



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE
MÉXICO**

FACULTAD DE QUÍMICA

**“ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DEL ANODIZADO EN
ALEACIONES DE ALUMINIO AA2024-T3 PARA LA
INCORPORACIÓN DE RECUBRIMIENTOS SOL-GEL”**

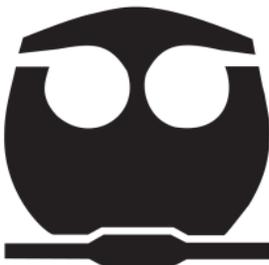
T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

INGENIERO QUÍMICO

PRESENTA

BENITO RAMÍREZ HERNÁNDEZ



MÉXICO, D.F.

2014



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

JURADO ASIGNADO:

PRESIDENTE: **Profesor: MARTHA AGUILAR MARTÍNEZ**

VOCAL: **Profesor: EVA FLORENCIA LEJARAZO GÓMEZ**

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

1er. SUPLENTE: **Profesor: ELENA IVANOVNA KLIMOVA**

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

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

**CENISA, EDIFICIO DE POSGRADO DE LA FACULTAD DE INGENIERÍA, BERNARDO
QUINTANA, EDIFICIO T. 2DO PISO, LABORATORIO PML4 - MATERIALES**

ASESOR DEL TEMA:

DR. MIGUEL ANGEL HERNÁNDEZ GALLEGOS

SUSTENTANTE (S):

BENITO RAMÍREZ HERNÁNDEZ

*“POR MI RAZA
HABLARÁ EL ESPIRITU”*

José Vasconcelos

SÍMBOLOS EMPLEADOS

MPa – mega pascales 10^6Pa (unidad de presión)

HB – número de Brinell (valor de dureza)

HRb - dureza en Rockwell B (valor de dureza)

W – Watt (unidad de potencia)

$\mu\Omega$ – micro ohms $10^{-6} \Omega$ (unidad de resistencia eléctrica)

M – concentración molar (mol/L)

Rpm – revoluciones por minuto (unidad de frecuencia)

μm – micro metros o micras (10^{-6}m)

Hz – Hertz (unidad de frecuencia)

kV – kilo voltios 10^3V (unidad para potencial eléctrico, fuerza electromotriz y tensión eléctrica)

ABREVIACIONES

CENISA – Centro de Ingeniería de Superficies y Acabados

MEB o SEM - Microscopio Electrónico de Barrido o Scanning Electron Microscope

EIS - Espectroscopia de Impedancia Electroquímica

AA2024-T3 – Aleación de aluminio que se utilizó para esta tesis.

[S] – Anodizado sellado

[SS] – Anodizado sin sellar

INDICE

SÍMBOLOS EMPLEADOS	i
ABREVIACIONES	ii
INDICE	iii
INTRODUCCIÓN	1
ANTECEDENTES	3
2.1. Corrosión	3
2.1.1. Definición	3
2.1.2. Tipos de productos corrosivos	4
2.1.3. Medios corrosivos	7
2.1.4. Formas de manifestación de la corrosión	10
2.1.5. Riesgos de la corrosión.....	13
2.2. Celdas Electroquímicas	14
2.2.1. Definición	14
2.2.2. Celdas galvánicas o voltaicas.....	15
2.2.4. Celdas electrolíticas.....	15
2.3. Aleación de aluminio AA2024-T3	16
2.4. Anodizado.....	18
2.4.1. Definición	18
2.4.2. Características del anodizado.....	19
2.4.3. Etapas del proceso	19
2.4.4. Métodos de Anodizado	20
2.4.5. Aplicaciones del Anodizado.....	21
2.5. Sol-Gel.....	23
2.5.1. Definición	23
2.5.2. Ventajas.....	25
2.5.3 Desventajas	26
2.6. Inhibidores.....	28
2.6.1. Definición	28
2.6.2. Características de los inhibidores de corrosión	29
2.6.3. Clasificación de inhibidores.....	29

2.6.4. Mecanismo de protección.....	31
2.7. Caracterización de Materiales.....	32
Microscopio Electrónico de Barrido (MEB) o Scanning Electron Microscope (SEM)	32
2.7.1. Definición	32
2.7.2. Principales aplicaciones.....	34
2.7.3. Ventajas.....	36
2.7.4. Desventajas	36
Espectroscopia de Impedancia Electroquímica (EIS)	36
2.7.5. Definición	36
2.7.6. Gráfico de Nyquist.....	38
2.7.7. Gráfico de Bode.....	39
HIPÓTESIS	41
OBJETIVOS.....	42
4.1. Objetivos generales.....	42
4.2. Objetivos particulares.....	42
METODO EXPERIMENTAL.....	43
5.1. Preparación del sustrato.....	43
5.1.1. Acabado superficial	43
5.1.2. Decapado.....	43
5.2. Electrólisis (Anodizado)	44
5.4. Incorporación de un Inhibidor al electrolito.	48
5.5. Incorporación del Sol-Gel al sustrato anodizado.	49
5.6. Pruebas de corrosión	51
DISCUSION DE RESULTADOS	53
6.1. Anodizado.....	53
6.1.1. Superficie.....	53
6.1.2. Espesor	56
6.1.3 Prueba de Corrosion.....	58
6.2. Incorporación de inhibidores al electrolito	62
6.2.2. Prueba de Corrosión (Impedancia)	63
6.2.3. Superficie.....	85

6.3. Incorporación del Sol-gel a la capa anodizada con inhibidor.	90
6.3.1. Espesores.....	90
6.3.2 Pruebas de corrosión (impedancia)	91
6.3.3. Superficie.....	94
CONCLUSIONES	99
BIBLIOGRAFÍA	100
ANEXOS.....	102
9.1. Anexo 1: Anodizado	102
9.1.1. Superficie.....	102
9.1.1. Espesores.....	107
9.2. Anexo 2: Inhibidores	108
9.3. Anexo 3: Hojas de seguridad	136

CAPÍTULO 1

INTRODUCCIÓN

INTRODUCCIÓN

La corrosión está presente en prácticamente todos los sectores, por lo que su control es muy importante, incluyendo en la vida cotidiana ya que se trata de un proceso que afecta a todos los metales, por tanto, debido al uso tan común de éstos es rara la situación donde no esté dándose lugar. Es por ello y de gran importancia que se estudie con detenimiento, ya que las repercusiones de una mejora son muy elevadas.

Corrosión se conoce como el ataque químico o electroquímico que sufren los materiales por la acción del medio, siempre y cuando conlleve a un deterioro de dicho material.

Una de las principales problemáticas por causa de la corrosión, son las pérdidas monetarias, debido a que los materiales se deterioran rápidamente y hay que reemplazarlos. Evaluaciones llevadas a cabo por comités de expertos en corrosión y protección contra la corrosión, fijan las pérdidas anuales causadas por corrosión en los países desarrollados y en vías de desarrollo, en torno al 3.5 % del producto interno bruto (PBI). De ahí que de 1/4 a 1/3 de la producción mundial de acero se dedica a reponer las estructuras deterioradas por la corrosión. El costo del fenómeno de la corrosión implica una parte importante del PIB y ocurre en un amplio campo de ejemplos, que van desde la corrosión de una gran estructura metálica colocada en un medio agresivo, a la de los implantes metálicos colocados en el cuerpo humano. La otra y no menos importante problemática, son las pérdidas humanas debidas a la corrosión.

Por este motivo se han buscado alternativas para su control y por ende disminuir los costos causados por ésta. Existen 5 métodos primarios para el control de la corrosión:

- 1) Selección de materiales
- 2) Recubrimientos
- 3) Inhibidores
- 4) Protección catódica
- 5) Diseño

Este trabajo tiene como finalidad el estudio de los recubrimientos principalmente el anodizado sobre una aleación de aluminio para el control de la corrosión. Esto se debe a que en los últimos 30 años el empleo del aluminio y sus aleaciones han adquirido un enorme desarrollo situado rápidamente en el interés mundial. Ya que posee características muy particulares como: ligereza, buena conducción térmica y eléctrica, además que es un metal que se puede reciclar. El único problema con el aluminio es que es difícil de proteger y de decorar, por esta situación es que se ha orientado principalmente al anodizado, cuyo comportamiento frente a muchas acciones oxidantes o corrosivas es muy completo, diferentes al del propio aluminio.

En este trabajo se estudiará el anodizado sobre una aleación de aluminio llamada AA2024-T3. Pero también cómo se comporta el anodizado agregando inhibidores inorgánicos al electrolito del anodizado y finalmente si se incorporar el sol-gel al sustrato anodizado.

Para caracterizar los recubrimientos tanto parciales como el final, se utilizaron principalmente dos técnicas, microscopía electrónica de barrido y espectroscopía de impedancia electroquímica.

Estos análisis mostraron que antes de anodizar al sustrato se debe decapar químicamente, y que agregando diferentes inhibidores al ácido del anodizado, se puede aumentar la protección anticorrosiva y a su vez formar una estructura óptima para la incorporación del sol-gel, obteniendo un cambio significativo en la resistencia a la corrosión.

CAPÍTULO 2

ANTECEDENTES

ANTECEDENTES

2.1. Corrosión

2.1.1. Definición

Corrosión es un ataque que experimentan los metales, por la acción del medio en que se utilizan (atmósfera, terrenos, agua, etc.), llevándose a cabo en el proceso reacciones químicas y electroquímicas.

La corrosión tiene lugar porque hay una diferencia de potencial entre objetos que se conectan eléctricamente y la consecuente pérdida de iones del metal en el ánodo da como resultado la corrosión.

En el proceso deben darse cuatro elementos esenciales. Todos deben estar presentes para que la corrosión tenga lugar (figura 2.1).

Estos elementos son:

1. Un electrolito que es un conductor no metálico en el que la corriente es transportada por el movimiento de los iones.
2. Un ánodo.
3. Un cátodo.
4. Una conexión entre ánodo y cátodo.



Figura 2. 1. Daño provocado por la corrosión

2.1.2. Tipos de productos corrosivos

Ácidos

Son los de mayor importancia. Se agrupan en tres tipos dependiendo de su actividad corrosiva:

- Ácidos fuertes: Ionizan rápidamente. Por ejemplo, el ácido sulfúrico y el ácido clorhídrico.
- Ácidos débiles: No ionizan rápidamente. Por ejemplo, el ácido fluorhídrico y el ácido acético.
- Ácidos oxidantes: Ionizan rápidamente y poseen la cualidad de acelerar el proceso de corrosión participando en la reacción catódica.

Álcalis

Su efecto corrosivo es menor que el de los ácidos. El factor más importante causante de la actividad corrosiva es el ion hidrógeno que se encuentra ausente o en baja concentración en los álcalis.

La reacción más frecuente en su proceso de corrosión es la formación de compuestos complejos, donde el metal corroído se convierte en parte del anión y pueden formarse sales dobles, básicas o hidróxidos dobles. Los ataques de corrosión en los álcalis están localizados.

Como por ejemplo el hidróxido de amonio, hidróxido de sodio y el hidróxido de potasio.

Sales

Según el tipo de sal reaccionarán de una u otra forma con los metales. Se clasifican, dependiendo de su reacción al disolverse con agua en:

- Neutras

La unión de un elemento metálico con un elemento no metálico forman una sal neutra. Los tipos de sales neutras que existen son: fluoruros, cloruros, bromuros y yoduros.

- Neutras de oxidación

Son los derivados de sustituir todos los hidrógenos, o parte de ellos como en las sales ácidas, de los oxácidos por cationes metálicos como el Na^+ , o no metálicos como el NH_4^+ (amonio). Por ejemplo, bromato de calcio, hipoclorito de sodio y sulfato de aluminio.

- Ácidas

Son las que resultan de sustituir parte de los hidrógenos de los ácidos que tienen más de uno. Por ejemplo, bisulfato sódico, dibifosfato potásico y bicarbonato sódico.

- Ácidas de oxidación

Se forman porque los ácidos que presentan más de un hidrógeno, no ceden todos los hidrógenos sustituibles con la misma facilidad. Por ejemplo, bisulfato de sodio, fosfatodiácido de potasio y fosfatoácido de aluminio.

- Básicas

Se originan cuando en una reacción de neutralización hay un exceso de hidróxido respecto del ácido. Son compuestos que poseen algún grupo OH^- . Por ejemplo, hidroxicloruro de calcio, hidroxitrioxonitrato de magnesio.

La corrosión de las soluciones acuosas de las sales depende de la concentración de la sal, la presencia de agentes oxidantes, de la solubilidad de productos de corrosión y la temperatura.

Las más corrosivas son las sales ácidas, ácidas de oxidación y básicas.

Azufre y sus compuestos

El azufre puede combinarse directamente con los metales y el hidrógeno. En su forma soluble, se encuentra como hidrógeno sulfurado, dióxido de azufre o trióxido de azufre.

El dióxido de azufre es el más activo, como producto corrosivo en la atmósfera.

Haluros

Tienen una elevada afinidad electrónica de ahí que sean altamente reactivos. La corrosión aumenta con la presencia de humedad, a temperatura ambiente.

El más reactivo es el fluoruro.

Compuestos orgánicos

Estos tipos de compuestos no suelen ser corrosivos activos. Su acción corrosiva va asociada con la de los contaminantes orgánicos.

Su baja actividad corrosiva se debe a que no se ionizan rápidamente en soluciones acuosas para producir ácidos o bases. No son oxidantes y son poco electrolíticos.

Los compuestos orgánicos de mayor actividad corrosiva son los ácidos orgánicos, los anhídridos y aldehídos, los compuestos halogenados y los compuestos con azufre.

Gases

Si están secos, los gases no son corrosivos a temperatura ambiente. Sin embargo, a altas temperaturas son corrosivos, a excepción de los gases nobles. Por ejemplo, el ácido clorhídrico, flúor y cloro.

Metales Líquidos

La acción de los metales líquidos no implica ninguna reacción química. La importancia del ataque depende de la solubilidad del metal sólido atacado en el metal líquido y del grado de la disolución. Por ejemplo, el zinc, mercurio y calcio.

Sales licuadas

La corrosión aumenta con el tiempo pues se transforman en sales oxidadas con impurezas metálicas. Estos óxidos reaccionan con las películas de óxido protectoras formando compuestos solubles en sal.

2.1.3. Medios corrosivos

El deterioro de materiales por exposición a medios corrosivos puede ser debido a:

Corrosión por medio ambiente atmosférico

Más del 50% de las pérdidas totales por corrosión se deben a la corrosión por el medio ambiente atmosférico.

Los factores que influyen en la velocidad de corrosión son:

- Humedad del aire.
- Presencia de gases.
- Presencia de polvo.

Lo que hace que se corroan los materiales por causa de la atmósfera es la combinación de los factores de contaminación y de las condiciones climáticas.

Los ambientes atmosféricos pueden ser industriales, marinos, urbanos y rurales dependiendo del grado de contaminación y naturaleza de los contaminantes. Un ejemplo de esta corrosión se presenta en la figura 2.2.



Figura 2.2. Tornillo oxidado por la atmósfera

Corrosión por terreno

Un trozo de metal situado en un terreno se comporta como una pila galvánica.

La corrosión es debida a un proceso electroquímico donde el terreno se comporta como electrólito y las distintas áreas del metal son los ánodos y cátodos de las pilas electrolíticas (figura 2.3).

Por las diferentes características del terreno, se producen en el metal dos zonas de diferente potencial eléctrico, generándose por ello una corriente eléctrica continua.

Las características del electrólito (el terreno) influyen sobre la corrosión en los siguientes aspectos:

- Densidad: con valor menor de 1.5 gr/cm^3 la agresividad es mínima.
- Aireación: con buena aireación la agresividad es mínima, pero si existe aireación diferencial con el terreno circundante la agresividad es de importancia considerable.
- Composición química: los sulfatos y cloruros son perjudiciales, mientras que los carbonatos son beneficiosos.
- Microorganismos: algunas bacterias transforman los sulfatos en sulfuros ferrosos, por lo que corroen el material.

- Resistividad: la corriente que circula por el terreno depende de la resistencia propia del mismo.



Figura 2.3. Figura dañada por el terreno

Corrosión por agua

Lo que hace corrosiva al agua es la presencia de oxígeno y cloro disueltos. Las variables más importantes que afectan a la corrosión por el agua de mar son:

- ✓ Velocidad del agua
- ✓ Temperatura
- ✓ Contenido en oxígeno

La corrosión aumenta con el contenido de oxígeno y con la temperatura, esto depende del tipo de material expuesto.

La corrosión del acero y del hierro se caracteriza por los siguientes factores (imagen 2.4):

- Temperatura: la velocidad de corrosión se duplica cada 30°C de aumento de temperatura.
- Concentración de cloro y oxígeno: la velocidad de corrosión es proporcional al contenido de oxígeno y cloro.
- Contenido de carbonato cálcico (CaCO_3): la presencia de esta sustancia reduce la velocidad de corrosión ya que la alcalinidad

cálcica en el agua produce una protección sobre las paredes del material.

- pH del medio: la velocidad de corrosión se reduce con un pH fuertemente alcalino, mientras que con un pH fuertemente ácido avanza a gran velocidad. [1]



Figura 2.4. Barco dañado por el agua

2.1.4. Formas de manifestación de la corrosión

Corrosión uniforme

El metal es atacado química o electroquímicamente sufriendo una pérdida de materia. El ataque uniforme se extiende en toda la superficie pero también se pierde con frecuencia, siendo en determinadas zonas el ataque más localizado con mayor pérdida de metal.

Aun siendo uniforme, si el medio es muy agresivo en poco tiempo la disminución del espesor en el objeto metálico en él es tal que se pierden sus características mecánicas, por lo tanto, en muy pocas ocasiones es recomendable utilizar un metal sin ninguna protección dejándolo a corrosión libre y, cuando se hace, no hay que olvidar sobredimensionar de forma adecuada (figura 2.5).



Figura 2.5. Corrosión uniforme

Corrosión por picaduras

Este tipo de corrosión denota la existencia de una pequeña zona anódica frente a una catódica grande.

La corrosión se concentra en la zona anódica hasta llegar incluso a la perforación del metal como se muestra en la figura 2.6.

La rotura local de los revestimientos pasivos que protegen superficies metálicas sumergidas o enterradas, son igualmente origen de picaduras.



Figura 2.6. Corrosión por picaduras

Corrosión intergranular

Se presenta cuando en los bordes de grano (éstos se forman en el proceso de cristalización de metales) hay un empobrecimiento de un componente de la aleación. El ataque se presenta cuando el borde del grano es anódico respecto al grano en sí (pequeña área anódica frente al área catódica grande). Se trata de una corrosión localizada muy grave (figura 2.7).



Figura 2.7. Corrosión intergranular

Corrosión selectiva

Se presenta en aleaciones en las que los elementos aleantes difieren bastante entre sí por sus potenciales electroquímicos. El elemento más electronegativo, que será el más activo y por tanto el ánodo, se disuelve quedando una estructura esponjosa de malas propiedades mecánicas como se muestra en la figura 2.8.



Figura 2.8. Corrosión selectiva

2.1.5. Riesgos de la corrosión

El equipo instrumental y/o eléctrico puede verse expuesto al efecto de la corrosión. Este efecto se pone de manifiesto rápidamente mediante una degradación progresiva de varios años, dependiendo del nivel de corrosión, de las posibles combinaciones sinérgicas entre los gases contaminantes y las condiciones climatológicas existentes.

La corrosión es, además uno de los principales factores responsables de la destrucción del acero. Este material es uno de los empleados con más frecuencia en la industria, es importante pues conocer cómo actúa en él la corrosión para analizar los posibles tratamientos y evitar una degradación prematura.

La corrosión puede aparecer en tanques aéreos metálicos sin protección o con protección deficiente, pudiendo provocar la rotura de los mismos y llevar a la explosión.

En estructuras aéreas una protección insuficiente puede llevar a la pérdida de estabilidad mecánica. En estructuras, tanques o tuberías enterradas puede producirse una corrosión acelerada por corrientes erráticas provocando una pérdida de estabilidad mecánica.

En maquinaria a la intemperie, sin protección, especialmente en zonas cercanas al litoral provoca agarrotamiento de partes móviles, rotura o avería de la misma.

La corrosión en instalaciones eléctricas lleva a que se produzcan falsos contactos, puentes eléctricos.

En cuanto a las válvulas, cabe señalar que el estar expuesta a la corrosión provoca un agarrotamiento, peligros de explosión por sobrepresión, maniobra deficiente y control de caudales (líquido o sólido) deficiente. [1]

2.2. Celdas Electroquímicas

2.2.1. Definición

Una celda electroquímica consta de dos conductores llamados electrodos, cada uno de los cuales está sumergido en una solución electrolítica. En la mayoría de las celdas que interesarán, las soluciones que rodean los dos electrodos son diferentes y deben estar separadas para evitar la reacción directa entre los reactivos. La forma más común de evitar que estén en contacto es insertando un puente salino entre las soluciones.

Los electrodos en algunas celdas comparten un electrolito común, éstas se conocen como celdas sin contacto líquido.

Cátodo: Es el electrodo sobre el que se produce la reducción. El agente oxidante gana electrones y por tanto se reduce.

Ánodo: Es el electrodo sobre el que se produce la oxidación. El agente reductor pierde electrones y por tanto se oxida.

Las celdas electroquímicas se clasifican en dos:

2.2.2. Celdas galvánicas o voltaicas

En estas celdas las reacciones electroquímicas convierten la energía química en eléctrica de manera espontánea y el cambio químico produce electricidad. Los sistemas electroquímicos en donde ocurren estas reacciones se llaman también celdas electroquímicas. Por ejemplo, la pila seca es una celda galvánica, voltaica o electroquímica porque convierte la energía química en eléctrica que puede prender un foco como se muestra en la figura 2.9.

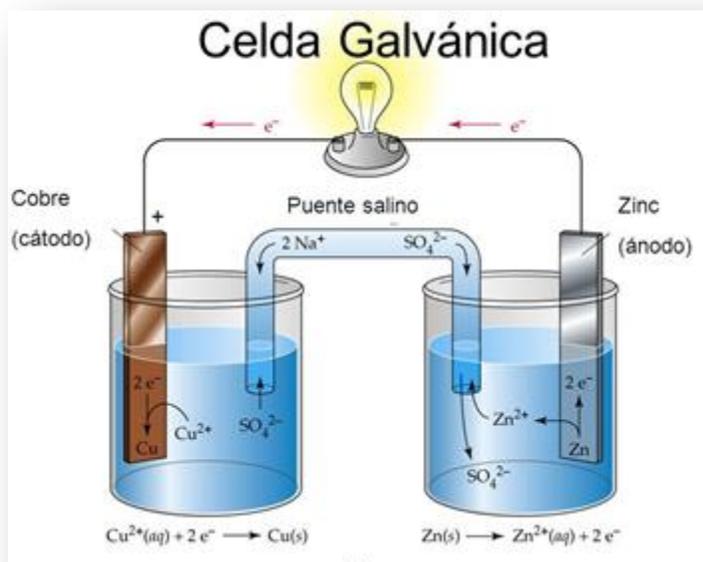


Figura 2.9. Celda galvánica

2.2.4. Celdas electrolíticas

En estas celdas las reacciones electroquímicas no son espontáneas, para ocurrir requieren electricidad.

La energía eléctrica induce a la reacción química no espontánea. El cambio químico producido por la corriente eléctrica se llama electrólisis.

Los sistemas electroquímicos donde ocurren estas reacciones se llaman celdas electrolíticas tal y como se muestra en la figura 2.10. [2]

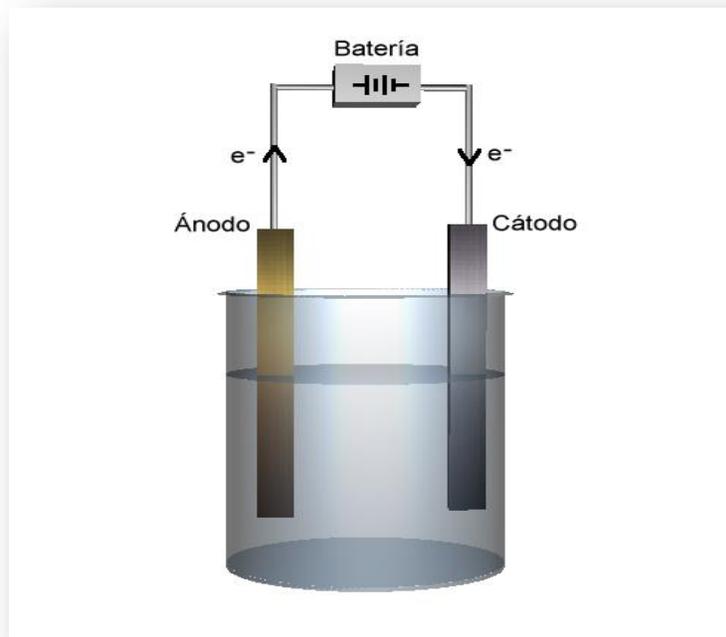


Figura 2.10. Celda electrolítica

2.3. Aleación de aluminio AA2024-T3

El sustrato utilizado es una aleación de aluminio con la designación AA2024-T3. Recibe esta nomenclatura porque se usa en aplicaciones que requieren una relación fuerza/peso elevada y así mismo presenta una buena resistencia a la fatiga. No puede ser soldada, y tiene una maquinabilidad media. Tiene poca resistencia a la corrosión por lo que a menudo tiene que ser recubierta.

La AA2024-T3 tiene las siguientes propiedades:

Tabla 2.1. Composición química del sustrato (aleación AA2024-T3)

%	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Zr+Bi	Otros	Al
Min			3.80	0.30	1.20						
Max	0.50	0.50	4.90	0.90	1.80	0.10	0.25	0.15	0.20	0.15	Resto

Tabla 2.2. Propiedades físicas y químicas del sustrato (aleación AA2024-T3)

Densidad [gr/cm³]	2.77	Coef. de dilatación (0 a 100)[°C⁻¹x10⁶]	22.9
Rango de Fusión[°C]	500-638	Conductividad térmica(0 a 100) [W/m °C]	120
Módulo de Elasticidad [MPa]	73000	Resistividad a 20 °C [μΩcm]	5.7
Coefficiente de Poisson	0.33	Calor específico(0 a100°C)	920
Dureza	120 HB(75HRb)	Maquinabilidad	70%

Debido a su elevada resistencia mecánica especialmente a la fatiga, la aleación AA2024 es usada comúnmente en aeronáutica, especialmente en la estructura de las alas y el fuselaje. Además, ya que el material es susceptible a los choques térmicos, la aleación se emplea en las pruebas de certificación de penetración en líquidos fuera de los rangos normales de temperatura. También es utilizada en engranajes y ejes, pernos, piezas de reloj, partes de computadora, acoplamientos, piezas de fusibles, cuerpos de válvulas, partes de misiles, municiones, pistones, piezas de rectificadores, engranajes helicoidales y elementos de sujeción, equipos veterinarios y ortopédicos (figura 2.11). [3]



Figura 2.11. Aleación AA2024-T3

2.4. Anodizado

2.4.1. Definición

El proceso de oxidación se presenta cuando el aluminio es generalmente expuesto a la atmósfera. Basándose en este fenómeno, el anodizado es un proceso exitoso del control natural de la oxidación, que se presenta cuando el aluminio es sometido a un tratamiento químico específico con corriente eléctrica en el que se logra obtener una superficie dura, transparente que forma parte integral del aluminio.

En el procedimiento de anodizado se incrementa, a un grosor considerablemente superior, la fina e invisible capa de óxido de aluminio que se forma naturalmente y que proporciona cierto grado de protección contra la corrosión.

En el anodizado las piezas actúan de ánodo en una solución diluida de ácido, no hacen de cátodo, como ocurre en la electrodeposición, y el oxígeno que se libera en la superficie del ánodo se traduce en la formación de una película de óxido que resulta muy adherente a la base metálica.

Los principales electrolitos empleados son:

- Ácido sulfúrico

- Ácido crómico
- Ácido sulfúrico y oxálico

Estos electrolitos ejercen una acción disolvente sobre la película de óxido de aluminio, de forma que se produce una estructura celular porosa. Aproximadamente la mitad del aluminio transformado en óxido de aluminio es disuelto por la solución anodizante.

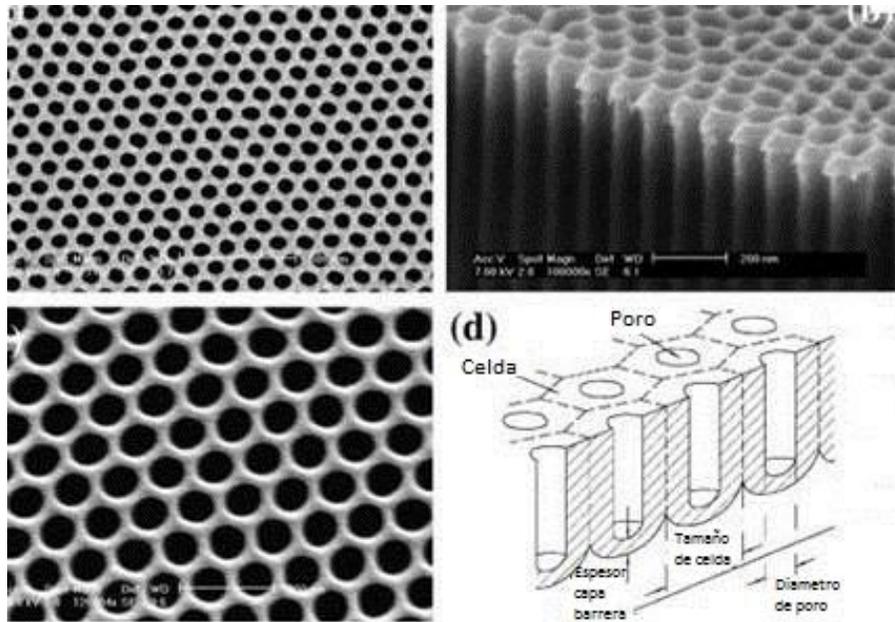


Figura 2.12. Imágenes del sustrato anodizado

2.4.2. Características del anodizado

- Es considerado un material de amplia dureza, similar al zafiro; después del diamante.
- De apariencia transparente, similar al cristal o vidrio.
- Mayor aislamiento a la electricidad.
- Presenta una amplia variedad de acabados y colores.
- El anodizado es parte integral del aluminio y por tanto no es susceptible de descarapelamiento.

2.4.3. Etapas del proceso

Pre-tratamiento: En esta primera etapa el aluminio es sometido a un primer tratamiento químico (decapado), con la finalidad de lograr una

total limpieza en la superficie de dicho material; con ello, el acabado resultante logra ser de una apariencia satinada mate en el cuál se controlan los tonos del acabado en ligero, medio y pesado.

Se controla además en este paso la brillantez del aluminio, que permite tener una amplia variedad en los niveles de la reflexión del acabado.

Tratamiento de anodizado: En esta segunda etapa una de las superficies es preparada para ser sometida a un tratamiento que construirá la película de anodizado; esto se hace sumergiendo el aluminio en un baño electrolítico donde se aplicará corriente eléctrica. Es importante hacer mención que la capa anódica se forma en base al aluminio mismo, convirtiéndose al momento en una dura y porosa película en donde el factor del espesor del anodizado es posible determinarlo en función al uso final del material.

Post-tratamiento: En esta tercera y última etapa se presenta la aplicación del color en la capa anódica. Tintas orgánicas pueden ser utilizadas para llenar los poros con algún color o también pueden depositarse electromecánicamente sales metálicas en los poros para crear un amplio espectro de colores. Muchos de estos colores serán resistentes al medio ambiente sin perder colorido.

Finalmente, el sellado de la capa anódica consiste en un baño de agua caliente que básicamente dilatará los poros hasta cerrarlos.

2.4.4. Métodos de Anodizado

Anodizado continuo en rollo: la configuración básica de una línea de anodizado en rollo consiste en una operación continua de alimentación, de los siguientes elementos: tanque de pre-tratamiento, tanque de limpieza, tanque de post-tratamiento y equipo para reembobinar la cinta.

Anodizado por hojas: este proceso varía al continuo ya que las piezas son independientes y deben ser montadas y desmontadas varias veces, este sistema como el siguiente son utilizados en corridas cortas.

Anodizado por piezas o lotes: este proceso es exactamente igual al proceso de anodizado por hojas, ambos sistemas se utilizan

generalmente como parte final del proceso de fabricación del producto ya que la pieza se anodiza en su totalidad y todos los bordes o filos, son anodizados, garantizando un producto de larga vida útil. [4]

2.4.5. Aplicaciones del Anodizado

Se emplea mucho la oxidación anódica para tratar al aluminio y a sus aleaciones. Sus aplicaciones pueden clasificarse bajo los apartados siguientes:

Acabados Decorativos

La oxidación anódica proporciona un atractivo acabado protector y decorativo para una gran variedad de artículos de aluminio. Según sea el estado inicial de la superficie y la composición de la aleación, se obtendrá un acabado mate, semibrillante o brillante, la película anódica puede colorearse para obtener de esta forma una amplia gama de colores atractivos.

Para el anodizado decorativo se utiliza generalmente el procedimiento a base de ácido sulfúrico. El sistema con ácido crómico se emplea ocasionalmente para el anodizado decorativo en aquellos casos en que se requiere un acabado parecido a un esmalte opaco, por ejemplo las agujas. Ejemplos de diferentes piezas de anodizado se presentan en la figura 2.13.



Figura 2.13. Anodizado decorativo

El anodizado arquitectónico

Actualmente se emplea mucho el aluminio en las edificaciones, en componentes tales como marcos para ventanas, herrajes para puertas, balaustradas y paneles para revestimientos exteriores de estructuras metálicas.

En el anodizado destinado para fines arquitectónicos se aplican películas gruesas del orden de los 16 a 30 micras, que resulta ser necesarios para satisfacer a las severas condiciones de exposición a la intemperie combinadas con la poca frecuente limpieza.

Las películas anódicas pueden laquearse para conseguir protegerlas contra el deterioro que se produce durante el almacenado y la instalación, contra la influencia del contacto con el cemento húmedo y también con el objeto de aumentarle la resistencia contra la exposición a la intemperie.



Figura 2.14. Anodizado arquitectónico

Acabados resistentes a la corrosión

Con frecuencia se emplea el procedimiento con ácido crómico en aquellos casos en que se precisa una elevada resistencia a la corrosión en donde la protección resulta ser el fin primordial. [5]



Figura 2.15. Anodizado resistente la corrosión

2.5. Sol-Gel

2.5.1. Definición

Este proceso consiste básicamente en la formación de redes compuestas por elementos orgánicos e inorgánicos obtenidos a través de dos reacciones químicas simultáneas que son la hidrólisis y la condensación, éstas se inician a partir de una solución homogénea de alcóxido, disolvente, agua y un catalizador, este último puede o no ser usado, y lo anterior depende básicamente del tipo de material y su aplicación final.

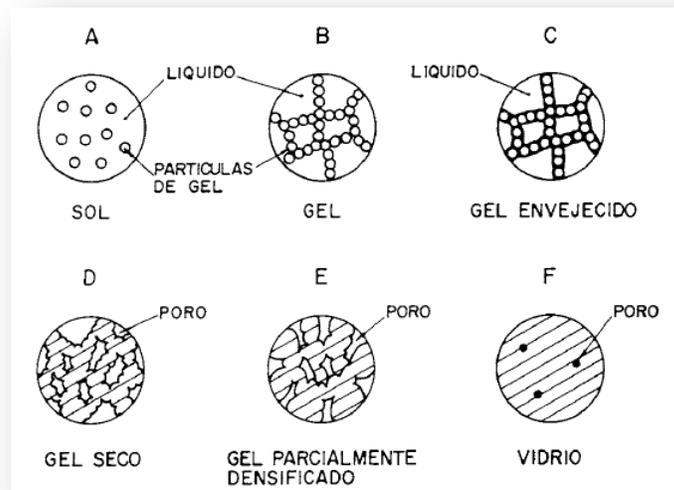


Figura 2.16. Esquema de la evolución del sol-gel.

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

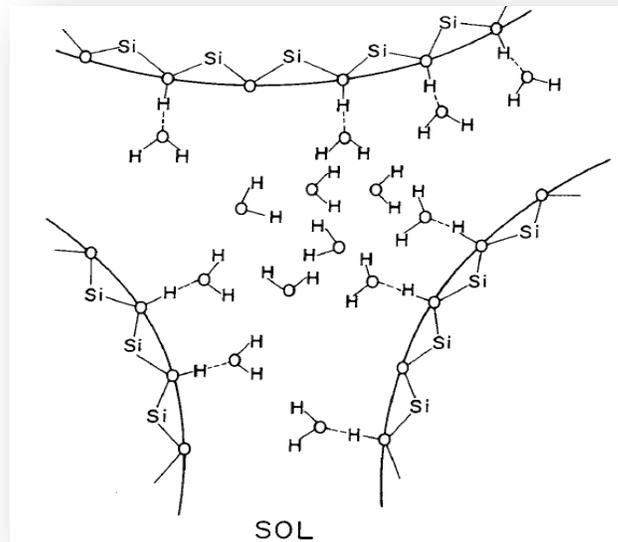


Figura 2.17. Representación esquemática de las moléculas de agua que se sitúan entre las partículas coloidales de un sol.

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

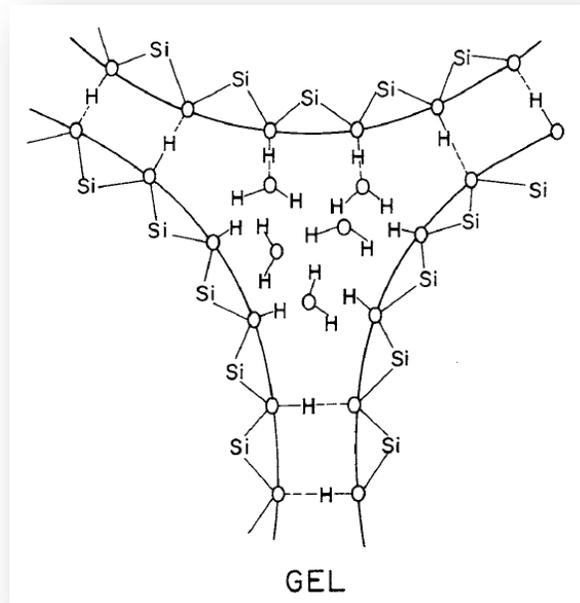


Figura 2.18. Representación esquemática de un oro cerrado formado durante la densificación del gel.

2.5.2. Ventajas

- Control de la pureza de los reactivos, del grado de homogeneidad de la mezcla de precursores, y de la microestructura (uniformidad y distribución de tamaños de partículas).
- La posibilidad de fabricación en formas útiles no tradicionales (fibras, películas delgadas, burbujas, elementos ópticos, etc.) con propiedades muy controladas.
- Otra importante innovación que aporta el procedimiento sol-gel es la de poder preparar a temperaturas bajas, materiales muy puros, con alto grado de homogeneidad, que no siempre pueden conseguirse por los métodos tradicionales.

2.5.3 Desventajas

- A pesar de que su proceso es a bajas temperaturas, el costo del proceso es alto. Ya que los precursores son caros además de una limitada escala de producción.
- Otra desventaja de este proceso es que aún no hay mucha relación entre los desarrollos tecnológicos y el proceso sol-gel.
- El tiempo de consumo es largo y particularmente requiere cuidado y control del secado.

Estas significativas limitaciones hacen énfasis en la necesidad de optimizar los materiales sol-gel, explotar todas sus ventajas al máximo y aprovechar sus propiedades al máximo en diferentes aplicaciones. [6]

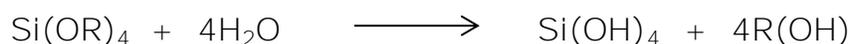
Los principales precursores son los alcóxidos metálicos, estos alcóxidos pueden tener composición muy diferente, pero de forma genérica se describen de la siguiente expresión:



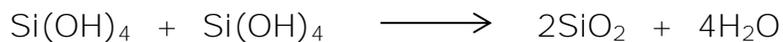
Donde, **M es un metal o metaloide (Si, Ti, Zr,...)**, **R es un grupo alquilo:** metilo (-CH₃), etilo (-C₂H₅), propilo (-C₃H₇)... y **n es el grado de oxidación del metal.**

Estos alcóxidos en presencia de catalizadores ácidos o básicos reaccionan con agua a un pH determinado dando lugar a reacciones de hidrólisis y policondensación. [6]

Hidrólisis:



Policondensación:



Los pasos involucrados en el proceso sol-gel se describen a continuación:

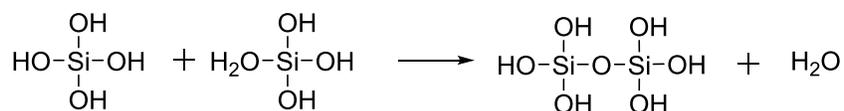
- a) Mezclado: un precursor alcóxido (como el TEOS) es hidrolizado al mezclarse con agua tal como ocurre en la reacción 1. La silica hidratada en la reacción de condensación forma enlaces Si-O-Si, tal como se observa en la reacción 2.
- Se forman enlaces adicionales entre el Si y los iones hidroxilo (Si-OH) conforme la reacción de policondensación ocurre y eventualmente resulta en una red de SiO₂, tal como se observa en la reacción 3. El Agua y el alcohol liberado de la reacción en forma de productos, permanecen en los poros de la red.
- b) Gelación: Con el tiempo, las partículas coloidales y las especies de silica condensadas forman vínculos hasta formar una red tridimensional. La característica física de la red depende en gran medida del tamaño de la partícula y del número de enlaces formados.
- c) Envejecimiento: También conocido como sinéresis, involucra el mantenimiento del vaciado por un periodo de tiempo largo, desde horas hasta días, inmerso en el líquido. Durante el envejecimiento, la policondensación continua, lo cual incrementa el espesor de los vínculos y decrece la porosidad. La resistencia del gel también incrementa con el añejamiento. Un gel añejado debe de desarrollar la suficiente resistencia para evitar agrietamiento durante el secado.
- d) Secado: Durante el secado el líquido es removido de los poros de la red. Gran cantidad de esfuerzo capilar es generado durante el secado cuando los poros son menores a 20nm. Este esfuerzo, causará que el gel se agriete catastróficamente a menos que el proceso de secado sea controlado por alguno de los métodos siguientes: (a) disminución de la energía superficial al agregar surfactantes o eliminando los poros pequeños; (b) por evaporación hipercrítica, la cual evade las interfaces del líquido sólido; (c) manteniendo pequeña la distribución de tamaño de poro al controlar la velocidad de hidrólisis y de condensación.
- e) Densificación: El calentamiento del gel poroso a alta temperatura causa que la densificación ocurra. Los poros son eliminados, y la

densidad última es alcanzada. La temperatura de densificación depende en gran medida del tamaño del poro, la conectividad de los poros y el área superficial de los mismos. [7]

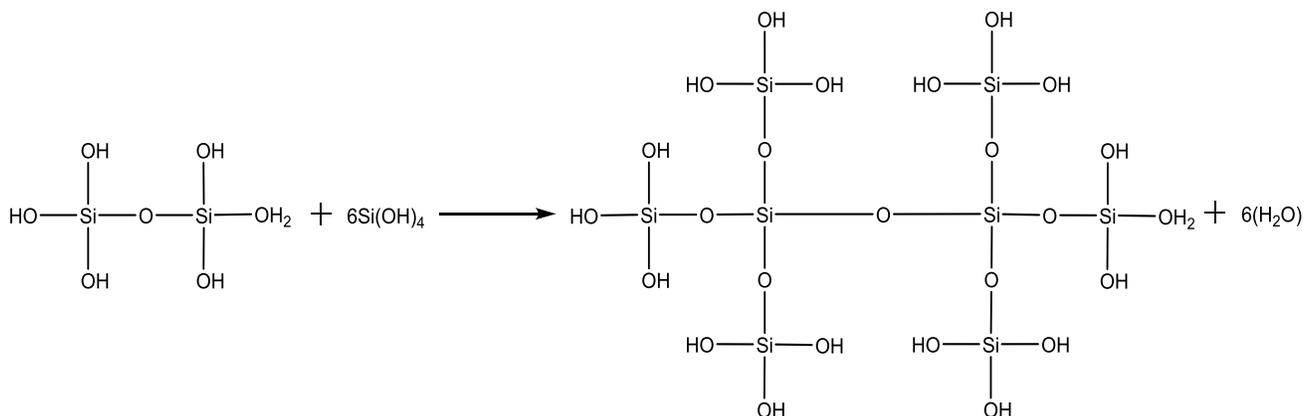
Reacción 1: Hidrolisis



Reacción 2: Condensación



Reacción 3: [7]



2.6. Inhibidores

2.6.1. Definición

Se denomina inhibidor de corrosión a aquella sustancia que añadida en cantidades muy pequeñas a un reactivo corrosivo, disminuye o elimina su agresividad frente al metal. Los inhibidores de corrosión, son productos que actúan ya sea formando películas sobre la superficie metálica, tales como los molibdatos, fosfatos o etanolaminas, o bien entregando sus electrones al medio.

También se puede denominar a un inhibidor como cualquier constituyente de una fase cuya presencia no es esencial para que suceda un proceso electroquímico, pero que produce un retardo del mismo, al modificar el estado superficial del material metálico. En cierto sentido, un inhibidor puede considerarse como lo opuesto a un catalizador.

2.6.2. Características de los inhibidores de corrosión

Los inhibidores de corrosión cumplen con las siguientes características, principalmente:

- Revisten químicamente y/o físicamente las superficies metálicas.
- Forman una barrera que aísla la humedad de la superficie metálica.
- Forman una barrera para excluir el aire (oxígeno) de la superficie metálica.
- Pueden neutralizar la acidez o alcalinidad de la superficie.

2.6.3. Clasificación de inhibidores

La inhibición puede aplicarse a cualquier sistema que sufre corrosión. Existe un gran número de sustancias capaces de actuar como inhibidores. Los inhibidores solían ser sustancias químicas naturales, luego comenzaron a emplearse distintos productos químicos y, más recientemente, al comprobar que varios grupos funcionales de la química orgánica poseían propiedades inhibidoras, se descubrió una fuente inagotable de inhibidores potenciales.

La tabla 2.3 presenta una clasificación general de los inhibidores en función de sus características físico-químicas. [8]

Tabla 2.3. Clasificación de Inhibidores

Clasificación	Tipo de inhibidor
Por su composición	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Aniones orgánicos ✓ Cationes inorgánicos ✓ Moléculas inorgánicas ✓ Moléculas orgánicas
Por su mecanismo	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Inhibidores de interfase ✓ Inhibidores de membrana ✓ Neutralizadores ✓ Captadores de oxígeno
Por su aplicación	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Inhibidores de decapado ✓ Inhibidores en soluciones alcalinas. ✓ Inhibidores para soluciones de cloruros. ✓ Inhibidores para agua de caldera. ✓ Inhibidores para agua potable ✓ Inhibidores para anticongelantes. ✓ Inhibidores para pinturas. ✓ Inhibidores para productos petrolíferos.
Por el proceso parcial que interfieren	<ul style="list-style-type: none"> ✓ Inhibidores anódicos ✓ Inhibidores catódicos ✓ Inhibidores mixtos

Para esta tesis se usaron inhibidores inorgánicos, los inhibidores de corrosión inorgánicos son sales que forman una película protectora, neutralizando las sales disueltas en el agua e impidiendo su incrustación. Se suele utilizar sal de molibdeno mezclada con nitritos o fosfatos. Otra característica a destacar es que dichos inhibidores en su gran mayoría son tóxicos.

2.6.4. Mecanismo de protección

Se acepta, generalmente, que el efecto beneficioso de un inhibidor es el resultado de una de las formas de actuación siguientes:

a) Adsorción de una película delgada, muchas veces monomolecular, sobre la superficie del material metálico sujeto a corrosión. Pueden presentarse tres casos:

- Si la capa es monomolecular, como la formada por las aminas o compuestos disociados que se adsorben en forma iónica, se denominan inhibidores de interfase, que pueden ser, a su vez, anódicos o catódicos.
- Si la capa se desarrolla en espesor para formar una capa polimolecular o un compuesto, se les llama inhibidores de membrana, como los formados por capas de conversión superficial.
- Si la reacción se produce no en la superficie, sino en la doble capa de difusión, se les llama de capa difusa, caso del $\text{Ca}(\text{OH})_2$ insoluble, que precipita formando una capa protectora.

b) Formación de una capa pasivante, a veces de naturaleza desconocida y tan delgada que resulta inapreciable, conocidos como inhibidores pasivantes, que resultan muy eficaces. Estos inhibidores son de tipo anódico y se aplican exclusivamente para facilitar la pasividad de los metales pasivables.

c) Modificación de las características corrosivas del medio, a través de la eliminación o desactivación del constituyente agresivo del mismo: neutralizantes en medios ácidos. Se denominan captadores de oxígeno.

Dado el carácter electroquímico de los fenómenos de corrosión que se desarrollan a temperatura ambiente y moderada, estas formas de actuación de los inhibidores se traducen en impedimentos a la realización de los procesos parciales, anódicos o catódicos del proceso global de corrosión. Como ambas reacciones tienen lugar en cantidades equivalentes, la limitación de una de ellas se refleja, en igual magnitud, en el ataque. [8]

2.7. Caracterización de Materiales

Microscopio Electrónico de Barrido (MEB) o Scanning Electron Microscope (SEM)

2.7.1. Definición

Este instrumento permite observar la topografía de una muestra utilizando los electrones secundarios producidos por la interacción de un haz de electrones de alta energía con la muestra.

Además de la emisión de electrones secundarios, la interacción haz-muestra produce otras señales como: retrodispersión de electrones, producción de rayos X, electrones Auger, cátodo luminiscencia (figura 2.19). Los microscopios electrónicos recientes combinan una serie de detectores para analizar las distintas señales que se generan.

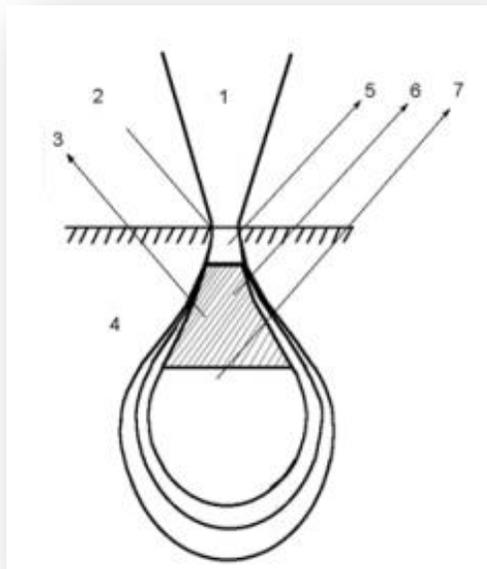


Figura 2.19. Señales que genera el haz de electrones

Señales generadas por la interacción del haz de electrones con una muestra.

1. Haz incidente.
2. Electrones Auger.
3. Cátodo luminiscente.
4. Muestra
5. Electrones secundarios.
6. Electrones retrodispersados
7. RX característicos.

Para formar la imagen en un microscopio electrónico de barrido se utiliza la señal de electrones secundarios; que son generados por la interacción inelástica del haz primario con la muestra. En la siguiente figura se muestra un esquema de un microscopio electrónico de barrido.

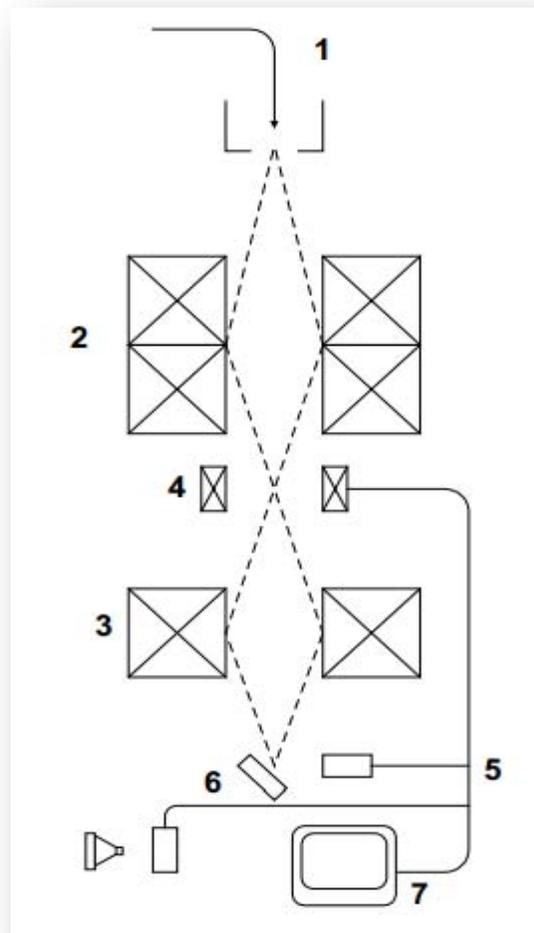


Figura 2.20. Imagen del MEB

Los elementos que lo conforman son:

- a. Cañón de electrones.
 - b. Lente condensador.
 - c. Lente Final.
 - d. Bobinas deflectoras.
 - e. Detector de electrones secundarios.
 - f. Muestra
 - g. Tubo de rayos catódicos.
- [9]

2.7.2. Principales aplicaciones

Las aplicaciones del microscopio electrónico de barrido son muy variadas, y van desde la industria petroquímica o la metalurgia hasta la medicina forense. Sus análisis proporcionan datos como textura, tamaño y forma de la muestra.

Entre las áreas de aplicación de esta técnica, se pueden mencionar:

Geología

Investigaciones geomineras, cristalográficas, mineralógicas y petrológicas. Estudio morfológico y estructural de las muestras.

Estudio de materiales

Caracterización microestructural de materiales. Identificación, análisis de fases cristalinas y transiciones de fases en diversos materiales tales como metales, cerámicos, materiales compuestos, semiconductores, polímeros y minerales. Composición de superficies y tamaño de grano. Valoración del deterioro de materiales, determinación del grado de cristalinidad y presencia de defectos. Identificación del tipo de degradación: fatiga, corrosión, fragilización.

Metalurgia

Control de calidad y estudio de fatiga de materiales, características texturales. Análisis de fractura (fractomecánica) en materiales.

Odontología

En este campo son muchas las aplicaciones de las caracterizaciones morfológicas que se pueden realizar con el microscopio electrónico de barrido.

Una aplicación específica de este microscopio se obtiene al estudiar la direccionalidad de las varillas del esmalte dental. Además se pueden analizar a través del SEM las alteraciones causadas por los ácidos producidos por la entrada de microorganismos y restos alimenticios en las superficies vestibulares de los dientes anteriores, ya que sobre ellos se produce la retención de los materiales odontológicos en fracturas, fisuras.

Paleontología y Arqueología

Caracterización de aspectos morfológicos.

Control de Calidad

En este campo, el microscopio electrónico de barrido es de gran utilidad para el seguimiento morfológico de procesos y su aplicación en el control de calidad de productos de uso y consumo. Algunas industrias que lo utilizan son:

Fibras

En fibras textiles el microscopio electrónico de barrido se utiliza para examinar:

- Detalles superficiales de fibras.
- Modificaciones en las formas de las fibras o en detalles superficiales.
- Dañado de fibras.
- Construcción de hilos y tejidos.
- Fractografía de fibras rotas por diferentes causas.
- Urdimbre.
- Dimensiones de características de fibras desde diferentes ángulos.

Peritajes

Estudios de muestras de cualquiera de las áreas antes mencionadas.

Medicina Forense

Análisis morfológico de pruebas.

Botánica, Biomedicina y Medicina

Estudio morfológico.

Obras de arte

Estudio químico y estructural de obras de arte, alteración de monumentos, control de calidad, identificación de pigmentos (restauración, autenticación).

Peritaciones Caligráficas

Estudio de trazos.

Electrónica

Control y calidad de partes electrónicas. [10]

2.7.3. Ventajas

- Mayor resolución.
- Mayor número de señales, mayor información.
- Imagen de detalles profundos de la superficie de la muestra: 3D

2.7.4. Desventajas

- Costos
- Destrucción de la muestra: fijación y secado
- Personal especializado (tiempo de especialización)

Espectroscopia de Impedancia Electroquímica (EIS)

2.7.5. Definición

La técnica de espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS, por sus siglas en inglés) es un método electroquímico utilizado en estudios de corrosión, el cual se basa en el uso de una señal de corriente alterna

(CA) que es aplicada a un electrodo (metal de corrosión) determinando la respuesta correspondiente.

En el procedimiento experimental más comúnmente usado, se aplica una pequeña señal de potencial (E) a un electrodo y se mide su respuesta en corriente (I) a diferentes frecuencias. No obstante, en ciertas circunstancias, es posible aplicar una señal pequeña de corriente y medir la respuesta en potencial del sistema. Así, el equipo electrónico usado procesa las mediciones de potencial como resultado de una serie de valores de impedancia correspondientes a cada frecuencia estudiada: esta relación de valores de impedancia y frecuencia se denomina **“espectro de impedancias”**.

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

$$E=IR \text{ (1)}$$

En donde E es en volts (V), I en amperes (A) y R en ohms (Ω). En el caso de una señal alterna la expresión equivalente es:

$$E=IZ \text{ (2)}$$

En la ecuación (2) Z representa la impedancia del circuito, con unidades de ohm (Ω). **Es necesario hacer notar** que a diferencia de la resistencia, la impedancia de un circuito de CA depende de la frecuencia de la señal que sea aplicada. La frecuencia (f) de un sistema de CA se expresa en unidades de Hertz (Hz) o número de ciclos por segundo (s^{-1}).

Los datos obtenidos en EIS son reportados por los equipos comerciales en una de dos formas:

- i) Módulo de impedancia ($|Z|$) y el ángulo de fase (Φ).
- ii) Componente real de la impedancia total (Z') y componente imaginaria de la impedancia total (Z'').

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

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

$$|Z|^2 = Z'^2 + Z''^2 \quad (3)$$

$$\tan(\Phi) = Z''/Z' \quad (4)$$

$$Z' = |Z| \cos(\Phi) \quad (5)$$

$$Z'' = |Z| \sin(\Phi) \quad (6)$$

2.7.6. Gráfico de Nyquist

También conocido como gráfico de plano complejo, corresponde a graficar Z'' vs Z' como se muestra en la siguiente figura.

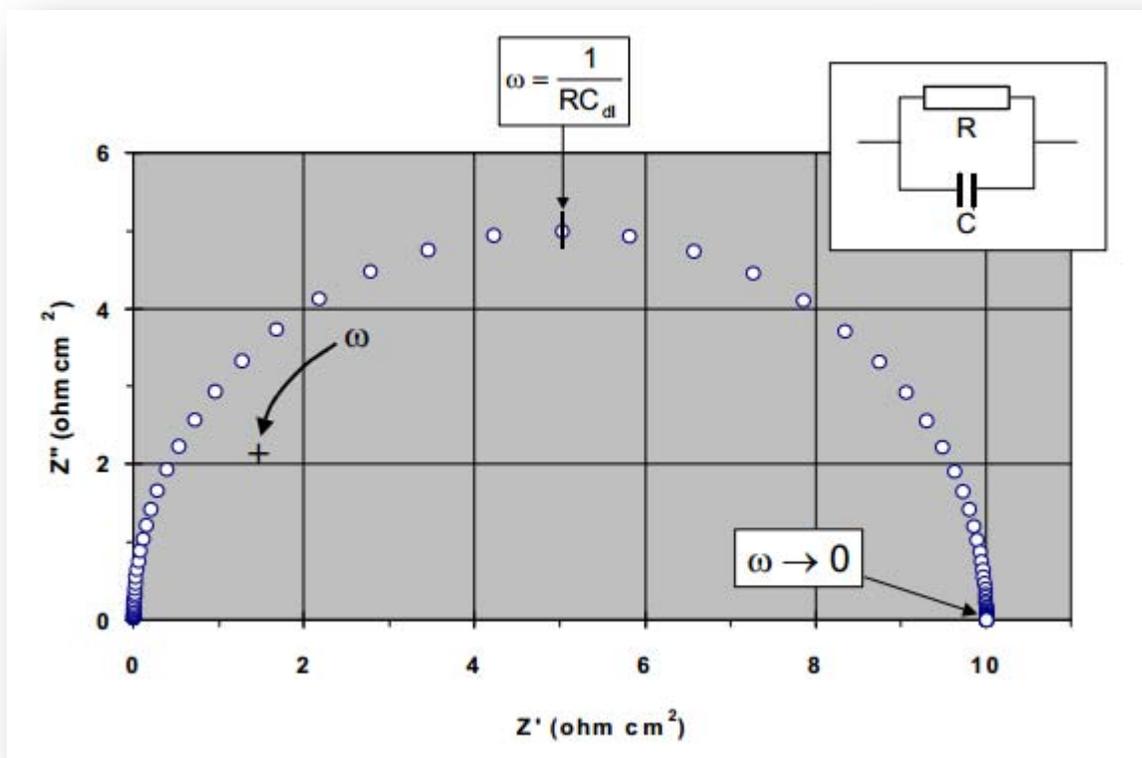


Figura 2.21. Componentes real (Z') e imaginario (Z'') de la impedancia total (Z) para un circuito en paralelo resistencia (R), capacitancia (C) a diferentes frecuencias. LA flecha indica la dirección en la cual aumenta la frecuencia.

2.7.7. Gráfico de Bode

Los gráficos de Bode son representaciones de diferentes parámetros de la impedancia contra frecuencia y existen diferentes variantes. Los gráficos de Bode más comunes son:

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

A diferencia de los gráficos de Nyquist, las representaciones de Bode contienen toda la información de un ensayo EIS, ya que las frecuencias se identifican claramente.

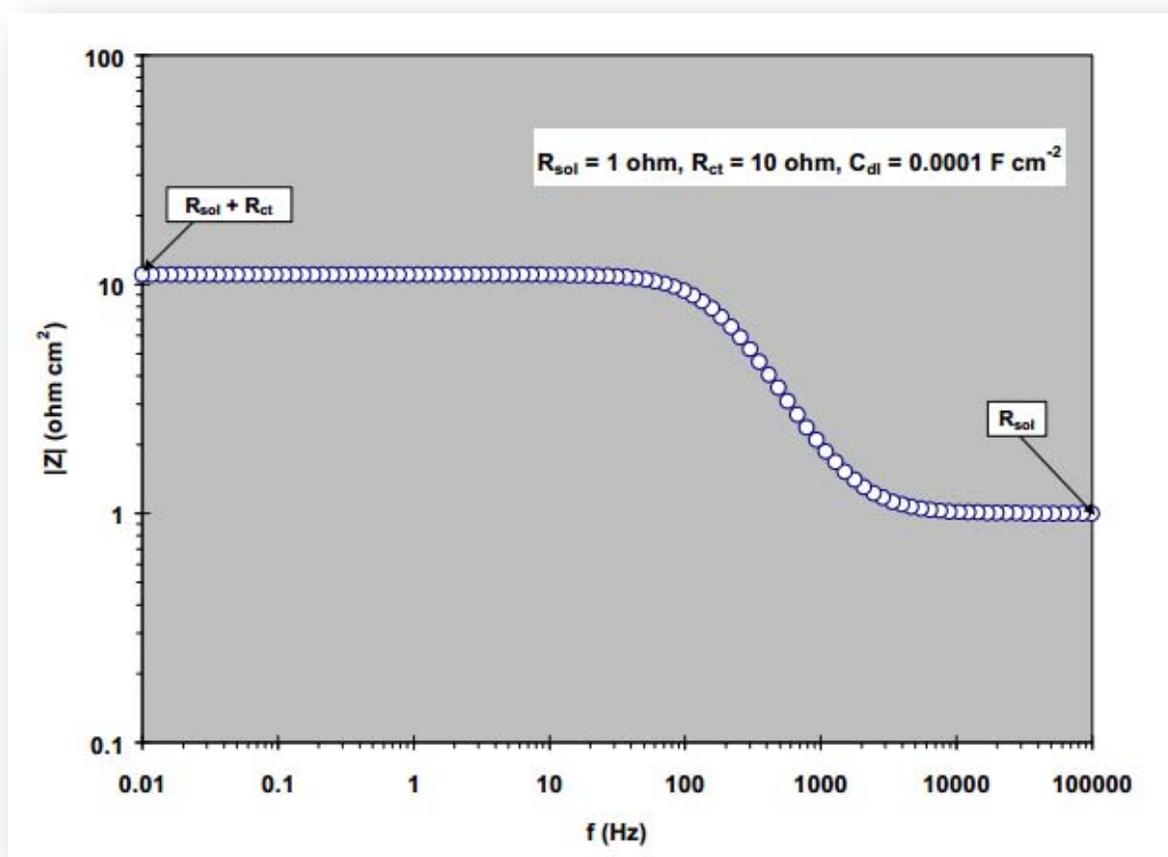


Figura 2.22. Gráfico de Bode de $|Z|$ vs f , correspondiente a la impedancia de circuito serie-paralelo a diferentes frecuencias, que considera R_{ct} , C_{dl} , R_{sol} .

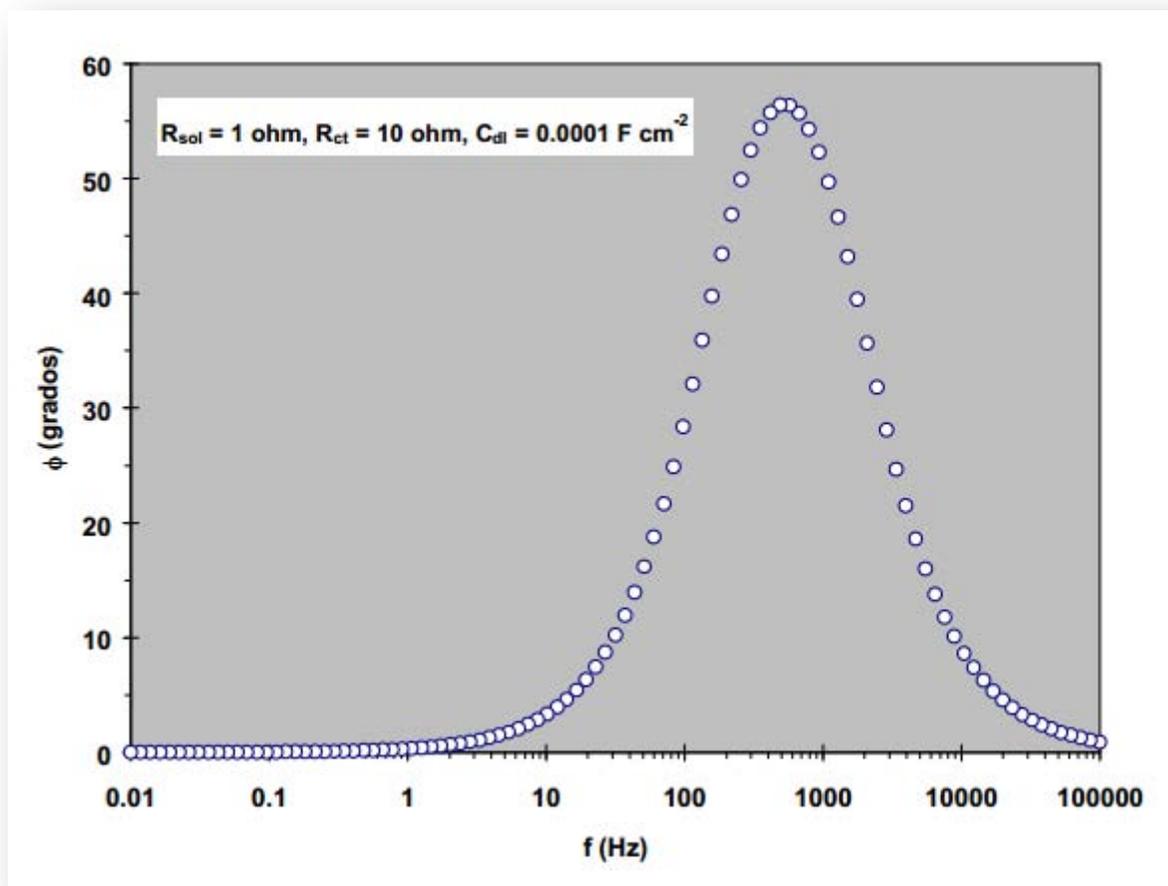


Figura 2.23. Gráfico de Bode de ángulo de fase (Φ) vs f , correspondiente a la impedancia de circuito serie-paralelo a diferentes frecuencias, que considera R_{ct} , C_{dl} , R_{sol} .

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

- Gráfico.
- Ajuste de los datos obtenidos, a la respuesta de circuitos eléctricos equivalentes. [11]

CAPÍTULO 3

HIPÓTESIS

HIPÓTESIS

Al aplicar la técnica de anodizado sobre la aleación de aluminio AA2024-T3 y al agregar inhibidores inorgánicos variando su concentración, al electrolito del anodizado, se espera obtener una estructura de anodizado que favorezca la fuerza de adherencia con el recubrimiento híbrido (sol-gel) depositado sobre su superficie. Por lo anterior, se espera obtener un sistema que sea resistente a la corrosión que proteja al sustrato de aluminio.

CAPÍTULO 4

OBJETIVOS

OBJETIVOS

4.1. Objetivos generales

Este proyecto tiene como principal objetivo desarrollar la estructura óptima del anodizado sobre aleaciones de aluminio AA2024-T3, para la incorporación del Sol-Gel con la intención de crear una barrera de transferencia de carga que disminuya en general el proceso de corrosión en el sustrato.

4.2. Objetivos particulares

Para lograr el objetivo general es necesario tomar en cuenta los siguientes aspectos.

1. Estudio y caracterización del proceso de anodizado por las técnicas de microscopía electrónica de barrido (SEM) y espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS).
2. Incorporación de un inhibidor al electrolito del anodizado, se probarán tres diferentes inhibidores inorgánicos y posteriormente con las técnicas de caracterización mencionadas en el punto anterior seleccionar el inhibidor que mejore la resistencia a la corrosión y por consiguiente obtener la estructura óptima del anodizado con inhibidor.
3. Incorporación del sol-gel al sustrato anodizado con inhibidor por medio de la técnica spin coating o centrifugado, posteriormente con el SEM caracterizar la superficie después de los tratamientos anteriores.
4. Determinar la resistencia a la corrosión en un medio salino de Na_2SO_4 0.1M de la aleación de aluminio AA2024-T3 después de los tratamientos anteriores.

CAPÍTULO 5

METODO EXPERIMENTAL

METODO EXPERIMENTAL

5.1. Preparación del sustrato

5.1.1. Acabado superficial

Se lijó el sustrato hasta obtener un acabado 1000, empezando por una lija comercial grado 220, pasando por una de 800 hasta llegar a la lija 1000.

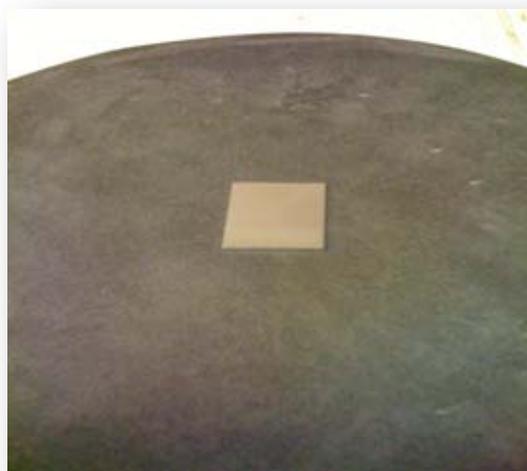


Figura 5.24. Sustrato sobre lija que da el acabado 1000

Una vez teniendo el acabado (figura 5.24) indicado, se prosiguió a meter éste en un baño ultrasónico para eliminar cualquier tipo de contaminante.

5.1.2. Decapado

Ya que la placa tuvo el acabado deseado, se sumergió en una solución de ácido fluorhídrico HF (Por fines de confidencialidad del grupo CENISA se omite el dato de la concentración). Se extrajo de la solución, se lavó con agua corriente y posteriormente se limpió mediante un proceso ultrasónico durante 5 minutos (figura 5.25).

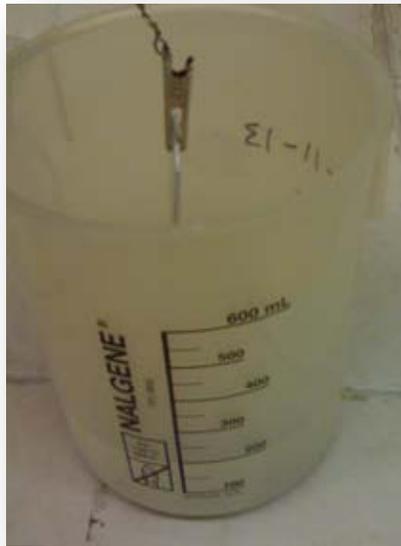


Figura 5.25. Recipiente en donde se llevó acabo el decapado con HF

5.2. Electrólisis (Anodizado)

Una vez que se tuvieron las placas con el acabado y decapado requerido, se continuó con el proceso de electrólisis, para conseguir el anodizado deseado. Para este proceso se necesitaron los siguientes elementos:

- a) Recipiente: es en donde se llevó a cabo la electrólisis: para nuestro proceso se utilizó un vaso de precipitados, para que las piezas no se tocaran y tuvieran una buena agitación.
- b) Fuente de alimentación eléctrica: es la que se reguló y aplicó la corriente eléctrica en una celda electroquímica; para este proceso se mantuvo constante la intensidad de corriente.
- c) Cátodo: para nuestro proceso este electrodo es una placa de aluminio comercial.

- d) Ánodo: este electrodo fue nuestro sustrato de estudio, la aleación de aluminio AA2024-T3.
- e) Electrolito: es una sustancia que contiene iones libres, los cuales se comportan como medio conductor eléctrico, para esta investigación se utilizaron 2 electrolitos ácidos:
- ✓ H_2SO_4 a diferentes concentraciones + H_2O (de 0.1 M a 1 M)
 - ✓ H_2SO_4 a diferentes concentraciones + $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (Ácido Oxálico) + H_2O (de 0.1 M a 1 M).
- f) Agitación: la agitación se mantuvo constante y se llevó a cabo con un agitador magnético.
- g) Tiempo de exposición: el tiempo de anodizado depende del espesor deseado, para este proceso se variaron los tiempos de exposición.
- h) Temperatura: la temperatura a la que se llevó a cabo el proceso fue a temperatura ambiente.

Para la instalación de los elementos anteriores, se colocó el recipiente con el electrolito y el agitador magnético en una parrilla con agitación. A continuación se conectó la fuente de alimentación a la corriente eléctrica.

Se asignó un cable rojo para el cátodo (polo negativo) y un cable negro para el ánodo (polo positivo) y se conectaron en la fuente de alimentación. En el otro extremo de cada cable se conectaron las placas; en el cable negro (ánodo) se conectó la aleación AA2024-T3 y en el cable rojo (cátodo) se conectó la placa de aluminio tal y como se muestra en la figura 5.25.

Una vez conectados los electrodos, se sumergió el ánodo y el cátodo en el electrolito. Después se encendió la fuente de alimentación y se programó una intensidad de corriente; ésta no se mantuvo constante

sino que osciló conforme transcurrió el tiempo, por esta razón se vigiló el proceso para que no variara la intensidad y así tener un anodizado uniforme.

Transcurrido el tiempo de electrólisis, se prosiguió a apagar la fuente de alimentación y a extraer los electrodos del electrolito, éstos se lavaron con agua destilada y se secaron (figura 5.26).



Figura 5.26. Proceso donde se llevó a cabo la electrólisis que está constituido por: una fuente de alimentación con dos electrodos, parrilla, vaso de precipitados y dos soportes para sostener los electrodos. La fuente de alimentación regula la intensidad de corriente, la parrilla es para mantener agitación constante con un agitador magnético y el baño de agua es para mantener la temperatura.

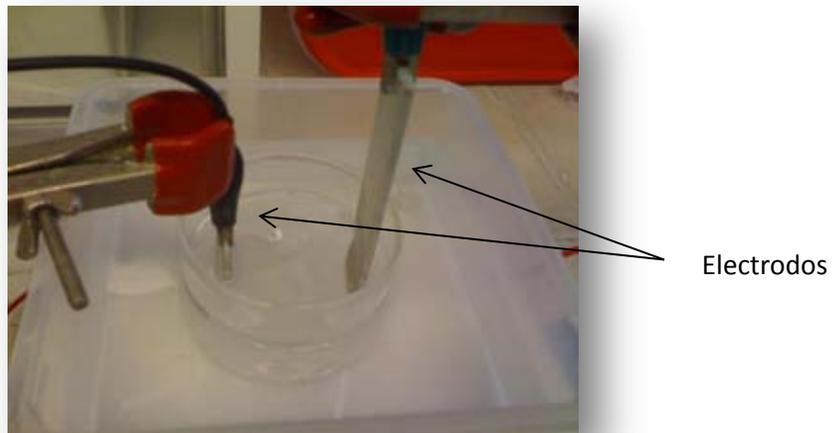


Figura 5.27. Los electrodos (ánodo y cátodo) son fijados por caimanes y pinzas

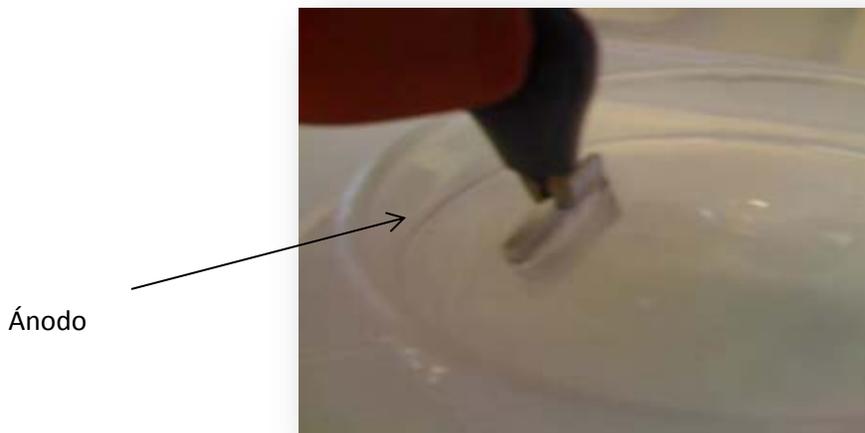


Figura 5.28. En la figura se observa el ánodo, en este se lleva cabo el proceso de anodizado sobre el sustrato

5.3. Sellado

Este proceso se usó para cerrar los poros del anodizado, para esto la placa anodizada se sumergió en agua hirviendo durante 15 minutos (figura 5.29).



Figura 5.29. El sellado de sustrato anodizado se llevó a cabo en un vaso de precipitados lleno de agua sobre una parrilla que suministraba la energía para hacer hervir el agua.

5.4. Incorporación de un Inhibidor al electrolito.

Para esta etapa se incorporaron tres inhibidores en el electrolito de H_2SO_4 , los cuales son:

- Fosfato de sodio
- Vanadato de sodio
- Molibdato de sodio

(Por fines de confidencialidad del grupo CENISA se omiten los datos de la concentración)

Esto se realizó con la finalidad de aumentar la capa anodizada, por ende aumentar la resistencia a la corrosión.

5.5. Incorporación del Sol-Gel al sustrato anodizado.

El método de síntesis del sol-gel requiere la preparación de dos disoluciones para generar el recubrimiento el cual se describe a continuación.

a) Preparación de la primera solución.

Colocar en un vaso de precipitados con una barra magnética y añadir etilacetoacetato. Gota a gota se añadió propóxido de zirconio IV. Se sometió a agitación magnética por 20 min. Una vez transcurrido este tiempo se acopló la sonda sónica, se encendió el equipo y se agitó por 90 min.

b) Preparación de la segunda solución.

Se colocó en un vaso de precipitados nuevamente un agitador magnético con isopropanol; gota a gota se añadió 3-glicidoxipropiltrimetoxisilano. Se agitó magnéticamente por 60min, se cubrió el vaso de precipitados con parafilm.

c) El sol final se sintetizó al añadir la primera solución con la segunda solución gota a gota con agitación magnética y ultrasónica por 60 min.

d) Se dejó envejecer el sol 3 por al menos 24h. [12]

El sol gel se depositó en el sustrato anodizado por medio de la técnica spin coating o centrifugado. Esta es una técnica muy utilizada en laboratorios, que consiste en aplicar uniformemente capas finas en sustratos planos. En el proceso, se deposita una cantidad encima del sustrato y se rota éste a una velocidad aproximada de 20,000 rpm por 28 s para distribuir uniformemente esta capa por fuerza centrífuga. La rotación continúa hasta que el fluido se desplaza hasta los bordes del

sustrato, y hasta que se consigue el espesor de capa deseado. El disolvente utilizado en la técnica normalmente es volátil y se evapora, quedando definitivamente la capa de material en el sustrato, cuyo espesor depende de la velocidad de giro, el material depositado y el disolvente.

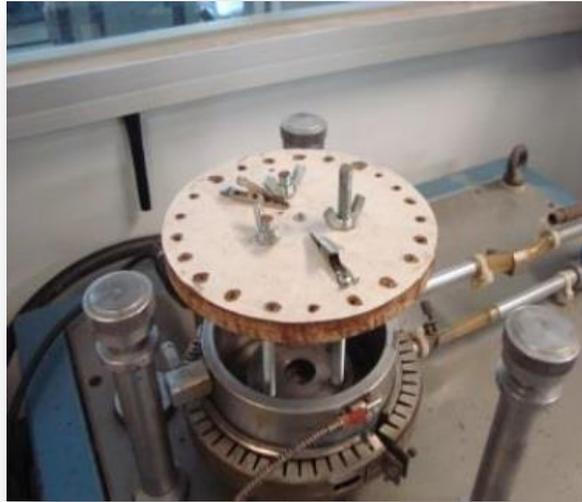


Figura 5.30. Imagen del equipo con el que se realiza el proceso de centrifugado (spin coating).

Este proceso de spin coating puede resultar en ocasiones difícil con algunos materiales, debido a la posible absorción de humedad ambiental, por lo que controlar estrictamente las condiciones de deposición mediante atmósfera inerte es muy recomendable para evitar la adsorción de humedad, y sus principales ventajas son eficiencia en costes, sólo un número limitado de parámetros tienen que ser controlados, bajo mantenimiento, facilidad de operación y adaptabilidad a una variedad de diferentes procesos. [13]

En la figura 5.31 se presenta el esquema general de todo lo descrito con anterioridad.

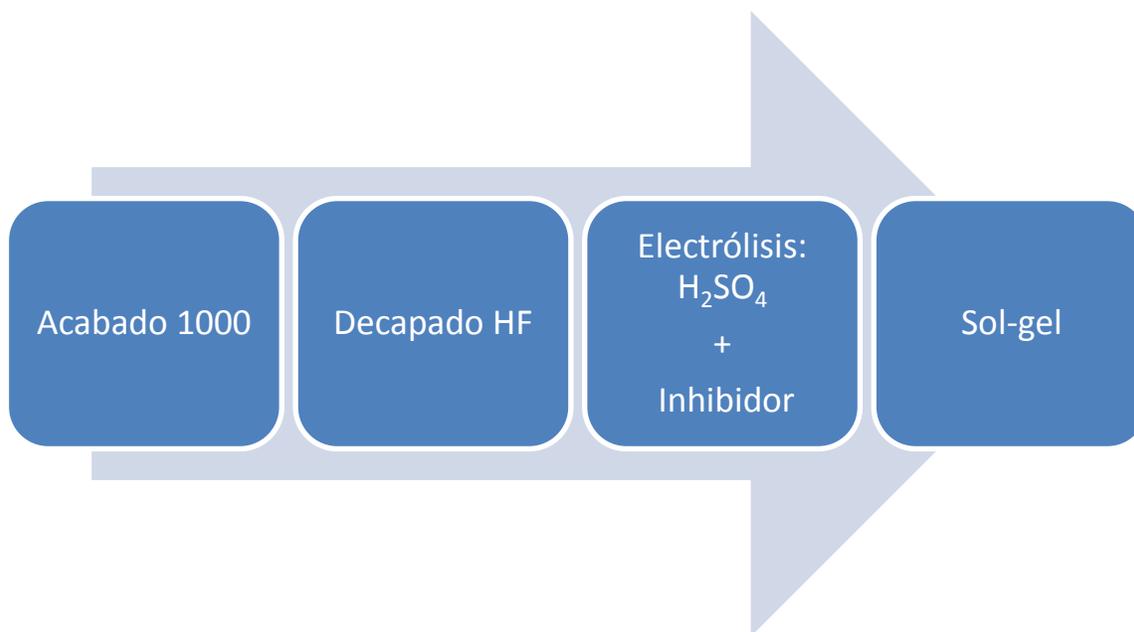


Figura 5.31. Proceso del recubrimiento completo

5.6. Pruebas de corrosión

A cada muestra se le realizaron pruebas de corrosión, con el propósito de encontrar las condiciones adecuadas para aumentar la resistencia a la corrosión, estas pruebas se llevan a cabo en un medio salino utilizando una disolución de fosfato de sodio (Na_2PO_4) 0.1M.

Las placas se colocan en la base de una celda de acrílico, la placa se sujeta con un tornillo y un anillo de plástico que permite el contacto de la placa y la disolución salina.

Las celdas se colocan en una celda de Faraday para evitar interferencias del medio y con esto obtener las lecturas de impedancia electroquímica (figura 5.32).



Figura 5.32. Imagen en donde se llevaron a cabo las pruebas de EIS.

CAPÍTULO 6

DISCUSION DE RESULTADOS

DISCUSION DE RESULTADOS

6.1. Anodizado

6.1.1. Superficie

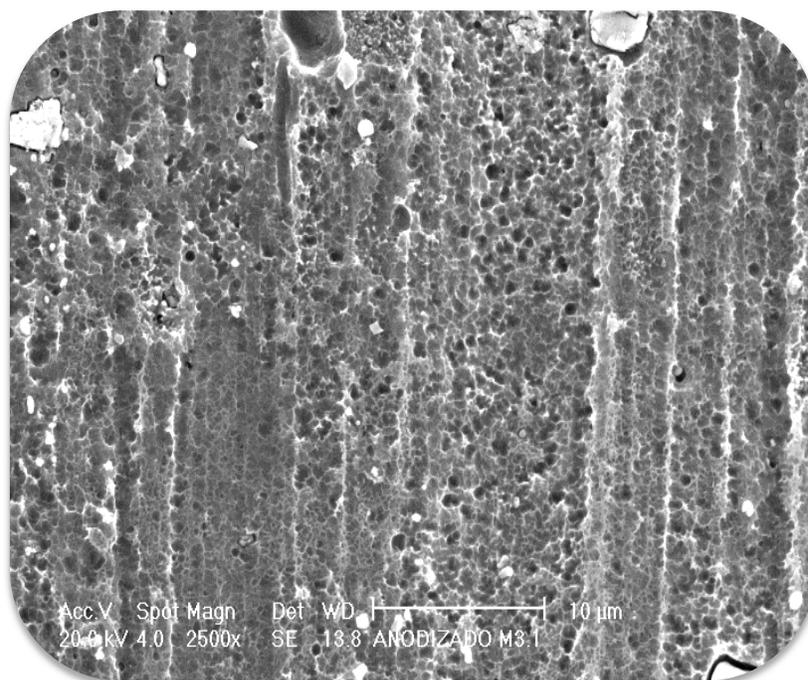
En las primeras pruebas se realizó la electrolisis sin condiciones específicas, observando que el anodizado era muy pobre. Por lo tanto, se encontraron en la literatura los tratamientos de decapado previos al anodizado con las siguientes condiciones con un acabado 220 y 1000:

- a) Decapado: NaOH-HCl ; Electrolito: H_2SO_4
- b) Decapado: NaOH-HCl ; Electrolito: $H_2SO_4 + H_2C_2O_4$
- c) Decapado: HF ; Electrolito: H_2SO_4
- d) Decapado: HF ; Electrolito: $H_2SO_4 + H_2C_2O_4$
- e) Decapado: NaOH- HNO_3 ; Electrolito: H_2SO_4
- f) Decapado: NaOH- HNO_3 ; Electrolito: $H_2SO_4 + H_2C_2O_4$

Se observó que el tratamiento (c) con un decapado de HF, acabado 1000 y usando un electrolito de H_2SO_4 , es el que cumplió la principal característica deseada, la cual era obtener una capa oxidada superficial uniforme a lo largo de la placa; esto se observa en las siguientes figuras, en las que se aprecia un anodizado homogéneo con un similar tamaño de poro en toda la superficie expuesta.



a)

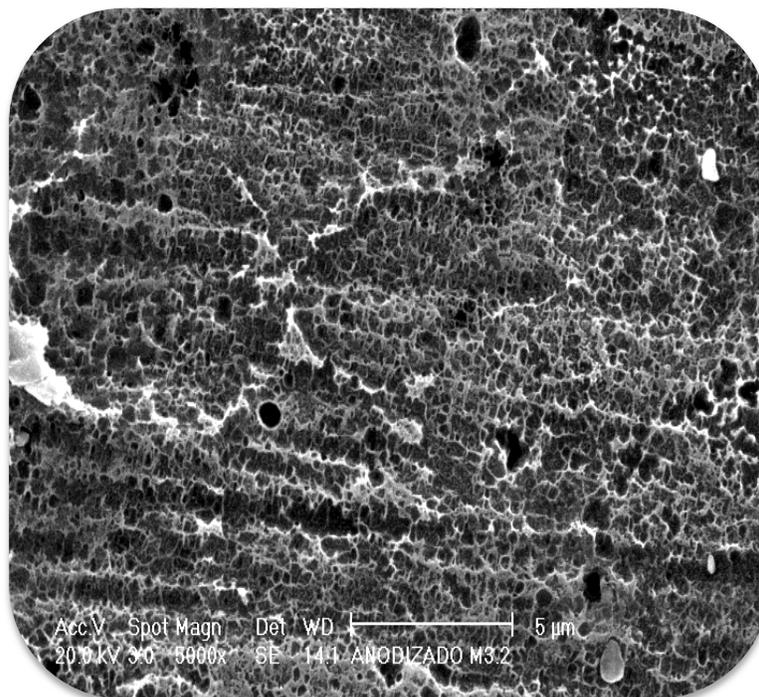


b)

Figura 6.33. Imágenes del sustrato anodizado con las condiciones: decapado de HF, acabado 220 y electrólisis de H_2SO_4 por una hora. En donde a) Imagen del sustrato; b) imagen del sustrato vista con SEM a 2500x.



a)



b)

Figura 6.34. Imágenes del sustrato anodizado con las condiciones: decapado de HF, acabado 1000 y electrólisis de H_2SO_4 por una hora. En donde a) Imagen del sustrato; b) imagen del sustrato vista con SEM a 5000x.

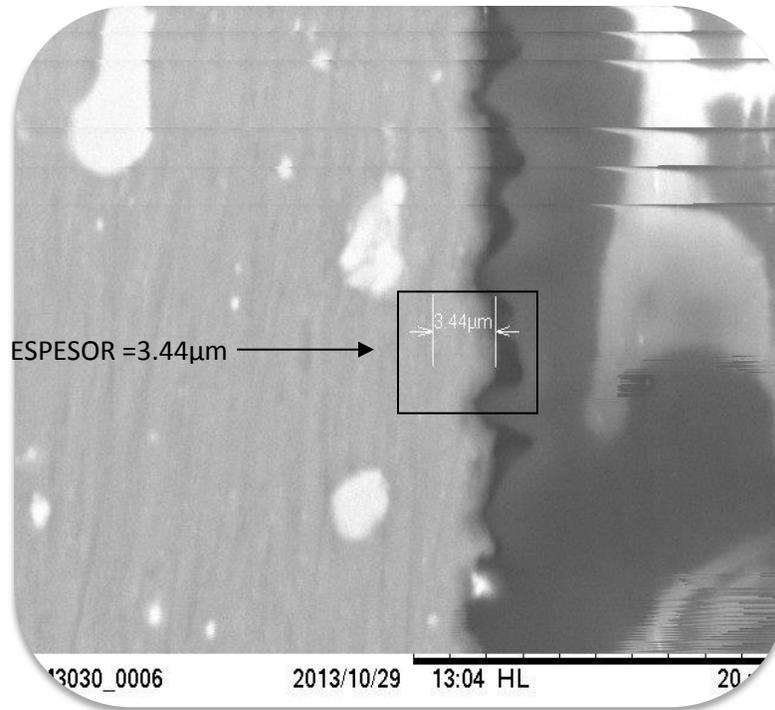
Las imágenes de los demás tratamientos se observan en el Anexo 1 con fines comparativos.

6.1.2. Espesor

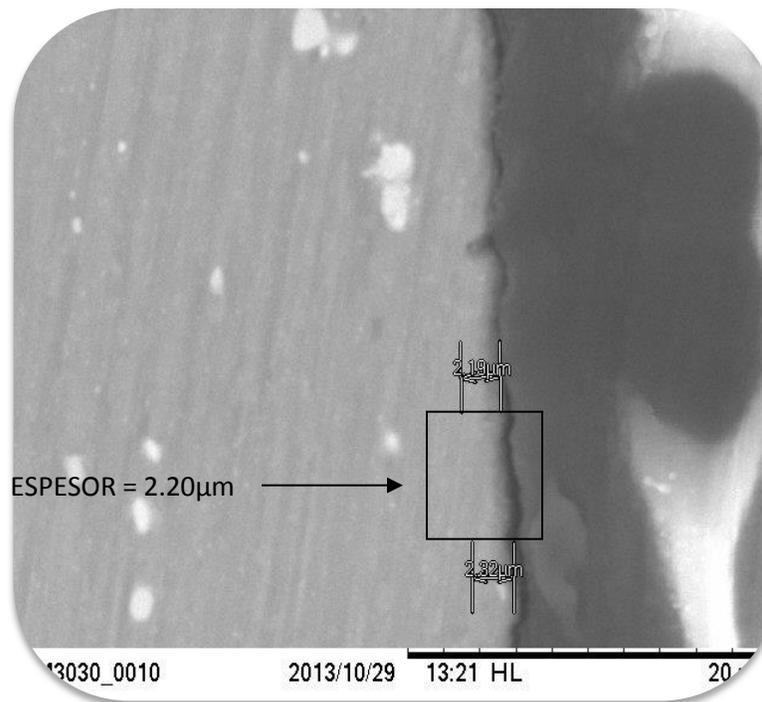
Una vez encontrado el mejor tratamiento, se realizaron pruebas a diferentes tiempos para obtener el espesor más adecuado (grosor, uniformidad y resistencia a la corrosión). A continuación se describen las condiciones empleadas.

- a) **Decapado: HF ; Electrolito: H_2SO_4 ; Acabado: 1000 ; Tiempo de electrolisis: 30 min**
- b) **Decapado: HF ; Electrolito: H_2SO_4 ; Acabado: 1000 ; Tiempo de electrolisis: 60 min**
- c) **Decapado: HF ; Electrolito: H_2SO_4 ; Acabado: 1000 ; Tiempo de electrolisis: 90 min**

El tratamiento número (b) con un decapado HF y con un electrolito de H_2SO_4 a un tiempo de 60 minutos, es el que cumplió con las características deseadas, lo que significó el máximo espesor de la capa anodizada que fue de casi 4 micrómetros con una máxima resistencia a la corrosión (gráfica 6.1), ya que a un tiempo de 30 y 90 minutos la capa anodizada presentó un comportamiento pobre posiblemente debido a que el sustrato al obtener espesores mayores se empezó a desprender ocasionando un espesor más delgado aunque el tiempo de exposición era mayor. Esto se puede observar en la siguiente imagen.



a)



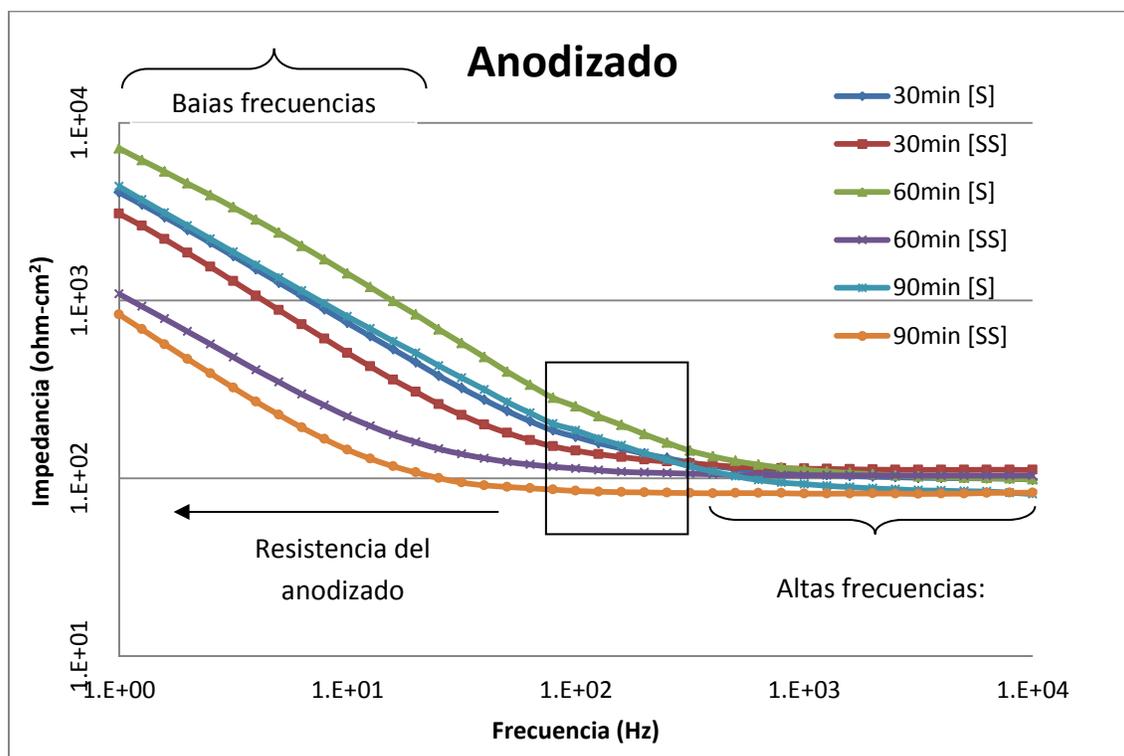
b)

Figura 6.35. Imágenes del espesor con condiciones del inciso (b), las cuales fueron las mejores. En donde a) imagen del espesor del sustrato sin sellar vista con SEM; b) imagen del espesor de la placa sellada vista con SEM.

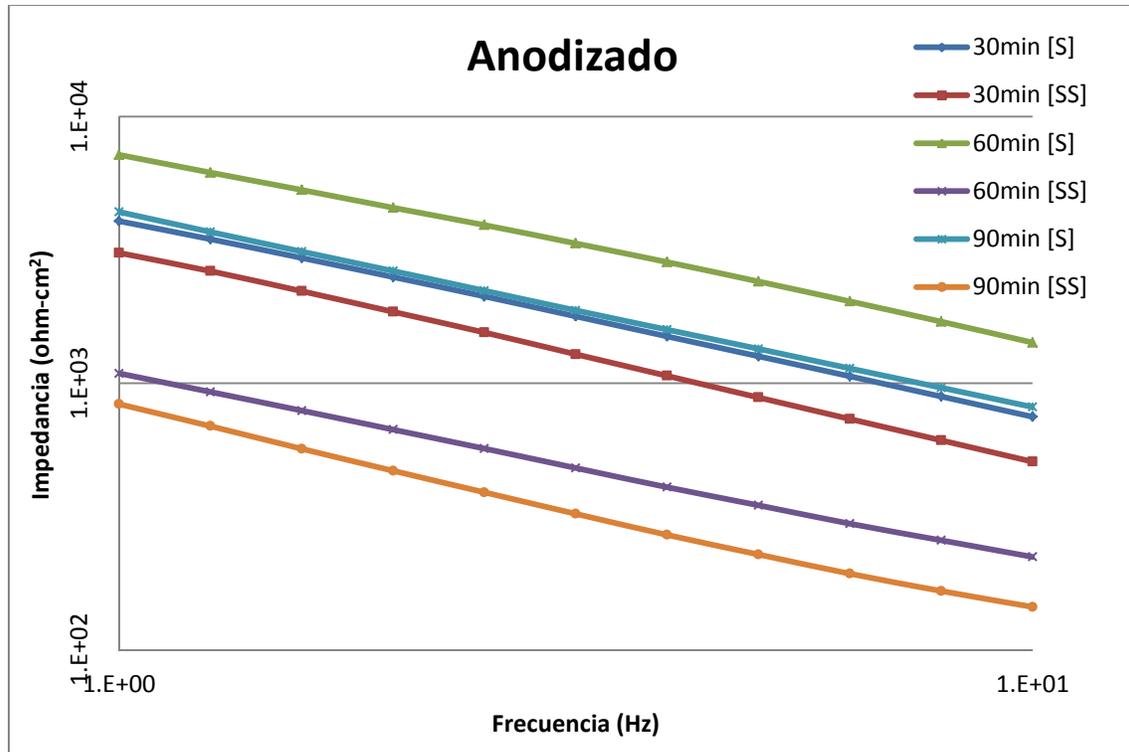
Las imágenes de los demás tratamientos se encuentran en el Anexo 1.

6.1.3 Prueba de Corrosion

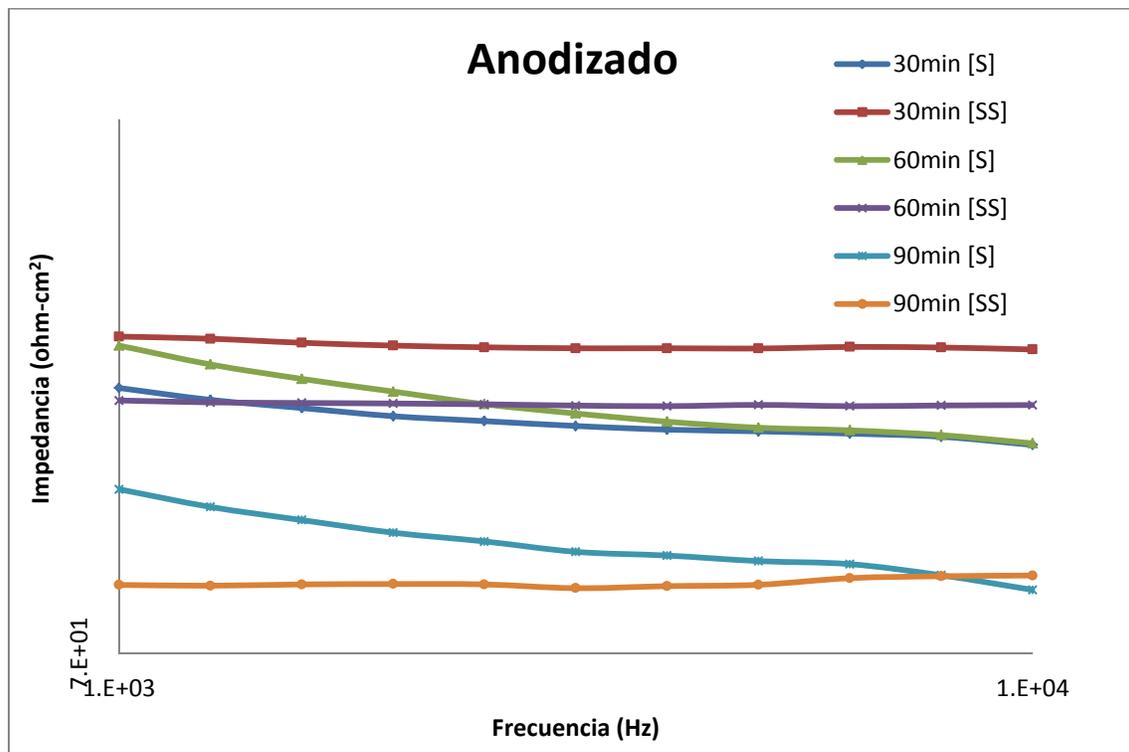
A continuación se muestran las gráficas de espectroscopia de impedancia electroquímica a diferentes tiempos de anodizado (decapado HF, Electrolito H_2SO_4) y a diferentes tiempos de impedancia.



Gráfica 6.1. Gráfica de Bode-impedancia del anodizado a diferentes tiempos de electrólisis, en donde se sumerge el sustrato anodizado a un medio salino agresivo de Na_2SO_4 0.1 M por un tiempo de cero horas. [S: sellado y SS: sin sellar]

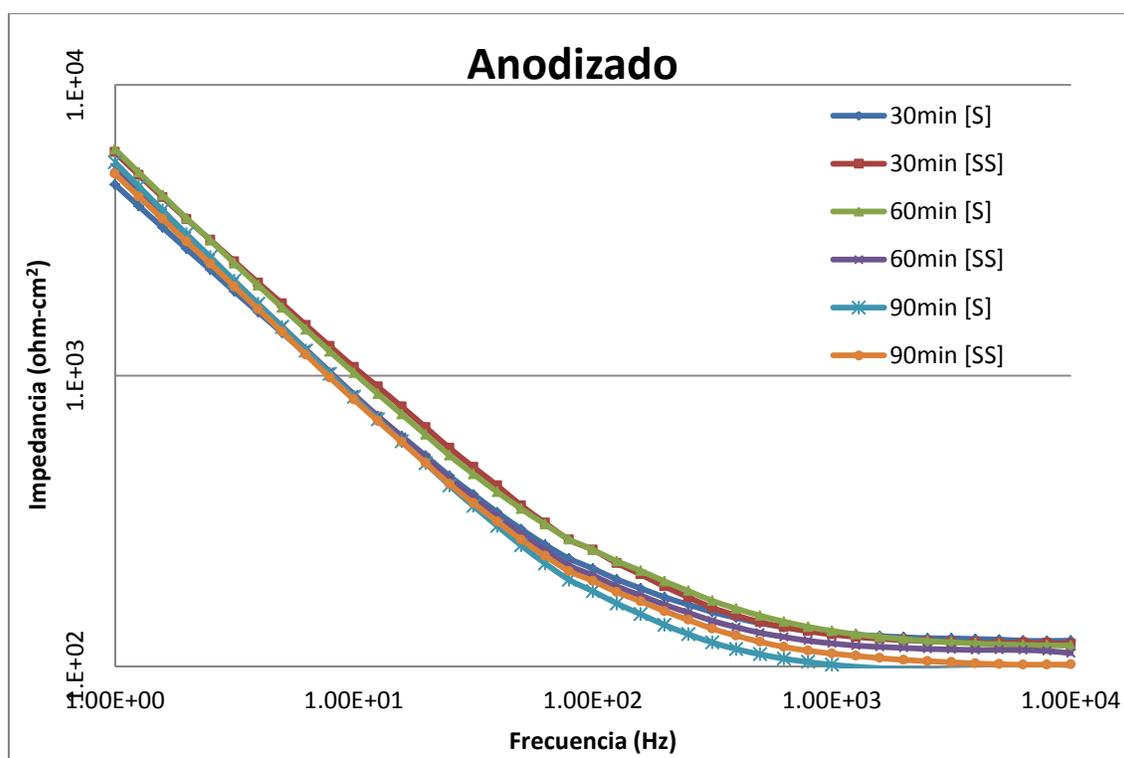


Gráfica 6.2. Gráfica en donde se muestra el acercamiento a bajas frecuencias de la gráfica 6.1.

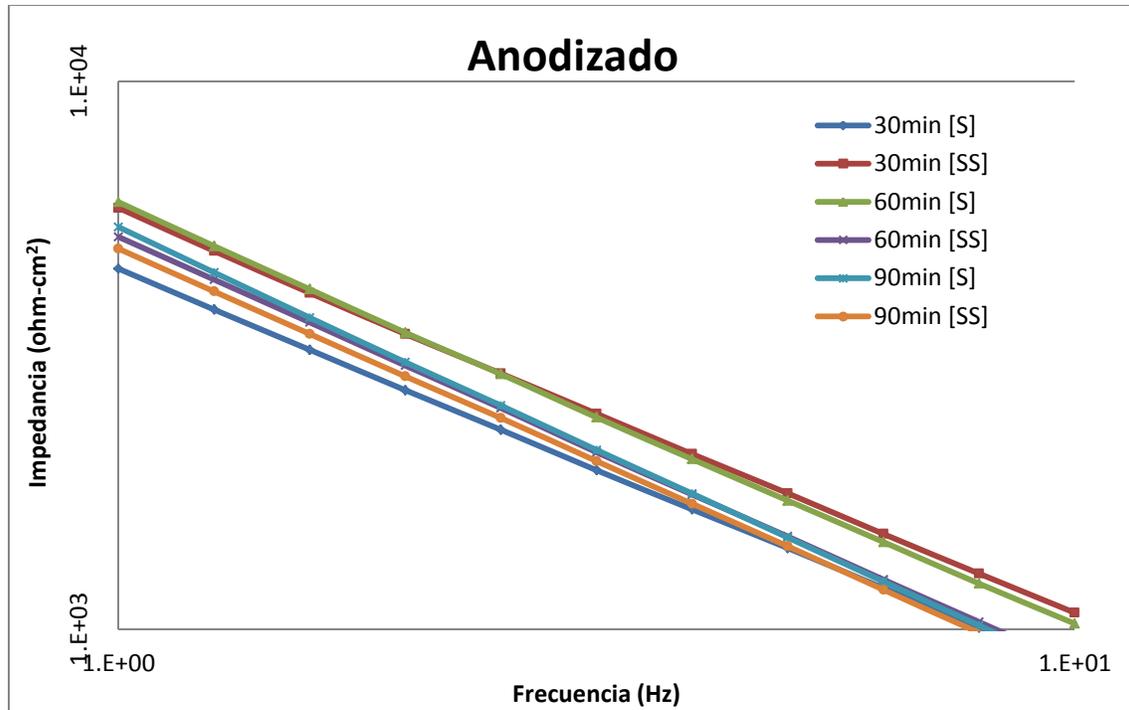


Gráfica 6.3. Gráfica en donde se muestra el acercamiento a altas frecuencias de la gráfica 6.1.

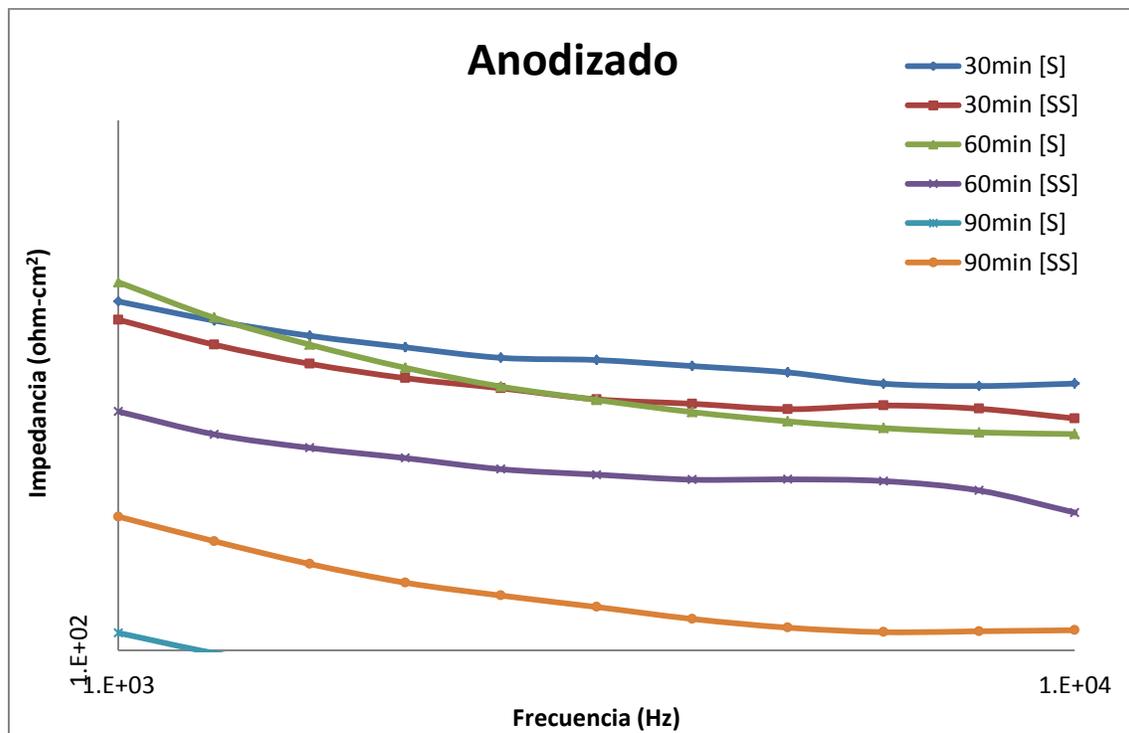
Se puede observar que a altas y a bajas frecuencias el anodizado con un tiempo de 60 min en condición de sellado (gráfica verde) siempre se encuentra por encima, con un valor de impedancia arriba de 200 ohm-cm², y las demás se encuentran por debajo de 200 ohm-cm², a un tiempo "cero" o tiempo de inmersión de impedancia, lo que indica que la capa anodizada provee una buena resistencia al sistema.



Gráfica 6.4. Gráfica de Bode-impedancia del anodizado a diferentes tiempos de electrólisis, en donde se sumerge el sustrato anodizado a un medio salino agresivo de Na₂SO₄ 0.1 M por un tiempo de 90 horas. [S: sellado y SS: sin sellar]



Gráfica 6.5. Gráfica en donde se muestra el acercamiento de las bajas frecuencias de la gráfica 6.4.



Gráfica 6.6. Gráfica en donde se muestra el acercamiento de las altas frecuencias de la gráfica 6.4.

Ahora bien, al comparar los resultados de impedancia a un tiempo de 90h de ensayo, se observa que todos los sistemas de anodizado sellado y sin sellado (30, 60 y 90 minutos) presentan un mismo comportamiento a lo largo de todo el espectro de impedancia, lo que indica que el grado de protección es similar y que además, la interacción electrolito vs. tipo de anodizado, genera un proceso de oxidación que tiene el mismo efecto en todas las placas, el proceso de corrosión del aluminio no se ve influenciado por el tiempo de anodizado empleado. El comportamiento de la placa a 60 minutos sellado (gráfica verde) no difiere mucho del presentado por la gráfica 6.1.

6.2. Incorporación de inhibidores al electrolito

Para esta etapa, como se mencionó anteriormente, se incorporaron 3 inhibidores inorgánicos diferentes al electrolito de ácido sulfúrico con la finalidad de aumentar la resistencia a la corrosión y así el tiempo de vida útil del sustrato. A continuación se muestran los resultados obtenidos.

6.2.1. Espesores

Se realizaron pruebas para obtener los espesores (ultrasonido) del sustrato recubierto con cada inhibidor a diferentes concentraciones, sellado y sin sellar. Estos fueron los resultados:

Tabla 6.4. Espesores de la placa anodizada sin inhibidores.

Espesores(μm)	Sin inhibidor
Sellado	2.20
Sin Sellar	3.44

En la siguiente tabla se muestra el promedio de todos los espesores de cada inhibidor a las diferentes concentraciones.

Tabla 6.5. Promedio de espesores de la placa anodiza con inhibidores.

Esesores(μm)	0.1M [s]	0.1M [ss]	0.2M [s]	0.2M [ss]	0.3M [s]	0.3M [ss]	0.4M [s]	0.4M [ss]	0.5M [s]	0.5M [ss]
Na_2MoO_4	2.2	2.1	2.3	2.2	2.2	2.4	2.8	2.1	2.8	2.6
Na_3PO_4	2.4	2.3	2.5	2.5	2.3	2.2	2.4	2.4	2.2	2.0
NaVO_3	2.3	2.5	2.5	2.1	2.1	2.6	2.5	2.5	2.3	2.2

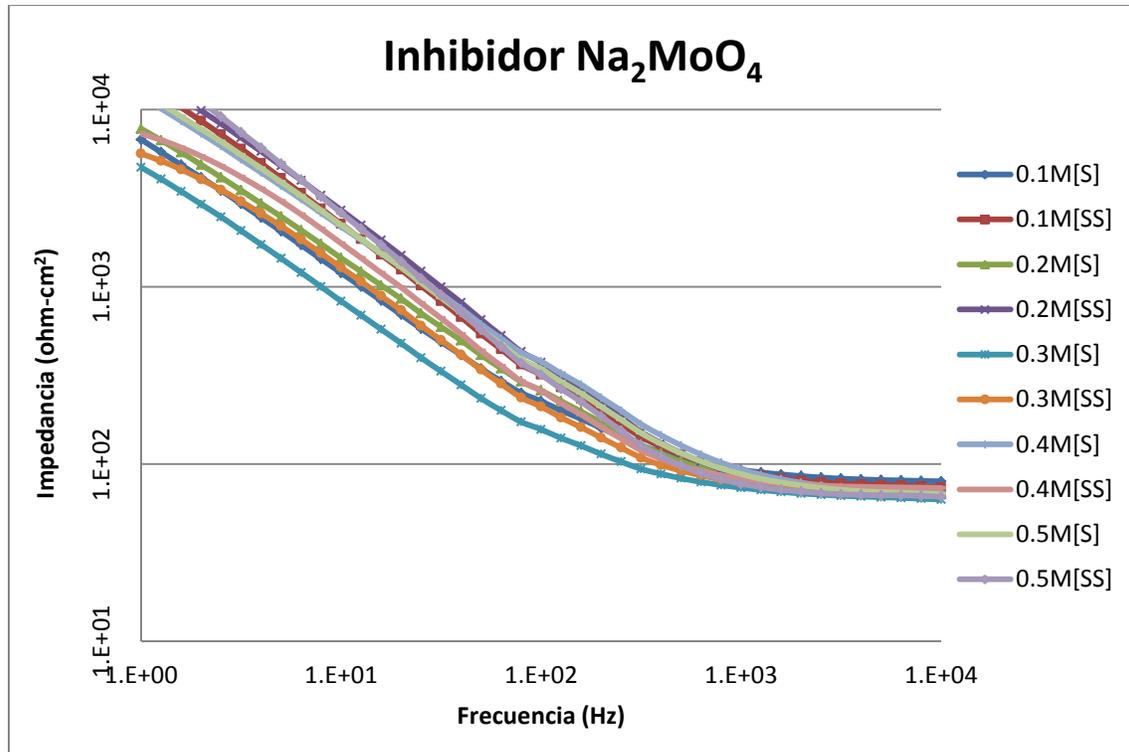
Se puede observar que existe una tendencia similar en los 3 inhibidores ya que el espesor se encuentra **entre 2 y 3 micrómetros (μm)**. Con lo anterior se puede observar que el anodizado sin inhibidores presenta un espesor mayor a un micrómetro. Con los resultados de impedancia se corroborará que los sistemas con inhibidor presentan mejores resistencias a la corrosión aún y cuando tuvieron espesores menores de anodizado.

6.2.2. Prueba de Corrosión (Impedancia)

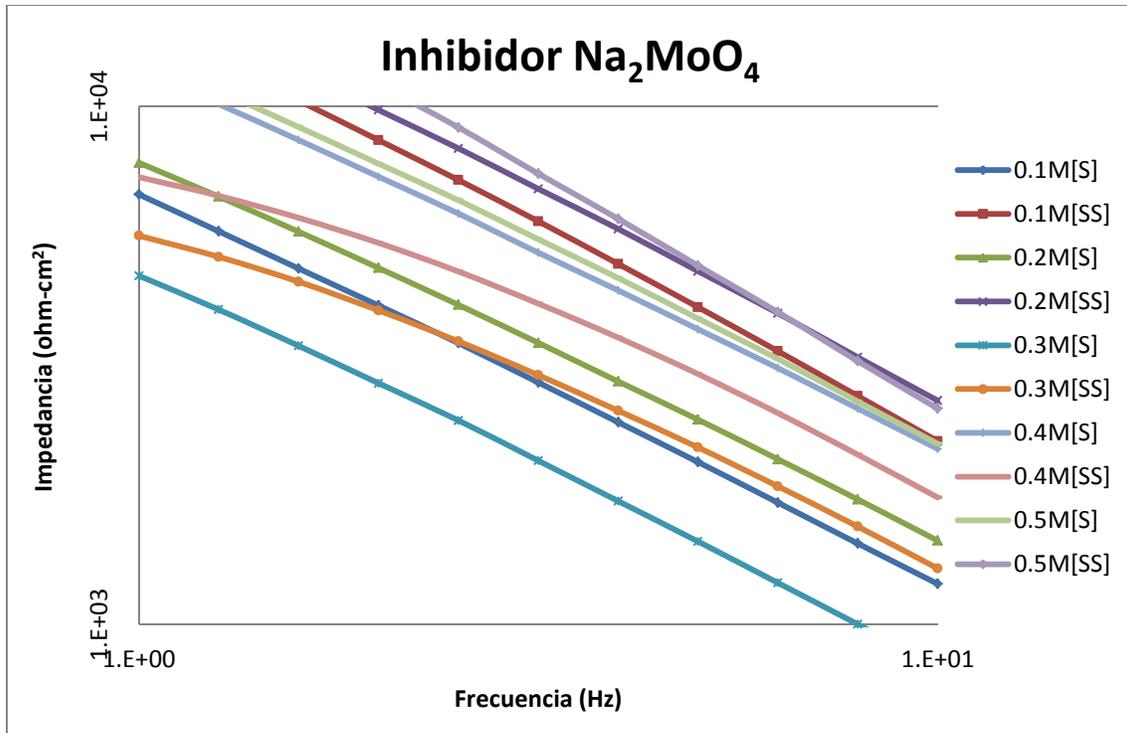
A continuación se muestran las gráficas de Impedancia (Bode) con el objetivo de seleccionar el mejor inhibidor. Este será el que aumente considerablemente la protección contra la corrosión.

Molibdato de sodio (Na_2MoO_4)

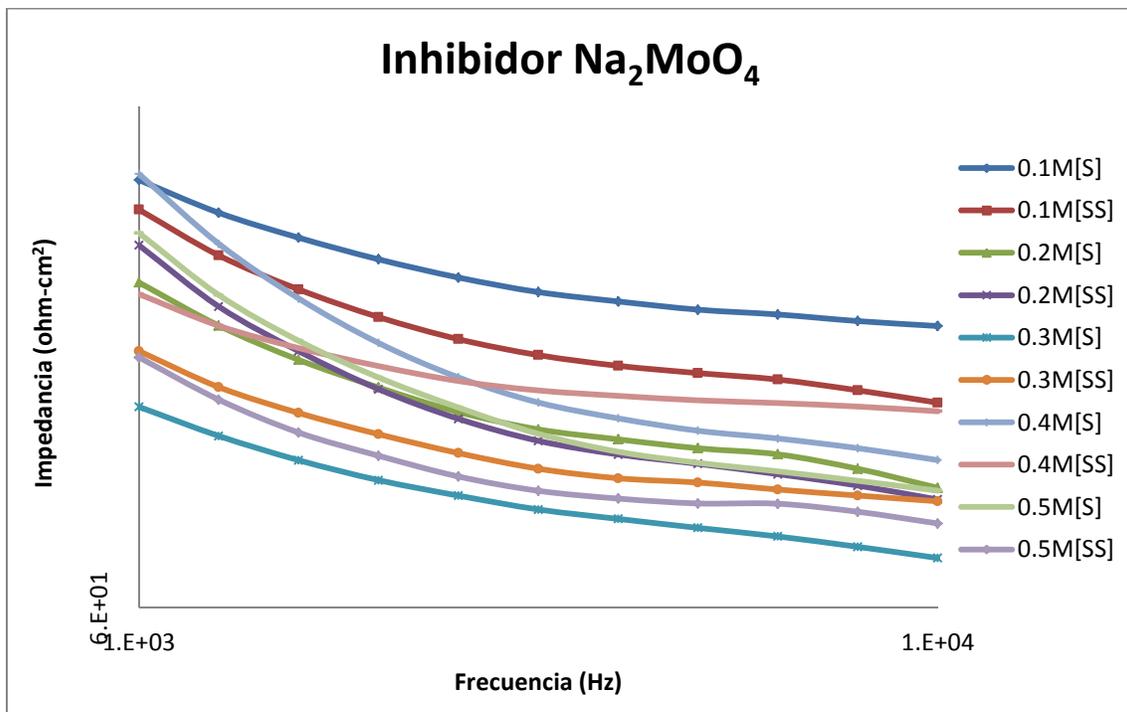
Aun tiempo de exposición de cero horas (tiempo de inmersión en Na_2SO_4 0.1 M) se obtuvo la siguiente gráfica:



Gráfica 6.7. Gráfica de Bode-impedancia del anodizado con inhibidor Na₂MoO₄, a diferentes concentraciones de inhibidor, en donde se sumerge el sustrato anodizado a un medio salino agresivo de Na₂SO₄ 0.1 M por un tiempo de cero horas. [S: sellado y SS: sin sellar]

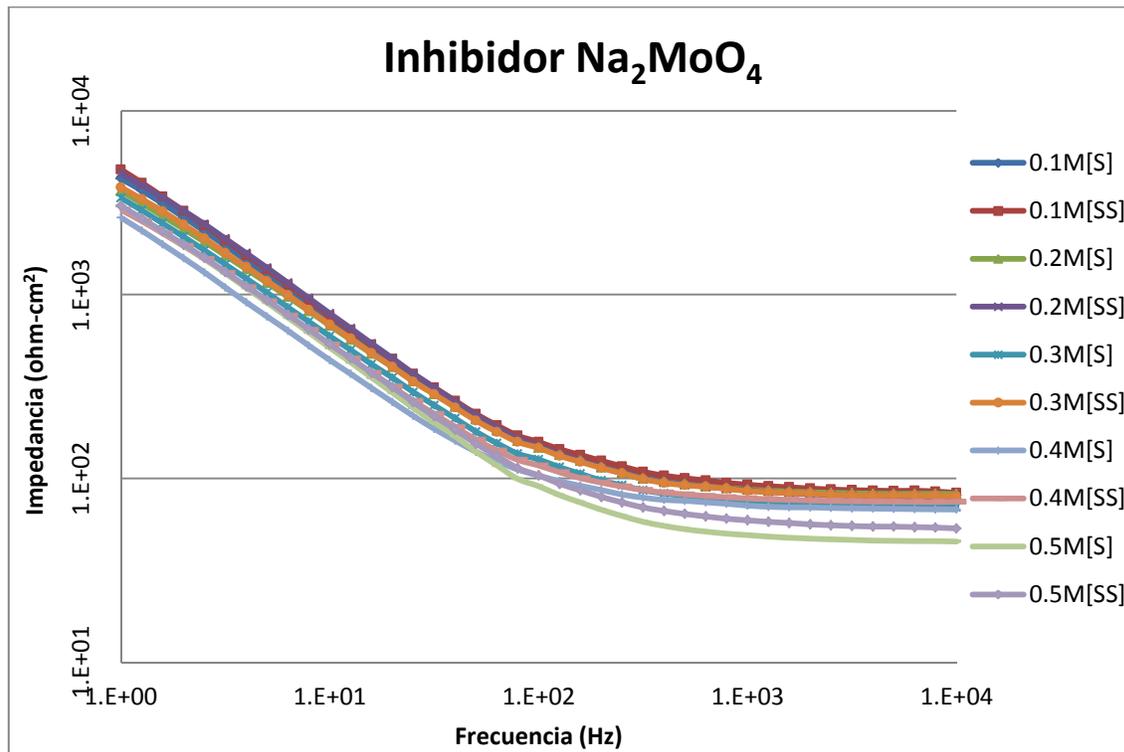


Gráfica 6.8. Gráfica en donde se muestra el acercamiento de las bajas frecuencias de la gráfica 6.7.

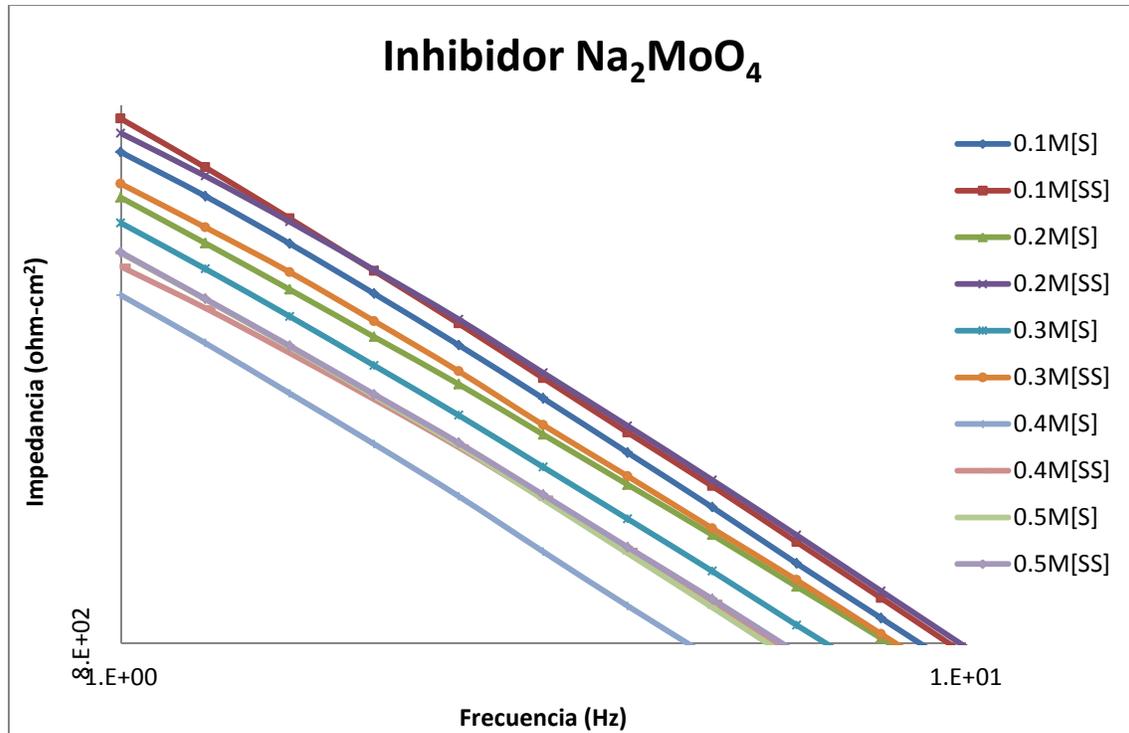


Gráfica 6.9. Gráfica en donde se muestra el acercamiento de las altas frecuencias de la gráfica 6.7.

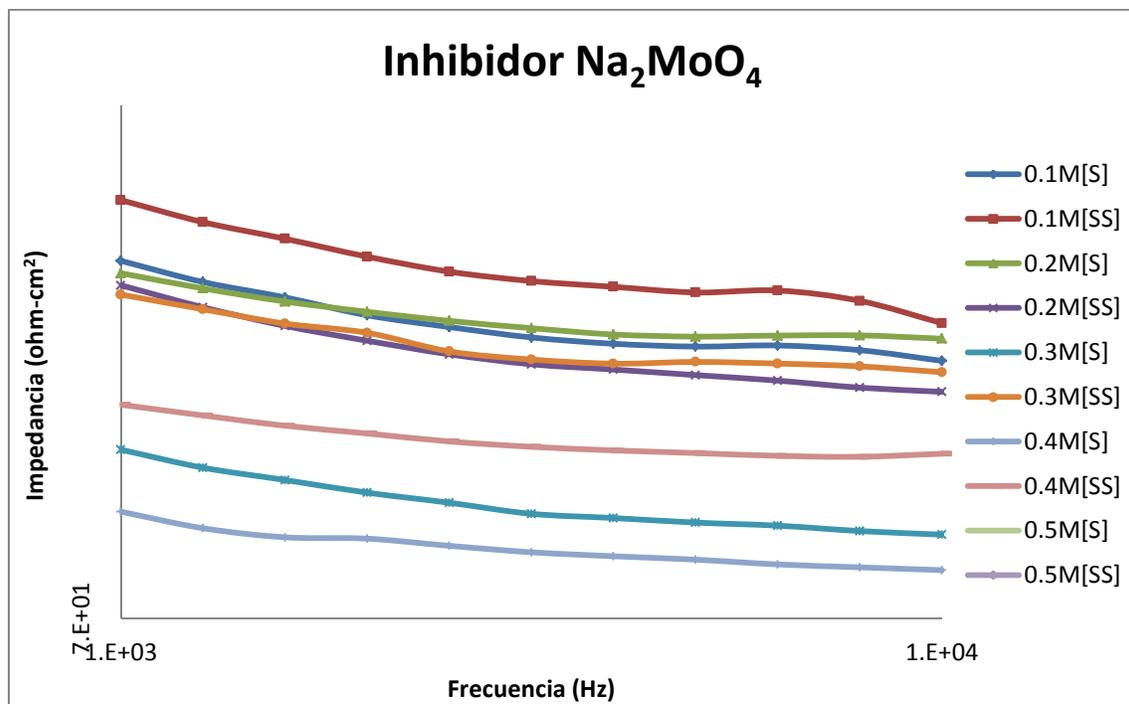
A un tiempo de exposición de 96 horas se obtuvo la siguiente gráfica:



Gráfica 6.10. Gráfica de Bode-impedancia del anodizado con inhibidor Na₂MoO₄, a diferentes concentraciones de inhibidor, en donde se sumerge el sustrato anodizado a un medio salino agresivo de Na₂SO₄ 0.1 M por un tiempo de 96 horas. [S: sellado y SS: sin sellar]

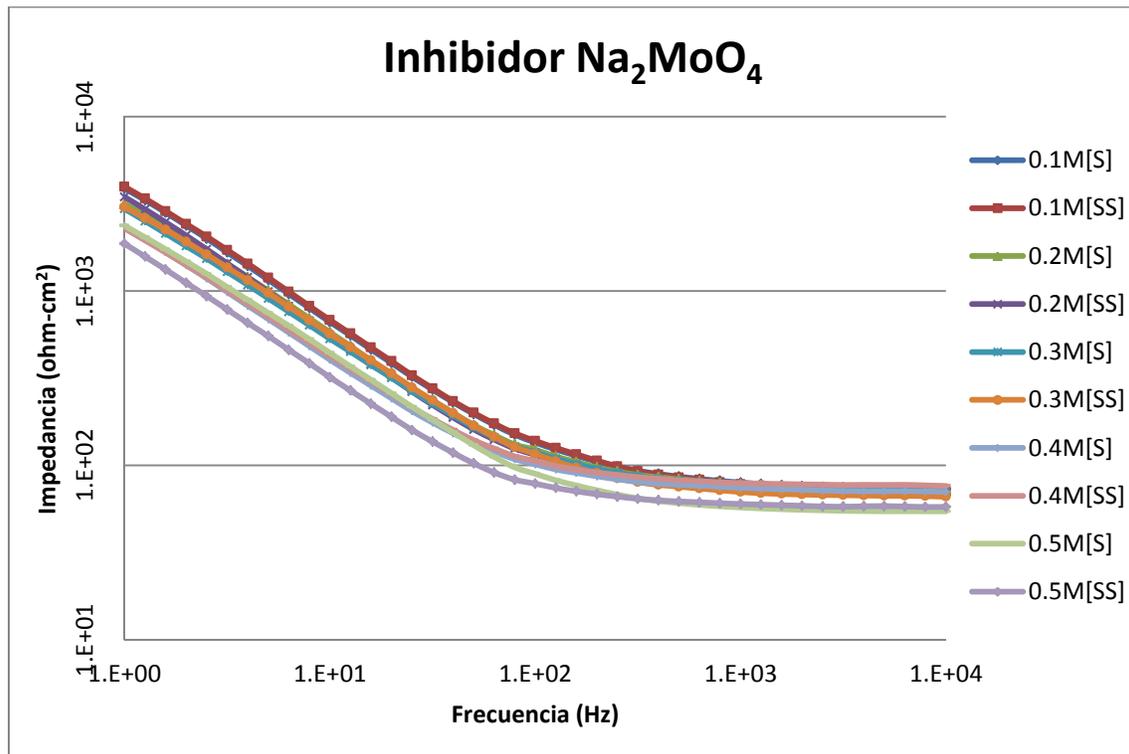


Gráfica 6.11. Gráfica en donde se muestra el acercamiento de las bajas frecuencias de la gráfica 6.10.

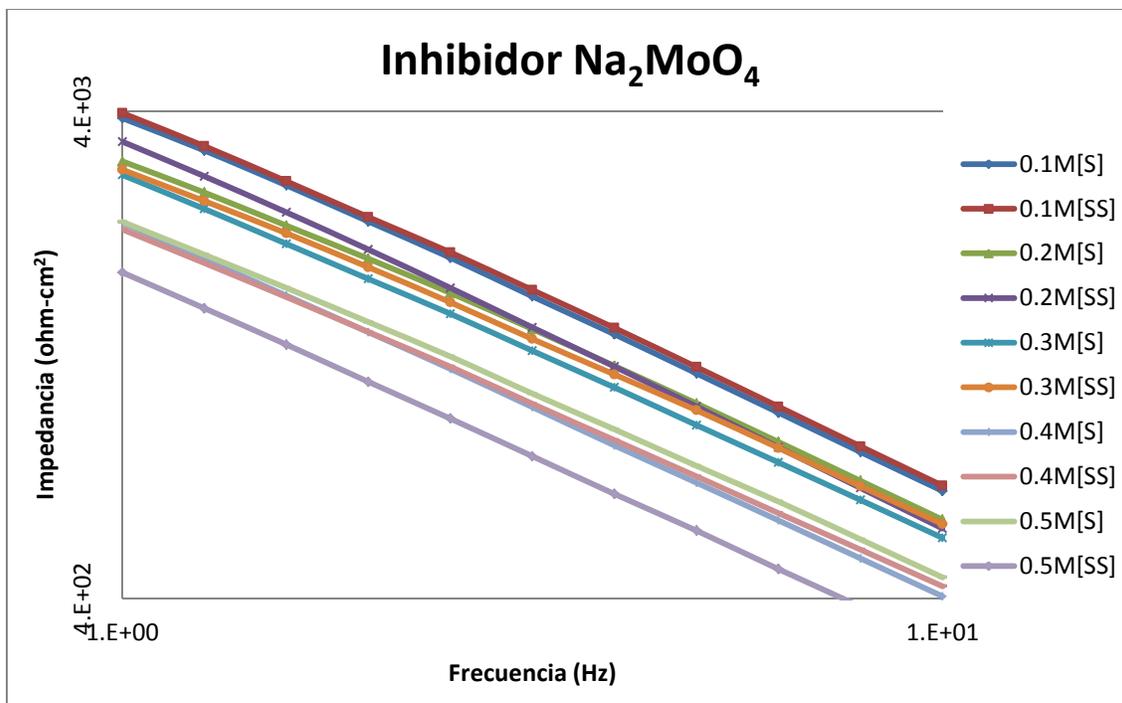


Gráfica 6.12. Gráfica en donde se muestra el acercamiento de las altas frecuencias de la gráfica 6.10.

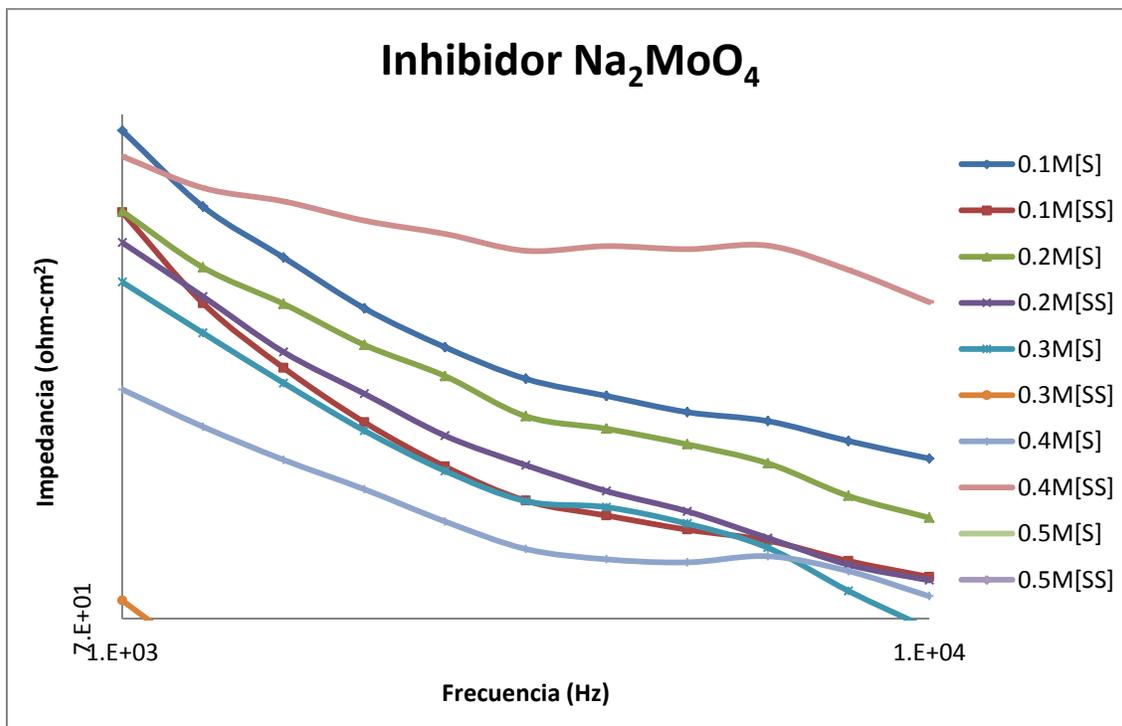
A un tiempo de exposición de 216 horas se obtuvo la siguiente gráfica:



Gráfica 6.13. Gráfica de Bode-impedancia del anodizado con inhibidor Na_2MoO_4 , a diferentes concentraciones de inhibidor, en donde se sumerge el sustrato anodizado a un medio salino agresivo de Na_2SO_4 0.1 M por un tiempo de 216 horas. [S: sellado y SS: sin sellar]



Gráfica 6.14. Gráfica en donde se muestra el acercamiento de las bajas frecuencias de la gráfica 6.13.

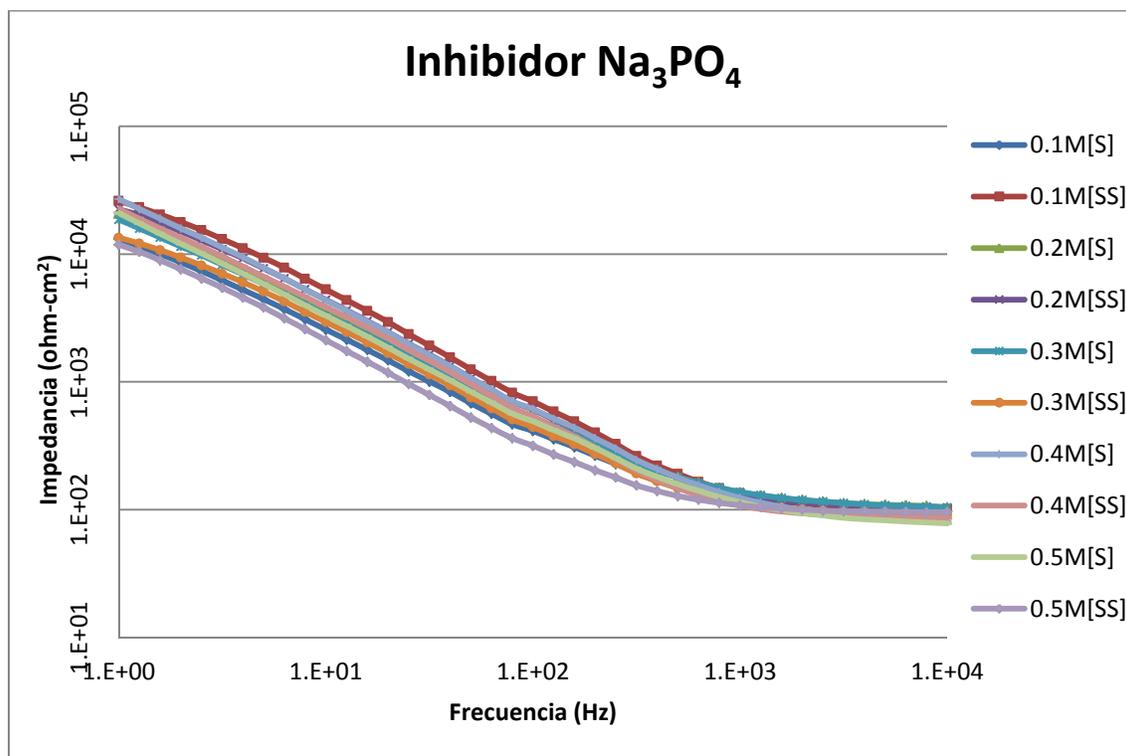


Gráfica 6.15. Gráfica en donde se muestra el acercamiento de las altas frecuencias de la gráfica 6.13.

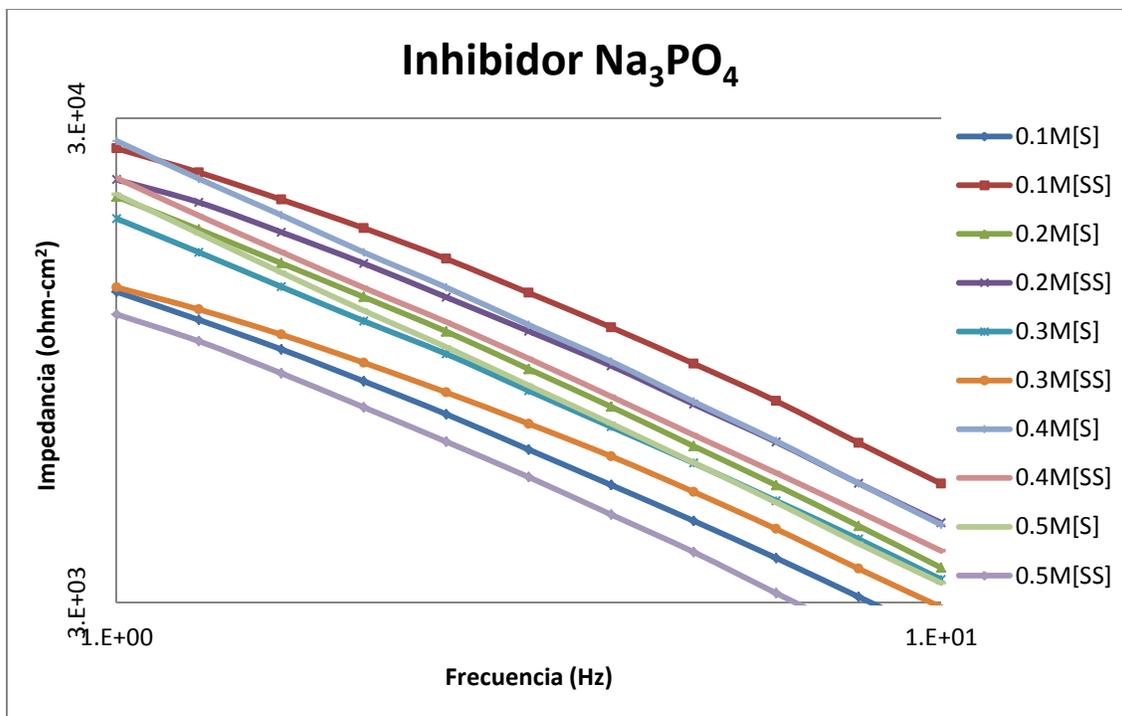
Al analizar las gráficas anteriores se observó que a medida que el tiempo transcurrió se mantuvieron similares los valores de impedancias ya que fueron muy parecidos hasta 216 horas de ensayo. Sin embargo, analizando cuidadosamente estos resultados, se observa que la condición de 0.1M sin sellar sobresale por encima de las demás condiciones a lo largo de todo el ensayo, con un valor de impedancia de 150 ohm-cm^2 y las demás por debajo de este valor. Por este motivo se seleccionó que a la concentración de 0.1M sin sellar es el mejor resultado.

Fosfato de sodio (Na_3PO_4)

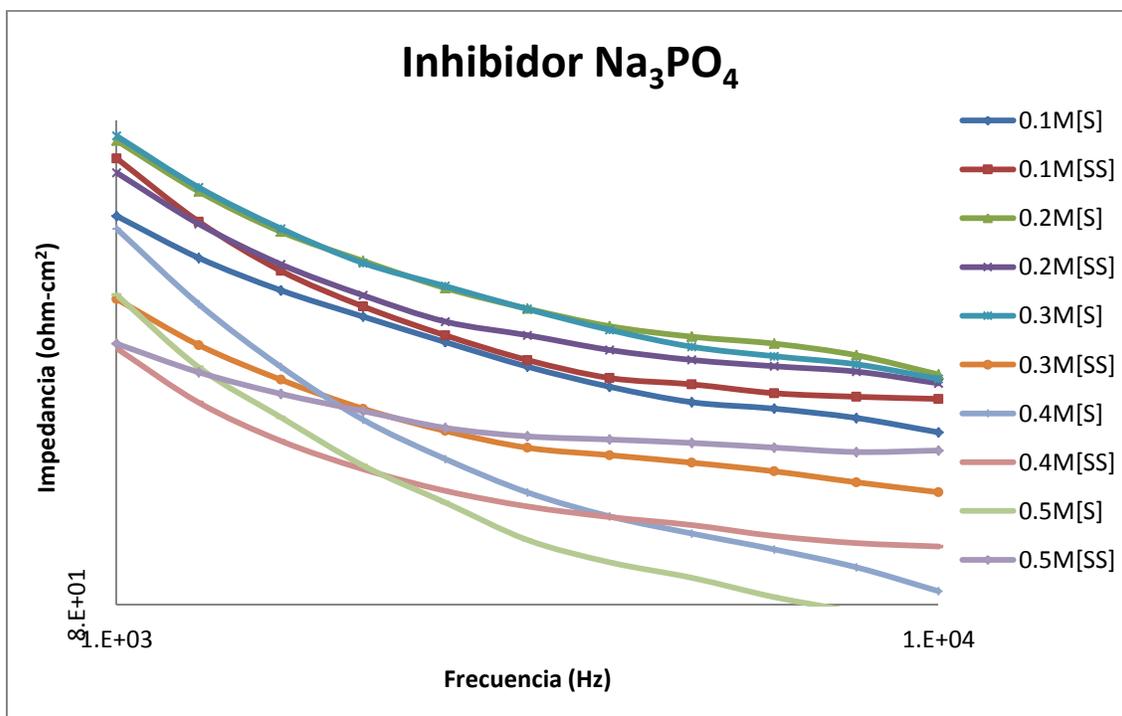
A un tiempo de exposición de cero horas se obtuvo la siguiente gráfica:



Gráfica 6.16. Gráfica de Bode-impedancia del anodizado con inhibidor Na_3PO_4 , a diferentes concentraciones de inhibidor, en donde se sumerge el sustrato anodizado a un medio salino agresivo de Na_2SO_4 0.1 M por un tiempo de cero horas. [S: sellado y SS: sin sellar]

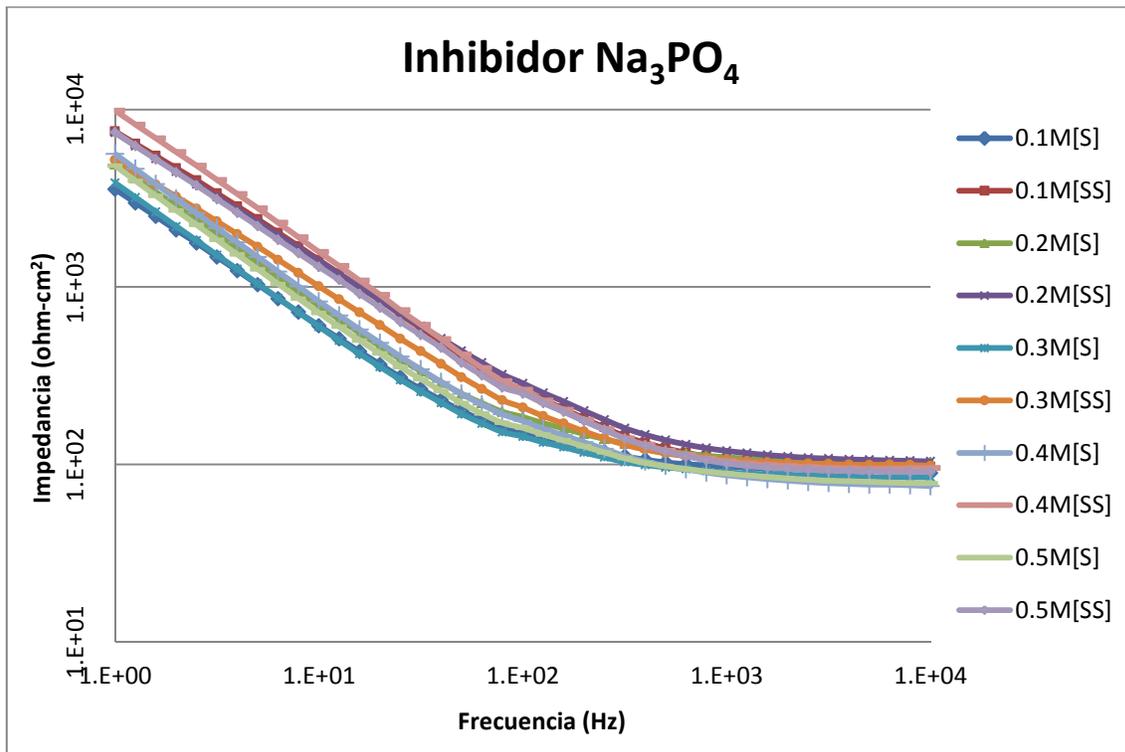


Gráfica 6.17. Gráfica en donde se muestra el acercamiento de las bajas frecuencias de la gráfica 6.16.

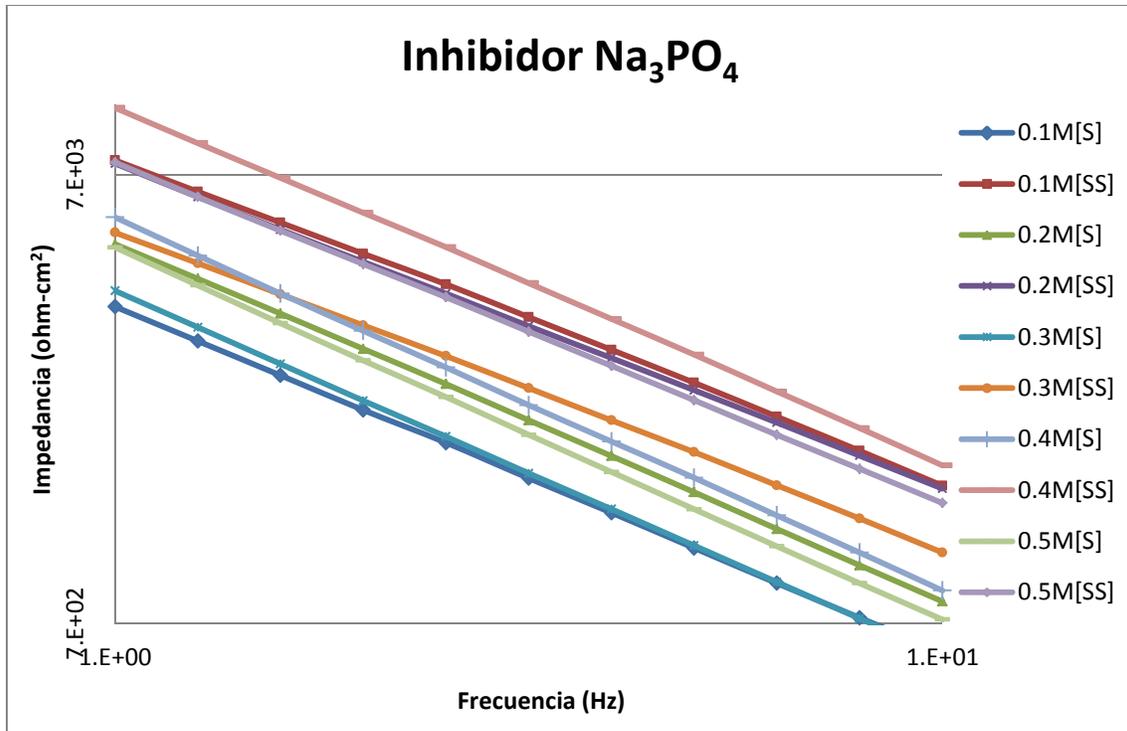


Gráfica 6.18. Gráfica en donde se muestra el acercamiento de las altas frecuencias de la gráfica 6.16.

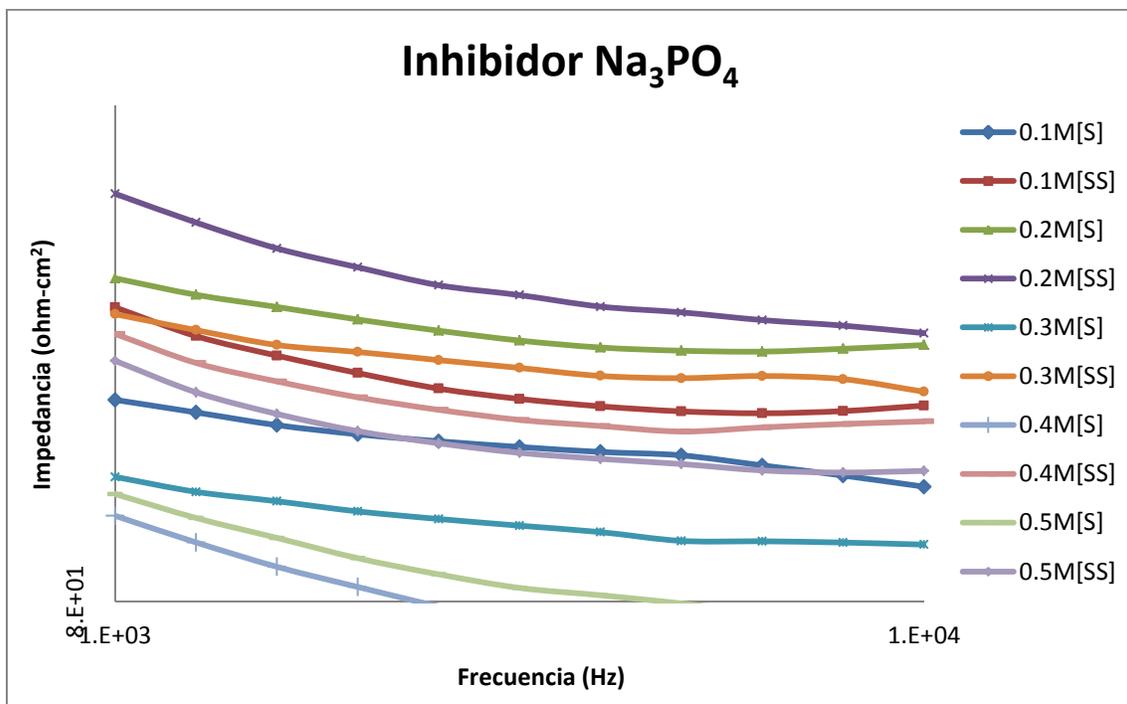
A un tiempo de exposición de 96 horas se obtuvo la siguiente gráfica:



Gráfica 6.19. Gráfica de Bode-impedancia del anodizado con inhibidor Na₃PO₄, a diferentes concentraciones de inhibidor, en donde se sumerge el sustrato anodizado a un medio salino agresivo de Na₂SO₄ 0.1 M por un tiempo de 96 horas. [S: sellado y SS: sin sellar]

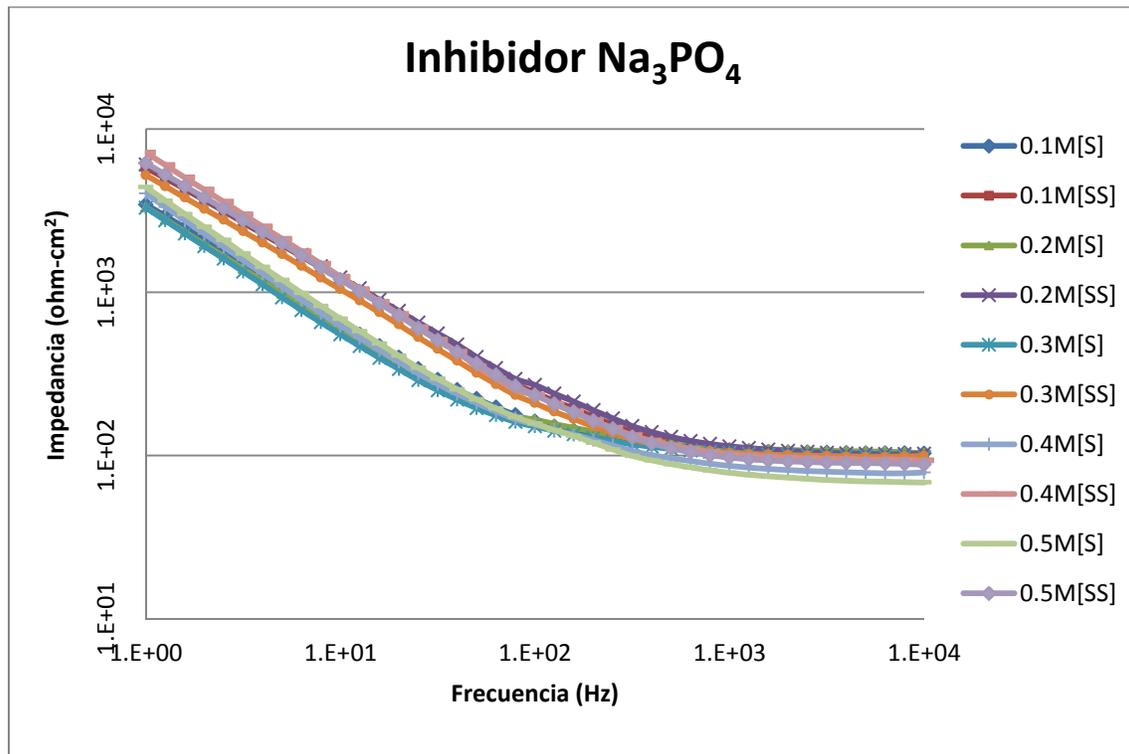


Gráfica 6.20. Gráfica en donde se muestra el acercamiento de las bajas frecuencias de la gráfica 6.19.

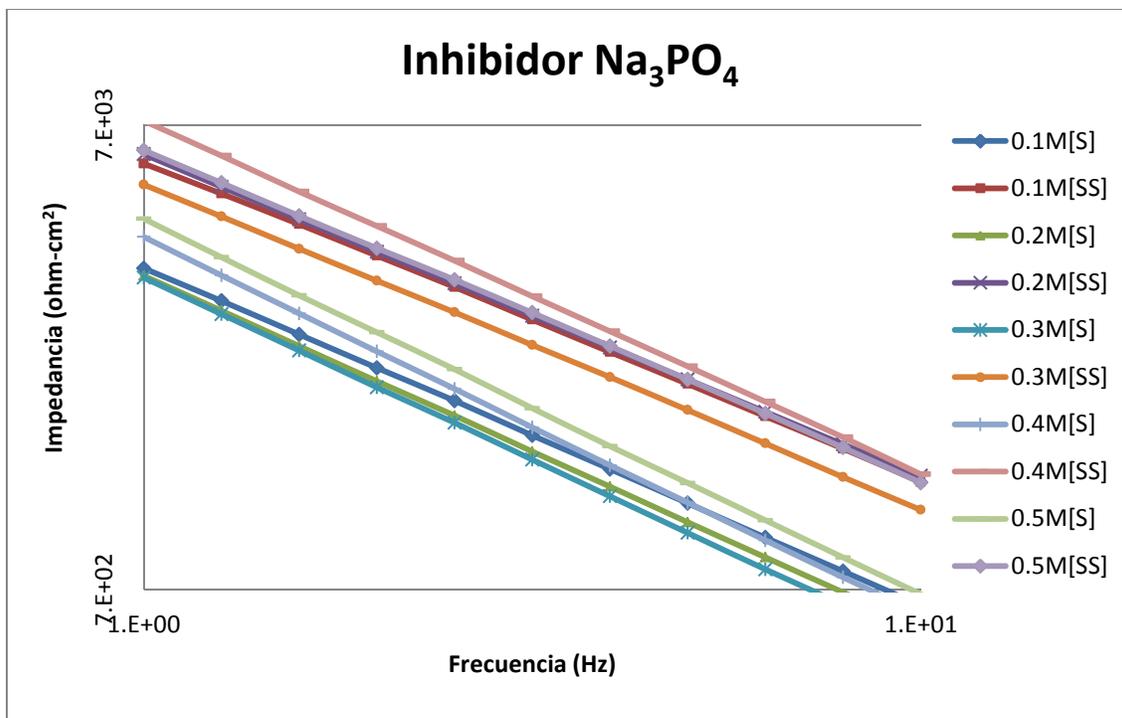


Gráfica 6.21. Gráfica en donde se muestra el acercamiento de las altas frecuencias de la gráfica 6.19.

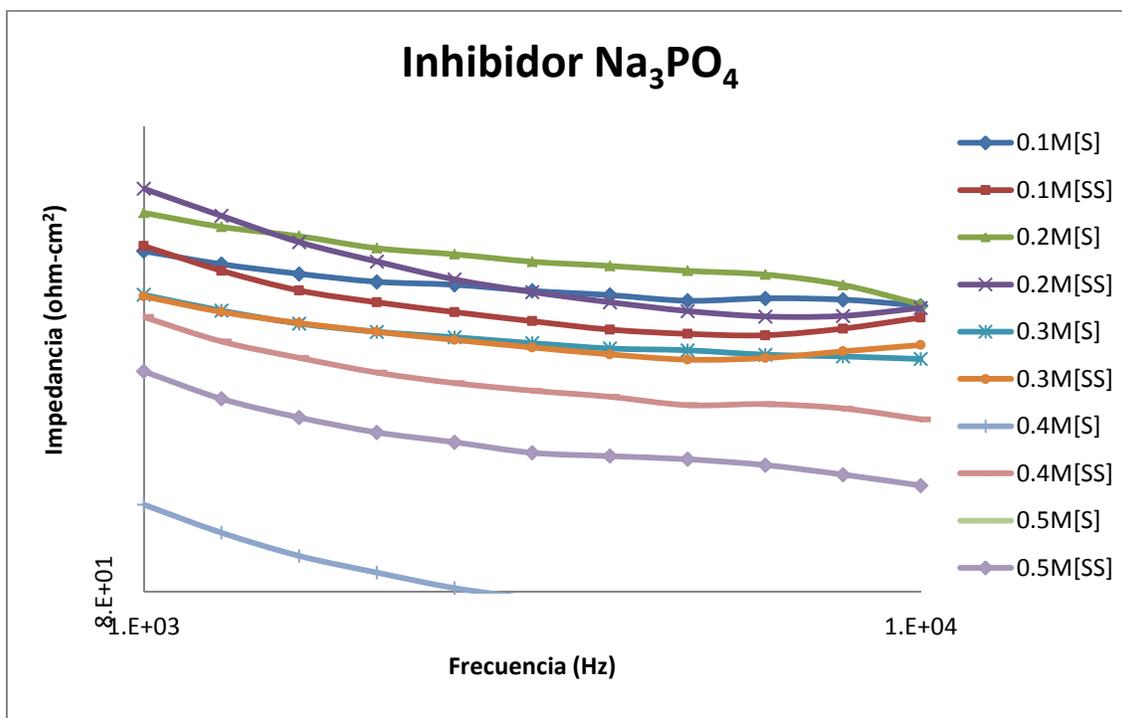
Aun tiempo de exposición de 216 horas se obtuvo la siguiente gráfica:



Gráfica 6.22. Gráfica de Bode-impedancia del anodizado con inhibidor Na_3PO_4 , a diferentes concentraciones de inhibidor, en donde se sumerge el sustrato anodizado a un medio salino agresivo de Na_2SO_4 0.1 M por un tiempo de 216 horas. [S: sellado y SS: sin sellar]



Gráfica 6.23. Gráfica en donde se muestra el acercamiento de las bajas frecuencias de la gráfica 6.22.

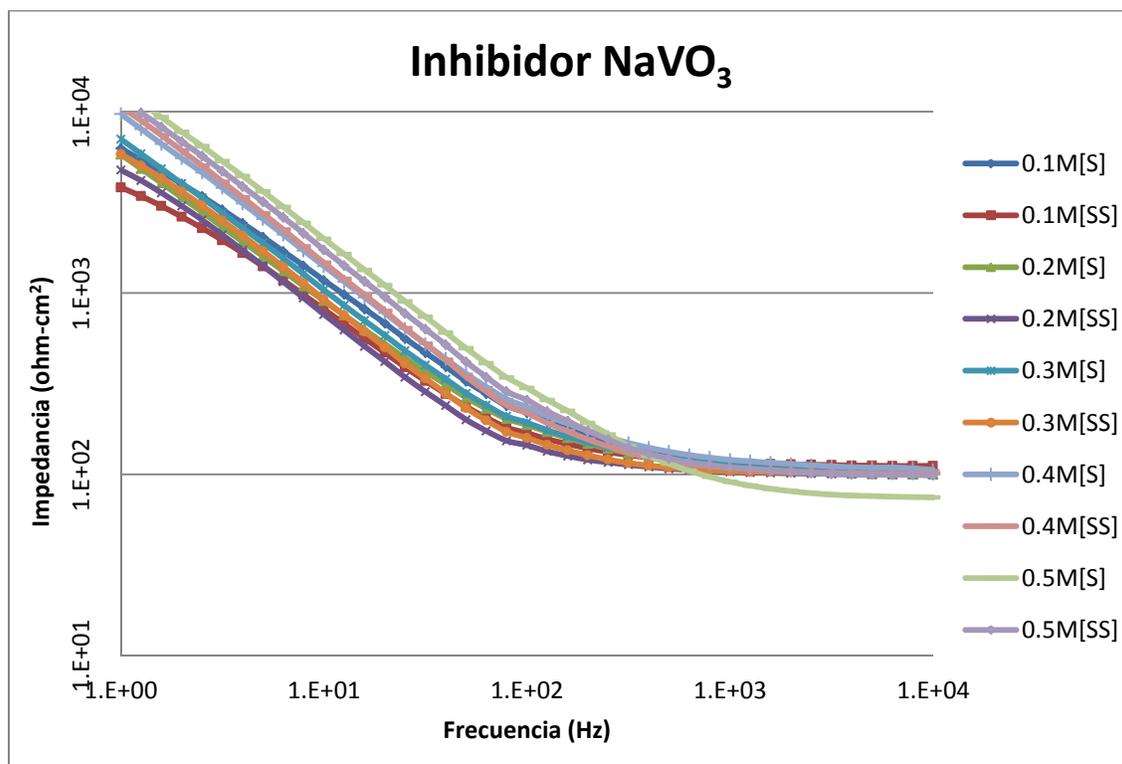


Gráfica 6.24. Gráfica en donde se muestra el acercamiento de las altas frecuencias de la gráfica 6.22.

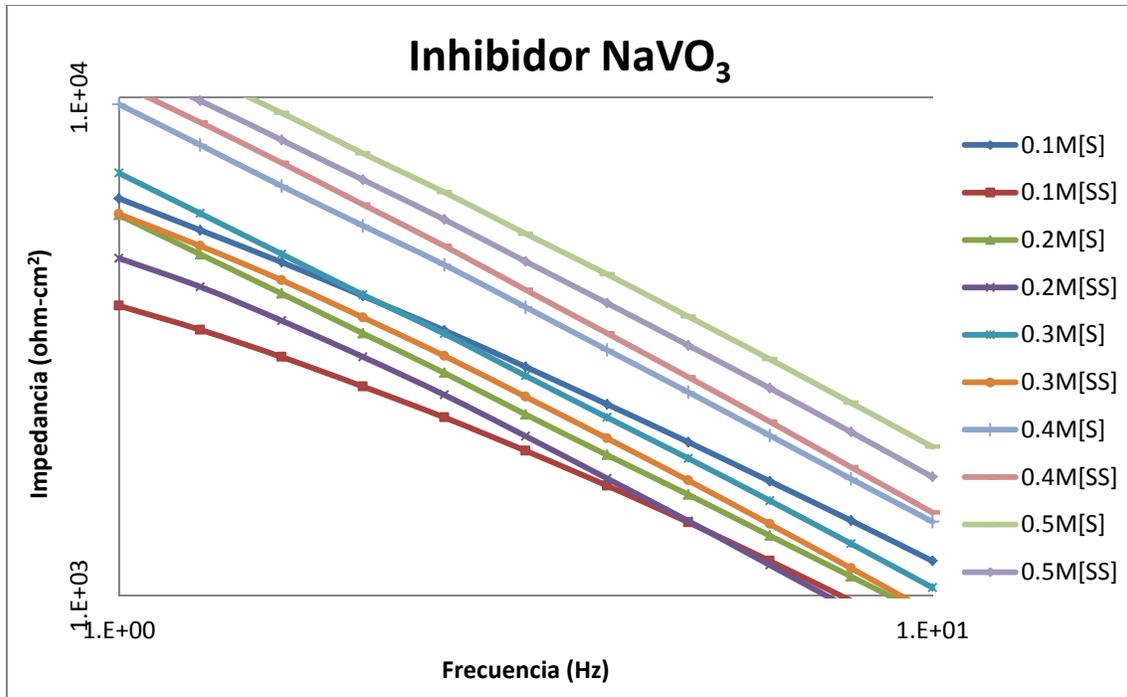
De la misma manera que en el caso anterior, al analizar las gráficas de fosfato de sodio, se observó que a medida que el tiempo transcurrió también se mantuvieron constantes los valores de impedancias durante las 216 horas de ensayo. De igual forma, al observar cuidadosamente a los resultados, se encuentra que la gráfica morada oscura se mantuvo por encima de las demás, con un valor de impedancia de 200 ohm-cm² y las demás por debajo de este valor. Es por este motivo que para el fosfato de sodio se seleccionó esta grafica que corresponde a la concentración de 0.2M sin sellar.

Vanadato de Sodio (NaVO₃)

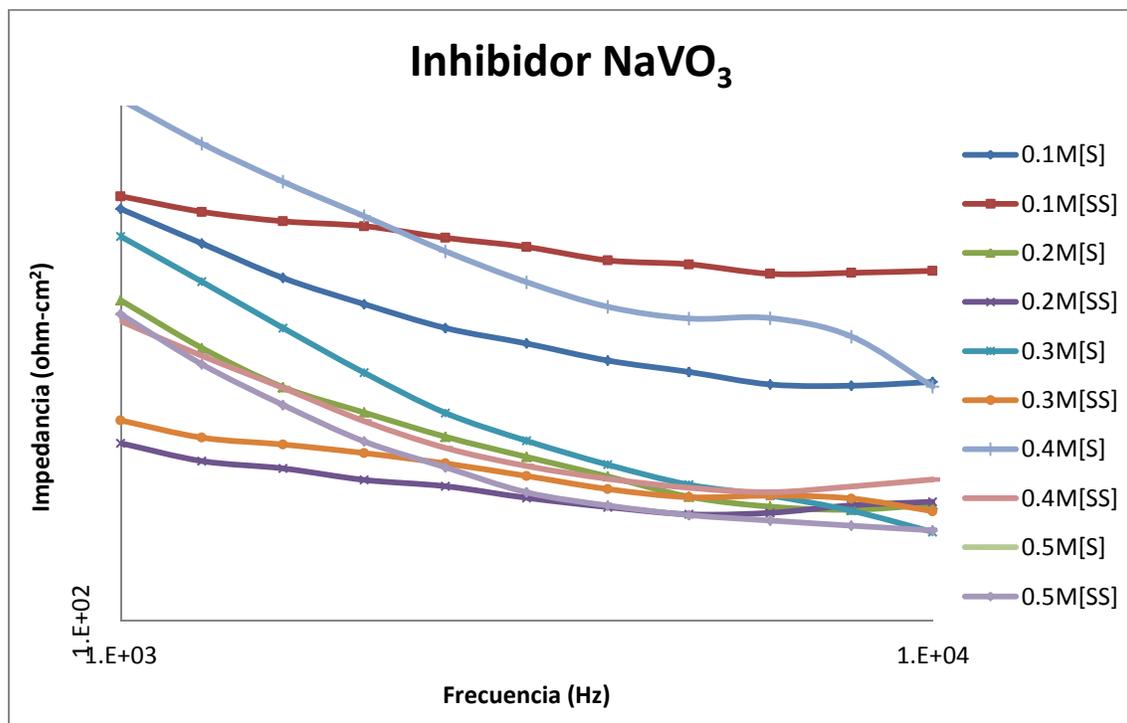
A un tiempo de exposición de cero horas se obtuvo la siguiente gráfica:



Gráfica 6.25. Gráfica de Bode-impedancia del anodizado con inhibidor NaVO₃, a diferentes concentraciones de inhibidor, en donde se sumerge el sustrato anodizado a un medio salino agresivo de Na₂SO₄ 0.1 M por un tiempo de cero horas. [S: sellado y SS: sin sellar]

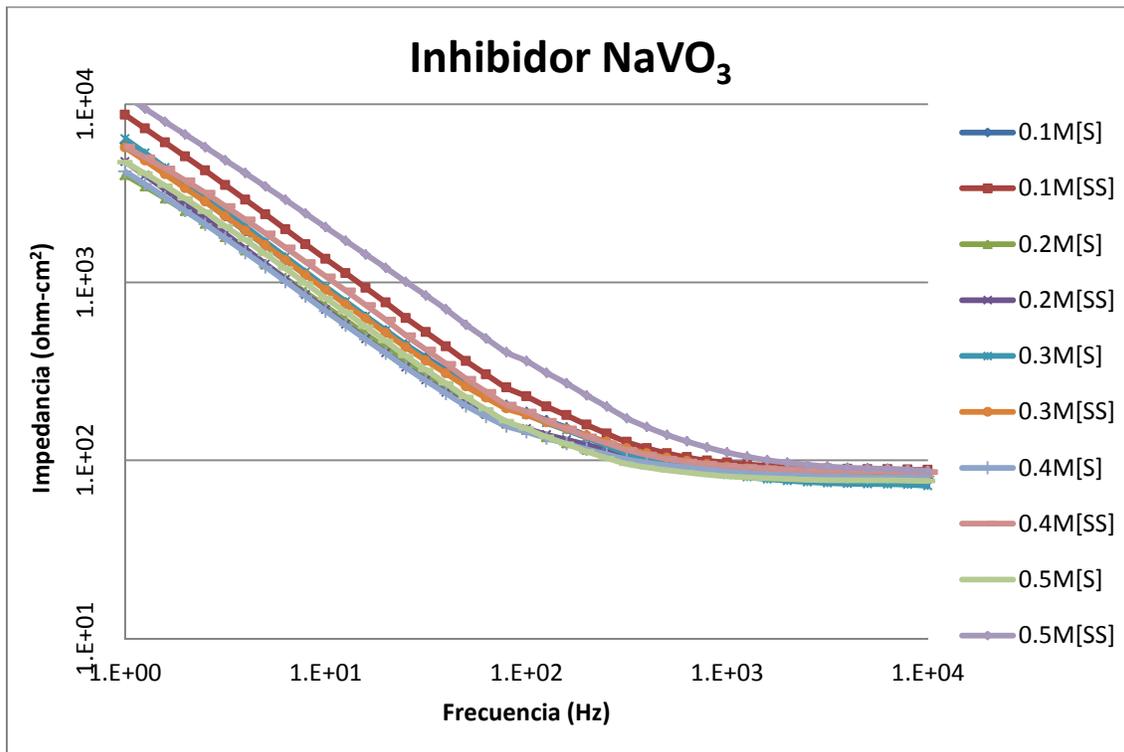


Gráfica 6.26. Gráfica en donde se muestra el acercamiento de las bajas frecuencias de la gráfica 6.25.

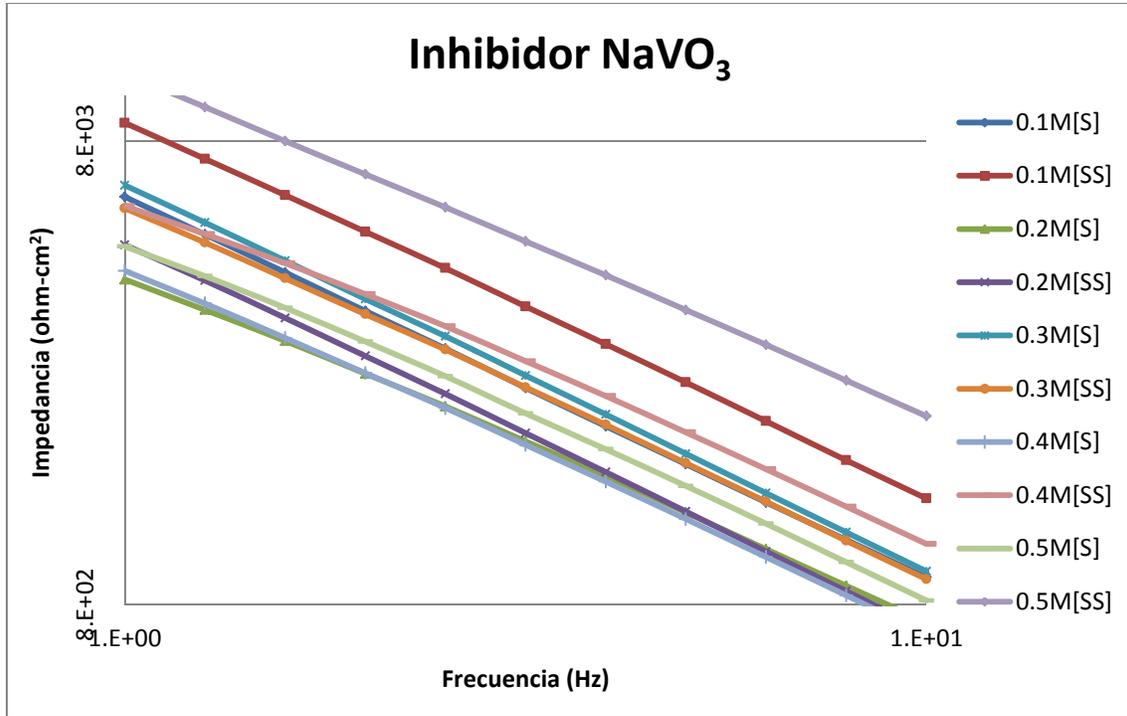


Gráfica 6.27. Gráfica en donde se muestra el acercamiento de las altas frecuencias de la gráfica 6.25.

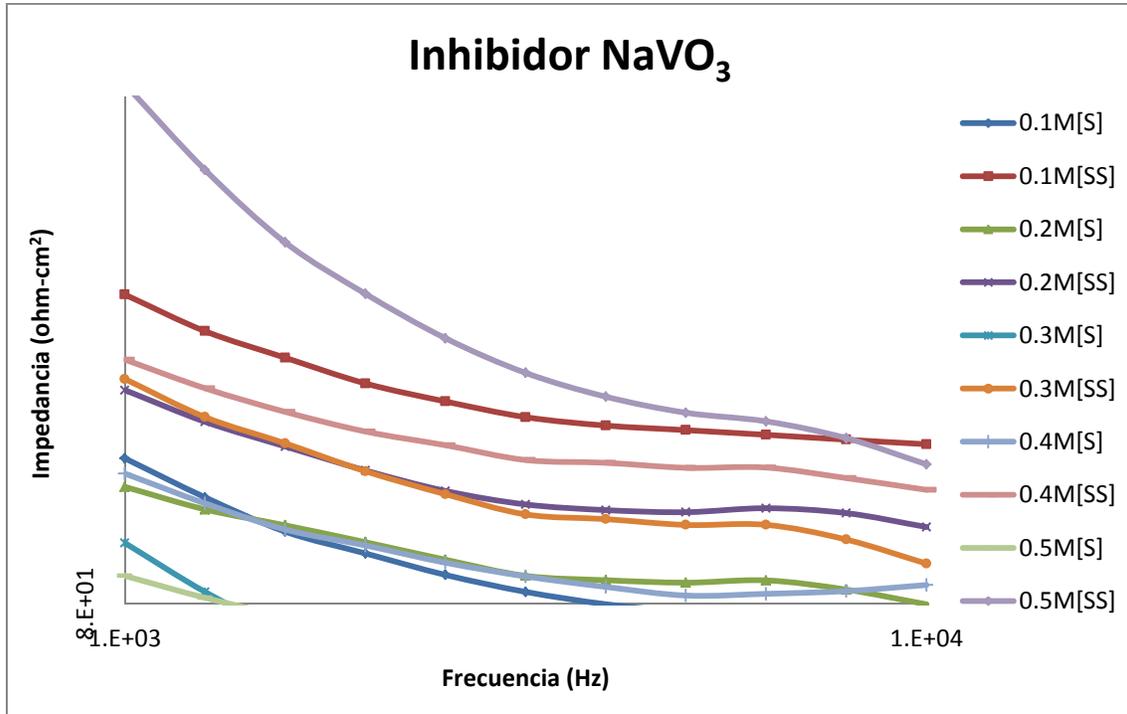
Aun tiempo de exposición de 96 horas se obtuvo la siguiente gráfica:



Gráfica 6.28. Gráfica de Bode-impedancia del anodizado con inhibidor NaVO₃, a diferentes concentraciones de inhibidor, en donde se sumerge el sustrato anodizado a un medio salino agresivo de Na₂SO₄ 0.1 M por un tiempo de 96 horas. [S: sellado y SS: sin sellar]

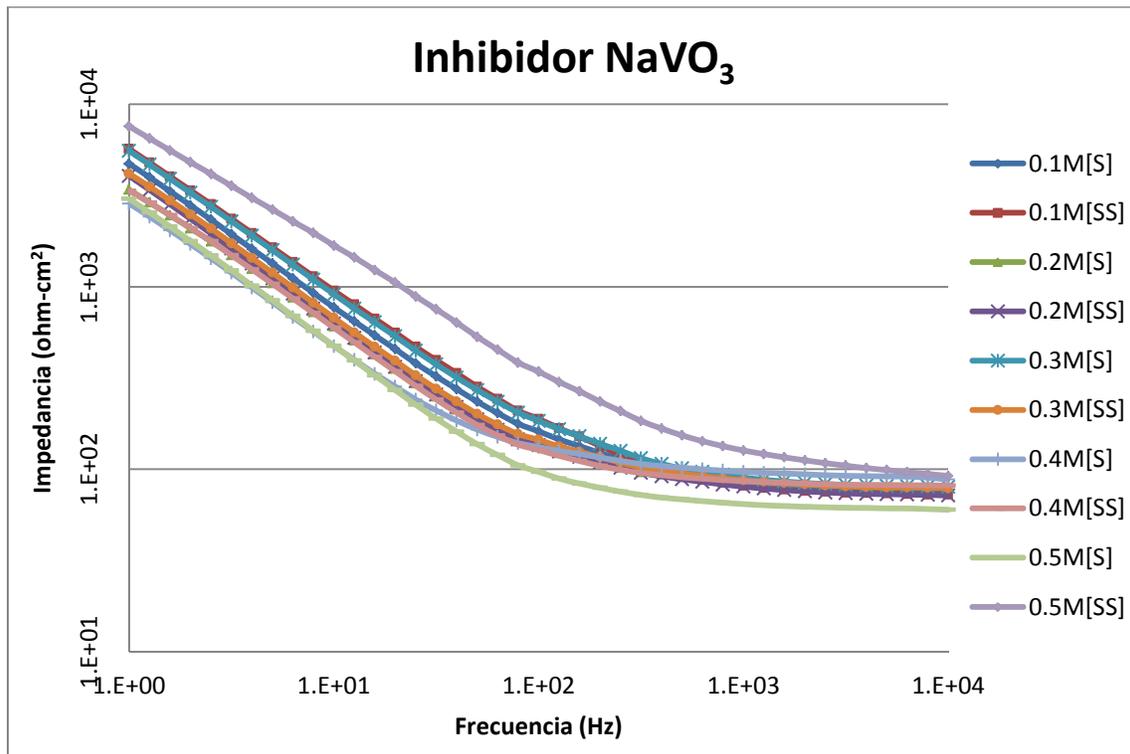


Gráfica 6.29. Gráfica en donde se muestra el acercamiento de las bajas frecuencias de la gráfica 6.28.

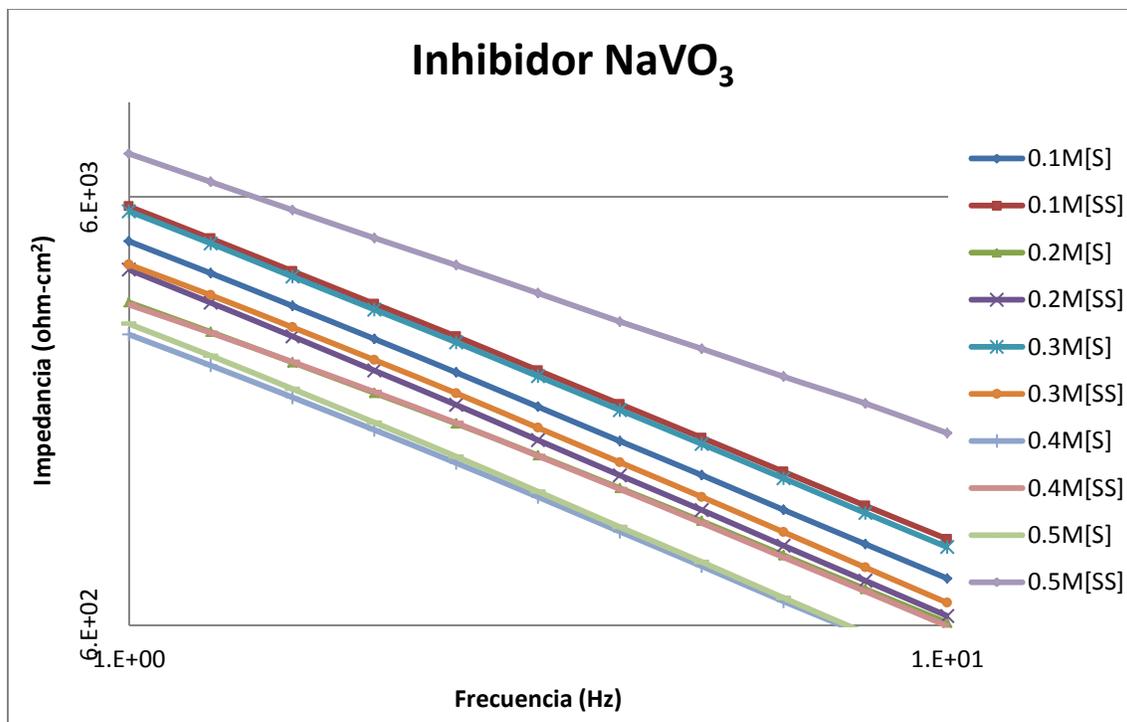


Gráfica 6.30. Gráfica en donde se muestra el acercamiento de las altas frecuencias de la gráfica 6.28.

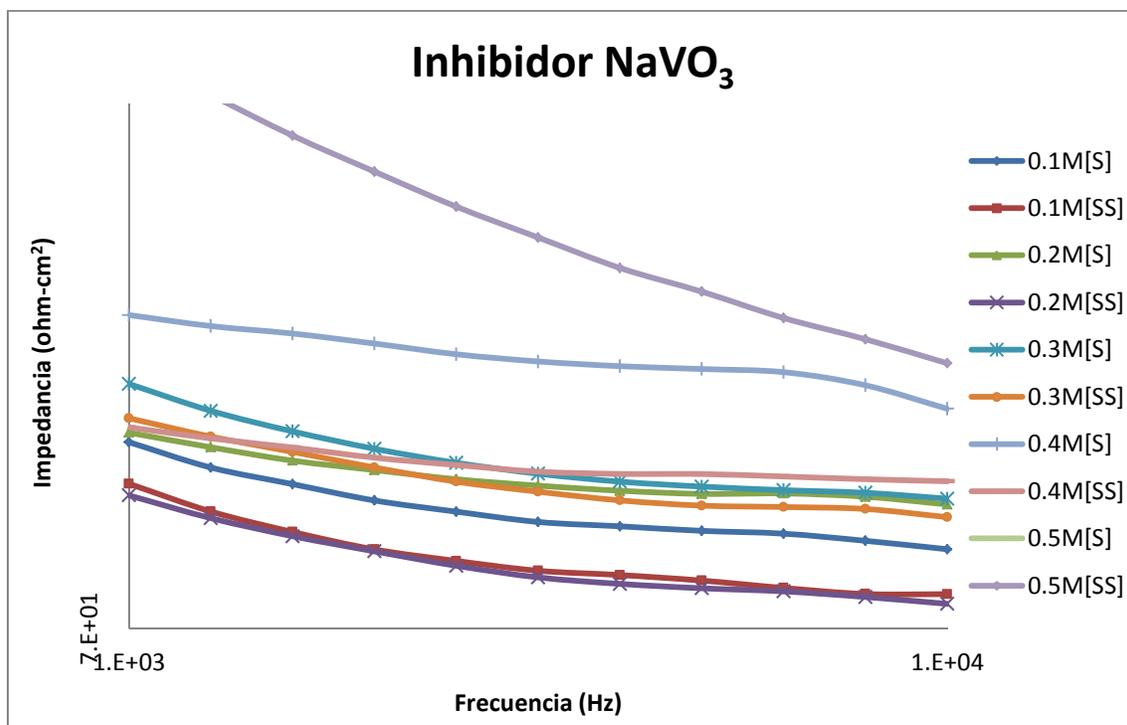
Aun tiempo de exposición de 216 horas se obtuvo la siguiente gráfica:



Gráfica 6.31. Gráfica de Bode-impedancia del anodizado con inhibidor NaVO_3 , a diferentes concentraciones de inhibidor, en donde se sumerge el sustrato anodizado a un medio salino agresivo de Na_2SO_4 0.1 M por un tiempo de 216 horas. [S: sellado y SS: sin sellar]



Gráfica 6.32. Gráfica en donde se muestra el acercamiento de las bajas frecuencias de la gráfica 6.31.



Gráfica 6.33. Gráfica en donde se muestra el acercamiento de las altas frecuencias de la gráfica 6.31.

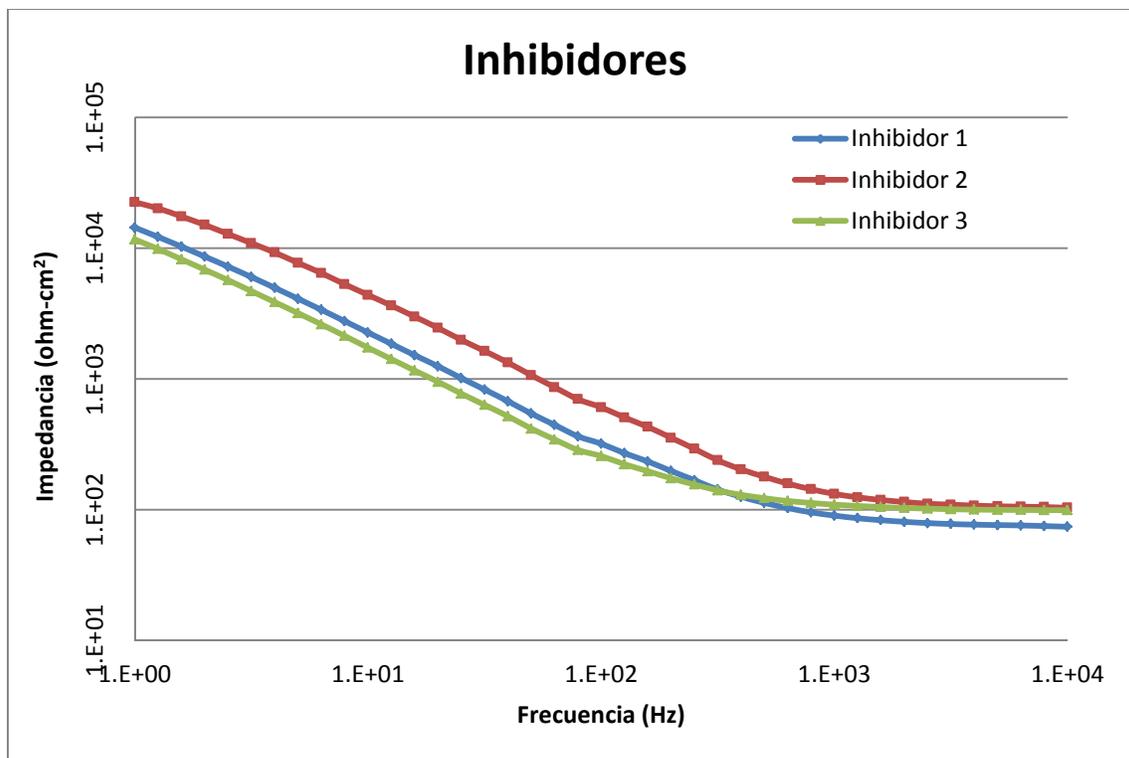
Las gráficas del metavanadato de sodio, mostraron que a medida que el tiempo transcurrió se mantuvieron otra vez similares a los valores de impedancias, con valores por encima de los 200 ohm-cm². De igual forma se seleccionó el que presentó los valores mayores tanto a altas como a bajas frecuencias, siendo la condición de concentración de 0.5M y sin sellar.

El hecho que los resultados de impedancia durante 216h de ensayo hayan sido estables en los tres tipos de inhibidores, indica que la interacción química del inhibidor durante la formación de la capa anodizada, generó enlaces químicos estables que no se disolvieron o deterioraron durante inmersión prolongada en Na₂SO₄ 0.1 M.

A continuación se presentarán las gráficas, en donde se compararon los tres inhibidores seleccionados y con esto escoger sólo uno de los tres, los cuales son:

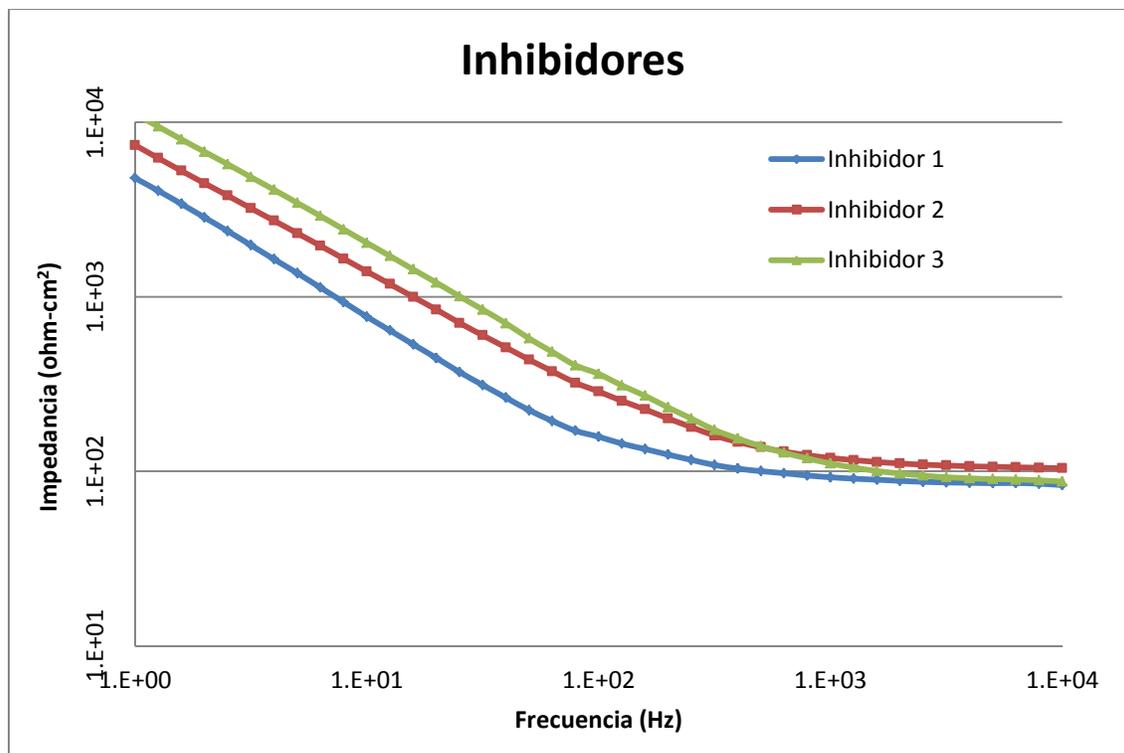
- Inhibidor 1: Na₂MoO₄ 0.1M [SS]
- Inhibidor 2: Na₃PO₄ 0.2M [SS]
- Inhibidor 3: NaVO₃ 0.5M [SS]

A un tiempo de exposición de cero horas se obtuvo la siguiente gráfica:



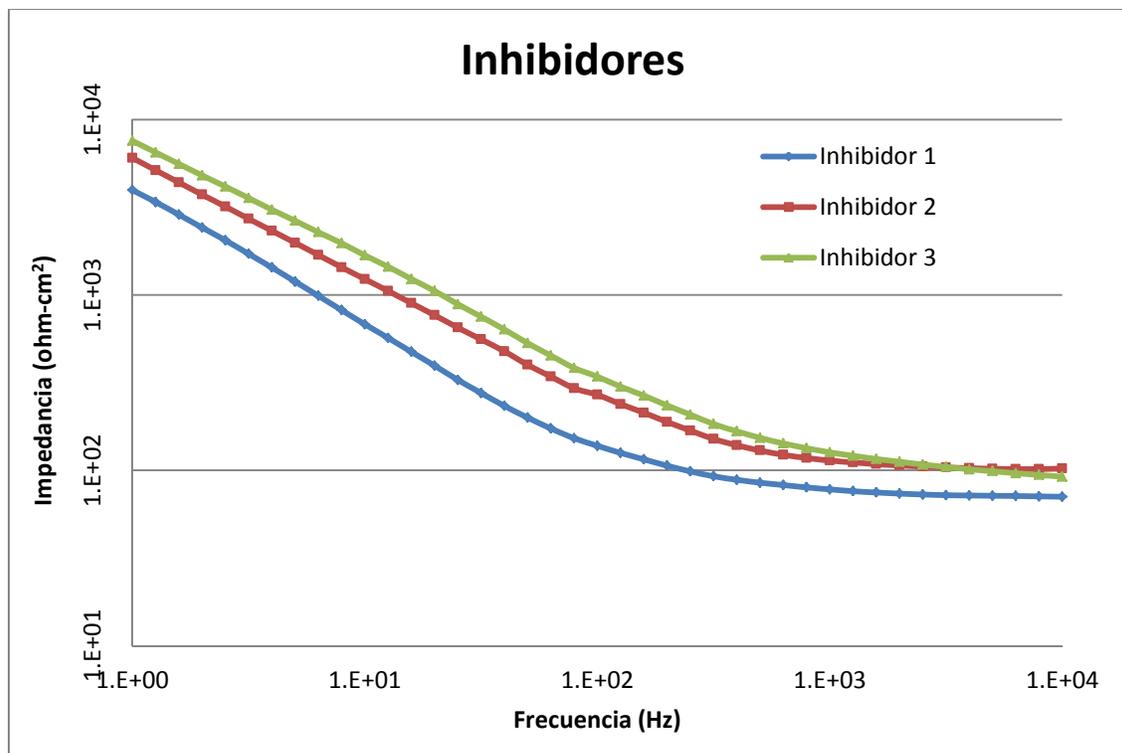
Gráfica 6.34. Gráfica de Bode-impedancia en donde se comparan las tres mejores condiciones de cada inhibidor anodizado, en la cual se sumerge el sustrato anodizado a un medio salino agresivo de Na_2SO_4 0.1 M por un tiempo cero horas.

A un tiempo de exposición de 96 horas se obtuvo la siguiente gráfica:



Gráfica 6.35. Gráfica de Bode-impedancia en donde se comparan las tres mejores condiciones de cada inhibidor anodizado, en la cual se sumerge el sustrato anodizado a un medio salino agresivo de Na_2SO_4 0.1 M por un tiempo 96 horas.

A un tiempo de exposición de 216 horas se obtuvo la siguiente gráfica:



Gráfica 6.36. Gráfica de Bode-impedancia en donde se comparan las tres mejores condiciones de cada inhibidor anodizado, en la cual se sumerge el sustrato anodizado a un medio salino agresivo de Na_2SO_4 0.1 M por un tiempo 216 horas.

Se analizaron las gráficas de las tres mejores condiciones de cada inhibidor de corrosión elegidas. Se observó que a medida que el tiempo transcurrió, dos de las tres gráficas dieron valores muy parecidos, tan parecidos que al tiempo de 216 h casi las gráficas están encima una de otra. Estas gráficas correspondieron al Fosfato de Sodio 0.2M sin sellar y del Metavanadato de Sodio 0.5M sin sellar, graficas roja y verde respectivamente. Por lo que se optó por recubrir las dos condiciones con sol-gel, esperando que alguno de los dos sistemas fuera el más adecuado para retardar el proceso de corrosión del aluminio.

6.2.3. Superficie

Una vez que se obtuvieron los mejores sistemas, se prosiguió a analizar la superficie, para comprobar que los inhibidores seleccionados cumplieran con la característica requerida, un anodizado superficial uniforme. A continuación se muestran las imágenes obtenidas con el SEM de los dos inhibidores.

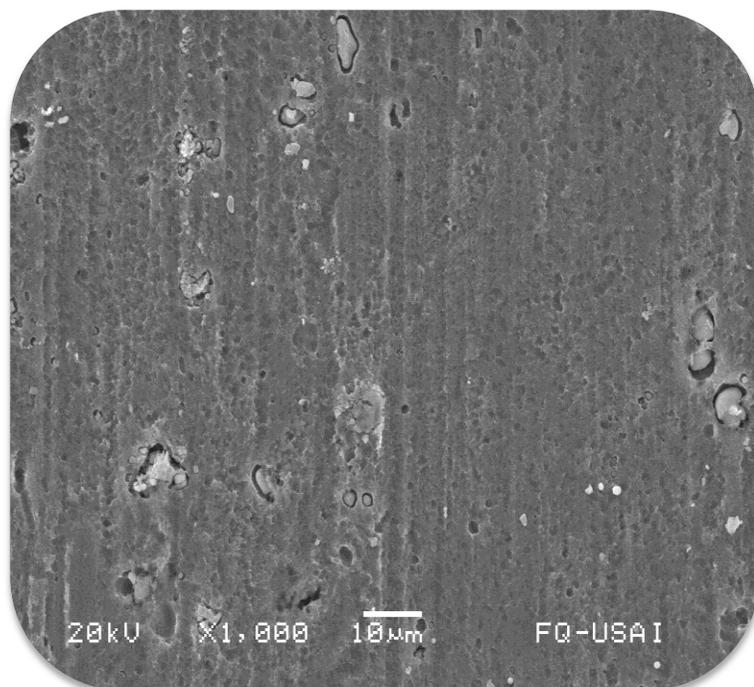
Fosfato de sodio 0.2M sin sellar

Figura 6.36. Imagen de la placa anodizada con inhibidor Na_3PO_4

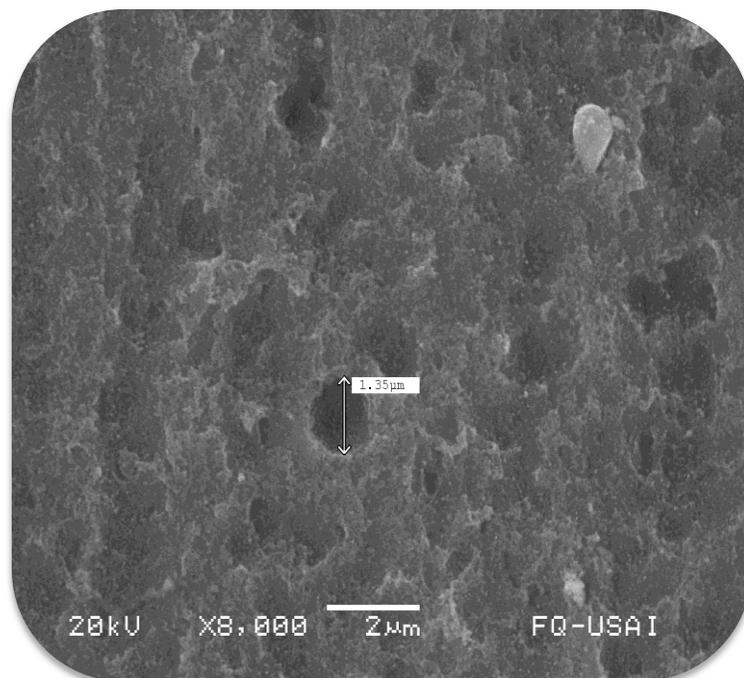
Tabla 6.6. Composición química del sustrato anodizado con Na_3PO_4 0.2 M sin sellar

Elemento	%Peso
C	8.54
O	18.68
Mg	1.75
Al	66.31
Si	1.59
P	0.05
Mn	0.18
Cu	2.33
Ag	0.55
Total	100.00

Nota: los datos de todas las tablas de composición química los obtuvimos por medio del microscopio electrónico de barrido.



a)

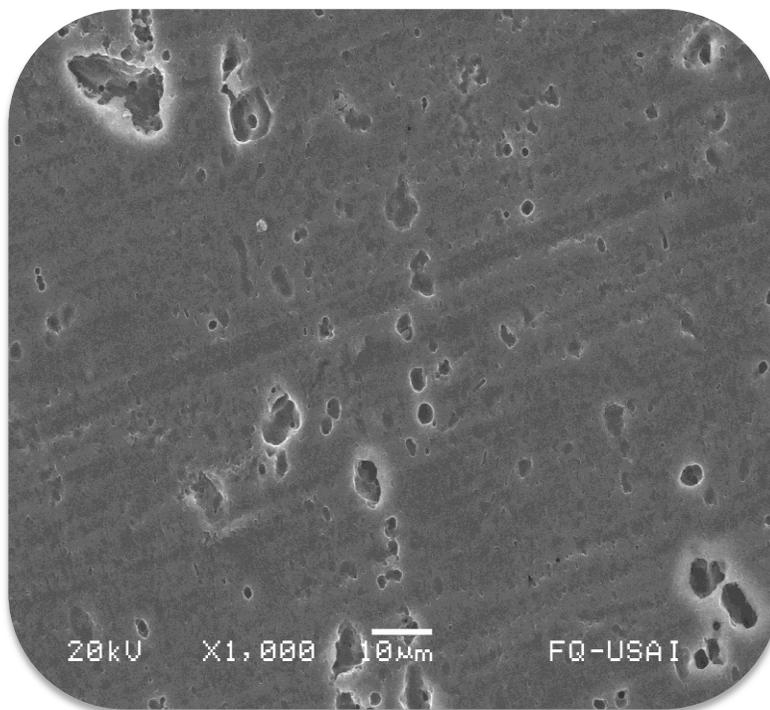


b)

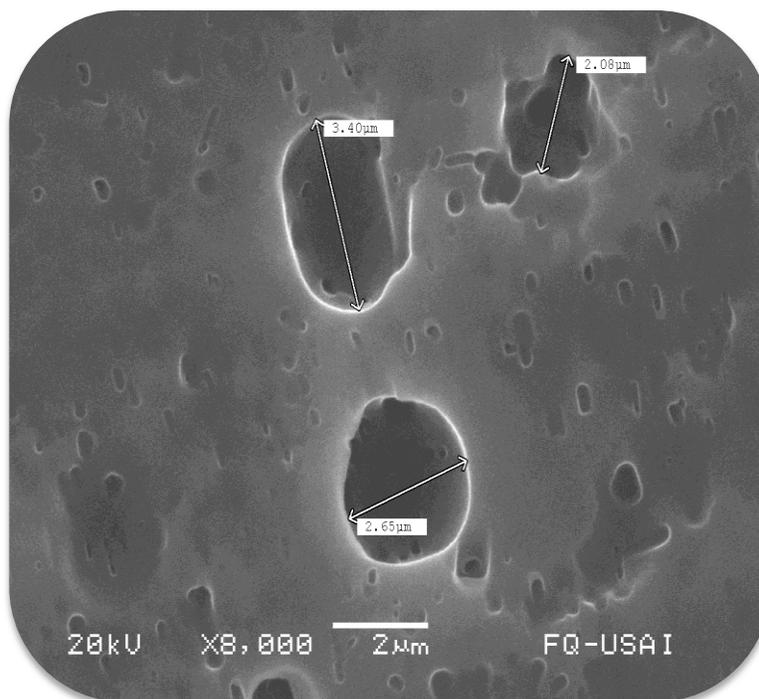
Figura 6.37. Imágenes del sustrato anodizado con Na_3PO_4 0.2 M. En donde a) imagen del sustrato recubierto vista con SEM a 1000x; b) imagen del sustrato recubierto vista con SEM del poro a 8000x.

Metavanadato de sodio 0.5M sin sellarFigura 6.38. Imagen de la placa anodizada con inhibidor NaVO_3 Tabla 6.7. Composición química del sustrato anodizado con NaVO_3 0.5 sin sellar

Elemento	Peso%
O	2.15
Mg	1.54
Al	92.90
V	0.03
Mn	0.35
Cu	2.04
Ag	1.03
Total	100.00



a)



b)

Figura 6.39. Imágenes del sustrato anodizado con NaVO_3 0.5M. En donde a) imagen del sustrato recubierto vista con SEM a 1000x; b) imagen del sustrato recubierto vista con SEM del poro a 8000x.

Analizando las imágenes se observó que para los dos inhibidores la formación de la capa anodizada fue uniforme. Cabe mencionar que para el metavanadato de sodio la superficie se observó más porosa que la del fosfato de sodio, es decir, el tamaño de poro promedio fue más grande. También se observó que la superficie del sustrato anodizado a simple vista fue uniforme. Para el fosfato de sodio la superficie anodizada fue de color amarillo mientras que para el metavanadato fue blanca, esto se debió al color natural del compuesto. En las tablas de composición química para cada sistema, se corroboró que el inhibidor efectivamente se integró a la capa anodizada, ya que en la cuantificación del porcentaje en peso de la capa anodizada, apareció el vanadio y el fósforo.

Las imágenes complementarias se encuentran en el Anexo 2.

6.3. Incorporación del Sol-gel a la capa anodizada con inhibidor.

6.3.1. Espesores

Se realizaron pruebas para medir el espesor del sustrato anodizado con cada inhibidor recubierto con Sol-gel; estos fueron los resultados:

Tabla 6.8. Espesores Sol-gel

Espesores (micrómetros)									
Sol-gel 1	2.8	2.8	3	3	2.7	2.8	3.3	2.8	3
Sol-gel 2	2.6	2.9	3.3	3.2	3.2	3.3	2.9	3.1	3

Tabla 6.9. Promedio de espesores Sol-gel

Promedio de Espesores(μm)	
Sol - gel 1	2.9
Sol - gel 2	3

Dónde:

Sol-gel 1 (sustrato anodizado con inhibidor Na_3PO_4 y con Sol-gel)

Sol-gel 2 (sustrato anodizado con inhibidor NaVO_3 y con Sol-gel)

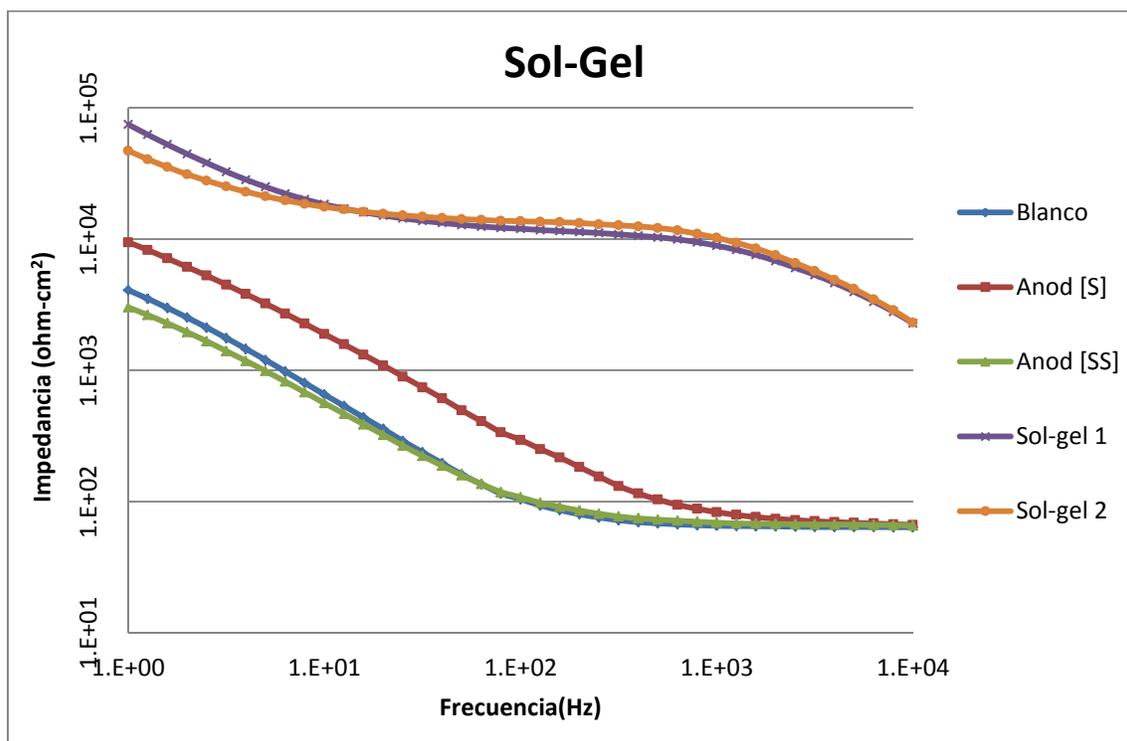
6.3.2 Pruebas de corrosión (impedancia)

Para esta sección se compararon 5 tipos de resultados, los cuales fueron:

- Blanco (Sustrato con acabado 1000)
- Anodizado Sellado (Decapado HF, Electrolito H_2SO_4)
- Anodizado sin Sellado (Decapado HF, Electrolito H_2SO_4)
- Sol-gel 1 (Incorporación de sol-gel al sustrato anodizado con inhibidor Na_3PO_4)
- Sol-gel 2 (Incorporación de sol-gel al sustrato anodizado con inhibidor $NaVO_3$)

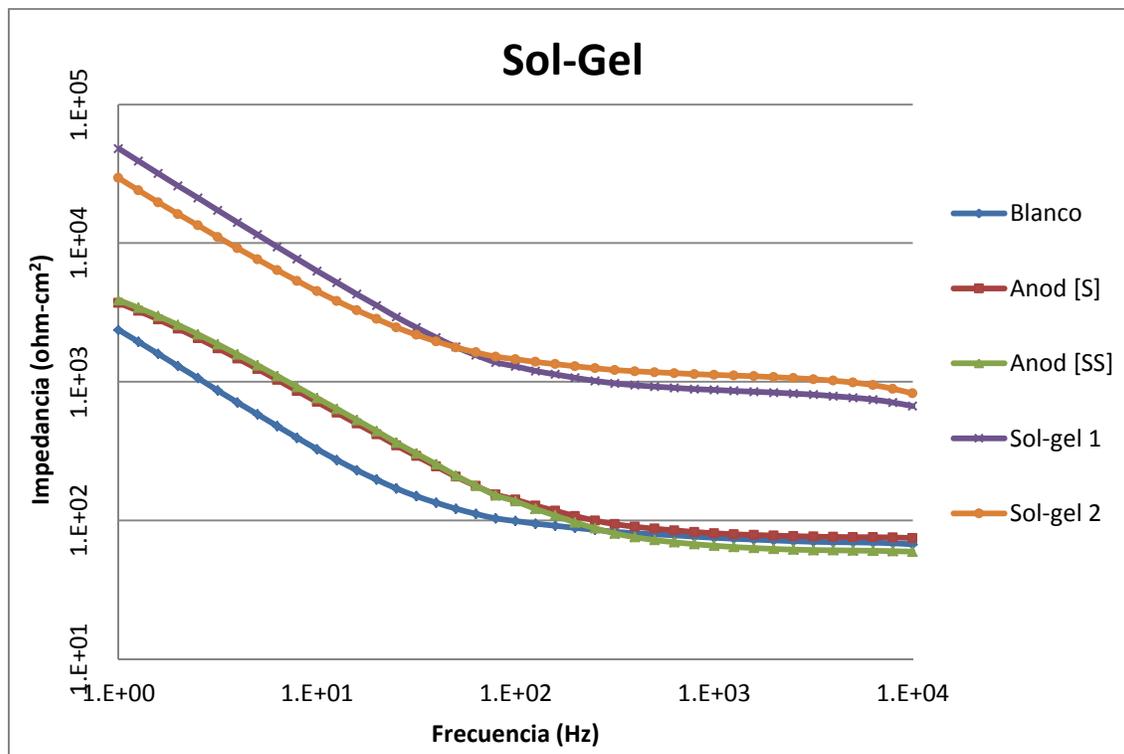
Lo anterior tuvo el propósito de encontrar la ruta más adecuada para retardar el proceso de corrosión y que el sustrato tuviera una vida útil más larga. A continuación se muestran los resultados obtenidos:

A un tiempo de exposición de cero horas se obtuvo la siguiente gráfica:



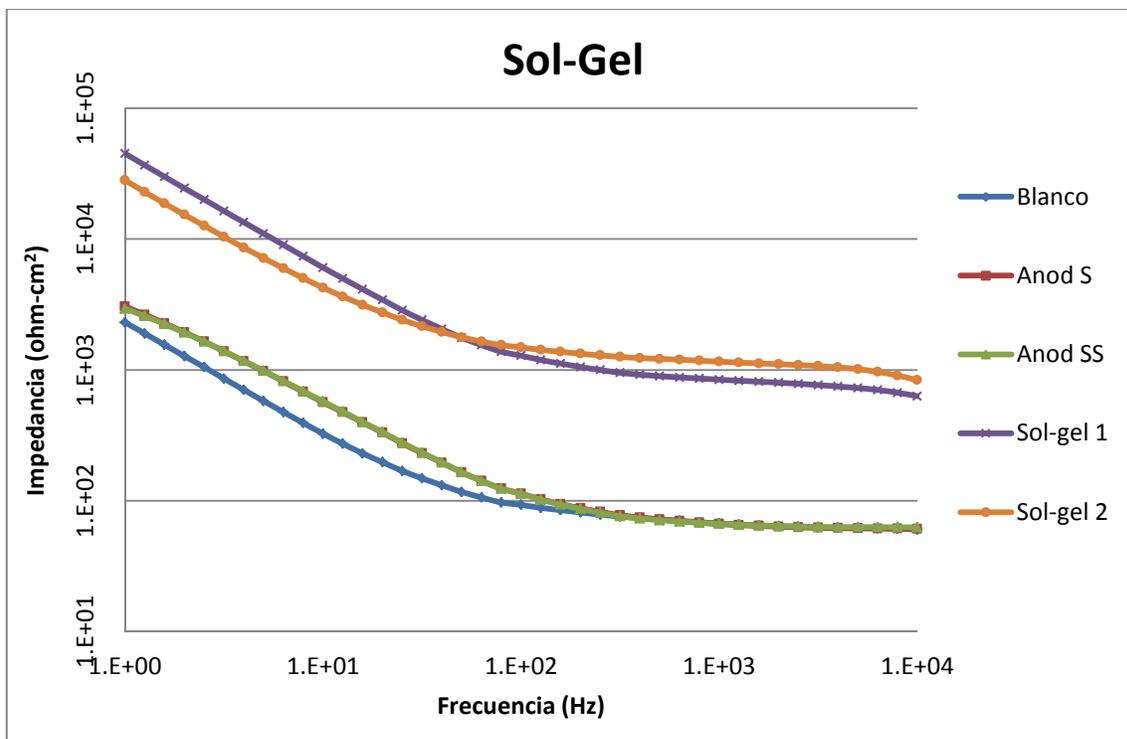
Gráfica 6.37. Gráfica de Bode-impedancia en donde se comprara el recubrimiento final, en este caso son 2(sol-gel 1 y 2), con el sustrato desnudo y con el anodizado sellado y sin sellar, las 5 condiciones se exponen a un medio salino agresivo de Na_2SO_4 0.1 M por un tiempo cero horas.

A un tiempo de exposición de 96 horas se obtuvo la siguiente gráfica:



Gráfica 6.38. Gráfica de Bode-impedancia en donde se comprara el recubrimiento final, en este caso son 2(sol-gel 1 y 2), con el sustrato desnudo y con el anodizado sellado y sin sellar, las 5 condiciones se exponen a un medio salino agresivo de Na_2SO_4 0.1 M por un tiempo 96 horas.

A un tiempo de exposición de 216 horas se obtuvo la siguiente gráfica:



Gráfica 6.39. Gráfica de Bode-impedancia en donde se comprara el recubrimiento final, en este caso son 2(sol-gel 1 y 2), con el sustrato desnudo y con el anodizado sellado y sin sellar, las 5 condiciones se exponen a un medio salino agresivo de Na_2SO_4 0.1 M por un tiempo 216 horas.

Se analizaron los resultados a los diferentes tiempos de inmersión, observando que incorporando el Sol-gel al sustrato anodizado con los inhibidores la resistencia a un medio corrosivo aumenta de manera considerable, con valores de impedancia por encima de los 2000 ohm-cm².

Esto se puede comprobar observando las gráficas, en donde se aprecia que las gráficas de sol-gel están muy por encima de las demás, y que las gráficas de anodizado sin inhibidor y sin Sol-Gel están en valores en valores de 1E+2, un valor muy por debajo de las de sol-gel con inhibidor, que se encuentran en valores de impedancia de 1E+3.

A su vez estas gráficas de sol-gel se aprecia que son muy parecidas, pero notando que a altas frecuencias, numéricamente la gráfica de Sol-gel 1 está por encima de la de Sol-gel 2, en cambio, a bajas frecuencias se observa que se presentó un comportamiento inverso, la gráfica de sol-gel 1 está por encima de la de sol-gel 2. Para efectos de protección,

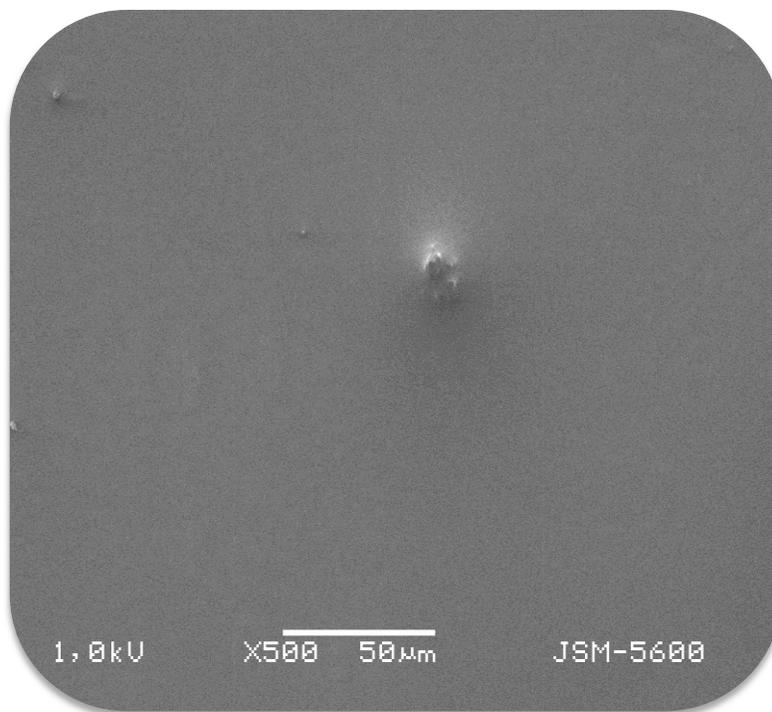
ambos sistemas con sol-gel tienen el mismo comportamiento electroquímico.

6.3.3. Superficie

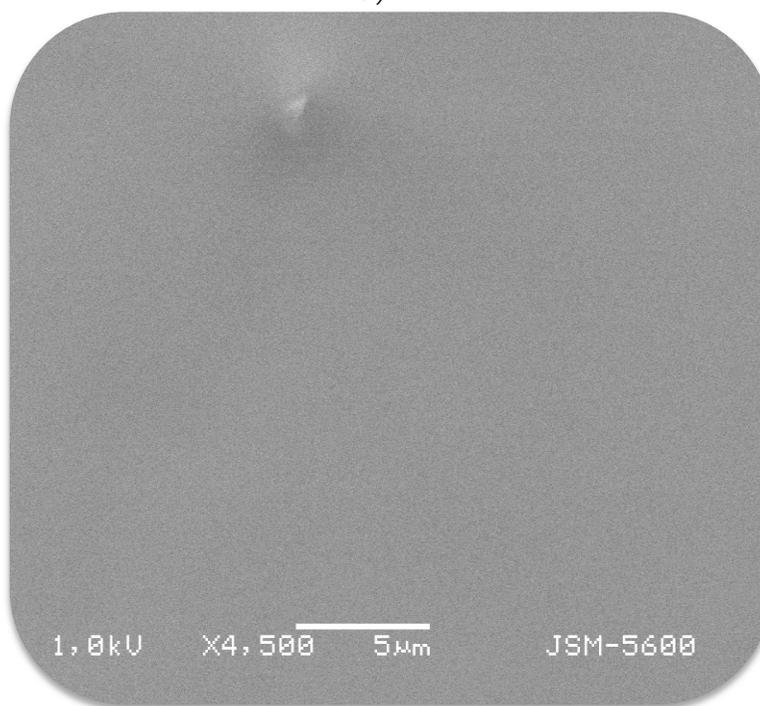
Recubrimiento de Sol-Gel previamente anodizado inhibidor Na_3PO_4



Figura 6.40. Imagen del sustrato recubierto con sol-gel previamente anodizado con inhibidor Na_3PO_4



a)



b)

Figura 6.41. Imagen de SEM de la figura 6.36. En donde a) imagen de sustrato recubierto con sol-gel vista con SEM a 500x; b) imagen del sustrato recubierto con sol-gel vista con SEM a 4500x.

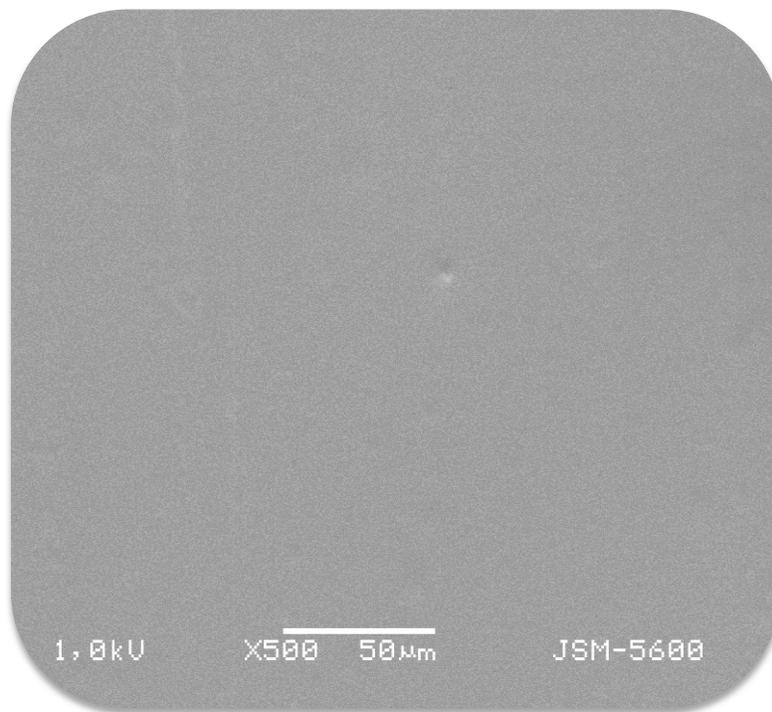
Tabla 6.10. Composición química del sustrato recubierto con sol-gel previamente anodizado con inhibidor Na_3PO_4 .

Elemento	Peso %
C	45.73
O	35.00
Mg	0.02
Al	0.20
Si	14.66
Zr	3.25
Cu	1.14
Total	100

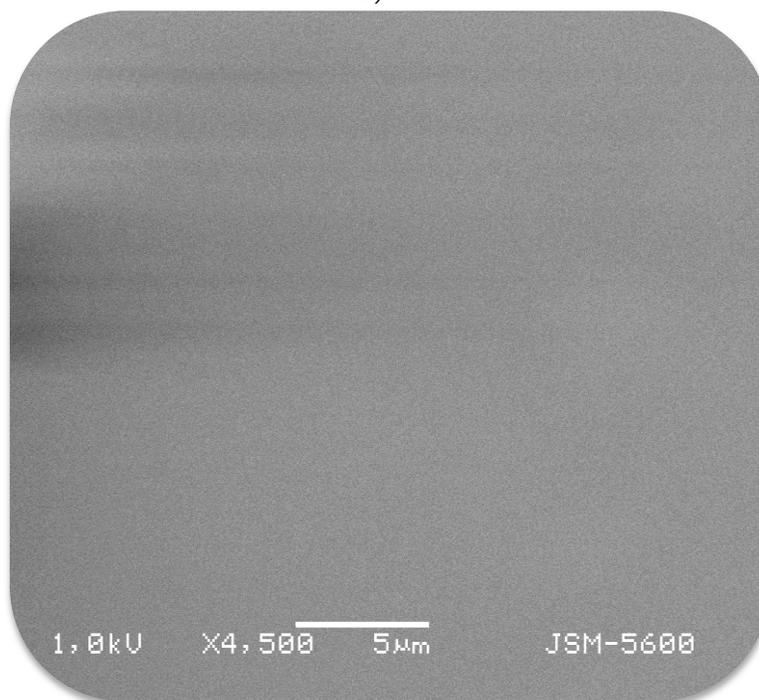
Recubrimiento de Sol-Gel previamente anodizado inhibidor NaVO_3



Figura 6.42. Imagen del sustrato recubierto con sol-gel previamente anodizado con inhibidor NaVO_3



a)



b)

Figura 6.43. Imagen del SEM de la figura 6.38. En donde a) imagen de sustrato recubierto con sol-gel vista con SEM a 500x; b) imagen del sustrato recubierto con sol-gel vista con SEM a 4500x.

Tabla 6.11. Composición química del sustrato recubierto con sol-gel previamente anodizado con inhibidor NaVO₃

Elemento	Peso %
C	52.49
O	34.54
Mg	0.10
Al	7.06
Si	11.44
Zr	9.99
Total	100

Analizando las imágenes antes vistas, se puede observar que tanto para el fosfato de sodio, como para el metavanadato de sodio la superficie vista en el SEM es completamente uniforme, ya que no se aprecia ninguna deformidad como grietas o poros, lo que significa que el sol-gel se adhiere muy bien a la capa anodizada, también se puede ver en la tablas 6.10 y 6.11 de composición química que ni el Vanadio ni el Fosfato aparecen, esto nos indica que al añadir el Sol-Gel a la capa anodizada con inhibidor no reaccionan.

CAPÍTULO 7

CONCLUSIONES

CONCLUSIONES

- Se lograron encontrar las condiciones adecuadas para obtener un sistema uniforme (Anodizado + Inhibidor + Sol-gel), con un máximo espesor y con una alta resistencia a la corrosión sobre la aleación de aluminio AA2024-T3.
- El proceso de anodizado por sí solo con ácido sulfúrico, tuvo una baja resistencia a la corrosión, ya que la capa que se formó fue muy porosa y esto provocó que el medio corrosivo penetrara y se corroiera el metal más rápido.
- Al agregar inhibidores inorgánicos al electrolito de ácido sulfúrico, se observó un aumento en la resistencia a la corrosión sobre el sustrato, en comparación con sólo el proceso de anodizado, debido a que el inhibidor penetró en los poros del anodizado haciendo más resistente a la corrosión en medio salino.
- Al agregar el recubrimiento sol-gel al anodizado, la resistencia a la corrosión aumentó considerablemente casi 10 veces más en comparación al sistema anodizado-inhibidor, lo que indica una favorable interacción química entre el anodizado-inhibidor con el sol gel.
- Con este tipo de mejoras, el sustrato puede llegar a tener un tiempo mayor de vida útil, en comparación al metal desnudo. Esto se debió a que el anodizado al tener una buena interacción con el inhibidor, se mejoró la adherencia del sol-gel y por lo tanto, mejoró el efecto barrera del sistema frente a condiciones salinas de Na_2SO_4 a 0.1 M.

CAPÍTULO 8

BIBLIOGRAFÍA

BIBLIOGRAFÍA

- [1] «Guías de Seguridad,» [En línea]. http://www.mapfre.com/documentacion/publico/i18n/catalogo_imagenes/grupo.cmd?path=1030514. [Último acceso: 22 04 2014].
- [2] «Temas selectos de Química,» [En línea]. <http://tsdq2.wikispaces.com/9.1+CELDAS+ELECTROQU%C3%8DMICAS>. [Último acceso: 23 04 2014].
- [3] «Aluminios y metales,» [En línea]. <http://www.aluminiosymetalesunicornio.com.mx/2024.html>. [Último acceso: 23 04 2014].
- [4] «Spec,» [En línea]. <http://www.specimportaciones.com/infoanodizado.htm>. [Último acceso: 23 04 2014].
- [5] J. O. Avila, Oxidación anódica del aluminio, Barcelona: Cedel, 1973.
- [6] «Espacio del divulgador,» [En línea]. http://ergosum.uaemex.mx/pdfs/pdf_vol_17_2/12%20_genoveva_hdz.pdf. [Último acceso: 24 04 2014].
- [7] «scribd,» [En línea]. <https://es.scribd.com/doc/106830262/Revision-Del-Proceso-de-Sintesis-Por-Sol-Gel>. [Último acceso: 15 Octubre 2014].
- [8] «Estudio de los inhibidores de la corrosion,» [En línea]. <http://riunet.upv.es/bitstream/handle/10251/17809/ESTUDIO%20DEL%20EFECTO%20DE%20LOS%20INHIBIDORES%20DE%20LA%20CORROSI%C3%93N%20EN%20ARMADURAS%20DEL%20HORMIG%C3%93N.pdf?sequence=1>. [Último acceso: 24 04 2014].
- [9] «Introcucion a la microscopia electronica,» [En línea]. <http://www.ciens.ucv.ve:8080/generador/sites/prodrigu/archivos/Guia%20completa%20ME.pdf>. [Último acceso: 24 04 2014].

- [10] «Ecured,» [En línea]. Available:
http://www.ecured.cu/index.php/Microscopio_electr%C3%B3nico_de_barrido.
[Último acceso: 24 04 2014].
- [11] «Espectroscopía de impedancia electroquímica en corrosión,» [En línea].
<http://depa.fquim.unam.mx/labcorr/libro/Manual-EIS-IMP-UNAM.PDF>.
[Último acceso: 25 04 2014].
- [12] C. Ramos, Tesis: Preparación de nanocompuestos de grafeno y su incorporación a recubrimientos híbridos sol-gel, Mexico DF, 2013.
- [13] «Alava Ingenieros,» [En línea]. <http://www.alava-ing.es/ingenieros/productos/atmosfera-inerte/recubrimientos/spin-coating/>.
[Último acceso: 29 04 2014].
- [14] D. R. T. Sánchez, «Coordinación de investigación científica,» 2011. [En línea].
http://www.cic.umich.mx/index.php?option=com_content&view=article&id=531&Itemid=1.
[Último acceso: 08 Abril 2014].
- [15] E. A. M. M. Ricardo Orozco Cruz, «La ciencia y el hombre,» [En línea].
<http://www.uv.mx/cienciahombre/revistae/vol20num2/articulos/corrosion/>.
[Último acceso: 08 Abril 2014].
- [16] M. G. Vicente, Anodizado y coloreado del aluminio y sus aleaciones, Barcelona: Cedel, 1968.

CAPÍTULO 9

ANEXOS

ANEXOS

9.1. Anexo 1: Anodizado

En este anexo 1 se puede observar los resultados de los demás tratamientos del anodizado, esto con el fin de comprar los resultados del capítulo 6.1 correspondiente al anodizado.

9.1.1. Superficie

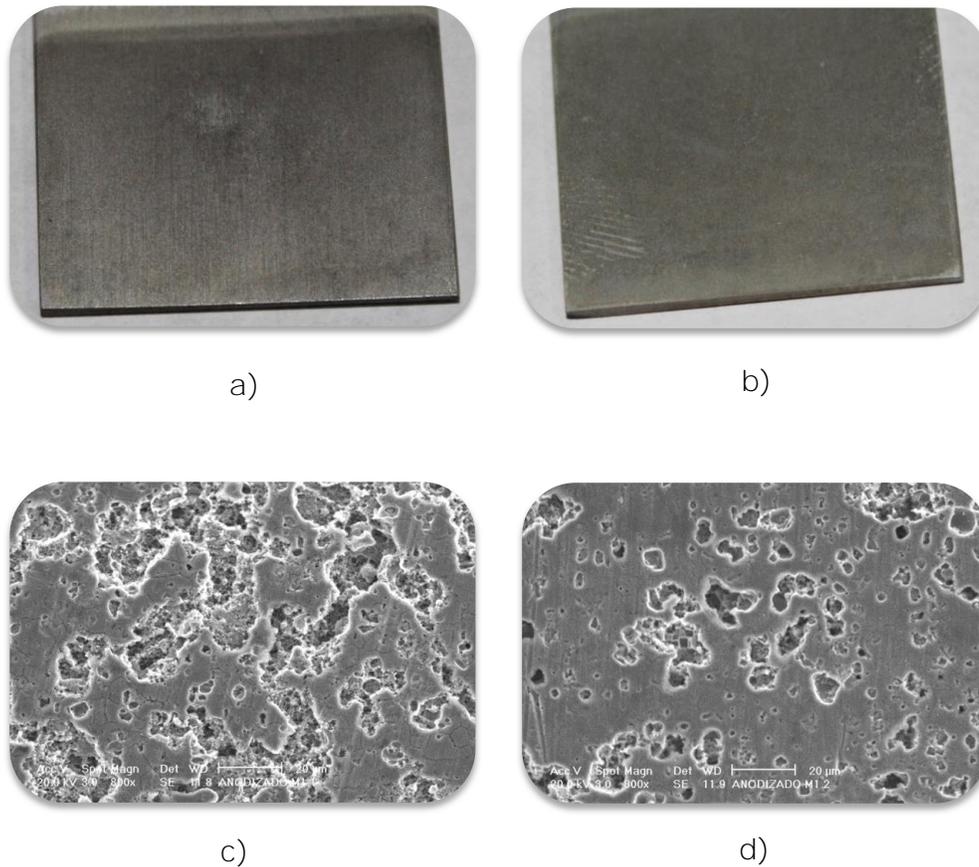


Figura 9.44. Imágenes del sustrato anodizado con decapado NaOH-HCl y electrólisis con H_2SO_4 por un tiempo de 1h. En donde a) a un acabado 220; b) acabado 1000; c) imagen de a) tomada con SEM; d) imagen de b) tomada con SEM.

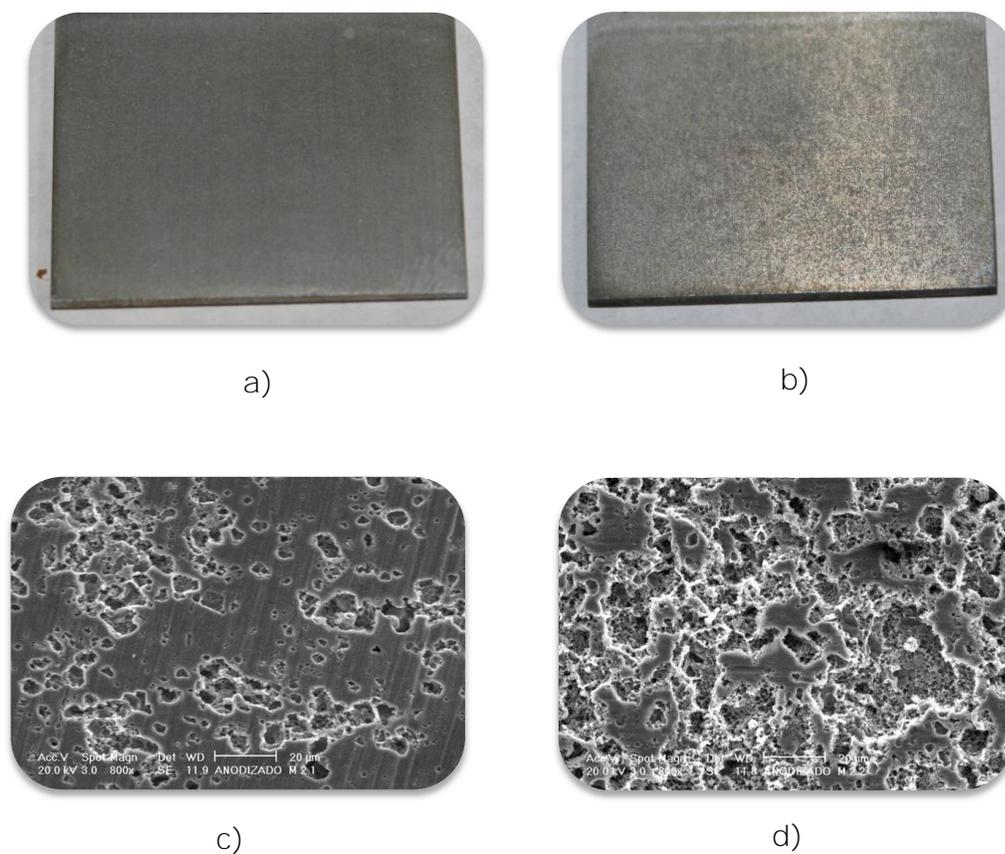


Figura 9.45. Imágenes del sustrato anodizado con decapado NaOH-HCl y electrólisis con H_2SO_4 - $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ por un tiempo de 1h. En donde a) a un acabado 220; b) acabado 1000; c) imagen de a) tomada con SEM; d) imagen de b) tomada con SEM.

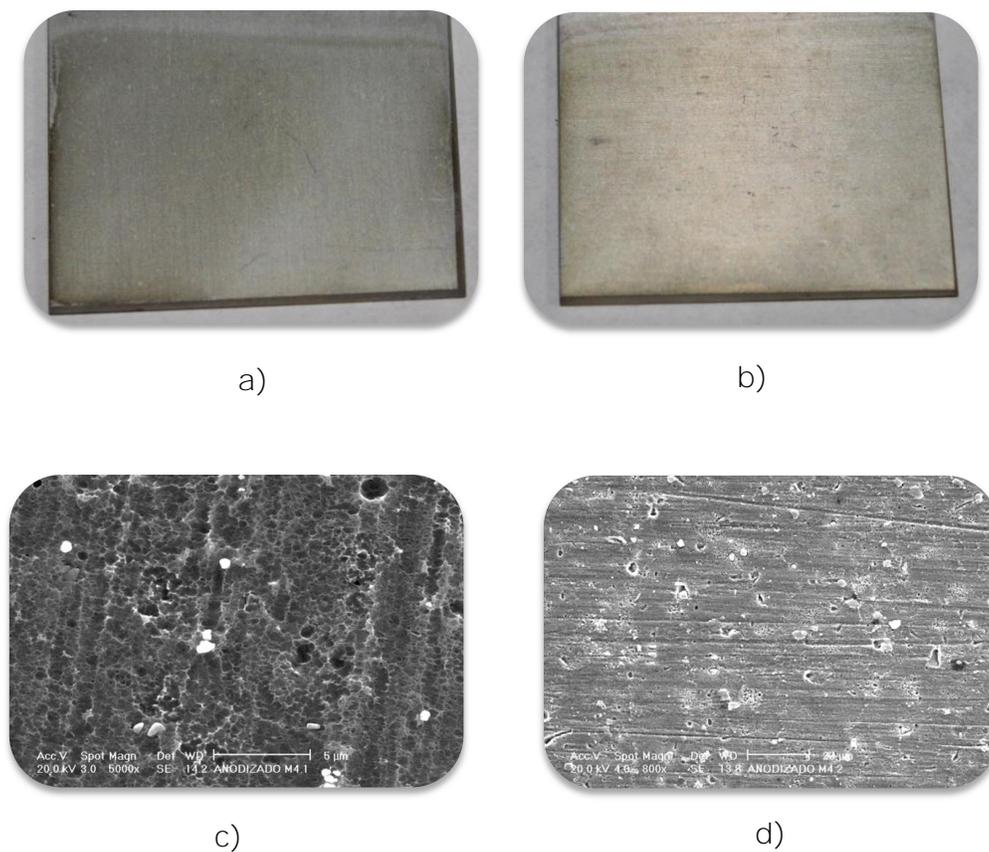


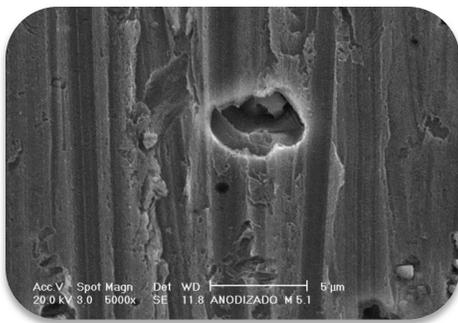
Figura 9.46. Imagen del sustrato anodizado con decapado HF y electrólisis con $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ por un tiempo de 1h. En donde a) a un acabado 220; b) acabado 1000; c) imagen de a) tomada con SEM; d) imagen de b) tomada con SEM.



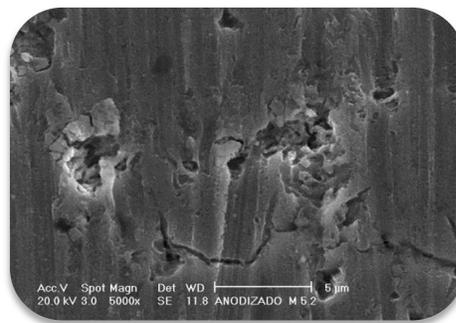
a)



b)



c)



d)

Figura 9.47. Imagen del sustrato anodizado con decapado NaOH-HNO₃ y electrólisis con H₂SO₄ por un tiempo de 1h. En donde a) a un acabado 220; b) acabado 1000; c) imagen de a) tomada con SEM; d) imagen de b) tomada con SEM.

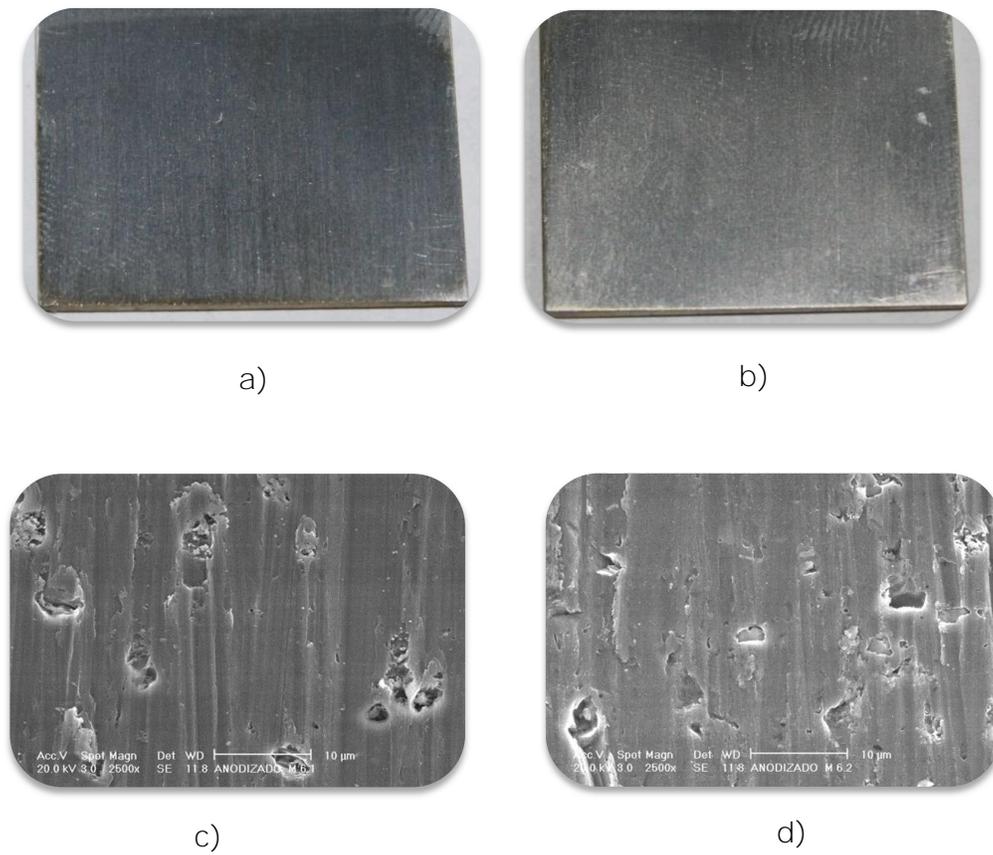


Figura 9.48. Imagen del sustrato anodizado con decapado NaOH-HNO₃ y electrólisis con H₂SO₄-H₂C₂O₄ por un tiempo de 1h. En donde a) a un acabado 220; b) acabado 1000; c) imagen de a) tomada con SEM; d) imagen de b) tomada con SEM.

9.1.1. Espesores

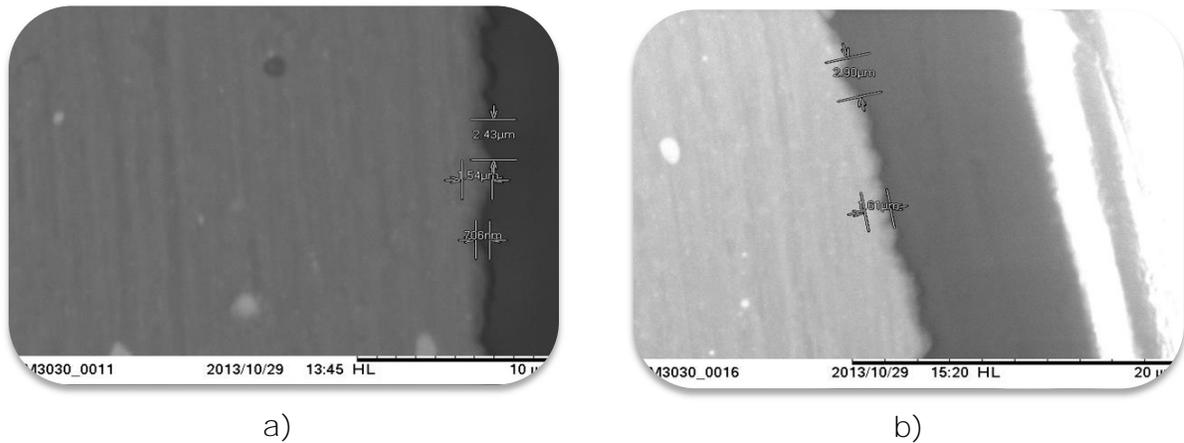


Figura 9.49. Imágenes de espesores del sustrato anodizado con decapado HF y electrólisis con H_2SO_4 a un tiempo de 30 min. En donde a) imagen del sustrato recubierto sin sellar tomada con SEM; b) imagen del sustrato recubierto sellado tomada con SEM.

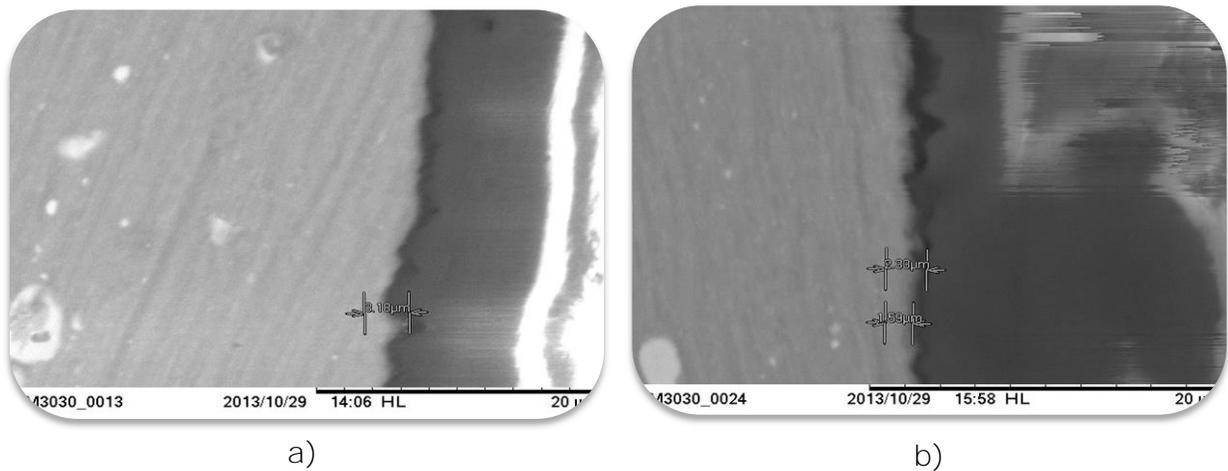


Figura 9.50. Imágenes de espesores del sustrato anodizado con decapado HF y electrólisis con H_2SO_4 a un tiempo de 90 min. En donde a) imagen del sustrato recubierto sin sellar tomada con SEM; b) imagen del sustrato recubierto sellado tomada con SEM.

9.2. Anexo 2: Inhibidores

En este anexo 2 se puede observar los resultados de los demás tratamientos del anodizado con inhibidores, esto con el fin de comparar los resultados del capítulo 6.2 correspondiente al anodizado con inhibidores.

Sustrato recubierto con molibdato de sodio (Na_2MoO_4)

- 0.1 M Sellado

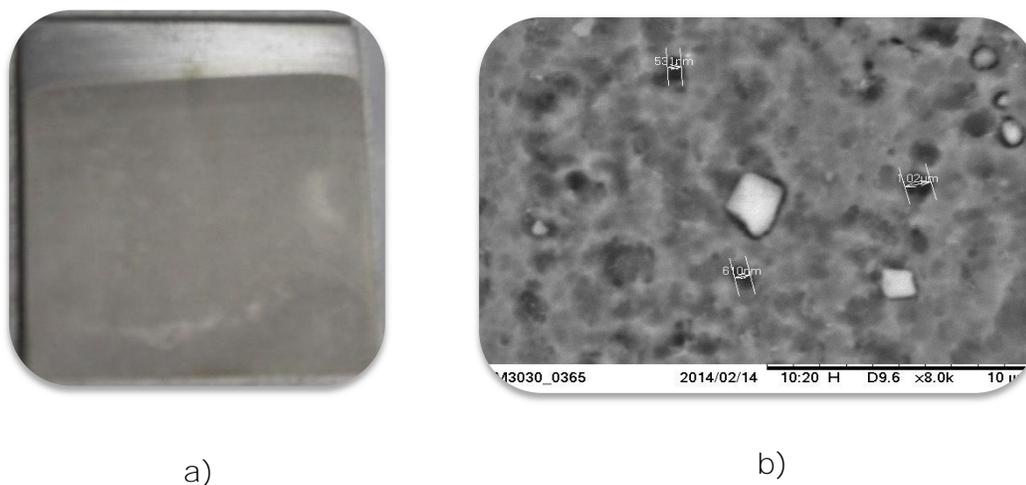


Figura 9.51. a) Imagen del sustrato recubierto; b) imagen del sustrato recubierto tomada con SEM.

Tabla 9.12. Composición química del sustrato recubierto con Na_2MoO_4 0.1 M sellado.

Elemento	Peso%
Al	94.10
O	5.00
Na	0.74
Mo	0.16
Total	100.00

- 0.1 M Sin sellar

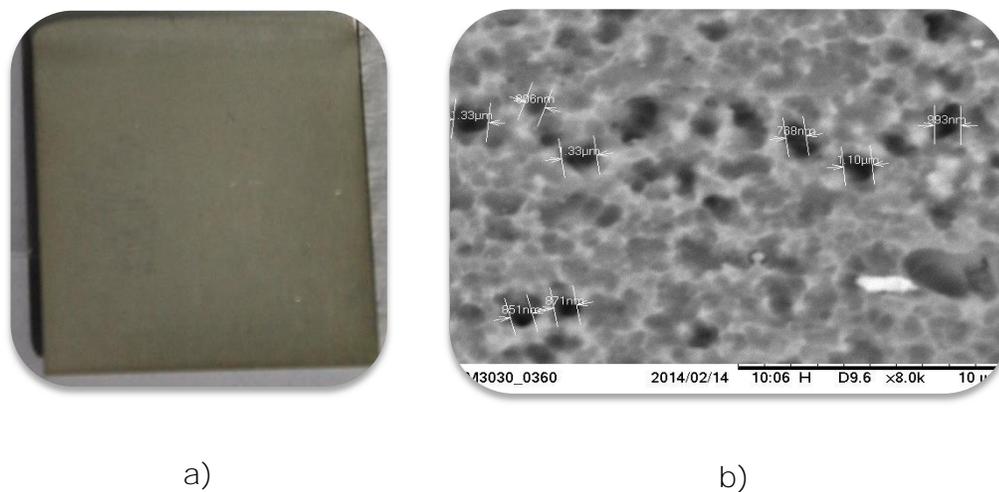


Figura 9.52. a) Imagen del sustrato recubierto; b) imagen del sustrato recubierto tomada con SEM.

Tabla 9.13. Composición química del sustrato recubierto con Na_2MoO_4 0.1 M sin sellar

Elemento	Peso%
Al	94.96
O	4.28
Na	0.55
Mo	0.21
Total	100.00

- 0.2 M Sellado

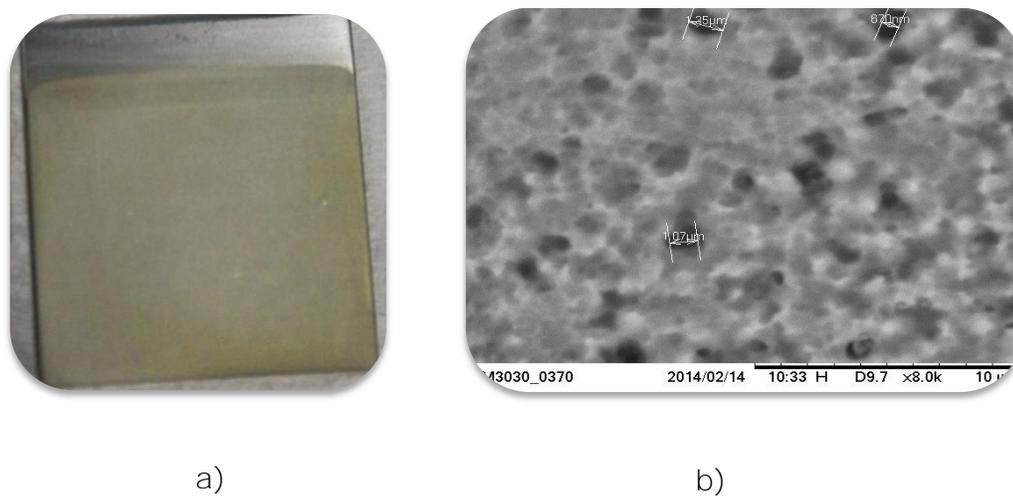


Figura 9.53. a) Imagen del sustrato recubierto; b) imagen del sustrato recubierto tomada con SEM.

Tabla 9.14. Composición química del sustrato recubierto con Na_2MoO_4 0.2 M sellado

Elemento	Peso%
Al	90.66
O	6.76
Ge	1.64
Na	0.62
Mo	0.32
Total	100.00

- 0.2 M Sin sellar

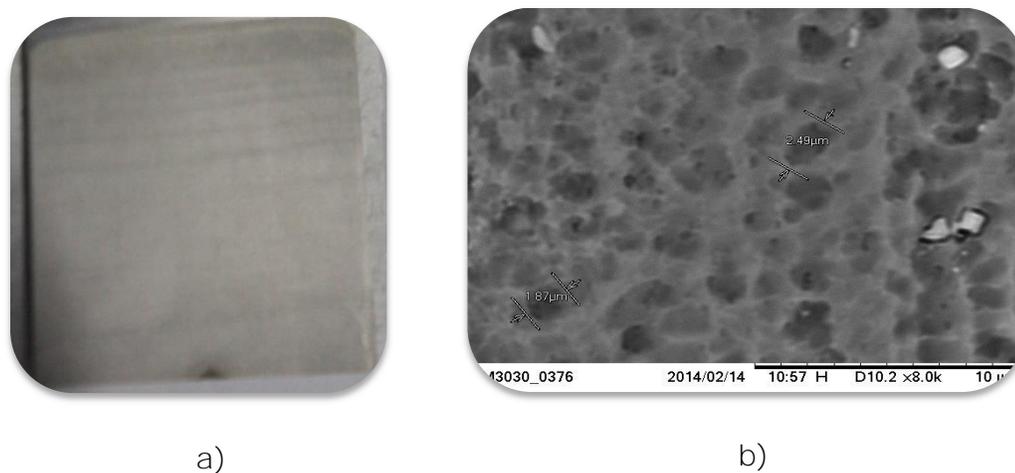


Figura 9.54. a) Imagen del sustrato recubierto; b) imagen del sustrato recubierto tomada con SEM.

Tabla 9.15. Composición química del sustrato recubierto con Na_2MoO_4 0.2 M sin sellar

Elemento	Peso%
Al	96.54
O	2.64
Na	0.59
Mo	0.23
Total	100.00

- 0.3 M Sellado

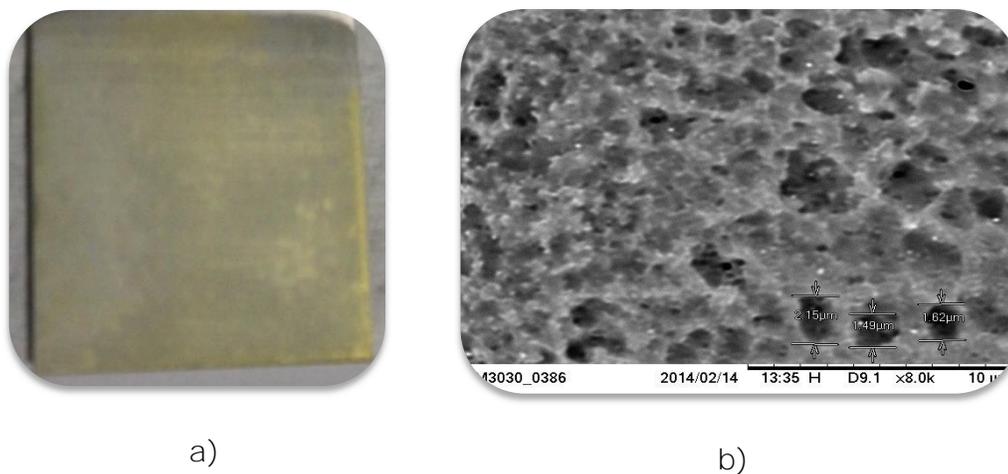


Figura 9.55. a) Imagen del sustrato recubierto; b) imagen del sustrato recubierto tomada con SEM.

Tabla 9.16. Composición química del sustrato recubierto con Na_2MoO_4 0.3 M sellado

Elemento	Peso%
Al	94.95
O	4.38
Na	0.55
Mo	0.03
Total	100.00

- 0.3 M Sin sellar

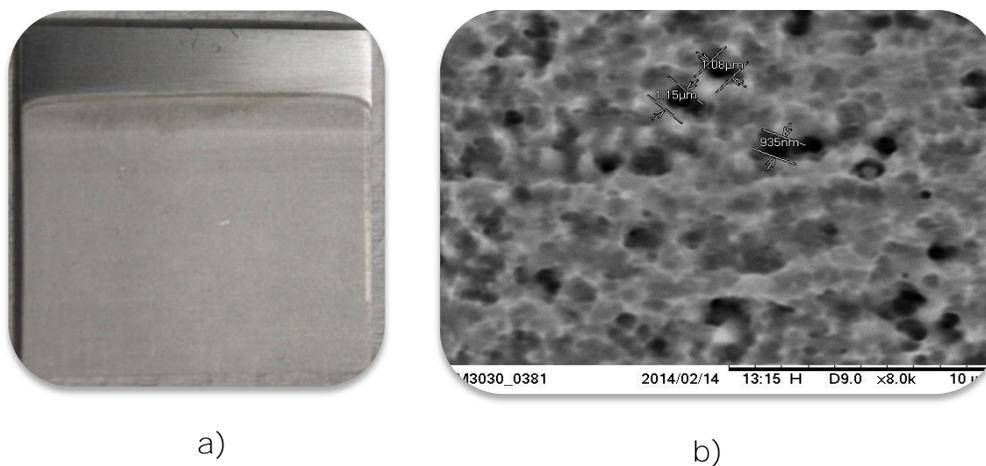


Figura 9.56. a) Imagen del sustrato recubierto; b) imagen del sustrato recubierto tomada con SEM.

Tabla 9.17. Composición química del sustrato recubierto con Na_2MoO_4 0.3 M sin sellar

Elemento	Peso%
Al	96.87
O	2.36
Na	0.59
Mo	0.18
Total	100.00

- 0.4 M Sellado

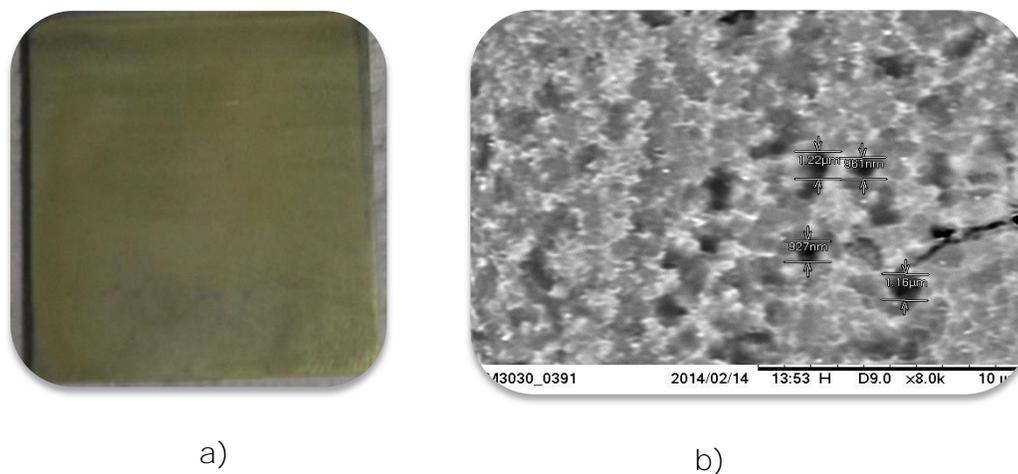


Figura 9.57. a) Imagen del sustrato recubierto; b) imagen del sustrato recubierto tomada con SEM.

Tabla 9.18. Composición química del sustrato recubierto con Na_2MoO_4 0.4 M sellado

Elemento	Peso%
Al	93.09
O	5.73
Na	0.69
Mo	0.49
Total	100.00

- 0.4 M Sin sellar

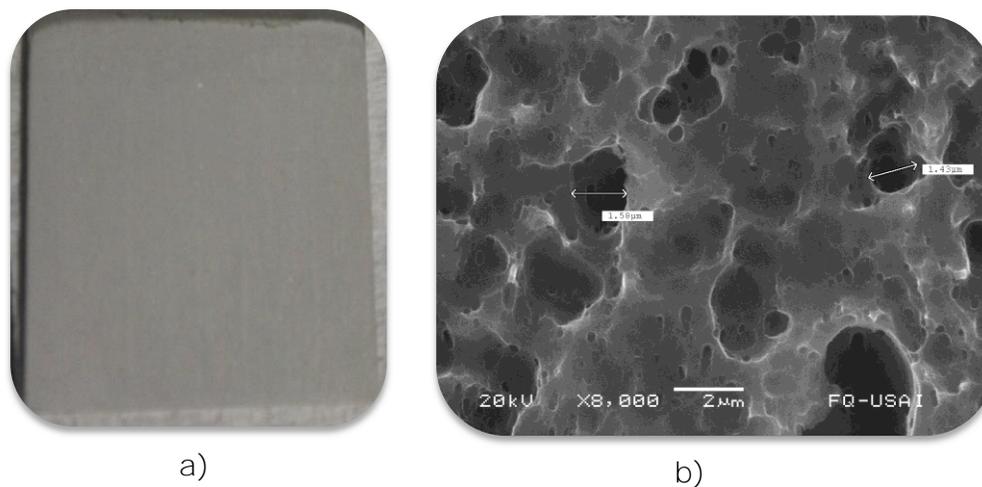


Figura 9.58. a) Imagen del sustrato recubierto; b) imagen del sustrato recubierto tomada con SEM.

Tabla 9.19. Composición química del sustrato recubierto con Na_2MoO_4 0.4 M sin sellar

Elemento	Peso%
C	6.07
O	3.72
Mg	1.33
Al	86.31
Mn	0.32
Cu	1.97
Mo	0.28
Total	100.00

- 0.5 M Sellado

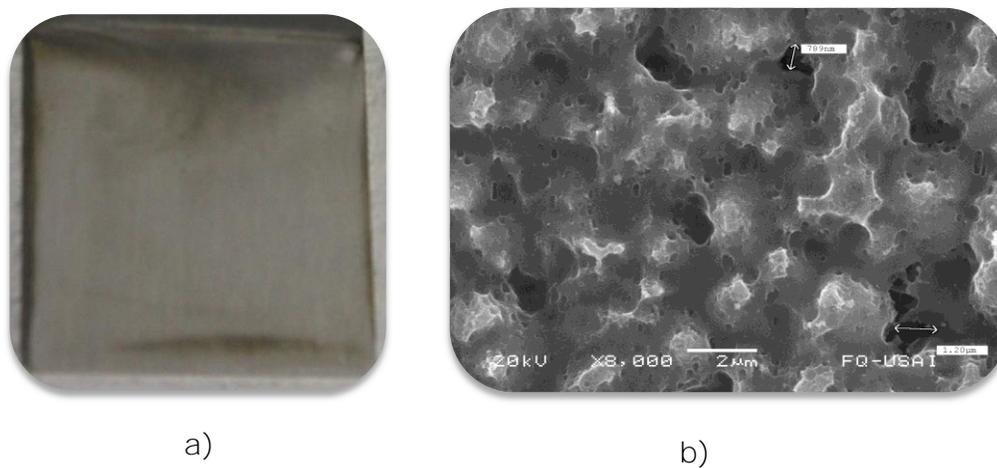


Figura 9.59. a) Imagen del sustrato recubierto; b) imagen del sustrato recubierto tomada con SEM.

Tabla 9.20. Composición química del sustrato recubierto con Na_2MoO_4 0.5 M sellado

Elemento	Peso%
C	7.30
O	6.15
Mg	1.45
Al	80.89
Mn	0.25
Cu	2.52
Mo	0.75
Ag	0.69
Total	100.00

- 0.5 M Sin sellar

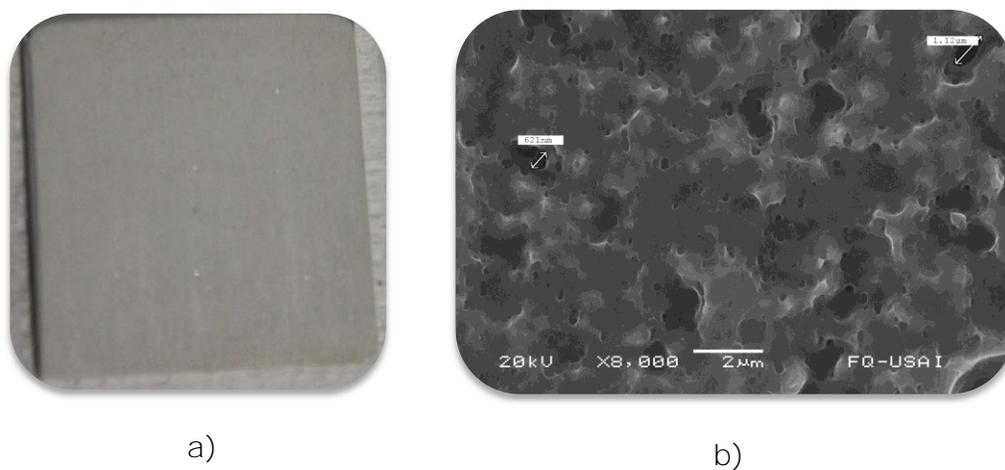


Figura 9.60. a) Imagen del sustrato recubierto; b) imagen del sustrato recubierto tomada con SEM.

Tabla 9.21. Composición química del sustrato recubierto con Na_2MoO_4 0.5 M sin sellar

Elemento	Peso%
O	2.95
Mg	1.51
Al	91.46
Mn	0.39
Cu	2.21
Mo	0.45
Ag	1.04
Total	100.00

Fosfato de Sodio (Na_3PO_4)

- 0.1 M Sellado

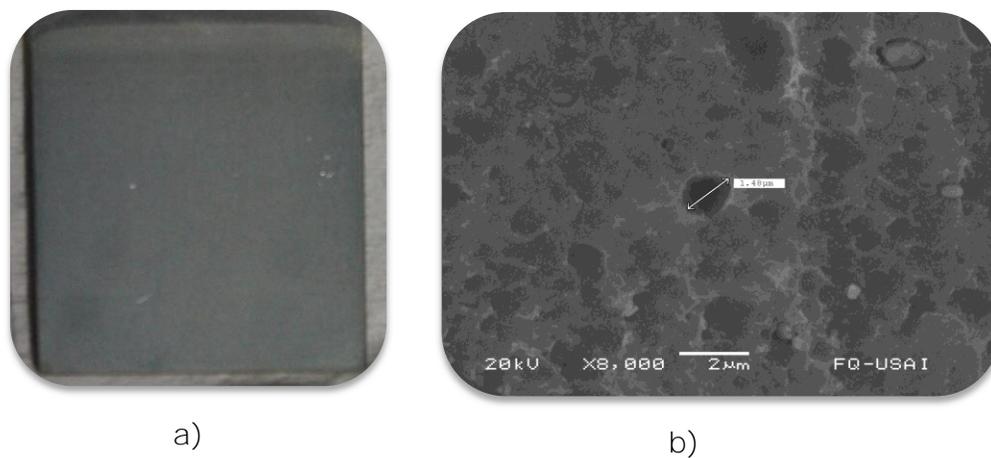


Figura 9.61. a) Imagen del sustrato recubierto; b) imagen del sustrato recubierto tomada con SEM.

Tabla 9.22. Composición química del sustrato recubierto con Na_3PO_4 0.1 M sellado

Elemento	Peso%
C	9.29
O	13.87
Mg	1.67
Al	71.20
Si	1.10
P	0.06
Mn	0.22
Cu	2.59
Total	100.00

- 0.1 M Sin sellar

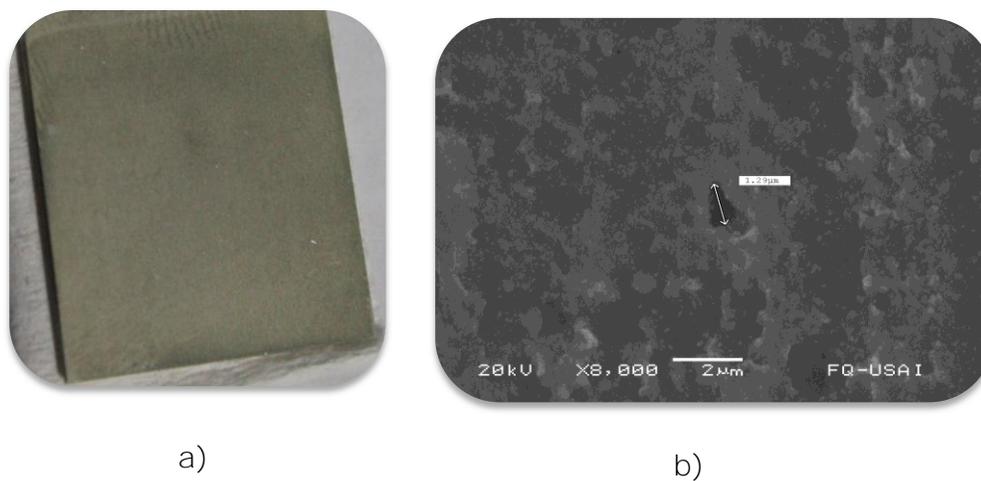


Figura 9.62. a) Imagen del sustrato recubierto; b) imagen del sustrato recubierto tomada con SEM

Tabla 9.23. Composición química del sustrato recubierto con Na_3PO_4 0.1 M sin sellar

Elemento	Peso%
C	8.10
O	20.45
Mg	1.91
Al	64.85
Si	2.06
P	0.01
Mn	0.17
Cu	2.06
Ag	0.39
Total	100.00

- 0.2 M Sellado

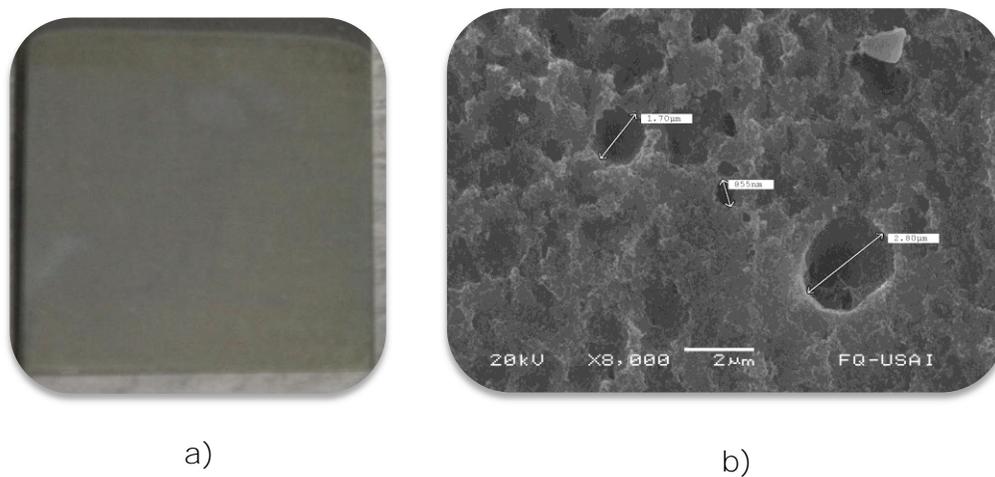


Figura 63. a) Imagen del sustrato recubierto; b) imagen del sustrato recubierto tomada con SEM.

Tabla 9.24. Composición química del sustrato recubierto con Na_3PO_4 0.2 M sellado

Elemento	Peso%
C	5.24
O	7.02
Mg	1.43
Al	82.51
P	0.04
Mn	0.26
Cu	2.60
Ag	0.90
Total	100.00

- 0.3 M Sellado

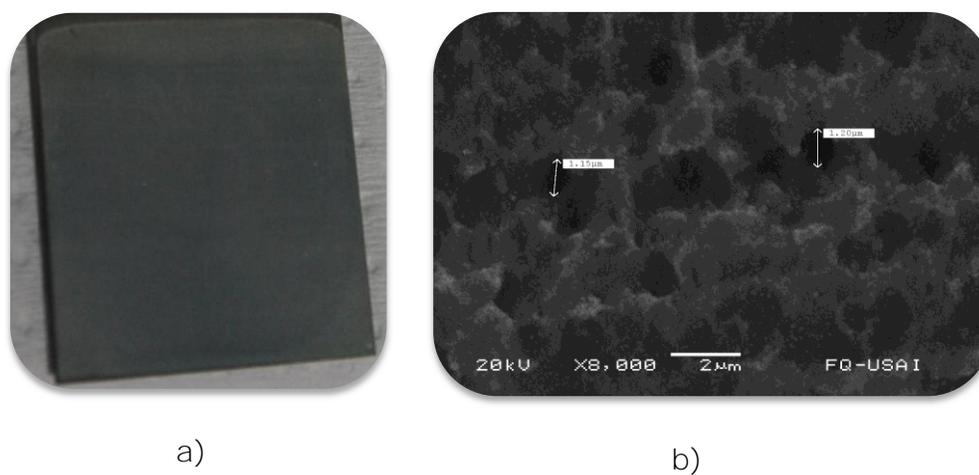


Figura 9.64. a) Imagen del sustrato recubierto; b) imagen del sustrato recubierto tomada con SEM.

Tabla 9.25. Composición química del sustrato recubierto con Na_3PO_4 0.3 M sellado

Elemento	Peso%
C	7.73
O	17.52
Mg	1.74
Al	69.11
Si	1.60
P	0.01
Mn	0.22
Cu	2.08
Total	100.00

- 0.3 M Sin sellar

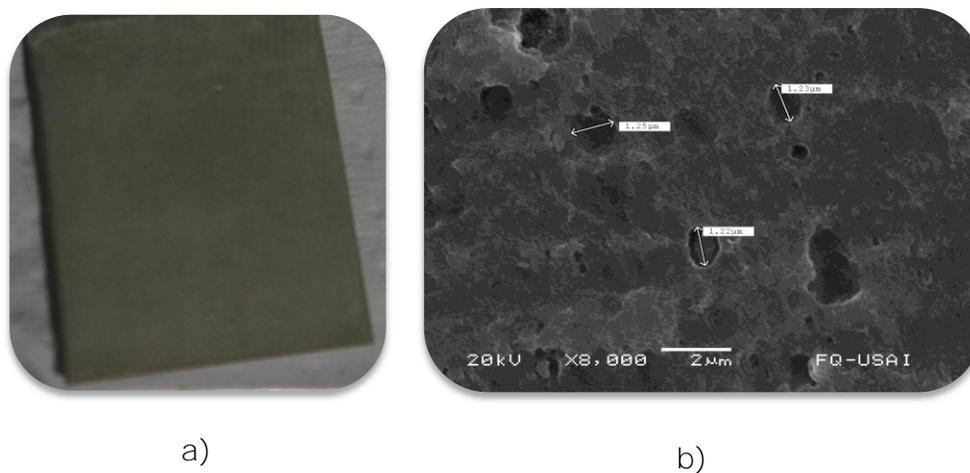


Figura 9.65. a) Imagen del sustrato recubierto; b) imagen del sustrato recubierto tomada con SEM.

Tabla 9.26. Composición química del sustrato recubierto con Na_3PO_4 0.3 M sin sellar

Elemento	Peso%
C	7.26
O	6.01
Mg	1.55
Al	81.33
P	0.09
Mn	0.30
Cu	2.79
Ag	0.67
Total	100.00

- 0.4 M Sellado

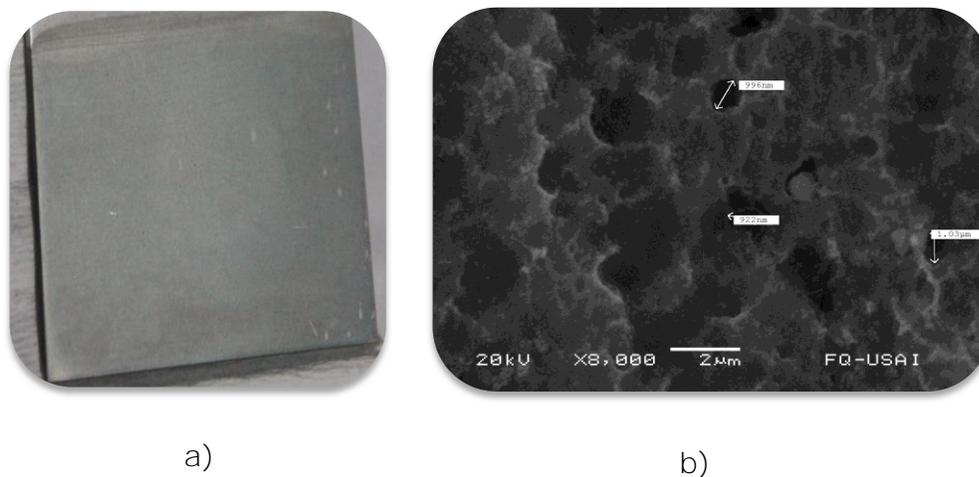


Figura 9.66. a) Imagen del sustrato recubierto; b) imagen del sustrato recubierto tomada con SEM.

Tabla 9.27. Composición química del sustrato recubierto con Na_3PO_4 0.4 M sellado

Elemento	Peso%
C	8.65
O	16.79
Mg	1.86
Al	68.12
Si	1.63
P	0.01
Mn	0.22
Cu	2.73
Total	100.00

- 0.4 M Sin sellar

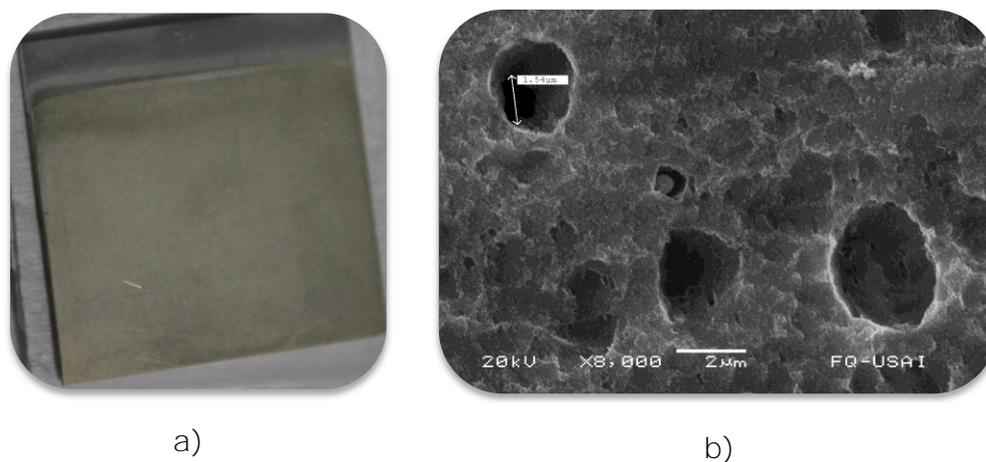


Figura 9.67. a) Imagen del sustrato recubierto; b) imagen del sustrato recubierto tomada con SEM.

Tabla 9.28. Composición química del sustrato recubierto con Na_3PO_4 0.4 M sin sellar

Elemento	Peso%
O	5.21
Mg	1.54
Al	83.36
P	0.06
Mn	0.24
Cu	2.43
Ag	0.90
Total	100.00

- 0.5 M Sellado

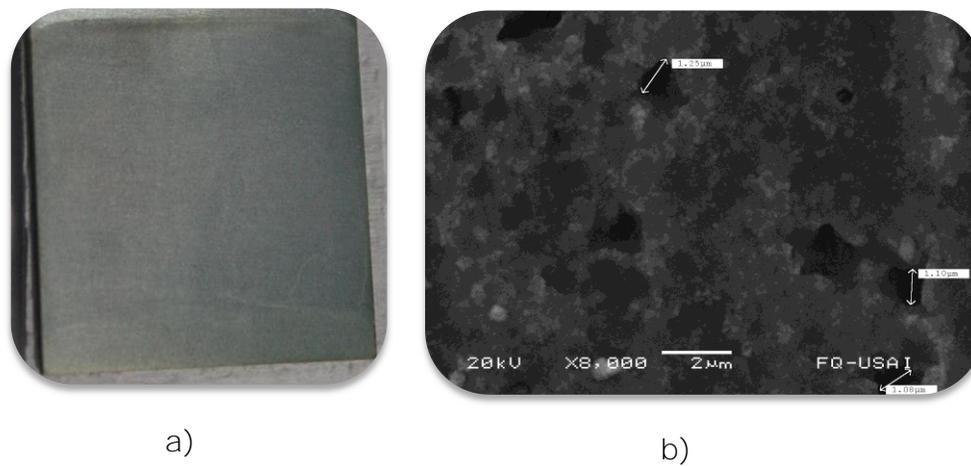


Figura 9.68. a) Imagen del sustrato recubierto; b) imagen del sustrato recubierto tomada con SEM.

Tabla 9.29. Composición química del sustrato recubierto con Na_3PO_4 0.5 M sellado

Elemento	Peso%
C	7.87
O	18.41
Mg	1.70
Al	67.84
Si	1.70
P	0.01
Mn	0.21
Cu	1.82
Ag	0.44
Total	100.00

- 0.5 M Sin sellar

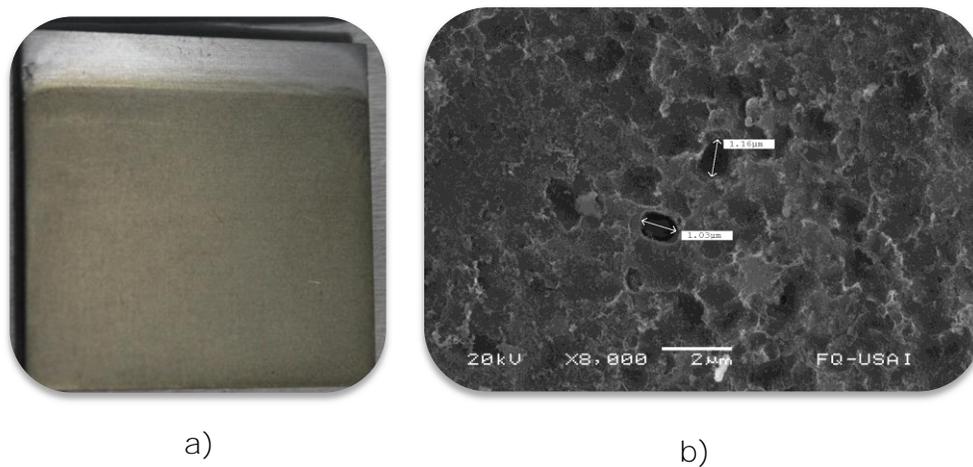


Figura 9.69. a) Imagen del sustrato recubierto; b) imagen del sustrato recubierto tomada con SEM.

Tabla 9.30. Composición química del sustrato recubierto con Na_3PO_4 0.5 M sin sellar

Elemento	Peso%
C	6.26
O	6.34
Mg	1.49
Al	81.58
P	0.07
Mn	0.30
Cu	3.29
Ag	0.68
Total	100.00

Metavanadato de Sodio (NaVO_3)

- 0.1 M Sellado

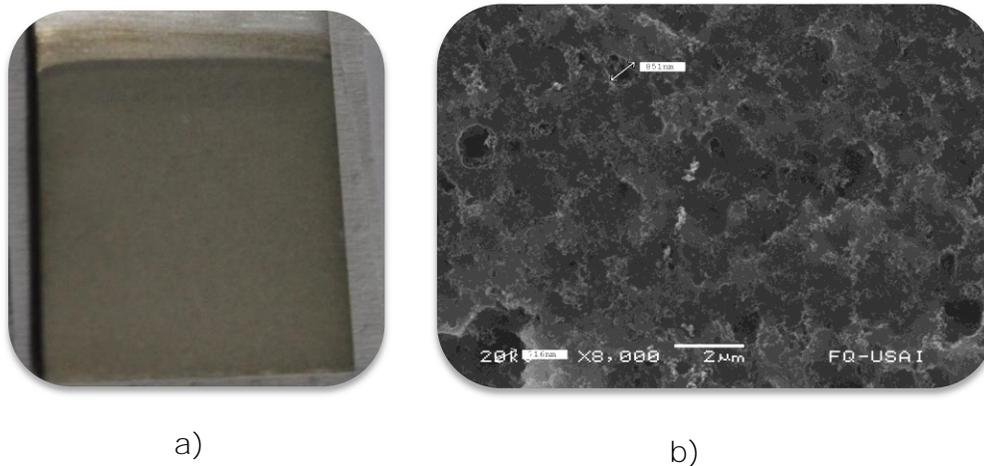


Figura 9.70. a) Imagen del sustrato recubierto; b) imagen del sustrato recubierto tomada con SEM.

Tabla 9.31. Composición química del sustrato recubierto con NaVO_3 0.1 M sellado

Elemento	Peso%
C	5.97
O	5.57
Mg	1.42
Al	83.67
V	0.01
Mn	0.26
Cu	2.34
Ag	0.76
Total	100.00

- 0.1 M Sin sellar

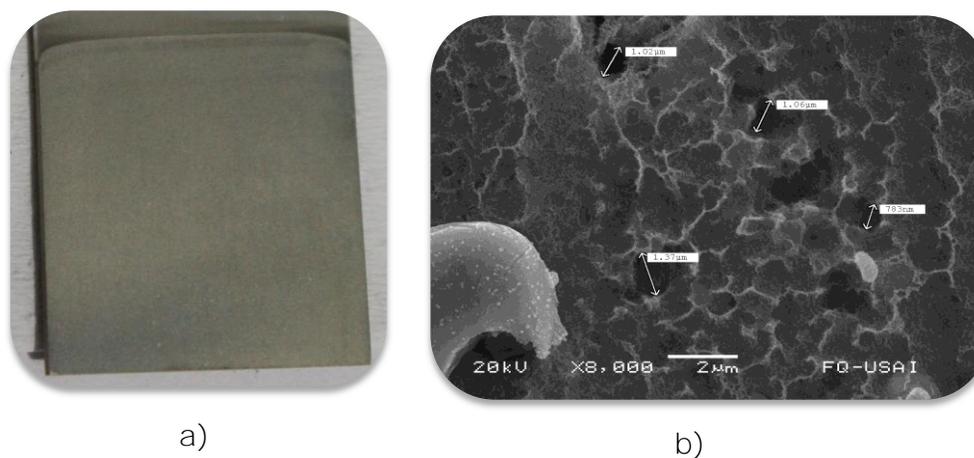


Figura 9.71. a) Imagen del sustrato recubierto; b) imagen del sustrato recubierto tomada con SEM.

Tabla 9.32. Composición química del sustrato recubierto con NaVO_3 0.1 M sin sellar

Elemento	Peso%
C	6.17
O	6.50
Mg	1.56
Al	82.11
V	0.03
Mn	0.21
Cu	2.71
Ag	0.72
Total	100.00

- 0.2 M Sellado

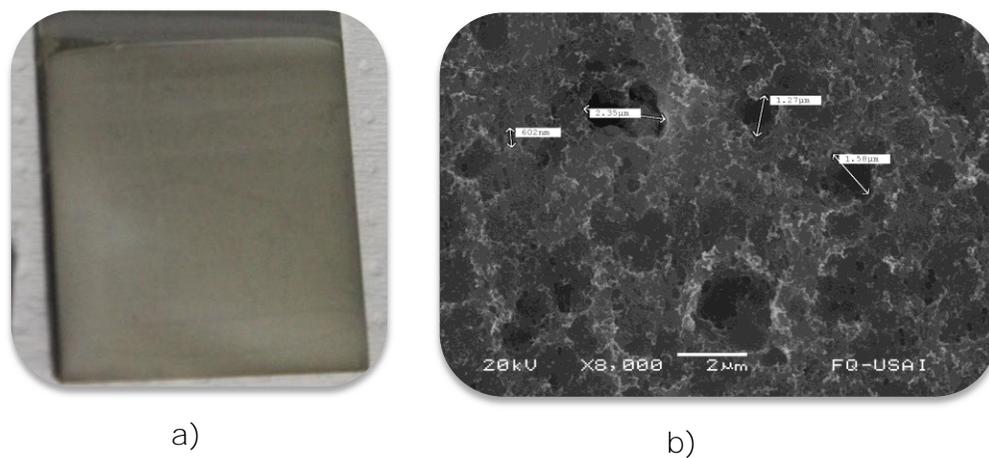


Figura 9.72. a) Imagen del sustrato recubierto; b) imagen del sustrato recubierto tomada con SEM.

Tabla 9.33. Composición química del sustrato recubierto con NaVO_3 0.2 M sellado

Elemento	Peso%
O	8.21
Mg	1.44
Al	86.66
V	0.03
Mn	0.33
Cu	2.50
Ag	0.85
Total	100.00

- 0.2 M Sin sellar

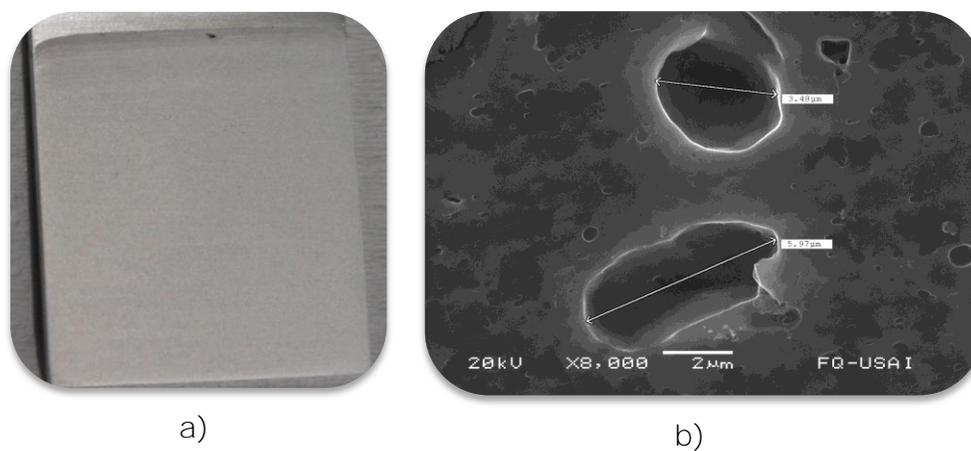


Figura 9.73. a) Imagen del sustrato recubierto; b) imagen del sustrato recubierto tomada con SEM.

Tabla 9.34. Composición química del sustrato recubierto con NaVO_3 0.2 M sin sellar

Elemento	Peso%
O	2.34
Mg	1.41
Al	92.76
V	0.00
Mn	0.26
Cu	2.20
Ag	1.02
Total	100.00

- 0.3 M Sellado

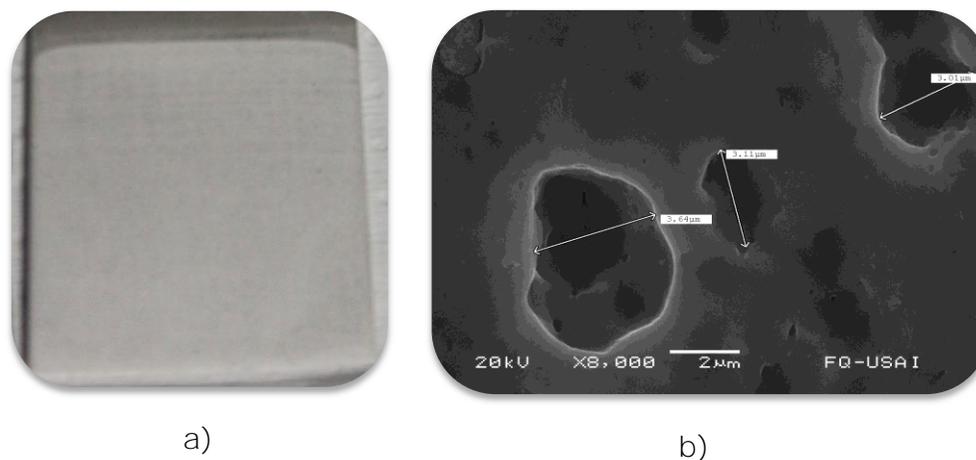


Figura 9.74. a) Imagen del sustrato recubierto; b) imagen del sustrato recubierto tomada con SEM.

Tabla 9.35. Composición química del sustrato recubierto con NaVO_3 0.3 M sellado

Elemento	Peso%
C	6.70
O	7.59
Mg	1.54
Al	80.67
Si	0.55
V	0.02
Mn	0.25
Cu	1.94
Ag	0.76
Total	100.00

- 0.3 M Sin sellar

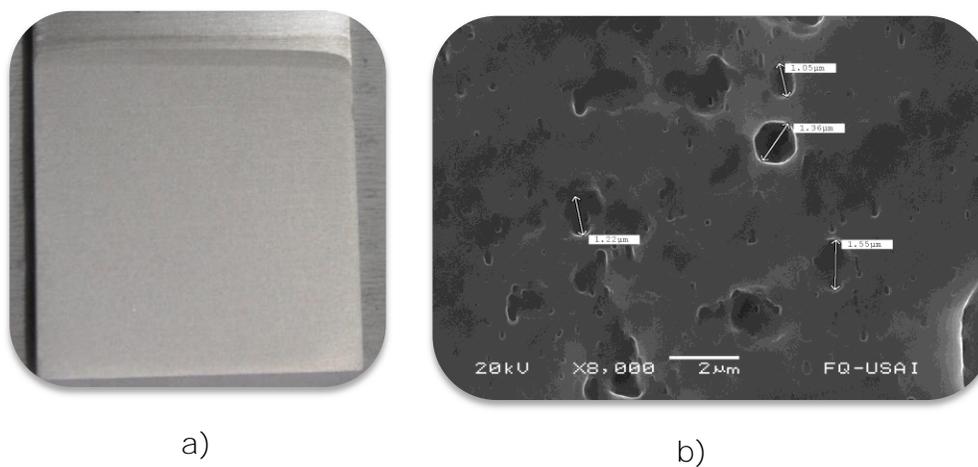


Figura 9.75. a) Imagen del sustrato recubierto; b) imagen del sustrato recubierto tomada con SEM.

Tabla 9.36. Composición química del sustrato recubierto con NaVO_3 0.3 M sin sellar

Elemento	Peso%
Mg	1.67
Al	94.61
V	0.05
Mn	0.31
Cu	2.23
Ag	1.12
Mg	1.67
Total	100.00

- 0.4 M Sellado

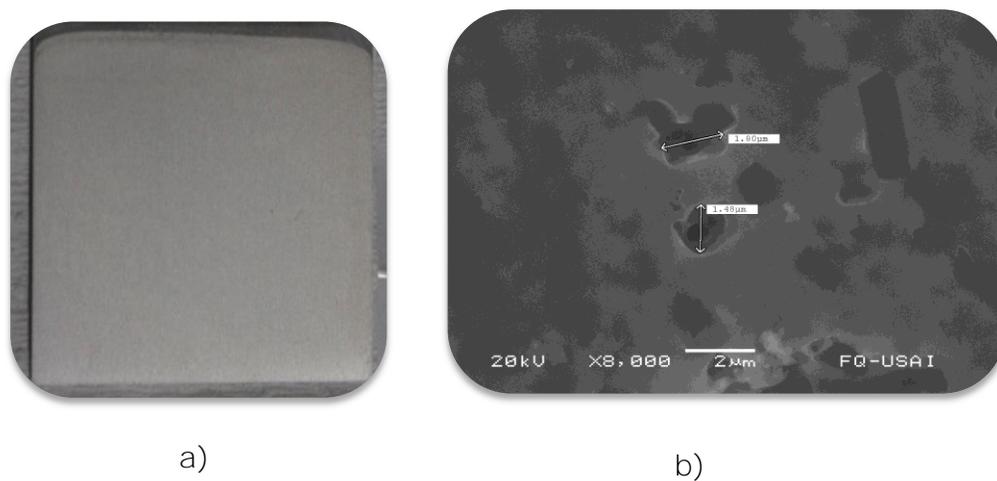


Figura 9.76. a) Imagen del sustrato recubierto; b) imagen del sustrato recubierto tomada con SEM.

Tabla 9.37. Composición química del sustrato recubierto con NaVO_3 0.4 M sellado

Elemento	Peso%
C	8.44
O	6.75
Mg	1.47
Al	80.25
Si	0.74
V	0.01
Cu	1.70
Ag	0.67
Total	100.00

- 0.4 M Sin sellar

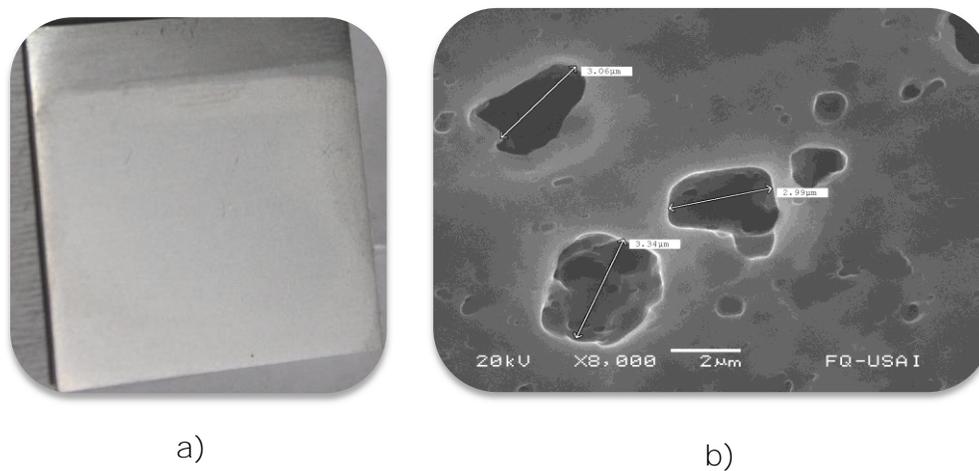


Figura 9.77. a) Imagen del sustrato recubierto; b) imagen del sustrato recubierto tomada con SEM.

Tabla 9.38. Composición química del sustrato recubierto con NaVO_3 0.4 M sin sellar

Elemento	Peso%
O	2.72
Mg	1.60
Al	92.11
V	0.03
Mn	0.37
Cu	2.02
Ag	1.21
Total	100.00

- 0.5 M Sellado

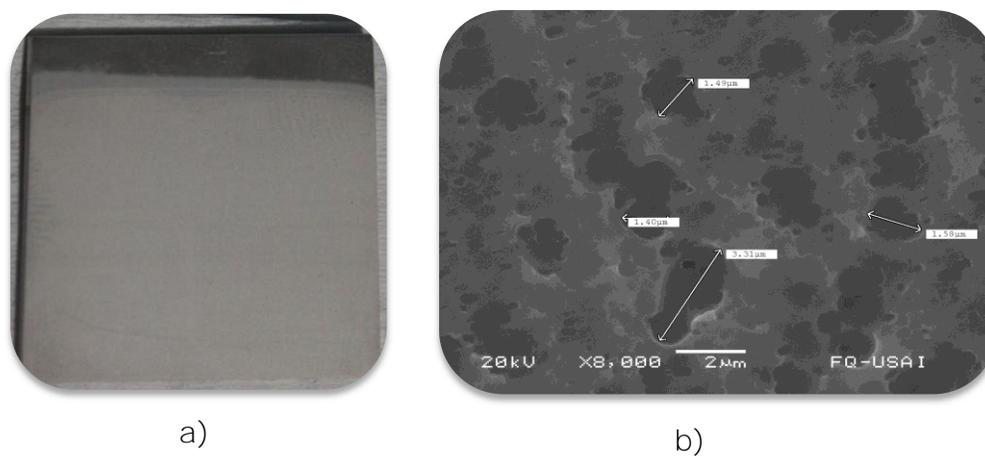


Figura 9.78. a) Imagen del sustrato recubierto; b) imagen del sustrato recubierto tomada con SEM.

Tabla 9.39. Composición química del sustrato recubierto con NaVO_3 0.5 M sellado

Elemento	Peso%
C	11.85
O	9.36
Mg	1.58
Al	74.16
Si	0.70
V	0.02
Mn	0.28
Cu	1.50
Ag	0.59
Total	100.00

9.3. Anexo 3: Hojas de seguridad

Ácido sulfúrico

Formula química: H_2SO_4

Peso molecular: 98.079 g/mol

Estado Físico: Líquido.

Apariencia: Incoloro a amarillento/pardo oscuro, denso y oleoso.

Olor: Picante y penetrante.

Temperatura de Ebullición: 327 °C (solución al 98%).

Temperatura de Fusión: -2 °C (solución al 98%).

Inhalación: Severa Irritación de las vías respiratorias. Fuerte deshidratación de los tejidos afectados. Daño Corrosivo con quemaduras. Erosión dental y ampollas en la boca. Dificultad para respirar. Puede producirse severo daño pulmonar - Edema pulmonar.

Contacto con la Piel: Altamente irritante y corrosivo. Fuerte deshidratación. Quemaduras graves.

Contacto con los Ojos: Severas irritaciones y quemaduras graves. Posible daño permanente que pueden derivar en ceguera.

Acido oxálico

Formula química: $H_2C_2O_4$

Peso molecular: 126.04 g/mol

Estado físico: Polvo.

Aspecto: Blanco.

Olor: Inodoro.

Presión de vapor: 92 mm hectogramo a 60 °C

Punto de fusión: 102 °C sublima

Inhalación: Irritación y/o corrosión de las mucosas y el esófago. Altas concentraciones pueden causar nefritis y convulsiones. Es venenoso en exposiciones prolongadas.

Ingestión: El ácido oxálico puede causar envenenamiento severo o la muerte, dependiendo de la concentración y de la cantidad ingerida.

Concentraciones del 10 % del sólido, puede causar quemaduras en la boca, garganta, estómago y vomito.

Contacto con la Piel: Corrosivo e irritante. Soluciones del 5 al 10 % Puede provocar ulceración de la piel, dolor de la piel, decoloración de la piel, debilitamiento de las uñas.

Contacto Ocular: Irritación. El ácido oxálico es un irritante severo de los ojos y puede causar enrojecimiento, dolor y daño de la córnea. Contacto prolongado con soluciones de ácido oxálico pueden producir daños irreversibles en los ojos.

Hidróxido de sodio

Formula química: NaOH

Peso molecular: 40.01 g/mol

Aspecto: Sólido blanco e higroscópico

Punto de ebullición: 1388°C (a 760 mm de Hg)

Punto de fusión: 318.4 °C

Densidad: 2.13 g/ml (25 °C)

Inhalación: La inhalación de polvo o neblina causa irritación y daño del tracto respiratorio. En caso de exposición a concentraciones altas, se presenta ulceración nasal.

Contacto con ojos: El NaOH es extremadamente corrosivo a los ojos por lo que las salpicaduras son muy peligrosas, pueden provocar desde una gran irritación en la córnea, ulceración, nubosidades y, finalmente, su desintegración.

Ingestión: Causa quemaduras severas en la boca, si se traga el daño es, además, en el esófago produciendo vómito y colapso.

Ácido Clorhídrico

Formula química: HCl

Peso molecular: 36.46 g/mol

Aspecto: gas licuado comprimido incoloro

Presión de vapor (A 17.8 °C): 4 atm

Densidad del vapor: 1.27

Densidad del gas (a 0 °C): 1.639 g/l

Punto de congelación de disoluciones acuosas: -17.14 °C

Punto de ebullición de disoluciones acuosas: 48.72 °C

Inhalación: En el caso de exposiciones agudas, los mayores efectos se limitan al tracto respiratorio superior. El gas causa dificultad para respirar, tos e inflamación y ulceración de nariz, tráquea y laringe. Exposiciones severas causan espasmo de la laringe y edema en los pulmones y cuerdas vocales.

Contacto con ojos: Este ácido es un irritante severo de los ojos y su contacto con ellos puede causar quemaduras, reducir la visión o, incluso, la pérdida total de ésta.

Contacto con la piel: En forma de vapor o disoluciones concentradas causa quemaduras serias, dermatitis y fotosensibilización. Las quemaduras pueden dejar cicatrices, que incluso pueden desfigurar las regiones que han sido dañadas.

Ingestión: Produce corrosión de las membranas mucosas de la boca, esófago y estómago. Los síntomas que se presentan son: disfagia, náuseas, vómito, sed intensa y diarrea. Puede presentarse, incluso, colapso respiratorio y muerte por necrosis del esófago y estómago.

Ácido fluorhídrico

Formula química: HF

Peso molecular: 36.46 g/mol

Aspecto: (20 °C) Líquido humeante en el aire

Color: Incoloro a amarillo

Olor: Irritante

Punto de fusión: - 30 °C

Punto de ebullición: 108 °C

Inhalación: Sacar al intoxicado de la zona contaminada, mantenerlo en reposo y si fuera necesario practicarle la respiración artificial.

Contacto con la piel: Médico de urgencia. Retirar la ropa contaminada bajo la ducha y lavar la piel alcanzada con agua corriente. Evitar enfriamiento (taparlo con una manta), procurar ropas limpias.

Contacto con los ojos: Lavar inmediatamente con abundante agua, durante 15 minutos, manteniendo los párpados ampliamente abiertos. Oftalmólogo y médico de urgencia SIEMPRE. Prever un transporte urgente hacia un centro hospitalario.

Ingestión: Médico de urgencia en todos los casos. Prever transporte urgente hacia centro hospitalario. Si sujeto consciente: Enjuagar la boca con agua fresca, no dar de beber ni provocar el vómito. Si inconsciente: Gestos clásicos de reanimación.

Ácido Nítrico

Formula química: HNO_3

Peso molecular: 63 g/mol

Aspecto: Líquido transparente e incoloro

Punto de ebullición: 86 °C.

Punto de fusión: -42 °C.

Inhalación: Una inhalación aguda de este producto produce estornudos, ronquera, laringitis, problemas para respirar, irritación del tracto respiratorio y dolor del tórax.

Contacto con ojos: Produce irritación, dolor, lagrimeo, erosión de la córnea e incluso, ceguera.

Contacto con la piel: Para la piel, es peligroso tanto líquido, como en forma de vapor. Causa quemaduras severas, la piel adquiere un color amarillo y se presenta dolor y dermatitis.

Ingestión: Este ácido es muy corrosivo y puede destruir los tejidos gastrointestinales. Los principales síntomas de una intoxicación por ingestión de este ácido son: salivación, sed intensa, dificultad para tragar, dolor y shock. Se producen quemaduras en boca, esófago y estómago, hay dolor estomacal y debilitamiento.

Metavanadato de sodio

Formula química: NaVO_3

Peso molecular: 121.93 g/mol

Aspecto: polvo

Color: amarillo claro

Ingestión: Llamar inmediatamente a un CENTRO DE INFORMACIÓN TOXICOLÓGICA o a un médico.

Contacto con la piel: Lavar con agua y jabón abundantes.

Inhalación: Transportar a la víctima al exterior y mantenerla en reposo en una posición confortable para respirar.

Contacto con los ojos: Enjuagar con agua cuidadosamente durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto cuando estén presentes y pueda hacerse con facilidad. Proseguir con el lavado.

Fosfato de sodio

Formula química: Na_3PO_4

Peso molecular: 163.94 g/mol

Aspecto: sólido

Punto de fusión: 75 °C (167 °F) Se descompone antes de fundir.

Solubilidad en agua: 121 g/l a 20 °C (68 °F)

Inhalado: Si aspiró, mueva la persona al aire fresco. Si ha parado de respirar, hacer la respiración artificial. Consultar a un médico.

Contacto con la piel: Eliminar lavando con jabón y mucha agua. Consultar a un médico.

Contacto con los ojos: Lávese a fondo con agua abundante durante 15 minutos por lo menos y consulte al médico.

Ingestión: Nunca debe administrarse nada por la boca a una persona inconsciente. Enjuague la boca con agua. Consultar a un médico.

Molibdato de sodio

Formula química: Na_2MoO_4

Peso molecular: 205.92 g/mol

Aspecto: cristalino

Color: incoloro

Punto de fusión: 687 °C (1,269 °F)

Densidad relativa: 3.78 g/cm³ a 25 °C (77 °F)

Inhalado: Si aspiró, mueva la persona al aire fresco. Si ha parado de respirar, hacer la respiración artificial. Consultar a un médico.

Contacto con la piel: Eliminar lavando con jabón y mucha agua. Consultar a un médico.

Contacto con los ojos: Lavarse abundantemente los ojos con agua como medida de precaución.

Ingestión: Nunca debe administrarse nada por la boca a una persona inconsciente. Enjuague la boca con agua. Consultar a un médico.

Etilacetoacetato

Formula química: $\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_3$

Peso Molecular: 130.14 g/mol

Aspecto: Líquido

Puno de ebullición: 181 °C

Punto de Fusión: -43 °C

Ingestión: Enjuagar la boca con agua. Acuda inmediatamente al médico y muéstrela la etiqueta o el envase. Mantener en reposo. No provocar el vómito.

Contacto con los ojos: Retirar las lentes de contacto y lavar abundantemente con agua limpia durante por lo menos quince minutos. Solicitar asistencia médica si se producen efectos adversos.

Inhalación: Traslade a la persona afectada al aire libre, conserve la temperatura corporal y manténgala en reposo.

Contacto con la piel: Retirar la ropa contaminada. Lavar la piel con abundantes cantidades de agua y jabón neutro. Consulte con un médico si los síntomas persisten.

3-Glicidoxipropiltrimetoxisilano

Formula química: $C_9H_{20}O_4Si$

Peso Molecular: 236.42 g/mol

Aspecto: Líquido incoloro

Punto de ebullición: 120 °C

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

Propóxido de zirconio (IV)

Formula química: $C_{12}H_{28}O_4Zr$

Peso Molecular: 327 g/mol

Aspecto: Líquido amarillo

Punto de ebullición: 208 °C

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