



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

“LA DISOLUCIÓN ANÓDICA DEL Mg: UNA PERSPECTIVA
DIFERENTE”

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
INGENIERÍA QUÍMICA METALÚRGICA

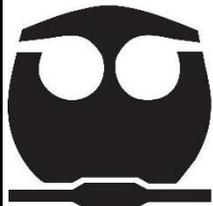
PRESENTA:

LÓPEZ PRIETO RIVALDO SHILAVÉRE

TUTOR PRINCIPAL:

RODRIGO MONTOYA LÓPEZ

CIUDAD UNIVERSITARIA, CDMX 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.

Jurado asignado.

Presidente: Dr. Rodrigo Montoya López

Vocal: Dr. Sergio López León

Secretario: Dr. Paola Roncagliolo Barrera

1^{er} Suplente: Dr. José Fernando Flores Álvarez

2^{do} Suplente: Andrés Guillermo Soriano Carranza

Sitio donde se desarrolló el tema.

Laboratorio de Corrosión Y Protección, Departamento de Ingeniería Metalúrgica, Edificio D, Facultad de Química, Ciudad Universitaria

Tutor de Tesis: Dr. Rodrigo Montoya López

Sustentante: López Prieto Rivaldo Shilavere

Agradecimientos.

Agradezco sinceramente al distinguido cuerpo académico que conforma el Departamento de Ingeniería Química Metalúrgica de la Facultad de Química de la Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM) por su generosa contribución de conocimientos y valiosa experiencia profesional. Durante mi trayecto académico, su dedicación en las aulas, así como su orientación y supervisión en las prácticas de laboratorio, han sido fundamentales para el desarrollo de este trabajo. Además, deseo expresar mi reconocimiento por la disposición a la Mtra. Vianey Torres Mendoza para facilitar las instalaciones, equipo y reactivos necesarios para llevar a cabo la presente investigación.

Expreso mi gratitud especial al Dr. Rodrigo Montoya López, mi respetado tutor, por brindarme la oportunidad de embarcarme en este significativo proyecto. Su profundo dominio del tema y orientación experta fueron cruciales para la elaboración de esta tesis sobre un tema poco explorado. Agradezco sinceramente su confianza en mí y su constante apoyo a lo largo de este proceso.

Además, deseo expresar mi agradecimiento por el respaldo económico otorgado en los semestres 2023-2, 2024-1y 2024-2 a través del programa PAPIIT-IG100623, (con vinculación al Programa de Becas Elisa Acuña). Este respaldo financiero ha sido vital para la realización de este proyecto de investigación. ¡Agradezco sinceramente por esta valiosa ayuda que ha contribuido significativamente a la culminación exitosa de mi tesis!

Índice General:	Pág.
1. Resumen	7
2. Introducción	8
3. Antecedentes teóricos	10
4. Hipótesis	11
5. Objetivos.	11
6. Procedimiento experimental	11
6.1 Experimento 1 (Cuantificación del gas generado durante la disolución de un comprimido efervescente)..	11
6.2 Experimento 2.1 (Cuantificación de H ₂ generado durante la corrosión de Mg).	12
6.3 Experimento 2.2 (Cuantificación de H ₂ generado durante la corrosión de Mg en muestras invertidas.	13
6.4 Experimento 2.3 (Cuantificación de H ₂ generado durante la corrosión de Mg polarizado con presencia de un material metálico más noble).	14
6.5 Experimento 2.4 (Cuantificación de H ₂ generado distinguiendo el H ₂ producido en la superficie del Mg, y de la superficie del Zn (o del SS))	17
6.6 Experimento 3 (Medición de la rapidez de evolución de los frentes alcalinos utilizando electrolitos gelificados)	18
6.7 Experimento 4 (Cuantificación de H ₂ generado durante la corrosión de Mg con modificaciones en el sistema para mejorar la precisión de las mediciones).	21
6.8 Experimento 5 (Medición de la rapidez de evolución de los frentes alcalinos utilizando electrolitos gelificados utilizando análisis de imágenes).	22
7. Resultados	23
8. Discusión de resultados en el contexto de la equivalencia entre el Hidrógeno y los Iones Hidróxido (OH ⁻).	37

9. Conclusiones	40
10. Bibliografía.	42

Resumen.

En la actualidad, el magnesio es uno de los materiales estructurales más abundantes y ligero en nuestro planeta¹, por lo que potencialmente tiene numerosas aplicaciones en diversas áreas de la ingeniería. No obstante, es importante destacar que el magnesio presenta una alta rapidez de corrosión.

En el ámbito de la corrosión acuosa la teoría clásica dice que cuando un metal se polariza anódicamente, la densidad de corriente catódica disminuye mientras que la densidad de corriente anódica aumenta.

Sin embargo, cuando el Mg se polariza anódicamente, no solo se intensifica la reacción de oxidación, sino que también se incrementa la de reducción. Este fenómeno es conocido como el “efecto de la diferencia negativa” (NDE, por sus siglas en inglés) y aunque se conoce desde hace décadas, aún no se puede explicar convincentemente. Así pues, explicar con propiedad la disolución del Mg aún representa un importante reto para la ingeniería de corrosión.

En este trabajo se ha abordado el estudio de la corrosión del magnesio desde una perspectiva nueva que plantea el uso de electrolitos gelificados para, entre otras cosas, reducir la convección producida por la formación de H₂ y así poder estudiar las intermediaciones del electrolito sin perturbaciones mayores.

Asimismo, sabiendo que tanto el NDE como la plena identificación de la reacción catódica siguen siendo un problema abierto para la comunidad científica, se decidió cuantificar la cantidad de iones OH⁻ que se genera durante la corrosión del Mg. Para esto se dopó al electrolito gelificado con un adecuado indicador de pH para llevar a cabo el registro fotográfico de la propagación de los frentes alcalinos generados durante la corrosión del magnesio. Por otra parte, se recurrió a la técnica tradicional del embudo y bureta para la cuantificación del hidrógeno generado cuando el magnesio se disuelve en un electrolito líquido. Al comparar ambos conjuntos de resultados y aplicar un apropiado tratamiento de imágenes, se ha demostrado la existencia de una relación directa entre la cantidad de iones OH⁻ cuantificados en electrolitos gelificados y la cantidad de H₂ producido en electrolitos líquidos durante la corrosión galvánica del Mg. En cuanto a la corrosión generalizada del magnesio, los resultados exhibieron un comportamiento conforme a lo esperado. Los datos cuantitativos obtenidos en los experimentos de generación de gas hidrógeno durante la disolución del magnesio respaldan la presencia del efecto de la diferencia negativa y su conexión con la reacción de reducción del agua.

Introducción.

El magnesio actualmente es uno de los materiales estructurales más abundante en la tierra, es el octavo elemento más abundante en la corteza terrestre y existen, por tanto, amplios recursos para cubrir su uso y el de sus aleaciones en diversos sectores de la ingeniería. Es importante mencionar que es uno de los elementos más livianos con una densidad de $1,7 \text{ g/cm}^3$, que es significativamente menor a la de otros elementos como el aluminio ($2,7 \text{ g/cm}^3$), el titanio ($4,5 \text{ g/cm}^3$) o el hierro ($7,9 \text{ g/cm}^3$), por poner sólo tres ejemplos. Se ha demostrado que las aleaciones de magnesio son capaces de lograr la mayor relación resistencia-densidad de las aleaciones estructurales; sin embargo, su equilibrio de propiedades sigue siendo objeto de una intensa investigación puesto que, por ejemplo, su resistencia a la corrosión es de las más bajas entre los materiales metálicos¹ y se debe a su alta reactividad química, que facilita la formación de productos de corrosión no protectores y porosos en su superficie.

Otras ventajas del magnesio incluyen “la capacidad de amortiguación excepcional, su no toxicidad para el medio ambiente y el cuerpo humano (las aleaciones de Mg se consideran opciones ideales para implantes biodegradables), facilidad de mecanizado mediante fresado y torneado de alta velocidad (por ejemplo, vida útil de un producto de 5 a 10 veces mayor que la del aluminio), y versatilidad (por ejemplo, procesable por laminación, extrusión)”².

Adicionalmente, las aleaciones de Mg tienen una excelente colabilidad, lo que permite la fabricación de formas complejas mediante métodos de alta productividad, como la fundición a alta presión. Dependiendo de la geometría, las piezas de Mg se pueden moldear a presión hasta un 50% más rápido que las mismas piezas de Al. Finalmente, en comparación con los polímeros, las aleaciones de magnesio muestran propiedades mecánicas superiores y una mayor conductividad térmica. Además, el magnesio es 100 % reciclable, lo que no suele ser el caso de los polímeros.³

Por otra parte, la disolución de magnesio en soluciones acuosas va acompañada del desprendimiento de hidrógeno que prevalece sobre la reducción de oxígeno; el potencial de corrosión de magnesio es lo suficientemente negativo como para que el desprendimiento de hidrógeno prevalezca sobre la reacción de reducción de oxígeno en todos los valores del pH. El magnesio y sus aleaciones tienen un potencial de circuito abierto menor a -1.45V en soluciones acuosas cuando se comparan con el electrodo de referencia estándar de hidrógeno (SHE, por sus siglas en inglés).^{4,5}

El llamado “Efecto de Diferencia Negativa (NDE)”, se presenta durante la corrosión del magnesio y consiste en que la tasa de evolución de hidrógeno en realidad aumenta cuando el potencial de polarización se vuelve más anódico: Justo en contra de lo que dice la teoría clásica de la corrosión.⁵

Con el fin de explicar este comportamiento anómalo, algunos investigadores han propuesto diferentes teorías como la presencia de impurezas metálicas en el magnesio⁴, formaciones de hidruro de magnesio⁵, la actividad catalítica mejorada⁶ y la existencia del ion monovalente Mg^+ como una especie de corta vida que puede estar involucrado en el mecanismo de disolución del magnesio⁶. Esta última es una teoría controvertida, ya que

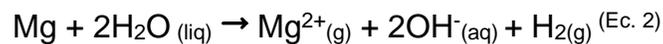
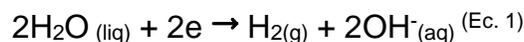
algunos estudios la rechazan y otros aseguran haber demostrado su participación en el mecanismo de corrosión del magnesio. Sin embargo, es importante subrayar que ninguna de estas hipótesis ha sido completamente demostrada.⁶

Como señala Zhang "la tasa de evolución de hidrógeno disminuye a medida que el potencial de polarización o la densidad de corriente se vuelven más positivos en la región anódica"⁷ según la teoría de corrosión clásica.

El NDE en la corrosión del magnesio es un tema ampliamente debatido en la literatura científica. Existen dos escuelas de pensamiento con respecto a la presencia de la reacción de reducción del agua durante la corrosión del magnesio. Algunos autores argumentan a favor de esta reacción, mientras que otros la niegan, y esta divergencia de opiniones está estrechamente relacionada con el estado de oxidación del magnesio, en particular el Mg^{2+} y el Mg^+ .⁸

Los defensores de la formación de Mg^+ como estado de oxidación intermedio durante la corrosión del magnesio señalan que la reacción de reducción del agua no ocurre. Según Boinovich y Vargaftik el magnesio se oxida a Mg^+ en la zona anódica durante el proceso corrosivo⁸. Además, Segal e Isupov propusieron que el Mg^+ es un intermediario clave en la corrosión del magnesio⁹. Por otro lado, Kubota también respalda la formación de Mg^+ durante la corrosión y señalan su participación en la formación de una capa protectora.¹⁰

Sin embargo, existen estudios que sostienen que la reacción de reducción del agua (Ec.1) y la formación de Mg^{2+} (Ec. 2) ocurren simultáneamente durante la corrosión del magnesio, las cuales se muestran a continuación:



Por ejemplo, Matsuda y colaboradores demostraron que el Mg^{2+} es un producto clave de la reacción catódica de reducción del agua durante la corrosión.¹¹

En lo que sí se ponen de acuerdo es en el hecho que la corrosión del magnesio presenta tres características importantes:

- I) La tasa de desprendimiento de hidrógeno aumenta en la polarización anódica (designado como desprendimiento de hidrógeno anódico).
- II) La tasa de disolución de magnesio es mayor que la esperada según la ley de Faraday.
- III) La corrosión de magnesio está débilmente influenciada por películas superficiales.^{12,13}

Por otra parte, la formación de una capa de productos de corrosión en la superficie del metal se considera uno de los mecanismos clave que contribuyen al efecto de la diferencia negativa en la corrosión del magnesio. Según Song y Atrens esta capa protectora de productos de corrosión limita el acceso de los iones corrosivos al sustrato metálico y disminuye la tasa de corrosión.¹⁴ Sin embargo, cuando se aplica una polarización positiva,

se produce una disolución localizada de la capa de óxido en los defectos existentes, lo que aumenta la tasa de corrosión y, por ende, la evolución de hidrógeno.¹⁵

La presencia de impurezas o productos de corrosión en el magnesio también puede desempeñar un papel en el efecto de la diferencia negativa. Según Leiva y Neves, la presencia de impurezas acelera la reacción de evolución de hidrógeno y contribuye al aumento observado en la tasa de corrosión.¹⁶ Estas impurezas pueden actuar como centros de reacción en la superficie metálica y promover la disolución del magnesio.

La comprensión y explicación detallada del efecto de la diferencia negativa en la corrosión del magnesio continúa siendo objeto de investigación. Hasta el momento se han propuesto varios modelos teóricos y se han realizado estudios experimentales para analizar los diferentes factores que pueden influir en este fenómeno.¹⁷

Antecedentes teóricos del NDE en la corrosión del magnesio.

La corrosión del magnesio es un fenómeno ampliamente estudiado debido a su importancia en diversas aplicaciones industriales y tecnológicas. En la teoría de corrosión clásica, se espera que "la tasa de evolución de hidrógeno disminuya a medida que el potencial de polarización o la densidad de corriente se vuelven más positivos en la región anódica"¹⁴. Sin embargo, se ha observado un fenómeno contradictorio conocido como el NDE en la corrosión del magnesio, el cual ya ha sido descrito brevemente en secciones anteriores.

Varios factores pueden contribuir al NDE en la corrosión del magnesio. Uno de los principales mecanismos propuestos es la formación de una capa de óxido de magnesio (MgO) en la superficie del metal. Según Song y Atrens, esta capa protectora puede disminuir la tasa de corrosión al limitar el acceso de los iones corrosivos al sustrato metálico.¹⁶

Además, se ha propuesto que la presencia de impurezas en el magnesio puede influir en el NDE. Según Leiva y Neves, la presencia de iones de hierro (Fe^{2+}) en el metal puede acelerar la reacción de evolución de hidrógeno y contribuir al aumento observado en la tasa de corrosión. Estas impurezas pueden actuar como centros de reacción en la superficie metálica y promover la disolución del magnesio.⁷

La comprensión y explicación detallada del NDE en la corrosión del magnesio sigue siendo objeto de investigación. Se han propuesto varios modelos teóricos y se han realizado estudios experimentales para analizar los diferentes factores que pueden influir en este fenómeno. La caracterización electroquímica, el análisis de superficies y técnicas avanzadas de microscopía se han utilizado para investigar la formación y la disolución de la capa de óxido de magnesio, así como la influencia de las impurezas y las condiciones de polarización en la evolución del hidrógeno.¹⁷

En resumen, el NDE en la corrosión del magnesio desafía los principios establecidos por la teoría de corrosión clásica al mostrar "un aumento en la tasa de evolución de hidrógeno cuando el potencial de polarización o la densidad de corriente se vuelven más positivos en la región anódica"¹⁸. Los mecanismos subyacentes involucran la formación y disolución de la capa de óxido de magnesio, así como la presencia de impurezas en el metal. La investigación continua en este campo permitirá una comprensión más profunda de este

fenómeno, lo que tendrá repercusiones importantes en la protección contra la corrosión del magnesio en diversas aplicaciones.

Hipótesis:

Al determinar cuantitativamente la evolución del pH y la generación del gas hidrógeno, durante la disolución del Mg, se tendrán elementos contundentes para sugerir la reacción de reducción que se encuentra directamente involucrada con el anómalo efecto de la diferencia negativa (NDE).

Objetivos:

- Disminuir la convección generada por la evolución de H_2 , durante la disolución del Mg, para determinar cuantitativamente la evolución del pH.
- Determinar cuantitativamente la evolución de H_2 , durante la disolución del Mg, para relacionarla con la evolución del pH y verificar así la reacción catódica.

Procedimiento experimental.

Experimento 1: Cuantificación del gas generado durante la disolución de un comprimido efervescente.

Con el fin de diseñar un sistema para determinar la cantidad de hidrógeno que se produce durante la disolución anódica del magnesio, primero se construyó un sistema en el que se pudiera cuantificar el gas liberado durante la disolución de un comprimido efervescente comercial (Alka-Seltzer[®]) simulando el hidrógeno que se produciría durante la disolución del magnesio.

El sistema consistió en un vaso de precipitados de 1000 ml, un embudo Pyrex de 750 ml y una jeringa de 10 ml (con una graduación mínima de 0.025 ml por cada unidad de mililitro) ensamblados como se muestra en la Figura 1. Para verificar el correcto funcionamiento del sistema, se llevaron a cabo diferentes pruebas preliminares para garantizar que no hubiese fugas de gas dentro del sistema y poder así cuantificar de manera correcta el gas producido durante el proceso de disolución del comprimido efervescente.

La calibración del sistema tenía que tomar en cuenta aspectos clave y esenciales para verificar el correcto funcionamiento de éste y poder obtener así una buena eficacia.

Dichos aspectos en el diseño del sistema fueron los siguientes:

- Unión entre el embudo y la jeringa: consta de un tapón de hule (el incluido en la propia de jeringa) al cual se le hizo un orificio, cuidando que éste tuviera un menor diámetro (sólo ligeramente) que la boquilla y el cuello del embudo. El hule se colocó al revés, en comparación con su disposición habitual, aplicando presión entre el cuello-boquilla del embudo y la jeringa. Esto se hizo con el fin de sellar el sistema y evitar pérdidas de gas durante el experimento.
- Dentro del sistema jeringa-embudo se asegura que no haya ninguna burbuja de aire. En caso contrario, golpear e inclinar el sistema para sacarlas del sistema.

- Con la tapa y la aguja de la jeringa, se regula la presión dentro del sistema con el fin de permitir el paso del gas sin que éste se fugue y así poder cuantificarlo con la graduación de la jeringa.
- Tener el valor de la masa original de cada muestra de comprimido efervescente antes de disolverlo en agua.

La elección de material farmacéutico para medir el gas producido puede ser una alternativa viable y práctica en situaciones donde el acceso a equipos de laboratorio especializados es limitado o donde se busca una solución más económica. Las jeringas son ampliamente utilizadas en entornos médicos y farmacéuticos para administrar medicamentos o extraer líquidos, su disponibilidad es generalmente alta y su graduación es muy confiable por tratarse de material para suministro de sustancias en seres humanos.

Antes de utilizar una jeringa en la medición del gas generado, se debe asegurar que ésta esté limpia y libre de contaminantes que puedan afectar los resultados del experimento. La jeringa se acopló al sistema para permitir la cuantificación del gas liberado durante la disolución del comprimido efervescente. Posteriormente, como se muestra en las siguientes secciones, este sistema serviría para la cuantificación del gas H_2 generado durante la disolución del Mg.

Se realizaron pruebas preliminares para evaluar la exactitud y la reproducibilidad de las mediciones utilizando jeringas. Además, fue fundamental seguir buenas prácticas experimentales, como calibrar las jeringas con volúmenes conocidos y realizar múltiples repeticiones del experimento para obtener datos confiables y reducir el error experimental.

Por último, es importante mencionar que para esta primera etapa se utilizó agua destilada como electrolito y comprimidos efervescentes de diferentes pesos.



Figura 1: Imágenes del montaje del sistema para la recolección del gas producido por el comprimido efervescente.

Experimento 2.1: Cuantificación de H_2 generado durante la corrosión de Mg.

Después de haber diseñado, montado y controlado el sistema de cuantificación de gas, pasamos a realizar mediciones con Mg puro en un electrolito de 0.06M de NaCl, a potencial de circuito abierto.

Composición química del Mg utilizado:

	Al	Cu	Fe	Mn	Si	Zn	Mg
Mg puro	0.025	0.01	0.006	0.71	0.014	0.051	99.184

Una muestra de Mg se desbastó con una lija de granulometría fina de 1000-1200 cuidando el grosor de la pieza, después se aislaron la cara posterior y sus cuatro lados con ayuda de barniz y silicona industrial para asegurar que no tuvieran contacto con el electrolito (solo la cara lijada).

La muestra se colocó sobre una base de baquelita con la finalidad de ubicarla aproximadamente al centro del sistema (embudo-jeringa) y que el gas generado fluyera sin que se presentaran fugas o que el hidrógeno permaneciera atrapado en las paredes del embudo (Fig. 2).

De esta forma se obtuvieron los datos del volumen vs tiempo, de hidrógeno producido, durante la corrosión (a circuito abierto) de una superficie bien controlada de magnesio: es importante mencionar que para los experimentos 2.1, 2.2, 2.3 y 2.4 las dimensiones de la cara expuesta (al electrolito) de la muestra de magnesio fueron 1cm de largo por 0.4cm de ancho, dando un área de 0.4cm².

Es importante mencionar que este experimento se realizó por duplicado.

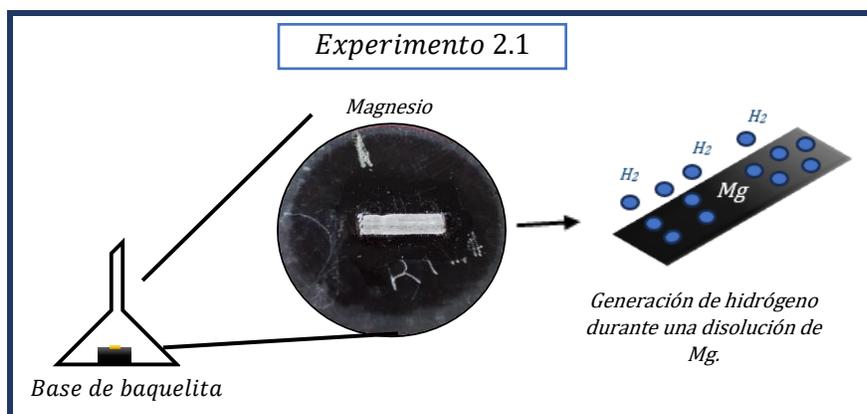


Figura 2: Imágenes del montaje del sistema para la recolección de hidrógeno generado durante la disolución de magnesio, en donde la placa de magnesio es recubierta por capas de barniz y silicona para solo exponer un área controlada al electrolito.

Experimento 2.2: Cuantificación de H₂ generado durante la corrosión de Mg en muestras invertidas.

En este caso, se modificó el sistema embudo-jeringa añadiendo un dispositivo que permitió colocar la muestra de magnesio con la superficie de exposición hacia abajo, es decir, volteada hacia el fondo de vaso de precipitado, con la finalidad de prevenir el depósito de productos de corrosión sobre la superficie de Mg. Así pues, cuando se generó un poco de Mg(OH)₂ buena parte de éste cayó al fondo del recipiente por gravedad y el hidrógeno producido subió hasta el sistema de recolección como se muestra en las Figuras 3 y 4.

Se realizaron mediciones parciales del volumen de hidrógeno producido a distintos intervalos de tiempo. Es importante mencionar que la concentración del electrolito se

mantuvo como 0.06M de NaCl, y que se continuó trabajando a circuito abierto, realizando mediciones por duplicado.

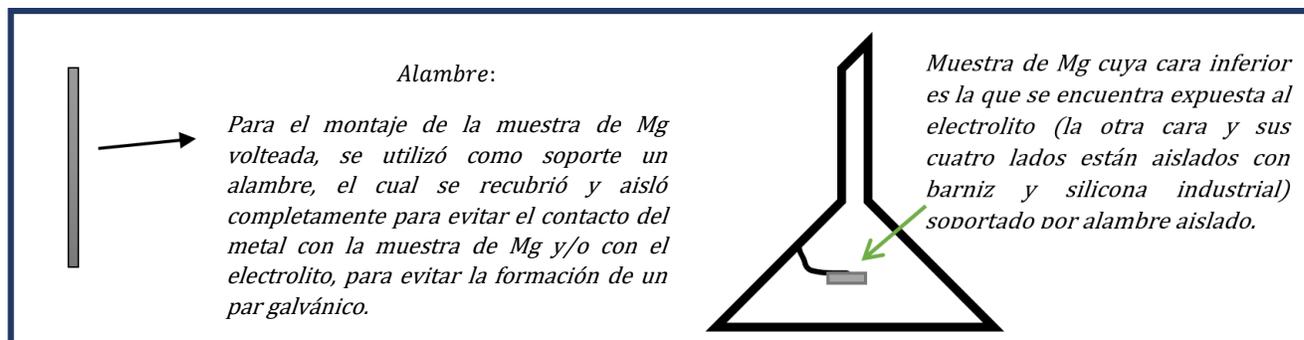


Figura 3: Esquema con detalles relevantes en el montaje de la muestra del experimento 2.2.

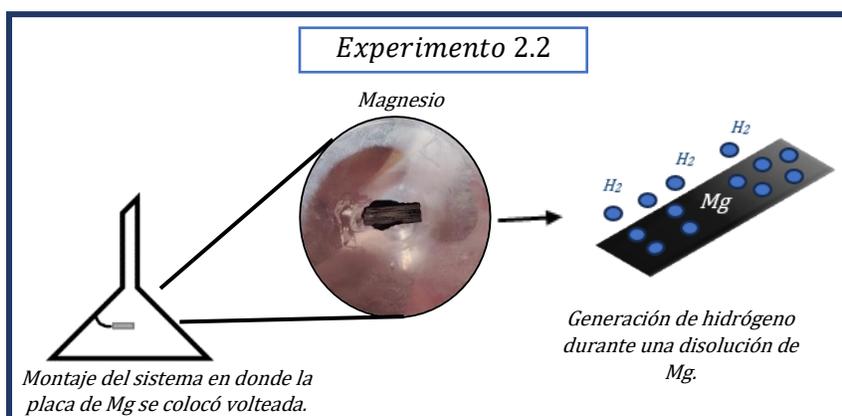


Figura 4: Imágenes del montaje del sistema para la recolección de hidrógeno generado durante la disolución de magnesio, en donde la placa de magnesio se encuentra con la cara lijada boca abajo y el resto de las caras recubiertas con capas de barniz y silicona.

Experimento 2.3: Cuantificación de H₂ generado durante la corrosión de Mg polarizado con presencia de un material metálico más noble.

En este caso se trabajó nuevamente con el sistema embudo-jeringa, con un electrolito 0.06M de NaCl, pero polarizando la muestra de magnesio al unirla a un material metálico más noble. Para ello se utilizaron placas de acero inoxidable (SS) y de zinc, con el objetivo de formar un par galvánico con la muestra de magnesio.

Las placas de los nuevos materiales se unieron a una muestra de magnesio utilizando cinta conductora de cobre de doble cara. Lo anterior, aseguró el contacto eléctrico entre ambos materiales y por lo tanto una continuidad eléctrica (ver Figura 5).

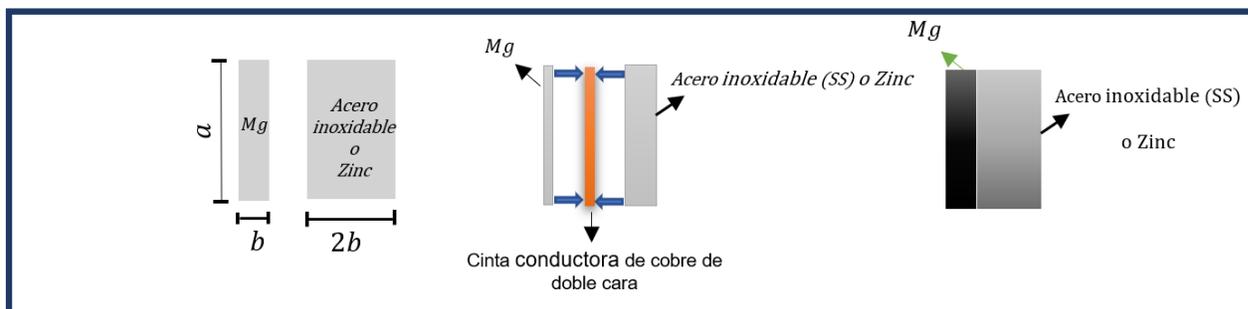


Figura 5: Esquema con detalles relevantes y medidas en el montaje de las muestras del experimento 2.3.

Una vez tomado en cuenta lo anterior se realizaron los siguientes experimentos para cada par galvánico.

Experimento 2.3 a: Una cara de la muestra de magnesio se desbastó con una lija de granulometría fina de 1000-1200 cuidando el grosor de la pieza, después se pegó a la muestra de acero inoxidable (SS) y/o zinc (desbastada como la muestra de magnesio) por medio de cinta conductora de cobre. Posteriormente, se aislaron las orillas y caras restantes de las muestras con ayuda de barniz y silicona industrial para asegurar que no tuvieran contacto con el electrolito (solo la cara lijada). Los pares galvánicos (SS-magnesio y zinc-magnesio) se colocaron sobre una base de baquelita con la finalidad de ubicarlo aproximadamente en el centro del sistema (embudo-jeringa) y de que el hidrógeno generado fluyera sin presentar fugas y sin quedar atrapado en las paredes del embudo (Figura 7).

Las mediciones con hidrógeno se tomaron a diferentes intervalos de tiempo, durante la corrosión de una superficie bien controlada de magnesio polarizada anódicamente por la presencia del SS o del zinc.

Es importante mencionar que este experimento se llevó a cabo para ambos pares galvánicos (SS-magnesio y zinc-magnesio).

Experimento 2.3 b: Al igual que en el experimento 2.2, se modificó el sistema embudo-jeringa añadiendo un dispositivo que permitió colocar las muestras de los pares galvánicos cara abajo (como en el experimento 2.2) con el objetivo de prevenir el depósito de productos de corrosión sobre la superficie de magnesio (ver Figura 8). Así pues, cuando se generó un poco de $Mg(OH)_2$ buena parte de éste cayó al fondo del recipiente por gravedad y el hidrógeno producido subió hasta el sistema de recolección como se muestra en la Figura 6. El electrolito nuevamente fue 0.06M de NaCl en ambos pares galvánicos (SS-magnesio y zinc-magnesio).

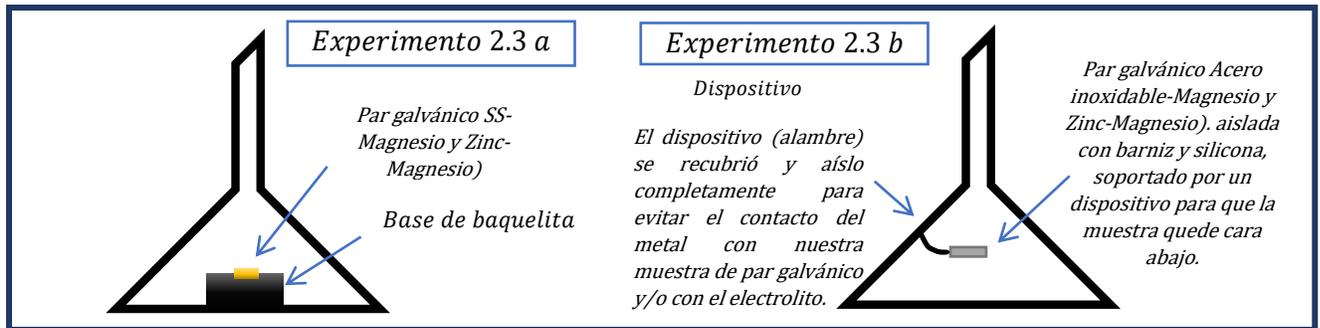


Figura 6: Esquema con detalles relevantes en el montaje del sistema de los experimentos 2.3 a y 2.3 b.

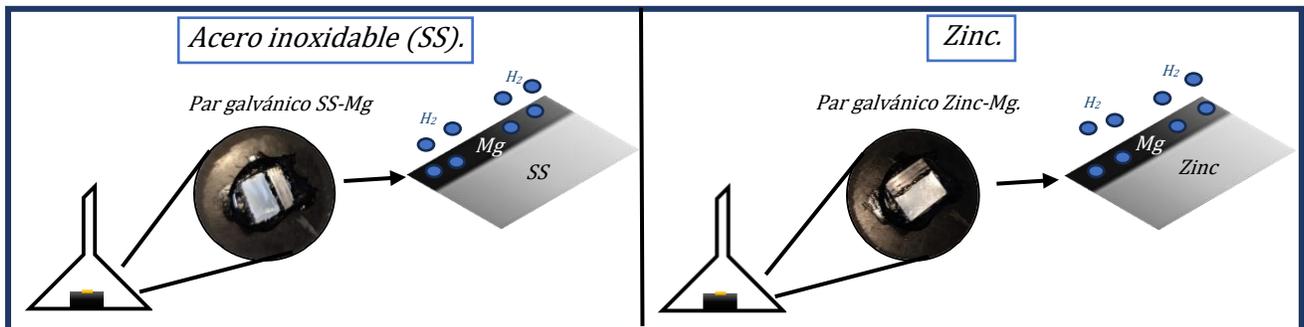


Figura 7: Imágenes del montaje del sistema para la recolección de hidrógeno generado durante la disolución de magnesio del experimento 2.3 a de los pares galvánicos SS-magnesio (2.3.2 a) y zinc-magnesio (2.3.1 a).

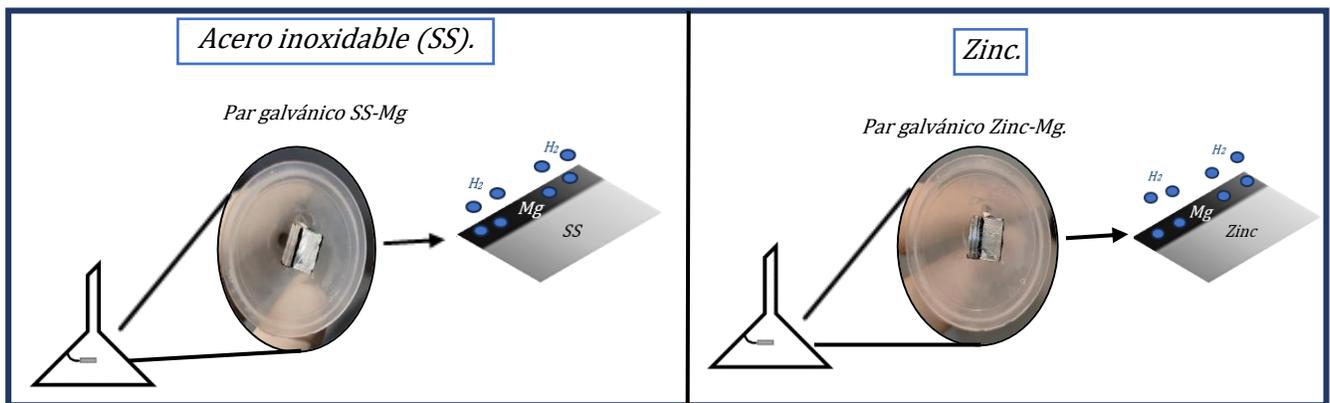


Figura 8: Imágenes del montaje del sistema para la recolección de hidrógeno generado durante la disolución de magnesio del experimento 2.3 b de los pares galvánicos SS-Mg (2.3.2 b) y Zn-Mg (2.3.1 b).

Experimento 2.4. Cuantificación de H₂ generado distinguiendo el H₂ producido en la superficie del Mg, y de la superficie del Zn (o del SS).

Los pares galvánicos SS-Mg y Zn-Mg fueron preparados siguiendo el mismo procedimiento que se describió en el experimento 2.3. Sin embargo, se implementó una modificación al incluir una barrera física con el propósito de separar los pares galvánicos. Este ajuste tenía como objetivo diferenciar la producción de hidrógeno en la superficie del magnesio, diferenciándola claramente de la generación de hidrógeno en la superficie del zinc (o del acero inoxidable).

Se trabajó con el sistema embudo-jeringa, con la misma concentración de electrolito de 0.06M de NaCl, y con el par galvánico SS-magnesio (2.4.2) y el par galvánico zinc-magnesio (2.4.1).

Experimento 2.4 a.

Los pares galvánicos SS-Mg y Zn-Mg se prepararon como en el experimento 2.3 a, estos se colocaron sobre un objeto de baquelita con la finalidad de ubicarlo aproximadamente en el centro del sistema (embudo-jeringa) al cual se le añadió una división para separar los pares galvánicos, con el objetivo de diferenciar el hidrógeno producido sobre la superficie del magnesio del producido sobre la superficie del zinc (o del acero inoxidable), esta barrera se colocó a 3mm de la superficie del par galvánico (ver Figura 10).

Experimento 2.4 b.

Al igual que en el experimento 2.3 b, el sistema embudo-jeringa se modificó añadiendo un dispositivo que permitió colocar las muestras (SS-Mg y Zn-Mg) de los pares galvánicos cara abajo - con el objetivo de prevenir el depósito de productos de corrosión sobre la superficie de magnesio y promover que buena parte de éstos cayeran al fondo del recipiente por la fuerza de la gravedad y el hidrógeno producido subiera hasta el sistema de recolección (ver Figura 9) -. No obstante, en esta ocasión se le añadió una división superior y una división inferior con una separación entre la muestra y la división de 3mm, la cual nos ayudó a diferenciar el hidrógeno producido sobre la superficie del zinc (o del acero inoxidable) del producido sobre la superficie del magnesio (Figura 11).

El electrolito utilizado fue nuevamente 0.06M de NaCl.

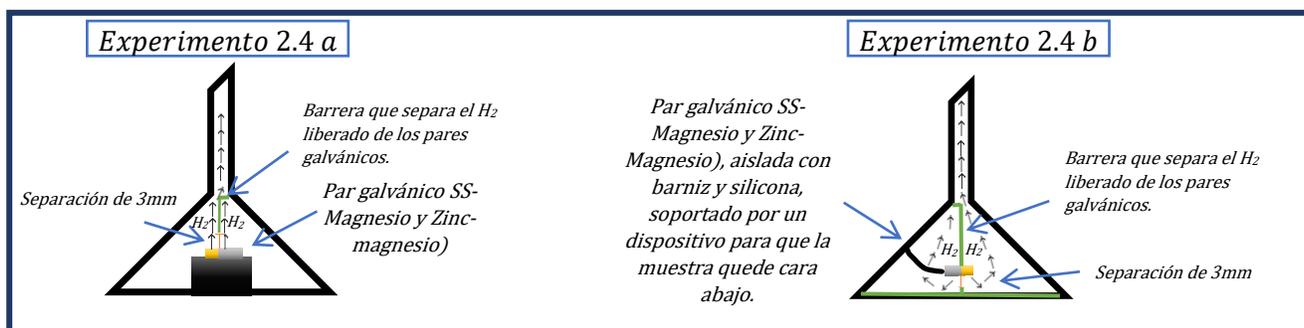


Figura 9: Esquema con detalles relevantes en el montaje de la muestra del experimento 2.4 a y 2.4 b.

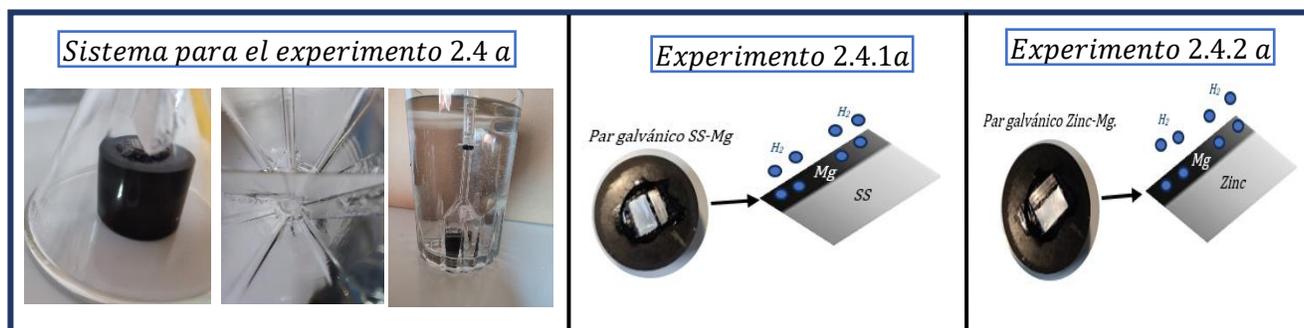


Figura 10: Imágenes del montaje del sistema para la recolección de hidrógeno generado durante la disolución de magnesio del experimento 2.4.1 (par galvánico SS-magnesio) y 2.4.2 (par galvánico zinc-magnesio).

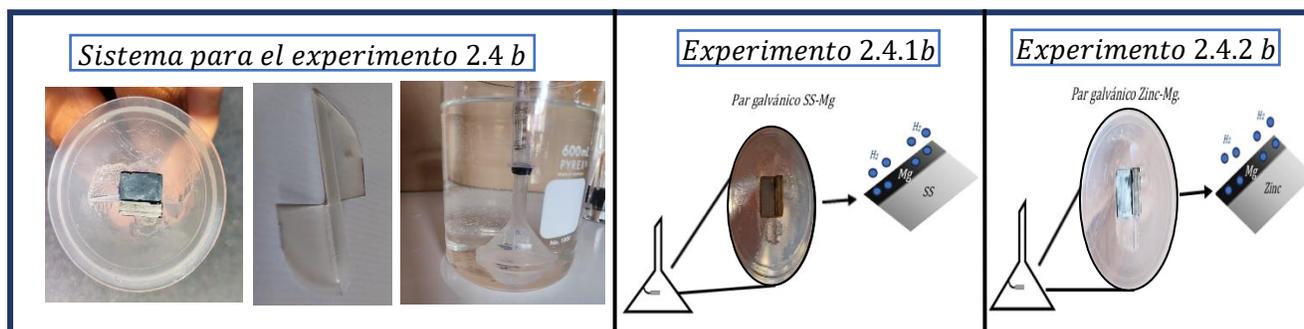


Figura 11: Imágenes del montaje del sistema para la recolección de hidrógeno generado durante la disolución de magnesio del experimento 2.4 a y 2.4 b de los pares galvánicos SS-magnesio y zinc-magnesio.

Experimento 3: Medición de la rapidez de evolución de los frentes alcalino utilizando electrolitos gelificados.

Preparación del electrolito.

En el experimento 3, llevado a cabo en conjunto con el laboratorio de corrosión UNITA-UNAM ubicado en el estado de Nuevo León, se utilizó un electrolito gelificado principalmente por dos razones. La primera de ellas fue la disminución de la convección generada por la evolución de hidrógeno y la segunda de ellas fue el poder seguir la evolución de frentes alcalinos al utilizar un indicador de pH. La preparación de este electrolito se realizó de la siguiente manera:

1. Se preparó una solución de cloruro de sodio (NaCl) con una concentración 0.06 M.
2. En la solución de cloruro de sodio, se añadió un 1.5% en peso (p/v) de agar en polvo de la marca PanReac AppliChem®. El agar es un agente gelificante comúnmente utilizado en medios de cultivo.
3. Además, se agregó un 1.125% en volumen (v/v) del indicador de pH fenolftaleína a la solución.
4. Durante la preparación, se mantuvo una agitación constante de 300 revoluciones por minuto (rpm) para asegurar una distribución homogénea de los componentes en la solución.

5. El pH de la solución se ajustó a 7 utilizando hidróxido de sodio (NaOH) para alcanzar el valor deseado.
6. Una vez que la solución presentó una consistencia homogénea, se aumentó la temperatura gradualmente hasta llegar a su punto de ebullición, que fue aproximadamente 90°C.
7. Luego, la temperatura se redujo a 40°C y la solución fue vaciada en un recipiente con un volumen conocido para permitir su enfriamiento y solidificación subsiguiente.

El uso de electrolito gelificado e indicador de pH fenolftaleína es una técnica implementada en nuestro laboratorio para llevar a cabo experimentos de seguimiento visual de reacciones químicas.^{6,19} La fenolftaleína es un indicador ácido-base que cambia de color en presencia de OH⁻, pasando de incoloro a rosa. El gel proporciona un medio en el cual el indicador puede fijarse y reaccionar con los productos generados por la disolución del magnesio.

Preparación de la muestra de magnesio.

Para la experimentación, se utilizó una muestra rectangular de magnesio puro (99.9%) con un área de 4 x 10 mm². La superficie de la muestra fue pulida utilizando lijas de diferentes tamaños de grano, incluyendo 180, 220, 400, 800 y 1500. El objetivo de este proceso de pulido era obtener una superficie homogénea y libre de imperfecciones.

Una vez que se logró la homogeneización de la superficie de la muestra, se procedió a limpiarla utilizando acetona. La acetona se utilizó para eliminar cualquier grasa o residuos presentes en la superficie de la muestra, asegurando así una superficie limpia y libre de contaminantes antes de llevar a cabo el experimento. Se ha documentado previamente este procedimiento en investigaciones anteriores ^{6,19}.

Procedimiento:

La medición de la propagación del ion OH⁻ (o frente alcalino) se llevó a cabo en el electrolito gelificado. La detección de la propagación del frente alcalino se realizó macroscópicamente mediante la observación del cambio de color del electrolito, el cual adquirió un tono rosa debido al viraje de la fenolftaleína al detectar un pH mayor a 10.02.

Para realizar un seguimiento adecuado del avance del frente alcalino, se colocó una muestra de electrolito de 3 mm de espesor sobre la superficie del magnesio, cubriendo toda el área de la muestra. Justo en frente de la muestra se instaló una cámara digital Jiusion® Microscopio Digital 40-1000X, programada para tomar fotografías cada 4 segundos.

Posteriormente, las imágenes capturadas fueron analizadas utilizando el software de video análisis Tracker 5.0. Para este análisis, se seleccionaron dos puntos representativos, denominados X1 y X2, a lo ancho del electrolito (como se muestra en la Figura 12). Estos puntos fueron promediados y los datos obtenidos se graficaron, como se detallará en la sección de resultados del estudio.

Para registrar los datos experimentales, se tomaron fotografías del gel con el indicador de pH en intervalos regulares, cada 20 segundos en este caso, por un tiempo total de 20 minutos. Estas imágenes (Figura 13) fueron posteriormente analizadas utilizando el programa (Tracker 5.0) que permite realizar mediciones precisas de distancias y tiempos en las imágenes.

A partir de las mediciones realizadas en las imágenes, se obtuvo una serie de puntos que representan la evolución de los frentes alcalinos revelados por el indicador fenolftaleína en función del tiempo transcurrido. Estos datos se utilizaron para generar un gráfico de distancia versus tiempo.

Como se mencionó anteriormente, la utilización del electrolito gelificado permitió disminuir la convección producida por la generación del gas H_2 y así poder hacer un seguimiento de la evolución de frentes de pH.

Es importante destacar que cada experimento se repitió cinco ocasiones para observar la reproducibilidad de los resultados y una mayor confiabilidad en la interpretación de los mismos.

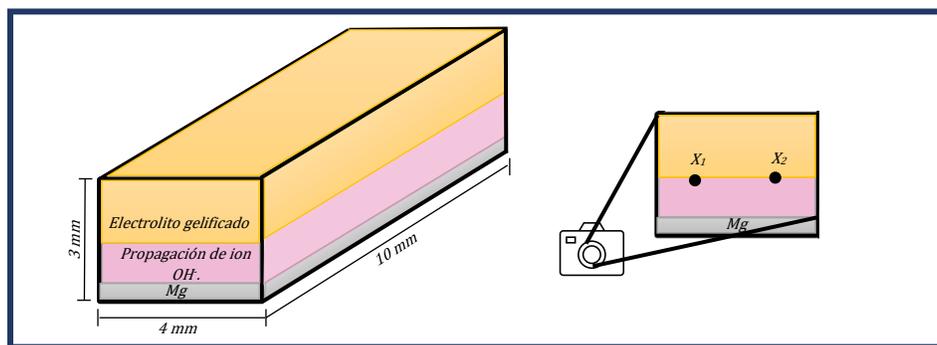


Figura 12: Sistema de detección de frentes alcalinos con puntos clave para la medición de la propagación de frentes alcalinos.

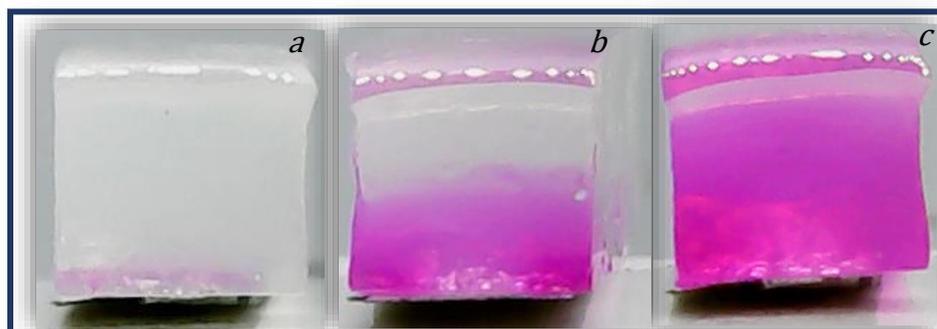


Figura 13: Imágenes del experimento para la medición de OH^- en una disolución de Magnesio en electrolito gelificado tomadas a diferentes intervalos de tiempo.

La Figura 12 muestra una representación del sistema de detección de frentes alcalinos. En la imagen, se visualiza el electrolito gelificado en color rosa, indicando la presencia del frente alcalino. Esta representación incluye la muestra de magnesio y el electrolito gelificado sobre su superficie, así como la ubicación de la cámara digital utilizada para tomar las fotografías.

Experimento 5: Medición de la rapidez de evolución de los frentes alcalino utilizando electrolitos gelificados utilizando análisis de imágenes.

Para llevar a cabo la medición de la propagación del ion OH^- en el electrolito gelificado de 0.06M de NaCl en los experimentos 5.1 y 5.2, se siguió el procedimiento descrito anteriormente en el experimento 3. La detección de la propagación del frente alcalino se realizó a nivel macroscópico, observando el cambio de color en el electrolito, el cual adquirió un tono rosa debido al cambio de pH y la activación de la fenolftaleína.

Experimento 5.1: En este experimento se empleó una muestra de magnesio puro con un nivel de pureza del 99.9%, con un área de $4 \times 10 \text{ mm}^2$. Para preparar la superficie de la muestra, se realizó un proceso de pulido utilizando lijas de diversos tamaños de grano, que incluyeron granos 180, 220, 400, 800 y 1500. El propósito principal de este proceso fue lograr una superficie uniforme y libre de imperfecciones.

Experimento 5.2: En este experimento, se realizó la polarización de la muestra de magnesio al conectarla a una placa de acero inoxidable (SS) con el doble de su área. El objetivo fue establecer un par galvánico con la muestra de magnesio. Para lograr esta conexión, se empleó cinta conductora de cobre de doble cara con el fin de unir adecuadamente las placas de los materiales a la muestra de magnesio.

Con el fin de efectuar un seguimiento adecuado del avance del frente alcalino, se colocó el electrolito gelificado de 3 mm de espesor sobre la superficie del magnesio (o par galvánico Mg-SS), cubriendo toda el área de la muestra. Se colocó una cámara digital Jiusion® Microscopio Digital 40-1000X justo en frente de la muestra y se programó para capturar fotografías cada 20 segundos.

Posteriormente, las imágenes capturadas se sometieron a un análisis mediante el software de análisis de video Tracker 5.0. En este proceso, se seleccionaron dos puntos significativos, identificados como X_1 y X_2 , a lo ancho del electrolito, conforme se indica en la Figura 12. Estos puntos se promediaron, y los datos resultantes se presentaron gráficamente, como se describirá en profundidad en la sección de resultados de este estudio.

Adicionalmente, se optó por utilizar el software ImageJ para realizar un análisis de imagen más minucioso. Este enfoque permitió determinar el pH en un tiempo específico en el gel, posibilitando una medición más precisa. De esta forma, se logró obtener un registro fotográfico detallado del pH en la propagación de los frentes alcalinos generados durante el proceso de corrosión del magnesio.

Durante el proceso de tratamiento de imágenes utilizando el software ImageJ, se llevó a cabo la descomposición de la imagen original en sus tres colores primarios: rojo, azul y verde. Este procedimiento tuvo como objetivo obtener el código numérico correspondiente de cada imagen generada. Una vez obtenidos dichos códigos, se calculó la distancia euclidiana contra un blanco de referencia.²⁰ Las distancias euclidianas se utilizaron como una señal analítica para construir las curvas de calibración.

Posteriormente, dicho código se reintegró en el software ImageJ, y se ajustó la gama de colores de la imagen para generar una barra que reflejara el valor numérico asociado a cada color, permitiendo así establecer la correspondencia con los niveles de pH.

La creación de la barra de pH involucró la recopilación de datos (fotografías), correspondientes a la calibración de pH asociadas a cada valor de color (RGB). Para llevar a cabo esta calibración, se preparó un electrolito gelificado con indicador de fenolftaleína. En dicho electrolito, se varió el pH añadiendo 0.03 ml de una solución de NaOH al 30% w/v con un pH de 13, como se ilustra en la Figura 15.

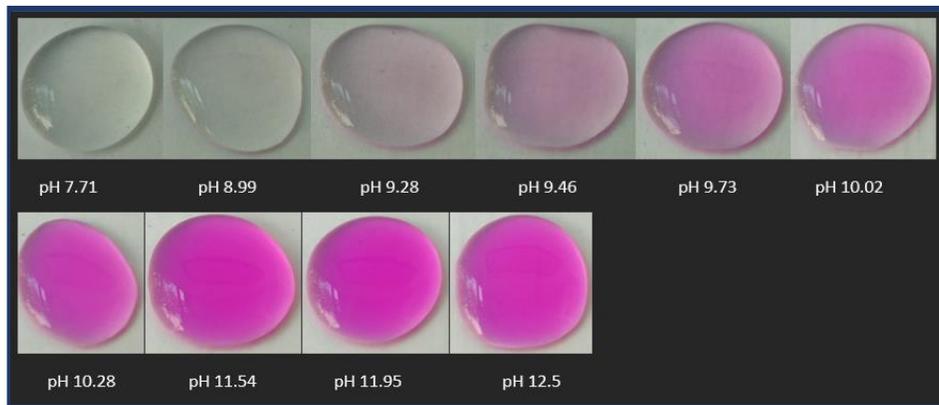


Figura 15: Recopilación de imágenes a diferentes pH para la calibración del software ImageJ.

Para determinar las áreas correspondientes a cada color en el espacio de color RGB, se llevó a cabo una calibración de la imagen original en el software ImageJ. Dicha calibración resultó fundamental para definir con precisión los límites de las áreas de interés, lo que a su vez posibilitó la realización de cálculos más exactos y la obtención de una estimación más precisa de la cantidad de moles de iones hidroxilo (OH^-). Este enfoque también tuvo en cuenta las variaciones en el pH, contribuyendo así a una mayor exactitud en los resultados.

Resultados

En relación a los resultados obtenidos con las muestras de comprimido efervescente de diferentes tamaños (Experimento 1), las Figuras 16, 17 y 18 muestran la generación de gas para diferentes tamaños de muestra.

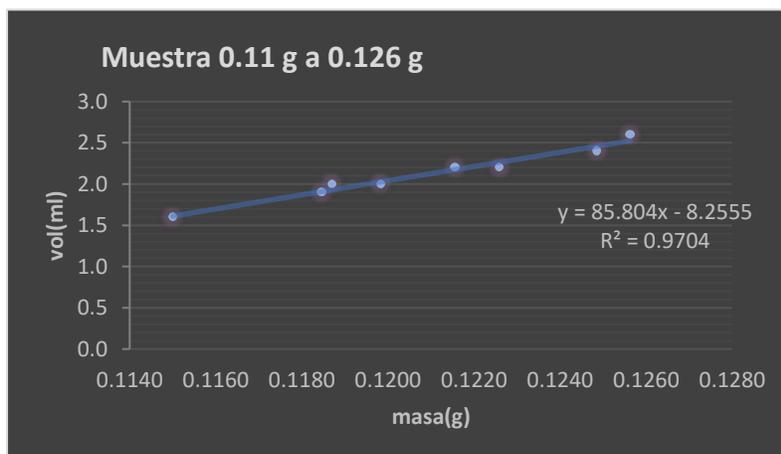


Figura 16: Volumen obtenido de gas producido por comprimido efervescente de muestras entre 0.11 g y 0.126 g.

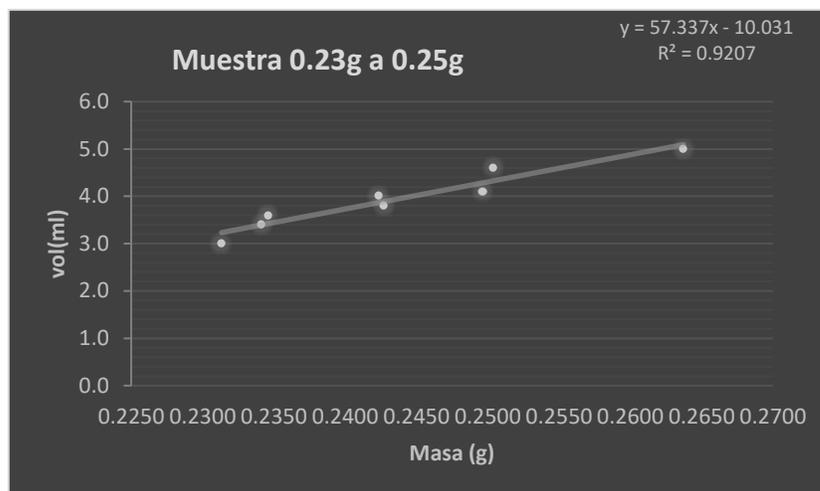


Figura 17: Volumen de gas producido por comprimido efervescente de muestras entre 0.23 g y 0.25 g.

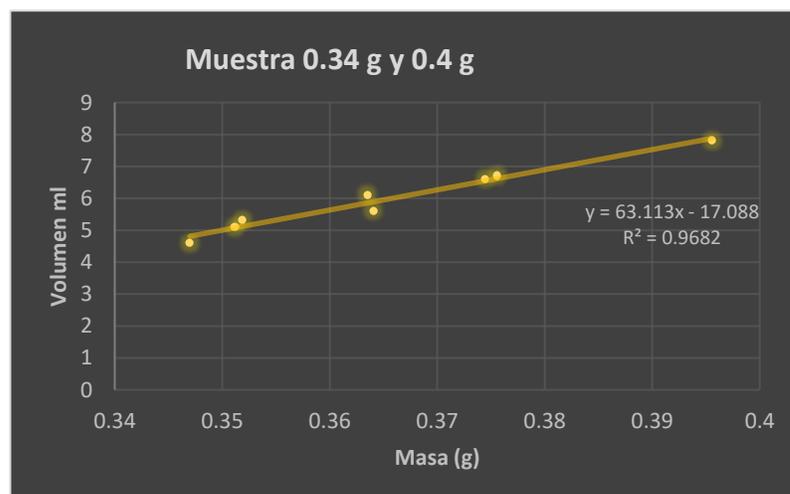


Figura 18: Volumen de gas producido por comprimido efervescente de muestras entre 0.34 g y 0.4 g.

Como se observa en las figuras anteriores, existe una adecuada correlación lineal volumen vs peso. Los valores de coeficientes de determinación en todos los casos fueron superiores a 0.92. Esta afirmación era esperada por la elección de un producto farmacéutico que asegura la consistencia en la composición de este. Esta uniformidad se traduce en una relación lineal claramente definida entre la masa disuelta y el volumen de gas generado durante el proceso. La elección de este producto específico ha permitido establecer un ajuste lineal altamente preciso, especialmente en el rango de masa que abarca desde 0.1 hasta 0.4 gramos. Este ajuste lineal excepcional en dicho intervalo de masa sugiere fuertemente que el sistema de medición propuesto se presenta como una herramienta cuantitativa confiable y precisa para la determinación del gas producido por el comprimido efervescente. La consistencia en la relación masa-volumen observada respalda la validez y la aplicabilidad de este sistema, brindando así una metodología robusta para cuantificar el proceso de generación de hidrógeno.

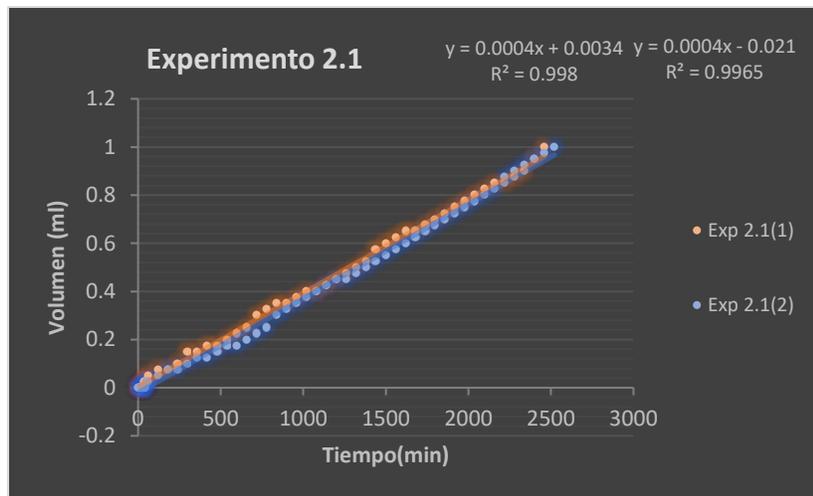


Figura 19: Volumen de hidrógeno generado durante la disolución de una muestra de Mg expuesta sobre una base de baquelita.

Por otra parte, en la Figura 19 se presentan los resultados del volumen de hidrógeno generado cuando una muestra de magnesio es montada sobre baquelita (Experimento 2.1) y sumergida en una solución 0.06M de NaCl. En dicha figura se observa que luego de 2500 minutos se acumula 1 ml de H_2 cuando una superficie de Mg de 0.4 cm^2 es expuesta al electrolito correspondiente.

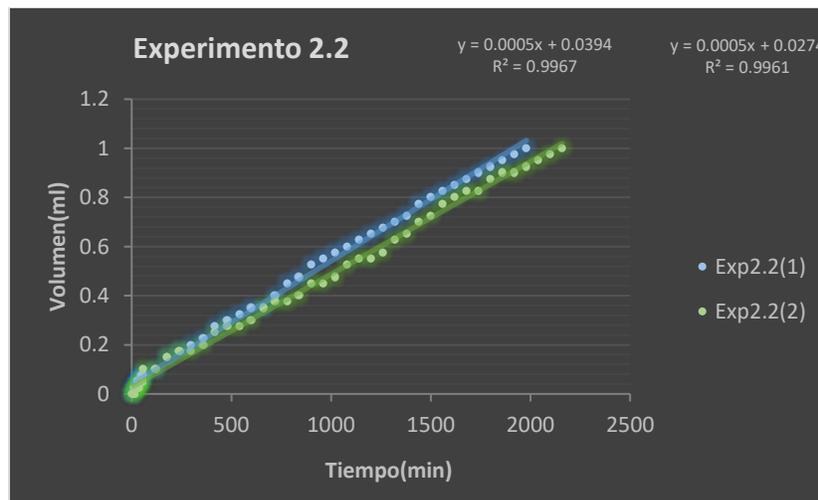


Figura 20: Volumen de hidrógeno generado durante la disolución de Mg, en donde la placa de magnesio se encuentra con la cara lijada boca abajo y el resto de las caras recubiertas con capas de barniz y silicona.

En el caso de la Figura 20, se muestra el volumen de hidrógeno producido durante la disolución de magnesio en diferentes tiempos, la muestra de Mg de 0.4 cm^2 en una solución 0.06M de NaCl, se encuentra sobre un dispositivo que nos permite colocarla cara abajo (Experimento 2.2). Se logró cuantificar 1 ml de hidrógeno en aproximadamente 2000 min: casi 500 minutos menos que en lo reportado en la Figura 19. Esto proporciona una buena idea de lo mucho que los productos de corrosión pueden ralentizar la corrosión en el Mg.



Figura 21: Comparación de la producción de hidrógeno en los experimentos 2.1 (cuantificación de H₂ generado durante la corrosión de Mg) y 2.2 (cuantificación de H₂ generado durante la corrosión de Mg en muestras invertidas).

Se puede observar en la Figura 21 que el experimento 2.1 obtuvo una producción de hidrógeno menor en comparación al experimento 2.2, esto se debe a que en el experimento 2.2 se logró evitar que los productos de corrosión se depositaran en la superficie del magnesio pues cayeron al fondo del vaso de precipitados.

Por el contrario, en el experimento 2.1 se formó una capa de productos de corrosión (cuando una superficie de Mg de 0.4 cm² es expuesta a una solución 0.06M de NaCl) la cual retrasó la liberación de hidrógeno: así pues, a las 33 horas o 1980 minutos se logró cuantificar 1ml de hidrógeno en el experimento 2.2, mientras que en el experimento 2.1 se logró cuantificar la misma cantidad de hidrógeno en 41 horas o 2460 minutos.

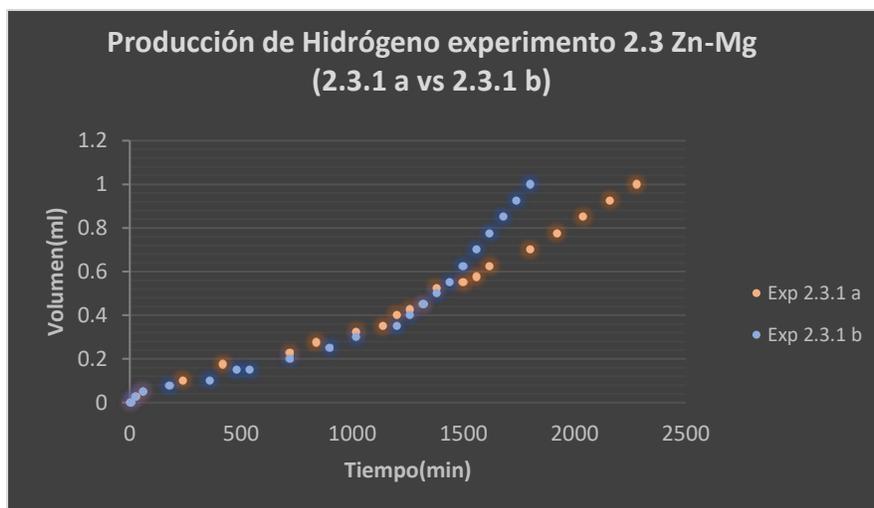


Figura 22: Comparación de la producción de hidrógeno del experimento 2.3 Zn-Mg (muestra en posición normal (2.3.1 a) vs muestra en posición invertida (2.3.1 b)).

Por otra parte, la Figura 22 presenta resultados cuando el par galvánico zinc-magnesio es expuesto a una solución 0.06M de NaCl. Incluso en este sistema la tendencia fue la de generar más hidrógeno en el sistema con la muestra cuya superficie expuesta fue la cara inferior (2.3.1 b) que con la muestra cuya cara expuesta al electrolito fue la cara superior (2.3.1 a). De hecho, se logró cuantificar 1ml a las 30 horas en el primer caso, mientras que, para el segundo se logró cuantificar también 1 ml a las 38 horas. Además, se observa que la polarización del magnesio (por la presencia del electrodo de Zn) repercutió en un comportamiento no lineal de la producción de H₂ con respecto al tiempo de exposición.

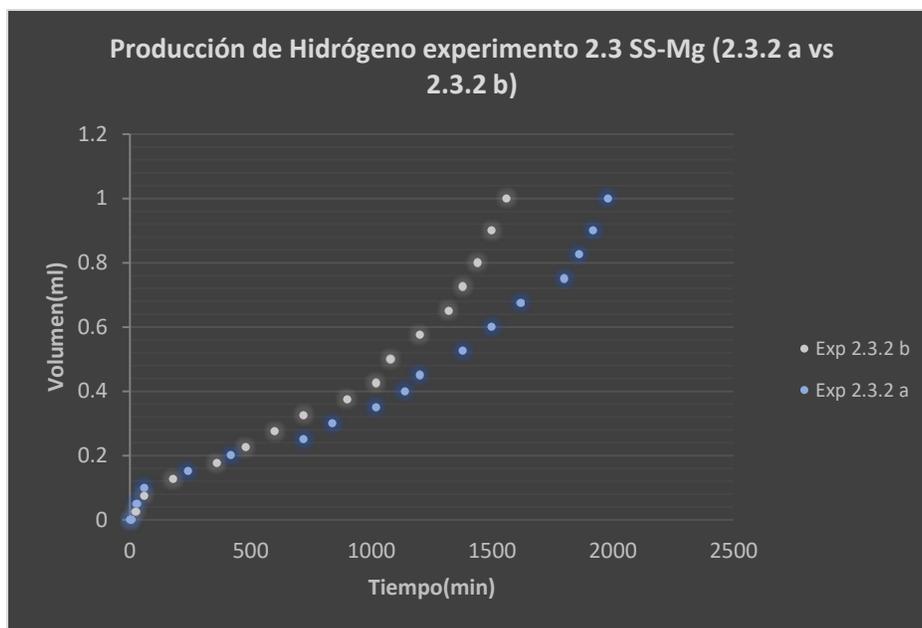


Figura 23: Comparación de la producción de hidrógeno del experimento 2.3 SS-Mg (muestra en posición normal (2.3.2 a) vs muestra en posición invertida (2.3.2 b)).

De la misma manera se puede observar en la Figura 23, que durante los experimentos llevados a cabo con el par galvánico SS-Mg, se mantuvo la tendencia de generar más hidrógeno en el sistema con la muestra cuya superficie expuesta fue la cara inferior (2.3.2 b), produciendo 1ml de H₂ en 26 horas, mientras que la muestra cuya cara expuesta al electrolito fue la cara superior (2.3.2 a), dicho volumen de H₂ se produjo en 33 horas. El comportamiento no lineal (de la producción de H₂ en el tiempo) se produce nuevamente en este par galvánico.



Figura 24: Comparación de la producción de hidrógeno de los experimentos 2.1, 2.2 y 2.3.

La producción de hidrógeno por disolución de Mg a circuito abierto se lleva a cabo sumergiendo Mg en un electrolito 0.06M de NaCl y permitiendo que reaccione. La reacción produce burbujas de gas hidrógeno que se liberan y se cuantifican por medio del sistema diseñado descrito en la sección del experimento 2.1 (cuantificación de H₂ generado durante la corrosión de Mg). Es importante tener en cuenta que el Mg se disuelve lentamente influido fuertemente por el depósito de productos de corrosión en la superficie del Mg.

Como se puede observar en la Figura 24, los resultados obtenidos de los experimentos de la serie 2: experimentos 2.1 (cuantificación de H₂ generado durante la corrosión de Mg), experimentos 2.2 (cuantificación de H₂ generado durante la corrosión de Mg en muestras invertidas) y experimentos 2.3 (cuantificación de H₂ generado durante la corrosión de Mg polarizado con presencia de un material metálico más noble), el volumen de hidrógeno desprendido de la muestra de magnesio aumentó con el tiempo, siguiendo una buena correlación lineal igual o mayor a 0.9 cuando el magnesio no está acoplado a otro metal.

Ahora bien, en la misma Figura 24, se puede observar que el par SS-Mg es el que produjo mayor liberación de hidrógeno de los experimentos, seguido del par galvánico zinc-magnesio. Esto se explica porque el SS polariza anódicamente al Mg en mayor intensidad que el Zn, disolviéndolo más rápido y debido al NDE se genera una mayor cantidad de hidrógeno, es decir, la velocidad de reacción aumenta.

Es decir, cuanto mayor sea la polarización anódica del Mg ((i.e. entre más noble sea el otro componente del par galvánico), mayor será la producción de hidrógeno. Sin embargo, es importante tener en cuenta que la producción de hidrógeno también dependerá de otros factores, como la temperatura, el pH de la solución, etc.

Como se mencionó anteriormente en la sección de la serie 2: experimentos 2.1 (cuantificación de H_2 generado durante la corrosión de Mg), experimentos 2.2 (cuantificación de H_2 generado durante la corrosión de Mg en muestras invertidas) y experimentos 2.3 (cuantificación de H_2 generado durante la corrosión de Mg polarizado con presencia de un material metálico más noble), se llevaron a cabo experimentos en los cuales la superficie expuesta de la muestra fue posicionada de manera perpendicular al electrolito. De manera análoga, se llevaron a cabo experimentos en los cuales la superficie expuesta de la muestra fue colocada en una posición invertida.

La formación de una capa de productos de corrosión en la superficie del magnesio puede disminuir la eficacia de la producción de hidrógeno, ya que el óxido puede actuar como una barrera que dificulta el acceso del electrolito a la superficie del magnesio. Por lo tanto, al evitar la acumulación de una capa de productos de corrosión en la superficie del magnesio, es posible maximizar la producción de hidrógeno.

Finalmente, se debe de tomar en cuenta que a diferencia de los sistemas 2.1 y 2.2 en donde solo se liberaba hidrógeno en la superficie del magnesio, ahora también hay liberación de hidrógeno en la superficie del acero inoxidable y del zinc, como se muestra en la Figura 25, debido a un efecto de sobre protección catódica en estos materiales producida por el potencial tan negativo que genera la presencia del Mg.



Figura 25: Liberación de hidrógeno generado con una disolución de magnesio del par galvánico SS-magnesio y par galvánico zinc-magnesio.

Entonces, en realidad en los experimentos 2.3 a y 2.3 b (pares galvánicos) hay contribución de hidrógeno en ambas superficies del par galvánico. Por lo tanto, se debe determinar cuál es la contribución del cátodo y cuál la del ánodo.

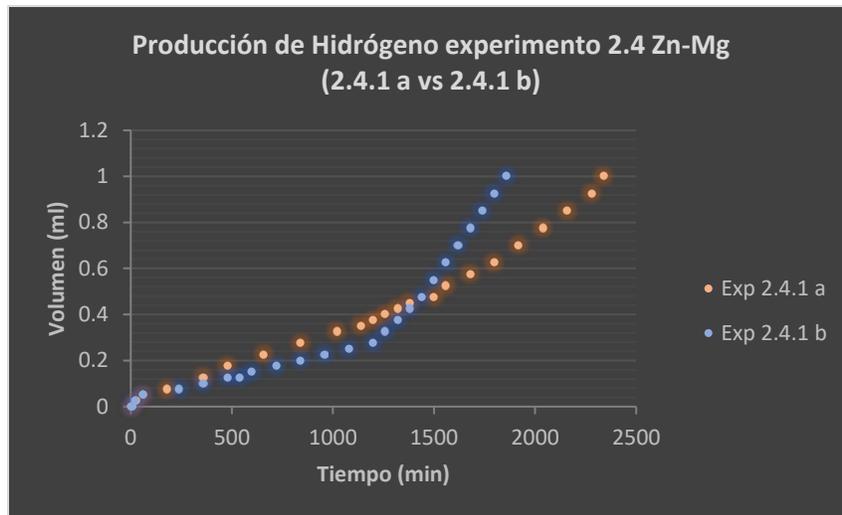


Figura 26: Comparación de la producción de hidrógeno del experimento 2.4 Zn-Mg ((muestra en posición normal (2.4.1 a) vs muestra en posición invertida (2.4.1 b)).

De la misma forma, en la Figura 26, se observa que el par galvánico (Mg-Zn) genera más H_2 cuando su superficie de reacción está volteada hacia abajo para evitar el depósito de productos de corrosión. De hecho, en este caso la diferencia para producir 1 ml de H_2 fue aproximadamente de 8 h entre el sistema que no evita el depósito de productos de corrosión (experimento 2.4.1a) y el que sí lo hace (Experimento 2.4.1b).

Es importante tomar en cuenta que, al formar pares galvánicos con el magnesio, el acero inoxidable y el zinc, la diferencia en los potenciales electroquímicos entre estos materiales impulsa la generación de hidrógeno gaseoso.



Figura 27: Comparación de la producción de hidrógeno del experimento 2.4 SS-Mg (muestra en posición normal (2.4.2 a) vs muestra en posición invertida (2.4.2 b)).

Esta tendencia se volvió a confirmar en el sistema galvánico SS-Mg como se puede observar en la Figura 27. En este caso, la diferencia en tiempo para producir 1 ml de H_2 fue

de siete horas aproximadamente, obteniéndose dicho volumen en tan solo 1680 min para el sistema con la superficie de reacción volteada hacia abajo (experimento 2.4.2.b) y de 2100 min para el sistema convencional (experimento 2.4.2.a).

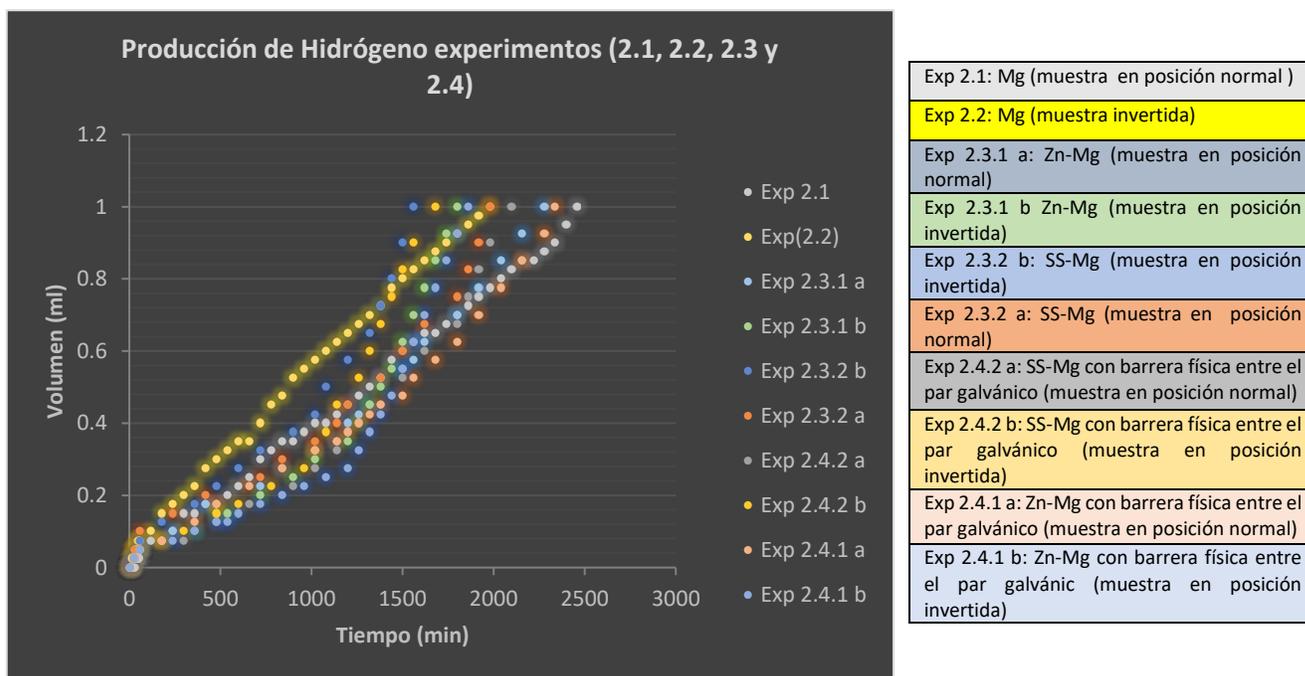


Figura 28: Comparación de la producción de hidrógeno de los experimentos 2.1, 2.2, 2.3 y 2.4.

De acuerdo con los resultados obtenidos, en la Figura 28 se observa que los experimentos 2.3, en los cuales se realizó la cuantificación de la producción total de hidrógeno del par galvánico (SS-magnesio y zinc-magnesio), obtuvieron una mayor producción de hidrógeno en comparación tanto con los experimentos de cuantificación de H_2 generado durante la corrosión de Mg (experimento 2.1) como con los experimentos en los que se distinguió el H_2 producido en la superficie del Mg, y en las superficies del Zn y el SS (experimento 2.4), respectivamente.

En los experimentos que distinguen el H_2 producido en la superficie del Mg del producido en el SS (o Zn), se obtuvo una menor cantidad de hidrógeno en comparación con los experimentos 2.3 (experimento de cuantificación del H_2 generado durante la corrosión de Mg polarizado con la presencia de material metálico más noble), pero una cantidad mayor en comparación tanto con los experimentos de cuantificación de H_2 generado durante la corrosión de Mg (experimento 2.1) como con los experimentos de cuantificación de H_2 generado durante la corrosión de Mg en muestras invertidas (experimento 2.2), en los cuales se liberó una menor cantidad de hidrógeno, lo cual corrobora el NDE.

Es importante volver a señalar que en los experimentos en los que se colocó la muestra cara arriba (2.1, 2.3.1a, 2.3.2a, 2.4.1a y 2.4.2a), se formó una capa de productos de corrosión en la superficie del magnesio. Esta capa de productos de corrosión retrasó la liberación de hidrógeno. Por otro lado, en los experimentos (2.2, 2.3.1b, 2.3.2b, 2.4.1b y

2.4.2b) se logró evitar que los productos de corrosión se depositaran en la superficie del magnesio, ya que cayeron al fondo del recipiente. Esto terminó por ayudar a tener una mayor superficie activa y por lo tanto producir mayor cantidad de gas H_2 .

La producción de hidrógeno puede verse comprometida por la formación de una capa de productos de corrosión en la superficie del magnesio. Esta capa, compuesta principalmente de óxidos e hidróxidos, puede actuar como una barrera que dificulta el acceso del electrolito a la superficie del magnesio. En consecuencia, la generación de hidrógeno se ve afectada negativamente. Estas observaciones indican que la orientación de la muestra y la formación de productos de corrosión en la superficie tienen un impacto significativo en la producción de hidrógeno tanto en la corrosión a circuito abierto como a la corrosión galvánica del Mg.

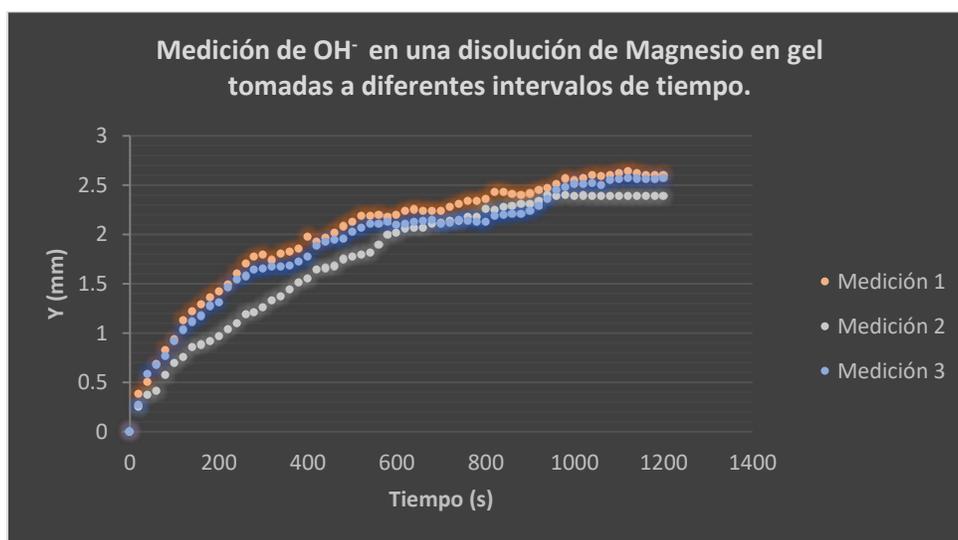


Figura 29: Comparación de mediciones del experimento 3 para la medición de OH^- en una disolución de Magnesio en gel tomadas a diferentes intervalos de tiempo.

Por otra parte, en lo que se refiere a los experimentos realizados con electrolitos gelificados, la Figura 29 muestra la curva del avance de la concentración de iones OH^- en función del tiempo cuando el electrolito dopado con fenolftaleína es colocado sobre una placa de Mg de 0.4 cm^2 . Esta presenta una tendencia creciente y continua a lo largo de los 1200 segundos de experimentación. Con el paso del tiempo, los frentes alcalinos avanzan principalmente debido a la generación electroquímica de iones OH^- en la superficie del Mg, pero también, en menor medida, por la difusión y migración.

Esta curva sugiere una continua actividad de la reacción de disolución del magnesio y la liberación de iones hidróxido.

La distancia máxima alcanzada es en promedio de 2.7366799 mm y está íntimamente relacionada con los límites geométricos del electrolito.



Figura 30: Cuantificación de hidrógeno generado durante la disolución de una muestra de Mg expuesta sobre una base de baquelita con modificaciones en el sistema para mejorar la precisión de las mediciones.

La Figura 30, por su parte, muestra los resultados del volumen de hidrógeno generado durante la realización del experimento 4, donde se utilizó una muestra de magnesio montada sobre una base de con modificaciones en el sistema para mejorar la precisión de las mediciones. Según los datos presentados en la figura, después de 60 minutos de reacción, se registró una acumulación de 0.21 ml de H_2 .

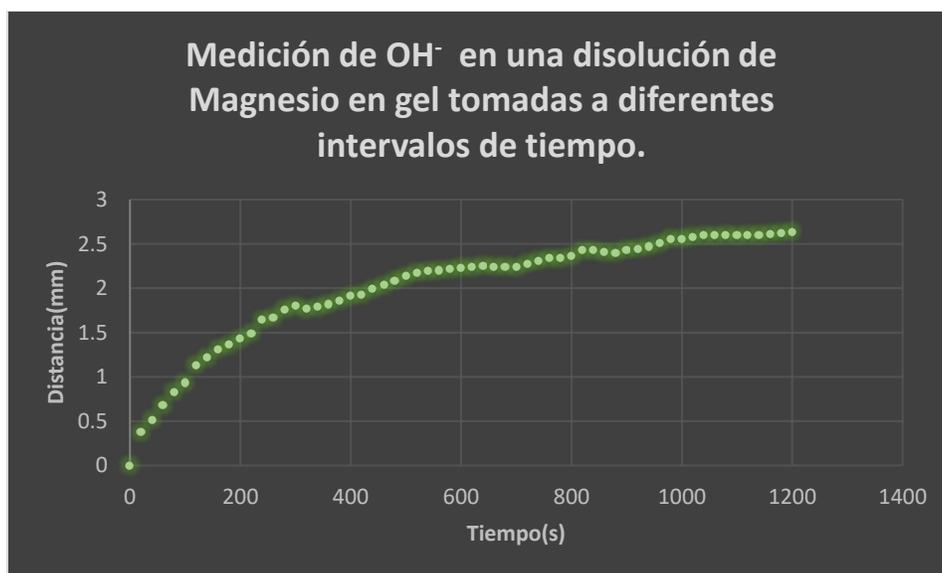


Figura 31: Medición de OH^- en una disolución de Magnesio en gel tomadas a diferentes intervalos de tiempo.

En la Figura 31 se representa la curva que muestra el avance de los frentes alcalinos (frentes rosas) en función del tiempo. Se aprecia una tendencia creciente y constante a lo

largo de los 1200 segundos de experimentación. Conforme avanza el tiempo, la curva exhibe un aumento gradual de la distancia (desde la superficie metálica) en donde la concentración de iones OH^- es suficientemente alta para ser detectada por el viraje de color de la fenolftaleína. Este incremento sugiere una actividad continua en la reacción de disolución del magnesio y la liberación de iones hidróxido. En promedio, se alcanza una distancia máxima de 2.736 mm.

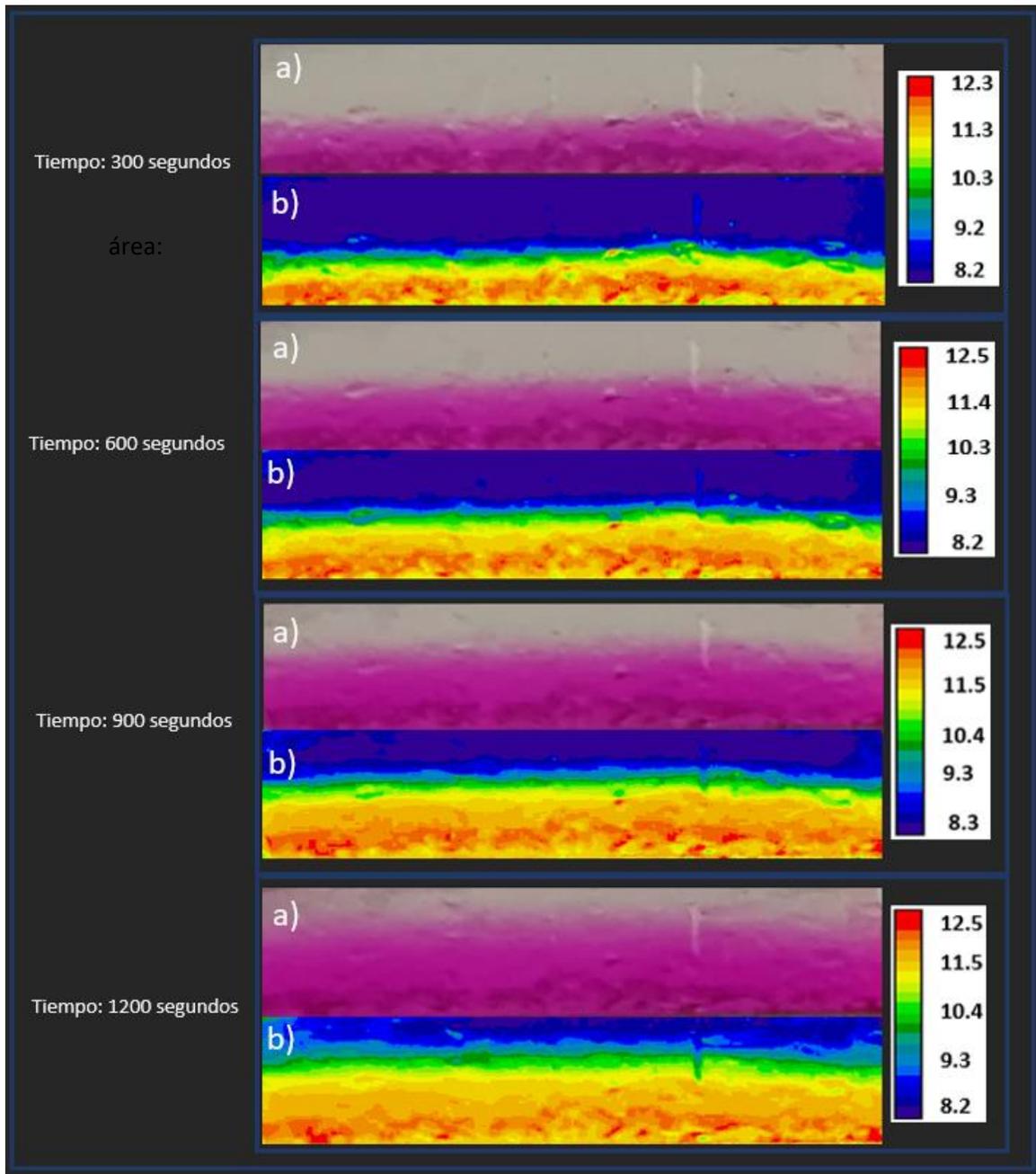


Figura 32: Evolución de la concentración de OH^- en una disolución de magnesio en gel a diferentes intervalos de tiempo procesadas en RGB.

A su vez, en la Figura 32 se presentan fotografías e imágenes procesadas en RGB de la evolución de frentes alcalinos en el electrolito gelificado a diferentes tiempos. La serie a) presenta las fotografías digitales sin procesar en el software ImageJ, mientras que la serie b) muestra las fotografías procesadas en RGB. Se puede observar que el tratamiento de imágenes indica de forma precisa los diferentes valores de pH que se encuentran distribuidos en el electrolito gelificado en cada intervalo de tiempo.

Es importante mencionar que las condiciones experimentales mantenidas para lograr estas imágenes fueron una superficie de Mg de 0.4 cm^2 expuesta a una solución 0.06M de NaCl.

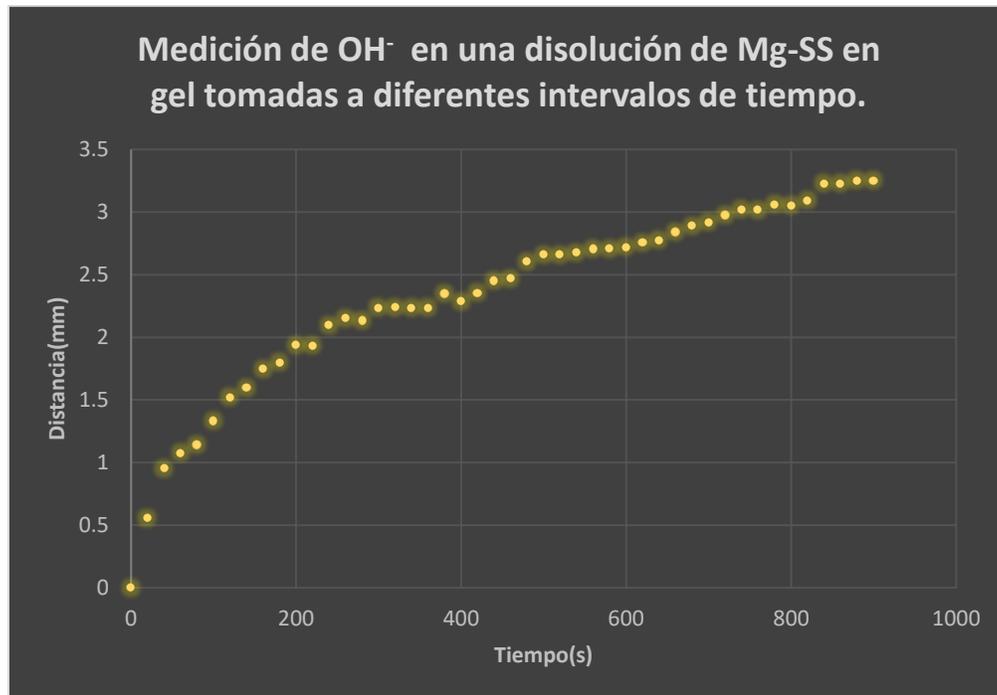


Figura 33: Medición de OH^- en una disolución de Mg-SS en gel tomadas a diferentes intervalos de tiempo.

Para el caso del seguimiento de los frentes alcalinos generados durante la corrosión galvánica del Mg en el cople Mg-SS (experimento 5.2), la Figura 33 presenta una curva que refleja el avance de iones OH^- contra el tiempo. Es importante recordar que este experimento consideró una muestra de Mg de 0.4 cm^2 es expuesta a una solución 0.06M de NaCl y que a través del procesamiento de imágenes llevado a cabo con el software ImageJ se logró una identificación y delimitación precisas de las áreas asociadas al electrolito gelificado. A lo largo de los 900 segundos que duró el experimento, se aprecia una tendencia constante y ascendente de la curva. Inicialmente, el avance de los frentes alcalinos es mínima, indicando que la producción de iones OH^- está principalmente restringida a la superficie del magnesio. Con el paso del tiempo, la evolución de los frentes alcalinos aumenta gradualmente, sugiriendo un incremento en la concentración de iones OH^- en la solución, principalmente debido a una mayor generación electroquímica y, en menor medida, a procesos de difusión y migración. La distancia máxima alcanzada, en promedio, es de 3.2503 mm .

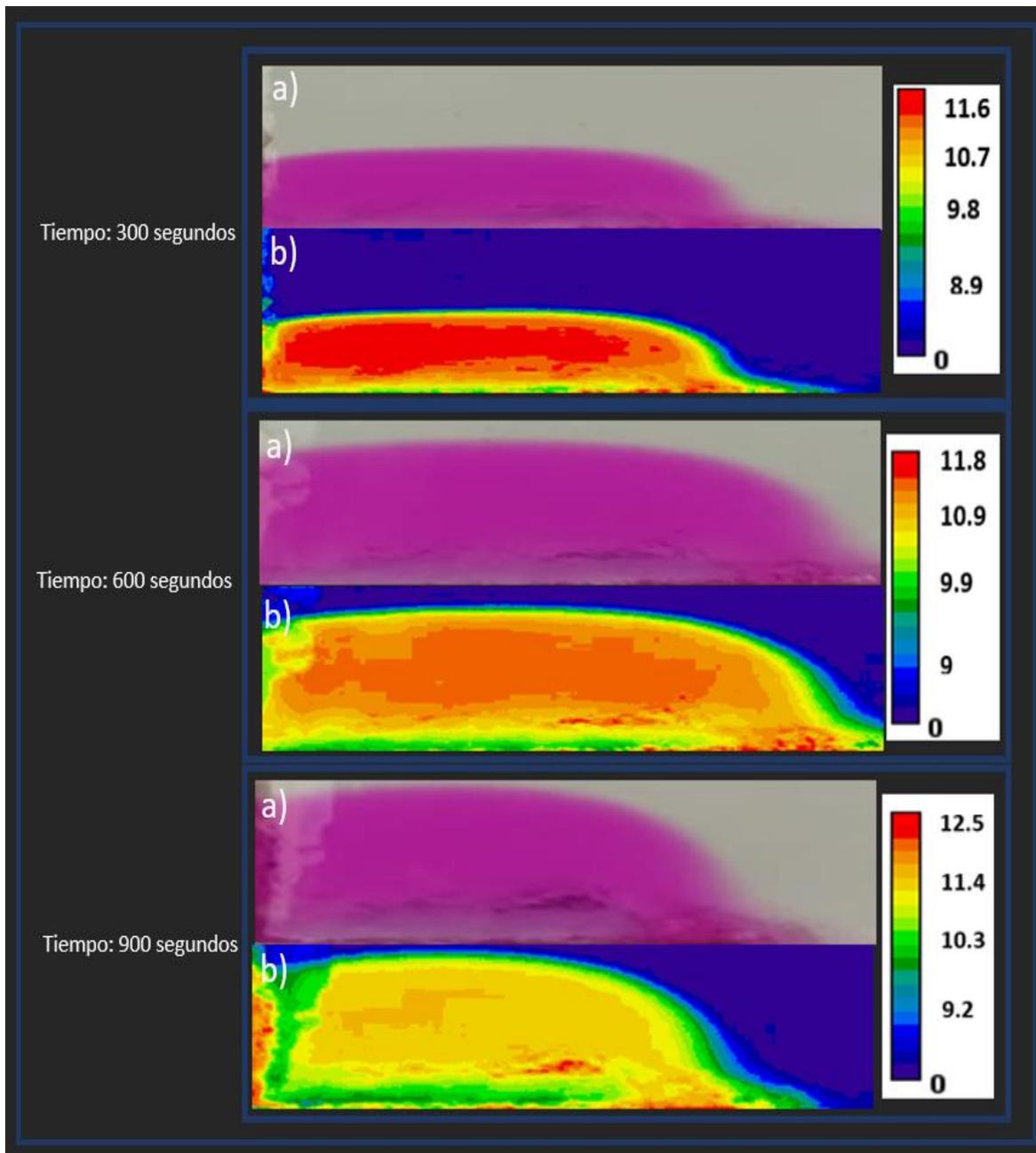


Figura 34: Evolución de la concentración de OH^- en una disolución de un par galvánico Mg-SS en gel a diferentes intervalos de tiempo procesadas en RGB.

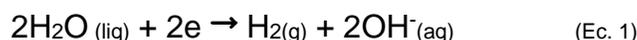
La Figura 34 representa la evolución de los frentes alcalinos en distintos intervalos temporales (300, 600, 900 segundos). La serie a) exhibe la fotografía digital original antes de someterse al procesamiento en el software ImageJ, mientras que la serie b) muestra las imágenes sometidas a dicho procesamiento y analizadas en el modelo RGB. La aplicación de técnicas de tratamiento de imágenes ofrece una valiosa herramienta para analizar con precisión la evolución de la distribución de pH en el tiempo. Esta metodología nos proporciona una visión detallada y específica de la evolución de la alcalinidad a lo largo del

proceso. Dicha información resulta esencial para comprender la dinámica de la corrosión del magnesio, ya que nos permite identificar de manera clara y detallada cómo varía el entorno químico en distintas áreas del sistema en diferentes momentos del experimento. En consecuencia, el análisis preciso de las imágenes contribuye significativamente a la comprensión de los cambios en el pH y, por ende, a la interpretación más completa de los datos obtenidos en el experimento.

Discusión de resultados en el contexto de la equivalencia entre el Hidrógeno y los Iones Hidróxido (OH⁻).

Es posible decir que una de las razones fundamentales por las que se realizó este trabajo, fue para determinar si la relación entre el hidrógeno y los iones hidróxido (OH⁻) producidos durante la disolución del Mg satisface la estequiometría de la reacción de reducción del agua y con esto aportar un argumento más en su favor como reacción catódica durante la corrosión del Mg. Para ello, se llevaron a cabo experimentos y se calcularon los moles de hidrógeno y OH⁻ utilizando las pendientes presentadas en las Figuras 24 y 29.

Los resultados obtenidos revelan que el valor de moles de hidrógeno obtenido experimentalmente no coincide con el valor teórico esperado con base a la relación estequiométrica de la reacción de reducción del agua (Ec. 1). De acuerdo con la reacción balanceada:



La relación estequiométrica indica que, por cada dos moléculas de agua reducidas, se producen dos moles de iones hidróxido y una mol de gas hidrógeno. Si convertimos los datos experimentales obtenidos para el volumen de H₂ y la producción de iones OH⁻ generados durante la corrosión de Mg y encontramos que la cantidad de hidrógeno producido es aproximadamente la mitad de la cantidad de iones hidróxido generados, podemos concluir que los resultados están en concordancia con la relación estequiométrica de la semirreacción de reducción del agua. Durante la acumulación hidrógeno por la corrosión libre de magnesio (experimento 2.1), a los 1200 segundos se obtuvo una cantidad de 1.15×10^{-5} moles de hidrógeno (Figura 19). Así mismo, la Figura 20 muestra que durante la corrosión del magnesio con la superficie de trabajo volteada hacia abajo (Experimento 2.2), también a los 1200 segundos, se obtuvo una cantidad de 1.62×10^{-5} moles de hidrógeno. Por otra parte, en la medición de la propagación del ion OH⁻ o frente alcalino a los 1200 segundos, se obtuvo una cantidad de 1.0111×10^{-8} moles de dichos iones (Figura 29). Evidentemente, los cálculos realizados muestran una discrepancia entre los moles de hidrógeno y los moles de OH⁻ obtenidos experimentalmente. Esto indica que la relación estequiométrica entre el hidrógeno y los iones hidróxido, en la reacción del agua, no se cumple en los casos de estudio antes mencionados.

Existen varias posibles razones para esta discrepancia. Primero, es importante considerar posibles errores experimentales que podrían haber afectado la precisión de los resultados. Errores en la medición de volúmenes, tiempos y distancias podrían haber introducido imprecisiones en los cálculos concentración de hidrógeno y OH⁻. Estos errores también podrían haber afectado la precisión de la metodología utilizada. Además, la influencia de otros factores, como reacciones secundarias en el electrolito, también podría haber afectado los resultados.

En base a estos resultados (experimentos 2.1, 2.2 y 3), se concluye que el hidrógeno y los iones hidróxido (OH^-) no cumplen la relación estequiométrica de la reacción de reducción del agua lo que parece probar en primera instancia que no es dicha reacción la que está teniendo lugar durante la corrosión del Mg. Es necesario realizar investigaciones adicionales y considerar diferentes variables para comprender completamente los factores que determinan la no equivalencia estequiométrica entre el hidrógeno y los iones hidróxido bajo las condiciones utilizadas en los mencionados experimentos. No obstante, investigaciones reportadas recientemente en la literatura indican una acidificación del medio por reacciones de hidrólisis⁶, lo que en definitiva debe tomarse en cuenta para llevar a cabo cálculos más precisos en la producción de iones OH^- .

Los resultados obtenidos para la generación de hidrógeno y iones OH^- proporcionan información valiosa para analizar la reacción catódica durante la corrosión del magnesio. Al examinar los datos de producción de hidrógeno (Figura 28) y los resultados de la concentración de OH^- (Figura 29), es posible al menos formular una conjetura:

Estos resultados son consistentes con las posturas defendidas por los autores que argumentan en contra de la reacción de reducción del agua, en particular, aquellos que respaldan la formación de Mg^+ como producto directo de la reacción electroquímica de disolución del Mg.

Sin embargo, gracias al análisis de Figuras 19 y 20 se identifica una tendencia lineal en ambos casos que nos permite extrapolar y obtener información valiosa sobre los primeros instantes del proceso, así como también hacer estimaciones sobre el comportamiento después de horas de reacción.

Tras analizar los resultados antes discutidos, los cuales involucran la evaluación de la producción de H_2 e iones OH^- durante la disolución de magnesio, se determinó que era necesario efectuar ajustes en el diseño del sistema experimental para los ensayos relacionados con el hidrógeno. El propósito de estas modificaciones fue mejorar la precisión de las mediciones. Para alcanzar este objetivo, se llevaron a cabo dos alteraciones fundamentales en el sistema que se describen a continuación.

Se optó por utilizar una jeringa con una graduación de 0.01 ml, significativamente más precisa, con el propósito de obtener mediciones más exactas durante los primeros 60 minutos de liberación de hidrógeno. Esto, debido a la necesidad de contar con valores más rigurosos respecto a la cantidad de hidrógeno liberado durante dicho período específico. Además, se aumentó el área expuesta de la muestra de magnesio en un factor de cuatro en comparación con las muestras de los experimentos anteriores. Este incremento en la superficie de exposición aumentó notablemente la producción de hidrógeno.

Mediante un procesamiento de imágenes realizado con el software ImageJ, se logró identificar y delimitar con precisión diferentes regiones del electrolito gelificado. La calibración de colores y valores de pH permitió determinar la alcalinidad asociada a dichas áreas del electrolito. Este enfoque nos acercó de manera más precisa a la estimación de la concentración de iones OH^- en diferentes momentos. Las Figuras 32 y 34 despliegan una representación detallada del sistema de detección de frentes alcalinos mediante el empleo de escalas de colores RGB. En dichas Figuras (32 y 34) la imagen a) muestra la fotografía

digital sin procesar en el software ImageJ, mientras que la imagen b) exhibe las fotografías procesadas en RGB.

Así pues, al analizar los datos de la Figura 30 (relacionado con la obtención de hidrógeno a través de la disolución de magnesio en se mejoró el sistema experimental, se sustituyó la jeringa por una con graduación más precisa y se realizaron ajustes para mediciones más minuciosas), se registró una cantidad de 2.322692×10^{-10} moles de hidrógeno a los 600 segundos. Por otro lado, al tratar con los datos de la Figura 32 (evolución del frente alcalino) se encontró que a los 600 segundos se generó una cantidad de 4.48119×10^{-10} moles de iones de OH^- , lo que significa una relación H_2 : OH^- de $1 \approx 2$.

Ahora bien, en lo que respecta a la producción de hidrógeno y OH^- cuando una placa de Mg se polariza por la presencia de un electrodo de SS (Figura 23, Experimento 2.3.2.a), a los 600 segundos, se registró una cantidad de 1.77×10^{-10} moles de hidrógeno. En contraste, al utilizar un electrolito gelificado se encontró que el mismo par galvánico (Figura 34, Experimento 5.2) produjo, a los 600 segundos una cantidad de 2.91691×10^{-10} moles de iones OH^- , lo que significa una relación H_2 : OH^- de $1 \approx 2$.

Estos resultados respaldan la hipótesis de que la reacción de reducción del agua es la principal responsable de la generación de hidrógeno en este sistema. La evidencia experimental obtenida indica que la generación de hidrógeno está en concordancia con la reacción de reducción del agua y la formación de iones hidróxido, validando así la equivalencia estequiométrica entre el hidrógeno y los iones hidróxido en este proceso de disolución del magnesio.

Por otra parte, los resultados de los experimentos galvánicos (Figura 28) llevados a cabo en este proyecto corroboran el efecto de la diferencia negativa, porque, a medida que la polarización anódica del magnesio aumenta (es decir, cuando el otro componente del par galvánico es más noble), se observa un incremento en la producción de hidrógeno.

Es importante recordar que, para la medición del hidrógeno generado durante la disolución de magnesio, se implementó una estrategia innovadora para evitar la acumulación de productos de corrosión en la superficie del magnesio (colocar la muestra de magnesio cara abajo, permitiendo que los productos de corrosión se desprendieran de la superficie y cayeran al fondo del vaso de precipitados dentro del sistema). Esta disposición experimental tuvo como objetivo minimizar la interferencia de los productos de corrosión en la reacción de disolución del magnesio y la generación de hidrógeno. Al permitir que los productos de corrosión se separaran físicamente de la superficie del magnesio, se redujo la posibilidad de que estos interfirieran con la cinética de la reacción y afectaran la generación del hidrógeno.

La anterior innovación experimental tiene implicaciones significativas en la optimización de la medida de hidrógeno a partir de la disolución de magnesio.

La determinación cuantitativa de la evolución de H_2 durante la disolución del magnesio es un paso crucial para relacionar este proceso con la evolución del pH y verificar la ocurrencia de la reacción catódica. Aunque esta reacción aún genera controversia en la comunidad científica, los datos cuantitativos proporcionados en el presente trabajo parecen

proporcionar argumentos sólidos en favor de la relación 2:1 entre las moles de iones OH^- y de H_2 producidos durante la corrosión del Mg.

Varios estudios han abordado la medición cuantitativa de la evolución de H_2 en la disolución del magnesio. Por ejemplo, Zhang utilizó técnicas electroquímicas para monitorear la liberación de H_2 y su correlación con la disolución del magnesio en un medio acuoso. Mediante la medición de la corriente generada durante la reacción, pudieron determinar la cantidad de H_2 producido y su relación con la cantidad de magnesio disuelto. Relacionar la evolución del pH con la evolución de H_2 es un paso adicional para verificar la reacción catódica.¹⁰

Es importante tener en cuenta que la controversia sobre la reacción catódica en la disolución del magnesio aún persiste en la literatura científica. Por lo tanto, es esencial continuar investigando y analizando los datos cuantitativos obtenidos experimentalmente para obtener una comprensión más completa y definitiva de la reacción catódica durante la disolución del magnesio.

Es importante mencionar que las técnicas utilizadas para medir la cantidad de hidrógeno y los iones hidróxido tienen limitaciones en cuanto a su capacidad para proporcionar información detallada en determinados momentos del proceso.

La medición inicial del hidrógeno puede no ser completamente efectiva en los primeros segundos de la reacción, ya que se registra una captación inicial mínima. En respuesta a esto, se realizaron mejoras en el sistema, incluyendo la sustitución de la jeringa por una con graduación más precisa y ajustes para mediciones más detalladas. Además, para la técnica de medición de los iones hidróxido se optó por utilizar el software ImageJ y se realizó tratamiento a las imágenes obtenidas en los experimentos 5.1 y 5.2 (de avances de frentes alcalinos en determinados tiempos con Mg puro y par galvánico Mg-SS respectivamente), para delimitar áreas específicas y obtener una mejor aproximación del pH en momentos particulares, especialmente en el electrolito gelificado, donde se obtienen datos de manera más rápida y precisa. Estas modificaciones buscan perfeccionar la recopilación de datos en diferentes etapas de la reacción.

Conclusiones:

La investigación realizada en la disolución anódica del magnesio ha arrojado resultados significativos que contribuyen al entendimiento del controvertido fenómeno conocido como NDE. Se llevaron a cabo una serie de experimentos diseñados para determinar la cantidad de hidrógeno producido durante la disolución del magnesio, así como para medir la concentración de iones hidróxido (OH^-) generados en este proceso.

Los resultados obtenidos indican que la utilización del electrolito gelificado efectivamente contribuyó a reducir la convección generada por la evolución de H_2 .

Se observó que la cantidad de hidrógeno producido fue mayor cuando el Mg estuvo polarizado por la presencia de un metal más noble, lo que corroboró el Efecto de Diferencia Negativa.

Al utilizar la reacción de reducción del agua como referencia, se esperaba una equivalencia entre la cantidad de hidrógeno y la concentración de iones hidróxido generados. Los datos

obtenidos respaldaron esta expectativa, confirmando que efectivamente existe una equivalencia directa entre estas dos especies generadas durante el proceso de disolución del magnesio.

Estos resultados son de suma importancia, ya que confirman las suposiciones previas sobre la relación entre la producción de hidrógeno y la generación de iones hidróxido en la corrosión del magnesio. Los resultados obtenidos respaldan la idea de que la relación estequiométrica de la reducción del agua se cumple de manera consistente en este proceso. Estos hallazgos fortalecen la base de conocimientos sobre la disolución del Mg, eliminando incertidumbres previas. El uso de software especializado como Tracker 5.0 e ImageJ, junto con modificaciones en el sistema experimental para obtener mediciones más precisas, aporta evidencia cuantitativa que contribuye a esclarecer la verdadera reacción de reducción que tiene lugar en el proceso de corrosión del magnesio y por lo tanto abonan en la mejor comprensión del NDE.

Bibliografía.

1. Wiley-VCH., Ku Kainer. (2003) Magnesium-Alloys and Technologies. Deutsche Gesellschaft Fur Materialkunde.GM.Germany.
2. Avedesian MM, Baker H. ASM specialty handbook: magnesium and magnesium alloys.; (1999) ASM Int Mater Park OH. Holanda
3. Esmaily M., Svensson, J. E., Fajardo, S., Birbilis, N., Frankel, G. S., Virtanen, S., Arrabal, R., Thomas, S., & Johansson, L. G. (2017). Fundamentals and advances in magnesium alloy corrosion. El Sevier. *Progress in Materials Science*, pag 4,89, 92–193. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2017.04.011>
4. G. Song, A. Atrens, Corrosion mechanisms of magnesium alloys, (1999). *Adv. Eng. Mater.* Volumen 1, issue 1. P.p 11-33
5. A. Atrens, G. Song, M. Liu, Z. Shi, F. Cao, M.S. (2015). Dargusch, Review of recent de-velopments in the field of magnesium corrosion, *Adv. Eng. Mater.* 17) p. p 400-453
6. O. Ozuna, A., Godínez, F. A., Genesca, J., & Montoya, R. (2023). The anomalous alkalization of the electrolyte during a slight anodic polarization of Mg: A different perspective. *Electrochimica Acta*.Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2023.141969>
7. D. R, Leiva,. & P. P, Neves. (2019). Mechanisms of the negative difference effect (NDE) in magnesium alloys: A review. *Journal of Materials Science*, 54(10), 7617-7642.
8. J. Huang, G.L. Song, A. Atrens, M. Dargusch, *J. Mater. Sci. Technol.*57 (2020) 204–220.
9. D, Segal., V, Isupov., T, Eliash. (2005). Anodic Behavior of Magnesium Alloys. *Corrosion Science*, 47(4), 939-960.
10. K, Kubota,. et al. (2009). Effects of Oxide Films on the Dissolution of Magnesium in Acid Solutions. *Electrochimica Acta*, 54(27), 6904-6912.
11. T, Matsuda., et al. (2008). Mechanism of Initial Corrosion of Magnesium. *Journal of the Electrochemical Society*, 155(6), C309-C314.
12. A. Atrens, G.L. Song, M. Liu, Z. Shi, F. Cao, M.S. Dargusch, *Adv.Eng. Mater.* 17 (2015) 400–453.
13. G. Song, A. Atrens, *Adv. Eng. Mater.* 1 (1999). P.p 11–33.
14. X, Zhang., Y, Cheng., & G.S, Frankel. (2019). Understanding the negative difference effect in magnesium corrosion: A critical review. *Journal of the Electrochemical Society*, 166(1), C12-C27.
15. G, Song., & A, Atrens. (2003). Understanding magnesium corrosion—A framework for improved alloy performance. *Advanced Engineering Materials*, 5(12), 837-858.
16. N. Birbilis., G, Williams., & J. R, McDermid. (2013). On the correlation of hydrogen evolution with negative difference effect susceptibility in magnesium alloys. *Journal of the Electrochemical Society*, 160(6), C281-C287.
17. G, Song., & D. H, StJohn. (2002). The role of alloying elements in the corrosion behavior of magnesium alloys. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 11(6), 639-644.
18. L.B, Boinovich., M.N, Vargaftik. (2006). *Corrosion of Magnesium and its Alloys: Mechanism, Properties and Applications*. CRC Press.
19. Ruiz, A., Esquivel-Peña, V., Genesca, J., & Montoya, R. (2022). Application of Gel Electrolytes to Validate Transient Models of Galvanic Corrosion Phenomenon. *ECS Transactions*, 106(1), 229.

20. Esquivel-Peña, V., Ruiz-García, A., Genescá, J., & Montoya, R. (2023). Easy and low-cost transient detection of Al (III) evolution during the galvanic corrosion of aluminum alloys. *Journal of Solid State Electrochemistry*, 27(11), 3041-3048.