



**BENEMÉRITA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE PUEBLA**

**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA**

**“EFECTO DE LA ADICIÓN DE PARTÍCULAS DE CELULOSA EN UN  
RECUBRIMIENTO DE RESINA EPÓXICA”**

**TESIS PROFESIONAL**

**Que para obtener el Título de:**

**Licenciatura en Ingeniería Química**

**PRESENTA**

**JUAN DANIEL VENANCIO SUAREZ**

**DIRECTOR DE TESIS:**

**DR. JENARO LEOCADIO VARELA CASELIS**

**CO-DIRECTOR:**

**DRA. JUANA DEISY SANTAMARÍA JUÁREZ**

**Puebla, Pue. Octubre 2023**



**BUAP**

"HUP, 50 años de enseñanza y salud"

Oficio No. FIQ/AC/009/2023

Asunto: Registro de Tema de Tesis

**C. JUAN DANIEL VENANCIO SUAREZ**  
PASANTE DE LA LICENCIATURA EN  
INGENIERÍA QUÍMICA  
P R E S E N T E:

Por medio del presente me permito informarle, de la aprobación del Registro de Tema de Tesis de la Licenciatura en Ingeniería Química cuyo título es el siguiente:

**"Efecto de la adición de partículas de celulosa en un recubrimiento de resina epóxica"**

Con el siguiente contenido:

INTRODUCCIÓN

CAPÍTULO 1	ANTECEDENTES
CAPÍTULO 2	METODOLOGÍA
CAPÍTULO 3	RESULTADOS Y DISCUSIÓN

CONCLUSIONES  
BIBLIOGRAFÍA

Director de Tesis: Dr. Jenaro Leocadio Varela Caselis  
Co-Directora: Dra. Juana Deisy Santamaría Juárez.

Lo cual me permito comunicarle para su conocimiento y fines consiguientes aclarando que la vigencia de este tema será **UNICAMENTE POR UN AÑO**.

Atentamente  
"Pensar Bien, Para Vivir Mejor"  
H. Puebla de Z., a 17 de Enero de 2023.

**Dra. Valeria Jordana González Coronel**  
Secretaria Académica

C.c.p. Director de Tesis: Dr. Jenaro Leocadio Varela Caselis  
C.c.p. Co-Directora: Dra. Juana Deisy Santamaría Juárez.  
C.c.p. Archivo.

Facultad  
de Ingeniería  
Química

Av. San Claudio s/n, Col. San  
Manuel, Ciudad Universitaria,  
Puebla, Pue. C. P. 72590  
01 (222) 229 55 00  
Exts. 7250 y 7251

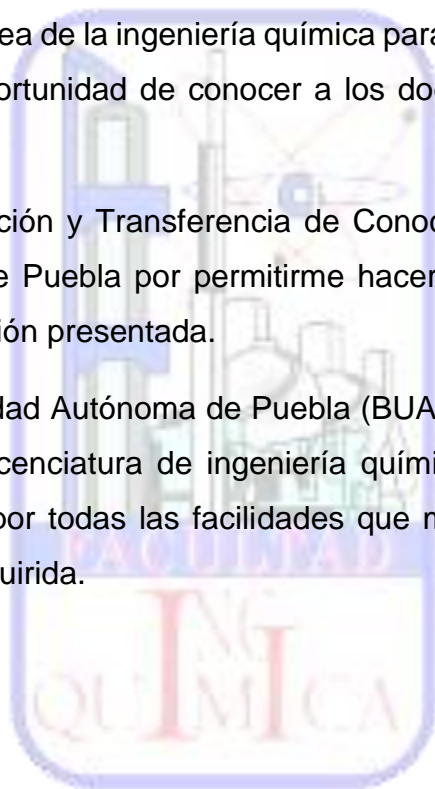
## **AGRADECIMIENTOS**

A mis asesores de tesis el Dr. Jenaro Leocadio Varela Caselis y la Dra. Juana Deisy Santamaría Juárez, por apoyarme y guiarme durante el desarrollo del presente trabajo de investigación, por enriquecer este trabajo con sus comentarios y observaciones, así como su paciencia, tiempo y dedicación, pero también por haberme dado la oportunidad de realizar esta tesis de licenciatura para dar el primer paso como ingeniero.

A la Facultad de Ingeniería Química por brindarme sus instalaciones donde adquirí los conocimientos en el área de la ingeniería química para mi formación profesional, también por darme la oportunidad de conocer a los docentes y compañeros que conforman esta facultad.

A la Dirección de Innovación y Transferencia de Conocimiento de la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla por permitirme hacer uso de sus instalaciones para realizar la investigación presentada.

A la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla (BUAP), ya que me ha formado profesionalmente en la licenciatura de ingeniería química, con bases sólidas de conocimiento y también por todas las facilidades que me brindo durante toda mi formación académica adquirida.



## DEDICATORIA

Dedico este trabajo a mí mamá y hermana por siempre apoyarme incondicionalmente, darme su tiempo, paciencia, cariño y afecto que siempre me ha brindado, por haberme dado la formación como persona que soy hoy en día, muchas gracias por ser mi motivación hoy y todos los días, gracias por cada sacrificio que aseguraron mi futuro, pero que también comparto con mi familia.



# ÍNDICE

INTRODUCCIÓN .....	XIII
CAPITULO I. ANTECEDENTES .....	1
1.1. Corrosión.....	1
1.1.1. Corrosión seca.....	2
1.1.2. Corrosión húmeda .....	2
1.1.3. Corrosión electroquímica.....	3
1.2. Celda electroquímica.....	3
1.3. Componentes de la celda electroquímica .....	3
1.4. Recubrimientos .....	4
1.4.1. Recubrimientos inorgánicos .....	4
1.4.2. Recubrimientos orgánicos .....	5
1.4.3. Recubrimientos híbridos .....	5
1.5. Materiales compuestos .....	5
1.5.1. Compuestos reforzados con partículas .....	6
1.5.2. Compuestos reforzados con fibras .....	6
1.5.3. Compuestos laminares .....	7
1.6. Materiales nanocompuestos .....	7
1.7. Tipos de materiales nanocompuestos.....	8
1.7.1. Microcompuesto .....	8
1.7.2. Intercalado.....	8
1.7.3. Exfoliado.....	8
1.8. Resinas epóxicas .....	9
1.8.1. Propiedades de la resina epóxica.....	9
1.8.2. Aplicaciones de la resina epóxica.....	10

1.9.	Curado de resinas epóxicas.....	10
1.10.	Agente de curado.....	11
1.11.	Celulosa.....	12
1.11.1.	Estructura de la celulosa .....	12
1.11.2.	Propiedades de la celulosa.....	13
1.11.3.	Aplicaciones de la celulosa.....	13
1.12.	Estado del arte.....	14
1.13.	Objetivo general.....	17
1.14.	Objetivos específicos .....	17
1.15.	Hipótesis .....	18
CAPITULO II.  METODOLOGÍA .....		19
2.1.	Revisión bibliográfica .....	19
2.2.	Selección del método de síntesis del recubrimiento .....	19
2.3.	Síntesis de recubrimientos compuestos de resina epóxica/celulosa.....	19
2.3.1.	Reactivos.....	19
2.3.2.	Preparación de la solución resina epoxi/celulosa .....	20
2.3.3.	Preparación de los cupones.....	22
2.3.4.	Síntesis de los recubrimientos.....	23
2.4.	Caracterización de los recubrimientos .....	24
2.4.1.	Técnica de caracterización por FTIR (espectroscopia de infrarrojo con transformada de Fourier) .....	24
2.4.2.	Técnica de caracterización por SEM (microscopía electrónica de barrido).....	25
2.4.3.	Norma ASTM D3359-17 .....	25
2.4.4.	Técnica de caracterización por Espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS) .....	27

2.4.5. Norma ASTM D610-01 .....	31
2.4.6. Norma ASTM D714-02 .....	33
CAPITULO III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	34
3.1. Microscopia Electrónica de Barrido.....	34
3.1.1. Imágenes de la superficie.....	34
3.1.2. Corte transversal de los recubrimientos .....	35
3.2. Espectroscopia de Infrarrojo con Transformada de Fourier .....	37
3.2.1. FTIR Reactivos.....	37
3.2.2. FTIR Recubrimientos.....	38
3.3. Métodos de prueba estándar para calificar la adherencia mediante prueba de cinta clasificación .....	41
3.4. Método de prueba estándar para evaluación del grado de oxidación en superficies de acero pintadas .....	43
3.5. Método de prueba estándar para evaluar el grado de ampollamiento en pinturas .....	48
3.6. Espectroscopia de Impedancia Electroquímica.....	51
3.6.1. Tiempo de inmersión 0 horas .....	51
3.6.2. Tiempo de inmersión 72 horas .....	52
3.6.3. Tiempo de inmersión 144 horas .....	53
3.6.4. Tiempo de inmersión 240 horas .....	54
3.6.5. Tiempo de inmersión 336 horas .....	55
3.6.6. Evolución de los recubrimientos epoxi-celulosa .....	57
DISCUSIÓN .....	60
CONCLUSIONES.....	62
ANEXO.....	64
REFERENCIAS.....	67

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Corrosión de metales en la industria. ....	1
Figura 2. Corrosión en un metal. ....	1
Figura 3. Modelo de la corrosión seca. ....	2
Figura 4. Diagrama de una celda electroquímica. ....	3
Figura 5. Tipos de materiales compuestos (con partículas, con fibras y laminares). .....	6
Figura 6. Tipos de materiales compuestos. ....	8
Figura 7. Grupo epóxido. ....	9
Figura 8. Estructura química de la resina epóxica. ....	9
Figura 9. Curado de una resina epóxica. ....	11
Figura 10. Estructura de la celulosa. ....	13
Figura 11. Esquema del desempeño esperado del recubrimiento a base de resina epóxica. ....	17
Figura 12. Diagrama general de flujo del proyecto de investigación. ....	19
Figura 13. Reactivos a) Resina epóxica (KEM-101-50), b) Agente de curado (KH- 700), c) partículas de celulosa. ....	20
Figura 14. Diagrama general de preparación de la solución Resina Epoxi-Celulosa. .....	21
Figura 15. Baño de ultrasonido modelo AS5150B de la marca AUTO SCIENCE. ....	21
Figura 16. Diagrama de proceso de síntesis de los recubrimientos epoxi-celulosa. .....	23
Figura 17. Barra aplicadora de 60 micras de espesor. ....	24
Figura 18. Espectrofotómetro marca Bruker modelo VERTEX 70. ....	24
Figura 19. Microscopio Electrónico de Barrido marca JEOL modelo JSM-6610LV. .....	25

Figura 20. Corriente y voltaje en función del tiempo. ....	28
Figura 21. Diagrama de Bode. ....	29
Figura 22. Circuito equivalente de celda de Randles. ....	29
Figura 23. Diagrama de bloques de la instrumentación empleada para mediciones EIS. ....	30
Figura 24. Potenciostato/Galvanostato/ ZRA marca GAMRY instruments. ....	30
Figura 25. Celda para medición electroquímica. ....	31
Figura 26. Recubrimientos de resina epóxica/celulosa obtenidos sobre acero al carbón. ....	34
Figura 27. Micrografías de la superficie de los recubrimientos EC0, EC05, EC1, EC2, EC3 y EC5. ....	35
Figura 28. Micrografías de la sección transversal de los recubrimientos EC0, EC05, EC1, EC2, EC3 y EC5. ....	36
Figura 29. Micrografías de la sección transversal de los recubrimientos EC0, EC05, EC1, EC2, EC3 y EC5 (espesor de los recubrimientos EC). ....	37
Figura 30. Espectros de FTIR de la Resina Epóxica base agua y Celulosa. ....	38
Figura 31. Espectros de FTIR de los recubrimientos EC0, EC05, EC1, EC2, EC3 y EC5. ....	39
Figura 32. Espectros de FTIR de las muestras KEM-101-50, EC0, EC05, EC1, EC2, EC3 y EC5. ....	40
Figura 33. Espectros de FTIR de las muestras KEM-101-50, EC0, EC05, EC1, EC2, EC3 y EC5 con ampliación del rango de frecuencia 1000-800 cm <sup>-1</sup> . ....	41
Figura 34. Prueba de adherencia, recubrimientos EC0, EC05, EC1 y ampliación. ....	42
Figura 35. Prueba de adherencia, recubrimientos EC2, EC3, EC5 y ampliación. ....	42

Figura 36. Recubrimientos antes de la prueba de inmersión en una solución de NaCl al 3.5% en peso.....	44
Figura 37. Recubrimientos a las 72 h de la prueba de inmersión en una solución de NaCl al 3.5% en peso.....	45
Figura 38. Recubrimientos a las 144 h de la prueba de inmersión en una solución de NaCl al 3.5% en peso.....	46
Figura 39. Recubrimientos a las 240 h de la prueba de inmersión en una solución de NaCl al 3.5% en peso.....	46
Figura 40. Recubrimiento a las 336 h de la prueba de inmersión en una solución de NaCl al 3.5% en peso.....	47
Figura 41. Recubrimientos epoxi-celulosa antes de la prueba de inmersión en una solución de NaCl al 3.5% en peso.....	48
Figura 42. Recubrimientos epoxi-celulosa a las 72 h de la prueba de inmersión en una solución de NaCl al 3.5% en peso.....	49
Figura 43. Recubrimientos epoxi-celulosa a las 144 h de la prueba de inmersión en una solución de NaCl al 3.5% en peso.....	49
Figura 44. Recubrimientos epoxi-celulosa 240 h de la prueba de inmersión en una solución de NaCl al 3.5% en peso.....	50
Figura 45. Recubrimiento epoxi-celulosa a las 336 h de la prueba de inmersión en una solución de NaCl al 3.5% en peso.....	50
Figura 46. Diagrama de Bode de los recubrimientos EC0, EC05, EC1, EC2 y EC3 en un tiempo inicial de inmersión de 0 h en una solución de NaCl al 3.5% en peso. ....	52
Figura 47. Diagrama de Bode de los recubrimientos EC0, EC05, EC1, EC2 y EC3 en un tiempo de inmersión de 72 h en una solución de NaCl al 3.5% en peso.....	53
Figura 48. Diagrama de Bode de los recubrimientos EC0, EC05, EC1, EC2, EC3 Y EC5 en un tiempo de inmersión de 144 h en una solución de NaCl al 3.5 % en peso. ....	54

Figura 49. Diagrama de Bode de los recubrimientos EC0, EC05, EC1, EC2, EC3 Y EC5 en un tiempo de inmersión de 240 h en una solución de NaCl al 3.5% en peso. .... 55

Figura 50. Diagrama de Bode de los recubrimientos EC0, EC05, EC1, EC2, EC3 Y EC5 en un tiempo de inmersión de 336 h en una solución de NaCl al 3.5% en peso. .... 56

Figura 51. Evolución de la impedancia de los recubrimientos EC0, EC05, EC1, EC2, EC3 y EC5 a la frecuencia de 0.01 Hz. .... 57

Figura 52. Diagramas de Bode de la evolución de los recubrimientos con respecto al tiempo (A: EC0, B:EC05, C:EC1). .... 58

Figura 53. Diagramas de Bode de la evolución de los recubrimientos con respecto al tiempo (D: EC2, E:EC3, F:EC5). .... 59



## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Porcentaje en peso de partículas de celulosa para los recubrimientos... 22	22
Tabla 2. Formulaciones para la preparación de soluciones Epoxi-Celulosa. .... 22	22
Tabla 3. Formulación peso resina epóxica-endurecedor..... 23	23
Tabla 4. Clasificación de los resultados de la prueba de adhesión con base a la norma ASTM D3359-17..... 26	26
Tabla 5. Escala y descripción de las clasificaciones de oxidación. .... 31	31
Tabla 6. Espesor de los recubrimientos EC. .... 37	37
Tabla 7. Grupos funcionales de la resina epóxica base agua. .... 38	38
Tabla 8. Resultados de prueba de adhesión (ASTM D3359). .... 43	43
Tabla 9. Grado de oxidación para los sustratos de acero al carbon recubiertos... 47	47
Tabla 10. Grado de ampollamiento para los sustratos de acero al carbon recubiertos. .... 51	51
Tabla 11. Datos de impedancia para cada recubrimiento con respecto al tiempo a una frecuencia de 0.01 Hz. .... 57	57
Tabla 12. Resumen de resultados de las técnicas de caracterización de los recubrimientos epoxi-celulosa..... 61	61

## INTRODUCCIÓN

La corrosión es el desgaste o la alteración de un metal debido a una reacción química o electroquímica producida por el entorno. Desde el punto de vista económico, la corrosión provoca grandes pérdidas a las empresas, puesto que afecta su rendimiento. El costo estimado de la corrosión de metales derivados del hierro a nivel mundial en la industria oscila entre los 2.2 y los 2.5 billones de dólares anuales, aproximadamente el 3 % del PIB, el principal problema con la corrosión es que es inevitable y sus efectos a largo plazo solo pueden minimizarse. Este proceso se ve afectado por muchos factores, como la temperatura, la humedad, la radiación solar, las partículas contaminantes, el pH, la homogeneidad de la microestructura del material, la presencia de óxidos e inclusiones, fisuras o defectos superficiales, etc.

La aplicación de recubrimientos es un método alternativo para contrarrestar la corrosión en dichos metales, a pesar de los avances en el desarrollo de estos, los recubrimientos no son del todo efectivos debido a la presencia de pequeños defectos en estos, suficientes para permitir que las sustancias corrosivas se filtren e inicie el proceso de deterioro. En general, el efecto de barrera de los recubrimientos orgánicos se puede mejorar con la adición de un compuesto, y se espera que los recubrimientos compuestos tengan propiedades de barrera anticorrosión significativas y disminuya la tendencia de los recubrimientos a ampollarse o desprenderse. Se requiere de varios estudios de investigación para poder determinar y conocer qué tan eficientes son estos materiales. (R. Winston Revie, 2008)

La resina epoxi constituyen una alternativa bastante viable en la preparación de materiales compuestos con propiedades totalmente diferentes a las que poseen los compuestos por si solos. La diferencia de cargas que pueden adicionarse en dichas resinas es diversa, de ello dependerán las múltiples aplicaciones que se logran de manera práctica, por lo tanto, el uso de partículas de celulosa como refuerzo lograrán una considerable mejora en la aplicación como recubrimiento. Al tratarse de una fibra natural, las ventajas de dichas fibras son el bajo costo, la baja densidad,

la renovabilidad y la biodegradabilidad. El recubrimiento de resina epoxi con fibras de celulosa a aplicar es amigable con el ambiente a diferencia de otros recubrimientos que son base solvente y contaminan el medio ambiente, esta resina epoxi es base agua y desde la perspectiva ambiental tanto la matriz polimérica y el refuerzo no contaminan.

En este trabajo se llevó a cabo la síntesis y caracterización de un recubrimiento a base de resina epóxica reforzado con fibras de celulosa, depositado sobre sustratos de acero al carbón. En el capítulo I se presentan conceptos referentes al fenómeno de corrosión y la naturaleza de los distintos recubrimientos existentes, de la misma manera se presenta un estado del arte en el que se recopilan trabajos de investigación previos, en los que se ha utilizado celulosa para propuestas vinculadas con el efecto de la celulosa al adicionarse a la resina epóxica y su aplicación como recubrimientos anticorrosivos.

En el capítulo II se describe la metodología aplicada para la síntesis del recubrimiento, los materiales, reactivos y equipos utilizados, así como las técnicas de caracterización empleadas para la realización de este trabajo de tesis, y las técnicas aplicadas son Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), Espectroscopía de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR), Espectroscopía de Impedancia Electroquímica (EIS), análisis visual de los recubrimientos sometidos a la prueba de EIS y prueba de adhesión con la aplicación de la norma ASTM D-3359-17.

En el capítulo III se exhiben los resultados obtenidos tras llevar a cabo las pruebas de caracterización, incluyendo la interpretación y análisis de los datos de cada una de las pruebas efectuadas en las muestras sometidas a las técnicas de caracterización de SEM, FTIR, EIS y la prueba de adhesión de acuerdo a la norma ASTM D-3359, también se presentan las conclusiones de este proyecto de investigación, destacando las ideas relevantes de esta tesis concluida.

# CAPITULO I. ANTECEDENTES

## 1.1. Corrosión

La corrosión es el deterioro que sufre un material, generalmente los metales y las reacciones químicas que ocurren son de oxidación y de reducción, afectadas por las condiciones del medio en el que se encuentran, el metal es atacado por cualquier sustancia corrosiva del ambiente y esta puede convertirse en un compuesto que incide el proceso de corrosión en la estructura interna del material. (Heredia Avalos, 2011)



*Figura 1. Corrosión de metales en la industria.*

Por ello, el efecto de la corrosión consiste en una alteración de las propiedades de los materiales que se ven afectados, esto va acompañado de una pérdida de los materiales y generalmente ese proceso es electroquímico, por lo tanto, existe una reacción química que conlleva a la transferencia de electrones de una especie a otra. (Gómez de León Hijes & Alcaraz Lorente, 2004)



*Figura 2. Corrosión en un metal.*

De acuerdo a (Gómez de León Hijes & Alcaraz Lorente, 2004) la corrosión también se clasifica en base al proceso de ataque corrosivo que se presente, dependiendo del medio en el que se encuentre, y puede ser:

### 1.1.1. Corrosión seca

Tiene lugar cuando el material se encuentra sometido a gases, principalmente a temperaturas elevadas, por lo tanto, no si tiene presente un electrolito condensado. Este tipo de corrosión es aquella que se produce en calderas, sobrecalentadores, recalentadores, reactores, etcétera, en la parte que está en contacto con los productos de combustión, en este proceso de corrosión los óxidos que se forman son de carácter iónico (cationes metálicos y aniones de óxido).

En la figura 3 se muestra el modelo de este tipo de corrosión, donde la estructura cristalina presenta defectos reticulares, mediante los cuales se genera la difusión de iones, en base a esto el aumento de la capa de óxido se basa en el movimiento de los iones y de los electrones.

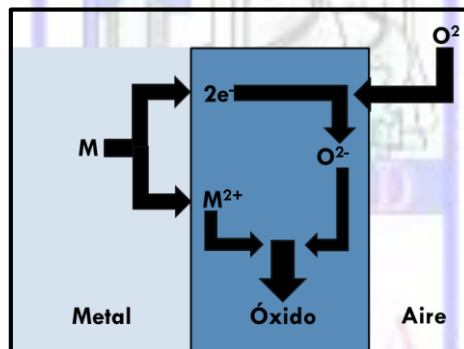


Figura 3. Modelo de la corrosión seca.

### 1.1.2. Corrosión húmeda

Tiene lugar cuando el material se encuentra en zonas húmedas y se produce normalmente a temperatura ambiente o no muy elevada. Este tipo de corrosión es la más extendida debido a cuanto afecta a un sinnúmero de elementos en los que el material empleado es el acero, ya sea en tanques, tuberías, intercambiadores, precalentadores, estructuras, buques, etcétera. Para que se produzca un proceso de corrosión húmeda se requiere de dos zonas con distinto potencial electroquímico, una de ellas constituye el

ánodo y la otra el cátodo, un electrolito que es el conductor eléctrico líquido y una conexión eléctricamente conductora entre el ánodo y el cátodo.

### 1.1.3. Corrosión electroquímica

Es la forma más común de ataque de metales y se presenta cuando los átomos del metal pierden electrones y estos se convierten en iones, a medida que el metal es gradualmente consumido por este proceso, generalmente se forma un subproducto del proceso de corrosión el cual es óxido. Este tipo de corrosión sucede con mayor frecuencia en un medio acuoso, donde hay iones presentes ya sea en agua, tierra o aire húmedo. Para este proceso se establece un circuito eléctrico y el sistema recibe el nombre de celda electroquímica. (Askeland & Wright, 2017)

### 1.2. Celda electroquímica

Es un dispositivo mediante el cual se puede estudiar el equilibrio de oxidación/reducción de manera práctica al medir los potenciales de esta, la celda electroquímica consiste en dos conductores llamados electrodos, cada uno de los cuales está sumergido en una disolución adecuada de electrolito. Para que exista una circulación de una corriente en la celda se requiere que los electrodos se conecten externamente mediante un conductor metálico para que pueda tener lugar una reacción de transferencia de electrones en cada uno de los electrodos. (Skoog, West, Holler, & Crouch, 2015) (Skoog, Holler, & Crouch, Principios de análisis instrumental, 2008)

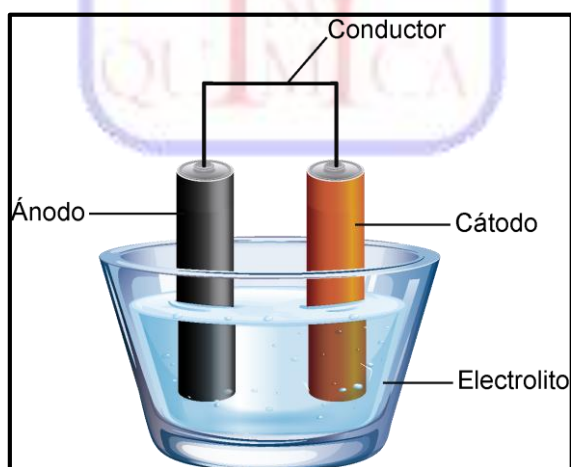


Figura 4. Diagrama de una celda electroquímica.

### 1.3. Componentes de la celda electroquímica

La celda electroquímica se conforma de cuatro componentes (Askeland & Wright, 2017):

- El ánodo cede electrones e iones en la celda electroquímica y ocurre la corrosión, por lo tanto, experimenta una reacción de oxidación.
- El cátodo recibe electrones y genera un subproducto durante la corrosión electroquímica, es decir ocurre una reacción de reducción.
- Los dos electrodos mencionados deben estar eléctricamente conectados, por lo general por un conductor, el cual permite que fluyan los electrones del ánodo al cátodo y continúe la reacción.
- Un electrolito líquido que debe estar en contacto con el ánodo y el cátodo. El electrolito es conductor y con este último componente se completa el circuito que proporciona el medio por el que los iones metálicos salen de la superficie del ánodo y se trasladan al cátodo para aceptar los electrones.

#### **1.4. Recubrimientos**

Los recubrimientos son un método de control de la corrosión, se utilizan para brindar protección a largo plazo a diferentes tipos de superficies, evitando que agentes altamente corrosivos, ya sean líquidos, sólidos o gases entren en contacto con el sustrato, es decir, la estructura que se desea mantener en óptimas condiciones. Además de aumentar la resistencia a la corrosión, con el uso de recubrimientos se pueden cambiar las propiedades de la superficie del sustrato como la resistencia al desgaste, la adhesión, conductividad y humectabilidad, mejorar su aspecto, disminuir la fricción de su superficie, etc.

El recubrimiento protector es en general, una barrera relativamente delgada que separa al sustrato de la atmósfera, esta película debe ser completamente continua para cumplir su función, cualquier imperfección se convierte en un punto débil para dar inicio al proceso de corrosión y descomposición de la estructura (Brinker & Scherer, 1990).

Los diferentes tipos de recubrimientos se pueden clasificar en base a su naturaleza de la siguiente manera:

##### **1.4.1. Recubrimientos inorgánicos**

Estos recubrimientos consisten en recubrir el material que se requiere proteger con algún metal cuya resistencia a la corrosión sea mayor. Hay diversos métodos para llevar a cabo

estos recubrimientos, de los cuales los más utilizados son el método de electroplating y el galvanizado. El primero se basa en un proceso de protección en el que se utiliza una corriente eléctrica externa y de esa forma se deposita un material con mayor resistencia a la corrosión en la superficie del material a proteger. En el otro método el material que se va a proteger se introduce en un baño del metal de recubrimiento. (Salazar-Jiménez, 2015)

#### **1.4.2. Recubrimientos orgánicos**

Son de sustancias a base de polímeros resistentes a la degradación, que se emplean para recubrir el material que se desea proteger. Este tipo de recubrimientos actúan en base a la formación de una barrera, la cual impide que se adentre el oxígeno y agua, y así se realizaría la inhibición del proceso de corrosión, mediante el incremento de la resistividad eléctrica e iónica, de esa forma se acortara el proceso de corrosión. (Salazar-Jiménez, 2015)

#### **1.4.3. Recubrimientos híbridos**

Es un sistema orgánico-inorgánico cuyos componentes están enlazados químicamente. Ambos materiales se combinan en una estructura nanométrica por lo que presentan una combinación de las buenas propiedades que aporta la estructura orgánica y la inorgánica. Ofrecen una resistencia mayor al rayado claramente superior a la de los materiales puramente orgánicos o inorgánicos, pero también brinda flexibilidad y adhesión. Para la fase orgánica se ocupa una resina y la fase orgánica se emplea un precursor alcóxido y el material es sintetizado por método de sol-gel. (Yolanda Castro Martín, 2003)

#### **1.5. Materiales compuestos**

Se producen cuando se mezclan dos o más materiales para dar una combinación de propiedades que no pueden ser obtenidas en los materiales originales. Los materiales compuestos son seleccionados para facilitar combinaciones de propiedades poco comunes de rigidez, peso, resistencia a la corrosión, dureza o bien conductividad. Estos materiales pueden ser combinaciones de metal-metal, metal-cerámica, metal-polímero, cerámica-cerámica o polímero-polímero, y son clasificados en tres categorías: reforzados con partículas, reforzados con fibras y laminares de acuerdo a la forma del

material empleado como refuerzo, como se muestra en la figura 5. (Ferrer Giménez, Amigó Borrás, Salvador Moya, Cárcel Gonzáles, & Segovia López, 2000) (Newell, 2011)

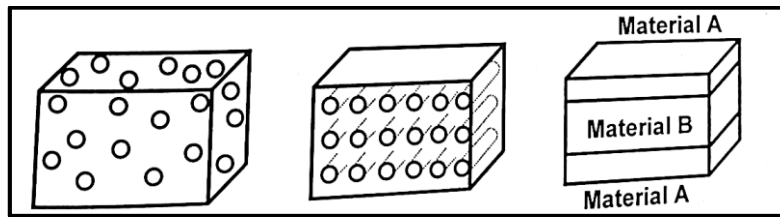


Figura 5. Tipos de materiales compuestos (con partículas, con fibras y laminares).

### 1.5.1. Compuestos reforzados con partículas

Están constituidos por una alta cantidad de partículas que no inhiben el deslizamiento con eficacia y generan combinaciones de propiedades poco habituales, los refuerzos usualmente utilizados son carburo de tungsteno (WC), carburo de tántalo (TaC), carburo de titanio (TiC), carburo de silicio (SiC) y nitruro de boro (BN). Con base a la naturaleza y a la escala de las partículas que inciden en las propiedades del compuesto reforzado, estos se clasifican en dos tipos, el primero son compuestos endurecidos por dispersión en los cuales, el diámetro de las partículas es de 10 a 250 nanómetros, debido a esto, bloquean el movimiento de las dislocaciones, produciendo un endurecimiento notable, y compuestos con partículas propiamente dichas los cuales contienen grandes cantidades de partículas gruesas que no dificultan el movimiento de las dislocaciones, estos materiales son diseñados con el propósito de obtener propiedades poco usuales, despreciando la resistencia del material. (Sánchez Vergara & Campos Silva, 2010) (Ferrer Giménez, Amigó Borrás, Salvador Moya, Cárcel Gonzáles, & Segovia López, 2000)

### 1.5.2. Compuestos reforzados con fibras

Los materiales reforzados con fibras consisten de dos fases que son la fibra y la matriz, en la mayoría de los casos, fibras fuertes y rígidas pero frágiles son expuestas en una matriz tenaz pero más dúctil, resultando en un material con excelente resistencia, carga de rotura, la rigidez, la relación resistencia-peso. El rol que desempeña la fibra es soportar cargas relevantes de tracción en la dirección longitudinal y el material matriz rodea a las fibras orientándolas para optimizar su desempeño colectivo, también las protege de ataques ambientales y les transfiere la carga. Una de las características que

difiere de estos compuestos con respecto a los compuestos endurecidos por dispersión es la resistencia del compuesto, la cual aumenta tanto a temperatura ambiente y también a temperaturas elevadas. (Ferrer Giménez, Amigó Borrás, Salvador Moya, Cárcel González, & Segovia López, 2000) (Newell, 2011)

### **1.5.3. Compuestos laminares**

Los materiales compuestos laminares están diseñados para mejorar la resistencia a la corrosión, conservan un bajo costo, una alta resistencia, un bajo peso, algunas características consideradas relevantes son una excelente resistencia al desgaste, mejor aspecto estético y características de expansión térmica poco comunes. Estos compuestos laminares pueden ser recubrimientos delgados, superficies protectoras, revestimientos metálicos o bien bimetálicos, pueden considerarse parcialmente laminares a algunos compuestos reforzados con fibras generados a partir de cintas o tejidos. (Sánchez Vergara & Campos Silva, 2010)

### **1.6. Materiales nanocompuestos**

Los nanocompuestos se definen como materiales que están formados por partículas comúnmente inorgánicas de dimensiones por debajo de los 100 nanómetros, que están dispersas en una matriz polimérica. Los materiales nanocompuestos muestran mejores propiedades que los materiales convencionales, preparados con partículas del orden de micras, aun cuando las concentraciones de las nanopartículas que se emplean sean entre 3-5% en peso. El empleo de materiales nanocompuestos ha aumentado en campos como el de los metales, los plásticos, las cerámicas, los biomateriales, también en materiales electrónicos y paneles automotrices para vehículos deportivos, por otro lado, una excelente interacción de la fase inorgánica, con la matriz puede proporcionar propiedades únicas reduciendo con ello el costo y el peso de los productos finales a comparación de los materiales compuestos generados mediante el uso de micropartículas. (Herrera-Kao & Aguilar-Vega, 2008) (Lota Mendoza, Murillo Romero, LLamosa Pérez, & Rincón Ortiz, 2020)

## 1.7. Tipos de materiales nanocompuestos

Con base a (Hung, Chang, Chang, & Yeh, 2011) dependiendo de la interacción interfacial entre la matriz polimérica y el refuerzo (modificado o no) existen tres tipos de materiales nanocompuestos (figura 4).

### 1.7.1. Microcompuesto

Conceptualmente igual que los compuestos intercalados, sin embargo, las capas a veces se floculan a causa de la hidroxilación, interacción borde-borde de las capas.

### 1.7.2. Intercalado

La inserción de un polímero matriz en la estructura se produce de una manera cristalográficamente regular, independientemente de la proporción de fibra adicionada al polímero. Los compuestos intercalados generalmente son intercalados con unas pocas capas moleculares de polímero, por lo tanto, las propiedades de los compuestos típicamente se asemejan a los materiales cerámicos.

### 1.7.3. Exfoliado

Las capas individuales de la fibra se encuentran separadas en una matriz polimérica continua por una distancia promedio que depende de la carga de la fibra. Normalmente, el contenido de fibra en un compuesto exfoliado es mucho menor que la de un compuesto intercalado.

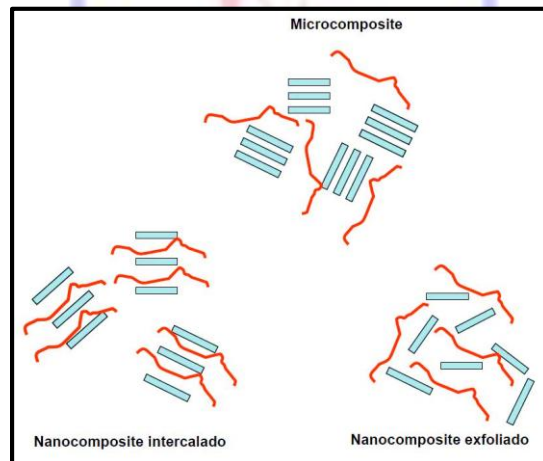


Figura 6. Tipos de materiales compuestos.

## 1.8. Resinas epóxicas

Las resinas epóxicas son una familia de materiales poliméricos termofijos y que no generan productos cuando son sometidos al curado, por lo tanto, tienen baja contracción al curar, poseen buena adhesión a otros materiales, buena resistencia química, buenas propiedades mecánicas y propiedades como aislantes eléctricos, estas se caracterizan por tener dos o más grupos epóxicos por molécula, la estructura de un grupo epóxido se muestra en la figura 7.

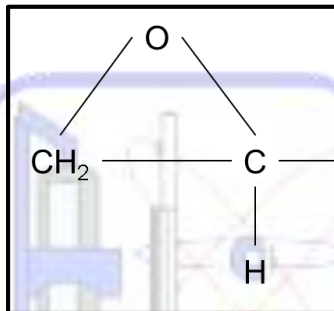


Figura 7. Grupo epóxido.

La mayoría de las resinas epóxicas comerciales tienen la estructura química que se muestra en la figura 8. Donde la  $n$  de la estructura suele ser menor que 1, para formar materiales termoestables sólidos, las resinas deben ser endurecidas usando agentes que formen enlaces entrecruzados para desarrollar las propiedades deseadas. Los grupos epóxidos e hidroxílicos (OH) son adecuados para el curado de las resinas epóxicas, es decir se forman enlaces cruzados, por lo tanto, los enlaces que dan lugar a estos incluyen aminas, anhídridos y productos de condensación de aldehídos. (Smith & PhD., 2006)

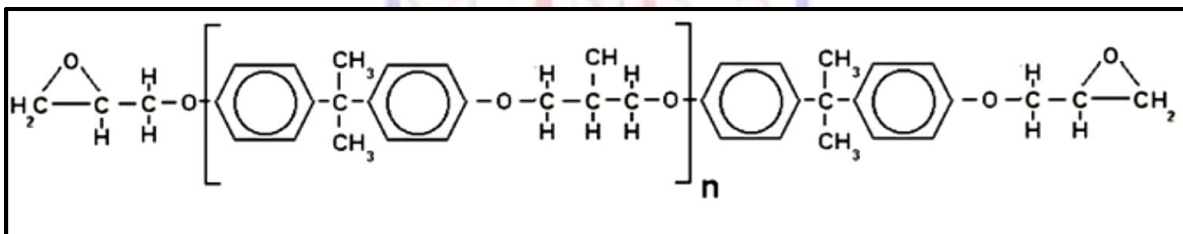


Figura 8. Estructura química de la resina epóxica.

### 1.8.1. Propiedades de la resina epóxica

El bajo peso molecular de las resinas epóxicas no curadas en estado líquido les permite una movilidad molecular excepcionalmente alta durante el procesado, por lo ello esta propiedad posibilita que la resina epóxica cubra rápidamente y del todo las superficies

húmedas. La acción humectante es fundamental para las epóxicas que se usan como matriz en materiales reforzados y como adhesivos. Además, la posibilidad de ser vaciadas en su forma final es importante para el impregnado, la alta reactividad de los grupos epóxicos con agentes para curar, proporciona un alto grado de enlaces cruzados y da por resultado buena dureza y resistencia mecánica y resistencia a sustancias químicas, al no producirse ningún subproducto durante la reacción de curado, se encoge poco al endurecerse. (Smith & PhD., 2006)

### **1.8.2. Aplicaciones de la resina epóxica**

Las resinas epóxicas se usan en una variedad de recubrimientos protectores y decorativos en virtud de su buena adhesión y su buena resistencia mecánica y química, se usan principalmente en recubrimientos de latas y tambores, para pintura de automóviles y recubrimientos de cables. En el ámbito industrial para el caso de la industria eléctrica y electrónica, las resinas epóxicas se utilizan por su resistencia dieléctrica, baja contracción durante el proceso de curado, buena adhesión y la capacidad de preservar sus propiedades bajo diversas condiciones ambientales, ya sea en sitios mojados o con alta humedad. Las aplicaciones más comunes son aislantes de alto voltaje, conmutadores y encapsulado de transistores, este tipo de resinas también se usan para fabricar laminados y materiales de matriz de fibra reforzada, donde las resinas son el material matriz sobresaliente en la mayoría de los componentes de alto desempeño. (Smith & PhD., 2006)

### **1.9. Curado de resinas epóxicas**

El curado a temperatura ambiente de las resinas epóxicas los requerimientos de calor para los materiales epóxicos son bajos (menos de 100°C aproximadamente), como agentes de curado se emplean aminas, como la dietilentriamina y la trietilentetramina, varias resinas se unen en forma cruzada empleando un reactivo de curado, por otra parte, otras pueden reaccionar mediante sus propios sitios reactivos si se encuentra presente un catalizador adecuado. En una reacción de curado, el anillo epóxido se abre y un donador de hidrógeno, ya sea un grupo amino o hidroxilo, se enlaza con el átomo de oxígeno del grupo epóxido. El hecho de que la resina epoxi se haya endurecido no significa que se haya curado lo suficiente, por esa razón el tiempo de curado debe

distinguirse de la vida útil, dicho tiempo representa cuánto tarda la resina en alcanzar sus propiedades finales, a efectos prácticos esto suele ser tres días posteriores al curado, donde se alcanza entre el 80% y 90% de las propiedades deseadas. En la reacción de la figura 9, los anillos epóxidos se rompen y los átomos de hidrógeno que provienen de la etilendiamina forman grupos OH, que son los sitios reactivos para formar futuros entrecruzamientos. Una característica relevante de dicha reacción es que no se generan subproductos y se pueden usar diferentes tipos de aminas para producir resinas epóxicas con enlace cruzado. (Smith & PhD., 2006) (Trout, 1997)

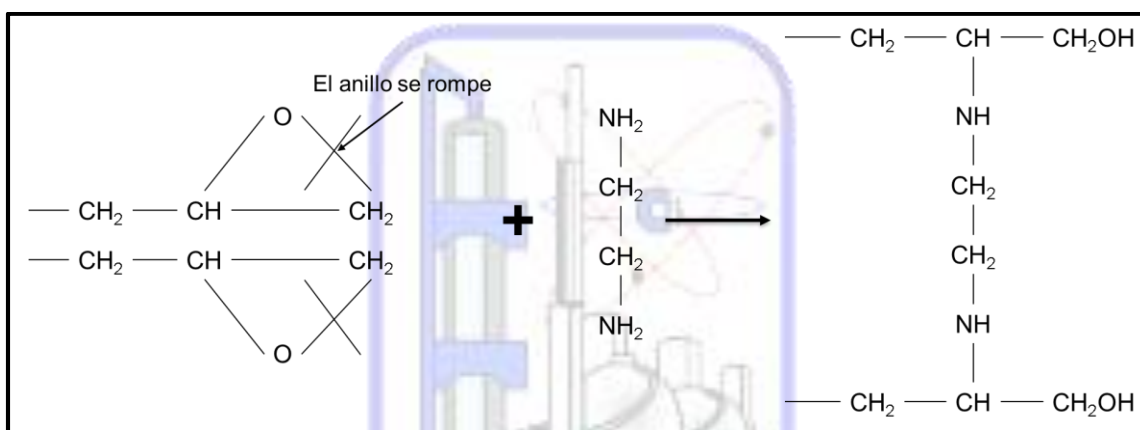


Figura 9. Curado de una resina epóxica.

### 1.10. Agente de curado

Un agente de curado es un producto químico puro, una mezcla o bien un polímero complejo que, en el momento que se incorpora a una determinada sustancia macromolecular en cantidades superiores a las catalíticas, reacciona con ésta y se efectúa la transformación de un pre-polímero en una macromolécula tridimensional que dispondrá de una serie de características perfectamente definidas, de las que previamente carecía. (Coderch Carbonell, 1999)

De acuerdo a (Coderch Carbonell, 1999) existen dos grupos de agentes de curado y estos son catálitos, los cuales actúan como iniciadores de una homopolimerización de las resinas epoxi, y polifuncionales que se comportan como reactivos o bien como comonómeros de esa manera dan lugar al entrecruzamiento de las moléculas de resina epoxi. Los agentes comúnmente empleados se clasifican de la siguiente manera (Coderch Carbonell, 1999):

- Aminas: son aminas alifáticas primarias, secundarias o terciarias, poliaminas

aromáticas o aminas cicloalifáticas, generalmente, las aminas líquidas reaccionan a temperatura ambiente y son irritantes para la piel y el olfato.

- Poliaminas alifáticas: se usan con mayor frecuencia como agentes de curación a temperatura ambiente, las más importantes de estas son la etilendiamina, la dietilendiamina y la trietilendiamina. Dichos reactivos son líquidos volátiles y causan irritación cutánea en las áreas del organismo que entren en contacto con ellas o incluso quemaduras cutáneas, y/o lesiones corneales si se contaminan los ojos debido a salpicaduras.
- Poliamidas: Este tipo de compuestos se comportan de manera similar a las poliaminas alifáticas, sin embargo, tienen una baja presión de vapor, reaccionan a temperatura ambiente y son menos irritantes para la piel y el olfato.
- Anhídridos aromáticos y cicloalifáticos: son sustancias que requieren temperaturas elevadas para poder reaccionar, el agente más común es el anhídrido ftálico, el cual es un producto sólido que cuando se calienta sublima, produciendo un humo irritante.

### **1.11. Celulosa**

La celulosa es el polímero orgánico más abundante, cuya producción de biomasa por año constituye alrededor de  $1,5 \times 10^{12}$  toneladas y es catalogada como una fuente de materia prima casi inagotable para la demanda de los productos que son amigables con el ambiente, la parte más relevante de esta materia prima proviene de la pulpa de la madera y aproximadamente el 2% se emplea para la producción de fibras y películas regeneradas de celulosa. (Klemm, Heublein, Fink, & Bohn, 2005)

#### **1.11.1. Estructura de la celulosa**

La fórmula química de la celulosa es  $(C_6H_{10}O_5)_n$  en la que n corresponde al número de unidades que se repiten o bien el grado de polimerización, la celulosa es un polisacárido en cuya estructura interviene un solo azúcar, la  $\beta$ -D-glucosa y la celobiosa es el disacárido de la  $\beta$ -D-glucosa, que está compuesta de dos subunidades de glucosa. Por lo tanto, el enlace se produce entre el átomo 1 de carbono de la  $\beta$ -D-glucosa y el átomo 4 de la siguiente molécula de glucosa. La Figura 10 muestra la estructura de la celulosa la cual consiste en dos unidades consecutivas de celobiosa. El grado de polimerización

promedio con el que cuenta la celulosa es de 10.000 en la pared secundaria y primaria oscila entre 2.000 y 4.000, los enlaces covalentes entre las unidades de glucosa brindan como resultado una molécula recta y rígida con alta resistencia a la tensión. Las moléculas de celulosa forman puentes de hidrogeno intramoleculares e intermoleculares, con la existencia de este tipo de enlaces presenta un gran efecto sobre la morfología, rigidez, orientación, resistencia y reactividad. La formación de la molécula de celulosa se basa en reacciones sucesivas que ocurren en los grupos hidroxilos del carbono 1 de la  $\beta$ -D-glucosa con el carbono 4 de otra  $\beta$ -D-glucosa. (Area, 2008)

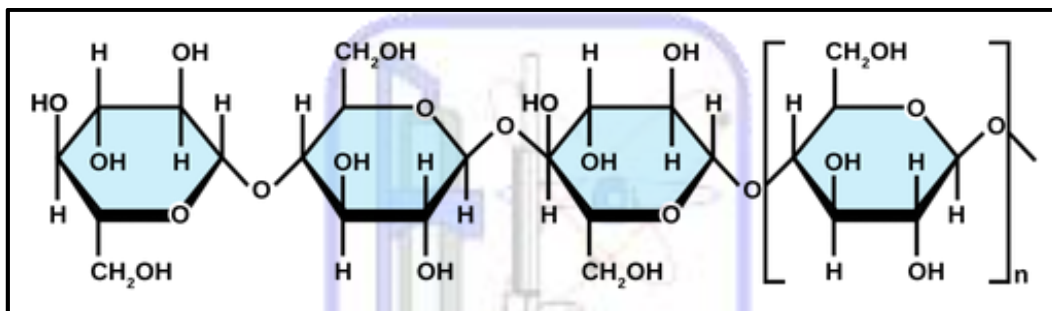


Figura 10. Estructura de la celulosa.

### 1.11.2. Propiedades de la celulosa

Las propiedades que presentan las fibras de celulosa son (Area, 2008):

- Alta resistencia a la tracción.
- Capacidad de adaptación (flexibilidad y conformabilidad).
- Resistencia a la deformación plástica.
- Insolubles en agua.
- Hidrofilicas.
- Amplio rango de dimensiones.
- Capacidad de enlace.
- Capacidad de retener aditivos.
- Estables químicamente.
- Relativamente incoloras (blancas).

### 1.11.3. Aplicaciones de la celulosa

La celulosa cuenta con una alta variedad de aplicaciones tanto en la industria del papel, textil, alimenticia, de explosivos, entre otras, así como también en la fabricación de

membranas usadas como agentes de separación, además se emplea para aditivos determinantes de propiedades en materiales de construcción, productos farmacéuticos y cosméticos. Gran parte de la celulosa que se usa en el área industrial proviene de origen vegetal, este se encuentra asociado a lignina y hemicelulosa; no obstante, en los últimos años la celulosa bacteriana ha destacado respecto a sus propiedades mecánicas y su alto grado de cristalinidad, que la hacen llamativa para diversas aplicaciones, como en la elaboración de implantes dentales, se utiliza como alimento denominado nata de coco, en la medicina se aplica como sustituto temporal de la piel. (Carreño Pineda, Caicedo Mesa, & Martínez Riascos, 2012) (Klemm, Heublein, Fink, & Bohn, 2005)

Después de llevar a cabo una serie de indagación de información relacionada con los conceptos, fundamentos, teoría y otros aspectos relevantes para el desarrollo de un material compuesto que conduce a sintetizar un recubrimiento con partículas de celulosa, es importante todo lo relacionado con la celulosa y resina epóxica, lo cual nos lleva al conocimiento de antecedentes con contexto similar al de esta tesis.

### **1.12. Estado del arte**

En años recientes se han llevado a cabo diferentes estudios respecto a materiales compuestos enfocados al efecto de la celulosa incorporada a la resina epóxica, con la finalidad de conocer cómo cambian las propiedades anticorrosivas del recubrimiento. Para el presente trabajo se seleccionaron aquellos estudios que tienen una mayor relevancia, similitud o relación con este proyecto de tesis sobre el efecto de la celulosa en un recubrimiento de resina epóxica, así mismo se consideran cada uno de los resultados y conclusiones del efecto y comportamiento que presenta la resina epóxica al adicionarle las partículas de celulosa.

- (Hsu, Huang, Asoh, & Uyama, 2020) Llevaron a cabo la funcionalización química de la celulosa con ácido cítrico con el objetivo de aumentar la adherencia entre la celulosa y la resina epoxi, como agente de curado se utilizó anhídrido 4-metilciclohexano-1,2-dicarboxílico (MHHPA). La resistencia a la tracción de los compuestos de celulosa/resina epoxi disminuyó con el aumento del contenido de celulosa, mientras que la resistencia a la tracción de CAC/resina epoxi aumentó efectivamente con el aumento del contenido de CAC, por lo tanto, esta última se

dispersó uniformemente en las resinas epoxi, determinando que la adhesión mejoro con la agregación de grupos carboxilo en la celulosa.

- (Sankhla, Mohanta, Namboothiri, Kuppusamy, & Neogi, 2021) Estudiaron el efecto de la adición de nanocristales de celulosa sobre el comportamiento y la resistencia mecánica del sistema epoxi curado con anhídrido, también analizaron el efecto de la concentración de CNC sobre la energía de activación y evaluaron la resistencia a la flexión de los nanocompuestos en la muestra de resina pura y resina modificada CNC.
- (Wu, y otros, 2022) Sintetizaron un pre-polímero fotosensible de acrilato de epoxi de urushiol (UEA), como curado se prepararon foto iniciadores de nanofibras de celulosa modificadas (MCNFI) a partir de la modificación de nanofibras de celulosa (CNF). Las propiedades mecánicas optimas se alcanzaron con el nivel de carga del 8% en peso de MCNFI, por lo tanto, el recubrimiento de MCNFI/UEA presento un rendimiento anticorrosivo pronunciado.
- (Lee, y otros, 2022) Realizaron el estudio del espesor de escala milimétrica en compuestos bioplásticos, basados en resina epoxi con nanofibras de celulosa 2,2,6,6-tetrametilpiperidina-1-oxilo (TEMPO-CNF), como suavizante se añadió glicerol a la dispersión de TEMPO-CNF. El grosor total de los laminados TEMPO-CNF/epoxi se controló de acuerdo al número de capas y se aumentó hasta 2.4 mm, dichos laminados presentaron una alta resistencia a la flexión y una buena transmitancia.
- (Wang, y otros, 2022) Investigaron y analizaron las propiedades anticorrosivas y de auto reparación activa, a partir de la adición de aerogel de etilcelulosa hidrofóbicamente modificado y cargado con un inhibidor de corrosión-BTA (benzotriazol) en el recubrimiento epoxi, tanto de la morfología como de la composición de este aerogel se caracterizaron por SEM, FTIR y TGA. El comportamiento del benzotriazol en los recubrimientos mostro excelentes propiedades de auto reparación en condiciones neutras, ácidas y alcalinas agregadas con aerogel.
- (Mamudu, Hussin, Hernandez Santos, & Lim, 2023) Sintetizaron recubrimientos epoxi con celulosa nanocristalina (NCC), esta fue obtenida mediante la hidrólisis de celulosa microcristalina y dan tratamiento de sulfatación a NCC para así obtener celulosa nanocristalina sulfatada (S-NCC), la cual mejora la resistencia iónica del

recubrimiento compuesto durante la exposición prolongada a una sustancia corrosiva. Trabajaron con la NCC y S-NCC a diferentes concentraciones que van del 10 % en peso al 50 % en peso, adicionándola en la resina epoxi base solvente para obtener recubrimientos compuestos. Los resultados mostraron que la S-NCC mejoró el rendimiento anticorrosivo al 99,7 %, este rendimiento se obtuvo con un recubrimiento que contenía 20 % en peso de S-NCC.

- (Adil, Kumar, Panicker, Pham, & Kim, 2023) Desarrollaron un compuesto verde de epoxi de vainillina (VE) el cual reforzaron con filamentos largos de celulosa a partir de técnicas de moldeo por compresión y transferencia de resina asistida por vacío. Este compuesto que ellos propusieron combina los filamentos largos de celulosa, fuertes y resistentes con la resina epoxi de vainillina de base biológica hidrofóbica y térmicamente estable. Con dicho refuerzo mejora notablemente la resistencia a la flexión y el módulo de flexión de la resina VE pura de base biológica en un 135,1 % y un 542,8 % respectivamente. Dicho compuesto verde poseía una temperatura de transición de 144 °C y un ángulo de contacto con el agua de 96,4 °, de esa forma demostró buena estabilidad térmica y propiedades hidrofóbicas, con dichas características el compuesto verde es un material amigable con el medio ambiente y de un alto rendimiento.

Con base al estudio del arte realizado, se puede observar que se han sintetizado recubrimientos a base de resina epóxica base solvente y nanopartículas de celulosa. Hasta la fecha no se han encontrado artículos donde se sinteticen recubrimientos a base de resina epóxica base agua. Por lo tanto, en esta tesis se utilizó resina epóxica base agua la cual es amigable con el medio ambiente, ya que no contamina como si lo hace la resina base solvente. Por otra parte, también se utilizó micropartículas de celulosa como refuerzo de la matriz epóxica, este material es más barato que las nanopartículas de celulosa ya que requiere de menos etapas de fabricación. En la figura 11 se muestra un esquema del desempeño esperado del recubrimiento a base de resina epóxica base agua y partículas de celulosa. Para desarrollar este proyecto se plantean los siguientes objetivos e hipótesis.

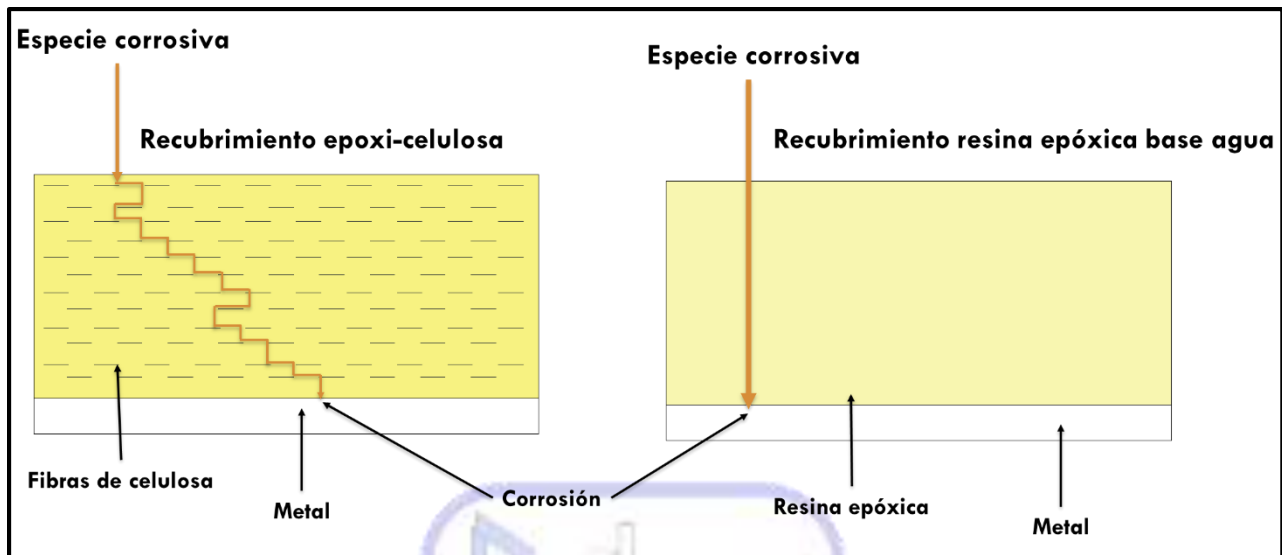


Figura 11. Esquema del desempeño esperado del recubrimiento a base de resina epóxica.

### 1.13. Objetivo general

Evaluar el efecto de la adición de partículas de celulosa sobre las propiedades anticorrosivas, de un recubrimiento de resina epóxica, así como su caracterización aplicando diferentes técnicas analíticas.

### 1.14. Objetivos específicos

- Sintetizar recubrimientos compuestos de resina epóxica base agua y celulosa al 0%, 0.5%, 1%, 2%, 3% y 5% peso soluto.
- Aplicar los recubrimientos compuestos uniformes y libres de defectos sobre una superficie corroíble.
- Evaluar la eficiencia de protección contra corrosión de diferentes formulaciones de resina epóxica 0%, 0.5%, 1%, 2%, 3% y 5%.
- Caracterizar los recubrimientos por Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), Espectroscopia de Infrarrojo con Transformada de Fourier (FTIR).
- Evaluar la adhesión de los recubrimientos acorde a la norma ASTM D3359.
- Evaluar el grado de oxidación y ampollamiento de los recubrimientos de acuerdo a la norma ASTM D610 y ASTM D714.
- Determinar por medio de pruebas de Espectroscopia de Impedancia Electroquímica (EIS), el desempeño anticorrosivo de los recubrimientos sintetizados.

### 1.15. Hipótesis

La adición de estructuras naturales y con una alta relación de aspecto como lo son las fibras de celulosa a un recubrimiento constituido por una matriz polimérica como la resina epóxica base agua, tienen el potencial para incrementar el efecto barrera y al mismo tiempo disminuir el fenómeno de la corrosión en los metales.



## CAPITULO II. METODOLOGÍA

El esquema general utilizado para realizar este proyecto de investigación se muestra en la figura 12.

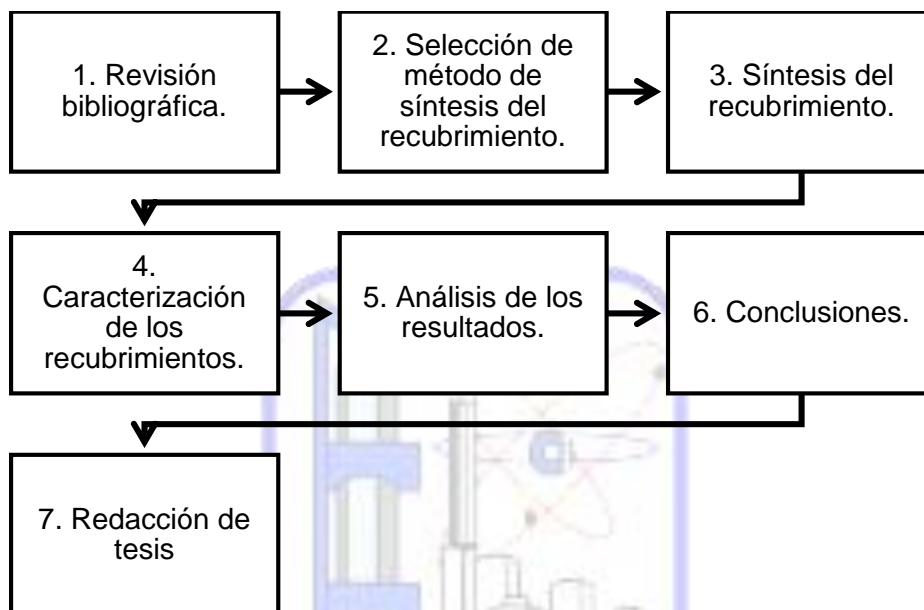


Figura 12. Diagrama general de flujo del proyecto de investigación.

### 2.1. Revisión bibliográfica

Se realizó una investigación exhaustiva de la literatura revisando artículos científicos, libros, tesis, etc., analizando y comparando los métodos de síntesis de materiales para la creación de un recubrimiento compuesto que presente las mejores características anticorrosivas con el fin de estar actualizado en todos los temas relacionados con el proyecto.

### 2.2. Selección del método de síntesis del recubrimiento

Con base a la información recabada en la primera etapa, se determinó el método de síntesis del recubrimiento a sintetizar, seleccionando aquél con el que se genere un recubrimiento uniforme y libre de imperfecciones.

### 2.3. Síntesis de recubrimientos compuestos de resina epóxica/celulosa

#### 2.3.1. Reactivos

Para la preparación de los recubrimientos compuestos epoxi-celulosa, se utilizaron los siguientes reactivos: resina epóxica comercial base agua KEM-101-50 adquirida del

proveedor KUKDO CHEMICAL (figura 13 A), agente de curado KH-700 cuyo proveedor es KUKDO CHEMICAL (figura 13 B), partículas de celulosa S6790 adquiridas del proveedor Sigma-Aldrich (figura 13 C).

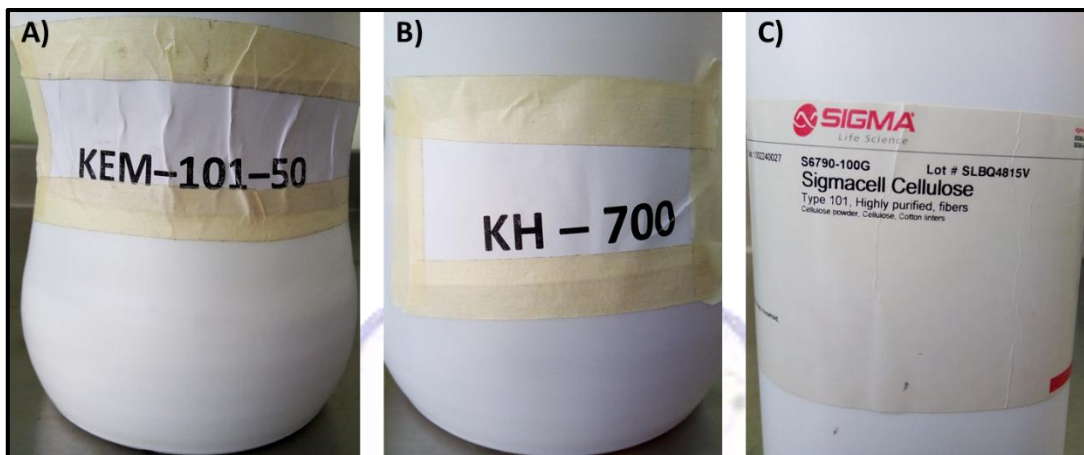
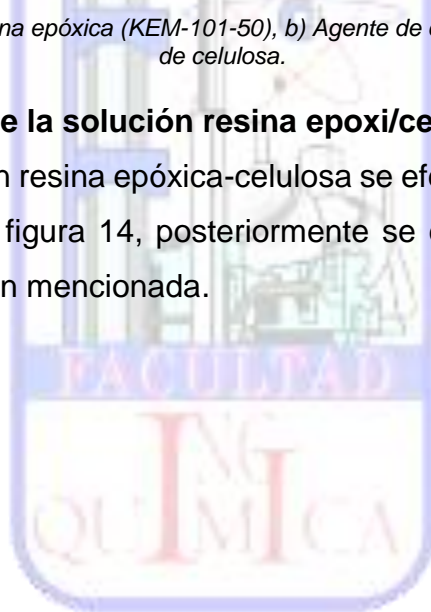


Figura 13. Reactivos a) Resina epóxica (KEM-101-50), b) Agente de curado (KH-700), c) partículas de celulosa.

### 2.3.2. Preparación de la solución resina epoxi/celulosa

La preparación de la solución resina epóxica-celulosa se efectúa de acuerdo al diagrama de proceso mostrado en la figura 14, posteriormente se describe cada paso aplicado para la síntesis de la solución mencionada.



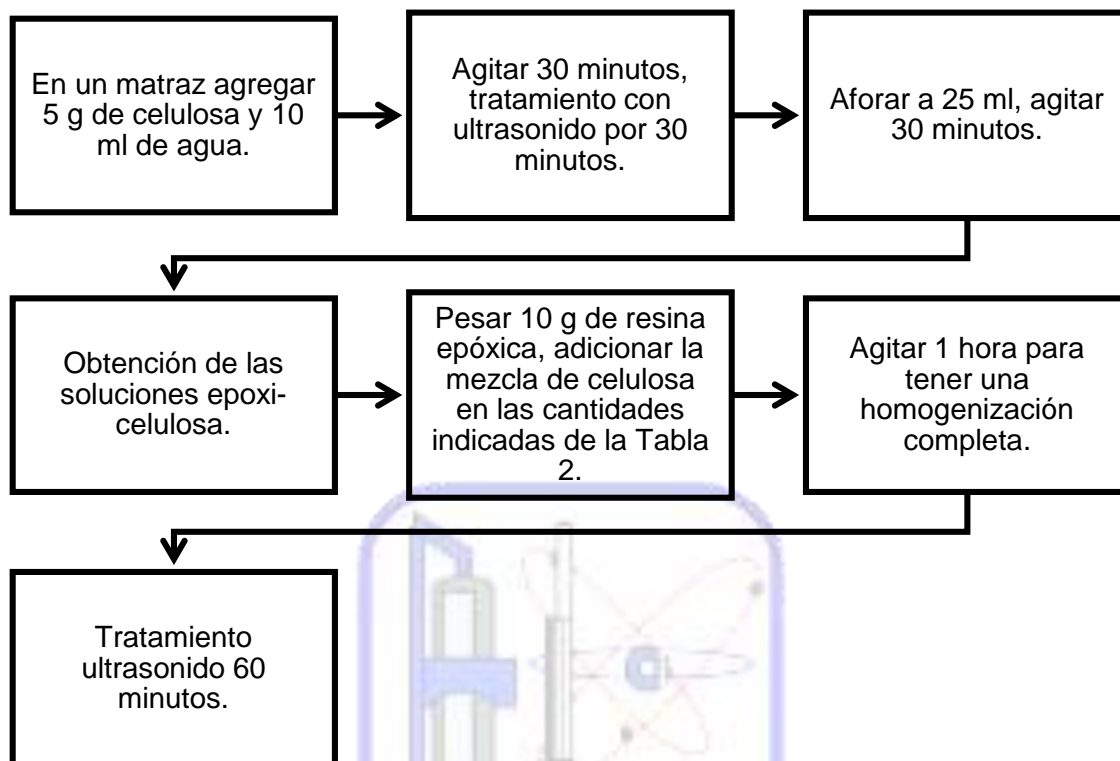


Figura 14. Diagrama general de preparación de la solución Resina Epoxi-Celulosa.

En un matraz aforado de 25 ml, se agregaron 5 g de celulosa y 10 ml de agua, se agito mecánicamente durante 30 minutos, posteriormente se dio tratamiento con el equipo de baño de ultrasonido modelo AS5150B (figura 15) durante 30 minutos, con el fin de dispersar las partículas y una vez concluido el tiempo, se aforo el matraz agregando agua hasta los 25 ml y nuevamente se agito por 30 minutos para obtener una mezcla de celulosa.



Figura 15. Baño de ultrasonido modelo AS5150B de la marca AUTO SCIENCE.

Se preparó la solución de resina epoxi/celulosa, en base a los datos establecidos en la tabla 1 y la tabla 2, se pesaron 10 g de resina epoxi (KEM-101-50) en un vaso de

precipitado y posteriormente se adiciono la mezcla de celulosa, de acuerdo a los datos contenidos de la tabla 2, para lograr una homogenización completa, se somete a agitación durante 60 minutos, y después se da tratamiento con baño ultrasonido en el equipo de la figura 12 por 60 minutos, al final se identificó cada muestra con respeto a la clave establecida en la tabla 1 y se almaceno.

*Tabla 1. Porcentaje en peso de partículas de celulosa para los recubrimientos.*

No. de muestra	Clave	% peso celulosa
1	EC0	0
2	EC05	0.5
3	EC1	1
4	EC2	2
5	EC3	3
6	EC5	5

*Tabla 2. Formulaciones para la preparación de soluciones Epoxi-Celulosa.*

Resina Epóxica (g)	Celulosa (g)	Mezcla celulosa (ml)	Agua restante (ml)
10	0	0	5
10	0.0595	0.3	4.7
10	0.119	0.6	4.4
10	0.238	1.2	3.8
10	0.357	1.8	3.2
10	0.595	3	2

### **2.3.3. Preparación de los cupones.**

Se utilizaron cupones de acero al carbón con dimensiones de 4.5 cm x 7 cm y poseen una composición de 0.04% C, 0.18% Mn, 0.0007% P, 0.006% S, 0.03% Al y 99.737% Fe; estos se lijan utilizando una lija H-98 y agua, con el propósito de limpiar cualquier impureza u obstrucción en estos, posteriormente se secan con papel, se fijan con cinta adhesiva en una superficie plana y se limpian con etanol. En caso de no usar los cupones inmediatamente, se envuelven en papel.

### 2.3.4. Síntesis de los recubrimientos.

Para la síntesis de los recubrimientos se realiza de acuerdo a lo mostrado en la figura 16, y con base a la descripción presentada.

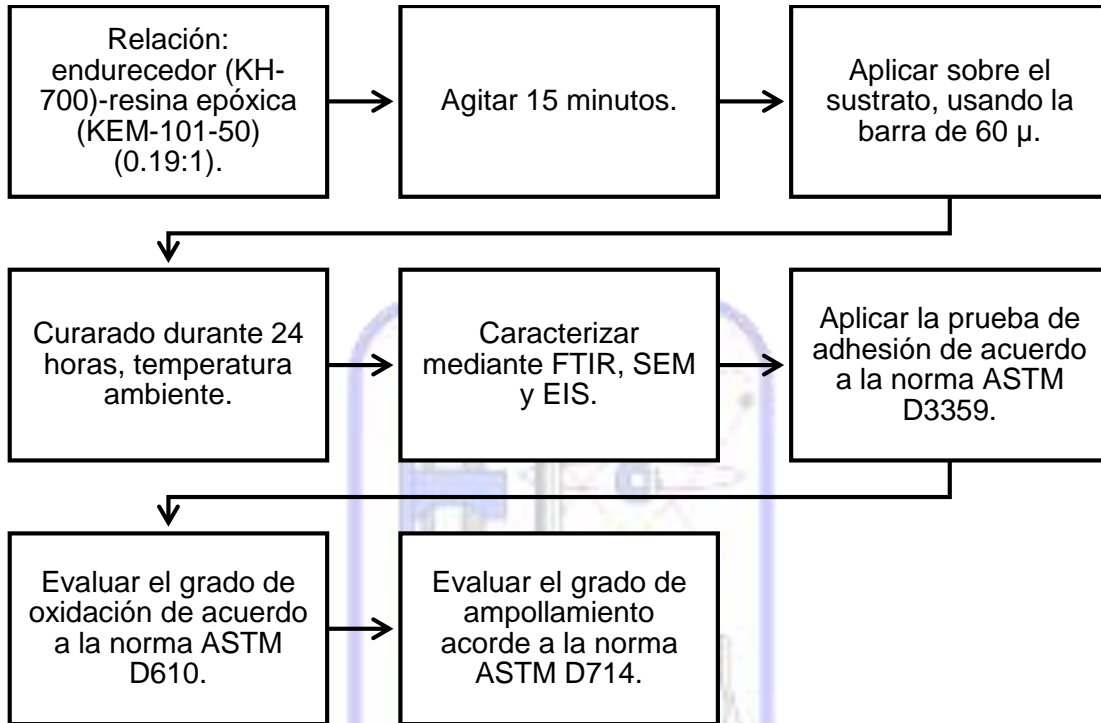


Figura 16. Diagrama de proceso de síntesis de los recubrimientos epoxi-celulosa.

Se toma 1 gr de la solución epoxi-celulosa y se agrega 0.19 g de endurecedor KH-700, cumpliendo la relación en peso resina-endurecedor 1:1 (tabla 3). Se mezcla mecánicamente para lograr incorporar ambas sustancias. Se agregará la mezcla sobre los cupones de acero al carbón, de tal forma que cubra toda la superficie de estos, con el uso de la barra aplicadora de 60 micras (figura 17) previamente limpiada con alcohol etílico, se desliza la mezcla de manera uniforme y que cubra los cupones. Finalmente se curan los cupones a temperatura ambiente por 24 horas, completado este proceso, se realizan las pruebas de caracterización a los recubrimientos obtenidos de la síntesis epoxi-celulosa indicadas en el apartado 2.4.

Tabla 3. Formulación peso resina epóxica-endurecedor.

Resina epóxica (g)	KH-700 (g)
1	0.19
2	0.38



Figura 17. Barra aplicadora de 60 micras de espesor.

## 2.4. Caracterización de los recubrimientos

Las muestras se caracterizarán por medio de las técnicas de espectroscopia de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR), microscopia electrónica de barrido (SEM), pruebas de adhesión, mientras que el desempeño anticorrosivo del recubrimiento se determinó usando pruebas de espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS) y grado de oxidación. Previamente, se describen cada una de las técnicas utilizadas.

### 2.4.1. Técnica de caracterización por FTIR (espectroscopia de infrarrojo con transformada de Fourier)

La técnica espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier consiste en la obtención de la huella dactilar molecular de una muestra, la cual absorbe la onda infrarroja conforme a los enlaces químicos y estructurales que poseen las moléculas a analizar, y así proporciona información de la estructura específica a través de una serie de bandas identificables, donde se existen bandas pronunciadas que corresponden a los grupos funcionales en la región electromagnética del infrarrojo medio. (Mata-Miranda, y otros, 2017)

Para aplicar esta técnica de espectroscopia se empleó el espectrofotómetro marca Bruker modelo VERTEX 70 con número de serie 575 (figura 18) y un rango de frecuencia de infrarrojo medio que va de  $4000-400\text{ cm}^{-1}$ . Las muestras se analizaron sin recibir un tratamiento previo a dicha caracterización.



Figura 18. Espectrofotómetro marca Bruker modelo VERTEX 70.

#### **2.4.2. Técnica de caracterización por SEM (microscopía electrónica de barrido)**

La técnica de microscopía electrónica de barrido consiste en un análisis estructural y composicional, donde el equipo de SEM toma una imagen de la muestra y lo que detecta es la reacción del material al impacto de un haz de electrones, y esta genera una serie de señales que son registradas en los detectores del equipo. El resultado de un análisis por microscopía electrónica de barrido se simplifica en información morfológica superficial, de cristalografía, porosidad e incluso la composición química de las muestras que se analizan. (Clavijo, 2013)

Para la aplicación de esta técnica de caracterización se utilizó un equipo de la marca JEOL modelo JSM-6610LV (figura 19).

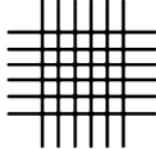
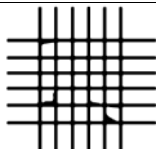
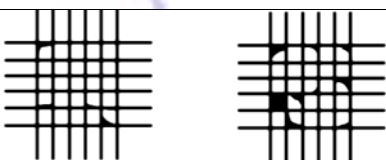
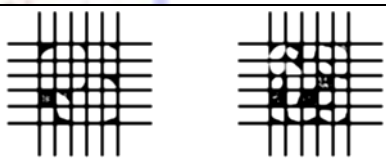
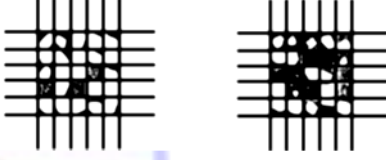



*Figura 19. Microscopio Electrónico de Barrido marca JEOL modelo JSM-6610LV.*

#### **2.4.3. Norma ASTM D3359-17**

Esta norma específica procedimientos para evaluar la adhesión de recubrimientos aplicados a sustratos metálicos, aplicando y retirando cinta sensible a la presión sobre los cortes hechos en la película. La ASTM D3359-17 se utilizó para conocer el grado de adhesión del recubrimiento epoxi-celulosa aplicado a los sustratos, en la tabla 4 se muestra la clasificación de los resultados de la prueba de adhesión

Tabla 4. Clasificación de los resultados de la prueba de adhesión con base a la norma ASTM D3359-17.

Clasificación de resultados de prueba de adhesión		
Clasificación	Porcentaje de área removida	Superficie de recubrimiento desprendido en los cortes posterior a la remoción de la cinta
5	0%	
4	> 5%	
3	5%-15%	
2	15%-35%	
1	35%-65%	
0	< 65%	

- 5 - Los bordes de los cortes son completamente lisos; ninguno de los cuadrados de la rejilla está separado.
- 4 - Se desprenden pequeñas escamas del recubrimiento en las intersecciones; menos de 5 % de la zona se ve afectada.
- 3 - Se desprenden pequeñas escamas del recubrimiento a lo largo de los bordes y en intersecciones de cortes. El área afectada de la rejilla es del 5 al 15 %.
- 2 - El recubrimiento se ha desconchado a lo largo de los bordes y en partes de los cuadrados. El área afectada de la rejilla es del 15 al 35 %.

- 1 - El recubrimiento se ha descascarillado a lo largo de los bordes de los cortes en cintas grandes y se han desprendido cuadrados enteros. El área afectada de la rejilla es del 35 al 65 %.
- 0 - Descamación y desprendimiento peor que la clasificación 1B.

#### **2.4.4. Técnica de caracterización por Espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS)**

La espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS) es una técnica no destructiva que se utiliza para estudiar el comportamiento electroquímico de una interfase electrodo-electrolito, este puede ser reacciones de oxidación-reducción, transferencia de masa, reacciones multi-electrónicas, entre otras. Generalmente los datos obtenidos son ajustados a modelos de circuitos equivalentes para su interpretación. Tiene aplicaciones importantes en el estudio de los procesos de corrosión y electrodeposición, en la evaluación de recubrimientos y en la caracterización de muchos tipos de sensores y semiconductores. (PIRATOBA MORALES, VERA LÓPEZ, & ORTIZ OTÁLORA, 2010) (Ramírez, Regueiro, Arias, & Contreras, 2009)

Se conoce que la resistencia eléctrica, es la capacidad de un circuito de resistir el flujo de la corriente eléctrica. La ley de Ohm define esta resistencia como la relación entre la tensión y la corriente, expresada matemáticamente como:

$$R = V/I \quad \text{Ecuación A.}$$

Donde V corresponde con el valor de la tensión e I con el valor de la corriente eléctrica. El uso de la ecuación A se limita solamente a un elemento del circuito, en el mundo real, varios sistemas presentan un comportamiento mucho más complejo y nos vemos obligados a abandonar el simple concepto de resistencia. En su lugar empleamos la impedancia, que es una medida de la tendencia de un circuito a resistir el flujo de una corriente eléctrica alterna y se expresa como:

$$Z = V_{ac}/I_{ac} \quad \text{Ecuación B.}$$

En la ecuación B se indica que solo aplica a corrientes alternas que varían con el tiempo, no basta con mencionar la medida de corriente y voltaje, sino también la variación con el

tiempo, por último, la variación del tiempo casi siempre depende de la frecuencia de la corriente alterna y voltaje.

La figura 20 muestra un voltaje sinusoidal aplicado a una celda electroquímica, se puede observar como la respuesta de corriente y voltaje cambian con el tiempo, esto se puede expresar como un ángulo, es decir, si un ciclo ( $360^\circ$ ) de la señal de onda sinusoidal tarda un segundo en formarse y el cambio de tiempo entre la corriente y el voltaje de la señal de onda es de 0.1 segundos, entonces el ángulo es de  $36^\circ$ . Por lo tanto, la medida de impedancia de este sistema se puede expresar considerando la relación entre el tamaño de la onda sinusoidal de voltaje (en volts) y el de la onda sinusoidal de corriente (en amperes). Esto nos da la magnitud de la impedancia  $|Z|$  (en ohms), está también se denomina módulo de la impedancia, y para caracterizar una impedancia  $Z$ , se debe especificar tanto su magnitud  $|Z|$ , como su fase  $\Theta$ , así como la frecuencia  $f$  (en ciclos por segundo o bien Hertz) a la que se midió, con ello estos tres parámetros a menudo se trazan en lo que se conoce como diagrama de Bode (figura 21). Ya que la frecuencia puede oscilar entre 100000 Hz y 0.001 Hz, el eje de frecuencia (el eje "x") se traza de forma logarítmica, desde  $|Z|$  también puede cambiar por un factor de un millón o más en un experimento, por lo tanto, el eje  $|Z|$  se grafica logarítmicamente en el eje "y". (Loveday, Peterson, & Rodgers, 2004)

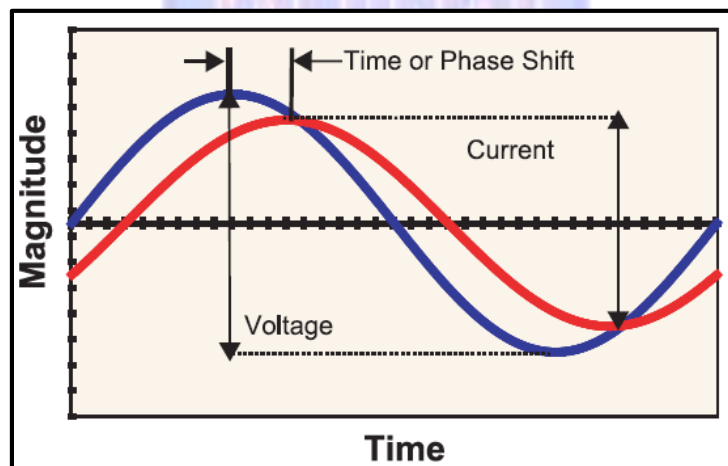


Figura 20. Corriente y voltaje en función del tiempo.

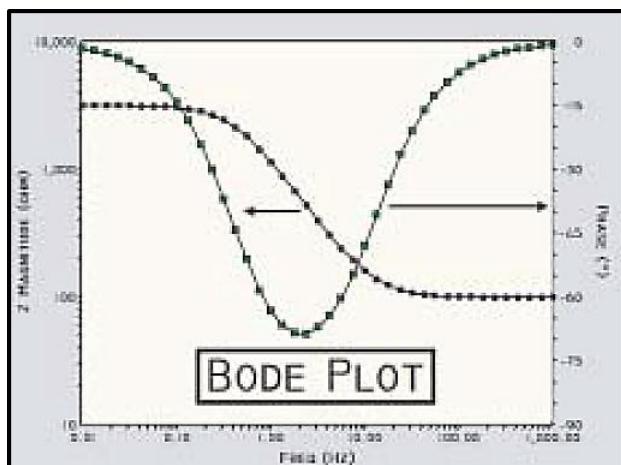


Figura 21. Diagrama de Bode.

La celda de Randles (figura 22) es una combinación simple pero útil de un capacitor y dos resistencias, este circuito eléctrico se utiliza para representar un revestimiento o un metal corroído, a pesar de que los valores y significados de los componentes sean diferentes. Cuando este modelo de circuito equivalente se aplica a un recubrimiento sumergido en un electrolito, R1 representa la resistencia de la solución de electrolito entre la punta del electrodo de referencia y la superficie del recubrimiento, el condensador C, representa el recubrimiento y se caracteriza por el espesor y la constante dieléctrica del material de recubrimiento. La resistencia, R2 se encuentra asociada con la resistencia del recubrimiento, que es una propiedad del material del recubrimiento y varía con el grosor y la composición de este. (Loveday, Peterson, & Rodgers, 2004)

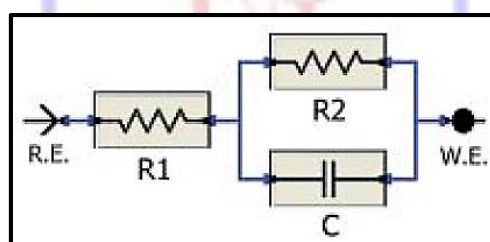


Figura 22. Circuito equivalente de celda de Randles.

La figura 23 muestra la instrumentación requerida la cual consiste en un generador para producir las ondas sinusoidales y un potencióstato para controlar el potencial. Debe controlar tanto el potencial de dc como el voltaje de excitación de ac agregado. La instrumentación contiene un medio para medir con precisión los componentes de ac tanto del voltaje como de la corriente y la relación de fase entre ellos, esos datos se emplean para calcular la impedancia del sistema. Debido a la complejidad de optimizar y coordinar

estas mediciones de ac, se usa una computadora para llevar a cabo el experimento y mostrar los resultados en tiempo real. (Loveday, Peterson, & Rodgers, 2004)

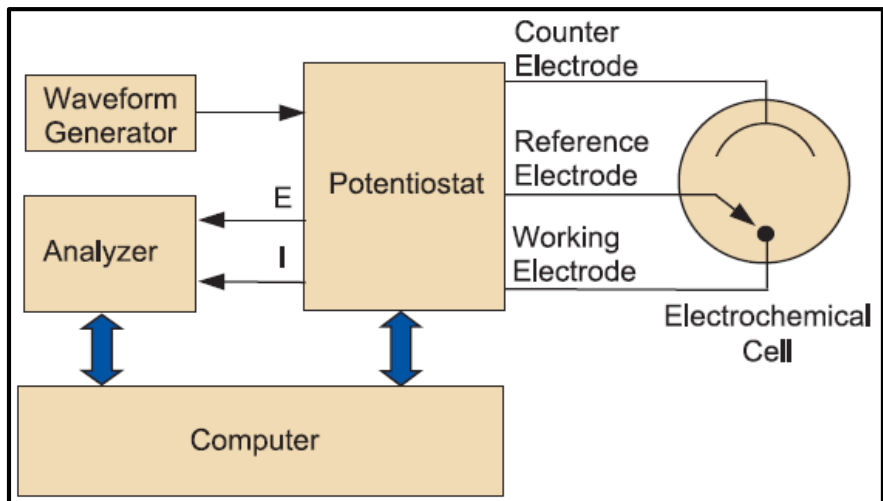


Figura 23. Diagrama de bloques de la instrumentación empleada para mediciones EIS.

Para llevar a cabo esta técnica electroquímica se utilizó el equipo Potenciostato/Galvanostato/ ZRA de la marca GAMRY instruments, modelo Reference 600 como el que se muestra en la figura 24, las mediciones se realizan en una celda con tres electrodos, el primero es el electrodo de trabajo, el segundo electrodo es el de referencia, el tercero es un contra electrodo y se encuentra sumergido en el electrolito (figura 25).

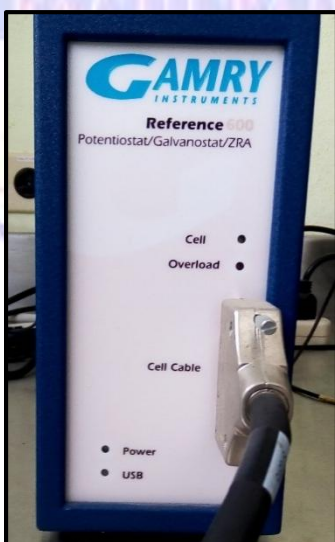
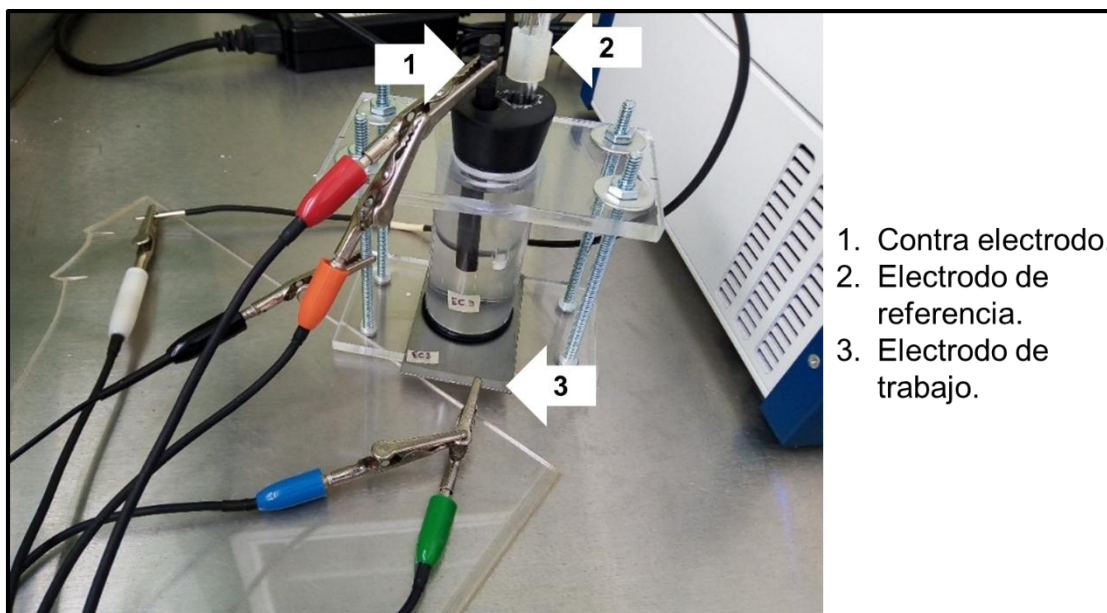


Figura 24. Potenciostato/Galvanostato/ ZRA marca GAMRY instruments.



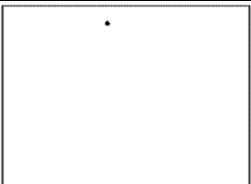
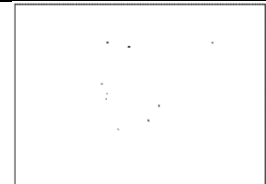
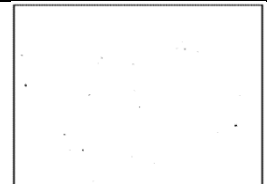
1. Contra electrodo.
2. Electrodo de referencia.
3. Electrodo de trabajo.

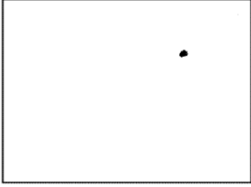
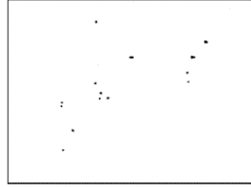
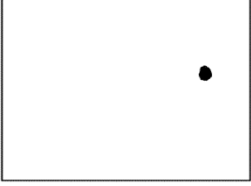
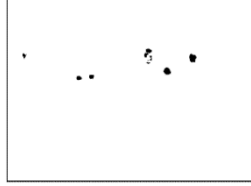
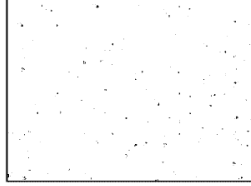

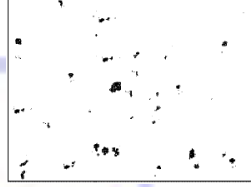
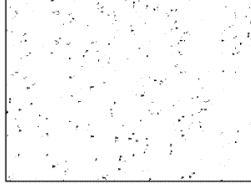


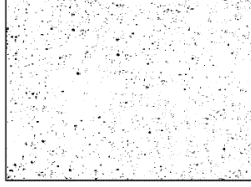

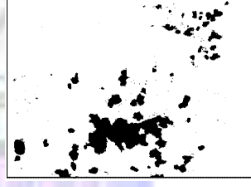
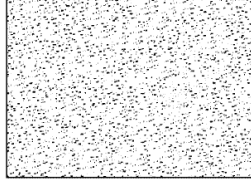
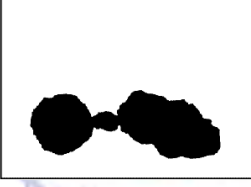

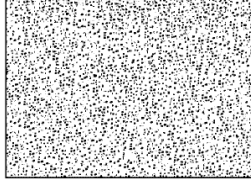


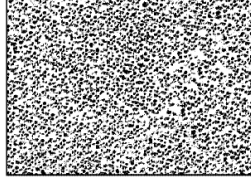


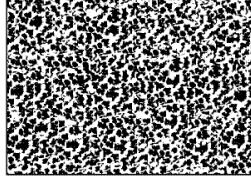
Figura 25. Celda para medición electroquímica.

#### 2.4.5. Norma ASTM D610-01

Esta norma proporciona un método estandarizado para cuantificar la cantidad y distribución de la oxidación superficial visible, por lo tanto, este método de prueba cubre la evaluación del grado de oxidación en superficies de aceros pintadas y la escala para evaluar va desde cero a diez de acuerdo al porcentaje de óxido visible. La ASTM D610 se empleó para el análisis visual sobre la corrosión que se presentó una vez concluida la prueba de EIS, donde los sustratos recubiertos se expusieron a una solución de NaCl al 3.5% en peso, como referencia se utiliza la tabla 5 para la determinación del grado de corrosión en los sustratos mencionados.

Tabla 5. Escala y descripción de las clasificaciones de oxidación.

		Superficie oxidada del recubrimiento		
Grado de oxidación	Porcentaje de superficie oxidada	Spot	General	Pinpoint
10	≤0.01%			
9	>0.01%-0.03%			

8	>0.03%-0.1%			
7	>0.1%-0.3%			
6	>0.3%-1.0%			
5	>1.0%-3.0%			
4	>3.0%-10.0%			
3	>10.0%-16.0%			
2	>16.0%-33.0%			
1	>33.0%-50.0%			
0	>50.0%			

#### 2.4.6. Norma ASTM D714-02

La prueba de análisis visual se aplica de acuerdo a la norma ASTM D610-01 y a su vez requiere una segunda inspección, la cual se basa en evaluar el ampollamiento producido por la corrosión sobre el recubrimiento, esto acorde a la norma ASTM D-714-02. Con base a esta norma, se tiene asignado un número que va desde 0 a 10, siendo 10 una superficie sin imperfecciones, 8 indica ampollaciones difíciles de apreciar a simple vista y los números menores son para ampollaciones que van aumentando de tamaño. El número que se asigna debe ir acompañado de una letra que representa la periodicidad de ampollamiento en el área, las letras empleadas son F (poca), M (media), MD (media densa) y D (densa).



## CAPITULO III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los recubrimientos obtenidos se muestran en la figura 26 y cada uno identificado con base a la clave designada para cada muestra cómo se estableció en la tabla 1 del capítulo II, a simple vista no presentan ninguna imperfección como grietas o poros, y la aplicación es uniforme, se observa que la tonalidad de estos es transparente.

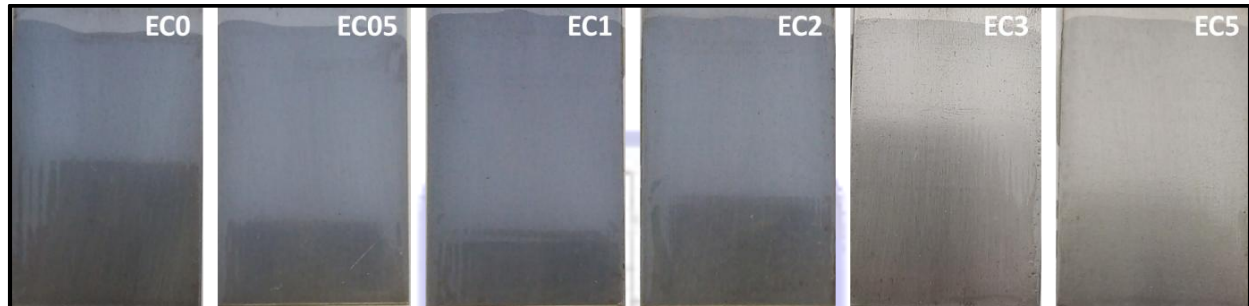


Figura 26. Recubrimientos de resina epóxica/celulosa obtenidos sobre acero al carbón.

### 3.1. Microscopia Electrónica de Barrido

#### 3.1.1. Imágenes de la superficie

Por microscopia electrónica de barrido (SEM) se analizó la homogeneidad y morfología de los recubrimientos sintetizados, en la figura 27 se muestran las micrografías de la superficie de los recubrimientos EC0, EC05, EC1, EC2, EC3 y EC5, obtenidas por SEM y fueron tomadas a 700 aumentos. Se observa que el recubrimiento EC0 presenta una superficie homogénea, leve rugosidad, ligera porosidad, algunas grietas y un poco de basura sobre esta superficie, en el recubrimiento EC05 se observa una superficie homogénea, porosa, grietas y basura sobre la superficie de este recubrimiento, mientras que el recubrimiento EC1 se muestra una superficie homogénea, libre de grietas, sin presencia de poros y con un poco de basura. El recubrimiento EC2 presenta una superficie heterogénea, rugosa, libre de poros y grietas, por otra parte, en el recubrimiento EC3 se visualiza que la superficie es heterogénea, porosa, con grietas, rugosa y tiene un poco de basura en su superficie, el recubrimiento EC5 muestra una superficie heterogénea, con grietas, presenta porosidad y una ligera cantidad de basura.

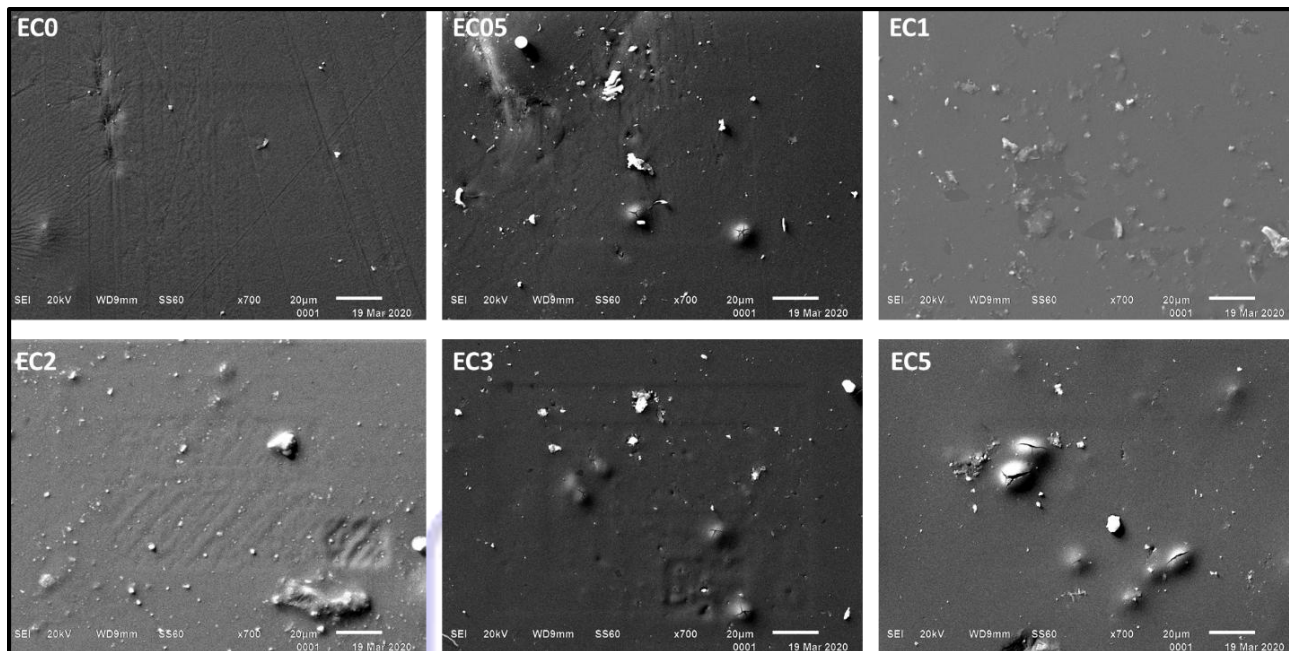


Figura 27. Micrografías de la superficie de los recubrimientos EC0, EC05, EC1, EC2, EC3 y EC5.

### 3.1.2. Corte transversal de los recubrimientos

En la figura 28 se observan las micrografías de los recubrimientos obtenidas por SEM, estas imágenes tomadas a 500 aumentos muestran cortes transversales de los recubrimientos EC0, EC05, EC1, EC2, EC3 y EC5, en las cuales se observan los diferentes recubrimientos aplicados y el sustrato de acero al carbón, cabe destacar que este último mencionado se identifica en la zona del lado derecho donde presenta ralladuras para la mayoría de las micrografías, mientras que el recubrimiento epoxi-celulosa se encuentra del lado izquierdo. También se puede visualizar un grado menor de desprendimiento en el sustrato metálico del recubrimiento EC1, por otra parte, en los recubrimientos EC0, EC05, EC2, EC3 Y EC5 se observa que no presentan desprendimiento.

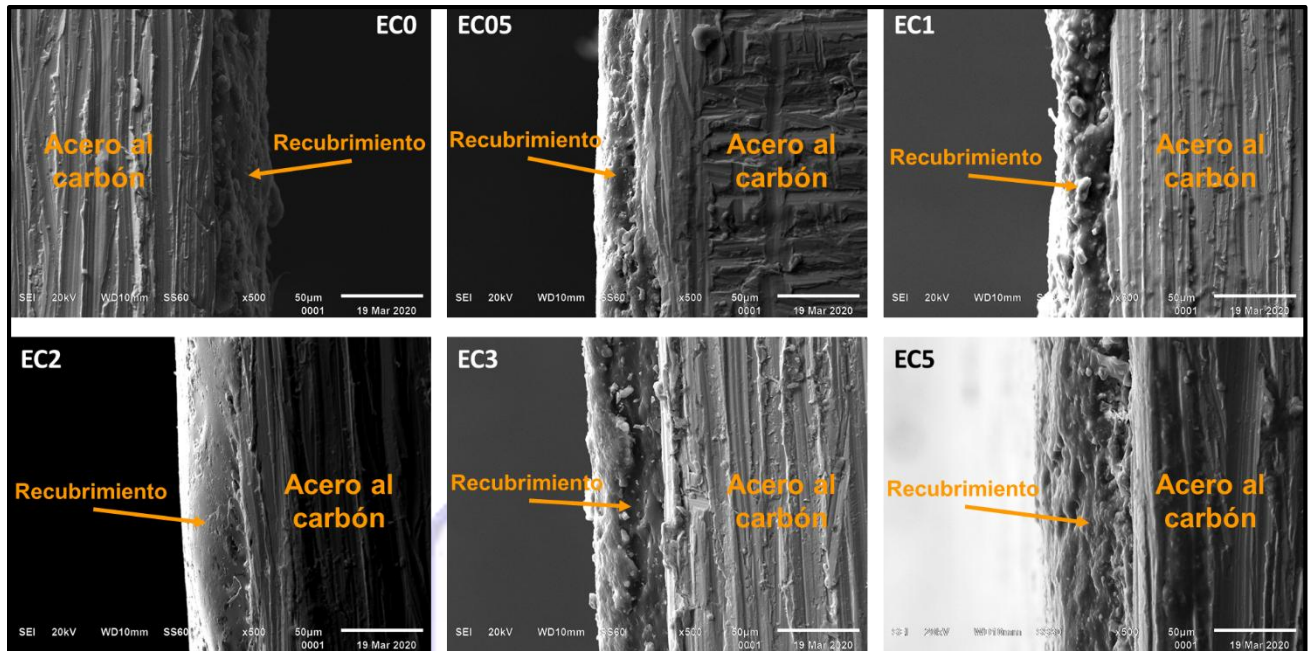


Figura 28. Micrografías de la sección transversal de los recubrimientos EC0, EC05, EC1, EC2, EC3 y EC5.

El espesor para cada uno de los recubrimientos se muestra en las micrografías a 500 aumentos de la figura 29 y en la tabla 6, donde el espesor determinado para las seis muestras, es en base a la aplicación de tres capas del recubrimiento Epoxi-Celulosa con el uso de la barra de 60 micras en cada una de las respectivas muestras y acorde a las concentraciones EC0, EC05, EC1, EC2, EC3 y EC5. El espesor se determinó durante la caracterización por SEM, con el uso del software con el que cuenta el equipo para microscopía electrónica de barrido.

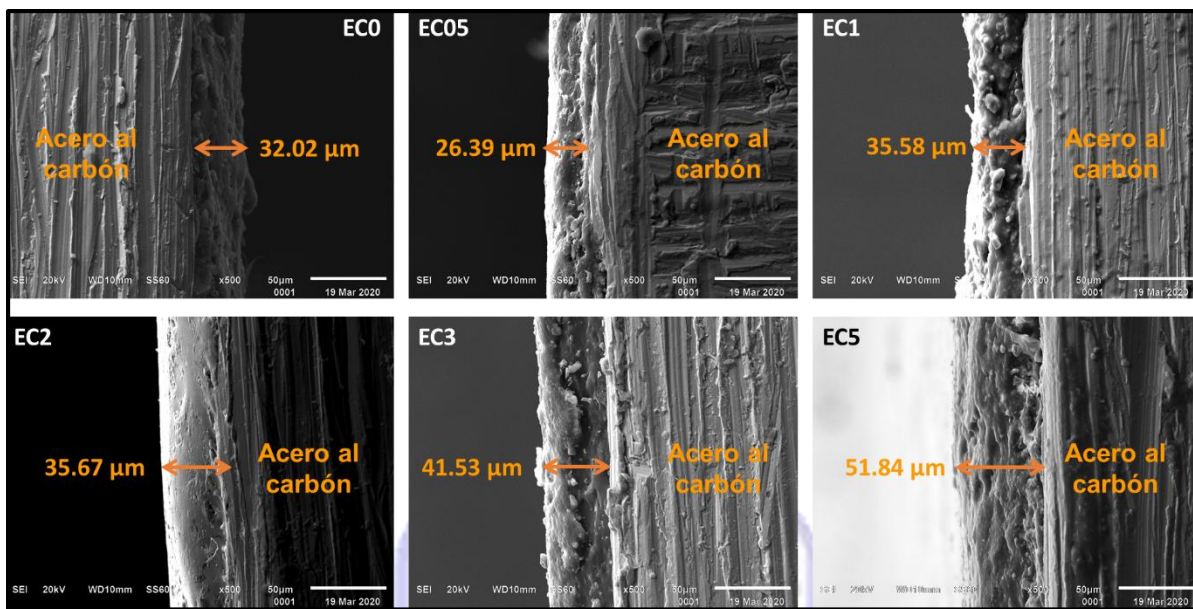


Figura 29. Micrografías de la sección transversal de los recubrimientos EC0, EC05, EC1, EC2, EC3 y EC5 (espesor de los recubrimientos EC).

Tabla 6. Espesor de los recubrimientos EC.

Muestra	Espesor ( $\mu\text{m}$ )
EC0	32.02
EC05	26.39
EC1	35.58
EC2	35.67
EC3	41.53
EC5	51.84

## 3.2. Espectroscopia de Infrarrojo con Transformada de Fourier

### 3.2.1. FTIR Reactivos

Los reactivos (resina epóxica y celulosa) fueron analizados mediante la técnica de espectroscopia de infrarrojo con transformada de Fourier para identificar la banda de absorción de los grupos funcionales de interés. La resina epóxica base agua tiene un porcentaje de agua del 23% en peso, en la figura 30 se muestra el espectro de la resina epóxica y se observa que el grupo oxirano se encuentra en la banda de absorción localizada a  $914\text{ cm}^{-1}$ , pero también cuenta con otros grupos funcionales y estos se muestran en la tabla 7. En la figura mencionada también se presenta el espectro de la

celulosa y su respectivo grupo funcional que es el OH<sup>-</sup>, se encuentra localizada en la banda de absorción a 3344 cm<sup>-1</sup>.

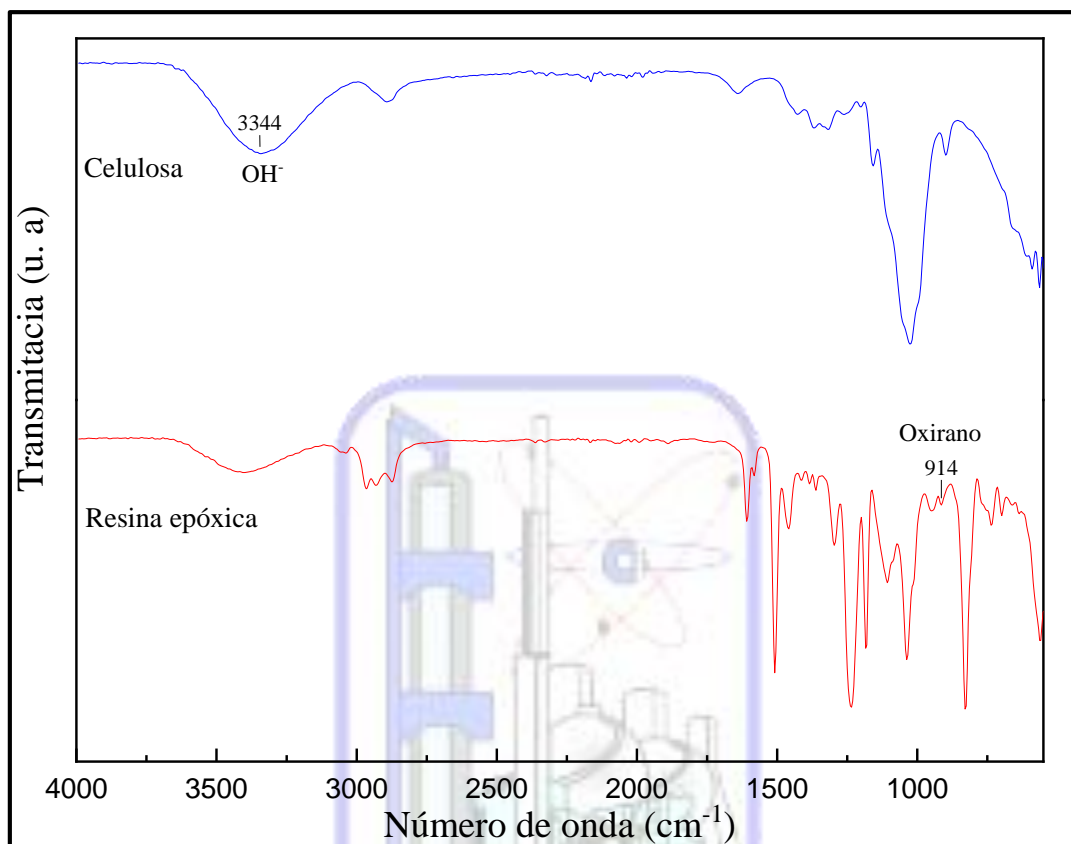


Figura 30. Espectros de FTIR de la Resina Epóxica base agua y Celulosa.

Tabla 7. Grupos funcionales de la resina epóxica base agua.

Número de onda (cm <sup>-1</sup> )	Grupos funcionales de la resina epóxica
829	CH
914	Oxirano
1234	CO
1296	CO
1508	C=C
1608	C=C
2873	CH <sub>2</sub>
2931	CH
2966	CH <sub>3</sub>

### 3.2.2. FTIR Recubrimientos

Los recubrimientos sintetizados fueron analizados por la técnica de espectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier, con el propósito de monitorear la reacción de curado de la resina epoxi considerando la disminución de la absorbancia de la banda del

grupo oxirano en las muestras EC0, EC05, EC1, EC2, EC3 y EC5 y a la vez rastreando la absorbancia de la banda correspondiente a dicho grupo funcional que se encuentra en la región  $970-914\text{ cm}^{-1}$ . En la figura 31 se muestran los espectros correspondientes a los recubrimientos EC0, EC05, EC1, EC2, EC3 y EC5, los cuales fueron obtenidos posteriormente al proceso de curado de los recubrimientos aplicados en los sustratos. Se puede observar que las muestras EC0, EC05, EC1, EC2, EC3 y EC5 presentan un espectro similar entre ellas y no se encuentra presente una banda de absorción a  $914\text{ cm}^{-1}$  que corresponde al grupo oxirano, para determinar que el proceso de curado se llevó adecuadamente, es necesario comparar el espectro de la resina epóxica base agua y los espectros de las muestras mencionadas previamente.

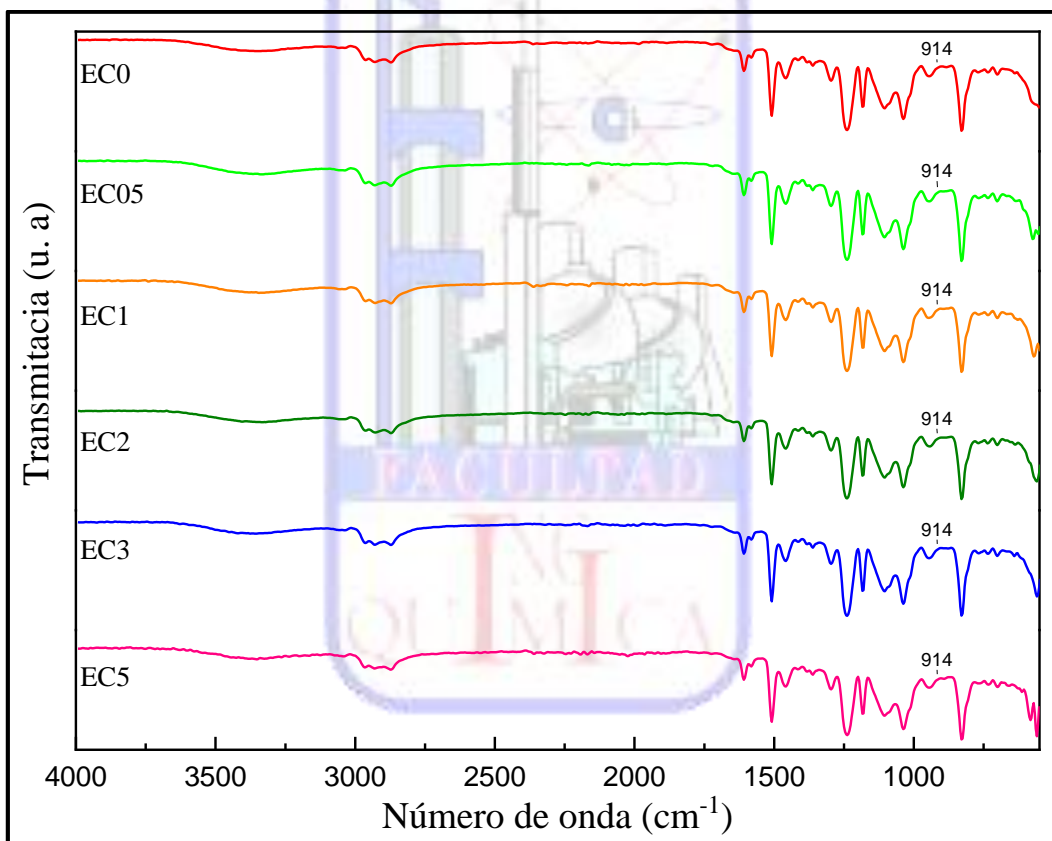


Figura 31. Espectros de FTIR de los recubrimientos EC0, EC05, EC1, EC2, EC3 y EC5.

La figura 32 se observan los espectros de la resina epóxica base agua y los recubrimientos, mientras que en la figura 33 se muestra una ampliación del número de onda en el rango de  $1000-800\text{ cm}^{-1}$  de los espectros de la resina epóxica base agua (KEM-101-50) y los recubrimientos EC0, EC05, EC1, EC2, EC3 y EC5, comparando la banda del espectro de la resina epóxica con las bandas de los espectros epoxi-celulosa

(EC), se puede observar con mayor detalle el grupo oxirano cuyo número de onda es  $914\text{ cm}^{-1}$ , en los espectros de los recubrimientos EC0, EC05, EC1, EC2, EC3 y EC5 no se observa que haya presencia del grupo oxirano en el número de onda  $914\text{ cm}^{-1}$ , la banda de absorción perteneciente al grupo oxirano desaparece en las seis muestras sometidas a esta caracterización, lo cual indica que la reacción de curado se llevó a cabo adecuadamente en todas las muestras.

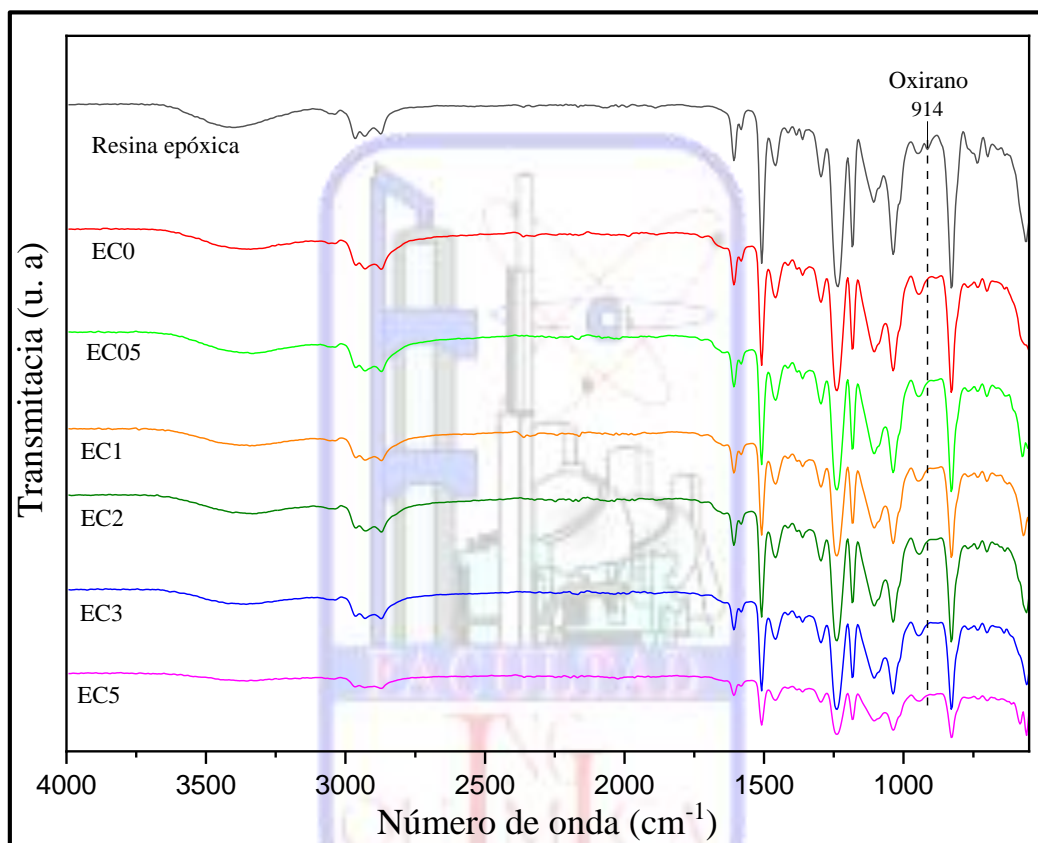


Figura 32. Espectros de FTIR de las muestras KEM-101-50, EC0, EC05, EC1, EC2, EC3 y EC5.

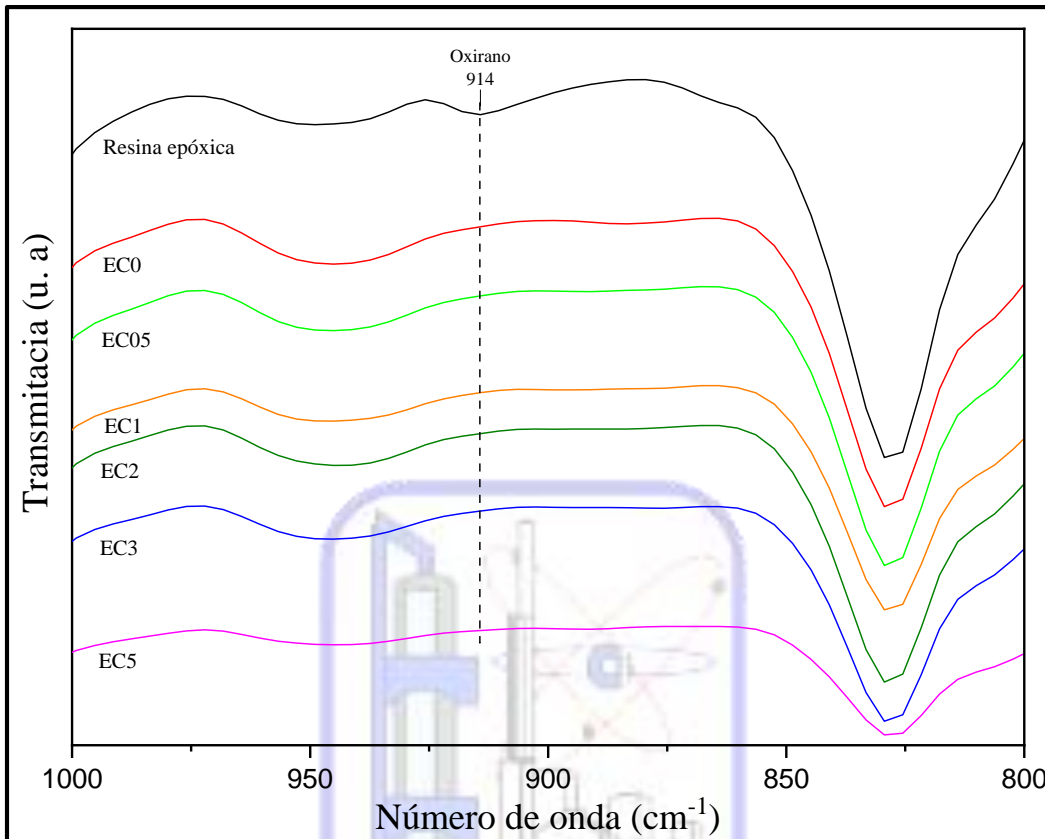


Figura 33. Espectros de FTIR de las muestras KEM-101-50, EC0, EC05, EC1, EC2, EC3 y EC5 con ampliación del rango de frecuencia 1000-800  $\text{cm}^{-1}$ .

### 3.3. Métodos de prueba estándar para calificar la adherencia mediante prueba de cinta clasificación

En las figuras 34 y 35 se muestran los recubrimientos EC0, EC05, EC1, EC2, EC3 y EC5, se observa la superficie de cada una de estas muestras y también los cortes efectuados en base al método B de la prueba de adherencia, acorde a la norma ASTM D3359-17 para cada una de estas, se observa en los incisos a, b, c, d, e y f un acercamiento con el objetivo 5x mediante el uso del microscopio óptico, con el propósito de ver el estado de adhesión en el que se encuentran los recubrimientos epoxi-celulosa tras retirar la cinta permacel, no se observa una gran área de desprendimiento en las muestras EC0, EC05, EC1, EC2, EC3 y EC5.

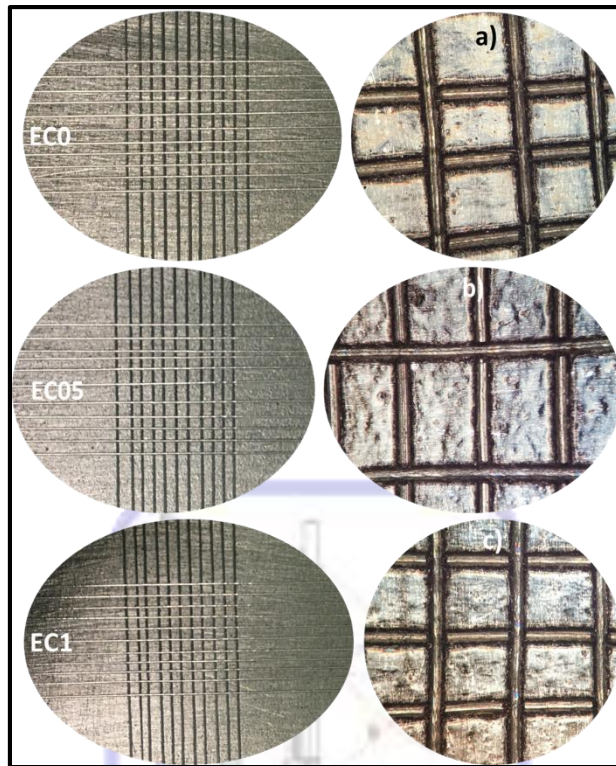


Figura 34. Prueba de adherencia, recubrimientos EC0, EC05, EC1 y ampliación.

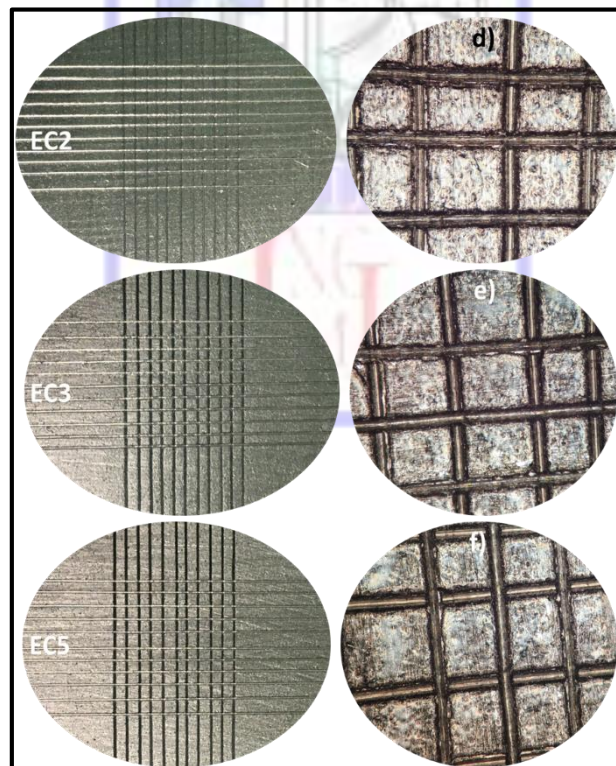


Figura 35. Prueba de adherencia, recubrimientos EC2, EC3, EC5 y ampliación.

En la tabla 8 se presentan los resultados de la prueba de adhesión, tras ser sometidos a dicha prueba, con base a esto se determina que el recubrimiento EC0 y EC1 destacan al tener la adherencia más baja la cual corresponde al 5% de área no removida en el rango de adhesión 3 y 4 respectivamente, mientras que el recubrimiento que presento la adherencia más alta con un porcentaje de área removida del 15% es el EC5 en un rango de adhesión 2, con esto se determina que la adición de las microfibras de celulosa a una concentración no mayor al 5% ayuda a mejorar la adherencia del recubrimiento.

*Tabla 8. Resultados de prueba de adhesión (ASTM D3359).*

Recubrimientos epoxi-celulosa		
Muestra	Porcentaje de área removida	Rango de adhesión
EC0	5%	3
EC05	15%	3
EC1	5%	4
EC2	15%	3
EC3	15%	3
EC5	15%	2

#### **3.4. Método de prueba estándar para evaluación del grado de oxidación en superficies de acero pintadas**

La figura 36 muestra los recubrimientos antes de la prueba de inmersión en una solución de NaCl al 3.5% en peso, se observa que ninguna de las muestras presenta algún punto de corrosión.

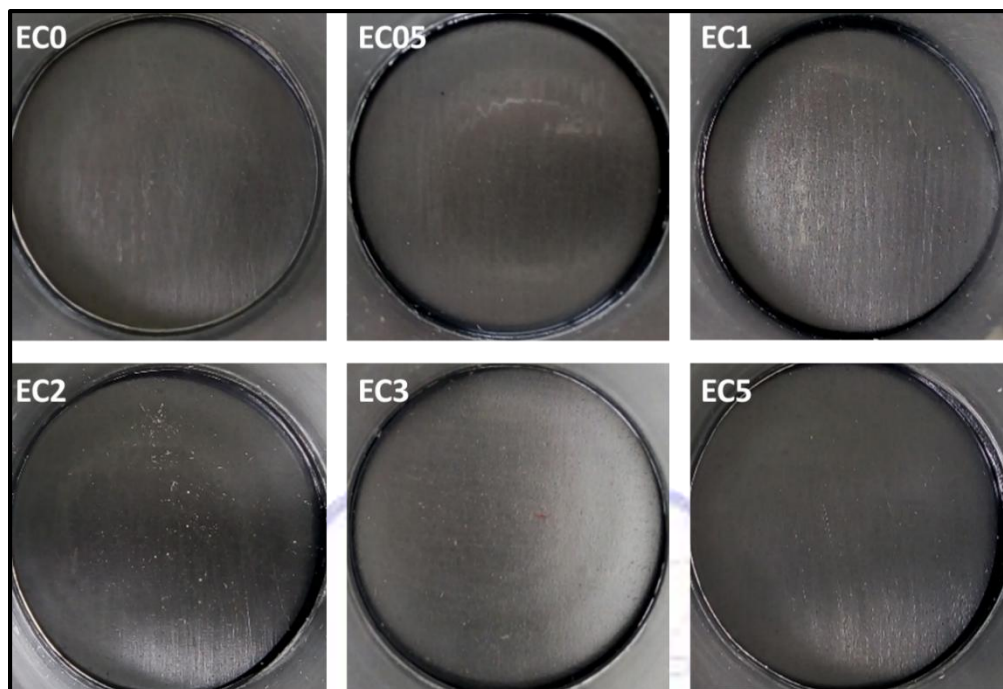


Figura 36. Recubrimientos antes de la prueba de inmersión en una solución de NaCl al 3.5% en peso.

En la figura 37 se observan los recubrimientos a las 72 horas de inmersión en una solución de NaCl al 3% en peso, cabe destacar que la muestra EC0 presenta un punto de corrosión y esto también se aprecia en la figura 47, mientras que las muestras EC05, EC1, EC2 y EC3, aún se mantienen sin presencia de algún punto de corrosión y así mismo se visualiza en el diagrama de bode de la figura 47 correspondiente al tiempo mencionado. En algunos de los recubrimientos de esta figura se observan algunas manchas que pueden ser por alguna partícula contaminante que cayó en la solución de NaCl y llegó al fondo de la celda electroquímica.

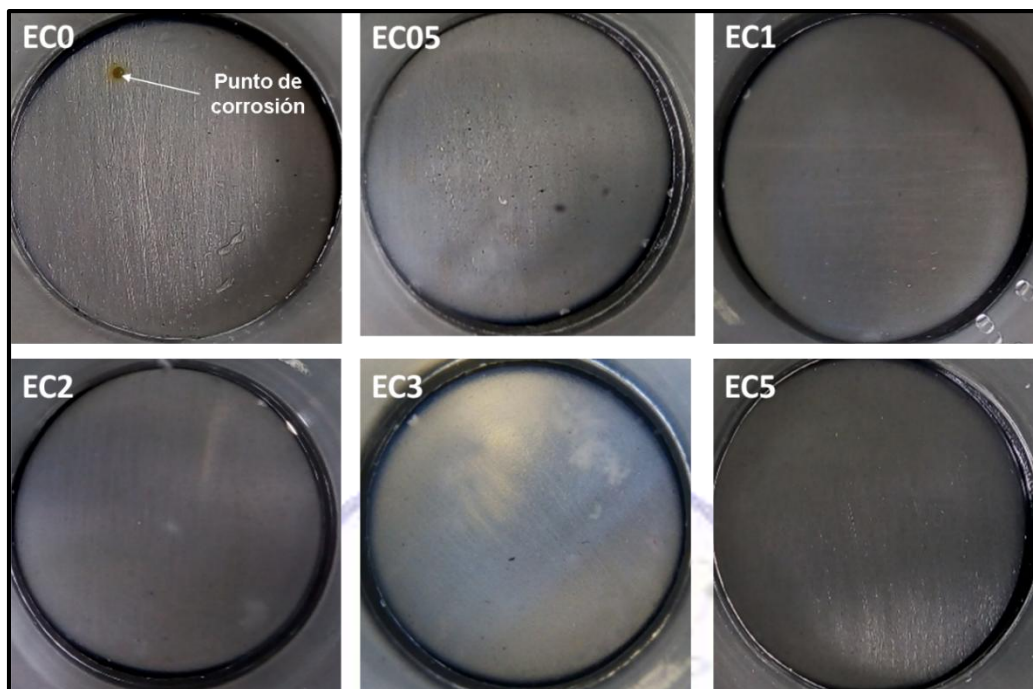


Figura 37. Recubrimientos a las 72 h de la prueba de inmersión en una solución de NaCl al 3.5% en peso.

En la figura 38 correspondiente a las 144 h de inmersión en una solución de NaCl al 3% en peso, se observan cuatro recubrimientos, debido a que dos ya presentaban puntos de corrosión tanto visualmente como a través de la técnica caracterización de espectroscopia de impedancia electroquímica, hasta este momento los recubrimientos que permanecen constantes son el EC05, EC1 y EC3, debido a que ninguno de estos presenta puntos de corrosión, mientras que el recubrimiento EC2 como se muestra en la figura 38 y en la figura 48, este último mencionado presenta un punto de corrosión, por lo tanto se ha dañado y no puede seguir reduciendo el tiempo del proceso de corrosión en el sustrato que se aplicó.

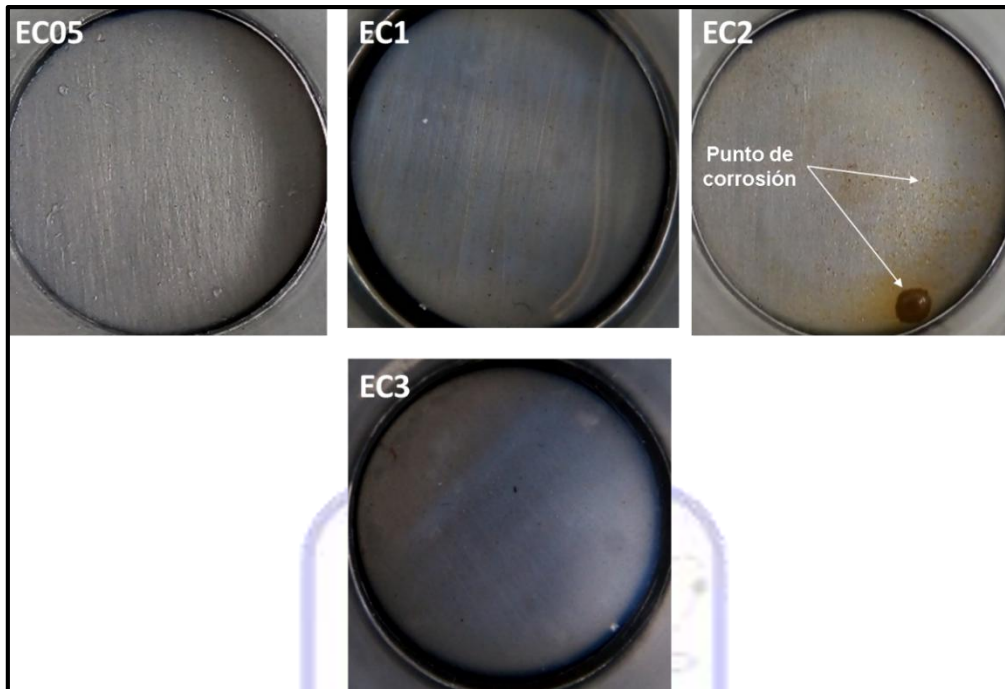


Figura 38. Recubrimientos a las 144 h de la prueba de inmersión en una solución de NaCl al 3.5% en peso.

En la figura 39 se presentan los recubrimientos EC05, EC1 y EC3 al tiempo de 240 horas de inmersión en una solución de NaCl al 3% en peso, los recubrimientos EC1 y EC3 no tienen algún indicio del proceso de corrosión al igual que en la figura anterior y las marcas que se visualizan en esta imagen pueden ser por alguna partícula del ambiente donde se encuentran las celdas, mientras que el recubrimiento EC05 presenta algunos puntos de corrosión, en el diagrama de bode de las pruebas de EIS de la figura 49, se observa que su valor de impedancia se mantiene constante y por ello en estas pruebas visuales no se logra ver los puntos de corrosión y pueden seguir siendo sometidas a la técnica de caracterización de espectroscopia de impedancia electroquímica.

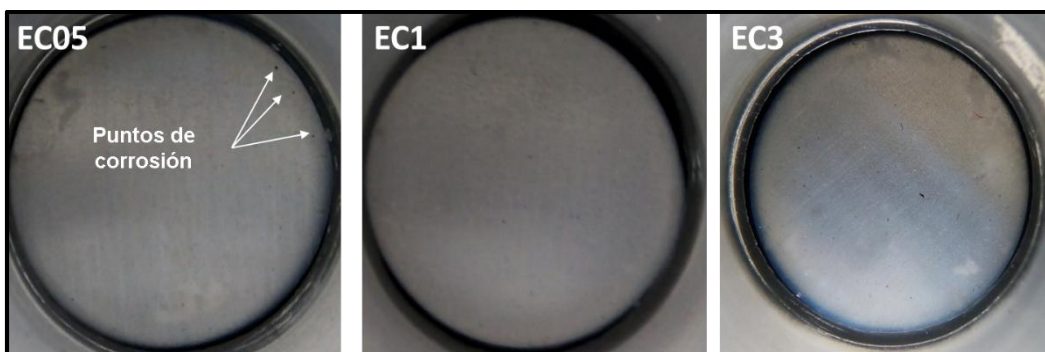


Figura 39. Recubrimientos a las 240 h de la prueba de inmersión en una solución de NaCl al 3.5% en peso.

Finalmente, en la figura 40 se muestra el recubrimiento EC1a las 336 horas de inmersión en una solución de NaCl al 3% en peso, fue el único que tuvo una resistencia mayor al proceso de corrosión y esto también se observa en el diagrama de bode correspondiente a la figura 50, se visualiza que para las 336 horas continua sin presentar algún indicio de corrosión y también está libre de cualquier sustancia contaminante o mancha.

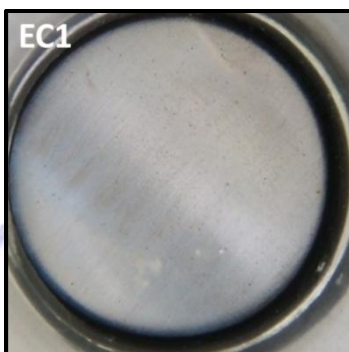


Figura 40. Recubrimiento a las 336 h de la prueba de inmersión en una solución de NaCl al 3.5% en peso.

En la tabla 9 se presentan los resultados del análisis visual mediante la prueba de evaluación del grado de oxidación, aplicada a las muestras de las figuras 36-40, las cuales fueron obtenidas simultáneamente durante la prueba de espectroscopia de impedancia electroquímica. El valor más alto de grado de oxidación para los recubrimientos sintetizados corresponde al recubrimiento EC1 ya que durante 336 h fue el que tuvo un valor de 10, lo que significa que no hay presencia de algún punto de corrosión, mientras que los recubrimientos con el menor valor de grado de oxidación son el EC5 con un valor de 6S y el EC2 con un valor de 5S.

Tabla 9. Grado de oxidación para los sustratos de acero al carbon recubiertos.

Recubrimientos epoxi-celulosa						
Tiempo de inmersión (h)	EC0	EC05	EC1	EC2	EC3	EC5
0	10	10	10	10	10	10
72	9	9	10	10	10	10
144	7	9	10	7	10	6
240	7	9	10	5	9	6
336	7	8	10	5	9	6

### 3.5. Método de prueba estándar para evaluar el grado de ampollamiento en pinturas

En la figura 41 se muestran los recubrimientos EC0, EC05, EC1, EC2, EC3 y EC5 previo a la prueba de inmersión en una solución de NaCl al 3.5% en peso, por lo tanto, no presentan ampollamiento.

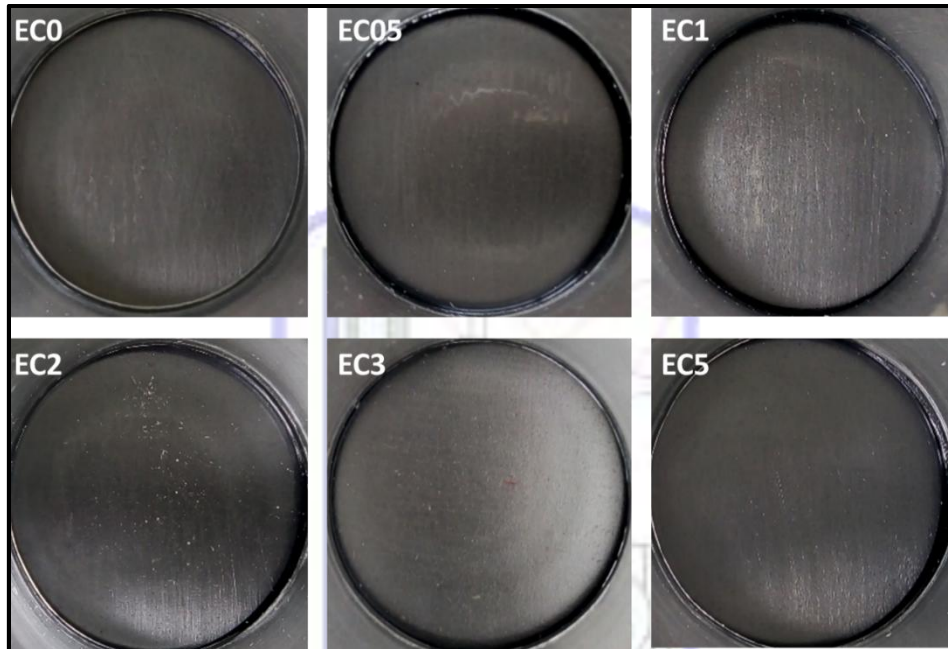


Figura 41. Recubrimientos epoxi-celulosa antes de la prueba de inmersión en una solución de NaCl al 3.5% en peso.

En la figura 42 se observan estos recubrimientos a las 72 h de la prueba de inmersión, para este tiempo la muestra EC0 presenta ampollamiento mientras que las muestras EC05, EC1, EC2, EC3 y EC5 se mantienen sin presentar ampollamiento sobre la superficie de las muestras mencionadas previamente.

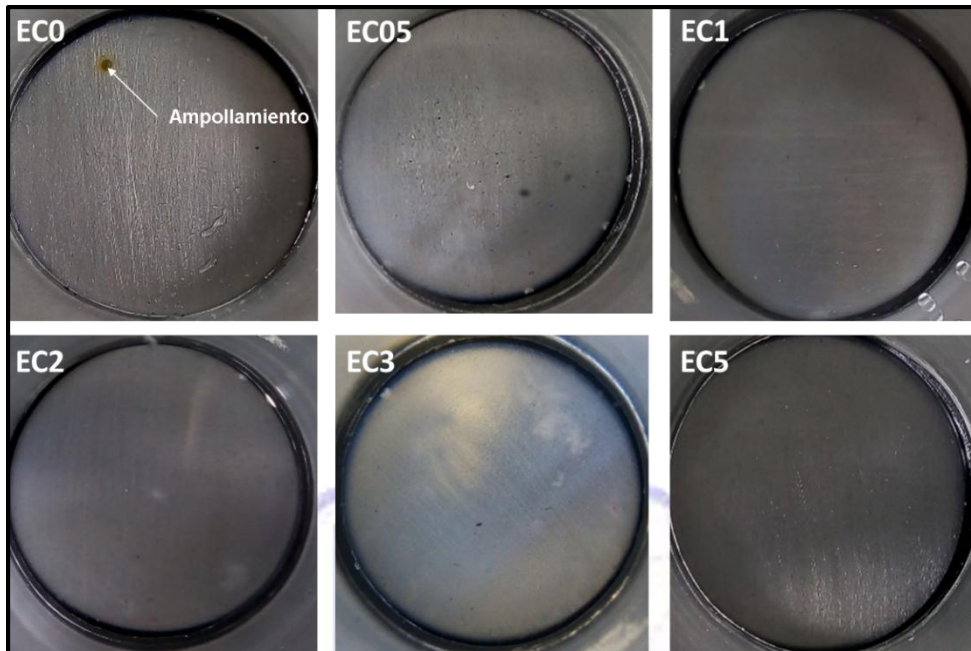


Figura 42. Recubrimientos epoxi-celulosa a las 72 h de la prueba de inmersión en una solución de NaCl al 3.5% en peso.

En el caso de la figura 43 correspondiente a las 144 h de inmersión en una solución de NaCl al 3.5% en peso, se observa que los recubrimientos EC05, EC1 y EC3 permanecen libres de ampollamiento, mientras que la muestra que presenta ampollamiento es la EC2, siendo esto la falla del recubrimiento.

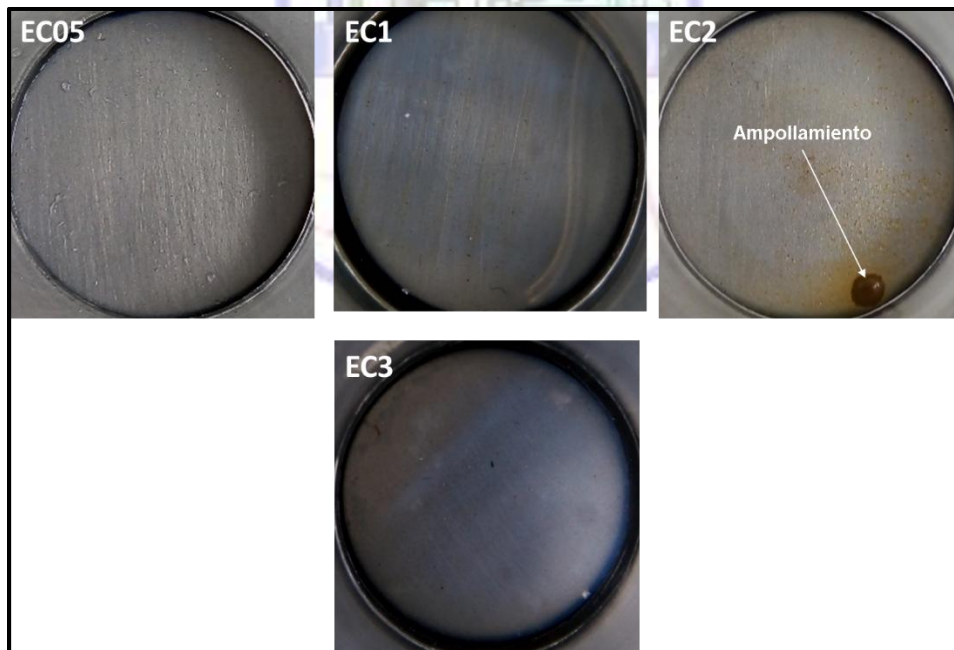


Figura 43. Recubrimientos epoxi-celulosa a las 144 h de la prueba de inmersión en una solución de NaCl al 3.5% en peso.

En la figura 44 y figura 45 los recubrimientos EC05, EC1 y EC3 permanecieron sin presentar ampollamiento desde el inicio de la prueba de inmersión hasta el momento de la falla de los recubrimientos, la cual corresponde al tiempo de 240 h para el caso de las muestras EC05 y EC3, mientras que para la muestra EC1 su tiempo fue de 336 h sin presencia de ampollamiento como se muestra en la figura 42.

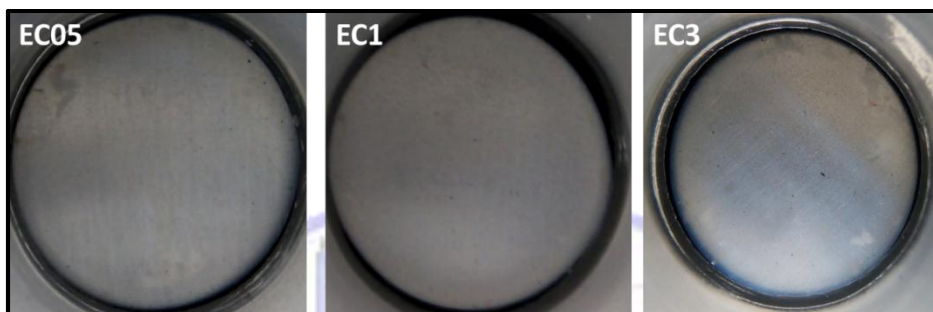


Figura 44. Recubrimientos epoxi-celulosa 240 h de la prueba de inmersión en una solución de NaCl al 3.5% en peso.

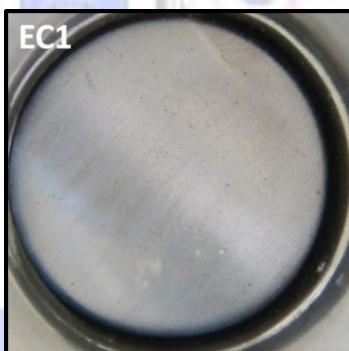


Figura 45. Recubrimiento epoxi-celulosa a las 336 h de la prueba de inmersión en una solución de NaCl al 3.5% en peso.

Para esta prueba la evaluación se llevó a cabo mediante las imágenes 41-45 tomadas simultáneamente durante la prueba de espectroscopia de impedancia electroquímica, debido a que los recubrimientos permanecieron en inmersión en la solución de NaCl al 3.5% en peso. Los resultados de la prueba de ampollamiento en base a la norma ASTM D714-02, se muestran en la tabla 10, en la cual se observa que en los recubrimientos EC05, EC1, EC3 y EC5 no se presenta ampollamiento.

Tabla 10. Grado de ampollamiento para los sustratos de acero al carbon recubiertos.

Recubrimientos epoxi-celulosa						
Tiempo de inmersión (h)	EC0	EC05	EC1	EC2	EC3	EC5
0	10	10	10	10	10	10
72	8	10	10	10	10	10
144	Fallo recubrimiento	10	10	8	10	Fallo recubrimiento
240	Fallo recubrimiento	10	10	Fallo recubrimiento	10	Fallo recubrimiento
336	Fallo recubrimiento	Fallo recubrimiento	10	Fallo recubrimiento	Fallo recubrimiento	Fallo recubrimiento

### 3.6. Espectroscopia de Impedancia Electroquímica

#### 3.6.1. Tiempo de inmersión 0 horas

La figura 46 muestra el comportamiento de los seis diferentes recubrimientos expuestos a la solución de NaCl al 3.5% en peso, en el tiempo de 0 horas, que equivale al inicio de la prueba de espectroscopia de impedancia electroquímica y dicha prueba de caracterización tuvo una duración total de 336 horas, en el diagrama de Bode de la figura previamente mencionada se puede observar que cada uno de los recubrimientos tiene un valor de impedancia mayor a  $1 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}^2$ . El recubrimiento que presenta un mayor valor inicial de impedancia a la frecuencia de 0.01 Hz con respecto al tiempo de 0 h para los seis recubrimientos es la muestra EC1 cuyo valor de impedancia y es de  $3.14 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}^2$  lo que hace se mantenga como uno de los más eficientes, mientras que los recubrimientos EC0, EC05, EC2 y EC3 alcanzaron un valor de impedancia de  $1.88 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}^2$ ,  $1.46 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}^2$ ,  $1.21 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}^2$  y  $1.66 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}^2$  respectivamente, mientras que el recubrimiento con menor valor de impedancia es el EC5 cuyo valor es de  $4.65 \times 10^5 \Omega \cdot \text{cm}^2$ .

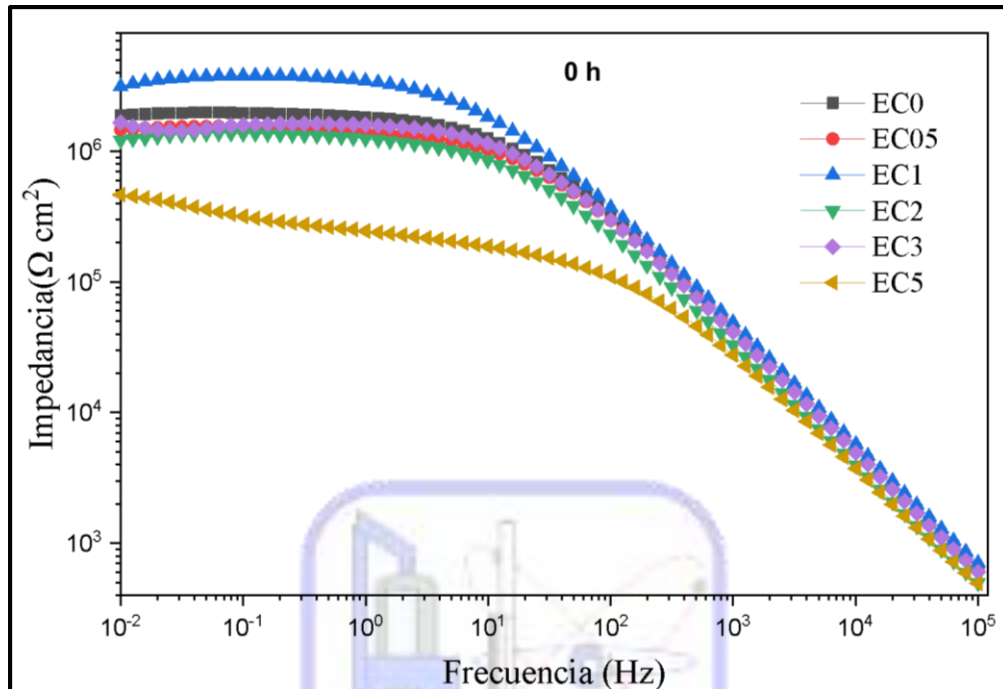


Figura 46. Diagrama de Bode de los recubrimientos EC0, EC05, EC1, EC2 y EC3 en un tiempo inicial de inmersión de 0 h en una solución de NaCl al 3.5% en peso.

### 3.6.2. Tiempo de inmersión 72 horas

En la figura 47 se muestra la continuación de la prueba de EIS al tiempo de 72 h de inmersión en una solución de NaCl al 3.5% en peso, en el diagrama de Bode se puede observar que el recubrimiento EC1 se mantiene con valor de impedancia mayor con respecto a los demás recubrimientos y este valor es de  $3.31 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}^2$ , las impedancias de las demás muestras aumentaron o disminuyeron su valor como lo es el EC0 y EC3, los cuales a través del transcurso del tiempo de 0 h a 72 h es de  $1.83 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}^2$  y  $2.44 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}^2$  respectivamente, comparando estos valores con los de la figura 24 hace denotar que el efecto de las partículas de celulosa presentan un efecto en los recubrimientos de los sustratos, para el caso de los recubrimientos EC05 y EC2 la impedancia disminuyó y el valor para cada uno es de  $1.42 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}^2$  y  $1.10 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}^2$ , lo cual hace que la muestra EC2 sea la de menor impedancia.

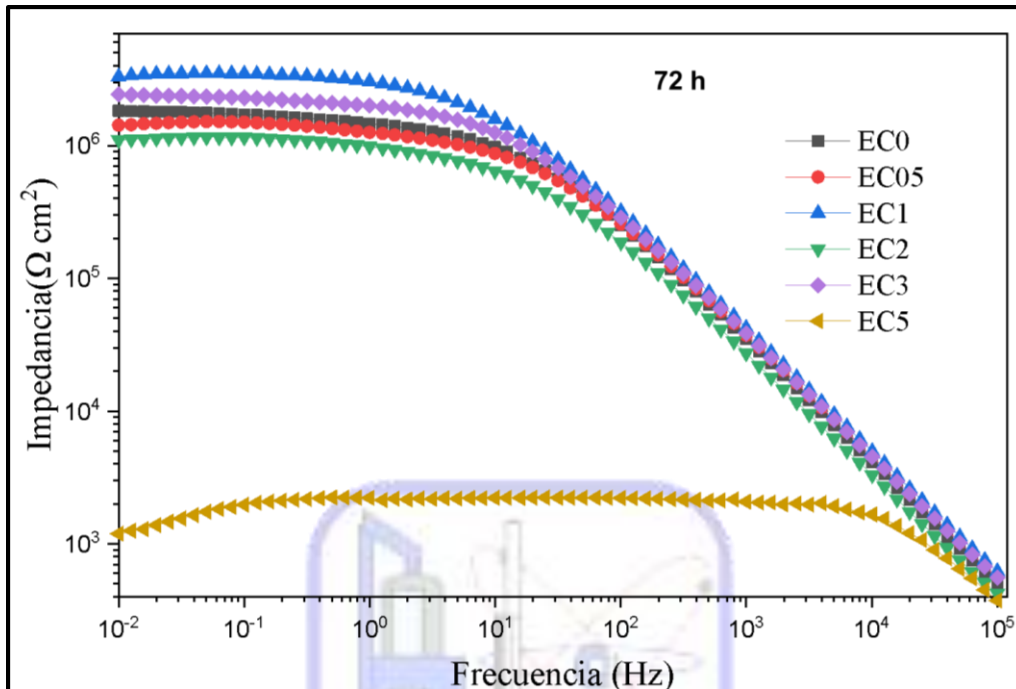


Figura 47. Diagrama de Bode de los recubrimientos EC0, EC05, EC1, EC2 y EC3 en un tiempo de inmersión de 72 h en una solución de NaCl al 3.5% en peso.

### 3.6.3. Tiempo de inmersión 144 horas

En la figura 48 se muestra el diagrama de Bode al tiempo de 144 horas de inmersión de las muestras en una solución de cloruro de sodio al 3.5% en peso, únicamente quedan cuatro recubrimientos, los cuales presentan una mayor resistencia a la corrosión son el EC05 con una impedancia de  $1.22 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}^2$ , EC1 con un valor de  $2.94 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}^2$  y el recubrimiento EC3 cuyo valor es  $3.36 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}^2$  siendo este último el recubrimiento epoxi-celulosa más alto a este tiempo, por otra parte, el recubrimiento EC2 presenta un valor de impedancia de  $8.55 \times 10^5 \Omega \cdot \text{cm}^2$  siendo para este caso el menor valor de impedancia.

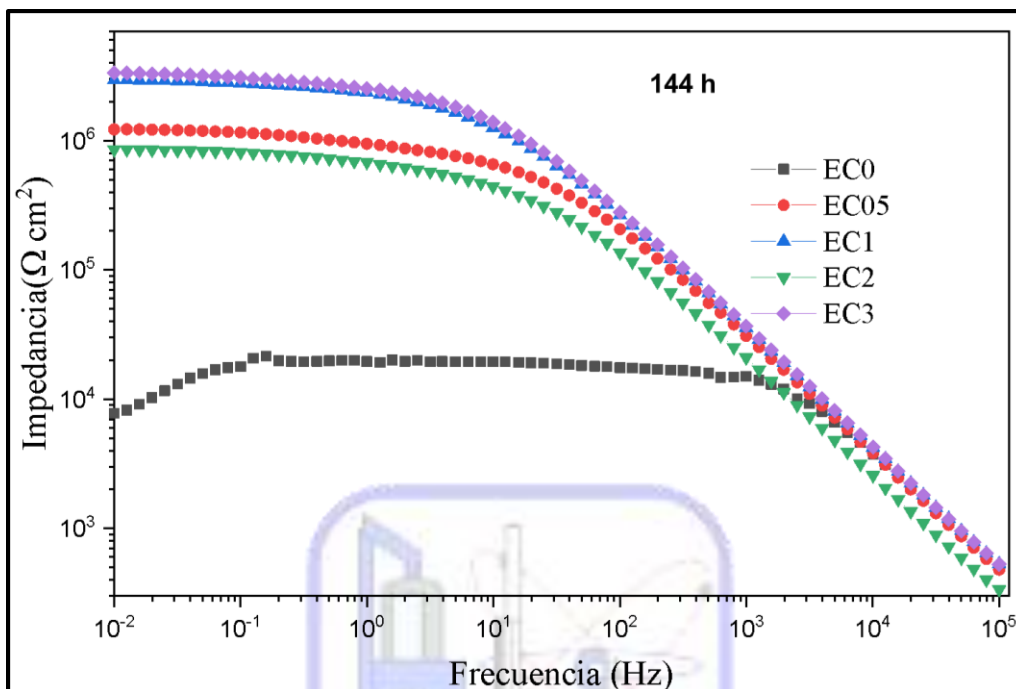


Figura 48. Diagrama de Bode de los recubrimientos EC0, EC05, EC1, EC2, EC3 Y EC5 en un tiempo de inmersión de 144 h en una solución de NaCl al 3.5 % en peso.

#### 3.6.4. Tiempo de inmersión 240 horas

El desempeño de los recubrimientos después de 240 horas de inmersión en una solución de NaCl al 3.5% en peso, se muestra en la figura 49 y como se observa los últimos tres recubrimientos presentan una buena resistencia a la corrosión, la muestra con mayor impedancia sigue siendo la EC3 con un valor de  $3.10 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}^2$ , la segunda con mayor valor es la EC1 con una impedancia de  $3.09 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}^2$  y la muestra EC05 presenta una impedancia de  $1.29 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}^2$ , comparando con los valores mencionados de la figura 25, los recubrimientos EC1 y EC05 aumentaron su valor de impedancia mientras que el EC3 indica que el efecto barrera va disminuyendo a diferencia de los otros recubrimientos.

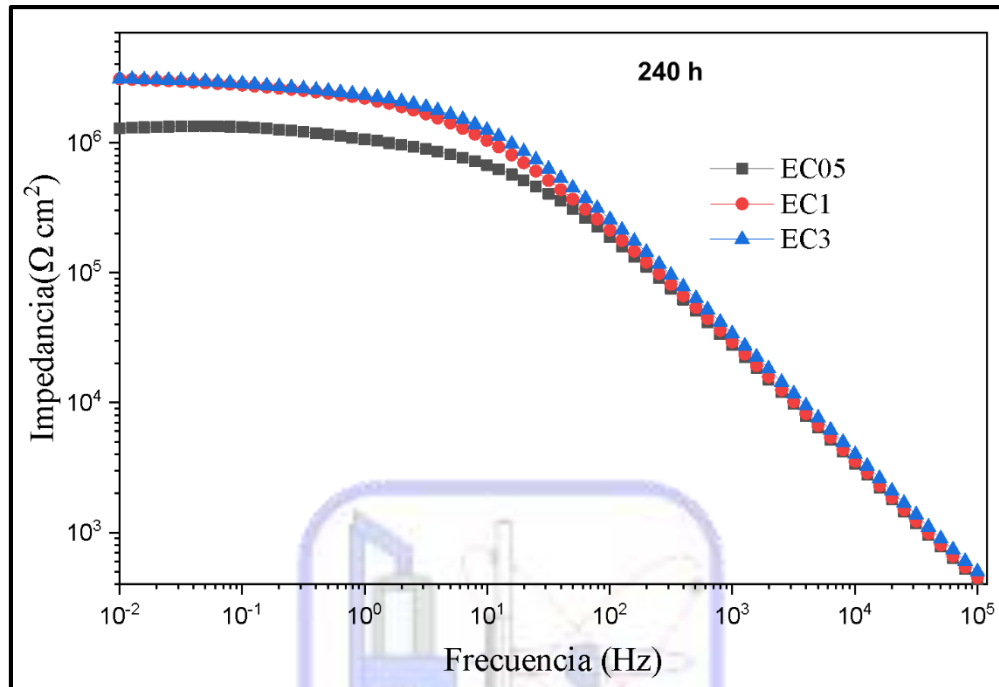


Figura 49. Diagrama de Bode de los recubrimientos EC0, EC05, EC1, EC2, EC3 Y EC5 en un tiempo de inmersión de 240 h en una solución de NaCl al 3.5% en peso.

### 3.6.5. Tiempo de inmersión 336 horas

Finalmente, la figura 50 muestra el fin de la prueba electroquímica y se observa que el recubrimiento con mayor resistencia a la corrosión bajo una exposición en una solución de NaCl al 3.5% en peso a través de 336 h transcurridas posteriormente al tiempo de cero horas fue la muestra EC1, la cual mantuvo un valor de impedancia de  $1.79 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}^2$ , mientras que los recubrimientos EC05 y EC3 solo tuvieron una duración de 240 horas hasta que presentaron corrosión. El recubrimiento EC1 presentó un mayor tiempo de resistencia a la corrosión, cabe destacar que este tuvo un valor de impedancia alto desde el comienzo de la prueba electroquímica, y también este presentó una duración mayor a las 336 horas mencionadas.

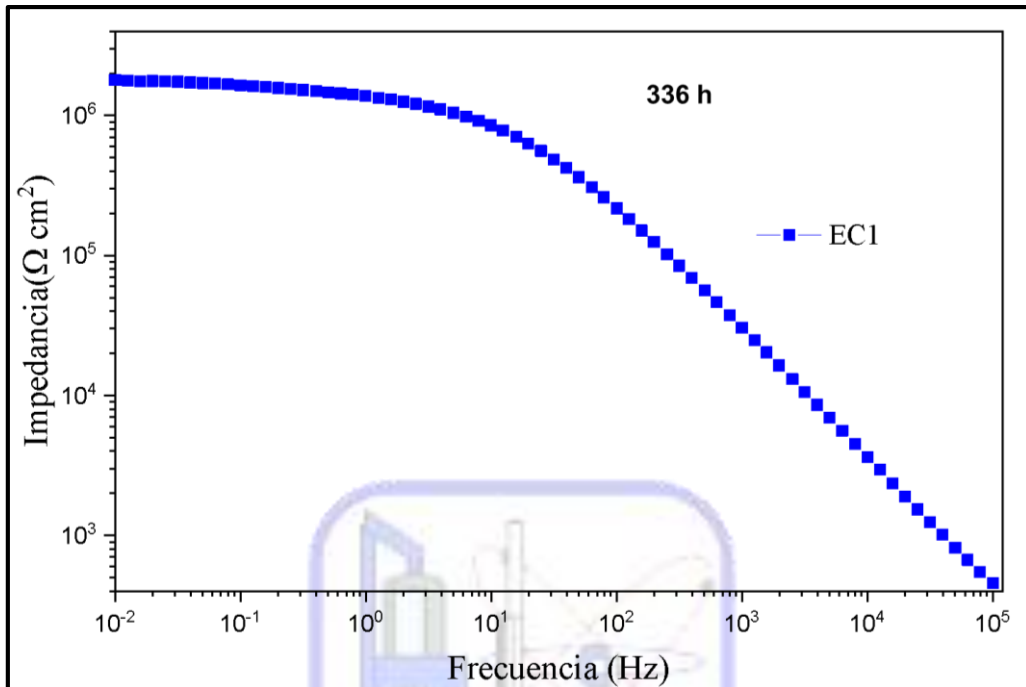


Figura 50. Diagrama de Bode de los recubrimientos EC0, EC05, EC1, EC2, EC3 Y EC5 en un tiempo de inmersión de 336 h en una solución de NaCl al 3.5% en peso.

En la tabla 11 se presentan los valores de impedancia con respecto a la frecuencia de 0.01 Hz durante la prueba de espectroscopia de impedancia electroquímica para los seis recubrimientos sometidos a esta caracterización e inmersos en una solución de cloruro de sodio, para determinar la eficiencia del recubrimiento que se encuentra en los sustratos de acero al carbón. El desempeño de la evolución de la impedancia de las seis muestras caracterizadas por EIS, se presentan en la figura 51 donde únicamente se graficó el valor de impedancia a la frecuencia descrita y va desde las 0 horas hasta las 336 horas de inmersión en una solución de NaCl al 3.5% en peso, se visualiza claramente que el recubrimiento cuyos valores de impedancia más altos fue del EC1 y posteriormente le seguía en EC3 pero por el tiempo el primer recubrimiento mencionado es el de mejor desempeño anticorrosivo, el de peor desempeño anticorrosivo como se ha observado en los diagramas de Bode es el EC5 y el otro con un mal desempeño es el recubrimiento EC0.

Tabla 11. Datos de impedancia para cada recubrimiento con respecto al tiempo a una frecuencia de 0.01 Hz.

Muestra	Impedancia a las 0 h ( $\Omega \cdot \text{cm}^2$ )	Impedancia a las 72 h ( $\Omega \cdot \text{cm}^2$ )	Impedancia a las 144 h ( $\Omega \cdot \text{cm}^2$ )	Impedancia a las 240 h ( $\Omega \cdot \text{cm}^2$ )	Impedancia a las 336 h ( $\Omega \cdot \text{cm}^2$ )
EC0	$1.88 \times 10^6$	$1.83 \times 10^6$	$7.76 \times 10^3$	Fallo recubrimiento	Fallo recubrimiento
EC05	$1.46 \times 10^6$	$1.42 \times 10^6$	$1.22 \times 10^6$	$1.29 \times 10^6$	Fallo recubrimiento
EC1	$3.14 \times 10^6$	$3.31 \times 10^6$	$2.94 \times 10^6$	$3.09 \times 10^6$	$1.79 \times 10^6$
EC2	$1.21 \times 10^6$	$1.10 \times 10^6$	$8.55 \times 10^5$	Fallo recubrimiento	Fallo recubrimiento
EC3	$1.66 \times 10^6$	$2.44 \times 10^6$	$3.36 \times 10^6$	$3.10 \times 10^6$	Fallo recubrimiento
EC5	$4.65 \times 10^5$	$1.19 \times 10^3$	Fallo recubrimiento	Fallo recubrimiento	Fallo recubrimiento

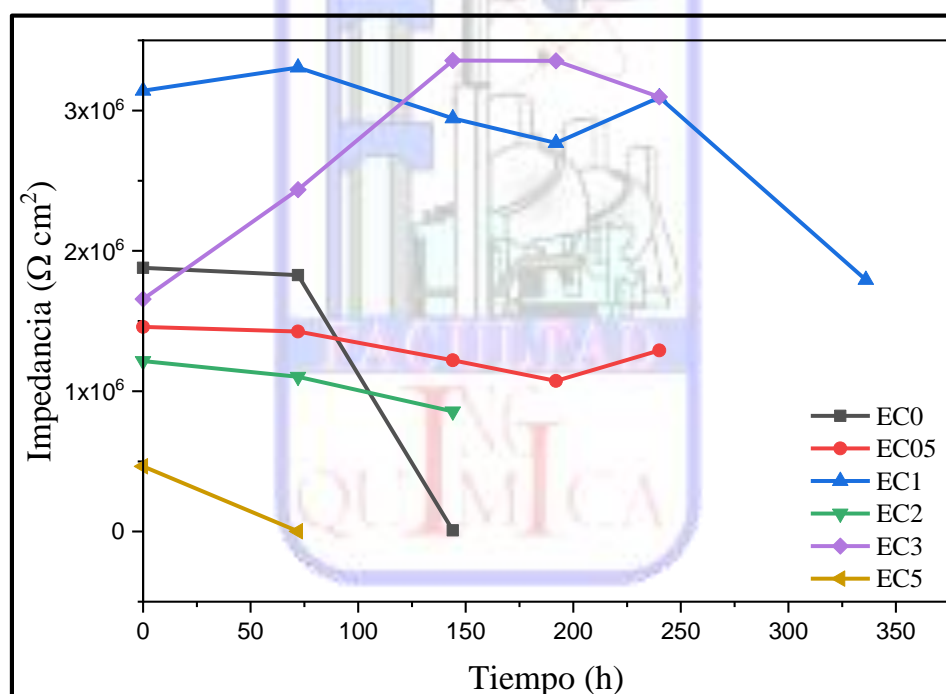


Figura 51. Evolución de la impedancia de los recubrimientos EC0, EC05, EC1, EC2, EC3 y EC5 a la frecuencia de 0.01 Hz.

### 3.6.6. Evolución de los recubrimientos epoxi-celulosa

La figura 52 muestra la evolución de la impedancia de los recubrimientos EC0, EC05 y EC1 con respecto al tiempo que fue un máximo de 336 horas, en el cual cada una de estas muestras presento una resistencia a la corrosión, se observa que el recubrimiento con menor duración es el EC0 (figura 52 A) ya que tuvo un tiempo máximo de 72 horas

con un valor final de impedancia de  $1.83 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}^2$ , en cambio los recubrimientos EC05 y EC1 (figura 52 B y 52 C respectivamente), la primera muestra tuvo una duración final de 240 horas cuyo valor es de  $1.29 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}^2$ , mientras que la muestra EC1 fue la de mayor duración de resistencia a la corrosión con un valor de impedancia de  $1.79 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}^2$  siendo este el de mejor desempeño ya que su resistencia fue aún mayor a 336 horas, este comportamiento se compara con el análisis visual de los recubrimientos.

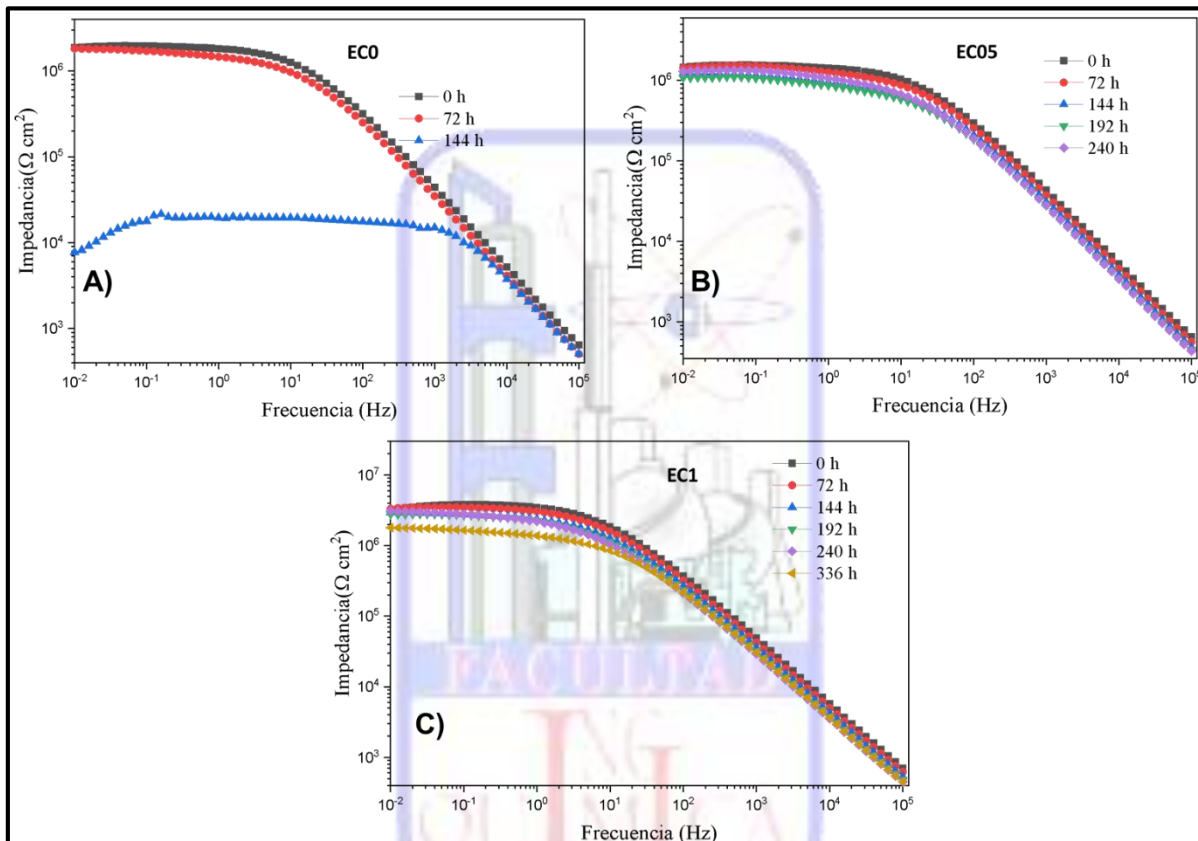


Figura 52. Diagramas de Bode de la evolución de los recubrimientos con respecto al tiempo (A: EC0, B:EC05, C:EC1).

En la figura 53 se observa la evolución de la impedancia de los recubrimientos EC2, EC3 y EC5 con respecto al tiempo, el cual fue de un total de 336 horas se observa que el recubrimiento con menor tiempo de duración es el EC5 (figura 53 F) ya que no presentó una gran resistencia a la corrosión y su valor de impedancia fue de  $4.65 \times 10^5 \Omega \cdot \text{cm}^2$ , por otra parte, los recubrimientos EC2 y EC3 (figura 53 D y 53 E), presentaron una duración

máxima de 144 y 240 horas, cada uno con un valor final de  $8.55 \times 10^5 \Omega \cdot \text{cm}^2$  y  $3.10 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}^2$ .

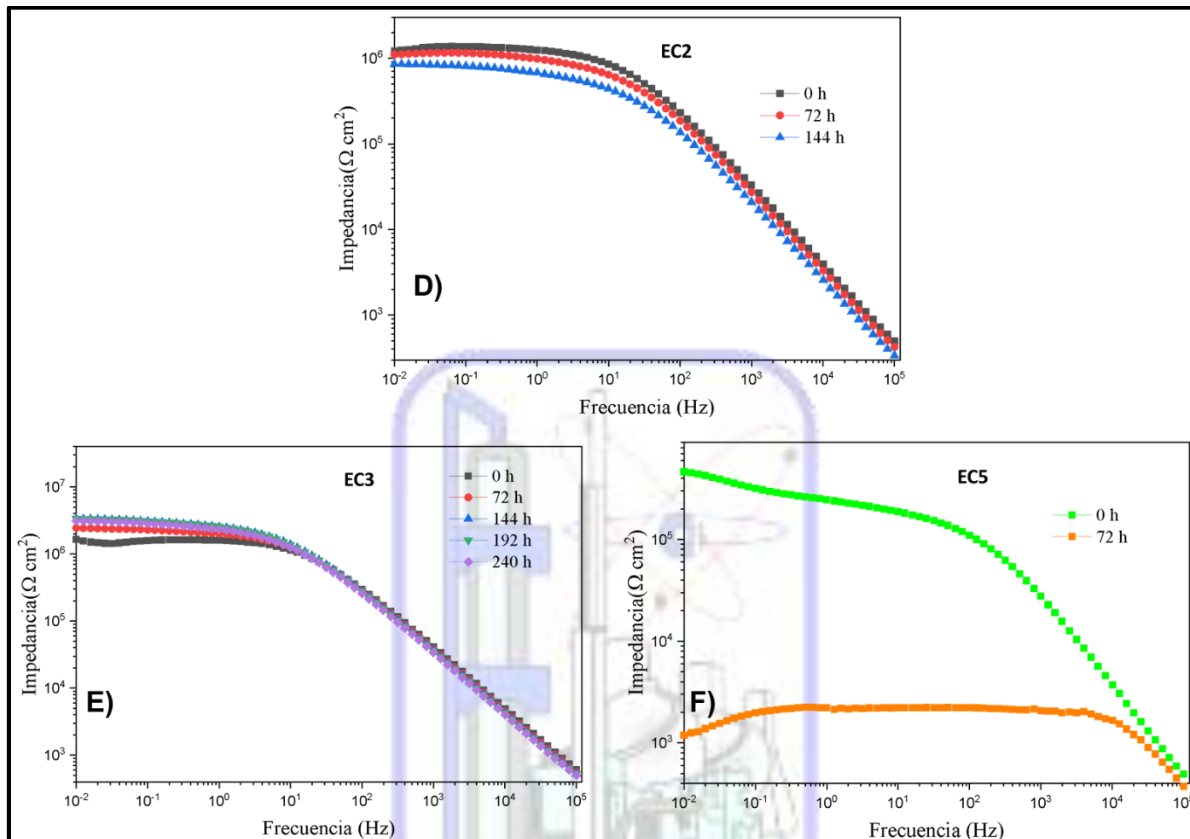


Figura 53. Diagramas de Bode de la evolución de los recubrimientos con respecto al tiempo (D: EC2, E:EC3, F:EC5).

## DISCUSIÓN

En la tabla 12 se muestra un resumen de las caracterizaciones y pruebas realizadas en los recubrimientos sintetizados. El recubrimiento EC1 presenta una superficie homogénea, se encuentra bien unido al sustrato y con un espesor de 35.58  $\mu\text{m}$ , no presentó puntos de corrosión durante las 336 h de inmersión, su valor en la prueba de EIS es de  $1.79 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}^2$  y tuvo el menor porcentaje de área removida correspondiente a 5%, con estos resultados es el mejor recubrimiento de los seis.

La muestra EC3 presentó una superficie homogénea y con defectos, se encontraba bien unida al sustrato y con un espesor de 41.53  $\mu\text{m}$ , no presentó puntos de corrosión, su tiempo de inmersión fue de 240 h y presentó un valor de EIS correspondiente a  $3.10 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}^2$ , con un porcentaje de área removida de 15%, esto hace que sea el segundo mejor recubrimiento a pesar de tener defectos en su superficie. La muestra EC05 tuvo una superficie porosa y con grietas, un espesor de 32.02  $\mu\text{m}$  y se encuentra bien unido al sustrato, presentó puntos de corrosión con un valor de grado de oxidación de 8, el tiempo de inmersión fue de 240 h con un valor de EIS de  $1.29 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}^2$  a pesar de presentar esos puntos de corrosión, el área removida que presenta es del 15%.

El recubrimiento EC2 tiene una superficie heterogénea y rugosa, se encontraba bien unido al sustrato y su espesor corresponde a 35.67  $\mu\text{m}$ , presentó el peor grado de oxidación siendo su valor de 5, el tiempo de inmersión fue de 144 h y el valor de EIS correspondió a  $8.55 \times 10^5 \Omega \cdot \text{cm}^2$ , el área removida fue de 15%, con base a esto es uno de los peores recubrimientos.

El recubrimiento EC0 mostró una superficie homogénea, porosa y con grietas, se encontraba bien unido al sustrato y su espesor fue de 32.02  $\mu\text{m}$ , el grado de oxidación que presentó fue de 7 y su tiempo de inmersión fue de un total de 72 h, el valor de EIS que presentó es de  $1.83 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}^2$ , el área removida fue menor y corresponde al 5%, siendo este recubrimiento libre de celulosa, no fue el peor. La muestra EC5 fue la peor de las seis, ya que su superficie se encontraba con grietas y poros, se encontraba bien unido y con un espesor de 51.84  $\mu\text{m}$ , el valor del grado de oxidación fue de 6, el tiempo de inmersión fue menor con un total de 0 h, así como también el valor de EIS correspondió a  $4.65 \times 10^5 \Omega \cdot \text{cm}^2$  y el porcentaje de área removida fue de 15%, los

resultados de este recubrimiento posiblemente se deben a los defectos que presenta su superficie, ya que la especie corrosiva pudo ingresar rápidamente hacia el sustrato.

Tabla 12. Resumen de resultados de las técnicas de caracterización de los recubrimientos epoxi-celulosa.

Técnicas de caracterización y pruebas						
Recubrimientos	SEM (Superficie del recubrimiento)	SEM (Sección transversal del recubrimiento)	Evaluación del grado de oxidación (Norma ASTM D610)	Tiempo de inmersión	EIS (0.01 Hertz)	Porcentaje área removida (Norma ASTM D3359)
EC0	Homogénea, porosidad, con grietas.	32.02 $\mu\text{m}$ Bien unida.	7	72 h	$1.83 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}^2$	5%
EC05	Porosa, con grietas.	26.39 $\mu\text{m}$ Bien unida.	8	240 h	$1.29 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}^2$	15%
EC1	Homogénea	35.58 $\mu\text{m}$ Bien unida.	10	336 h	$1.79 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}^2$	5%
EC2	Heterogénea, rugosa.	35.67 $\mu\text{m}$ , Bien unida.	5	144 h	$8.55 \times 10^5 \Omega \cdot \text{cm}^2$	15%
EC3	Heterogénea, porosa, con grietas, rugosa.	41.53 $\mu\text{m}$ Bien unida.	9	240 h	$3.10 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}^2$	15%
EC5	Con grietas y poros.	51.84 $\mu\text{m}$ Bien unida.	6	0 h	$4.65 \times 10^5 \Omega \cdot \text{cm}^2$	15%



## CONCLUSIONES

La adición de microfibras de celulosa al recubrimiento de resina epóxica base agua mejoró la protección hacia los metales, se obtuvieron recubrimientos compuestos de resina epóxica-celulosa sobre los cupones de acero al carbón homogéneos, de aspecto uniforme y libres de imperfecciones.

Mediante el análisis de microscopía electrónica de barrido se concluye que los recubrimientos EC0, EC05 y EC1 presentaron una superficie homogénea, las micrografías de SEM del corte transversal de las muestras, se observó un ligero desprendimiento entre el sustrato y el recubrimiento en la muestra EC1, esto se pudo deber a la preparación de las muestras o bien una menor presión al aplicar este recubrimiento.

En la prueba de adhesión se observó que la muestra con el mayor grado de adherencia es el EC1 y el de menor adherencia fue el EC5, por lo que se deduce que la concentración de celulosa afecta directamente las propiedades de adhesión. Los mejores rangos de adhesión de 4 y 3 correspondiente al recubrimiento EC1 y EC0 respectivamente, se comprobó con la norma ASTM D3359-17 y en esta destacó el recubrimiento EC1.

En los espectros de espectroscopia de infrarrojo se observó que las bandas correspondientes al grupo oxirano desaparece completamente en cada uno de los recubrimientos sintetizados, se deduce que dicho grupo reaccionó adecuadamente con los hidrógenos reactivos, por lo tanto, el curado de la resina epóxica base agua se llevó adecuadamente.

En la espectroscopia de impedancia electroquímica se observa que el recubrimiento EC1 mantuvo el valor más alto con respecto a la resistencia a la corrosión durante el tiempo de inmersión el cual fue mayor a 336 horas y un valor de impedancia mayor a  $1 \times 10^6 \Omega \cdot \text{cm}^2$ , mientras que el de menor valor fue el recubrimiento EC5, se llega a la conclusión que una concentración del 5% en peso de microfibras de celulosa o una concentración mayor disminuye la resistencia a la corrosión de la resina epóxica base agua como recubrimiento, por otra parte, los recubrimientos EC05 y EC3 también mostraron un buen desempeño anticorrosivo puesto que tuvieron una resistencia en un tiempo de 240 horas. Con esto se determina que con un porcentaje de 0.5, 1 y 3% en peso de microfibras de

celulosa, se logra una buena dispersión en la matriz y alcanza las propiedades anticorrosivas esperadas.

En la prueba de evaluación del grado de oxidación (Norma ASTM D610-01) los recubrimientos EC05 y EC3 tuvieron un grado de 9 cercano a del EC1, ninguna de las muestras presento puntos de corrosión. En la prueba de evaluación del grado ampollamiento (ASTM D714-02) las muestras EC05, EC1 y EC3 no presentaron ampollamiento durante el tiempo de inmersión que alcanzaron.



# ANEXO

## A. Hoja técnica de resina epóxica base agua comercial



**KUKDO**  
December 9,  
2004

### **KEM-101-50** Waterborne Epoxy Resin

#### **General Description**

EPOKUKDO KEM-101-50 is an aqueous Epoxy Resin emulsion based on conventional solid Epoxy Resin. KEM-101-50 cured in combination with water dispersible hardener, DOCURE KH-700, exhibits especially good adhesion to most substrates and has good physical properties as well as water and corrosion resistance. KEM-101-50/DOCURE KH-700 waterborne system has been used in primer and top coating areas.

#### **Resin Properties**

Item	KEM-101-50	Test Method
EEW (g/eq)	450-550 <sup>*1</sup>	KD-AS-001
Viscosity(cps at 25 °C)	1,000-10,000	KD-AS-005
Non-volatile Content (wt.%)	45-49	KD-AS-018

\*1 basis of solid content.

#### **Film Properties**

Item	Result
Pot life	Around 5-6hours
Tack free time	2hours
Cross cut	100/100
Erichsen	>8
Bending test	Pass(t=3mm,180°)
Adhesion test	>9

Mixing ratio: KEM-101-50/KH-700/Water=100/19/50

#### **Chemical Resistance Properties**

Item	Result
10% NaOH aqueous	G
10% HCl aqueous	G
Xylene	P
Boiling Water	G

Salt spray	G
Resin : KEM-101-50	
Mixing ratio : KEM-101-50/KH-700=100/19	
Curing condition : 7days at room temperature	
Test condition : 20°Cx 2weeks	
EX : Excellent	
G : Good, Slightly gloss, Clouding	
F : Fair, Low gloss, Wrinkle, Blister	
P : Poor, Large blisters, Peeling	

#### **Application**

1. Waterborne coatings.
2. Primer coating for wet concrete.
3. Concrete Mortars.
4. Old and new concrete adhesives.

#### **Storage**

Keep away from heat sources and direct sunlight  
Closed container

#### **Packaging**

PE Drum of 200kg net weight  
Can of 18kg net weight

## B. Hoja técnica de agente de curado base agua



ISO-9001  
ISO-14001



**KUKDO**  
December 2, 2004

### **KH-700** Waterborne Curing Agent

#### General Description

DOCURE KH-700 is a waterborne curing agent designed for Hardener of liquid Epoxy Resin. KH-700 is used as a water dispersible curing agent in combination with conventional liquid Epoxy and waterborne Epoxy Resins to form waterborne epoxy paints.

#### Resin Properties

Item	KH-700	Test Method
TAV <sup>*1</sup> (mgKOH/g)	190-250	KD-AS-201
Viscosity(cps at 25 °C)	3,000-10,000	KD-AS-005
Use Level <sup>*2</sup> (phr)	80-100	-

\*1 Total Amine Value (0.1N-HCl Method)

\*2 Per hundred resin (YD-128=186g/eq)

#### Curing Properties

Item	Result
Pot life	Around 3hours

Resin : YD-128

Mixing ratio : YD-128/KH-700/Water=100/100/100

#### Film Properties

Item	Result
Tack free time	3hours
Pencil hardness	2H
Cross cut	100/100
Erichsen test	8mm pass
Bending test(t=3mm, 180°)	pass
Adhesion test	10/10

Mixing ratio : YD-128/KH-700/Water=100/100/100

Film thickness : 300µm

#### Water resistance Properties

Item	Result
KEM-128-70	EX
KEM-134-60	F
KEM-101-50	EX

Resin : Waterborne type epoxy resins

Mixing ratio : KEM-128-70/KH-700=100/60

KEM-134-60/KH-700=100/40

KEM-101-50/KH-700=100/19

Curing condition : 1 day at room temperature

Test condition : 20°C×1 days + underwater x 7 days

(ASTMD714)

EX : Excellent,

G : Good, Slightly gloss, Clouding

F : Fair, Low gloss, Wrinkle, Blister

P : Poor, Large blisters, Peeling

#### Application

Waterborne coatings

Adhesive for old and new concrete

Tar epoxy emulsion paint

#### Storage

Keep away from excessive heat and humidity

Closed container

Shelf life at 8-25°C : at least 1 year

#### Packaging

Drum of 180kg net weight

Can of 15kg net weight

For literature and technical assistance, visit our website at [www.kukdo.com](http://www.kukdo.com)

## C. Hoja técnica de la celulosa

**SIGMA-ALDRICH**<sup>®</sup>

[sigma-aldrich.com](http://sigma-aldrich.com)

3050 Spruce Street, Saint Louis, MO 63103, USA

Website: [www.sigmaaldrich.com](http://www.sigmaaldrich.com)

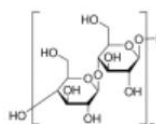
Email USA: [techserv@sial.com](mailto:techserv@sial.com)

Outside USA: [eurtechserv@sial.com](mailto:eurtechserv@sial.com)

### Product Specification

Product Name:  
Sigmacell Cellulose – Type 101, Highly purified, fibers

Product Number: **S6790**  
CAS Number: 9004-34-6  
MDL: MFCD00081512



#### TEST

#### Specification

Appearance (Color)  
Appearance (Form)  
Suitability  
Suitable for use as a Thin Layer Chromatography reagent

White to Off-White  
Powder  
Suitable

Specification: PRD.1.ZQ5.10000007249

Sigma-Aldrich warrants, that at the time of the quality release or subsequent retest date this product conformed to the information contained in this publication. The current Specification sheet may be available at [Sigma-Aldrich.com](http://Sigma-Aldrich.com). For further inquiries, please contact Technical Service. Purchaser must determine the suitability of the product for its particular use. See reverse side of invoice or packing slip for additional terms and conditions of sale.

## REFERENCIAS

- [1] Adil, S., Kumar, B., Panicker, P., Pham, D., & Kim, J. (junio de 2023). High-performance green composites made by cellulose long filament-reinforced vanillin epoxy resin. *Polymer Testing*, 123, 1-8. doi:<https://doi.org/10.1016/j.polymertesting.2023.108042>
- [2] Area, M. (Ed.). (2008). *Panorama de la industria de celulosa y papel en Iberoamérica* (1ra. ed.). Argentina: Red Iberoamericana de Docencia e Investigación en Celulosa y Papel-Riadicyp.
- [3] Askeland, D., & Wright, W. (2017). *Ciencia e ingeniería de materiales*. México: Cengage Learning Editores, S.A. de C.V.
- [4] Brinker, C., & Scherer, G. (1990). *Sol-Gel Science. The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing*. San Diego, CA.: Academic Press, Inc.
- [5] Carreño Pineda, L. D., Caicedo Mesa, L. A., & Martínez Riascos, C. A. (30 de noviembre de 2012). Técnicas de fermentación y aplicaciones de la celulosa bacteriana: una revisión. *Ingeniería y Ciencia*, 8(16), 307–335.
- [6] Clavijo, J. (junio de 2013). Caracterización de materiales a través de medidas de microscopía electrónica de barrido (SEM). *Revista Elementos*(3), 133-146.
- [7] Coderch Carbonell, D. (diciembre de 1999). Riesgos en el empleo de Resinas Epoxi. *seguridad laboral*, 40-48.
- [8] Ferrer Giménez, C., Amigó Borrás, V., Salvador Moya, M., Cárcel Gonzáles, A., & Segovia López, E. (2000). *Fundamentos de ciencia de los materiales Tomo II 2º curso*. (U. P. Valencia, Ed.) Valencia, España: U.P.V.
- [9] Gómez de León Hijes, F. C., & Alcaraz Lorente, D. J. (2004). *Manual básico de corrosión para ingenieros*. Murcia, España: Universidad de Murcia.
- [10] Heredia Avalos, S. (noviembre de 2011). Experiencias sobre corrosión en metales de uso cotidiano. *Eureka sobre Enseñanza y Divulgación de las Ciencias*, 8(Núm.

- [11] Herrera-Kao, W., & Aguilar-Vega, M. (2008). EFECTO DE LOS ADITIVOS DE PROCESO SOBRE LAS PROPIEDADES DE NANOCOMPUESTOS DE POLICARBONATO CON NANOPARTICULAS INORGÁNICAS. *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, 7(2), 163-170.
- [12] Hsu, Y.-I., Huang, L., Asoh, T.-A., & Uyama, H. (agosto de 2020). Anhydride-cured epoxy resin reinforcing with citric acid-modified cellulose. *Polymer Degradation and Stability*, 178, 1-7. doi:<https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2020.109213>
- [13] Hung, W.-I., Chang, K.-C., Chang, Y.-H., & Yeh, J.-M. (19 de abril de 2011). Advanced Anticorrosive Coatings Prepared from Polymer-Clay Nanocomposite Materials. (B. Reddy, Ed.) *Advances in Nanocomposites - Synthesis, Characterization and Industrial Applications*, 561-582. doi:<http://dx.doi.org/10.5772/15355>
- [14] Klemm, D., Heublein, B., Fink, H.-P., & Bohn, A. (06 de septiembre de 2005). Cellulose: fascinating biopolymer and sustainable raw material. *Angewandte Chemie*, 44, 3358-3393.
- [15] Lee, K., Kwon, G., Jeon, Y., Jeon, S., Hong, C., Choung, J., & You, J. (01 de septiembre de 2022). Toward millimeter thick cellulose nanofiber/epoxy laminates with good transparency and high flexural strength. *Carbohydrate Polymers*, 291, 1-8. doi:<https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2022.119514>
- [16] Lota Mendoza, C. A., Murillo Romero, G. A., LLamosa Pérez, D., & Rincón Ortiz, R. J. (2020). Nanocompuestos de plata: materiales compuestos polivalentes. *Revista SayWa*, 2(3), 32-42.
- [17] Loveday, D., Peterson, P., & Rodgers, B. (2004). Evaluation of Organic Coatings with Electrochemical Impedance Spectroscopy Part 1: Fundamentals of Electrochemical Impedance Spectroscopy. *JCT Coatings Tech.*, 46-52.
- [18] Mata-Miranda, M. M., Guerrero-Robles, C. I., Rojas-López, M., Delgado-Macuil, R. J., González-Díaz, C. A., Sánchez-Monroy, V., . . . Vázquez-Zapién, G. J. (2017).

Componentes Principales mediante Espectroscopia FTIR como Técnica de Caracterización Innovadora durante la Diferenciación de Células Madre Pluripotentes a Células Pancreáticas. *Revista mexicana de ingeniería biomédica*, 38(1), 225-234. doi:<https://doi.org/10.17488/rmib.38.1.17>

- [19] Newell, J. (2011). *Ciencia de Materiales. Aplicaciones en Ingeniería* (Primera ed.). México D. F.: Alfaomega Grupo Editor S.A. de C.V.
- [20] PIRATOBA MORALES, U., VERA LÓPEZ, E., & ORTIZ OTÁLORA, C. (2010). ASPECTOS BÁSICOS EN LA INTERPRETACIÓN DE DIAGRAMAS DE IMPEDANCIA ELECTROQUÍMICA. *DYNA*, 77(162), 13-19.
- [21] R. Winston Revie, H. H. (2008). *Corrosion and corrosion control : an introduction to corrosion science and engineering* (4ta edición ed.). New Jersey: John Wiley & Sons, Inc.
- [22] Ramírez, N., Regueiro, A., Arias, O., & Contreras, R. (2009). Espectroscopía de impedancia electroquímica, herramienta eficaz para el diagnóstico rápido microbiológico. *Biotecnología Aplicada*, 26(1), 65-71.
- [23] Salazar-Jiménez, J. (septiembre de 2015). Introducción al fenómeno de corrosión: tipos, factores que influyen y control para la protección de materiales (Nota técnica). *Tecnología en Marcha*, 28(3), 127-136. doi:10.18845/tm.v28i3.2417
- [24] Sánchez Vergara, M., & Campos Silva, I. (2010). *Tecnología de materiales* (Primera ed.). México: Trillas.
- [25] Sankhla, S., Mohanta, S., Namboothiri, K., Kuppusamy, R., & Neogi, S. (25 de diciembre de 2021). Altered rheokinetic and mechanical behavior of anhydride cured epoxy resin due to addition of cellulose nano-crystals. *Carbohydrate Polymer Technologies and Applications*, 2, 1-8. doi:<https://doi.org/10.1016/j.carpta.2021.100124>
- [26] Skoog, D., Holler, F., & Crouch, S. (2008). *Principios de análisis instrumental* (Sexta ed.). México, D.F.: Cengage Learning Editores, S.A. de C.V.

- [27] Skoog, D., West, D., Holler, F., & Crouch, S. (2015). *Fundamentos de química analítica* (Novena ed.). México, D.F.: Cengage Learning Editores, S.A. de C.V.
- [28] Smith, W., & PhD., J. (2006). *Fundamentos de la ciencia e ingeniería de materiales* (Cuarta ed.). McGRAW-HILL INTERAMERICANA EDITORES, S. A. DE C.V.
- [29] Trout, J. (1997). *Epoxy Injection in Construction*. (K. Moosmann, Ed.) Estados Unidos de América: The Aberdeen Group.
- [30] Wang, J., Yi, D., Pengd, X., Yang, H., Wang, T., Gao, J., . . . Sue, G. (20 de noviembre de 2022). The hydrophobically modified cellulose-based aerogel loaded with BTA enhances the anticorrosion and active self-healing properties of epoxy coating. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 653. doi:<https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2022.129835>
- [31] Wu, H., Han, X., Zhao, W., Zhang, Q., Zhao, A., & Xia, J. (01 de julio de 2022). Mechanical and electrochemical properties of UV-curable nanocellulose/urushiol epoxy acrylate anti-corrosive composite coatings. *Industrial Crops & Products*, 181, 1-11. doi:10.1016/j.indcrop.2022.114805
- [32] Yolanda Castro Martín. (2003). *Recubrimientos protectores obtenidos por deposición electroforética (EPD) a partir de suspensiones sol-gel*. Madrid: Universidad Autónoma de Madrid.