando emisiones significativas de dióxido de carbono. La vanguardista prueba de este método revolucionario se llevó a cabo en el prestigioso Instituto de Materiales IMDEA en España arrojando resultados favorables en la reducción de las emisiones de dióxido de carbono. Este avance tiene como objetivo sustituir los combustibles fósiles en el proceso de producción del concreto para el 2050. [20].

Otro caso novedoso es el proyecto a cargo del equipo de investigadores de Fraunhofer Chile, en el que se utilizará la planta solar Likana para el reciclado de aluminio, buscando reducir las emisiones contaminantes ya que, por cada tonelada de aluminio reciclada se genera media tonelada de CO2. [21]

El maestro en ingeniería Alejandro Jaramillo Mora, implementó la ESC para la construcción de PCB's, su novedosa técnica consiste en sinterizar soldadura electrónica en bolas de una aleación Sn₆₃Pb₃₇ en un sustrato polimérico (PETG) de tal manera que se generan trazas para formar uniones en donde los componentes electrónicos puedan soldarse. El equipo que diseñó y utilizó fue sistema seguidor con una lente de Fresnel como concentrador solar. [22]

México tiene un gran potencial para la aplicación de esta tecnología debido a los altos índices de radiación solar directa que hay en algunas zonas del territorio nacional.



Figura 8. Irradiación directa normal en México [23].

México cuenta con algunas instalaciones que pertenecen al Laboratorio Nacional de Sistemas de Concentración Solar y Química Solar (LACYQS) que usan la Energía Solar Concentrada para la investigación.

En Temixco Morelos se encuentra un horno solar de alto flujo Radiativo (HoSIER) que alcanza hasta los 3400 [°C]. [24]



Figura 9. Esquema del horno sola HoSIER [25]

Este horno está formado por los siguientes componentes:

- 1. Heliostato: Es una superficie llena de espejos planos que se encarga de moverse en dirección al sol para redirigir los rayos hacia el concentrador.
- 2. Atenuador: Este elemento controla la potencia del punto focal abriendo o cerrándose.

- 3. Concentrador: Es un disco conformado de un grupo de espejos y tiene una forma parabólica, es estático y es el encargado de dirigir toda la energía a su punto focal.
- 4. Mesa de ensayo: Es el soporte en donde se colocarán las piezas que serán sometidas al haz. [26].

Este trabajo plantea una alternativa más para la utilización de la energía solar concentrada, la cual es la generación de recubrimientos a partir una aleación base zinc, la cual es llamada Zinalco (Zn-Al21-2Cu). Este material fue desarrollado por el Dr. Gabriel Torres Villaseñor en el Instituto de Investigaciones en Materiales de la UNAM entre 1977 y 1982. La aleación utilizada para este trabajo fue Zn-18Al-2Cu con características superplásticas y con gran resistencia a la corrosión. [27]

La Facultad de Ingeniería de la UNAM no dispone de un horno solar convencional, por lo que, para llevar a cabo los experimentos, se optó por utilizar una lente de Fresnel como concentrador solar. La elección de este componente se fundamenta en sus ventajas significativas en comparación con las lentes convencionales. Su perfil delgado no solo resulta en un peso considerablemente ligero, sino que también implica un costo notablemente inferior al de una lente convexa de vidrio con la suficiente amplitud para alcanzar temperaturas cercanas al punto de fusión del material de estudio. Además, la lente de Fresnel presenta una eficiencia en la concentración de la luz solar, maximizando así la capacidad de generación de calor necesaria para los objetivos experimentales.

Los recubrimientos tienen el propósito de proteger al acero de la corrosión, debido a que es de los principales problemas que presenta este material. El acero es uno de los metales más utilizados en la actualidad, ya que, de acuerdo con sus características, se usa en diferentes sectores como en el alimenticio, el energético, el de transporte, el de la construcción, el automotriz, etc. Lamentablemente, presenta un gran problema, el cual es que por sí solo no es resistente a la corrosión, por lo que es necesario protegerlo para que tenga una vida útil larga ya que de lo contrario puede ocasionar daños graves a la sociedad, así como pérdidas económicas.

El actual trabajo está enfocado a estos dos temas de gran relevancia, la corrosión y la energía solar concentrada, con lo que se busca aumentar una alternativa más al uso de esta tecnología y ofrecer una alternativa a la protección del acero utilizando esta energía renovable.

1. Marco teórico.

1.1 Reacciones Redox.

Las reacciones oxidación-reducción son un par de semirreacciones químicas capaces de transferir electrones. Estos procesos de interacción suelen llevarse a cabo en diferentes medios, pero en el contexto de este trabajo, el enfoque se limita al medio acuoso.

El medio acuoso, también llamado electrolito, está compuesto por una mezcla homogénea de dos o más sustancias y su principal característica es la capacidad de conducir electricidad a través del movimiento de iones. [28]

La reacción se representa de la siguiente forma [29]:

$$Ox + ne^{- \underset{oxidación}{\not=} Red.$$
(1)

Donde:

- *Ox* es el receptor de electrones o agente oxidante.
- *n* es el numero de electrones que el agente reductor cedió.
- *Red* es el donador de electrones o agente reductor.

Se dice que son semirreacciones ya que la reacción completa consta de dos etapas. La primera etapa consiste en que un elemento pierde electrones (oxidación) y la segunda etapa se desarrolla con la ganancia de los electrones libres (reducción).

1.2 Celda electroquímica.

Una celda electroquímica es un sistema conformado por dos electrodos (conductores eléctricos) conectados por un conductor metálico, inmersos en un electrolito (conductor de iones), formándose así un circuito que produce o consume energía eléctrica por el transporte de iones. [29]

En este circuito, la corriente eléctrica inicia su recorrido en uno de los electrodos que tiene acceso al electrolito, conocido como ánodo, y luego fluye a través de la solución hasta llegar al siguiente electrodo, denominado cátodo.

En el ánodo, se produce la oxidación, mientras que, en el cátodo, tiene lugar la reducción. [30]

Son de gran importancia en aplicaciones tecnológicas ya que se emplean en la fabricación de baterías, celdas de combustible, celdas electrolíticas y en la investigación de la corrosión mediante celdas galvánicas.

1.3 Celda Galvánica.

Una celda galvánica, también conocida como celda voltaica, es una celda electroquímica que se utiliza para generar electricidad a través de una reacción redox. [28]

Para este tipo de celdas, existen dos arreglos comunes. El primero implica dos electrodos hechos del mismo material, los cuales están conectados entre sí mediante un conductor y sumergidos en un medio acuoso. Este diseño se conoce como celda galvánica de un componente. Por otro lado, el segundo arreglo, conocido como 'de dos componentes', consta de dos electrodos fabricados con materiales distintos y conectados mediante un conductor. Cada electrodo se encuentra inmerso en una disolución diferente. Para completar el circuito, se utiliza un puente salino, que consiste en un tubo en forma de U invertida que contiene una sustancia inerte capaz de permitir el paso de iones entre las dos disoluciones. [28]



Figura 10. Celda galvánica compuesta de un electrodo de cobre y un electrodo de zinc, inmersos en una disolución de sulfato de cobre y una disolución de cobre respectivamente. [[28] pp.817]

La corriente eléctrica generada por este dispositivo se desplaza del ánodo al cátodo debido a la existencia de una diferencia en el potencial eléctrico entre los electrodos, el cual puede ser medido experimentalmente mediante un voltímetro. A esta diferencia de potencial o voltaje se le denomina potencial de celda. [28]

1.4 Corrosión.

La corrosión es un proceso electroquímico que ocurre cuando un material metálico interactúa con su entorno, resultando en su deterioro. Este fenómeno implica la oxidación del metal y la reducción de las sustancias en el ambiente, promoviendo una transferencia de cargas debido a la presencia de una reacción REDOX. [31]

La corrosión del hierro es el principal ejemplo para identificar este proceso, el cual es ocasionado por la humedad en el aire que interactúa con este metal, ocasionando un producto de corrosión conocido como herrumbre, el cual, es una costra porosa color marrón distribuida sobre la superficie del metal. [32].

En la superficie expuesta del hierro se produce la oxidación y los átomos de hierro se vuelvan cationes por la liberación de dos electrones, como se describe en la siguiente ecuación [29].

Esta semirreacción no puede ocurrir sin que otros átomos aprovechen los electrones disponibles. Por lo tanto, se debe llevar a cabo otra semirreacción en la que los átomos de oxígeno desempeñan un papel crucial al captar los electrones libres, convertirse en aniones y así reducirse, como lo muestra la siguiente ecuación [29].

$$O_2 + 2H_2O + 4e^- \rightarrow 4OH^-$$
....(3)

De esta manera la reacción REDOX queda completa y las partículas formadas por este proceso generan un producto de corrosión, el cual es una capa de hidróxido férrico.



Figura 11. Herrumbre presente en engranes de acero debido a la corrosión atmosférica. [33]

La ecuación 3 muestra la reacción REDOX completa para la corrosión atmosférica del hierro, formándose el hidróxido ferroso como producto de corrosión [29]. La ecuación 4 muestra la reacción REDOX real de este proceso en donde se forma el hidróxido férrico hidratado como compuesto estable. [29]

$$2Fe + O_2 + 2H_2O \rightarrow 2Fe^{+2} + 4OH^- \rightarrow 2Fe(OH)_2 \downarrow \dots (4)$$

$$2Fe(OH)_2 + \frac{1}{2}O_2 + H_2O \to 2Fe(OH)_3 \downarrow \equiv Fe_2O_3 \cdot 3H_2O.....(5)$$

Este proceso se origina debido a que la gran mayoría de los metales utilizados en la actualidad no se encuentran en su forma natural, sino que pasaron por un proceso de transformación a partir de la materia prima. Es un proceso natural que los metales tiendan a regresar a su estado original.

1.5 Corrosión de metales en presencia de electrolitos.

Cuando un metal se sumerge en una solución acuosa o electrolito, su superficie adquiere un potencial eléctrico debido a la interacción entre los iones en la superficie del metal y el electrolito. Los iones metálicos abandonan su posición, migrando hacia la solución como cationes. Sin embargo, el retorno de estos cationes metálicos a la superficie del metal se ve obstaculizado por la formación de una capa de solvatación, compuesta por moléculas de agua que rodean a los iones metálicos. [34]

Esta interacción con el electrolito da lugar a la formación de una interfaz metal-electrolito, donde los cationes metálicos y las moléculas de agua contribuyen a la creación de una capa o estructura iónica. Esta capa actúa como una barrera para otros iones, con un espesor limitado y la capacidad de generar un campo eléctrico. [29]

La barrera resultante impide la disolución del metal siempre y cuando no haya un flujo de corriente. De lo contrario, la capa continuará formándose hasta alcanzar una densidad suficiente para proteger y evitar que el metal siga reaccionando, alcanzando así un equilibrio. [29]



Figura 12. Representación esquemática de la estructura iónica. [35]

1.6 Protección catódica.

La protección catódica es una técnica electroquímica que previene la corrosión en un metal. El principio básico de este método es inducir una corriente externa en el material para que su potencial de corrosión disminuya. La figura 13 muestra que para el hierro se puede disminuir su potencial de corrosión (Punto A a punto B) para llevarlo a una zona de inmunidad y convertirlo en el cátodo de una celda electroquímica, provocando que su deterioro sea más lento, ya que la velocidad de corrosión está ligada directamente al potencial del electrodo. [36] [34]



Figura 13. Diagrama de Pourbaix (Potencial vs pH) para el hierro-agua a 25 [°C]. [36]

Para que esta protección pueda llevarse a cabo es necesario el uso de un contraelectrodo, el cual actúa como ánodo auxiliar que puede ser solubles (piezas de acero) o inertes (piezas de magnetita, grafito, plomo o de titanio/niobio platinizado). [30]



Figura 14. Protección catódica por ánodo galvánico. [37]

Este método se ha usado para otorgar protección a estructuras de acero que están enterradas o expuestas a un ambiente marino, así como el aluminio y acero inoxidable para prevenir una corrosión localizada. [36]

Otra estrategia efectiva de protección catódica se logra a través del uso de ánodos de sacrificio con corriente impresa. Esta técnica opera de manera similar a la mencionada anteriormente, donde se induce una corriente en una estructura metálica para que funcione como cátodo. Sin embargo, se añade un electrodo externo que actúa como ánodo. Al conectar ambos a un voltímetro, se completa un circuito eléctrico, formando así una celda o par galvánico. Este proceso garantiza una protección eficaz contra la corrosión al permitir que el ánodo se corroa preferentemente en lugar de la estructura metálica que se desea preservar. [29]



Figura 15. Sistema de protección catódica de corriente impresa. [38]

Los materiales más usados como ánodos de sacrificio son aleaciones de magnesio, zinc y aleaciones de aluminio y la selección de estos materiales depende de las condiciones del entorno. [34]

1.7 Recubrimientos metálicos.

Otra estrategia altamente efectiva para prevenir la corrosión en estructuras metálicas implica la aplicación de recubrimientos en su superficie. Estos recubrimientos ofrecen tres mecanismos protectores clave y se detallan a continuación:

I. Barrera Protectora: Establecen una barrera efectiva que evita el contacto directo del entorno con el material.

II. Protección Catódica: Actúan como ánodos de sacrificio, fomentando una protección catódica que preserva la integridad del metal.

III. Pasivación: Inician un proceso de pasivación que resulta en la formación de una capa de óxidos en la superficie del metal. Esta barrera de óxidos inhibe el proceso corrosivo. [36]

Estos mecanismos, al aplicarse de manera individual o combinada, ofrecen una sólida defensa contra la corrosión, mejorando significativamente la durabilidad y la vida útil de los materiales metálicos.

Los recubrimientos metálicos se clasifican en dos grupos, en catódicos y anódicos.

Los recubrimientos catódicos se distinguen por su potencial de corrosión superior al del metal a proteger (sustrato), en contacto con un electrolito. Estos recubrimientos operan exclusivamente mediante el mecanismo de barrera. No obstante, presentan una desventaja significativa: el sustrato debe carecer de imperfecciones en su superficie, ya que en estas zonas la corrosión tiende a acelerarse, como se ilustra en la figura siguiente. [30]



Figura 16. Esquema de la sección transversal de un recubrimiento catódico. (modificado por el autor). [30] pp.107]

Los materiales más usados para este tipo de recubrimientos en aceros son el estaño, cromo, níquel, cobre y sus aleaciones, así como el acero inoxidable y la plata.

Los recubrimientos anódicos se distinguen por su potencial de corrosión inferior al del sustrato en contacto con un electrolito. Este tipo de recubrimiento proporciona una protección catódica y se muestra más eficaz que los recubrimientos catódicos. En caso de imperfecciones en el recubrimiento, las áreas no cubiertas no se ven tan afectadas, lo que constituye una ventaja adicional como se observa en la figura 17. [34]



Figura 17. Esquema de la sección transversal de un recubrimiento anódico. (modificado por el autor) [30] pp. 107]

Para la protección de aceros, los materiales más usados para este tipo de recubrimientos son el zinc, aluminio, magnesio y sus aleaciones.

1.8 El zinc y sus aleaciones.

El zinc, un metal ampliamente presente en nuestro planeta, exhibe una apariencia plateada y un punto de fusión de 419.5 [°C]. Su propiedad clave radica en su resistencia a la corrosión, donde, en comparación con el acero, la velocidad de corrosión varía entre el 3 y el 10 por ciento en condiciones atmosféricas. [39]

El zinc se utiliza como protector superficial para el acero, y se han desarrollado varios procesos para formar recubrimientos, como el galvanizado por inmersión en caliente, la electrodeposición, el rociado de metal fundido, la galvanoplastia y la aplicación de pintura de zinc. [39]

Además, el zinc proporciona otra forma de protección al acero, conocida como protección catódica, donde actúa como ánodo de sacrificio. Esto se debe a que el zinc es menos electronegativo que el hierro, lo que lleva a que el zinc se sacrifique cuando estos dos metales están conectados y sumergidos en un electrolito.

Debido a sus propiedades mecánicas limitadas, el zinc necesita ser aleado para mejorarlas. Sus principales elementos de aleación incluyen titanio, aluminio y cobre. Las aleaciones más destacadas son:

- Aleaciones cobre-zinc: El cobre mejora la temperatura de recristalización del zinc y su capacidad de endurecimiento en frío, además de mejorar sus propiedades mecánicas.
- Aleaciones zinc-titanio y zinc-cobre-titanio: El titanio se utiliza para reducir el tamaño de grano en fundiciones de zinc y limitar el crecimiento del grano a altas temperaturas, mejorando así la resistencia, la dureza y la resistencia a la fluencia.
- Aleaciones zinc-aluminio: representan una de las combinaciones más comunes en el mundo del zinc, y su aplicación varía según el porcentaje de aluminio contenido. Para el galvanizado de hierro y acero, se incorpora un 0.1 por ciento de aluminio para reducir la formación de una capa frágil intermedia entre el sustrato y el recubrimiento. Al agregar un 4 por ciento de aluminio, la aleación experimenta mejoras notables en resistencia, dureza y desempeño en procesos de fundición. Esta aleación es extensamente utilizada en fundición a presión para componentes automotrices, equipo electrónico, maquinaria comercial, entre otros. [39]

El aluminio aporta diversas ventajas al zinc, actuando como un reductor de tamaño de grano y contribuyendo al aumento de su resistencia. En conjunto, esta aleación ofrece una resistencia superior en comparación con otras fundiciones basadas en aleaciones de aluminio, y además presenta beneficios adicionales, como un menor peso comparado con piezas de aluminio, una mejora en la resistencia al desgaste y una excelente maquinabilidad. [39]

Algunas aleaciones de zinc-aluminio pueden presentar superplasticidad, lo que significa que pueden soportar grandes elongaciones sin fracturarse incluso a bajas tensiones. La principal ventaja de estas aleaciones radica en su capacidad para ser moldeadas a temperaturas moderadamente altas, siendo la extrusión de perfiles una de las aplicaciones destacadas. Estas aleaciones contienen entre un 20 y un 22 por ciento de aluminio, junto con un 0.4 a 0.6 por ciento de cobre. [39]

1.8.1 Zinalco.

El Zinalco es una aleación basada en zinc, desarrollada por el Dr. Gabriel Torres Villaseñor durante su investigación en el Instituto de Investigaciones en Materiales de la UNAM entre los años 1978 y 1983. El impulso para el desarrollo de este material emergió de la necesidad de diversificar los ámbitos de

aplicación destinados al zinc, un recurso del cual México es productor primario. Además, se buscaba reducir la dependencia de la importación de aluminio, cuyos costos eran significativamente elevados durante ese período. [27]

El término "Zinalco" se deriva de la combinación de las primeras letras de los elementos que conforman esta innovadora aleación: Zinc, Aluminio y Cobre. Su composición inicial, Zn-22Al-2Cu, exhibió características altamente favorables, tales como una resistencia mecánica comparable a la de los aceros estructurales y una densidad casi el doble en comparación con el aluminio, lo que permite la sustitución de elementos con secciones de carga reducidas. [40] Hacia 1983, este metal ya había experimentado un notable progreso en su diseño, y las pruebas de laboratorio señalaban nuevas direcciones para diversos procesos de manufactura.

En febrero de 1984, se estableció un contrato con la empresa Falmex y la UNAM, marcando el inicio de pruebas industriales para su futura comercialización. Los primeros procesos estudiados para la conformación del material fueron la extrusión y la laminación. Los resultados de estas pruebas fueron altamente alentadores, ya que el material exhibió el doble de resistencia en perfiles arquitectónicos extruidos en comparación con aquellos fabricados exclusivamente con aluminio. [40]

Las aplicaciones de esta aleación son amplias y variadas. Su excelente maquinabilidad permite la fabricación de diversas piezas mediante procesos de arranque de viruta, como tornillos, ideales para su uso en torres eléctricas debido a su baja resistencia eléctrica. La extrusión de perfiles arquitectónicos, además de su alta resistencia mecánica, permite que estos puedan ser soldados. Asimismo, su aplicación en láminas es destacable, ya que puede someterse a condiciones de superplasticidad, logrando geometrías complejas. [40]

La característica sobresaliente de esta aleación es su excepcional resistencia a la corrosión, gracias a la formación de una capa protectora de óxido, principalmente compuesta por alúmina, un óxido de aluminio con un mecanismo similar al cromo presente en el acero inoxidable. [27]

Las propiedades del Zinalco se muestran en la tabla 1:

Densidad	$5.4 \times 10^{-3} [\text{kg/m}^3]$
Temperatura de fusión	421 - 481 [° <i>C</i>]
Modulo elástico	100 [<i>GPa</i>]
Conductividad eléctrica	$5.9x10^{-6} [\Omega/cm]$
Conductividad térmica	125.5 [W/mK]
Coeficiente de expansión térmica (entre 290 y 548 K)	$25x10^{-6} [K^{-1}]$

Tabla 1. Propiedades físicas del Zinalco

Finalmente, es importante señalar que el rango de temperatura de fusión es bastante amplio dado que existen diversas composiciones. Se puede determinar experimentalmente la temperatura de fusión, pero este objetivo excede los alcances del tema de tesis.

2. Metodología experimental.

2.1 Fabricación del soporte empleado.

La aplicación de recubrimientos en las muestras fue realizada con una lente de Fresnel de PMMA, el cual tiene un espesor de 2 [mm], un diámetro de 300 [mm] y una distancia focal de 120 [mm]. La lente de Fresnel funciona como concentrador solar, para focalizar la energía en un punto de aproximadamente 2 [mm] de diámetro.

Para realizar los experimentos se fabricó un soporte con impresión 3D de material PETG que es capaz de sostener la lente, rotarla y variar la altura, como se muestra en la imagen 18.



Figura 18. Soporte móvil para la lente de Fresnel construido con material PETG.

El soporte fue atornillado a una tabla de madera de 40 x 15 [cm] que se emplea como mesa de trabajo y adicionalmente se agregó una placa de aluminio para protegerla de la incidencia del haz concentrado. Se usó una mesa deslizante de dos ejes como parte móvil para posicionar las muestras bajo el haz concentrado y poder recubrir toda la superficie de las probetas.

2.2 Lugar y parámetros relevantes para la realización del experimento.

La experimentación se efectuó en la zona de la ciudad de Nezahualcóyotl, Estado de México, específicamente en la colonia Loma Bonita, durante los meses de abril y mayo del año 2023. En esta región, los meses mencionados exhiben los niveles más elevados de irradiación global horizontal (GHI por sus siglas en inglés), como se aprecia en la imagen adjunta.



Figura 19. Irradiación global horizontal y difusa horizontal en la zona de Nezahualcóyotl. [41]

La figura 19 muestra el valor promedio de la irradiación global horizontal, así como la irradiación difusa horizontal (DIF por sus siglas en inglés) de cada mes. La DIF es aquella radiación restante que logra llegar a la superficie terrestre después de haber sido dispersada una parte de ella por la atmósfera. Por otro lado, la GHI es la suma de la irradiación solar directa (radiación solar que no ha sido afectada por barreras atmosféricas) y la irradiación solar difusa. [42]

La irradiación directa normal (DNI por sus siglas en inglés) se presenta en la siguiente imagen.



Irradiación directa normal

Figura 20. Irradiación directa normal en la zona de Nezahualcóyotl. [41]

Tanto la irradiación directa normal, como la irradiación global horizontal son parámetros necesarios para un óptimo aprovechamiento de la ESC, siendo que la DNI es la cantidad de radiación solar que es aprovechada directamente en el sistema, en este caso la lente de Fresnel y la GHI es el parámetro que indica la disponibilidad de la radiación solar total en una zona determinada.

Así mismo, la figura 21 muestra una gráfica de cada mes con los valores promedio de los tres tipos de irradiación a distintas horas del día, siendo marzo, abril y mayo los meses con mayor irradiación global horizontal presente en la zona donde se realizó la experimentación.



Figura 21. Valores de irradiación disponibles a lo largo del día de cada mes en la zona de Nezahualcóyotl. [41]

El horario en el que se realizaron los recubrimientos fue entre las 11 a.m. y las 2:00 p.m., en este tiempo es cuando hay mayor disponibilidad de GHI y la temperatura del aire logra sus temperaturas más altas, como se visualiza en la imagen 22.



Figura 22. Valores promedio de la temperatura del aire en Nezahualcóyotl. [41]

La siguiente tabla muestra los valores promedio de la GHI Y DNI en el mes y hora en los que se realizó el experimento.

Tabla 2.Valores de Irradiación global horizontal e irradiación directa normal en el intervalo de tiempo
en el que se desarrolló el proceso de recubrimiento. [41]

Hora	Irradiación global horizontal [Wh/m²]		Irradiación directa normal [Wh/m²]	
	Abril	Мауо	Abril	Mayo
11 a 12	1002	974	789	681
12 a 13	1016	973	806	706
13 a 14	921	876	769	663

Estos datos son recopilados de la página Solargis Prospect, los cuales son específicos para la zona en donde se realizó el estudio.
2.3 Material y preparación de las probetas utilizadas.

El sustrato tratado con energía solar consiste en un acero estructural conocido como A36, que se rige por la norma ASTM A36. Esta normativa establece que dicho acero posee un bajo contenido de carbono, situándose entre el 0.25% y 0.29% de C. Además, incluye algunos elementos adicionales, tales como Cu (0.2%), Mn (0.6-0.92%), P (0.04%), Si (0.4%) y S (0.05%). Este tipo de acero presenta un punto de fusión que oscila entre 1425-1538 [°C], variando según su contenido de carbono, y exhibe una dureza Vickers de 157 [HV] cuando se evalúa con una carga de 0.1 [kg]. [43]

A partir de una placa de acero A36 de 3.175 mm de espesor, se cortaron probetas cuadradas con una dimensión de 20 x 20 [mm]. Las muestras se lijaron con una lija de SiC grado 120 consiguiendo una rugosidad de 0.7518 [μ m] ± 0.09 [μ m]. Previo a la aplicación del recubrimiento se hizo un desengrasado con alcohol isopropílico y se depositó una capa de polvo de Zinalco (80% Zinc, 18% Aluminio, 2% Cobre) cubriendo cuidadosamente toda la superficie. La masa empleada para cada etapa de recubrimiento fue de aproximadamente 0.3 gramos.

El polvo de Zinalco (80% Zinc, 18% Aluminio, 2% Cobre) empleado tiene una forma elíptica, el tamaño de partícula fue medido mediante microscopia óptica, el cual tiene una longitud en su eje menor de 62 [μ m] ± 25.7 [μ m] y una longitud en su eje mayor de 161 [μ m] ± 54.2 [μ m].

2.4 Procedimiento para la generación de recubrimientos.

El equipo de protección personal necesario para el proceso de recubrimientos de las placas de acero se menciona en el anexo 2 adjunto en este trabajo. La probeta cubierta del material a fundir se coloca en medio de la plataforma de la mesa deslizante y por medio de las perillas se ubica el haz en la parte central de la probeta. Posteriormente se calibra el haz aumentando o disminuyendo la altura y rotando el lente, para disminuir el tamaño del haz hacia aproximadamente 2 [mm] de diámetro para conseguir la mayor concentración de energía solar posible en esa zona.

2.4.1 Aplicación del recubrimiento.

La probeta se mantiene inmóvil bajo el haz durante un minuto para que la temperatura se distribuya homogéneamente, posteriormente, el movimiento continuo se realiza con las perillas de la mesa deslizante, el cual es en forma de espiral y se inicia desde el centro de la probeta y se extiende gradualmente hacia las esquinas. La velocidad de desplazamiento es de aproximadamente 1 [mm/s]. Posteriormente, se regresa al punto de inicio con el mismo movimiento de manera que se abarque toda la superficie. El tiempo de desplazamiento que se determinó experimentalmente fue de 4 minutos. A mayor tiempo de exposición se forman óxidos en la superficie de la muestra que reducen la adhesión del revestimiento.

Terminada la aplicación del recubrimiento la probeta se dejará enfriar al aire y posteriormente se retira la capa de óxido de tono blanquecino formada en la superficie para la aplicación de las capas posteriores.



Figura 23. Capa de óxido formada en la superficie de las placas.

Se aplicaron múltiples capas de material utilizando distintas probetas con 5, 10 y 15 capas siguiendo el proceso anteriormente descrito.

Es importante no limpiar las zonas negras, ya que sirven como soporte para la adhesión de las capas posteriores.



Figura 24. Fotografía de la apariencia superficial de las placas recubiertas.

La temperatura en la superficie inferior del sustrato se midió utilizando un par de termistores NTC 100k ohm B3950. Después de 5 minutos de exposición, se registró una temperatura de 170 [°C] con una precisión del ±1%. Simultáneamente, la temperatura máxima en la zona impactada por el haz se registró como 410 [°C] ± 5 [°C], utilizando un termómetro infrarrojo marca Bauihr.

La figura 25 es una representación gráfica de la diferencia de temperaturas registradas en el experimento.



Figura 25. Distribución de temperaturas a lo largo de la placa

Es importante señalar que la temperatura registrada en la zona del haz no alcanza el rango de temperaturas para el punto de fusión del Zinalco. Este resultado se atribuye a la precisión y calibración del instrumento utilizado, así como a las condiciones ambientales, incluyendo la presencia de viento y la emisividad, que no puede ser calibrada.

2.5 Técnicas de caracterización para la morfología de las muestras.

En este apartado se dará una descripción breve de la preparación de las muestras para la caracterización de los recubrimientos, así como los métodos empleados para obtener rugosidad y morfología mediante microscopía óptica y electrónica de barrido, su composición mediante XRD y adherencia mediante Pull-off.

2.5.1 Rugosidad.

La rugosidad se midió con un rugosímetro mecánico de la marca Mitutoyo modelo SJ-310. Se realizaron 5 mediciones de cada placa para obtener un promedio y la desviación estándar de los datos obtenidos.

2.5.2 Caracterización metalográfica (OM y SEM-EDS).

Para el inicio de la caracterización metalográfica, se seccionó una placa de cada ensayo con una máquina cortadora marca Presi, modelo Mecatome 180 con un disco de diamante para obtener secciones cuadradas de 10 x 10 [mm] para después ser encapsuladas en resina epóxica con ayuda de moldes cilíndricos de 25 [mm] de diámetro.

Para el proceso de lijado se usó una pulidora metalográfica marca Struers, modelo Knuth – Rotor 2 empleando lijas de SiC grado 80, 120, 240, 360, 400, 500, 600, 800, 1000 y 1200. El lijado se inició desde la lija más rugosa (grado 80) a la más fina (1200) intercalando la dirección de las líneas de abrasión para borrarlas paulatinamente.

2.5.3 SEM-EDS.

La caracterización se efectuó en el Laboratorio Central de Microscopía del Instituto de Física de la UNAM (LCM-IFUNAM) por medio del microscopio electrónico de barrido de ultra-alta resolución JSM-7800F Schottky Field Emission. Tanto las micrografías para los recubrimientos como para los productos de corrosión fueron realizados por medio del mismo equipo. Se tomaron micrografías con una magnificación de 2000, 3000, 5000 y 15000 con un voltaje de 15 [kV].

2.5.4 Difracción de rayos X (XRD).

La caracterización se llevó a cabo en el Laboratorio de Difracción de Rayos X del Instituto de Investigaciones en Materiales de la UNAM por medio del difractrómetro Ultima 4, marca Rigaku. Los difractogramas para los recubrimientos como para los productos de corrosión fueron realizados por medio del mismo equipo.

La técnica se realizó con Rayos X de longitud de onda de 0.154187 nanómetros, y un rango de ángulo de barrido de 14.890° a 129.890° con una corrección de 20 de -0.11°.

2.5.5 Pull-off.

La técnica fue realizada con un medidor de adherencia de la marca y modelo Elcometer 106. Se sometieron a este ensayo dos juegos de placas recubiertas, cada uno con 5, 10 y 15 capas respectivamente.

Se usaron portamuestras denominados como "Dolly's" de 20 [mm] de diámetro, los cuales fueron adheridos a los recubrimientos utilizando el adhesivo Araldite regular con un tiempo de curado de 24 horas a temperatura ambiente como se describe en el manual de operación del equipo y sugerido por el fabricante.

2.6 Técnicas de caracterización electroquímica.

El equipo utilizado fue un potenciostato Autolab 205 de la marca Metrohm. Así mismo, el arreglo de la celda electroquímica consiste en un arreglo de tres electrodos, usando como electrodo de referencia un electrodo de calomel (SCE), un contra electrodo de grafito y las placas recubiertas como electrodo de trabajo. La superficie expuesta de la muestra fue de 1.11 [cm²]. El electrolito empleado fue una disolución de NaCl al 3.5% a condiciones ambiente. La figura 26 muestra las características de las celdas empleadas para la caracterización.



Figura 26. Celdas electroquímicas.

A continuación, se presentan los parámetros de las técnicas electroquímicas empleadas para la caracterización de los revestimientos.

2.6.1 Curvas de polarización.

Esta técnica se realizó en un conjunto de probetas que incluye una placa sin recubrimiento, junto con tres placas recubiertas con 5, 10 y 15 capas respectivamente. Se permitió un tiempo de estabilización de 15 minutos según el registro de Autolab, que comenzó a contar desde el momento en que la placa entró en contacto con el electrolito. El potencial fue de barrido a una velocidad de barrido de 1 [mv/s].

2.6.2 Espectroscopia de Impedancia Electroquímica.

Esta técnica se realizó en un conjunto de probetas que incluye una placa desnuda y tres placas con las capas de recubrimiento anteriormente descritas. El tiempo de estabilización fue de 15 minutos. Se aplicó una onda senoidal de 10 [mv] de amplitud con un barrido de frecuencia de 100 [KHz] a 10 [mHz], adquiriendo 10 puntos por década.

Este método se utilizó para una inmersión continua de 240 horas, con muestreos tras 24, 72 y 240 horas, con el objetivo de observar la cinética de la corrosión.

2.7 Resumen de las técnicas experimentales.

En este apartado se muestra un resumen de las técnicas experimentales empleadas. La tabla 3 muestra el tipo de cada técnica y la cantidad de especímenes necesarios para la caracterización de cada recubrimiento.

Tipo de técnica	Técnicas de caracterización para los recubrimientos	Cantidad de lotes de probetas recubiertas con 5, 10 y 15 capas de Zinalco.	
	Rugosidad	1	
Técnicas de caracterización morfológica	Metalografía y microscopía óptica	El lote usado en rugosidad se seccionó y se realizó una	
	Microscopía Electrónica de Barrido	preparación metalográfica para cubrir la cantidad de muestras	
Técnica para estudiar las estructuras cristalinas	Difracción de Rayos-X	necesarias.	
Técnica para determinar la adherencia.	Pull-off	2	
Tá saise a da sana da si fa	Curvas de polarización	1	
electroquímica.	Espectroscopía de Impedancia Electroquímica.	1	

Tabla 3. Resumen de las técnicas utilizadas y la cantidad de muestras necesarias.

A continuación, se presenta un diagrama de flujo que ilustra el proceso de la generación de recubrimientos y la selección de las muestras para llevar a cabo su caracterización.



Figura 27. Diagrama de procesos para la generación de recubrimientos de Zinalco en placas de acero y la caracterización de las mismas.

3. Resultados

3.1 Morfología de los recubrimientos.

En las siguientes secciones se presentan los resultados obtenidos de las técnicas de caracterización utilizados para conocer la morfología, composición química y adherencia después del proceso de recubrimiento.

3.1.1 Rugosidades.

De acuerdo a la tabla 4, la rugosidad que se presenta en cada placa recubierta se mantiene en un promedio de 0.63 µm, por lo que, a pesar de que se añade más material en cada etapa de recubrimiento esta tiende a mantenerse homogénea.

Cantidad de capas	Rugosidad [µm]
Sin capas (Placa desnuda)	0.7518 ± 0.09
5 capas	0.655 ± 0.2
10 capas	0.603 ± 0.08
15 capas	0.65 ± 0.1

Tabla 4. Rugosidades de los recubrimientos.

3.1.2 Caracterización metalográfica por microscopía óptica.

Las siguientes imágenes muestran la morfología de la apariencia superficial de cada una de las muestras después de la preparación metalográfica.

A continuación, se muestra una fotografía a 10x de magnificación para la placa desnuda, se puede distinguir una microestructura de ferrita y perlita, característica de los aceros con bajo contenido de carbono.



Figura 28. Fotografía de la apariencia superficial a una magnificación de 10x del sustrato.

En la siguiente imagen se muestra una placa recubierta con 5 capas de zinalco, a una magnificación de 20x, el recubrimiento se observa como una línea delgada homogénea sobre el sustrato.

El sustrato muestra una microestructura de ferrita y perlita sin modificación en la superficie recubierta.



Figura 29. Fotografía de la apariencia superficial a una magnificación de 20x de una placa recubierta con 5 capas.

La figura 30 muestra una placa recubierta con 10 capas de zinalco, a una magnificación de 40x, el recubrimiento aún es delgado, pero se logra ver que sigue tendiendo a ser homogéneo sobre la superficie.



Figura 30. Fotografía de la apariencia superficial a una magnificación de 40 x de una placa recubierta con 10 capas.

La siguiente imagen muestra el recubrimiento formado con 15 capas de zinalco, a una magnificación de 40x. El recubrimiento aumentó ligeramente su espesor y homogeneidad.



Figura 31. Fotografía de la apariencia superficial a una magnificación de 40x de una placa recubierta con 15 capas.

3.1.2.1 Medición de los espesores de los revestimientos.

Los espesores de las muestras fueron cuantificados mediante microscopía óptica. La figura 32 proporciona una representación visual de las mediciones realizadas. Para una presentación más detallada y estructurada de los resultados obtenidos se presenta la tabla 5.



Figura 32. Microfotografía de una placa recubierta con 15 capas de zinalco

Cantidad de capas	Espesor [µm]	
5 capas	17.625 ± 1.37	
10 capas	15.194 ± 0.82	
15 capas	17.531 ± 1.06	

Tabla 5. Espesores de los recubrimientos.

Los resultados obtenidos a través de la microscopía óptica indican que no se observa un aumento significativo en los espesores. No obstante, se logró obtener una micrografía mediante microscopía electrónica de barrido para una placa con 15 capas de Zinalco (figura 33). El valor registrado del recubrimiento fue de 27.82 ± 1.2 micrómetros, siendo este el espesor máximo alcanzado después del proceso de recubrimiento de las placas de acero.



Figura 33. Micrografía de una placa con 15 capas de zinalco.

3.1.3 Morfología de la sección transversal del recubrimiento.

Las siguientes micrografías muestran las probetas recubiertas con 10 y 15 capas, como representativas del sistema estudiado.

La figura 34 muestra la probeta con 5 capas de zinalco, en la cual se puede observar que el recubrimiento presenta varias imperfecciones, como microgrietas, porosidades y partículas de polvo que no han sido totalmente fundidas, distribuido a lo largo del espesor del recubrimiento.



Figura 34. Micrografía de una placa con 10 capas de Zinalco.

La siguiente imagen muestra el recubrimiento con 15 capas de Zinalco. Como se logra observar, el recubrimiento es totalmente homogéneo y no presenta las imperfecciones del anterior recubrimiento.



Figura 35. Micrografía del recubrimiento de una placa de Zinalco con 15 capas.

En consecuencia, de la morfología de cada recubrimiento es importante destacar que a medida que se añade material el recubrimiento se torna más homogéneo y presenta menos imperfecciones, otorgando una mayor protección al sustrato, tal como se describe en la sección 3.2. Como comparación se tiene la siguiente micrografía:



Figura 36. Micrografías de un recubrimiento electrodepositado de Zinc en dos distintos baños. [44]

La figura 36 muestra la morfología de un recubrimiento electrodepositado de Zn en su sección transversal, en la imagen a) se puede observar un recubrimiento poroso, mientras que en la imagen b) se puede observar un recubrimiento homogéneo, bien distribuido a lo largo de la superficie del acero. [44]

3.1.4 Caracterización de las fases cristalinas por medio de XRD

Los resultados de la difracción de rayos X muestran que los recubrimientos registran gran presencia de zinc, así como una alta presencia de hidróxido de aluminio denominada Gibbsita [Al(OH)₃], además de un intermetálico de cobre y zinc (Cu₅Zn₈).

La presencia de estos elementos es normal ya que la composición del Zinalco presenta estos tres elementos, por otra parte, cabe destacar que los resultados no registraron presencia de óxido de zinc. El difractograma obtenido por esta técnica de caracterización se presenta en la figura 37.



Figura 37. Difractograma de una placa recubierta con Zinalco.

3.1.5 Pull-off

La adherencia de los recubrimientos fue caracterizada por medio del ensayo de pull-off. Los resultados mostrados en la tabla 6, indican que el esfuerzo máximo que soportan es de entre 2 y 4 [MPa] siendo la placa de 15 capas el que más carga soportó, este resultado indica que entre más capas se añadan, la adherencia mejora.

Tabla 6.	Fuerzas	aplicadas	en Pull-off.

Número de capas en el recubrimiento	5 capas	10 capas	15 capas
Fuerza máxima soportada por el recubrimiento	2.75±1.06	3.25±0.35	4±1.41

3.1.6 Conclusión de las técnicas de caracterización morfológica.

Concluyendo, los resultados de las técnicas de caracterización indican que los recubrimientos mantienen una apariencia homogénea, lo cual se respalda con los datos de rugosidad, los cuales no superan los 0.6 [µm].

A través de la preparación metalográfica de las muestras y el examen de las micrografías obtenidas, se logró determinar que los espesores se mantienen consistentes incluso con la adición de más capas. Aunque la superficie de los recubrimientos es uniforme, se observan imperfecciones a lo largo de su espesor, las cuales tienden a disminuir a medida que se aumenta el número de capas de recubrimiento.

Los resultados obtenidos mediante XRD permitieron la identificación de fases cristalinas, lo que nos brindó información sobre los compuestos que componen los recubrimientos. Se encontró que el Zinc es el elemento predominante, seguido de la Gibbsita, y la presencia de un intermetálico Cu5Zn8.

Por otro lado, la técnica de Pull-off reveló la adherencia de los recubrimientos, demostrando que esta mejora a medida que se añaden más capas al sustrato.

3.2 Resultados de las técnicas de caracterización electroquímicas.

En esta sección se muestran las gráficas y datos referentes a las técnicas electroquímicas empleadas para determinar la velocidad de corrosión y el comportamiento del material.

3.2.1 Curvas de polarización

La figura 38 muestra las curvas de polarización obtenidas para la placa desnuda y las placas recubiertas.



Figura 38. Curvas de polarización potenciodinámica para los distintos tipos de placas.

Al analizar las curvas de polarización, se observa una clara diferencia entre la placa desnuda y las placas recubiertas. La curva de polarización de la placa desnuda se utiliza como referencia para comprender el comportamiento de las placas recubiertas.

Todas las curvas de polarización en el gráfico muestran dos ramas. La rama catódica, ubicada en la parte inferior, se relaciona con la reacción de reducción del oxígeno. En todas ellas, no se aprecian diferencias significativas en su comportamiento, y no se observan estancamientos en esta región, lo que indica que el electrolito es un buen conductor. [29]

La rama anódica es la de principal interés en este estudio, ya que muestra la semirreacción de oxidación. A continuación, se describirá el comportamiento de cada curva para comprender el mecanismo de corrosión. La placa desnuda presenta un potencial de corrosión más elevado. El potencial del hierro en una solución acuosa a 25 [°C] respecto a un electrodo de referencia de hidrógeno es de -0.44 [V] [45]. A medida que el potencial aumenta, se observa una ligera desviación ascendente entre -0.45 a -0.35 [V] que indica una pequeña región pasiva que rápidamente es quebrada para continuar con la formación de una capa de óxido de hierro.

La figura 39 muestra una rama anódica ideal, en la que se puede observar más claro cómo debe ser la zona pasiva, llegando a su punto de quiebre para continuar a la zona transpasiva que corresponde a la formación de óxidos.



Figura 39. Curva ideal de polarización anódica de un metal que puede alcanzar el estado pasivo [[46] pp.3]

La figura 40 muestra una curva de polarización de dos aceros inoxidables. El acero inoxidable 316L muestra un comportamiento similar a la placa sin recubrir, en donde se puede observar que la región pasiva es más evidente y esta se rompe para continuar con la formación de óxidos en su superficie. Lo anterior confirma que hay una pequeña zona pasiva que logró desarrollarse en el acero A36, pero no pudo mantenerse por la poca resistencia a la corrosión del material.



Figura 40. Curva de polarización para acero inoxidables 316 y 316 LVM. [47]

En las ramas anódicas de las placas recubiertas, se nota un potencial de corrosión (Ecorr) más negativo debido a la protección catódica proporcionada por el zinc. El zinc cuenta con un potencial de -0.7626 [V] en una solución acuosa a 25 [°C] respecto a un electrodo de referencia de hidrógeno. [45] En este caso, el recubrimiento se corroerá antes que el sustrato. Con el aumento del Ecorr, se registra una disminución en la intensidad de corriente (Icorr), seguida de un incremento conforme el potencial se vuelve más anódico. Esta zona pasiva indica que el recubrimiento actúa como un inhibidor de la corrosión del sustrato y se encuentra entre -0.7 a -0.4 [V]. Sin embargo, esta región no es sostenida durante mucho tiempo, y con el aumento del Ecorr, la Icorr no se mantiene constante, lo que sugiere que a pesar de que los recubrimientos actúan como barrera para el sustrato, no permiten la formación de una capa protectora estable. La figura 41 es un ejemplo de recubrimientos de zinc dispuestos en una solución de NaCl al 3.5% que tienen el mismo comportamiento de las placas recubiertas y confirman las zonas descritas en las curvas obtenidas.



Figura 41. Curva de polarización para recubrimientos de Zn, Zn-TiO2 y Zn-ZnO [46]

En resumen, se observa un aumento continuo del potencial después de la región de pasivación, lo que indica la disolución del sustrato de acero. La formación de óxidos de hierro se debe a las imperfecciones que presenta el recubrimiento, como se pudo observar en la micrografía de la figura 34.

La tabla 7 muestra los parámetros de la curva de polarización.

TIPO DE PLACA	Potencial de corrosion [mV]	Densidad de corriente de corrosión [µA/cm ²]	Pendiente de Tafel anódica [mV/Dec]	Pendiente de Tafel catódica [mV/Dec]
Placa				
desnuda	-531	9.75	240	338
5 capas	-1023	28.8	343	139
10 capas	-1072	47.4	248	146
15 capas	-1004	17.7	12	86

Tabla 7. Parámetros de curvas de polarización potenciodinámica

De estos datos se observa que la adición de más capas de Zinalco disminuyen las pendientes de Tafel, indicando que con más material en la superficie la protección al sustrato aumenta.

En relación a las densidades de corriente, se puede observar para las placas recubiertas estos valores son mayores a la placa desnuda. Como se puede ver en la siguiente gráfica.



Figura 42. Densidades de corriente en cada placa.

Una densidad de corriente alta puede significar que la velocidad de corrosión sea alta, en este caso, se puede decir que la placa desnuda tiene una velocidad de corrosión menor que las placas recubiertas. En este caso, las placas recubiertas forman una película pasiva de óxido en su superficie que ocasiona una disminución en el proceso de corrosión. En la figura 42, se observa que la placa con 15 capas ofrece un efecto más protector. Esta técnica permite estudiar los mecanismos de corrosión del material en un electrolito dado, sin embargo, para determinar la cinética de corrosión del revestimiento es adecuado caracterizarlo por medio de técnicas no destructiva. La técnica de caracterización necesaria será descrita en la siguiente sección.

Así mismo, mediante los datos obtenidos se puede obtener la resistencia a la polarización, la cual es obtenida a partir de la ecuación Stern – Geary, ésta se describe en el anexo de esta técnica en la página 87. Los valores se muestran en la siguiente tabla.

Tipo de placa	Resistencia a la polarización (Rp) [Ω·cm ²]		
Placa desnuda	6250.309		
5 capas	1491.335		
10 capas	841.852		
15 capas	2583.37		

 Tabla 8.
 Resistencia a la polarización de las placas.

La figura 43 muestra la ascendencia de los valores de resistencia a la polarización a medida que se aumenta el número de capas en el recubrimiento.



Figura 43. Resistencias a la polarización de cada placa.

La resistencia a la polarización es un parámetro que se refiere a la capacidad de un sistema electroquímico para resistirse a la polarización eléctrica cuando se somete a una diferencia de potencial externo. [45]

La placa desnuda revela un valor alto de resistencia a la polarización, mientras que las placas recubiertas muestran valores inferiores, que van incrementando con la adición de capas. De la gráfica mostrada en la figura 43 se puede concluir que las placas recubiertas mejoran su resistencia a la polarización con la adición de capas previniendo la degradación del sustrato.

3.2.2 Espectroscopía de Impedancia Electroquímica (EIS)

En el siguiente apartado se describirán los resultados obtenidos en esta técnica, los cuales serán descritos a partir de los gráficos de Nyquist y Bode. Se presentan los comportamientos en tiempos de inmersión a 24 y 240 horas.

3.2.2.1 EIS para inmersión durante 24 horas.

La figura 44 muestra el diagrama de Nyquist para un juego de probetas inmersas durante 24 horas.



Figura 44. Nyquist para 24 horas de inmersión.

Este diagrama nos proporciona una valiosa información de la respuesta del sistema electroquímico. En el eje horizontal se representa la parte real de la impedancia (Z'), y en el eje vertical se representa la parte imaginaria de la impedancia (Z''). Estos diagramas presentan curvas asociadas a los distintos fenómenos que ocurren en el sistema, en este caso se hará énfasis en la formación de semicírculos resistivos-capacitivos, los cuales son una respuesta asociada a la formación de óxidos en la superficie del electrodo de trabajo.

Iniciando con la curva roja, se puede apreciar la formación de un semicírculo de gran extensión, el cual inicia después de los 25 [$\Omega \cdot \text{cm}^2$] y termina aproximadamente en los 1500 [$\Omega \cdot \text{cm}^2$]. Debido a que este semicírculo se aleja demasiado del origen, esta respuesta corresponde de medias a bajas frecuencias,

provocada por la formación de óxidos en la superficie del acero, que, por su alta porosidad, no inhiben la disolución del metal.

Las curvas correspondientes a las placas recubiertas (curvas: azul, café y verde) muestran cambios en su trayectoria a lo largo de su desarrollo. Al principio, se observa la formación de un pequeño semicírculo, como se logra ver en la gráfica inset, que por su posición cercana al origen corresponde a una respuesta de altas a medias frecuencias. La formación de estos pequeños semicírculos se debe a la formación de óxidos en la superficie del recubrimiento, los cuales forman una capa pasiva que disminuye la disolución del sustrato. Posteriormente, se produce una segunda respuesta en donde se observa un segundo semicírculo más grande. Esta respuesta formada de medias a bajas frecuencias es ocasionada por la formación de óxidos ocasionados por una interacción directa del electrolito con el sustrato en ciertas áreas, generando una transferencia de cargas entre estos dos elementos.

La curva verde en el diagrama corresponde a la placa de 15 capas, la cual tiene una extensión más grande, por lo que la resistencia del sistema electroquímico es mayor respecto a las otras placas. Es difícil obtener este valor mediante este diagrama, por lo que el diagrama de Bode que se muestra a continuación ofrece mayor información acerca de la cinética de corrosión desarrollándose en las probetas.



Figura 45. Bode para 24 horas de inmersión.

Este diagrama, en esencia, se compone de dos gráficos: el primero representa el módulo de la impedancia frente a la frecuencia, mientras que el segundo muestra el ángulo de fase frente a la frecuencia.

En el primer gráfico, en el extremo izquierdo, se observa que el módulo de impedancia a frecuencias bajas mejora con el incremento de capas. Este valor es la resistencia del sistema electroquímico y resulta ser la suma de la resistencia a la polarización y la resistencia del electrolito.

En cuanto a la relación entre la fase y la frecuencia, se pueden observar crestas en el gráfico asociadas a constantes de tiempo. En el caso de la placa desnuda (representada por la línea roja), se presenta una constante de tiempo a frecuencias bajas, relacionada con la respuesta de la formación de óxidos en la superficie del acero.

En el caso de las líneas correspondientes a las placas recubiertas, se aprecian dos crestas. La primera, de baja amplitud en frecuencias altas, está asociada a una constante de tiempo que indica la protección que ofrece el recubrimiento por los productos de corrosión formados en la superficie, mientras que la segunda cresta, ubicada en frecuencias bajas, tiene una amplitud menor que la de la placa desnuda, mostrando una menor transferencia de cargas entre el acero y electrolito. Esta segunda cresta, por su baja amplitud, da como evidencia la protección que ofrece el recubrimiento.



Como comparación a estos resultados, se muestra en la figura 46 las gráficas de impedancia por EIS.

Figura 46. Gráficas de impedancia a) Nyquist b) Bode para recubrimientos electrodepositados compuestos de Zinc y Zn-SiC, en una solución de NaCl AL 3.5%. [48]

En esta figura se puede ver un comportamiento similar al realizado en los recubrimientos de Zinalco. Para el diagrama de Nyquist se observan las formaciones de dos semicírculos en las tres curvas correspondientes a los recubrimientos con nanopartículas de SiC, mientras que para el recubrimiento que solo contiene zinc se observa un pequeño semicírculo. Para el diagrama de Bode, los módulos de impedancia demuestran que los recubrimientos compuestos tienen un mejor desempeño respecto a los de zinc y respecto a la fase vs la frecuencia se puede observar la formación de una cresta a altas frecuencias con una constante de tiempo correspondiente a los productos de corrosión formados por los recubrimientos, mostrando una mayor amplitud para los recubrimientos compuestos, evidenciando que amplitudes altas en frecuencias bajas es un indicador de una mejora significativa en la protección contra la corrosión. [48]

3.2.2.2 EIS para inmersión durante 240 horas.

La figura 47 presenta el diagrama de Nyquist para una inmersión de 240 horas. Esta fue el último tiempo de estudio en el que se realizó esta técnica.



Figura 47. Nyquist para 240 horas de inmersión.

En el último período de medición, las curvas exhiben una mayor estabilidad, sin cambios erráticos. La placa desnuda continúa mostrando un comportamiento constante, mientras que las placas recubiertas ahora presentan una forma más claramente semicircular. Las curvas siguen presentando el mismo comportamiento, siendo que para la placa desnuda (curva roja) se muestra un semicírculo pequeño y para las placas recubiertas (curvas azul, café y verde) se muestran dos semicírculos, uno pequeño como se ve en la gráfica inset y uno más grande extensión mayor. Es más evidente que la placa de 5 capas, y finalmente la de 10 capas. Este comportamiento se correlaciona con las observaciones realizadas en las micrografías obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido. En particular, la placa de 10 capas presenta una cantidad significativa de imperfecciones que permiten el paso del electrolito hacia el sustrato, lo que explica su menor rendimiento.



Figura 48. Bode para 240 horas de inmersión.

En el último diagrama de Bode, después de 240 horas de inmersión, se observa un aumento en el módulo de impedancia de las placas recubiertas, siendo la placa de 15 capas la que muestra el mayor valor. En cuanto a la fase en función de la frecuencia, se mantienen las crestas a altas frecuencias en las placas recubiertas, mostrando que aún están protegiendo al acero. La placa de 15 capas registra una mayor amplitud en estas crestas, indicando una protección superior hacia el sustrato.

Las segundas crestas formadas a frecuencias bajas para las placas de 5 y 10 capas muestran que su amplitud tiende a ser similar a la de la placa desnuda. Esto sugiere que a pesar de que el recubrimiento proporciona cierta protección al sustrato, no lo protege por completo, ya que el electrolito está comenzando a atacar directamente al acero. En contraste, en el caso de la placa de 15 capas, la segunda cresta muestra una amplitud más baja reivindicando una protección superior del sustrato por la disminución de transferencia de cargas entre el acero y el electrolito. No obstante, la disolución del acero se mantendrá por las imperfecciones del recubrimiento. Si el recubrimiento estuviera completamente libre de imperfecciones, solo se observaría una cresta a altas frecuencias.

La siguiente tabla, muestra el avance de los valores de impedancia a bajas frecuencias en los diferentes tiempos en donde fueron caracterizadas las muestras. Los datos demuestran que la placa recubierta con 10 capas tuvo el peor desempeño, siendo que a 72 horas muestra los valores más bajos respecto a las otras placas recubiertas.

Tiempo de inmersión Muestra	24 horas	72 horas	240 horas
Placa desnuda	1442.33	1636.01	1401.14
5 capas	1608.35	9775.18	5586.07
10 capas	1286.65	4775.64	4818.32
15 capas	2897.49	6698.03	10466.60

Tabla 9. Valores del módulo de impedancia en frecuencias bajas.

Los recubrimientos que lograron proteger mejor al sustrato fueron los de 5 y 15 capas, siendo esta última la que tuvo un valor ascendente en cada prueba. La figura 49 muestra de mejor manera el avance que tuvo cada placa.



Figura 49. Gráfica de representativa a los cambios de módulo de impedancia a bajas frecuencias.

3.2.3 Conclusión de las técnicas electroquímicas.

Concluyendo, los resultados de estas técnicas electroquímicas muestran la mejora en protección contra la corrosión que tienen las placas recubiertas a medida que se añaden más capas de recubrimiento. Mediante las curvas de polarización se logró visualizar las zonas de pasivación que ocurren en la rama anódica, donde sucede el proceso de oxidación y también se lograron obtener datos cuantitativos como la densidad de corriente, potencial de corrosión y pendientes de Tafel, los cuales decrementan, siendo la placa con 15 capas de recubrimiento quien muestra los valores más bajos.

También fue posible obtener datos de resistencia a la polarización, los cuales aumentan con el incremento de capas en el sustrato, siendo una vez más la placa de 15 capas quien resultó con un valor más elevado respecto de las otras placas recubiertas.

Gracias a la técnica de EIS fue posible obtener gráficos de Nyquist y Bode que ayudaron a comprender la cinética de corrosión de las muestras. Los diagramas demostraron que durante el tiempo total de este análisis (240 horas) las placas recubiertas son capaces de proteger al sustrato, pero en diferente medida, siendo que para la placa de 5 capas se tiene un módulo de impedancia de 5586, mientras que la placa de 15 capas tiene un módulo de 10446, valor que casi duplica al anterior, pudiendo determinar que la placa de 15 capas tuvo un mejor desempeño respecto a las otras placas.

3.3 Morfología de los productos de corrosión.

Los resultados visuales de las placas sometidas a este análisis tras 240 horas de inmersión se muestran en la imagen 50. Es posible observar que a medida que se colocan más capas como recubrimiento, el sustrato tiene menor presencia de óxidos de hierro, siendo más blanquecinas en su superficie debido a la formación de óxidos del recubrimiento.



Figura 50. Productos de corrosión obtenidos por EIS tras 240 de inmersión. a) placa desnuda, b) recubrimiento de 5 capas, c) recubrimiento de 10 capas, d) recubrimiento de 15 capas.

3.3.1 Microscopía óptica

La figura 51 muestra todos los productos de corrosión obtenidos tras la técnica de EIS.



Figura 51. Productos de corrosión bajo el microscopio ópticos a 10X. a) Placa desnuda b) Placa con 5 capas c) Placa con 10 capas d) Placa con 15 capas.

La superficie de la placa desnuda se encuentra cubierta por una capa de óxido de tonalidad rojiza característica del óxido de hierro. La superficie de la placa con 5 capas de Zinalco, presenta zonas blanquecinas, características del óxido de Zinc, las cuales son las zonas corroídas del recubrimiento. Sin

embargo, se presentan zonas rojizas que indican la presencia de óxidos de hierro demostrando que las imperfecciones del recubrimiento no protegen en su totalidad el sustrato.

La superficie de la placa con 10 capas de Zinalco, también presenta zonas cafés sobre las zonas blanquecinas, indicando una mayor porosidad del recubrimiento que permitió el paso del electrolito hacia el sustrato, no obstante, los óxidos de hierro se observan de una coloración menos rojiza que en la placa con 5 capas, indicando que, a pesar de las imperfecciones del recubrimiento, este ofrece una mejor protección.

La superficie de la placa con 15 capas de Zinalco presenta algunas zonas cafés, en menor medida que en las placas anteriores, demostrando una protección superior a la corrosión del sustrato, sin embargo, este recubrimiento aún presenta imperfecciones, por lo que, a pesar de su buen rendimiento, es necesario mejorarlo para que pueda ofrecer una adecuada barrera al acero ante el ambiente acuoso al que es sometido.

3.3.2 Morfología de los productos de corrosión de la superficie de las probetas y su composición elemental.

La caracterización de los productos de corrosión se llevó a cabo por medio de microscopía electrónica de barrido. Las micrografías obtenidas sirven para conocer a detalle la morfología de los óxidos generados en la superficie tras la técnica de caracterización de EIS. Adicionalmente, se agregó otro método llamado Espectroscopía de Dispersión de Energía (EDS), el cual permite el análisis de la composición elemental de las muestras. La siguiente imagen muestra las micrografías realizadas con el SEM y el análisis elemental por medio de EDS.



Figura 52. EDS realizados para los productos de corrosión a) Micrografía de los productos de corrosión en una placa con 5 capas de Zinalco. b) Análisis elemental de la muestra con 5 capas de Zinalco. c) Micrografía de los productos de corrosión en una placa con 15 capas de Zinalco. d) Análisis elemental de la muestra con 15 capas de Zinalco.

El mapa de colores identifica la distribución de elementos tanto del recubrimiento como de los óxidos presentes en la superficie. La figura 52b identifica que en la zona donde se tomó la micrografía (figura 52a) se logra identificar Zinc y Aluminio (zonas moradas y amarillas respectivamente), componentes del material con el que fueron recubiertas las placas, además se identificaron zonas con cloro, las cuales se generaron por la exposición del recubrimiento con el electrolito, el cual es una disolución con el 3.5% de cloruro de sodio. Las zonas azules presentes en el EDS se presentan como zonas blanquecinas en la micrografía, que indican la formación de sales sobre la superficie.

La figura 52d muestra el mapa de colores para una probeta con 15 capas de Zinalco, también se identifica al zinc como componente elemental de la superficie, sin embargo, no hay presencia de aluminio. Las zonas azules en el EDS, se muestran de manera más presentes en la figura 52c, siendo formaciones de cristales de sal en la superficie del recubrimiento.

3.3.3 Caracterización de las fases cristalinas de los productos de corrosión por medio de XRD.

Los resultados de la difracción de rayos X muestran que para la placa recubierta con 5 capas de Zinalco se registra una alta presencia de halita de NaCl, la cual es la forma mineral de la sal de mesa común. [49] La presencia de esta fase es normal, debido a que el electrolito tiene cloruro de sodio, y la muestra se contaminó por el largo tiempo de inmersión dentro de la solución. También hay una alta presencia de óxido de Zinc y una menor cantidad de Zinc. Cabe destacar que no se registró presencia de óxido de hierro o alguna especie que contenga este elemento. La figura 53 muestra el difractograma obtenido en la técnica experimental.



Figura 53. Difractograma de los productos de corrosión de una placa recubierta con 5 capas de Zinalco.

Las estructuras cristalinas derivadas de los productos de corrosión en una placa compuesta por 15 capas exhiben similitudes con los resultados observados en la placa previa, evidenciando la presencia de Zinc, óxidos de Zinc y Halita. No obstante, en este análisis se detectó la presencia adicional de bernalita, un hidróxido de hierro. La figura siguiente presenta de manera gráfica los resultados de la técnica de caracterización aplicada a esta muestra.



Figura 54. Difractograma de los productos de corrosión de una placa recubierta con 15 capas de Zinalco.

3.3.4 Conclusión de los resultados de los productos de corrosión.

Concluyendo, los resultados tanto visuales como los obtenidos por microscopía óptica arrojaron que la disolución del sustrato fue menor con la placa que tiene 15 capas de recubrimiento. Estos resultados tienen sustento gracias a las micrografías con las que se visualiza que las imperfecciones a lo largo del espesor disminuyen con la incorporación de más capas en el recubrimiento, así como las técnicas electroquímicas que determinaron un mejor desempeño para la placa con más capas.

También se pudo observar mediante SEM la morfología de los productos de corrosión, con las que complementando con un análisis elemental por EDS se determinó que en la superficie hay más presencia de Zinc, así como presencia de cloro por la interacción del electrolito.

Por último, los resultados obtenidos mediante XRD permitieron la identificación de fases cristalinas de los productos de corrosión, que brindaron información sobre los compuestos que los componen. Se encontró que el óxido de Zinc es el elemento predominante, así como cristales de halita, también hay presencia de zinc, y de un hidróxido de hierro conocido como Bernalita.

3.4 Resumen de la sección de resultados.

En primer lugar, los recubrimientos demostraron mantener su homogeneidad en cada etapa del proceso, según lo indicado por la medición de rugosidad en cada tipo de placa recubierta. Además, se observó que el aumento del espesor de los recubrimientos se mantuvo moderado, alcanzando hasta 27 micrómetros, como evidencia la micrografía de la Figura 33.

La microscopía electrónica de barrido reveló la presencia de porosidades y grietas a lo largo de los espesores de los recubrimientos, disminuyendo estas imperfecciones a medida que se depositaban más capas para aumentar el espesor.

La caracterización de las fases cristalinas identificó compuestos en los recubrimientos, destacando la alta presencia de zinc y la presencia de un óxido de aluminio denominado Gibbsita. Curiosamente, no se detectaron óxidos de zinc en los recubrimientos generados.

En el ensayo de pull-off, se determinó que, a mayor número de capas, se requería una fuerza mayor para desprender el recubrimiento del sustrato, alcanzando una fuerza máxima de 4 MPa en la placa de 15 capas de Zinalco.

En las técnicas electroquímicas, se observó un aumento en la resistencia contra la corrosión con el incremento de capas. Las curvas de polarización indicaron velocidades de corrosión menores en comparación con la placa desnuda, disminuyendo con el aumento de capas. Se identificó una zona de pasivación, indicando protección por la formación de productos de corrosión.

La técnica EIS permitió una mejor observación de la cinética de corrosión, mostrando dos semicírculos en el diagrama de Nyquist asociados a la formación de óxidos y a la estructura iónica entre el sustrato y el electrolito. Los diagramas de Bode revelaron dos constantes de tiempo, una relacionada con la formación de productos de corrosión y la segunda con la estructura iónica, con un aumento del módulo de impedancia con el número de capas. La placa de 15 capas de Zinalco demostró una resistencia superior contra la corrosión.

Los productos de corrosión identificados mediante EIS indicaron que, aunque los recubrimientos protegen el sustrato, la protección no es total, observándose la presencia de óxidos de hierro debido a la interacción directa del electrolito y el acero. SEM-EDS reveló que los óxidos predominantes fueron zinc y aluminio en la placa con 5 capas, y predominio de zinc en la placa con 15 capas, con la presencia de cloro debido a la interacción con el electrolito. Las fases cristalinas confirmaron la alta presencia de zinc y óxidos de zinc, así como la presencia de cristal de sal común y el óxido de hierro Bernalita.

4. Conclusiones.

La elaboración de los recubrimientos se logró mediante la concentración de energía solar con la lente de Fresnel. A pesar de los datos obtenidos, es esencial profundizar en este estudio para reducir las imperfecciones, especialmente en lo que respecta al espesor del recubrimiento. A lo largo del proceso de recubrimiento, diversas variaciones climáticas complicaron la repetibilidad del proceso. Factores como la radiación solar, la presencia de nubes, la humedad ambiental y las corrientes de aire son variables que deben controlarse en cada etapa del recubrimiento. La ventaja de utilizar una lente de Fresnel es que el equipo es portátil, pero también ofrece la posibilidad de mejorarlo para controlar estos factores.

Las técnicas utilizadas para examinar la morfología de los recubrimientos proporcionaron suficiente información para identificar diversas imperfecciones a lo largo de ellos. A pesar de su apariencia superficialmente homogénea, estos recubrimientos todavía no son adecuados para una aplicación concreta.

Las técnicas electroquímicas también suministraron información relevante, revelando que los recubrimientos mejoran la protección del sustrato a medida que se añaden más capas. A pesar de esto, el material depositado en la superficie ofrece una buena protección debido a sus características intrínsecas. La placa de 15 capas demostró los mejores resultados, mostrando una mejora significativa en términos de protección contra la corrosión.

Aunque los recubrimientos generados con ESC si proporcionaron una protección al acero, estos resultados brindan una base para futuras investigaciones. Se pueden considerar enfoques como aumentar el número de capas para prolongar la vida útil del recubrimiento, prolongar el tiempo de exposición al haz para mejorar su homogeneidad, utilizar una atmósfera controlada para prevenir la formación de óxidos y optimizar el material, entre otros aspectos.
Anexo 1 – Fundamentos de las técnicas experimentales empleadas.

A 1.1 Metalografía y microscopía óptica.

Esta técnica de caracterización implica la adquisición de imágenes, ya sea a nivel macroscópico o microscópico, que revelan la topografía o la microestructura de una muestra previamente pulida con el propósito de su estudio.

A nivel microscópico, se emplea principalmente la microscopía óptica, la cual se realiza mediante microscopios con magnificaciones que varían entre 5 y 1500, permitiendo la observación detallada de características en las muestras, como fronteras de grano, límites de fase, distribución de inclusiones e indicios de deformación mecánica. Estas muestras pueden ser de naturaleza metálica, cerámica, compuestas o geológica, y según ASM (Sociedad Americana de Materiales), sus dimensiones oscilan entre 10⁻⁵ y 10⁻¹ metros. [50]

La microscopía óptica se aplica en variedad de contextos, incluyendo:

- Análisis de fallas.
- Determinación de la integración de la soldadura, así como las uniones.
- Caracterización de recubrimientos.

Esta técnica consiste de dos etapas principales, la preparación de las muestras y la evaluación de la microestructura.

Esta técnica consta de dos etapas principales: la preparación de las muestras y la evaluación de la microestructura. La preparación de la muestra es un proceso esencial para un análisis preciso y, por lo tanto, involucra una serie de pasos necesarios para garantizar un estudio efectivo de la microestructura.

Los pasos a seguir son los siguientes:

 Seccionado. Paso que consiste en realizar uno o varios cortes transversales a la muestra para reducirla a un tamaño menor a una pulgada. Por lo general se usa una máquina de corte abrasivo que utiliza discos de corte con borde de diamante o con contenido de partículas de carburo de silicio. En el corte se genera calor, que puede afectar a la estructura de interés, por lo que se debe de usar lubricante o refrigerante en el procedimiento y vigilar que la velocidad de corte no sea excesiva dependiendo de la dureza del material.



Figura 55. Cortadora metalográfica. [51]

2. Encapsulado del objeto de estudio. En este paso se realiza un encapsulado de la muestra para la posterior manipulación del siguiente paso, la forma típica de los especímenes encapsulados es un cilindro de 1 a 2 pulgadas de diámetro. Hay dos materiales comunes aplicados para el montaje de la pieza, los cuales son fenólicos termoestables como la bakelita o termoplásticos como el metilmetacrilato. La selección de cada material dependerá de los elementos que conforman la muestra, debido a que los termoestables y los termoplásticos son sometidos a temperatura y presión, provocando que haya un cambio en la estructura de materiales de bajo punto de fusión, sin embargo, hay alternativas para montaje en frío siendo las resinas epóxicas las más utilizadas. [52]



Figura 56. Ejemplos de muestras encapsuladas en bakelita y resina acrílica. [53]

3. Preparación de la superficie (lijado y pulido). Este paso consta en la abrasión de la superficie para lograr una zona plana y lisa, la cual será formada con una serie progresiva de lijado y terminando en el pulido de la misma.

El desbaste se puede realizarse manualmente o con la ayuda de pulidoras metalográficas, las cuales cuentan con discos giratorios de velocidad variable que sostienen los medios que se utilizaran para el proceso abrasivo. Para materiales suaves se usan lijas de agua de carburo de silicio y para materiales más duros como aceros endurecidos se utilizan discos de diamante.

Este procedimiento está diseñado para disminuir gradualmente el daño provocado por cada paso de lijado comenzando desde un tamaño de grano grande (80 o 120) y posteriormente cambiar a tamaños de grano más finos (240, 320, hasta llegar a 1200 0 1500), reduciendo el tamaño de las líneas de abrasión para que finalmente tienda a tener una cara reflectante.

El pulido es el paso final para lograr una superficie lisa y de acabado espejo en el que, en vez de utilizar lijas, se utiliza un paño circular que se colocara sobre un disco rotativo y se empapara con alúmina diluida con agua destilada.



Figura 57. Pulidora metalográfica TEKNIPOL de doble plato. [51]

La técnica de lijado y pulido es el siguiente:

- \rm </u> Lijado
 - Se montará una lija de grado 120 en el disco rotativo de la pulidora metalográfica y se encenderá para mantener a una velocidad constante (300 a 400 rpm) junto con la salida de agua abierta.
 - Una cara de la muestra encapsulada se colocará sobre la lija sin hacer presión, pero manteniéndola firme para que las líneas de abrasión solo sigan una dirección y no se formen planos. Este paso dura alrededor de 3 a 5 minutos.
 - Después del tiempo establecido se revisará si las líneas de abrasión cubren toda la superficie de la muestra. Si no es el caso se repite el procedimiento hasta conseguirlo, después cambiar la lija a un grado menos burdo, en este caso 240 y repetir el proceso, con la gran consideración de rotar 90 grados el encapsulado.
 - El proceso será el mismo para cada etapa siempre rotando el encapsulado 90 grados entre cada cambio hasta alcanzar las lijas de grano fino, por ejemplo 1500 0 2000 donde ya se notarán que las líneas de abrasión son más finas.

- Pulido
 - Sobre el disco rotativo se coloca un paño, el material puede ser seda natural o un compuesto de lana virgen con nylon como el que se usa en mesas de billar, siendo texturas suaves que no provocaran daño en la muestra.
 - El paño se cubrirá de un abrasivo fino los cuales tienen un tamaño menor a 3 μm de diámetro, algunos ejemplos son el polvo de diamante, sílice, oxido de magnesio y alúmina, siendo este el más usado.
 - La pulidora metalográfica se enciende a una velocidad constante baja (80 rpm), y la cara reflectante de la muestra se coloca sobre el paño haciendo movimientos circulares lentos y rotando el encapsulado, con el fin de que las partículas del abrasivo llenen las líneas de abrasión y se vaya formando la superficie "tipo espejo". Este paso puede durar más de 30 minutos, dependiendo de la técnica de lijado, ya que, si las líneas abrasivas son muy profundas, tardaran más tiempo en borrarse.



Figura 58. Muestra siendo lijada por un disco abrasivo. [54]

4. Ataque químico

El último paso consiste en la revelación de la microestructura del metal mediante un ataque químico en su superficie. Este ataque se lleva a cabo con una solución química adecuada que promueve un proceso de corrosión controlado. La composición de los reactivos empleados para revelar las características microestructurales debe corresponder con la composición de las probetas, de lo contrario los detalles estructurales no se manifestarán. [50]

Uno de los reactivos más comunes para realizar el ataque químico en el acero es el NITAL, que es una solución del 5% de ácido nítrico concentrado en alcohol etílico. La aplicación de este reactivo se realiza depositando una pequeña cantidad en la superficie de la muestra, se da un lapso de 7 a 10 segundos para que la solución actúe e inmediatamente se enjuaga con alcohol y se seca con una corriente de aire. [50]

Observación en el microscopio.

Finalizado el proceso metalográfico es posible observar las características microestructurales de los metales, tales como fases y tamaños de grano. Para el acero de bajo contenido de carbono se tienen dos microconstituyentes: Ferrita (Fe- α) y perlita (mezcla de Fe- α y Fe₃C o cementita). [55]

El ataque químico con NITAL obscurece la perlita, y la ferrita junto con la cementita se tornarán blancos como se puede observar en la siguiente figura.



Figura 59. Microestructura de un acero de bajo contenido de carbono. [56]

A 1.2 Rugosidad.

La rugosidad es un factor importante para determinar una medida del relieve topográfico de una superficie. Este relieve puede estar medido en micrómetros, Armstrong o micropulgadas y puede ser de valores bajos como 0.1 micrómetros que determinan superficies suaves como superficies maquinadas o superficies ópticas. La rugosidad puede definir si la superficie de un material es relativamente irregular por la presencia de defectos en el material como rayaduras y picaduras que no se pueden ver a simple vista. [57]

La evaluación de la rugosidad se realiza mediante dos métodos: en el primero, conocido como método de no contacto, se obtienen perfiles mediante haces de luz dispersados en la superficie; mientras que el segundo, denominado método de contacto, se basa en dispositivos de medición como los rugosímetros mecánicos, los cuales cuantifican las variaciones de altura mediante el desplazamiento de una punta mecánica, generando así un perfil. En este trabajo, se utilizó el método de contacto para caracterizar las probetas. [57]



Figura 60. Parte móvil de un rugosímetro mecánico.

Es necesario considerar que para una correcta medición las superficies deben estar limpias, es decir, libre de partículas, polvo, aceite o películas que no sean parte de la misma, ya que cualquier contenido en el área será registrado por la punta y arrojará un resultado no confiable.

Una desventaja de este método es que, al hacer el barrido, la punta genera una cierta carga determinada por el radio de la punta, y esto conlleva a dejar una marca permanente sobre la superficie. [57]

En los perfiles obtenidos es indispensable obtener el valor de δ , el cual es un parámetro estadístico conocido como la raíz cuadrada del promedio de la rugosidad. Su determinación es la siguiente:

El perfil de rugosidad se mide a lo de una longitud L. Sobre esta línea se define un nivel de superficie, por lo que todas las variaciones de altura registradas serán perpendiculares a este nivel.

Se consideran de igual espaciamiento los puntos medidos sobre este nivel. El valor de cada espacio es discreto y considerado como N. Finalmente, δ es definido como la raíz cuadrada del promedio de los cuadrados de las alturas de los puntos a lo largo del nivel de superficie.

Matemáticamente se expresa con la siguiente ecuación [57]:

Por otra parte, algunos dispositivos describen la rugosidad con otro parámetro conocido como rugosidad promedio $[R_a]$, la cual es empleada para caracterizar acabados de superficies maquinadas, por dar un ejemplo. Este parámetro es el promedio de los valores absolutos de las variaciones de las alturas, medidas respecto al nivel de superficie promedio. [57]

Matemáticamente se expresa de la siguiente forma con la siguiente ecuación [57]:

En algunas ocasiones R_a y δ pueden ser iguales siempre y cuando los perfiles de rugosidad no presenten grandes variaciones de alturas respecto al nivel de superficie promedio. [57]



Figura 61. Perfil de rugosidad. [58]

A 1.3 Pull-off.

Es una técnica que evalúa la adherencia de algún recubrimiento en un sustrato por medio de un dispositivo de carga. Este ensayo es parecido a uno de tracción, en el cual, se aplica una carga axial hasta que el recubrimiento se desprenda, de esta manera se determina la fuerza requerida para que se produzca la falla. Los resultados se registran en libras por pulgada cuadrada [psi] o en mega pascales [MPa].

Los dispositivos que se utilizan para este ensayo se denominan comprobadores de adherencia por arranque que generalmente son portátiles, esta característica les otorga la ventaja de realizar la prueba "in situ", es decir, que se puede realizar en la zona de trabajo y no es necesario realizarlo en un laboratorio especializado. [59]



Figura 62. Comprobador de adherencia por arranque Elcometer 106. [60]

Para realizar el ensayo es necesario seguir los siguientes pasos:

- Limpiar y desengrasar la superficie del espécimen a estudiar, así como la superficie de la pieza metálica llamada "Dolly" que estará en contacto con el recubrimiento. Es necesario lijar la superficie del Dolly para aumentar su rugosidad.
- ii. La muestra se fija a la cara lijada del Dolly mediante un adhesivo especial. El adhesivo tiene un tiempo de curado, el cual debe respetarse para obtener buenos resultados.
- iii. El Dolly se posicionará en el dispositivo, de tal manera de que la parte "libre" del Dolly quede sujeta a la parte móvil del probador de adherencia que será donde se aplique la fuerza vertical.
- iv. Se aplicará una fuerza de tensión de manera gradual y constante para provocar la falla de la adherencia. En ocasiones las muestras son pequeñas, por lo que es necesario colocar un soporte para que el espécimen quede fijo y la fuerza solo se aplique en el Dolly.
- v. Los resultados se muestran con un indicador graduado, mostrando la fuerza máxima registrada durante el ensayo.

Un dato importante es la observación del fallo, el cual demuestra si la prueba fue satisfactoria o no. Hay tres tipos de fallo:

Fallo cohesivo: Sucede cuando hay una separación dentro de la película del recubrimiento.

Fallo adhesivo: Se presenta cuando hay un desprendimiento en la interfaz recubrimiento/sustrato.

Fallo del pegamento: En este caso la prueba es fallida debido a que el adhesivo no tuvo adherencia con el recubrimiento. [61]



Figura 63. Distintas fallas del recubrimiento al ser separados del sustrato. (modificado por el autor) [61]

A 1.4 SEM-EDS.

Microscopio electrónico de barrido o SEM por sus siglas en inglés es un instrumento utilizado para obtener imágenes de alta resolución de la superficie de una muestra sólida. Además, brinda información como morfología, topografía y composición química.

Es usado para distintos campos, como lo es la biología, la medicina, y la ciencia de materiales.

Se puede hacer una analogía de la operación del SEM con el microscopio óptico, en donde se usa para conocer la superficie del espécimen de estudio mediante lentes que magnifican la imagen y una fuente de luz, sin embargo, el microscopio electrónico usa como fuente luminosa electrones de alta velocidad y los lentes son electromagnéticos, con magnificaciones muy altas, alrededor de 150 000 X, con una resolución de 3 a 6 nanómetros. [62]

El microscopio electrónico consta de las siguientes partes:

- Fuente de electrones
- Medios de enfoque
- Medios de escaneo
- Medios detectores de respuesta
- 4 Un medio de visualización
- 4 Medio de transmisión de la respuesta al sistema de visualización.

La operación básica del SEM como Fleger la describe consiste "en la utilización de una fuente de electrones, por lo general es un filamento de tungsteno al que se le aplica un alto voltaje, las partículas generadas son liberadas y atraídas a través del ánodo y condensadas por lentes condensadores para que sean concentrados en un punto fino hacia el espécimen por lentes objetivo. Dentro de estas lentes objetivo se localizan pequeñas bobinas, llamadas bobinas de escaneo. Estas bobinas son energizadas por un voltaje variable generado por un generador de escaneo que crea un campo magnético que deflacta el haz de electrones en un patrón controlado llamado raster." [62]

Es importante mencionar que el sistema requiere estar al vacío, debido a que el haz de electrones no puede ser generado ni mantenido en condiciones donde prevalezca un gas. Así mismo, el gas puede ser ionizado en donde prevalece un alto voltaje por donde los electrones son acelerado provocando descargas que ocasionan una estabilidad del haz. Otro punto importante del vacío en la cámara del microscopio es la reacción de los elementos que contiene al aire con la fuente de electrones que puede ocasionar deterioro por sobrecalentamiento. [62]



Figura 64. Componentes de un SEM [63]

Cuando los electrones interactúan con estas muestras sólidas se generan distintos efectos físicos que se aprovechan para la obtención de imágenes o para conocer información adicional del espécimen. Estos efectos son:

- Electrones retrodispersados: Estos se presentan cuando el haz de electrones interactúa con los átomos de la muestra, provocando un cambio de dirección de cada electrón incidente y una pérdida de energía gradual, generando un proceso de dispersión en el que no se tiene un límite bien definido de su extensión. La producción de estos electrones está fuertemente ligado al promedio del número atómico y resulta útil para detectar diferencias de este parámetro en la muestra, siendo que para elementos más pesados (con un alto número atómico) se visualizarán zonas con más contraste y viceversa.
- Electrones secundarios: Las imágenes generadas en el microscopio están compuestas principalmente por este tipo de electrones. Estos son producidos por la interacción entre los electrones incidentes y las bandas de conducción débiles en los átomos de la muestra. Por su baja energía son fácilmente captados por el detector, posteriormente convertidos a voltaje y finalmente amplificados, con el fin de ser mandados a una rejilla de un tubo de rayos catódicos

(CRT) para poder cambiar la intensidad del punto de luz en la superficie. Con la obtención de cientos de puntos se puede obtener una imagen que corresponde a la topografía de la muestra.

- Radiación X característica. Es usado para determinar la composición química de la muestra, desde un número atómico de 8 hasta 99.
- Electrones Auger: Sirven para determinar la composición de la superficie a una profundidad de un nanómetro, este método es muy utilizado en el campo de la biología.
- Catodoluminiscencia: Se presenta como la emisión de luz de ciertos sólidos. Se utiliza en áreas de la química, mineralogía y en menor medida en la biología. [64]

La preparación de las muestras para su examinación implica la eliminación de cualquier material que pueda vaporizarse bajo vacío para prevenir la contaminación de la columna. Además, es crucial asegurar un montaje firme y garantizar que la muestra sea eléctricamente conductiva.

Para las muestras que requieran ser examinadas mediante electrones retrodispersados o análisis de rayos X, es necesario recubrirlas con carbono. Esto se debe a que el carbono tiene un bajo factor de absorción de rayos X y no oscurece las diferencias en el número atómico.

En el análisis de rayos X, es necesario medir la longitud de onda de los rayos X producidos. Esta medida de energía se realiza con detector especial y a esta técnica se le conoce como espectroscopía de energía dispersiva o EDS por sus siglas en inglés. Con esta medición, es posible obtener un espectro que muestra la presencia de todos los elementos que conforman la muestra. [62]



Figura 65. Micrografía de una roca volcánica realizada con electrones retrodispersados, las imágenes en colores muestran la composición elemental de la muestra.

A 1.5 XRD.

La difracción de rayos X o XRD por sus siglas en inglés es una técnica empleada para la caracterización de materiales debido a que permite el estudio de las estructuras cristalinas de los materiales, así como el estudio de moléculas como el DNA, entre otras aplicaciones.

La técnica implica la exposición de radiación X monocromática a un espécimen en forma de polvo o policristalino. Cada partícula de polvo, o grano, se comporta como un cristal individual, lo que significa que, al tener un gran número de estas partículas disponibles, se logran diferentes orientaciones que garantizan la presencia de partículas correctamente orientadas. Esto permite que estén disponibles todas las combinaciones posibles de planos cristalográficos para la difracción. [65]

Los rayos X son fotones de radiación electromagnética que se comportan como ondas con una longitud de onda de entre 0.1 a 100 angstroms. Una característica de estas partículas es que puede penetrar más que la luz visible, por lo que su empleo puede revelar estructuras internas de la materia. [66]

Esta técnica está basada en la ley de Bragg, la cual se describe a continuación.

Supóngase que una onda de rayos X con un ángulo de incidencia variable (θ) y una longitud de onda determinada (λ) incide sobre un plano cristalino y esta es reflejada con el mismo ángulo (θ) pero con un reforzamiento en la longitud de onda ($n\lambda$), provocando que la señal de rayos X sea más intensa, cuando esto sucede se dice que están en fase y se logra la difracción. [65]

En otras palabras, la difracción es un fenómeno de dispersión en el que el haz dispersado está compuesto por un gran número de rayos dispersados que se refuerzan mutuamente entre sí. [65]

Matemáticamente, para que estas ondas estén en fase se debe que cumplir que la sumatoria del recorrido de ambas ondas (incidente y remitida) debe ser un número múltiplo de esta onda, como se muestra en la siguiente ecuación [65], donde n es un numero entero y es llamado el orden de reflexión:





Figura 66. Representación de la ley de Bragg. [67]

Para conocer la magnitud de "d" que es la distancia entre planos cristalinos se realiza un pequeño desarrollo de ángulos complementarios y utilizando la ecuación del sen θ se llega a la siguiente ecuación [65].

$$\sin\theta = \frac{\overline{FG}}{d}....(9)$$

Despejando el segmento FG se tiene la ecuación 10: [65]

Sustituyendo 8 en 10 se obtiene la siguiente ecuación conocida como la ley de Bragg. [65]

$$2d\sin\theta = n\lambda$$
....(11)

Por lo que hay ángulos de incidencia en donde la difracción ocurre.

Vale la pena remarcar dos hechos geométricos, el primero es que el haz incidente, como el haz difractado siempre son coplanares respecto al plano reflectante y el segundo es que el ángulo entre estos dos haces siempre es 2θ. [65]

La selección de la longitud de onda es crucial porque la difracción solo se produce cuando estas longitudes son aproximadamente iguales a la distancia entre los planos atómicos en los sólidos cristalinos. Esto sigue a la condición: [65]

 $\lambda < 2d$ (12)

Para algunos arreglos de planos cristalinos la distancia entre planos es de 3 Armstrongs o menos, por lo que λ no pude exceder más los 6 Armstrongs. [65]

Existen distintos métodos de difracción, la selección de este dependerá del tipo de muestra y del angulo de recorrido. Los tres más importantes son:

- i. Método de Laue, en donde la longitud de onda es variable, pero el ángulo es fijo.
- ii. Método de cristal rotativo, en el que la longitud de onda es fija, pero el ángulo es variable pero limitado.
- iii. Método de polvo, donde la longitud de onda es fija, pero en ángulo es variable. [65]

Esta técnica se realiza mediante un difractómetro, el cual cuenta con los siguientes elementos que lo componen:

1.- Tubo de rayos X.- Es el generador de los rayos X, que consta de un cátodo, generalmente un filamento de tungsteno que es sometido a alto voltaje para emitir electrones ser acelerados bajo vacío. El haz de electrones impacta en un ánodo (blancos metálicos por lo general de cobre o molibdeno, o en ciertas ocasiones pueden ser de cromo, hierro o aluminio) para finalmente emitir un espectro de rayos x. [68]

- 2.- Detectores. Registra los rayos X difractados. Existen al menos 4 tipos de detectores.
 - a) Proporcionales: Consta de un cilindro metálico lleno de gas, el cual tiene en su interior un delgado alambre delgado de extremo a extremo que sirve como ánodo. El gas absorbe la mayoría de rayos X y como consecuencia este es se ioniza que a la vez provoca que los aniones vayan hacia el ánodo y los cationes vayan al cátodo generando una diminuta corriente eléctrica.
 - b) Detectores de centelleo: Es usado en muestras de material fluorescente. El flash de luz producido durante la técnica es registrado por este detector pasando por un fotomultiplicador tomando un cierto número de electrones y genera un pulso eléctrico.
 - c) Detectores semconductores: Estos son de Silicio o Germanio, este detector registra los electrones libres liberados tras la excitación ocasionada por los rayos X obteniendo un pequeño pulso eléctrico que es amplificado para una mejor lectura.
 - d) Detector PSD: Este elemento determina de manera simultánea la intensidad de distintas líneas de difracción. [68]

3.- Muestra y portamuestras: El portamuestras mantiene la muestra en una posición horizontal, y será girado durante el procedimiento para promover la orientación aleatoria de los cristales. [68]

4.-Ventanas y monocromadores: estos elementos tienen el objetivo de ofrecer una mejor resolución, asi como una buena intensidad en la incidencia de rayos X. [68]

Después de detectar las señales de intensidad de los rayos X, los resultados se presentan en un difractograma. Estos diagramas muestran una serie de picos que se obtuvieron en función del ángulo de difracción, y estos picos exhiben tres características distintivas que proporcionan información valiosa: posición, intensidad y perfil.

Posición: La posición de cada pico en el difractograma indica el ángulo específico de difracción para un conjunto particular de planos cristalinos. Esta información es esencial para determinar la estructura cristalina del material bajo estudio.

Intensidad: La intensidad de los picos refleja la cantidad de radiación difractada en cada ángulo. Esta característica revela la abundancia relativa de los diferentes planos cristalinos y proporciona detalles sobre la composición y orientación cristalina del material.

Perfil: El perfil de los picos indica la distribución de la difracción en torno a cada ángulo. Este aspecto es útil para evaluar la calidad cristalina, la presencia de posibles defectos cristalinos o la presencia de tensiones internas en el material.

En resumen, el difractograma no solo ofrece una representación visual de la difracción de rayos X, sino que también brinda información cuantitativa y cualitativa clave sobre la estructura cristalina y las propiedades del material analizado.



Figura 67. Difractograma de rayos-X de una muestra de fosfatos de calcio sintetizada por precipitación química. [69]

A 1.6 Curvas de polarización potencio dinámica.

Es una técnica electroquímica también conocida como Extrapolación de Tafel, que se emplea para determinar la velocidad de corrosión, la cual es caracterizada por la determinación de la densidad de corriente (i_{corr}) y el potencial de corrosión (E_{corr}) . También revela información del mecanismo de corrosión. [29]

Se conoce como polarización a la desviación forzada del potencial de equilibrio electroquímico (E_{corr}) producida por una corriente eléctrica que pasa por una celda electroquímica. La polarización se activa cuando se induce un sobrepotencial, el cual puede ser positivo, causando reacciones de oxidación, o puede ser negativo, causando reacciones de reducción. [70]

El potencial de equilibrio electroquímico es el punto en donde el sistema se estabiliza y donde ocurren las reacciones anódica y catódica a la misma velocidad, debido a que la corriente es la misma para ambas reacciones, por ende, la corriente neta es cero. [29]

El comportamiento de este fenómeno es revelado por curvas de polarización. Estos diagramas muestran la relación que hay entre el logaritmo de la corriente y el potencial en una celda electroquímica y son usados para evaluar la resistencia a la polarización (R_p), la cual es una medida de la resistencia de un material a corroerse. Estos esquemas muestran dos ramas, una anódica (zona superior) y una catódica (zona inferior). [29]



Figura 68. Curva de polarización. [71]

Las líneas punteadas como se ve en el gráfico anterior representan las líneas de Tafel, las cuales se obtienen mediante una regresión lineal de una serie de datos correspondiente a cada rama y posteriormente se extrapolan con el fin de que se origine una intersección. Esta intersección es la densidad de corriente de corrosión del sistema electroquímico. Las pendientes de cada línea se denominan pendientes de Tafel. Para la reacción anódica es β_a y para la reacción catódica es β_c . [29]

Para conocer la Resistencia a la polarización se hace uso de la Ec. de Stern-Geary [70].

$$R_p = \frac{B}{i_{corr}}....(13)$$

En donde la constante B puede ser calculada a partir de los valores obtenidos con las pendientes de tafel, como se muestra en la siguiente ecuación [70]:

$$B = \frac{\beta_a \beta_c}{2.3 \left(\beta_a + \beta_c\right)}.$$
(14)

A pesar de que esta técnica nos da una aproximación de la velocidad de corrosión, hay que tener en cuenta ciertos puntos:

- No se considera un método no destructivo ya que al polarizarse anódicamente el espécimen empieza a corroerse por el proceso de oxidación. [29]
- Se realiza únicamente en laboratorio.
- Las ramas no siempre tienen la misma tendencia, estas llegan a tener un comportamiento errático describiendo otros procesos electroquímicos y al aplicar las líneas de Tafel es difícil seleccionar los datos a los cuales se les aplica una regresión lineal. Es recomendable que las ramas tengan una porción lineal de al menos una década de corriente logarítmica. [29]
- La resistencia del electrolito no se puede obtener mediante este método, dado que Rp es prácticamente la suma de la resistencia a la polarización y la suma del electrolito. [29]

Estas curvas se realizan experimentalmente mediante un potenciostato/galvanostato, el cual es un dispositivo electrónico usado para mandar señales de corriente o voltaje. Este dispositivo manda un rango de potenciales a un sistema de tres electrodos con una determinada velocidad de barrido.

El arreglo por defecto utilizado consta de una celda electroquímica de tres electrodos y un electrolito.

Los electrodos que se utilizan en este sistema son los siguientes:

- Electrodo de trabajo (WE): Es el espécimen de estudio.
- Electrodo de referencia (RE): Estos electrodos tienen un potencial definido que se toma como referencia para conocer el potencial del electrodo de trabajo. Hay distintos tipos de estos electrodos, los cuales son de calomel saturado (SCE), de hidrógeno (SHE) y de AgCl/Ag.
- Contraelectrodo (CE): o también llamado electrodo auxiliar, su función es cerrar el circuito de una celda galvánica para que el paso de la corriente circule por este mismo. [36]



Figura 69. Esquema de los componentes de una celda electroquímica de tres electrodos. [72]

Para que la prueba sea correcta se debe de dar un tiempo de estabilización, el cual comienza desde que la muestra se sumerge en el electrolito. Este tiempo es importante respetarlo para conocer el verdadero valor del potencial de equilibrio.

La rama inferior o rama catódica se realiza induciendo un potencial, de manera que el electrodo de trabajo funcione como un cátodo para que sobre este mismo se lleven reacciones de reducción. En este momento hay reacciones de oxidación que se realizan de manera conjunta con la de reducción, ya que estas no se pueden realizar de manera aislada. Para una solución con un ph neutro se realiza la reducción del agua generando iones hidroxilo y burbujas de hidrógeno (evolución del hidrogeno) y a potenciales cercanos al potencial de corrosión se están llevando a cabo la reducción del oxígeno. Por otra parte, en el contraelectrodo se está llevando a cabo una reacción de oxidación de los iones hidroxilo, debido a que estas semirreacciones no se pueden llevar a cabo de forma aislada. [29]

Para la formación de la rama anódica, se induce un sobrepotencial, de tal manera que se lleva a cabo la oxidación en donde se liberan cationes metálicos y en el contraelectrodo se realiza la reducción en función del ph del electrolito. [29]

A 1.7 Espectroscopia de impedancia electroquímica.

La Espectroscopia de Impedancia Electroquímica comúnmente llamada EIS por sus siglas en inglés, es una técnica que auxilia en la caracterización del comportamiento de una celda electroquímica.

Algunas de sus aplicaciones son el estudio de baterías o materiales para celdas combustibles, para el monitoreo del deterioro de metales (corrosión) o el comportamiento de recubrimientos, así como en el campo de la biología para determinar la difusión de iones a través de membranas.

Este método está basado en la teoría eléctrica y busca determinar la impedancia del sistema. Consiste en añadir una perturbación al sistema electroquímico con un potenciostato/galvanostato que cuenta con las mismas características del sistema mencionado en la técnica anterior.

La señal galvanostática se caracteriza por ser una señal de intensidad de corriente que provoca una respuesta como señal de potencial, en cambio la señal potenciostática se determina por ser una señal de potencial para la obtención de una señal de intensidad de corriente como respuesta. A continuación, se muestran las señales de entrada correspondientes. [73]

$$E(t) = E_0 \sin(\omega t) \circ i(t) = i_0 \sin(\omega t).$$
(15)

Donde E se refiere al potencial, E_0 es la amplitud y ω es la frecuencia angular de la señal.

El modo de trabajo más empleado es el potenciostático, el cual es el que se empleó en la caracterización de las muestras del actual trabajo.

La amplitud de la señal senoidal debe ser pequeña para que la señal de salida tenga la misma frecuencia, diferente amplitud, pero la misma forma senoidal, pero con un desfase (ϕ). De esta manera se asegura que se tiene una relación de linealidad entre ambas funciones. [73]

Es necesario considerar este desfase en el argumento de la señal de salida para que pueda haber una alineación entre ambas señales. En este caso se sumará al argumento, como se muestra en la ecuación 16. [73]

$$i(t) = i_0 \sin(\omega t + \phi) \circ E(t) = E_0 \sin(\omega t + \phi)$$
(16)

Gracias a que se cumple esta característica de linealidad se puede definir la impedancia como el cociente del fasor de voltaje y el fasor de intensidad (ecuación 18) realizando una analogía a la ley de ohm [73].

$$Z = \frac{V}{I} = \frac{|V|\sin(\omega t)}{|I|\sin(\omega t + \phi)} = Z = \frac{E_{\omega}(V)}{i_{\omega}(A)}.$$
(18)

Donde Z es la impedancia que representa la oposición al paso de la corriente y es dependiente de la frecuencia, E_{ω} es el fasor de potencial (Volts) e i_{ω} es el fasor de la corriente (Amperes).

Se le conoce como fasores debido a que las señales senoidales cuentan con magnitud y fase y resulta más practico manejarlos en una forma más compacta representados por números complejos que son

representados en un plano de Argand, similar al plano cartesiano, pero reemplazando al eje "x", por la parte real y al eje "y" por la parte imaginaria. La ecuación 19 muestra [73]



Figura 70. Diagrama de Argand. [74]

Donde |Z| es el módulo de la magnitud de la impedancia que representa la relación entre la magnitud del potencial y la corriente; $e^{i\theta}$ es la representación de Euler del argumento del número complejo, como se muestra en la siguiente ecuación: [73]

$$|Z|\frac{\sin(\omega t)}{\sin(\omega t+\phi)} = |Z|e^{i\theta}....(19)$$

La diferencia entre las fases del potencial y la corriente se define como la fase de la impedancia (θ).

No obstante, en EIS se utilizan los diagramas de Nyquist, similares a los de Argand, pero representados por la impedancia en su parte real y su parte imaginaria. Para que este diagrama se pueda usar es necesario transformar la forma de Euler de la impedancia en su representación cartesiana, la cual se presenta en la ecuación 20: [73]

Z = Z' + iZ''....(20)

Donde Z' es la parte real o resistiva y Z'' es la parte imaginaria o reactiva.

La técnica recibe el nombre de espectroscopia por la aplicación de un potencial a diferentes frecuencias, que va desde algunos de [kHz] a un cuantos [mHz], formando un espectro de impedancias. Cuando se realiza el estudio a bajas frecuencias se pueden observar distintos fenómenos como porosidades, defectos del material, doble capa electroquímico, etc. [73]

El estudio a altas frecuencias sirve para el estudio de recubrimientos o de capa de óxidos.

Los datos obtenidos en esta técnica son representados por dos gráficos, como se había mencionado anteriormente, uno de ellos es el diagrama de Nyquist, que muestra la relación de la parte imaginaria $(-Z_{Im})$ y la parte real (Z_{Re}) de la impedancia. La segunda representación de los datos se realiza mediante el diagrama de Bode en el que se grafican la magnitud (|Z|) y la fase (θ) de la impedancia contra la frecuencia en escala logarítmica. Durante la interpretación de los datos se pueden obtener parámetros adicionales como la resistencia del electrolito (R_s), el cual es el límite a altas frecuencias, la resistencia a la polarización (R_p) y la resistencia a la transferencia de cargas (R_t). [75]



Figura 71. Gráficos utilizados en EIS para describir el comportamiento corrosivo. a) Diagrama de Nyquist b) Diagrama de Bode [75]

Anexo 2 – Equipo de protección personal.

El equipo de protección personal es esencial durante el proceso de generación de recubrimientos para salvaguardar la salud y seguridad del personal. Se recomienda cubrir la mayor parte del cuerpo debido a la exposición a la radiación solar. En este sentido, se sugiere:

1. Uso de bata o camisola:

Utilizar una bata o camisola para proteger la mayor parte del cuerpo contra la radiación solar.

2. Gorra o sombrero:

Portar una gorra o sombrero para cubrir la cabeza y la cara, proporcionando una capa adicional de protección.

3. Bloqueador solar FPS 50 o superior:

Aplicar un bloqueador solar con factor de protección solar (FPS) 50 o superior para prevenir lesiones en la piel debido a la exposición a la radiación UV.

4. Guantes:

Utilizar guantes para evitar quemaduras al manipular las probetas después del proceso de recubrimiento.

5. Gafas para soldar:

Emplear gafas para soldar con al menos un número 6 de sombra o superior para proteger los ojos durante el procedimiento.

Estas medidas contribuyen a garantizar un entorno de trabajo seguro y minimizan los riesgos asociados con la exposición a la radiación solar.

ANEXO 3 – Portada del artículo presentado en SOMIXXXVIII Congreso de instrumentación.

Obtaining Zinc-based Coatings on Carbon Steels, using Concentrated Solar Energy.

Alejandro de Jesús Franco, Rafael González-Parra, Helgi Waage, Raúl Valdez, Arturo Barba

Centro de Ingeniería de Superficies y Acabados (CENISA) Facultad de Ingeniería, UNAM, Ciudad de México, México.

rafael.parra@yandex.com, helgi.waage@gmail.com, rvaldezg@hotmail.com, arturo.barba@ingenieria.unam.edu

Gilberto Agredo.

Departamento de Ingeniería Mecánica y Mecatrónica. Universidad Nacional de Colombia, Sede Bogotá

gagredod@unal.edu.co

RESUMEN

Los recubrimientos base Zinc han sido ampliamente utilizados debido a la protección a la corrosión que pueden brindar a diversos aceros. El método de aplicación empleado industrialmente es el galvanizado por inmersión en caliente y alrededor de ese proceso se han generado diferentes variantes como Galfan o Galvalume en las que se ha añadido aluminio al baño empleado, con el fin de mejorar su resistencia a la corrosión.

En este trabajo se presentan los resultados de los recubrimientos base Zinc aplicados sobre un acero al carbono, empleando para su obtención Energía Solar Concentrada (ESC), con el propósito de mejorar su resistencia a la corrosión.

La metodología empleada consistió en limpiar y preparar la superficie de los sustratos de acero al carbono, mediante un procedimiento mecánico y empleando limpieza ultrasónica con alcohol etílico y acetona. A continuación, se distribuyó, de manera homogénea en la superficie, polvo de una aleación Zn-Al y posteriormente, utilizando una lente de Fresnel de 30 cm de diámetro, se realizó un proceso de concentración solar, determinando el foco y las condiciones más favorables para captar la mayor cantidad de radiación solar posible. Se generaron diversos espesores de capa y los recubrimientos obtenidos se evaluaron mediante técnicas de microscopia, valoración de la rugosidad, y curvas de polarización potenciodinámica. Los resultados indican la obtención un recubrimiento de apariencia y distribución homogénea con buena adherencia. En una siguiente etapa, se pretende valorar el efecto de estos recubrimientos en la resistencia a la corrosión de estos aceros. Estos resultados permiten dar luz en la viabilidad del desarrollo de una tecnología relativamente sencilla, sustentable y de baja huella de carbono para la generación de recubrimientos de adecuada calidad.

Referencias

- [1] P. Breeze, Power Generation Technologies, Cambridge: Newnes, 2019.
- [2] A. Papadiogannis, N. Papadogiannu, A. Carabelas, S. Tsitomeneas, P. Kyraggelos y T. Chondros, «The mirror weapon in archimedes era,» *Springer Science Business Media B.V.*, pp. 29-36, 2009.
- [3] Ancient origins, «Las armas de guerra de Arquímedes: ¿Historias falsas o dispositivos letales?,»
 [En línea]. Available: https://www.ancient-origins.es/mitos-leyendas/armas-guerra-arquimedes-007662. [Último acceso: 24 11 2023].
- [4] V. Belessiotis y E. Papanicolaou, «History of Solar Energy,» *Comprehensive Renewable Energy* (second edition) volume 3, vol. 3, pp. 118-136, 2012.
- [5] G. Flamant y M. Balat-Pichelin, «Elaboration and testing of materials using concentrated solar energy,» [En línea]. Available: http://www.eolss.net/Sample-Chapters/C08/E6-106-17.pdf.
 [Último acceso: 9 9 2023].
- [6] Study.com, «Antoine Lavoisier: The Father of Modern Chemistry,» [En línea]. Available: https://study.com/learn/lesson/antoine-lavoisier-atomic-theory-model.html. [Último acceso: 29 11 2023].
- [7] Science photo library, «Solar motor by Aubrey Eneas of Boston,» [En línea]. Available: https://www.sciencephoto.com/media/998185/view/solar-motor-by-aubrey-eneas-of-bostonc1905. [Último acceso: 29 11 2023].
- [8] Pyrenees-cerdagne tourisme, [En línea]. Available: https://www.pyrenees-cerdagne.com/es/lefour-solaire-de-mont-louis-espanol. [Último acceso: 29 11 2023].
- [9] D. Fernandez Gonzalez, Í. Ruiz Bustinza, C. Gonzales Gasca, J. Piñuela Noval, J. Mochón Castaños, J. Sancho Gorostiaga y L. Felipe Verdeja, «Concentrated solar energy applications in materials science and metallurgy,» *Solar Energy*, vol. 170, pp. 520-540, 2018.
- [10] E. A. Farber, «Crystals of high-temperature materials produced in the solar furnace,» *Solar Energy*, vol. 8, nº 1, pp. 38-42, 1964.
- [11] D. Fernández González, «A State-Of-The-Art Review on Materials,» Mineral Processing and Extractive Metallurgy, pp. 1-43, 2023.
- [12] A. Ferriere, C. Bautista, G. Rodriguez y A. Vázquez, «Corrosion resistance of stainless coatings elaborated by solar cladding process.,» *Solar Energy*, vol. 80, pp. 1338-1343, 2006.

- [13] P. D. Sonawane y V. Bupesh Raja, «Concentrated solar energy in materials processing,» International Journal of Ambient Energy, vol. 41, nº 10, pp. 1201-1207, 2020.
- [14] A. Vazquez, G. Rodriguez y J. Damborenea, «Surface treatment of steels by solar energy,» Solar Energy Materials, pp. 751-759, 1991.
- [15] S. Karathanasis, Linear fresnel reflector systems for solar radiation concentration theorical analysis, mathematical formulation and parameters computation using MATLAB, Springer, 2019.
- [16] Openmind BBVA, «Energía solar de concentración, la otra gran renovable,» [En línea]. Available: https://www.bbvaopenmind.com/tecnologia/innovacion/energia-solar-de-concentracionrenovable/. [Último acceso: 29 11 2023].
- [17] Foro Ambiental, «Planta solar más grande del mundo: 100% operativa,» [En línea]. Available: https://www.foroambiental.net/archivo/index.php/noticias-ambientales/energias-ytecnologia/532-planta-solar-mas-grande-del-mundo-100-operativa. [Último acceso: 20 11 2023].
- [18] Metalocus, «La planta solar más grande del mundo,» [En línea]. Available: https://www.metalocus.es/es/noticias/la-planta-solar-mas-grande-del-mundo. [Último acceso: 20 Noviembre 2023].
- [19] W. Weiss y M. Spörk-Dür, «The Solar Heating and Cooling Programme International Energy Agency,» [En línea]. Available: https://www.iea-shc.org/Data/Sites/1/publications/Solar-Heat-Worldwide-20231.pdf. [Último acceso: 20 11 2023].
- [20] Obras por expansión, «La energía solar llegó a la industria del cemento,» [En línea]. Available: https://obras.expansion.mx/construccion/2023/08/04/la-energia-solar-llego-a-la-industria-delcemento. [Último acceso: 4 8 2023].
- [21] Ecoinventos green technology, «Revolucionando el reciclaje: Fraunhofer Chile implementará tecnología solar para fundir aluminio,» [En línea]. Available: https://ecoinventos.com/fraunhoferchile-implementara-tecnologia-solar-para-fundir-aluminio/. [Último acceso: 29 11 2023].
- [22] J. M. Alejandro, A. Rojas Morín, S. Quezada García, J. E. Aguillón Martínez, A. Espinosa Bautista, Y. Flores Salgado, O. Alvarez Brito y A. Barba Pingarrón, «A proposal for additively manufacturing printed circuits by employing,» *Results in engineering*, pp. 1-15, 2023.
- [23] Solargis, «Mapas de recursos solares de Mexico,» [En línea]. Available: https://solargis.com/es/maps-and-gis-data/download/mexico. [Último acceso: 29 11 2023].
- [24] C. Solar, «Laboratorio nacional de sistemas de concentración solar y quimica solar.,» [En línea]. Available: https://concentracionsolar.org.mx/instalaciones. [Último acceso: 8 Agosto 2023].

- [25] A. Cruz, «HoSIER: el horno de concentración solar experimental de la UNAM,» [En línea]. Available: https://www.proyectofse.mx/2016/09/28/horno-de-concentracion-solar-unam/. [Último acceso: 29 11 2023].
- [26] D. Martinez y J. Rodriguez, «Tratamiento superficial de materiales mediante luz solar concentrada: una opcion mediante energias renovables,» *Revista de metalurgia*, pp. 104-108, 1998.
- [27] G. Torres Villaseñor, El zinalco y su tecnología, UNAM, Instituto de Investigaciones en Materiales, 1984.
- [28] R. Chang y K. A. Goldsby, Quimica, Espana: Mc Graw Hill, 2017.
- [29] N. Perez, Electrochemistry and corrosion Science, Nueva York: Springer, 2016.
- [30] M. Einar, Basic corrosion technology for scientists and engineers, New York: CRC Press Taylor & Francis Group, 2021.
- [31] T. Ohtsuka, A. Nishikata, M. Sakairi y K. Fushimi, Electrochemistry for corrosion fundamentals, Springer, 2018.
- [32] K. Elayaperumal y V. Raja, Corrosion failures: theory, case studies and solutions, Hoboken, New Jersey: Wiley & Sons, 2015.
- [33] Ferrepro La industria metalmecánica., «La corrosión del hierro y su prevención,» [En línea]. Available: http://ferrepro.mx/la-corrosion-del-hierro-y-su-prevencion/. [Último acceso: 20 01 2024].
- [34] A. Groysman, Corrosion for everybody, Springer, 2010.
- [35] L. Torres Rodríguez y A. Montes Rojas, «Conversión de potenciales entre distintos electrodos de referencia:Una analogía para facilitar su comprensión,» *Boletín de las sociedad química de México*, vol. 11, nº 12, pp. 12-14, 2017.
- [36] E. Bardal, Corrosion and protection, London: Springer, 2004.
- [37] L. A. Velázquez Herrera, «Implementación de un laboratorio de electroquímica en el laboratorio de ingeniería química en la facultad de ciencias químicas de la universidad veracruzana,» [En línea]. Available: https://www.researchgate.net/publication/341342655_UNIVERSIDAD_VERACRUZANA_FACULTAD_DE_CIENCIAS_QUIMICAS. [Último acceso: 20 01 2024].

- [38] R. Baxter y J. Britton, «Protección Catódica Costa Fuera ¿QUÉ ES Y CÓMO FUNCIONA?,» [En línea]. Available: https://cathodicprotection101.com/proteccion-catodica.htm. [Último acceso: 20 1 2024].
- [39] S. L. Chawla y R. K. Gupta, Materials selection for corrosion control, ASM International, 1993.
- [40] G. Torres Villaseñor, J. Negrete y L. Valdés, «Propiedades y usos del Zinalco,» *Revista mexicana de física*, nº 3, pp. 489-501, 1985.
- [41] Solargis Prospect, «Solargis Prospect,» [En línea]. Available: https://apps.solargis.com/prospect/detail/V6THNE95yJeizkmr/overview. [Último acceso: 21 enero 2024].
- [42] J. A. Duffie y W. A. Beckman, Solar Engineering of thermal processes, New Jersey: Wiley, 2013.
- [43] Grados Material mundial, «ASTM A36 Acero Propiedades & Ficha Tecnica: Fy, Dureza, Densidad,»
 29 11 2023. [En línea]. Available: https://www.materialmundial.com/acero-astm-a36 propiedades-ficha-tecnica-estructural/.
- [44] P. Lima Neto, A. Correia, R. Colares y W. Araujo, «Corrosion study of electrodeposited Zn and Zn-Co coatings in chloride medium.,» *Journal of The Brazilian Chemical Society*, vol. 18, 2007.
- [45] A. J. Bard y L. R. Faulkner, Electrochemical methods Fundamentals and applications., Toronto: John Wiley and Sons, Inc., 2001.
- [46] J. J. Camejo Giniebra y J. A. Domínguez Domínguez , Métodos químicos-tecnológicos de protección contra la corrosión., La Habana: CUJAE, 2015.
- [47] ResearchGate, «Potentiodynamic polarization study of type316L and 316LVM stainless steels for surgical implants in simulated body fluid,» [En línea]. Available: https://www.researchgate.net/figure/a-Polarization-curve-for-316L-and-316LVM-stainless-steelin-Ringers-solution-at-37oC_fig3_277005311. [Último acceso: 29 11 2023].
- [48] P. K. Mudigere Krishnegowda, V. Thimmappa Venkatarangaiah y P. Mudigere Krishnegowda, «Development of Zn-SiC composite coatings:,» *Journal of Electrochemical Science and Engineering*, vol. 5, nº 1, pp. 25-36, 2015.
- [49] Hyperphysics, «Halita,» [En línea]. Available: http://hyperphysics.phyastr.gsu.edu/hbasees/Geophys/halite.html#:~:text=La%20halita%20es%20la%20forma,describe% 20como%20halita%20con%20calcita.. [Último acceso: 29 11 2023].

- [50] F. Guzman Ornelas, «Análisis de aceros por microscopía óptica.,» 2013. [En línea]. Available: https://tesis.ipn.mx/bitstream/handle/123456789/12065/ANALISISACERO.pdf?sequence=1&isAll owed=y. [Último acceso: 28 11 2023].
- [51] Metalografia.es, «Metalografia El blog de la metalografía,» [En línea]. Available: https://metalografia.es/. [Último acceso: 29 11 2023].
- [52] Escuela colombiana de ingeniería Julio Garavito, «Metalografía Protocolo curso de materiales,»
 2011.
- [53] Struers, «Acerca de la embutición,» [En línea]. Available: https://www.struers.com/es-ES/Knowledge/Mounting#. [Último acceso: 29 11 2023].
- [54] Mikratec, «Grinders & Polishers,» [En línea]. Available: https://mikratec.com/productcategory/grinders-polishers/. [Último acceso: 29 11 2023].
- [55] U. E. Márquez Amador, A. Ortiz Prado, A. Barba Pingarrón y J. L. Romero Hernandez, «Manual de prácticas del laboratorio de materiales 1.,» Facultad de ingeniería - Laboratorio de ingeniería de materiales., 2020.
- [56] L. Bello, F. Malpica y A. Malpica, «Acción galvánica superficial en una matriz de acero al cabrono constituida por microceldas con granos de ferrita y perlita.,» *Revista mexicana de ingeniería mecánica.*, vol. 7, pp. 29-33, 2008.
- [57] J. M. Bennett y L. Mattson, Introduction to Surface Roughness and Scattering., Washington, D.C.: Optical Society of America, 1989.
- [58] Baublies, «Tecnología de bruñido por rodillo: elementos fundamentales del proceso,» [En línea]. Available: https://www.baublies.com/tecnologia-es.html. [Último acceso: 28 11 2023].
- [59] Construcción y tecnología en concreto., «Prueba de "Pull Off" para evaluar la adherencia de los materiales de reparación en concreto.,» [En línea]. Available: https://www.imcyc.com/revistacyt/index.php/ingenieria/217-prueba-de-pull-off-para-evaluar-laadherencia-de-los-materiales-de-reparacion-en-concreto. [Último acceso: 28 11 2023].
- [60] Elcometer, «Comprobador de adherencia por arranque Elcometer 106,» [En línea]. Available: https://www.elcometer.com/es/inspeccion-revestimientos/inspeccionrevestimientos/comprobadores-de-adherencia/comprobador-de-adherencia-por-arranqueelcometer-106.html. [Último acceso: 29 11 2023].
- [61] DeFelsko Inspection instruments, «Métodos de prueba para la adhesión del revestimiento,» [En línea]. Available: https://es.defelsko.com/resources/test-methods-for-coating-

adhesion#:~:text=%C2%BFQu%C3%A9%20es%20una%20prueba%20de%20adherencia%20Pull%2 DOff%3F,un%20adhesivo%20a%20un%20revestimiento.. [Último acceso: 29 11 2023].

- [62] S. L. Flegler, J. W. J. Heckman y K. L. Klomparens, Scanning and transmission electron microscopy: an introduction, New York: W.H. Freeman and company, 1993.
- [63] Metalinspec, «Microscopio electrónico de barrido: Qué es y cómo funciona,» [En línea]. Available: https://www.blog.metalinspec.com.mx/que-es-y-como-funciona-un-microscopio-electronico-debarrido. [Último acceso: 29 11 2023].
- [64] I. M. Watt, The principles and practice of electron microscopy, second edition., New York: Press Syndicate of the University of Cambridge, 1997.
- [65] B. D. Cullity, Elements of X-ray diffraction, segunda edición ed., Addison Wesley Publishing Company, 1978.
- [66] J. C. Russ, Fundamentals of energy dispersive X-Ray analysis., Butterworths Monographs in Materials., 1984.
- [67] Department of crystallography and structural biology, «Dispersión y difracción. Ley de Bragg,» [En línea]. Available: https://www.xtal.iqfr.csic.es/Cristalografia/parte_05_5.html. [Último acceso: 29 11 2023].
- [68] Universidad Politécnica de Cartagena., «Difracción de rayos X. Introducción.,» [En línea]. Available: https://www.upct.es/~minaeees/difraccion_rayosx.pdf. [Último acceso: 28 11 2023].
- [69] A. Campos Quirós, K. Paniagua Murillo, G. Valladares Castrillo, J. M. CuberoSesin y L. Cordero Arias, «Análisis cualitativo y cuantitativo de fosfatos de calcio por difracción de rayos-X mediante los métodos de Scherrer,» *Tecnología en marcha*, vol. 35, nº 4, pp. 104-115, 2022.
- [70] A. E. Hugues, J. M. Mol, M. L. Zheludkevich y R. G. Buchhei, Active Protective Coatings, New York: Springer, 2016.
- [71] L. Dasol, L. Hyunseop y J. Haedo, «Slurry components in metal chemical mechanical planarization (CMP) process: A review.,» International Journal of Precision Engineering and Manufacturing., vol. 17, nº 12, pp. 1751-1762, 2016.
- [72] F. Carrasco Marín y M. Á. Álvarez Merino, Aplicaciones de adsorbentes y catalizadores en procesos medioambientales y energéticos., Sevilla: Universudad Internacinal de Andalucía, 2016.
- [73] A. J. Fernando Romero, I. Sirés, J. García Antón y M. A. Rodrigo, Aplicaciones medioambientales y energéticas de la tecnología electroquímica., Reverté, 2021.

- [74] Maeckes, [En línea]. Available: http://www.maeckes.nl/Complexe%20modulus%20ES.html.[Último acceso: 28 11 2023].
- [75] U. Kamachi Mudali, T. Subba Rao, S. Ningshen, R. G. Pillai, G. Rani P. y T. Sridhar, A Treatise on Corrosion Science, Engineering and Technology, Singapore: Springer, 2022.
- [76] W. D. J. Callister y D. G. Rethwisch , Materials Science and Engineering 10th edition, Wiley, 2018.
- [77] A. D. Krawitz, Introduction to diffraction in materials science and engineering., New York: John Wiley & Sons, 2001.
- [78] Wikipedia, «Archimedes-Mirror by Giulio Parigi,» [En línea]. Available: https://en.wikipedia.org/wiki/Giulio_Parigi#/media/File:Archimedes-Mirror_by_Giulio_Parigi.jpg.
 [Último acceso: 29 11 2023].
- [79] Wikipedia, «Diagrama de Argand,» [En línea]. Available: https://es.wikipedia.org/wiki/Plano_complejo#/media/Archivo:Complex_number_illustration.svg.
 [Último acceso: 29 11 2023].
- [80] F. Sibieude, M. Ducarroir, A. Tofighi y J. Ambriz, «High temperature experiments with a solar furnace: The decomposition of Fe3O4, Mn3O4, CdO,» *International Journal of Hydrogen Energy*, vol. 7, nº 1, pp. 79-88, 1982.