

BENEMÉRITA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE PUEBLA



FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA
COLEGIO DE INGENIERÍA QUÍMICA



Tema de tesis:

Efecto de la adición de montmorillonita en un recubrimiento de resina epóxica base agua

Tesis para obtener el grado de:
Licenciatura en Ingeniería Química

Presenta:
Montserrat Cid Zempoaltecatl.

Director de Tesis:
Dr. Jenaro Leocadio Varela Caselis

Co-Directora de Tesis:
Dra. Juana Deisy Santamaría Juárez

Marzo 2024

Agradecimientos.

Agradezco a mis asesores de tesis el Dr. Jenaro Leocadio Varela Caselis y la Dra.

Juana Deisy Santamaría Juárez, ya que fueron mis mentores durante la elaboración de este trabajo y me enseñaron aplicar todos los conocimientos que adquirí a lo largo de la carrera, complementaron mi aprendizaje, siempre me tuvieron mucha paciencia, me apoyaron en todo momento y nunca se limitaron para brindarme información de cualquier tipo haciendo que mi estancia durante el desarrollo de este trabajo fuera agradable.

También agradezco a DITCo por proporcionar espacio para trabajar y equipos necesarios que son indispensables para desarrollar algún proyecto. Y a la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla que no sólo es de las universidades con más prestigio, sino que también es un segundo hogar para mí, al que sé que siempre puedo regresar y encontrar apoyo.

A todos los docentes con los que tuve el placer de tomar clases, cursos o asesorías, y mis buenos compañeros y amigos que hice a lo largo de esta carrera.

A mi tutora Emma Juárez, por siempre estar al pendiente y darnos ánimos.

Dedicatoria

Este trabajo se lo dedico a mi abuela, Ofelia, que ha estado conmigo desde siempre y en todo momento, me enseñó muchas cosas que me ayudaron a desarrollarme como persona, ella es como un pilar que me sostiene siempre que necesito apoyo de cualquier tipo, nunca me faltó nada gracias a ella.

A mis padres Rosalba y Marco Antonio que siempre me apoyan y me tienen mucha paciencia, además de que me cuidan y se preocupan por mí, nadie nace sabiéndolo todo, y nadie te enseña a ser un buen padre o madre, pero sin duda ellos siempre hicieron su mejor esfuerzo y lo siguen haciendo.

A mi hermano Juan Antonio por darme ánimos para terminar lo que empecé, y por llevarme en coche.

A mis amigas Karla y Zaira por estar siempre conmigo, en los buenos y malos momentos, siempre me dan ánimos y me han brindado su sincera amistad durante el tiempo que llevo estudiando, demostrándome que los amigos siempre pueden sacar lo mejor de uno mismo.

Índice

Introducción.....	7
Capítulo 1. Antecedentes.....	9
1.1 Justificación	9
1.2 Objetivos	11
1.3 Hipótesis	11
1.4 Marco teórico	12
a) Metales.....	12
b) Corrosión.....	13
c) <i>Recubrimiento</i>	15
d) <i>Resinas epóxicas</i>	16
e) <i>Proceso de ruptura del anillo oxirano</i>	18
f) <i>Arcillas laminares</i>	19
g) <i>Montmorillonita (MMT)</i>	20
h) <i>Estructuras de nanocompuestos</i>	21
1.5 Estado del arte	22
1.6 Esquema de un recubrimiento de resina epoxi	24
Capítulo 2. Metodología.....	25
2.1 Metodología general	25
2.2 Descripción de cada paso:	25
a) <i>Revisión bibliográfica.</i>	25

b) Selección de método de síntesis.	25
c) Síntesis del recubrimiento resina epóxica base agua-montmorillonita.	26
d) Técnicas de caracterización.....	30
– Microscopia Electrónica de Barrido [SEM]	30
– Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier [FTIR]	33
– Espectroscopia de impedancia electroquímica.....	35
– Método de prueba estándar para evaluar el grado de oxidación en superficies de acero de acuerdo con la Norma ASTM D610-01.....	38
– Método de prueba estándar para evaluar el grado de ampollamiento en superficies de acero de acuerdo con la Norma ASTM D714-02.....	39
– Métodos de prueba estándar para medir la adhesión por ensayo de cintas de acuerdo con la norma ASTM d 3359-02.....	40
e) Interpretación de resultados.....	41
f) Conclusiones	42
Capítulo 3. Resultados y discusión	43
3.1 Resultados.....	43
3.2 Microscopia Electrónica de Barrido.	45
3.3 Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier.....	49
3.4 Espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS).	51
3.5 Método de prueba estándar para evaluar el grado de oxidación en superficies de acero de acuerdo con la Norma ASTM D 610-01.	59
3.6 Métodos de prueba estándar para medir la adhesión por ensayo de cintas de acuerdo con la norma: ASTM D 3359-02.	63
Resumen de resultados.	65

Conclusiones	68
Bibliografía.....	69

Introducción

Uno de los materiales más usados en la gran mayoría de los sectores industriales son los metales, que se obtienen a partir de la transformación de los minerales, el uso de este recurso ha facilitado la creación de nuevos materiales, así como el crecimiento en diferentes sectores como en la construcción, comercio, energéticos, transporte, ingeniería, minería, comunicación y salud entre otros. (SEIMCALSA 2008)

Sin embargo, desde el comienzo de las actividades industriales, uno de los problemas que está presente y aún no se ha erradicado en su totalidad hasta el día de hoy, es la corrosión, en específico del tipo que ocurre a los materiales metálicos, ya que sus usos son muy frecuentes además de necesarios. Se pueden mencionar diferentes áreas en las que su uso es solicitado sin mencionar las condiciones a las que están expuestos, principalmente en zonas industriales que están a la intemperie, así como cualquier lugar que requiera este tipo de herramientas o estructuras. Este problema de corrosión genera gastos de reparación, mantenimiento o sustitución en caso de que el daño sea irreparable, también se pueden presentar riesgos en el área de trabajo o que estos tengan un aumento debido al deterioro, además de presentar alto riesgo en la contaminación de un proceso específico.

Tomando en cuenta que existen diferentes factores a los que los metales están expuestos y a pesar de que estos se puedan controlar, es inevitable su exposición a los cambios de temperatura, la interacción con la humedad, o la exposición a la intemperie lo que propicia que los metales se corroan con mayor facilidad.

Debido a esto se ha recurrido al uso de recubrimientos ya que gracias a su efecto de barrera ayudan a este tipo de materiales para contrarrestar la corrosión, lo que podría asegurar un mayor tiempo de vida útil para equipos y herramientas o superficies, sin embargo, no existe recubrimiento que sea totalmente impenetrable ya que estos presentan porosidad y después de un tiempo los agentes corrosivos

llegan a tener contacto con el material iniciando el proceso de corrosión por lo que es necesario seguir investigando y desarrollando nuevos recubrimientos.

En este proyecto se propone la síntesis de un recubrimiento anticorrosivo usando una resina epóxica base agua y una arcilla que en este caso es montmorillonita. La adición de estas estructuras en el recubrimiento puede incrementar el tiempo de vida útil mitigando el proceso de corrosión y por lo tanto incrementar el tiempo en el que se da el mantenimiento lo cual impacta en la reducción de tiempos muertos de producción y en los costos de mantenimiento.

En el capítulo 1 se presentan los antecedentes del proyecto de investigación. Se indican la justificación, el objetivo general, los objetivos específicos y la creación de una hipótesis. En la parte del marco teórico se encuentran todos los conceptos teóricos que se deben considerar para el desarrollo de este proyecto, posteriormente el estado del arte contiene la información de trabajos similares reportados en la literatura y que sirvieron de base para la realización de este proyecto. Y finalmente contiene un esquema que representa la propuesta de este proyecto.

En el capítulo 2 se muestran la metodología que se siguió en este proyecto, se indica toda una serie de pasos que se siguieron para la síntesis de este recubrimiento, así como la descripción para cada uno de estos pasos.

El capítulo 3 contiene los resultados tanto del recubrimiento aplicado sobre sustratos, así como la evaluación que se realizó para comprobar teorías sobre sus características físicas esperadas. De la misma manera están las conclusiones sobre este trabajo.

Capítulo 1. Antecedentes

1.1 Justificación

En el ámbito industrial se presentan diversos problemas tanto en las actividades como en la operación, sin embargo, un factor que está presente de manera significativa en la gran mayoría de estas áreas y es la corrosión.

En la industria química se trabaja con sustancias corrosivas y agresivas que al tener contacto con metales estos se desgastan a mayor velocidad. En la industria naval los principales agentes corrosivos con la humedad y la sal. En la construcción tanto maquinaria como herramientas se ven afectadas por este fenómeno lo que provoca que se debiliten los activos metálicos y a su vez provoquen fallas mecánicas y la reducción de la productividad.

El principal problema que presenta la corrosión es que es inevitable, y solo se puede minimizar sus efectos, es por esto que una gran parte del presupuesto para cualquier empresa se destina al mantenimiento correctivo por problemas de corrosión. (Vázquez 2018)

La corrosión que se presenta en los metales provoca pérdidas económicas, además de daños que afectan la producción, esto debido a que estadísticamente 1/3 de la producción anual de chatarra en el mundo es debido a la corrosión de materiales y equipos metálicos que esta misma posee. Por lo tanto, las pérdidas económicas directamente representan entre el 2% y el 4% del producto interno bruto para cada país. A su vez esta cantidad es seis veces la suma de lo que se pierde cuando ocurre algún desastre natural. (Hou X. et al 2018)

Es importante plantearse que del mismo modo en que se procura la conservación del medio ambiente y en buscar formas para evitar su degradación, también debería preocuparnos conservar todo aquello para cuya obtención ha sido necesario el consumo de energía y recursos ya que esta podría ser otra forma de ahorrarla y la sociedad habría alcanzado otro nivel importante de desarrollo. (Gómez, 2004)

Las soluciones para este problema son diversas una de ellas es el uso de materiales inoxidables o fibras de vidrio, sin embargo, tanto la síntesis de estos materiales como su adquisición son bastante caras en un aspecto monetario y a gran escala, por lo que se usan en sectores donde no exista otra alternativa como en la industria de los alimentos o la industria aeronáutica. Además, existen diferentes recubrimientos como las pinturas epóxicas, recubrimientos poliuretanos, cerámicos o acrílicos como respuesta a los problemas de corrosión que se presenten, y estos se usan bastante en la industria de la construcción y en la industria química. (La Incursión, 2022)

A pesar de que se tienen, varias alternativas para el problema de la corrosión, se tiene uno nuevo, y es que estos recubrimientos no son del todo eficientes, en realidad ningún recubrimiento es 100% impenetrable, ya que cuentan con poros o alguna deficiencia como la mala adherencia o baja resistencia en ambientes corrosivos. Y es por esto que se necesita un recubrimiento con mayor eficiencia en estos 3 aspectos principalmente, que son la porosidad, resistencia y buena adhesión, y además de poseer estas características no debe tener un alto costo para su adquisición por parte de empresas e industrias ya que, al requerir altas cantidades para el mantenimiento de equipos y espacios, su inversión para adquirir este recubrimiento debería ser menor al gasto que se tiene actualmente.

1.2 Objetivos

Objetivo general.

Sintetizar un recubrimiento anticorrosivo usando una resina epóxica base agua y arcilla montmorillonita, en diferentes proporciones, para su posterior evaluación en el efecto de sus propiedades anticorrosivas además de su caracterización usando técnicas físicas.

Objetivos específicos.

- Sintetizar un compuesto usando resina epóxica y montmorillonita a diferentes proporciones.
- Aplicar los compuestos en forma de recubrimientos sobre cupones de acero al carbón.
- Caracterizar los recubrimientos por medio de las técnicas de espectroscopia de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR), microscopia electrónica de barrido (SEM).
- Evaluar las propiedades anticorrosivas de los recubrimientos usando la técnica de espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS).
- Evaluar el grado de adhesión, oxidación y ampollamiento de los recubrimientos utilizando las normas ASTM D-3359-02, D-714.02 Y D-610-01 respectivamente.

1.3 Hipótesis

• Mediante la adición de una arcilla (montmorillonita) a un recubrimiento de resina epóxica, se puede incrementar el efecto de barrera del recubrimiento lo que a su vez disminuirá el efecto de corrosión.

1.4 Marco teórico

a) Metales

Los metales constituyen la base de nuestra civilización ya que desde la antigüedad se han construido viviendas usándolos, se han fabricado herramientas y sistemas de transporte además de otros usos. Estos se clasifican según la tabla periódica y una definición para este concepto según la real academia de la lengua española “se denominan metales a cada uno de los elementos químicos buenos conductores de calor y de la electricidad, con un brillo característico y normalmente sólidos a temperatura ordinaria.”, esta definición puede incluir tanto a sustancias puras como aleaciones. Estos materiales son de mucha importancia en la humanidad sus características físicas como dureza, tenacidad, brillo, ductilidad, maleabilidad y una elevada capacidad para conducir calor y electricidad, determinan una larga vida útil además de resistencia y una accesible manipulación. A su vez se les dan diferentes usos y sus mayores aplicaciones se encuentran en el ámbito industrial además de que poseen cierta importancia económica y técnica en diferentes sectores.

Entre todos estos metales destaca el hierro que se considera como un cimiento principal en la civilización ya que supone una producción global del 91%. El acero común o acero al carbono es el material más económico y que más se usa, este es una aleación entre hierro y carbono (>2.1% en peso) y posee excelentes propiedades mecánicas; sus campos de aplicación son muy amplios, entre ellos destaca la edificación, construcción y transporte.

El cromo y níquel son metales usados para hacer aleaciones de tipo inoxidable. Así como el manganeso, molibdeno, tungsteno, vanadio y cobalto, que además de aportar esta característica de inoxidable, acentúa las características de dureza y resistencia a altas temperaturas, además de los usos para baterías o pigmentos para pinturas o esmaltes, o fabricación de imanes en caso del cobalto.

Por otra parte están los metales que no se usan de manera habitual, y son metales básicos usados por la industria como el cobre con significativa importancia

económica, el cinc para galvanizados o baterías, el plomo como pigmento, el estaño como recubrimiento y para soldaduras, el titanio que está presente en industrias químicas y automotriz, el antimonio como semiconductor, y el mercurio que se reduce su uso debido a su toxicidad, también están el aluminio y el magnesio que se caracterizan por su baja densidad.

Y finalmente, un grupo importante son los metales preciosos, oro y plata, son metales nobles, de alto brillo y muy estables. También se puede considerar el platino, paladio, rodio, iridio, rutenio y osmio, ya que son elementos muy densos y estables con aplicaciones en la electrónica, joyería, telecomunicaciones y medicina. (SIEMCALSA, 2008)

b) Corrosión

El término que se usa para definir un proceso de deterioro en materiales metálicos es “corrosión”, esto incluye metales puros como aleaciones, y ocurre a través de reacciones químicas y electroquímicas. En caso del deterioro para algún otro material como polímeros o materiales cerámicos, se usa el término de “degradación”.

En general se produce de manera pareja y uniforme, atacando prácticamente toda la superficie por igual. El metal se oxida de forma bastante homogénea y regular a lo largo de la mayor parte de la superficie, en la interfase entre el metal y el medio que lo rodea. El material pierde una delgada capa superficial, cuyo espesor estará determinado por la velocidad con que se produce el ataque y también por el tiempo durante el que haya sido expuesto al medio agresivo. (Vázquez 2018)

En la mayoría de los procesos de corrosión están involucradas las reacciones de oxidación-reducción que son reacciones electroquímicas, y para que estas se lleven a cabo se necesitan de 4 elementos indispensables, (1) un ánodo, (2) un cátodo, (3) un conductor, que permita el flujo de electrones, (4) un electrolito, en contacto con los electrodos. Este arreglo está representado en la figura 1, lo que forma una

celda electroquímica donde ocurren reacciones de oxidación en el ánodo y de reducción en el cátodo.

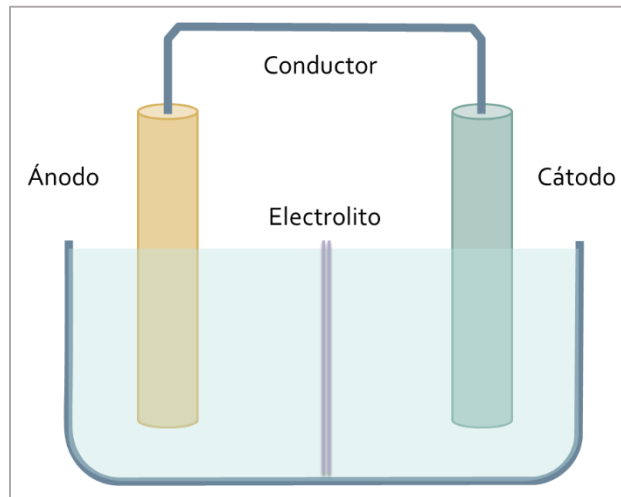


Figura 1. Ejemplo de una celda electroquímica.

Estas reacciones oxidación y reducción ocurren de manera simultánea, es decir que el ánodo al encontrarse en un medio que favorece el intercambio de aniones y cationes se encarga de ceder electrones lo que aumenta su número de oxidación y esto a su vez hace que su estado metálico se cambie y disuelva cationes en el electrolito, estos electrones viajan a través del material conductor hasta llegar al cátodo y los aniones retienen los electrones de manera que se reduce. Aquí entra el concepto de “potencial eléctrico” ya que este se encarga de definir la susceptibilidad o resistencia que posee un material a la corrosión y mientras este valor este dentro de un rango positivo y mientras más alto sea quiere decir que el material es más resistente a la corrosión, y viceversa, si se obtiene valores negativos, entonces quiere decir que dicho material es más reactivo para la corrosión. (Salazar 2015)

c) Recubrimiento

Los recubrimientos tienen distintas funciones y propósitos, principalmente pueden cubrir dos aplicaciones: la funcional y la decorativa, en ambos casos, el recubrimiento brinda una protección al material al que se aplica.

Sin embargo, cuando se busca un propósito funcional, se requiere elegir un recubrimiento que proporcione el máximo resguardo a las superficies de las construcciones expuestas a los elementos, protegiéndolas de la corrosión y de otros efectos provocados por el uso y la exposición a los elementos naturales, especialmente a la intemperie.

Podríamos clasificarlos en: orgánicos, inorgánicos y avanzados.

Los recubrimientos orgánicos son finas películas constituidas por materiales poliméricos que se entrecruzan para obtener una adecuada adhesión y se mezclan con una gran variedad de diluyentes como pigmentos, solventes, agua o ciertos aditivos. Algunos ejemplos de estos son los poliésteres, poliuretanos, acrílicos o aceites.

Los recubrimientos inorgánicos pueden ser a su vez metálicos que se logran mediante una electrodeposición, o cerámicos que se obtiene ya sea por deposición química o física. Estos pueden ser esmaltes, porcelanas o cromados por mencionar algunos ejemplos.

Los recubrimientos avanzados pueden clasificarse como híbridos, compuestos y nanocompuestos, que son la combinación de un recubrimiento orgánico y uno inorgánico o la modificación de alguno de ellos, mejorando así sus propiedades. (Eckert & Ward, 2001).

d) Resinas epóxicas

Las resinas epóxicas son utilizadas ampliamente como matrices para materiales compuestos o composites y en diferentes tipos de aplicaciones debido a su bajo costo en un ámbito industrial, así como las propiedades que estas presentan una vez curadas como son las dieléctricas, químicas, térmicas y mecánicas las cuales son requeridas para diferentes aplicaciones.

El tipo de resinas epoxi que tienen mayor uso son las que se obtienen mediante la condensación epiclorhidrina de bisfenol A, bifenilol propano. Las resinas epóxicas pueden curar por medio de radiación UV y también por medio de reactivos como poliaminas, poliamidas, polisulfuros, urea y fenol-formaldehído así como ácidos o anhídridos de ácido, esto por medio de reacciones de adición o condensación. La reacción con las aminas implica un ataque de nucleófilos lo cual hace posible la apertura del anillo oxirano, esto debido a que el anillo oxirano tiende a reaccionar fácilmente con hidrógenos activos los cuales están presentes en los grupos amino. El mecanismo de la apertura que es de tipo SN2 y ocurre cuando el oxígeno del epoxi atrae los electrones de los átomos de carbono vecinos, y a su vez los grupos amino le ceden electrones al átomo de carbono que está en el extremo de la molécula lo cual supone el ataque del nucleófilo (NH), por el lado opuesto al oxígeno el cual se comporta como grupo saliente para dar un enlace β -hidroxiamino, (Carey y Sundberg, 2000)

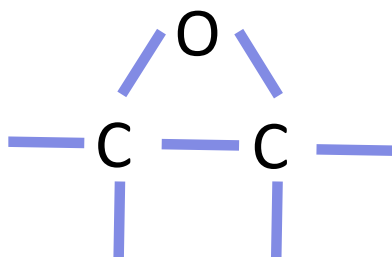


Figura 2. Anillo oxirano.

Los compuestos epoxi se definen como un grupo de éteres cíclicos o también llamados óxidos de alqueno que poseen un átomo de oxígeno unido a dos átomos de carbono, a este modelo se le llama estructura oxirano.

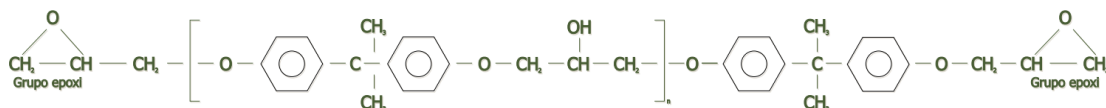


Figura 3. Ejemplo de estructura química de una resina epoxica

Las resinas no presentan alguna propiedad técnica útil por si mismas hasta el momento en que son “endurecidas”, es decir se someten a una reacción química de doble enlace. Su estructura química se transforma en una red tridimensional que se constituye por enlaces covalentes en cualquier dirección. Tomando en cuenta que las resinas tienen una estructura lineal, cuando se agrega o añade un agente de entrecruzamiento adecuado esta se transforma en un polímero insoluble e infusible, y es a este proceso al que se le conoce como “curado”, que es el entrecruzamiento o endurecimiento de una resina.

El mecanismo de curado implica la interacción de un anillo oxirano con hidrógenos activos. Un agente de curado o endurecedor puede ser aminas, aductos de aminas, poliamidas o anhídridos.

Los agentes de curado más comunes pueden ser:

✓Aminas. En este caso pueden usarse aminas de tipo alifáticas primarias, secundarias o terciarias, o poliaminas aromáticas o aminas ciclo alifáticas, generalmente las aminas que son líquidas reaccionan a temperatura ambiente y todas ellas llegan a ser irritantes para la piel. Las poliaminas alifáticas son las más usadas, entre ellas están la etilenodiamida, dietilenotriamina y trietilenotetramina.

✓Aductos de aminas. Estos son mezclas de resinas que ya han reaccionado parcialmente y tienen un exceso de amina, tienen la ventaja de diluir el potencial irritativo que causan de la mezcla y ser muy poco volátiles en comparación con las anteriores.

✓Poliamidas. Estas son similares a las poliaminas alifáticas, sin embargo, tienen una presión de vapor baja y llegan a reaccionar a temperatura ambiente además de que son menos irritantes para la piel.

✓Anhídridos. Ya sea aromáticos o ciclo alifáticos, estos requieren temperaturas elevadas para reaccionar. El agente más común es el anhídrido ftálico que es un producto en estado sólido que al calentarse se sublima, y genera humo que es irritante, la irritabilidad que causan los anhidros en este estado en baja pero aumenta con el incremento de la humedad y el calor

✓Resinas de formaldehído. En esta clasificación se encuentran el aminoresinol, la resina fenólica, las aminoresinas que están siempre disueltas en alcohol butílico, o mezclas de hidrocarburos aromáticos, se debe considerar que los vapores de alcohol butílico tienen un olor picante y son irritables. (INDUR, 2005)

Agente de curado. Contienen las sustancias que reaccionan con una base epoxi. Es un producto químico puro, una mezcla o un polímero complejo que cuando se añade a una sustancia macromolecular determinada en cantidades superiores a las catalíticas, reacciona con esta y la convierte en un polímero irreversible con nuevas propiedades.

e) Proceso de ruptura del anillo oxirano

Para que se lleve a cabo el proceso de curado de una resina, ocurre una reacción entre tal resina epoxi y el agente de curado, como ya se ha mencionado este puede ser una amina. Primero se produce ruptura del grupo epoxi, donde el enlace que esta entre el oxígeno y el ultimo carbono (el menos impedido) se enlaza con el nitrógeno y a la vez pierde uno de los hidrógenos que se enlaza con el oxígeno de la resina, y se forma un grupo hidroxilo.

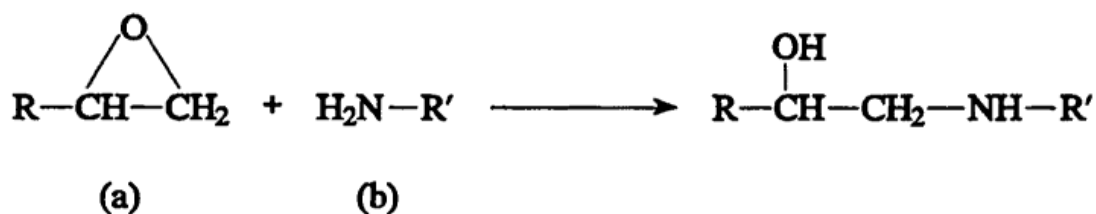


Figura 4. Reacción de curado

Entonces en nitrógeno compuesto que se produce puede reaccionar con otro grupo epoxi, y sucede como en el paso anterior. Y los radicales R contienen otro grupo epoxi, que puede reaccionar con otro grupo amino, y de la misma manera el radical R' contiene otro grupo amino que puede reaccionar con dos grupos epoxi, es por eso por lo que se puede formar el retículo tridimensional de la resina.

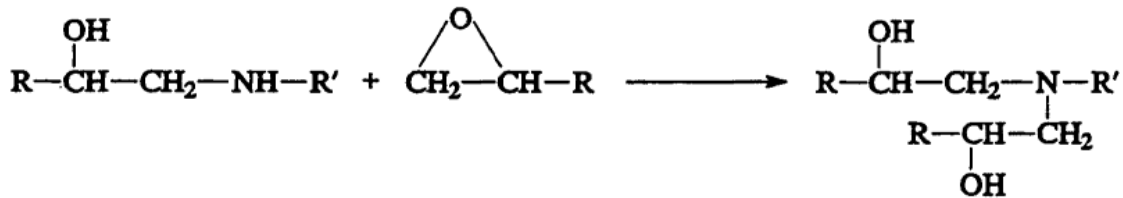


Figura 5. Reacción secundaria de curado

Cabe mencionar que la ruptura del anillo epoxi se favorece en presencia de ácidos, donde el protón se une al átomo de oxígeno, con lo que este presenta una mayor afinidad a los electrones que se enlazan con el último carbono, por lo que se facilita la rotura del enlace que existe entre estos dos átomos y el nitrógeno de la mina se puede unir de manera más fácil al átomo de carbono. (Morancho,1996)

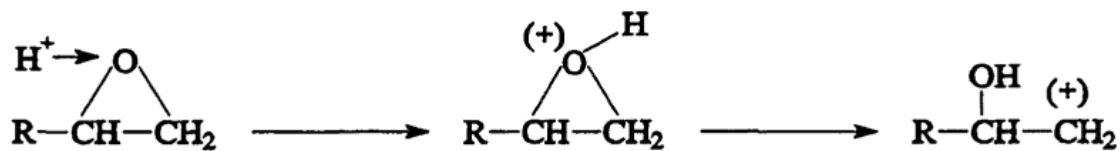


Figura 6. Ruptura del anillo oxirano

f) Arcillas laminares

Se consideran arcillas a todas las fracciones con un tamaño de grano a menor a 21µm. De acuerdo con esta definición todos los filosilicatos pueden considerarse verdaderas arcillas si se encuentra dentro de dicho rango de tamaños. Los silicatos laminares de uso común para la preparación de nanocompuestos (PLS) pertenecen

a la misma familia conocida como filosilicatos y la estructura cristalina que presenta los silicatos laminares consiste en dos capas tetraédricas, con átomos de silicio y se encuentran en coordinación tetraédrica con tres oxígenos. El espesor de la laminilla es de alrededor de 1 nm y las dimensiones laterales pueden variar de 30 nm a varios micrómetros, depende de la partícula de silicato. (Henriques, Crelo y Soares, 2024)

g) Montmorillonita (MMT)

La montmorillonita es una arcilla perteneciente a la familia de los silicatos laminares, denominados también como filosilicatos. Su estructura cristalina consiste en dos capas bidimensionales de alrededor de 1nm, y las dimensiones laterales de estas capas pueden variar de 100 a 1000nm.

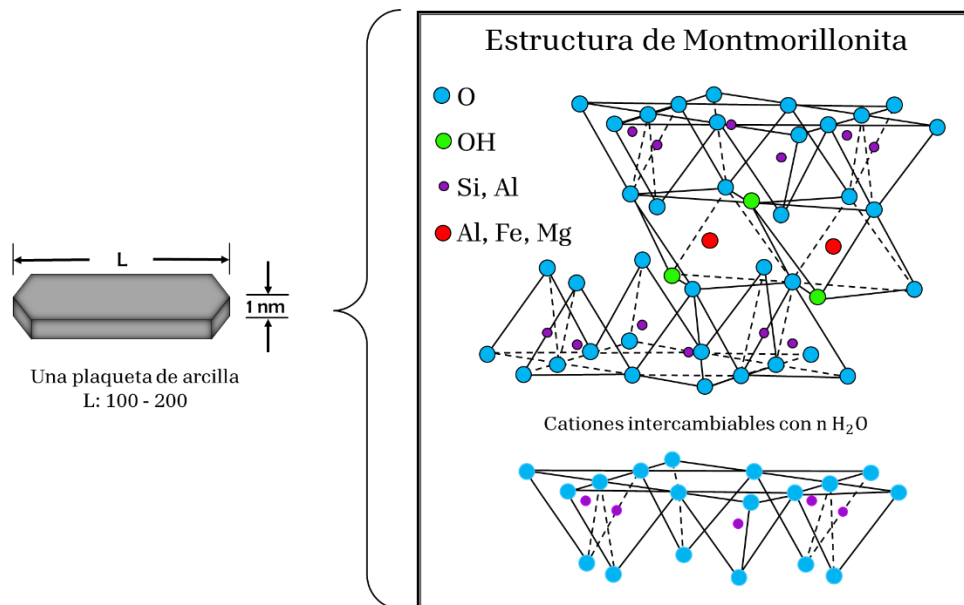


Figura 7. Estructura molecular de la montmorillonita.

Se obtienen fundiendo dos capas tetraédricas de sílice con átomos de un metal, por ejemplo, Mg para el talco ($\text{Mg}_3\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$), de tal manera que se forme una capa intermedia octaédrica de óxido de este metal. Cada lamela se separa de la

adyacente por un gap de Van Der Waals denominado galería o intercapa. Estas galerías son ocupadas por cationes para balancear la carga negativa originada por la sustitución isomorfa de los átomos que constituyen el cristal (Mg^{+2} en lugar de Al^{+3} en la montmorillonita $(Na, Ca)_x (Al, Mg)_2 (Si_4 O_{10}) (OH)_2 nH_2 O$). Los cationes son normalmente cationes de metales alcalinos o alcalino-terrosos hidratados. La carga parcial que se forma para cada catión en la galería la transforma en altamente hidrófila. (Carretero y Pozo, 2007)

h) Estructuras de nanocompuestos

Una pequeña parte del peso de silicatos en capas que se dispersan adecuadamente por toda la matriz polimérica crea un área de superficie mucho mayor para la interacción polímero/relleno en comparación con los compuestos convencionales. Dependiendo de la fuerza de las interacciones interfaciales entre la matriz polimérica y el silicato en capas ya sea modificado o no, pueden lograrse termodinámicamente tres tipos diferentes de nanocompuestos de polímero/silicato en capas.

- Intercalados. En este caso la inserción de una matriz de polímero en la estructura de silicato en capas se produce de forma cristalográficamente regular, independientemente de la proporción de arcilla a polímero. Normalmente se intercalan con unas pocas capas moleculares de polímero. Las propiedades de los compuestos típicamente se asemejan a las de los materiales cerámicos.
- Floculados. Conceptualmente es lo mismo que los nanocompuestos intercalados, pero las capas de silicato a veces se floculan debido a la interacción hidroxilada entre los bordes de las capas de silicato.
- Exfoliados. Las capas de arcilla individuales en este caso están separadas en una matriz polimérica continua por una distancia promedio que depende de la carga de arcilla. En general, el contenido de arcilla de un nanocompuesto exfoliado es mucho menor que el de un nanocompuesto intercalado. (Wei, et al, 2011)

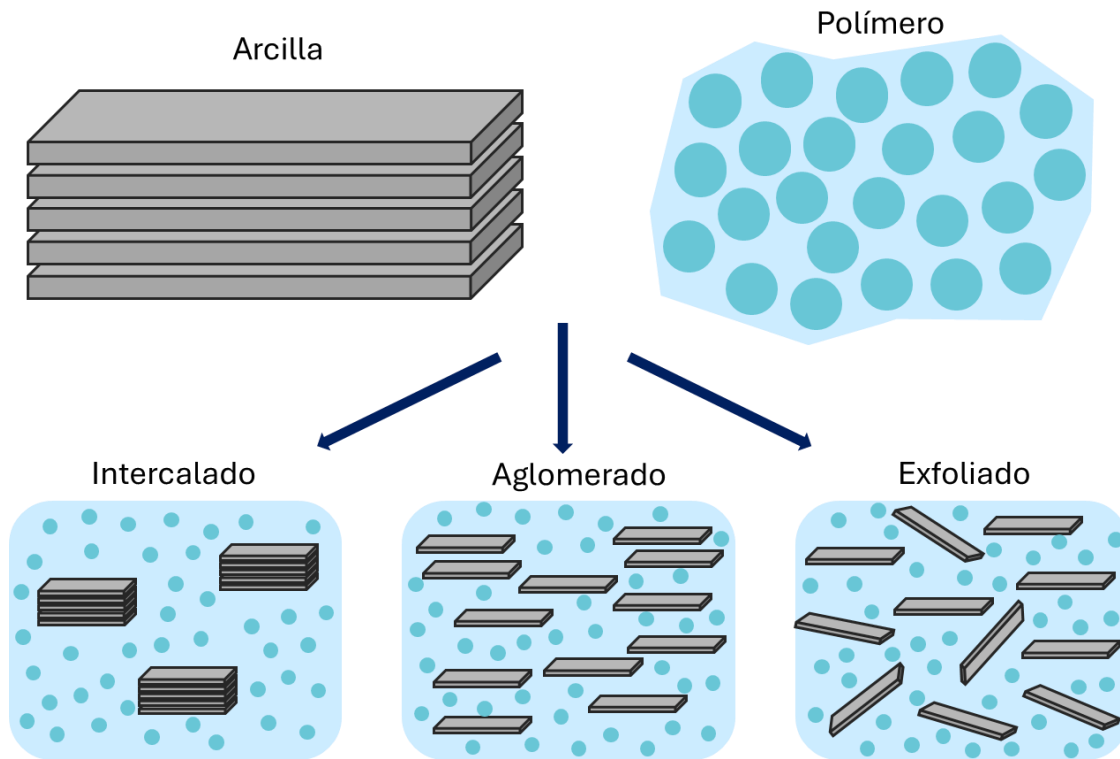


Figura 8. Ejemplo de estructuras

1.5 Estado del arte

Algunos trabajos de investigación que se han encontrado en la literatura con respecto al presente proyecto de tesis ya han tratado este mismo tema, pero desde diferentes enfoques y con diferentes métodos y materiales, los temas que se han tratado son los siguientes:

- Yuxiu Chen y colaboradores (2022) desarrollaron un recubrimiento anticorrosivo para sintetizar montmorillonita intercalada con un polímero de titanio que se agregó a una resina epoxi, lo que aumento el espacio entre las capas de montmorillonita y se empaquetaron de manera más compacta y de la misma manera aumento las propiedades de barrera del recubrimiento.
- Qingong Kong y colaboradores (2022) realizaron una investigación sobre aumentar la seguridad contra incendios de una resina epoxi a una carga

más baja, para esto sintetizaron FeCu-Montmorillonita que se modificó con bromuro de hexadecilo trimetil amonio. Sus resultados indicaron la obtención de una estructura intercalada y exfoliada que presenta resistencia a la llama.

- Siyuan Cao y colaboradores (2022) incorporaron montmorillonita con recubrimientos de quitosano/celulosa nanocristalina para mejorar la humectabilidad de una solución sobre la superficie de la fruta y las propiedades de barrera, mejorando así el efecto de conservación de la fruta. Los resultados mostraron que la adición de MMT redujo la sensibilidad a la humedad y mejoró las propiedades de barrera frente al vapor de agua y el oxígeno.
- Yuxiu Chen y colaboradores (2021) estudiaron varias concentraciones de la organoarcilla de montmorillonita como nanorrelleno en la preparación de recubrimientos anticorrosivos epoxi DGEBA curados con UV y aplicados sobre sustratos de acero al carbón. En este caso usaron una arcilla modificada por lo que necesitaban un solvente para mezclarla.

Por lo que se puede ver en todos los artículos anteriores, y en la revisión de la literatura no se han encontrado estudios sobre la evaluación de la arcilla laminar montmorillonita en resinas epóxicas base agua y su efecto en la protección anticorrosiva de sustratos metálicos de acero al carbón.

La diferencia de este trabajo y los anteriores es muy simple ya que en este caso se usará una arcilla sin modificar por lo que es soluble en agua y no es necesario usar algún otro solvente más que agua, esto vuelve el proceso de preparación de recubrimientos más corto en comparación con procedimientos ya antes mencionados, y sin el uso de recursos extras para su cuidado o aplicación, también beneficia el manejo de materiales pues ninguno presenta alto peligro para la salud o daño ante su exposición.

1.6 Esquema de un recubrimiento de resina epoxi

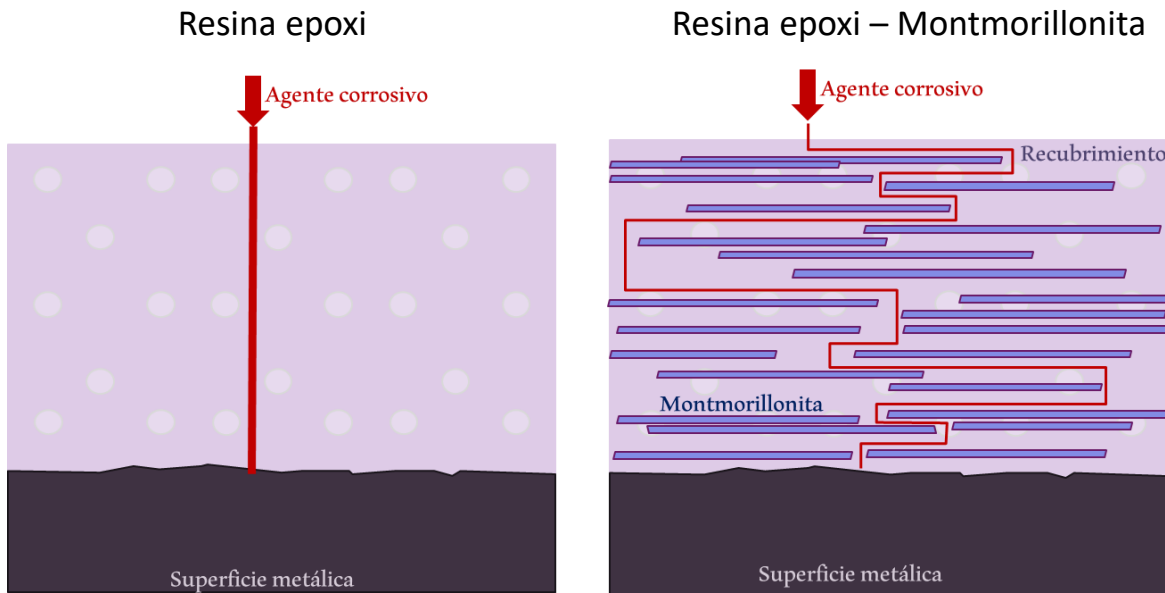


Figura 9. Comparación entre los esquemas de un recubrimiento.

En la imagen de la izquierda se representa el camino que recorren los agentes corrosivos que pasan a través de la capa de resina epoxi (área morada), la cual contiene poros (puntos blancos) y estos llegan de forma directa hasta el metal. A diferencia del esquema de la derecha que al existir estas láminas de arcilla dispersas en la resina epoxi hacen un efecto barrera para evitar que los agentes corrosivos penetren de forma directa causando un retardo significativo en el proceso de corrosión.

Este esquema ejemplifica a grandes y simples rasgos el impacto que tendría la síntesis de un recubrimiento de este tipo, así como las diferencias entre un recubrimiento simple y otro compuesto.

Capítulo 2. Metodología

2.1 Metodología general

La metodología general de este trabajo consta de 6 pasos, que son los siguientes:

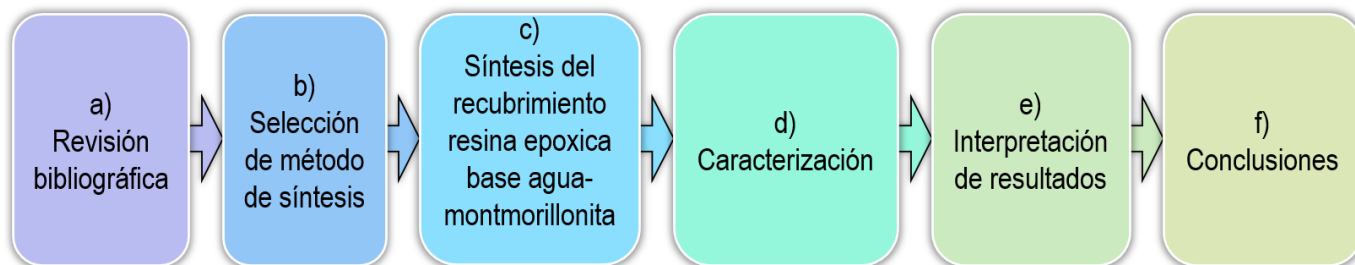


Figura 10. Diagrama de bloques de la metodología general.

2.2 Descripción de cada paso:

a) Revisión bibliográfica.

En esta primera parte se realizará la búsqueda de información necesaria con el fin de adentrarse en el tema de interés, revisar trabajos similares o antecedentes, e identificar qué es lo que ya se sabe y que es lo que hay que investigar. Además de establecer la base teórica con la que se contara y a partir de aquí poder explicar características físicas y químicas de los materiales que en este caso se van a usar, también se ordenara la información para poder seleccionar la que se ocupara y la que no. Esto a su vez nos ayudara a definir la orientación que se le va a dar a este trabajo.

b) Selección de método de síntesis.

Para este paso se procede a elegir los materiales necesarios, así como la materia prima que se va a requerir para la obtención del recubrimiento, además de elegir el método adecuado para sus síntesis. Basándose en los datos que se han obtenido previamente en proyectos anteriores similares.

c) Síntesis del recubrimiento resina epóxica base agua-montmorillonita.

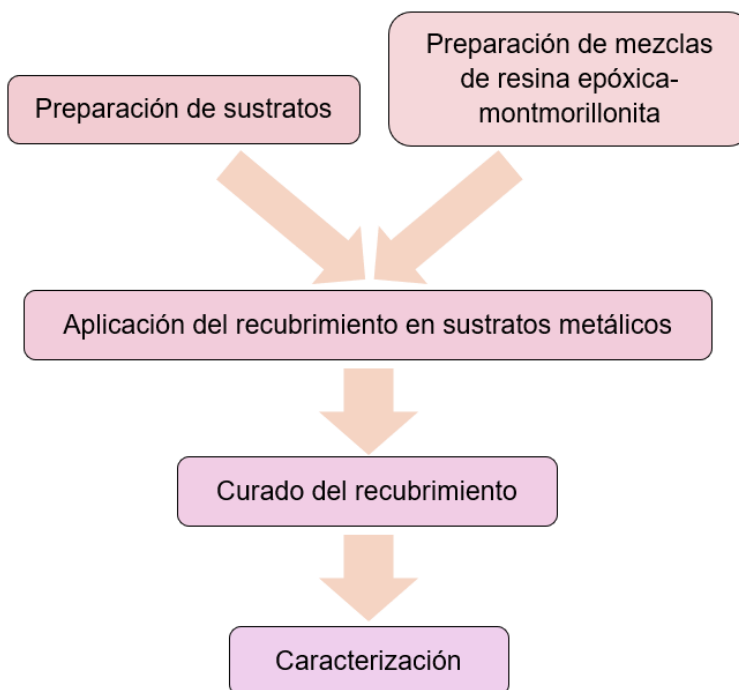


Figura 11. Diagrama específico de la metodología experimental

I. Preparación de los recubrimientos.

Reactivos

- Agua destilada
- Arcilla laminar [Montmorillonit K 10]
- Resina epóxica base agua [KEM-101-50]
- Agente de curado [KEM-700]

Materiales

- Vasos de precipitado 50 ml.
- Matraz aforado 50 ml.
- Pipeta graduada 5 ml.
- Barra de metal calibrada a 60 μ
- Agitador magnético

II. Preparación de soluciones resina epoxica-montmorillonita

Se prepararon mezclas de resina epóxica-montmorillonita de acuerdo con la tabla 1.

Como primer paso se prepara una solución estándar, donde se diluye la arcilla con agua a una concentración del 50% de la siguiente manera: en un matraz aforado de 50 ml se pesan 10 gr de arcilla (Montmorillonita) y se diluye con 20 ml de agua, se agita por 30 minutos, para después someterlo a un baño ultrasónico por 30 minutos más. Esto con el fin de obtener una buena dispersión de la arcilla ya que las láminas tienden a juntarse entre sí y este paso mejora su dispersión.

Posteriormente se procede hacer diferentes mezclas de resina epoxi con montmorillonita de acuerdo con la siguiente tabla:

Tabla 1. Proporciones resina epóxica-montmorillonita de recubrimientos

Muestra	Concentración de arcilla [%]	Resina epoxi [gr]	Arcilla [gr]	Adición de agua [ml]
REM0	0	10	0	5
REM05	0.5	10	0.0595	5
REM1	1	10	0.119	5
REM4	2	10	0.238	5
REM3	3	10	0.357	5
REM5	5	10	0.595	5

Se ajustan los datos de acuerdo con el peso para cada muestra ya que la solución estándar ya contiene agua y arcilla, entonces se calcula la cantidad necesaria de mezcla de acuerdo con su concentración y su peso. Las formulaciones para cada concentración están establecidas en la tabla 2

El proceso de preparación de las mezclas fue el siguiente:

Primero se pesa la resina epóxica, después se agrega la cantidad de agua de acuerdo con el número de mezcla que se va a preparar, y finalmente se pesa la cantidad necesaria de la mezcla de arcilla y agua para agregarla a la mezcla.

Teniendo ya las mezclas a diferentes proporciones se pondrán en agitación durante una hora.

Después de la agitación se someten a baño ultrasónico por una hora.

Tabla 2. Formulaciones de los recubrimientos

Muestra	Concentración de arcilla [%]	Resina epoxi [gr]	Arcilla contenida [gr]	Mezcla arcilla-agua [gr]	Adición de agua [ml]
<i>REM0</i>	0	10	0	0	5
<i>REM05</i>	0.5	10	0.0595	0.1785	4.881
<i>REM1</i>	1	10	0.119	0.357	4.762
<i>REM4</i>	2	10	0.238	0.714	4.524
<i>REM3</i>	3	10	0.357	1.071	4.286
<i>REM5</i>	5	10	0.595	1.785	3.81

III. Preparación de sustratos

- Se lijan cupones de acero al carbón para quitar la capa de óxido que presenten.
- Se secan muy bien y se limpian con etanol.
- Los cupones guardan hasta su uso, cuidando que no se oxiden.

IV. Curado de las mezclas resina epóxica-montmorillonita

Cuando ya se tenga la mezcla de resina, arcilla y agua a las concentraciones correspondientes, se suman sus pesos y el total se divide en 10, por cada parte que se tenga se van a agregar 0.19 gr de endurecedor de acuerdo con las especificaciones del fabricante.

Tabla 3. Relación de peso en gr entre la mezcla y el agente de curado.

Muestra	1	2	3	4	5	6
Peso total / 10	1.5	1.494	1.488	1.476	1.464	1.44
Cantidad de endurecedor que se agrega.	0.19	0.19	0.19	0.19	0.19	0.19

El peso total al que se refiere la tabla es la suma de la resina, con la cantidad de mezcla que se ocupó y la adición de agua. Sin embargo, en agente de curado se agrega en una proporción del 19% en relación con la cantidad de resina que se ocupe. En este caso para todas las formulaciones se ocuparon 10 gr de resina epoxica por lo que es correcto usar 0.19 gr de agente de curado por cada gramo de resina epóxica que contenga cada formulación.

V. Aplicación de recubrimiento en sustratos metálicos

Se aplica el recubrimiento obtenido sobre los sustratos con una barra de acero inoxidable calibrada a 60 micras y se curan a una temperatura ambiente por 24 horas mínimo. Después de curados se aplican 2 capas más, repitiendo el mismo proceso de aplicación de resina al sustrato. Posteriormente se procede a la caracterización de las muestras por medio de técnicas físicas.

Finalmente se dejaron curar los cupones con el recubrimiento aplicado al aire libre dentro del laboratorio de síntesis de la unidad académica DITCo de la BUAP a una temperatura y presión ambientales durante 72 horas para completar el proceso de curado de los recubrimientos. Y para asegurarse de esto mismo se proceden hacer las evaluaciones y pruebas establecidas en los objetivos específicos.

d) Técnicas de caracterización

– Microscopia Electrónica de Barrido [SEM]

Físicamente, ningún instrumento puede resolver detalles más pequeños que la longitud de onda de la radiación con la que se observa. Para el caso de la visibilidad del ojo humano la longitud de onda más pequeña que este puede detectar es de 0.2 μm . De modo que para poder sobrepasar el límite de resolución de un microscopio óptico es necesario diseñar instrumentos que utilicen otras radiaciones diferentes a la luz visible para formar una imagen. (Ipohorski y Bozzano 2013)

El instrumento que se usa es un Microscopio electrónico, este funciona de tal forma que cuando los rayos de luz emitidos por un punto pasan a través de una lente de apertura semi angular alfa, que forma una imagen con cierta intensidad, es decir una longitud de onda específica, y mediante el uso de un haz de electrones acelerados es posible conseguir longitudes de onda del orden de 10^5 veces menores que cuando se usa luz visible. El poder de la resolución dependerá de la aberración esférica de las lentes electromagnéticas.

El fundamento del funcionamiento de un equipo de SEM radica en que los electrones emitidos por un cátodo de tungsteno pasan a través de una columna en la que se ha hecho un vacío de aproximadamente 10^{-7} Torr, dentro el haz inicial es concentrado por una serie de lentes electromagnéticas de 25000 – 50000 nm hasta 10 nm, es decir que su diámetro disminuye hasta volverse casi puntual, así como la intensidad de corriente que implica una cantidad menor de electrones primarios. Este mismo haz puntual se desplaza sobre toda la superficie de la muestra, se “barre” sobre esta con continuas idas y venidas gracias a un sistema de bobinas de barrido situadas en la columna del instrumento. (Renau y Faura, 2021)

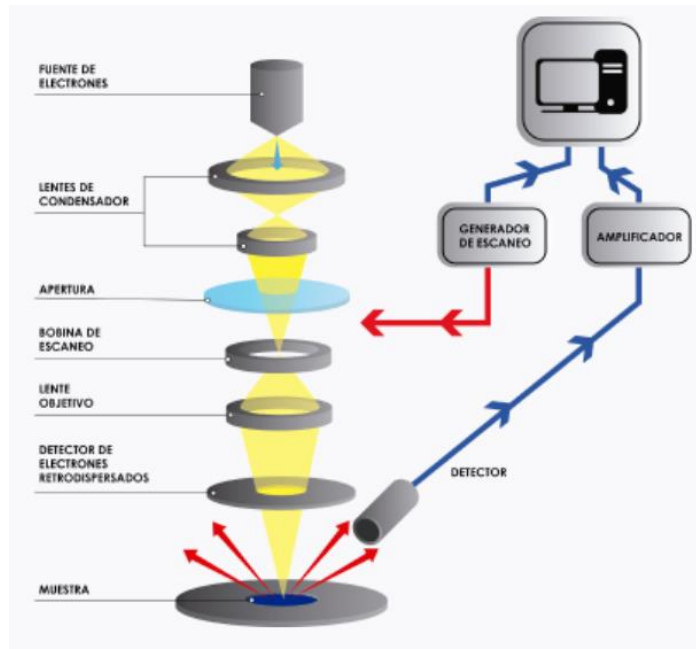


Figura 12. Partes que hacen funcionar un microscopio electrónico de barrido (Metalinspec, 2022)

“En la interacción del haz electrónico con la superficie se producen e^- secundarios que, tras ser captados por un detector, son hechos incidir sobre un "scintillator", donde cada e^- dará origen a varios fotones. Dichos fotones son dirigidos hasta un fotomultiplicador a través del cañón de luz y, ya en aquél, cada fotón dará origen a un fotoelectrón que, a través de una serie de dinodos con diferencias de potencial crecientes produce, mediante un efecto en cascada, gran cantidad de e^- secundarios.” (Renau y Faura, 2021, pág. 78)

Estos electrones secundarios pasan por un videoamplificador y se dirigen a un tubo similar a un osciloscopio de rayos catódicos en donde se producirá una imagen.

Se encontró que un haz de electrones acelerados por un alto potencial eléctrico constituye la fuente de radiación de un microscopio electrónico de barrido, empezando su desarrollo comercial en 1960, es así como un instrumento moderno permite observar muestras con una resolución de unos 4 nanómetros y con magnificaciones de hasta 300 000.



Figura 13. Equipo de microscopia electrónica de barrido.

Para poder evaluar muestras con este tipo de equipos se requieren de 2 condiciones que estas deben cumplir, una es que la muestra se encuentre libre de humedad, y la otra es que la muestra sea conductiva. Esto quiere decir que las muestras orgánicas, biológicas, vidrios o polímeros necesitan de una cubierta metálica para lograr su evaluación, en general se les aplica una cubierta de oro, o de carbono. Y para el caso de muestras biológicas, estas se someten a secado por método de punto crítico y se metalizan. (Rosas, 2017)

En este caso se analizaron cada una de estas muestras, debido que el recubrimiento es modificado, y en su mayor parte es orgánico debido a la resina epoxi, se debe metalizar para poder observarlo.

Se analizó una parte del sustrato metálico con el recubrimiento para su mejor manejo y observación. Se limaron para obtener una superficie lo más lisa posible, hecho esto se usó el equipo DENTON VACUUM ya que la resina al no tener esta propiedad conductora se debe preparar para poder analizarla, el equipo contiene una lámina de oro y por medio de alto voltaje forma un plasma de oro que se deposita sobre las muestras, volviéndolas así un material conductor que se puede analizar en el equipo de SEM.



Figura 14. Equipo DENTON VACUUM, DESK V (Sputter).

Después de preparar los sustratos, se analizaron en el equipo de microscopia electrónica de barrido, lo cual nos aportara datos del espesor que tiene cada recubrimiento, así como su morfología tanto de manera transversal como superficial, lo que nos permite identificar imperfecciones o ampollas que posea el recubrimiento.

– **Espectroscopia infrarroja con transformada de Fourier [FTIR]**

La espectroscopia de infrarrojos por transformada de Fourier (FTIR) es una técnica utilizada para obtener un espectro infrarrojo de absorción o emisión de un sólido, líquido o gas. Esta técnica ayuda a identificar materiales desconocidos, así como determinar la calidad o consistencia de una muestra y también puede determinar la cantidad de componentes orgánicos es una mezcla.

Un espectro infrarrojo es la representación de una huella digital de alguna muestra con picos de absorción que corresponden a las frecuencias de vibraciones entre los enlaces de los átomos que componen a un material, y debido a que cada material es una combinación única de átomos, es posible afirmar que no hay dos

compuestos que produzcan los mismos espectros infrarrojos, es por eso que la espectroscopia infrarroja nos da como resultado una identificación positiva, es decir que no da un análisis cualitativo de cada tipo de material. El tamaño de los picos que se observan de cada muestra nos indica directamente la cantidad de material que contiene dicha muestra.

En un inicio los instrumentos de infrarrojo eran de tipo disperso y separaban las frecuencias individuales de energía que es emitida por una fuente infrarroja, lo cual se logró con el uso de un prisma o rejilla, encargados de separar la luz en sus diferentes frecuencias. Entonces el detector mide la cantidad de energía en cada frecuencia que pasa a través de la muestra, dando como resultado un espectro que se proyecta en una gráfica de intensidad contra frecuencia. Fue entonces que se desarrolló una mejora para estos equipos, el uso del interferómetro que es un dispositivo óptico que produce un tipo de señal que contiene todas las frecuencias infrarrojas codificadas y esta señal se puede medir muy rápidamente, usualmente en segundos aproximadamente, y gracias a esto las lecturas se realizan en pocos segundos. (ThermoFisher, 2022)

Los beneficios de esta técnica es que no destruye ni interfiere con la muestra, proporciona un mayor rendimiento óptico y mecánicamente es sencillo de usar. Un espectrómetro FTIR recopila simultáneamente datos de alta resolución en un amplio rango espectral. Los gases habitualmente utilizados en FTIR son nitrógeno y aire cero (para purga) y mezclas de gases (para calibración).

Este instrumento está basado en el principio del interferómetro de Michelson, que funciona del siguiente modo: la radiación primero golpea a un divisor o separador que escinde el haz de la luz en dos partes iguales (espejo semirreflejante). Estos dos haces de luz interfieren en el divisor después en su viaje de vuelta cuando son reflejados sobre otros dos espejos. Uno dispuesto frente a la trayectoria del haz original (espejo móvil 1) y el otro perpendicular (espejo fijo 2). En esta trayectoria se dispone la muestra y a continuación el detector IR (ver figura) La intensidad resultante de la superposición de los dos haces es medida como función del desfase (s) del espejo móvil en su desplazamiento respecto la posición

intermedia. El gráfico resultante (Intensidad vs. Desfase) se denomina interferograma.

La transformación de Fourier se usa como método matemático para el desarrollo en serie la curva obtenida (interferograma). La transformada está constituida por el sumatorio de senos y cosenos de las distintas frecuencias ópticas que componen la radiación. Gracias a un programa de ordenador este tedioso cálculo matemático se simplifica y se obtienen resultados exactos y rápidos de las frecuencias elementales contenidas en el interferograma. La transformada de Fourier (o desarrollo en serie de Fourier) es el espectro ordinario obtenido por aparatos convencionales IR. (Serrano, 2014)

Esta técnica nos mostrara los grupos funcionales presentes en las sustancias que se vayan a analizar, y de la misma manera se comprobara a través de los espectros mostrados en el interferograma que la reacción de curado que ocurre entre la arcilla y el endurecedor se haya efectuado en su totalidad.

– Espectroscopia de impedancia electroquímica

Es un método electroquímico que permite la caracterización de las propiedades de los materiales y sistemas electroquímicos. Esta técnica consiste en aplicar una perturbación senoidal de potencial de frecuencia variable al material estudiado, tras lo cual se registra la respuesta de este en corriente en otra señal sinusoidal, dentro de una celda electrolítica. Este concepto está definido por la ley de Ohm. Partiendo del concepto de resistencia se sabe que es capacidad de un circuito para resistir el flujo de corriente, y se expresa como:

$$R = \frac{V}{I}$$

Para obtener el espectro de impedancias, se necesita obtener la relación entre los distintos valores de impedancias en cada frecuencia entre esta. La impedancia es resultado de esta relación:

$$R = \frac{V}{I} = Z = \frac{Vac}{Iac}$$

La impedancia refleja la manera en que un circuito se resiste a un flujo de carga, es decir que impide el paso de un flujo de corriente eléctrica de tipo alterna.

Las representaciones de Bode y Nyquist son las más comunes. En el modelo de Nyquist se representa la parte imaginaria por -1 de la impedancia ($-Z''$) y la parte real (Z'), mientras que el modelo de Bode representa el logaritmo del módulo de la impedancia ($\log(|Z|)$) y el desfase, en función del logaritmo de la frecuencia. (Loveday, Peterson, & Rodgers, 2004)



Figura15. Creación de celdas para para recubrimiento.

Se prepararon las muestras en celdas como se muestra en la figura 15, y se preparó de igual manera una solución de NaCl con una concentración del 3% en peso, así podrán ser evaluados con el uso del equipo de espectroscopia de impedancia electroquímica, GAMRY, el cual se encarga de transmitir corriente alterna a diferentes intensidades y registra estos datos.



Figura 16. Equipo de análisis para espectroscopia de impedancia electroquímica marca GAMRY.

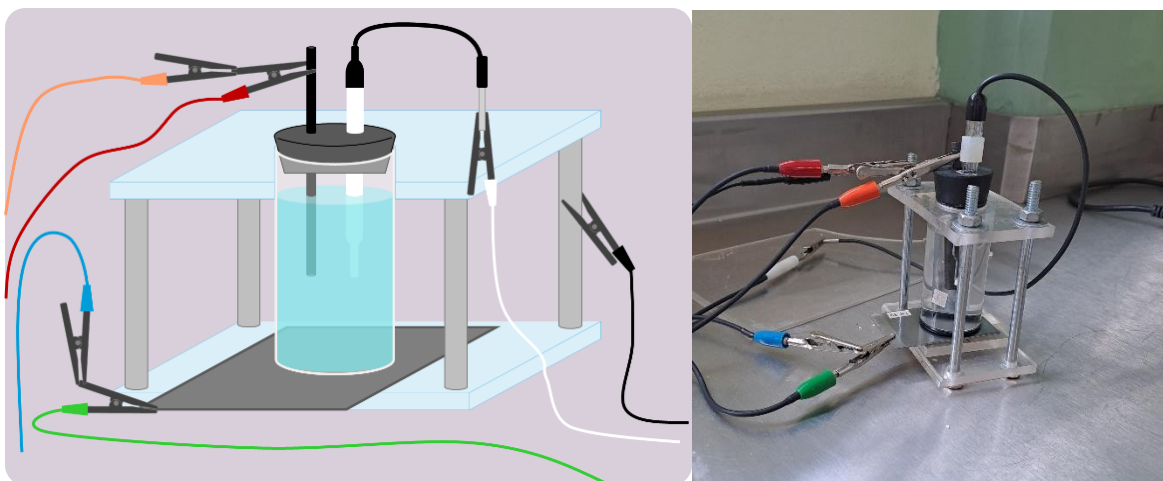


Figura 17. Sistema para evaluar una muestra por espectroscopia de impedancia electroquímica. Esquema (derecha) y real (izquierda).

Esta técnica nos da resultados del comportamiento del recubrimiento ante agentes corrosivos, podremos medir su resistencia y su comportamiento a en un intervalo de tiempo definido

– **Método de prueba estándar para evaluar el grado de oxidación en superficies de acero de acuerdo con la Norma ASTM D610-01.**

Este método de prueba permite la evaluación del grado de oxidación en superficies de acero pintadas. Los ejemplos visuales que representan el porcentaje de oxidación indicado en las especificaciones escritas forman parte de la norma y esta evaluación corresponde a una forma de estandarizar y evaluar la cantidad y el tipo de distribución de corrosión superficial visible en una superficie que este revestida.

El propósito de esta norma es proporcionar una herramienta estándar para la evaluación del grado de corrosión de las superficies pintadas con la ayuda de ejemplos visuales, que van de una escala del 0 al 10 y depende del porcentaje de superficie oxidada visible y el tipo de distribución del oxido ya que se mencionan 3 tipos de distribución, como, puntos que son pequeñas manchas notables, general en dónde se ven manchas más abundantes y de tamaño considerable, y puntos precisos que se refiere puntos como abundantes de tamaño pequeño.

De esta manera se puede determinar si el sistema de recubrimiento necesita ser reemplazado o reparado.

Según la norma ASTM D610-01 para evaluar el grado de oxidación, se clasifican de la siguiente forma:

Tabla 4. Escala para descripción del grado de oxidación.

Porcentaje de la superficie oxidada	(S) puntos	(G) general	(P) punto preciso
≤ 0.01 %		No aplica	
0.01% - 0.03%	9S	9G	9P
0.03% - 0.1%	8S	8G	8P
0.1% - 0.3%	7S	7G	7P
0.3% - 1%	6S	6G	6P
1% - 3%	5S	5G	5P
3% - 10%	4S	4G	4P
10% - 16%	3S	3G	3P
16% - 33%	2S	2G	2P
33% - 50%	1S	1G	1P
>50%		No aplica	

– **Método de prueba estándar para evaluar el grado de ampollamiento en superficies de acero de acuerdo con la Norma ASTM D714-02.**

Este método de prueba usa estándares de referencia visual para evaluar el grado de empollamiento que se puede llegar a desarrollar para superficies de acero. Esta norma se enfoca específicamente para superficies metálicas u otras de tipo no poroso, y se puede usar para identificar burbujas creadas en estos sistemas.

Las imágenes que podemos ver en la norma son reproducciones de estos estándares de referencia y se incluyen para ilustrar dos características de la formación de ampollas: tamaño y frecuencia.

En cuanto al tamaño el estándar de referencia ha sido seleccionado por 4 etapas de tamaño que a su vez se evalúan del 1 al 10, donde el numero10 representa no

empollamiento y el numero 8 representa en grado mínimo de empollamiento y de esta manera progresivamente el grado 2 representa los grados más altos de empollamiento.

Para el caso de la frecuencia el estándar de referencia ha sido seleccionado según 4 etapas que son:

- D, denso
- MD, medio denso
- M, medio
- F, poco

– Métodos de prueba estándar para medir la adhesión por ensayo de cintas de acuerdo con la norma ASTM d 3359-02.

Estos métodos de ensayo son procedimientos para evaluar el grado de adhesión en películas de revestimiento a sustratos metálicos mediante la aplicación y eliminación de cinta de tipo sensible a presión sobre corte hechos en esta misma película.

Hay dos variantes para este método, el método de prueba A que es para uso en sitios de trabajo y el método B para uso en laboratorio. Además de que el método de prueba B no se recomienda para películas mas gruesas que 5 milésimas de pulgada, es decir 125 μm .

Después de analizar ambos métodos se decidió usar el método de prueba B, ya que es adecuado para el tipo de revestimiento que tenemos. Y para este método se va a medir un área cuadrada de 1.5 mm, y los cortes se harán con 1 mm de espacio entre cada uno, se realizarán 10 cortes de manera horizontal y 10 de manera vertical, de modo que quede un área de 10x10 cuadritos en el centro y sobre esa misma área en donde se hará la prueba.

Se necesita una cinta de tipo ... y se necesita un trozo de 7 cm aproximadamente, este se coloca sobre la red formada y para asegurar el buen contacto se debe frotar la cinta firmemente con la goma de borrar guiándonos con el color que se forma por debajo de la cinta. Y dentro de los 90 – 30 segundos de aplicación se debe retirar la cinta agarrando el extremo libre y rápidamente sobre si misma en un ángulo de 180° como sea posible.

Después de esto se analizan los resultados y se reportan según la clasificación a la que pertenezca y que está definida por:

- 5B. Los bordes de los cortes son lisos y ninguno se desprendió.
- 4B. Menos del 5% se ve afectada.
- 3B. El área afectada es del 5 al 15%.
- 2B. El área afectada es del 15 al 35%.
- 1B. El área afectada es de 35 a 65%
- 0B. Descamación y desprendimiento peores al grado 1.

Tabla 5. Clasificación de resultados de ensayo de adhesión

Clasificación	5B	4B	3B	2B	1B	0B
Porcentaje de área removida	0%	<5%	5%-15%	15%-35%	35%-65%	>65%

e) Interpretación de resultados

Se revisarán y se analizarán los resultados obtenidos de las técnicas de caracterización, para después realizar las conclusiones y recomendaciones pertinentes del trabajo de tesis, así como las aplicaciones potenciales del recubrimiento.

f) Conclusiones

En este punto se reconocerán las partes más objetivas y relevantes de este trabajo, se definirá si se han cumplido los objetivos establecidos, además de comprobar si la hipótesis planteada previamente es cierta.

Capítulo 3. Resultados y discusión

3.1 Resultados



Figura 18. Recubrimientos (resina epóxica base agua-montmorillonita) sobre sustratos de acero al carbón.

La figura 18 muestra los recubrimientos sintetizados y aplicados sobre los sustratos de acero a diferentes proporciones de resina epóxica base agua-montmorillonita. Se puede observar que los recubrimientos son homogéneos, no se observan defectos tales como poros, grietas, rayaduras a simple vista. Además,

también muestran una excelente transparencia óptica ya que se puede observar el sustrato metálico a través del recubrimiento, esta propiedad nos puede ayudar a detectar el inicio de un proceso de corrosión a simple vista.

Después de sintetizar y aplicar los recubrimientos sobre los cupones de acero al carbón, se caracterizaron por diferentes técnicas físicas. Los resultados obtenidos de las técnicas de caracterización se describen a continuación:

3.2 Microscopia Electrónica de Barrido.

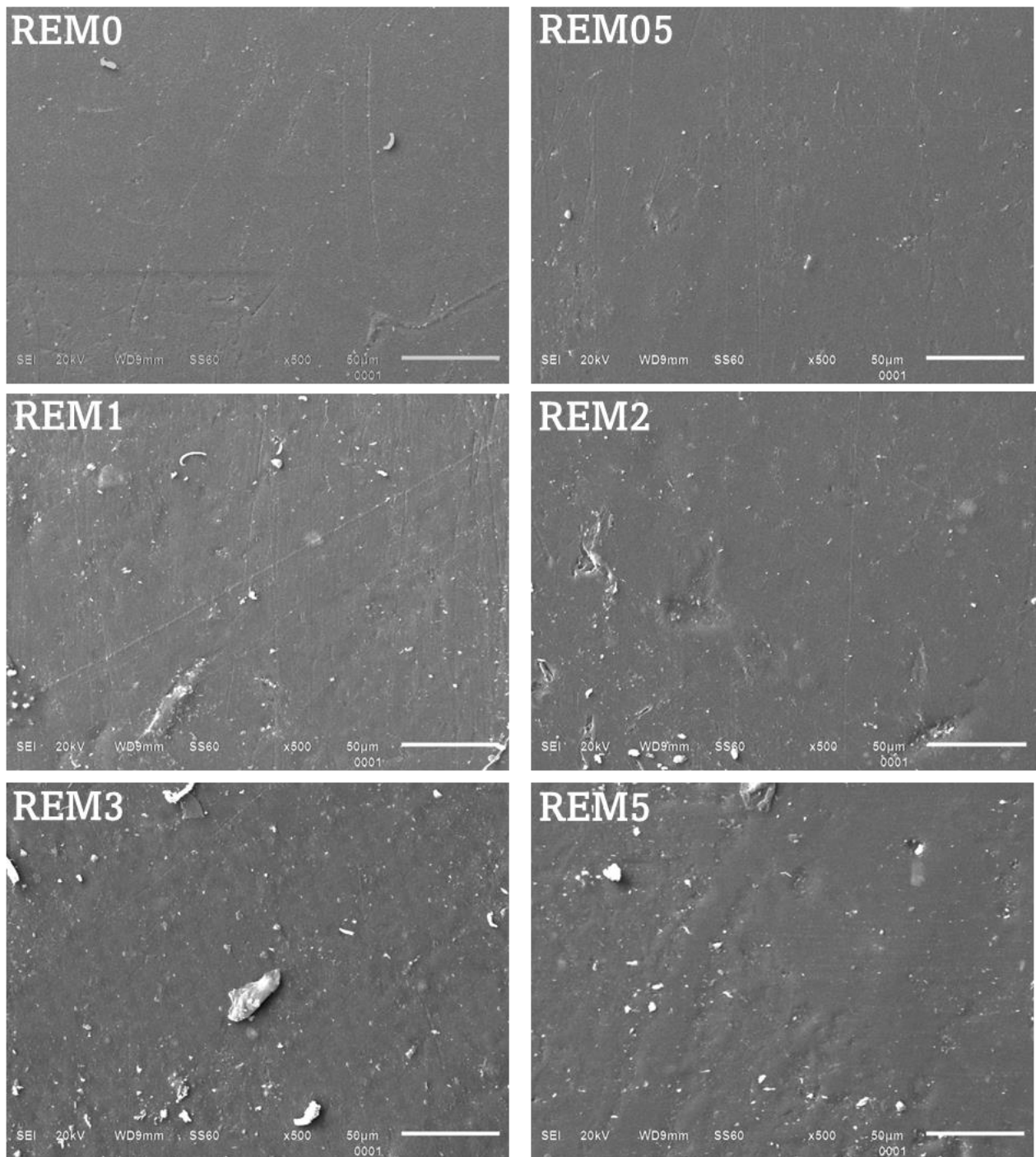


Figura 19. Imágenes de SEM de la superficie de los recubrimientos REM0, REM 05, REM1, REM2, REM3 y REM5 con una ampliación de 500 veces.

La figura 19 nos proporciona imágenes de la superficie de los recubrimientos sintetizados REM0, REM05, REM1, REM2, REM3 y REM5, a una ampliación de 500X. También nos revela que en los recubrimientos REM0 y REM05 se observa una superficie en su mayoría lisa y suave, con algunos poros en la superficie y unas rayaduras.

El resto de los recubrimientos presentan superficies más rugosas, así podemos observar que para el recubrimiento REM1 se observa mayor rugosidad en su superficie, así como algunos poros pequeños. El recubrimiento REM2 presenta ampolladuras de un tamaño significativo en su superficie, en este caso podríamos aplicar el método de prueba estándar para evaluar el grado de ampollamiento en superficies de acero de acuerdo con la Norma ASTM D714-02, ya que es el único recubrimiento que presentó este defecto.

El recubrimiento REM3 se tiene una superficie rugosa y con muy pocas ampolladuras y mantiene una superficie homogénea en su mayoría, para el recubrimiento REM5 se presenta una superficie rugosa y con pocas ampolladuras, pero un poco más profundas que otras.

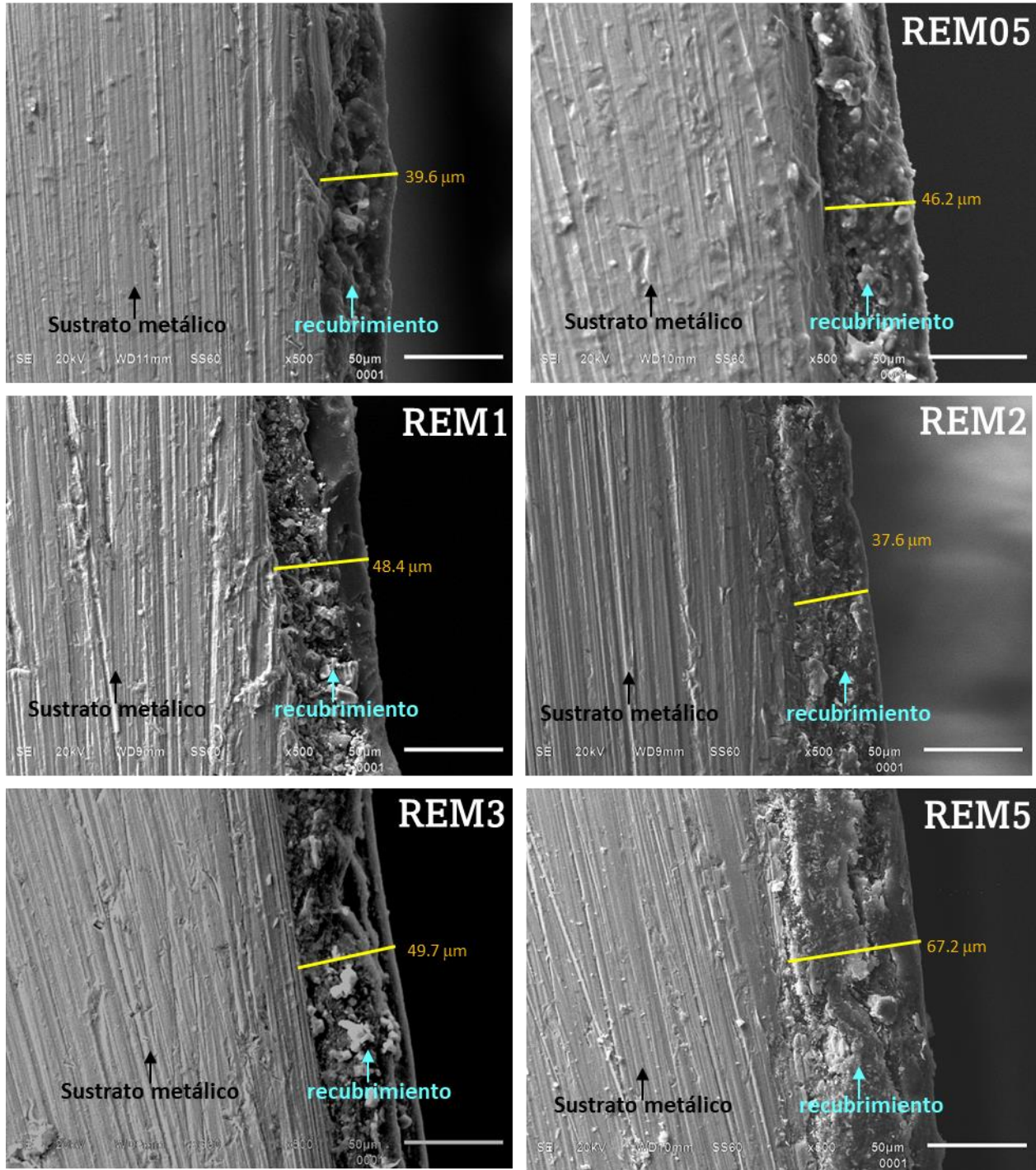


Figura 20. Imágenes de SEM del corte transversal de los recubrimientos REM0, REM5, REM1, REM2, REM3 y REM5 a una ampliación de 500 veces.

En la figura 20 se muestran las microfografías del corte transversal de los recubrimientos REM0, REM5, REM1, REM2, REM3 y REM5, en las microfografías se puede observar el grado de interacción entre la interfase y el sustrato, esto tiene

un gran efecto en las propiedades de adhesión del recubrimiento. En las muestras REM0, REM1 y REM3 se observa una buena unión sustrato-recubrimiento ya que no se ven huecos o alteraciones entre recubrimiento y sustrato, se puede observar el punto en el que termina un material y comienza el otro, mientras que en las muestras REM05, REM2 y REM5 se observa una baja interacción sustrato-recubrimiento ya que se puede ver una pequeña separación sustrato-recubrimiento. La línea amarilla es la medida del espesor de cada recubrimiento en unidades de μm (micrómetros). En la tabla 6, se indican los espesores de los recubrimientos.

Tabla 6. Espesor de los recubrimientos.

Recubrimiento	REM0	REM05	REM1	REM2	REM3	REM5
Espesor [μm]	39.6	46.2	48.4	37.6	49.7	62.2

Para los recubrimientos REM1, REM2, REM3 Y REM5 se puede observar la división que hay entre las capas de recubrimiento aplicadas, ya que se aplicaron 3 capas para cada recubrimiento, a pesar de que se pueden observar estas divisiones también se observa que están perfectamente adheridas una a la otra y no se presenta ningún tipo de desprendimiento.

3.3 Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier

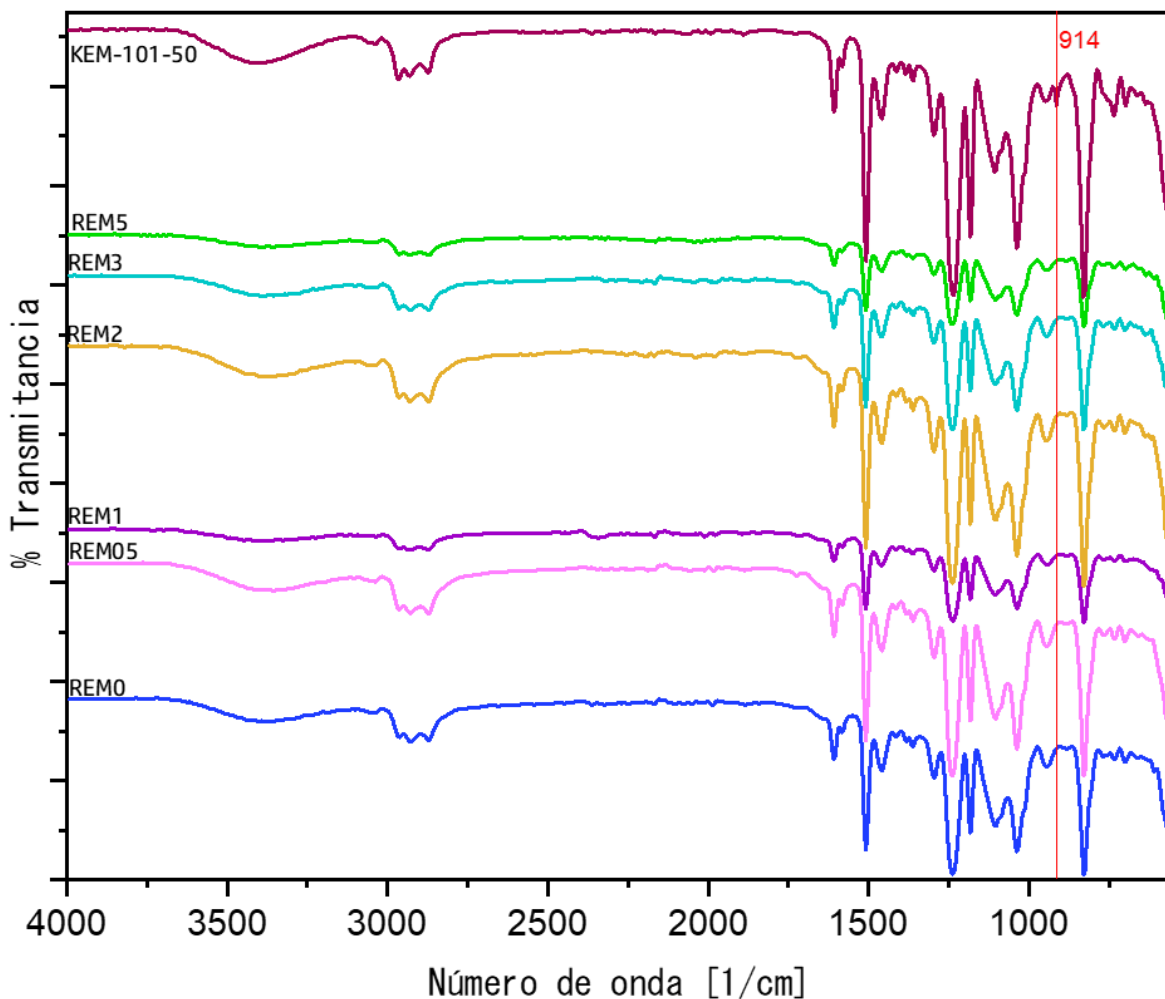


Figura 21. Espectros de FTIR de las muestras KEM-101-50, REM0, REM05, REM1, REM2, REM3 y REM5.

Los espectros de infrarrojo para cada muestra se pueden apreciar en la figura 21. Podemos observar diferentes grupos funcionales que están presentes en la resina y el agente de curado. El objetivo de este análisis es dar seguimiento a la reacción de curado de la resina epóxica base agua con el agente endurecedor, y comprobar que la reacción se llevó a cabo de manera correcta. Para saber esto debemos conocer la frecuencia en que aparecen las bandas de absorción del grupo oxirano que contiene la resina epoxica y verificar que no aparezca en los espectros de FTIR

de las muestras con la resina epóxica ya curada. De esta manera sabremos que hubo un buen proceso de curado.

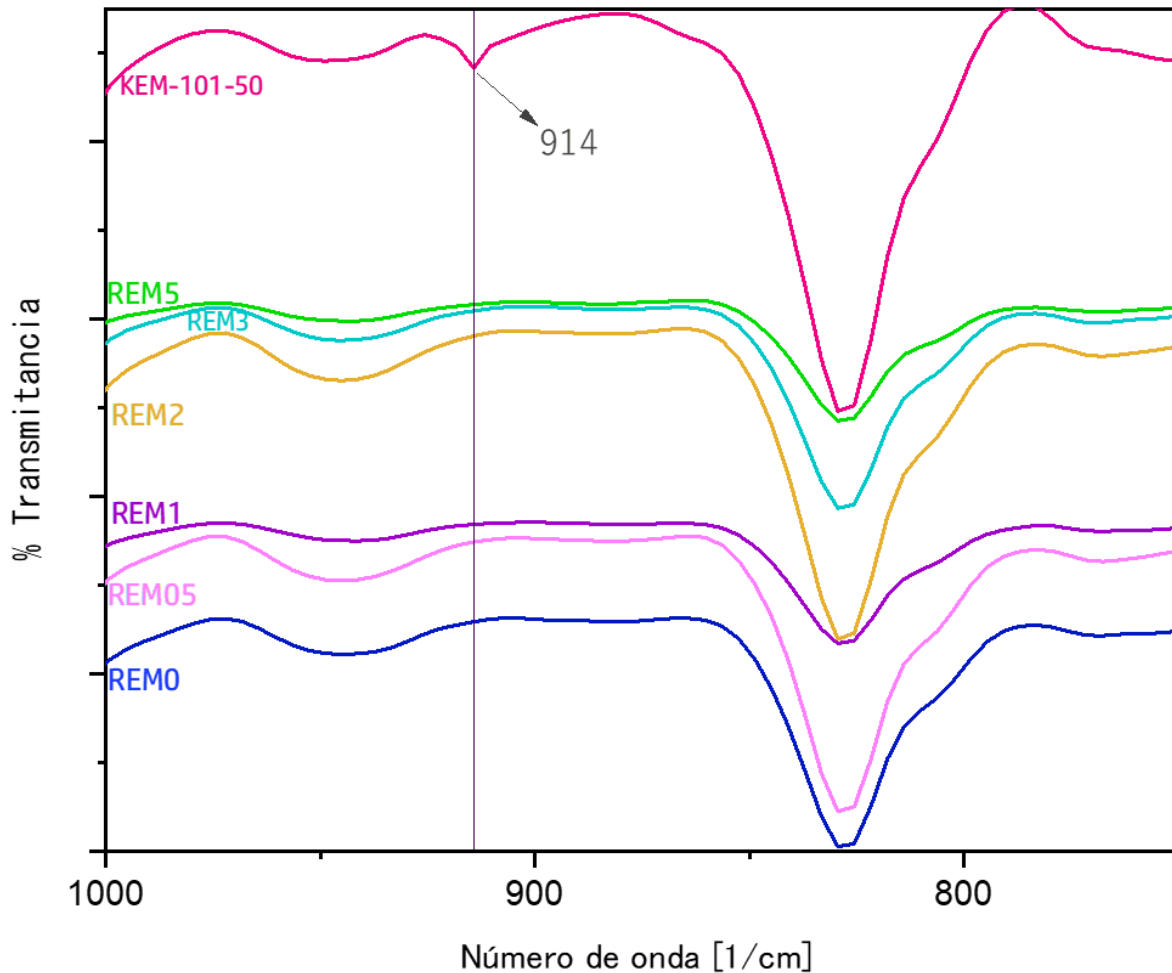


Figura 22. Ampliación de espectros de FTIR para REM0, REM05, REM1, REM2, REM3, REM5 en comparación con la resina epóxica KEM-101-50.

La banda de absorción del grupo oxirano aparece a una frecuencia de 914 cm^{-1} aproximadamente. En la figura 22 se muestra una ampliación del rango en el que queremos observar a detalle la banda de absorción. Para la resina epóxica KEM-101-50 se puede ver esta banda de absorción en el número de onda indicado con una línea. Para los otros espectros de los recubrimientos se observa que esta banda de absorción ya no aparece, por lo que se deduce que el curado de la resina epóxica base agua se realizó correctamente.

3.4 Espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS).

A continuación, se muestran los diagramas de bode para los recubrimientos REM0, REM05, REM1, REM2, REM3 y REM5 inmersos en una solución de NaCl al 3% de concentración en peso. Primero veremos los recubrimientos en conjunto según el tiempo de inmersión que han pasado y el reporte de las lecturas de impedancia según la frecuencia indicada en las gráficas de bode. Después se muestra el comportamiento de cada muestra en una gráfica para cada una, y finalmente veremos el comportamiento de cada una en conjunto según el tiempo de inmersión al que se sometieron.

En la figura 23a se muestra el diagrama de bode de los recubrimientos REM0, REM05, REM1, REM2, REM3 y REM5 en un tiempo inicial de inmersión de 0 horas. Al inicio de la prueba los recubrimientos no muestran ningún daño aparente y se puede observar que los diagramas de Bode son similares entre sí. En la gráfica de Bode se puede ver que los recubrimientos REM0, REM1 y REM3 tienen valores de 13.74 M Ω , 10.98 M Ω y 11.46 M Ω respectivamente, y para REM05, REM2 y REM5 se tiene valores de 9.3 M Ω , 8.7 M Ω y 9 M Ω respectivamente, todos los valores de impedancia nos indican que el recubrimiento se encuentra en buen estado y que no hay corrosión.

En la figura 23b se puede observar que, a un tiempo de inmersión en el electrolito de 144 horas, el recubrimiento REM2 presenta un valor de impedancia de 0.53 M Ω , este valor es inferior al valor requerido de 1 M Ω de impedancia para garantizar que un recubrimiento proporciona protección a un sustrato, Entonces el recubrimiento REM2 falló a las 144 horas de inmersión en el electrolito, por lo que no proporciona protección al sustrato. En esta gráfica también se puede observar que el recubrimiento REM3 incrementó el valor de impedancia hasta 18.6 M Ω , mientras que los recubrimientos REM0, REM05, REM1 y REM5 mantuvieron valores de impedancia por arriba de 10 M Ω .

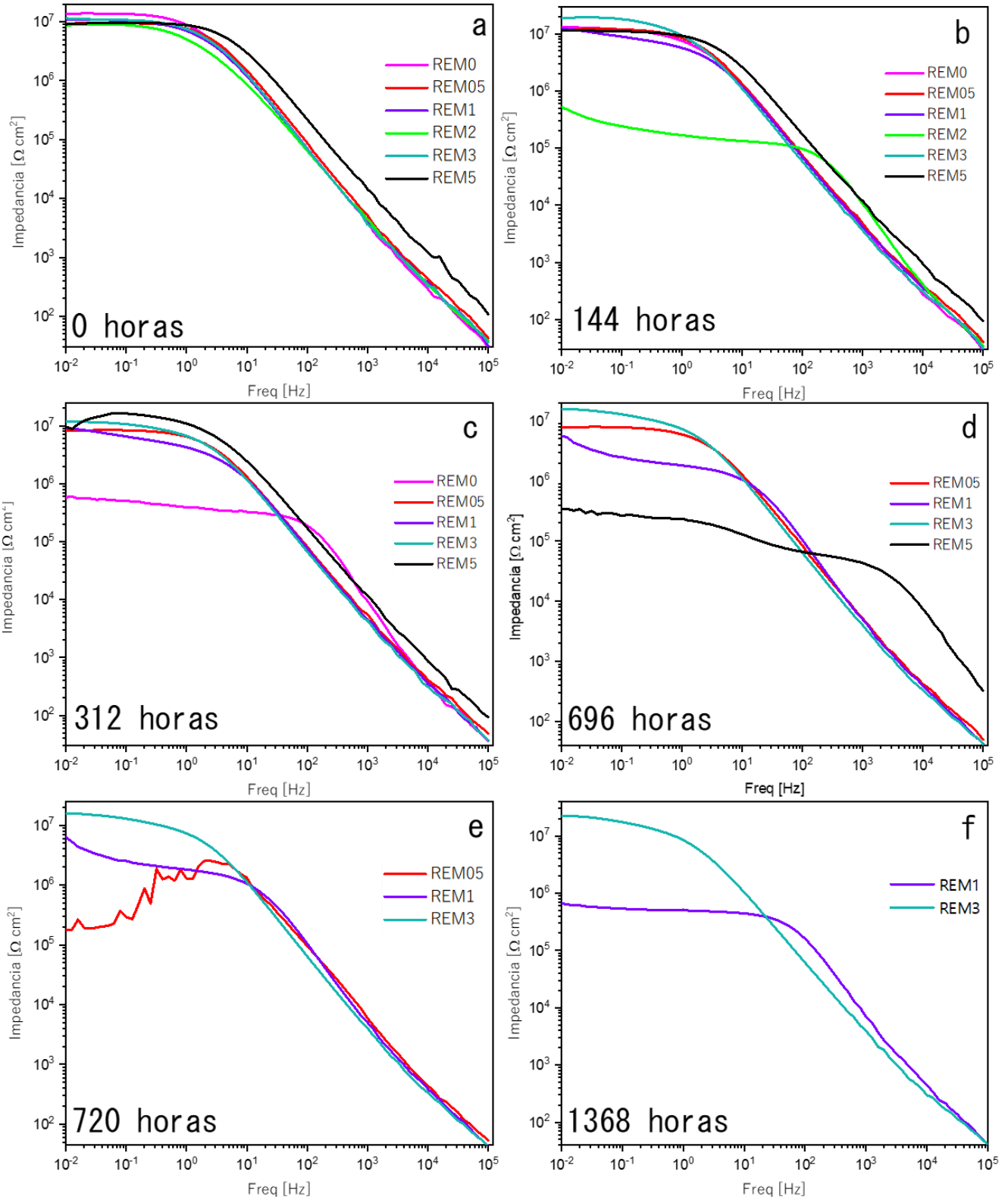


Figura 23. Diagramas de Bode para los recubrimientos REM0, REM05, REM1, REM2, REM3, Y REM5 a diferentes tiempos de inmersión en una solución de NaCl al 3% en peso.

En la figura 23c el recubrimiento REM0 presento una impedancia de 0.58 M Ω , después de 312 horas de inmersión en el electrolito, por lo que este recubrimiento ya falló y no proporciona protección al sustrato de acero al carbón. También se puede observar en la figura que el recubrimiento REM3 incrementó su impedancia hasta 11.7 M Ω , y el resto de los recubrimientos, REM05, REM1 y REM5 se mantiene con una impedancia menor a 10 M Ω .

La figura 23d revela que el recubrimiento REM5 disminuyo su impedancia hasta un valor de 0.34 M Ω en un tiempo de 696 horas de inmersión en la solución de NaCl al 3% en peso, lo que significa que ya falló y dejo de proporcionar protección al sustrato. El recubrimiento REM3 se mantiene con el más alto valor de impedancia de todos los recubrimientos, el cual se incrementó hasta un valor de 15.8 M Ω , mientras que los recubrimientos REM05 y REM1 se mantienen con valores de impedancia de 7.81 M Ω y 5.27 M Ω respectivamente los cuales siguen siendo valores aceptables de protección, sin embargo, se puede ver hay una tendencia de disminuir los valores de impedancia.

La figura 23e muestra los resultados de EIS a un tiempo de 720 horas de inmersión en el electrolito, se puede observar que el recubrimiento REM05 tiene una impedancia de 0.17 M Ω lo que indica que el recubrimiento presenta daño y ya no proporciona protección al sustrato metálico. El recubrimiento REM3 y REM1 continúan con una impedancia muy similar a la anterior.

Finalmente, en la figura 23f podemos observar que el recubrimiento REM1 presento una impedancia de 0.65 M Ω con 1368 horas de inmersión en el electrolito, esto indica que está dañado y ya no ofrece protección al sustrato, por otro lado, el recubrimiento REM3 presento una impedancia de 22.43 M Ω y aún continúa ofreciendo protección al sustrato metálico. Entonces estos resultados revelan que el REM 3 tuvo el mejor desempeño anticorrosivo.

Tabla 7. Impedancia en unidades de $M\Omega$ a una frecuencia de 0.01 Hz.

horas	REM0	REM05	REM1	REM2	REM3	REM5
0	13.74	9.31	10.98	8.73	11.46	9.08
144	13.08	11.67	12.38	0.52	18.62	11.46
312	0.58	8.24	9.13		11.75	9.49
696		7.81	5.27		15.80	0.34
720		0.17	5.26		15.80	
1368			0.65		22.43	

La tabla 7 presenta un resumen de los valores de impedancia para cada recubrimiento respecto al tiempo de inmersión, mismos datos que se muestran en los diagramas de la figura 22, estos valores se obtuvieron midiendo la impedancia a una frecuencia de 0.01 Hz.

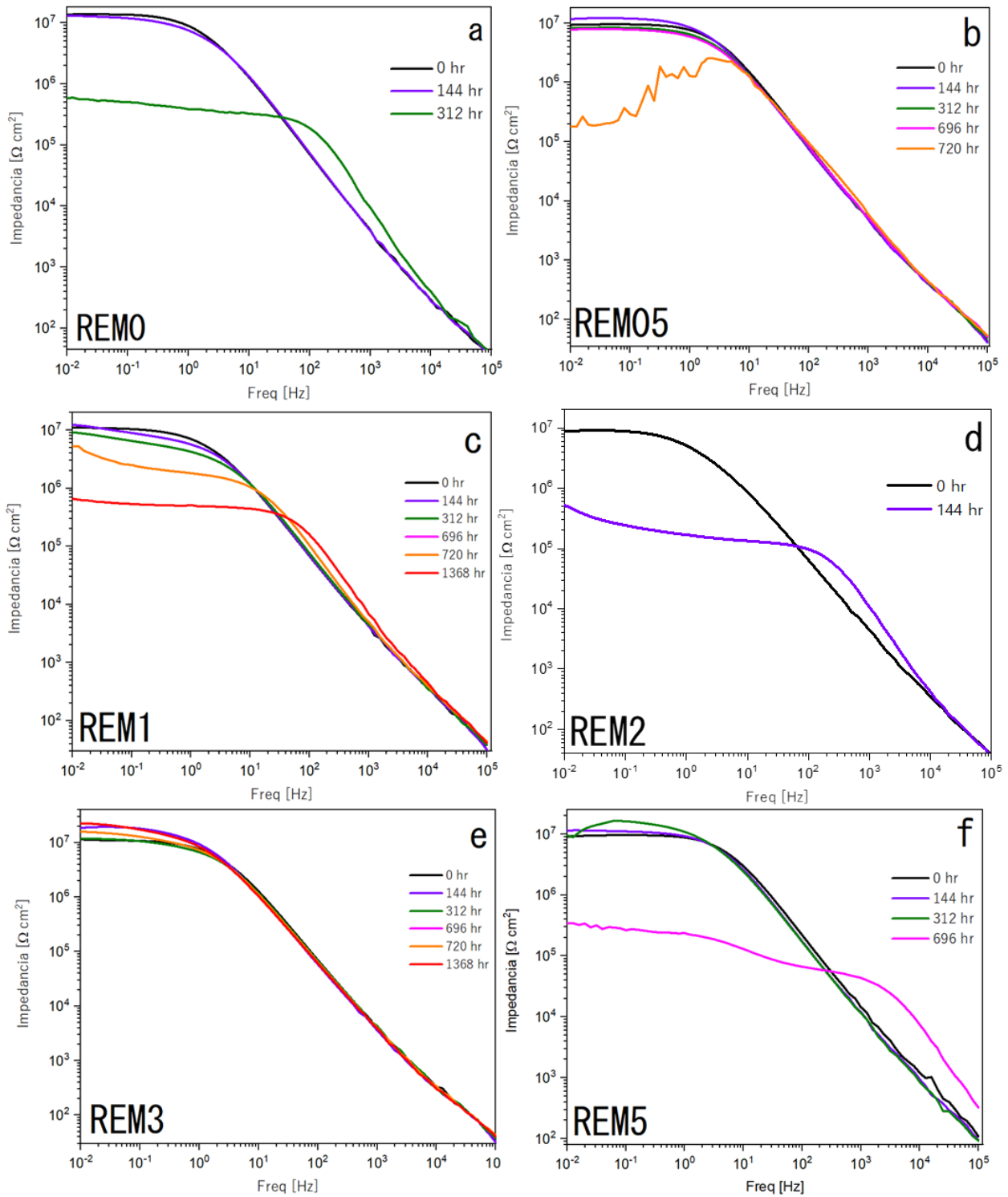


Figura 24. Diagrama de Bode para los recubrimientos REM0, REM05, REM1, REM2, REM3, Y REM5 a diferentes tiempos de inmersión.

La figura 24 muestra valores de impedancia por recubrimiento a diferentes tiempos de inmersión, de esta manera se puede observar el comportamiento de

cada recubrimiento de manera individual desde un tiempo de 0 horas hasta el tiempo de inmersión antes de presentar corrosión.

En la figura 24a se observa como el recubrimiento empieza en un tiempo 0 con 13.74 M Ω de impedancia, se mantiene con un valor de impedancia de 13.08 M Ω en un tiempo de inmersión de 144 horas y finalmente se daña con una impedancia de 0.58 M Ω en un tiempo de inmersión en el electrolito de 312 horas.

La figura 24b muestra que el comportamiento del recubrimiento REM0 empieza con una impedancia de 9.31 M Ω a 0 horas de inmersión y posteriormente se incrementa hasta 11.67 M Ω en un tiempo de 144 horas de inmersión, este comportamiento puede ser debido a la formación de productos de la corrosión los cuales tapan los poros y hacen la función de una barrera al paso de las especies corrosivas. Posteriormente los valores de impedancia disminuyen gradualmente de 8.24 M Ω a 7.81 M Ω en un lapso de 696 horas de inmersión, para finalmente presentar un cambio drástico después de 24 horas con una impedancia de 0.17 M Ω .

En la figura 24c se puede observar que el recubrimiento REM1 registra una impedancia de 10.98 M Ω en un tiempo de 0 horas de inmersión, aumenta su impedancia a 12.38 M Ω en 144 horas y empieza a descender gradualmente a 9.13 M Ω en 312 horas, después 5.27 M Ω en 696 horas y mantiene un valor de impedancia de 5.26 M Ω después de 720 horas de inmersión, y finalmente el recubrimiento dejó de brindar protección al sustrato después de 1368 horas de inmersión, ya que para este tiempo reporta un valor de impedancia de 0.65 M Ω .

El comportamiento de la figura REM2 se muestra en la figura 23d, el valor de impedancia en un tiempo de 0 horas es de 8.73 M Ω y después de 144 presenta daño con un valor de impedancia de 0.52 M Ω .

La figura 24 muestra el comportamiento de REM3, empieza con 11.46 M Ω en 0 horas, aumenta a 18.62 M Ω en 144 horas y luego reduce su valor a 11.75 M Ω en 312 horas para después seguir aumentando su valor de impedancia a 15.80 M Ω hasta llegar a un tiempo de 720 horas de inmersión en el electrolito, y finalmente

aumenta a 22.43 MΩ en 1368 horas. No presento daño alguno de corrosión durante este tiempo de inmersión en el electrolito confirmando que es el recubrimiento con el mejor desempeño anticorrosivo.

En la figura 24f se observan los valores del recubrimiento REM5 que reporta una impedancia inicial de 9.08 MΩ en 0 horas de inmersión, aumenta en 144 horas a una impedancia de 11.46 MΩ y luego reduce su valor a 9.49 MΩ en un tiempo de 312 horas de inmersión, finalmente reporta una impedancia de 0.34 MΩ en 696 horas lo que indica que para este tiempo el recubrimiento presenta daño.

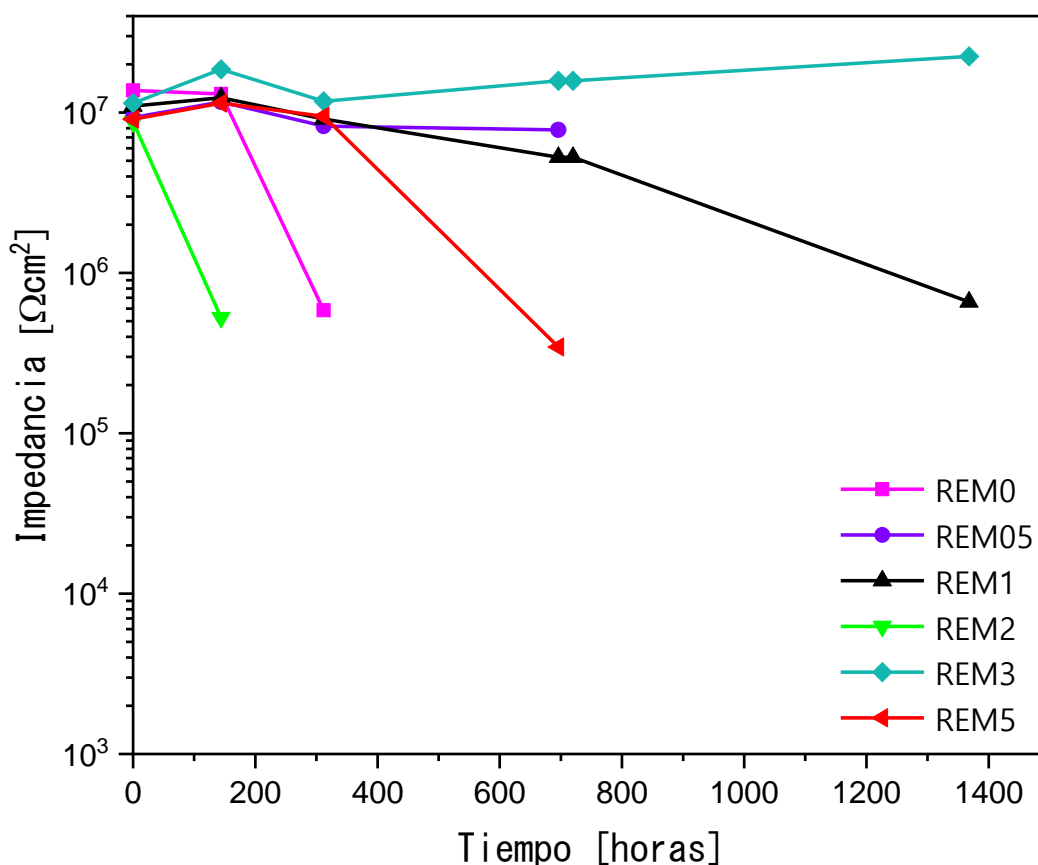


Figura 25. Evolución de la impedancia de los recubrimientos REM0, REM05, REM1, REM2, REM3, REM5, con respecto al tiempo de inmersión en una solución de NaCl al 3 % en peso.

En la figura 25 se muestra la evolución de la impedancia de los recubrimientos sintetizados con respecto al tiempo medidos a una frecuencia de 0.01 Hz y con respecto del tiempo de inmersión. El recubrimiento con los valores de impedancia más bajos durante la prueba de inmersión fue el REM2, y el recubrimiento con los

valores más altos de impedancia durante la prueba de inmersión fue REM3 ya que sus valores nunca estuvieron por debajo de $10 \text{ M}\Omega$ y es el que tuvo más tiempo de inmersión en el electrolito. Los recubrimientos REM0, REM1, REM4 y REM5 tuvieron valores de impedancia por debajo de los valores de REM3. También fallaron antes de que terminara la prueba de inmersión. En la misma gráfica también se observa que el recubrimiento REM3 sigue proporcionando protección al sustrato durante más de 1368 horas de inmersión, aún después de haber terminado la prueba de inmersión.

3.5 Método de prueba estándar para evaluar el grado de oxidación en superficies de acero de acuerdo con la Norma ASTM D 610-01.

En la figura 24 se observan los resultados de la evaluación visual utilizando la norma ASTM D 610-01 a diferentes tiempos de inmersión en una solución de NaCl al 3% en peso. La evaluación se realizó al mismo tiempo que se hacían las mediciones de espectroscopia de impedancia electroquímica.

Esta evaluación se basa en observar y analizar visualmente el grado de oxidación que existe en la superficie de cada recubrimiento en función del tiempo de inmersión y reportar en que tiempo de inmersión aparece el primer punto de corrosión.



Figura 26. Evaluación visual del grado de oxidación en superficies de acero recubiertas utilizando la norma ASTM D 610-01

En la figura 26 se muestran los recubrimientos REM0, REM05, REM1, REM2, REM3 y REM5 en un tiempo de inmersión en el electrolito de 0 horas, no presentan ningún tipo de imperfección ni tiene presencia de corrosión visualmente.



Figura 27. Evaluación visual del grado de oxidación en superficies de acero recubiertas utilizando la norma ASTM D 610-01

En la figura 27 se observan los mismos recubrimientos que en la figura 26, sin embargo, en la figura 27 han pasado 144 horas de inmersión en el electrolito y es el recubrimiento REM2 el que presenta los primeros puntos de corrosión, estos se delimitan en el área marcada en verde y se le da una clasificación de 9P según la norma, ya que son diversos puntos dispersos de baja intensidad ubicados en un costado del área expuesta.

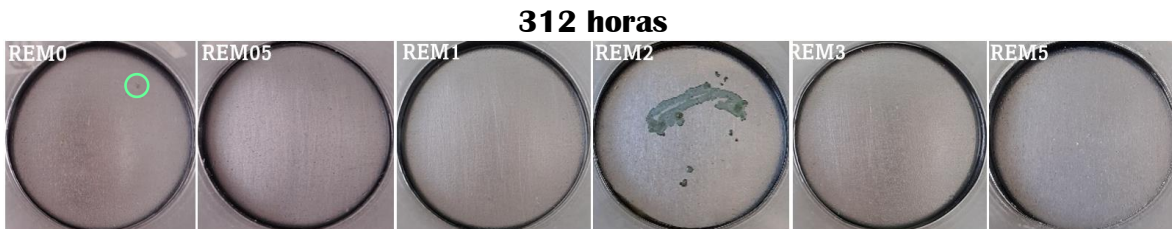


Figura 28. Evaluación visual del grado de oxidación en superficies de acero recubiertas utilizando la norma ASTM D 610-01

La figura 28 nos muestra los recubrimientos pasadas 312 horas de inmersión en el electrolito, y es el recubrimiento REM0 el que presenta un punto de corrosión que se clasifica como 9S según la norma ASTM D 610-01 ya que se presenta un solo punto de baja intensidad similar a una mancha, mientras que REM2 continúa presentando avances en la corrosión que se clasifica como 5S debido a que los primeros puntos se pronuncian más además de formar manchas de gran extensión.



Figura 29. Evaluación visual del grado de oxidación en superficies de acero recubiertas utilizando la norma ASTM D 610-01

Pasadas 696 horas de inmersión podemos observar en la figura 29 que REM5 presenta puntos de corrosión dispersos clasificados como 7G debido a que son puntos de corrosión pronunciados y dispersos. Mientras que REM0 continúa presentando puntos de corrosión con menor intensidad que se clasifican como 7G

ya que paso de una mancha a puntos dispersos, y finalmente REM2 muestra manchas de corrosión con mayor abundancia que se clasifican como 4S.



Figura 30. Evaluación visual del grado de oxidación en superficies de acero recubiertas utilizando la norma ASTM D 610-01

En la figura 30 se puede observar que, en un tiempo de inmersión en el electrolito de 720 horas, es el recubrimiento REM05 el que presenta su primer punto de corrosión que se puede clasificar como 8S ya que se presenta como una mancha de baja intensidad.

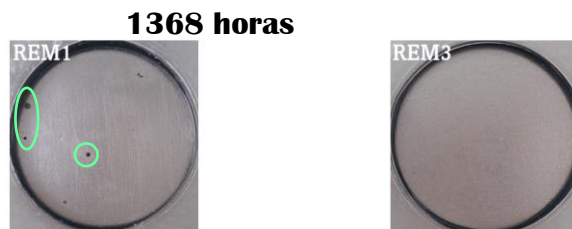
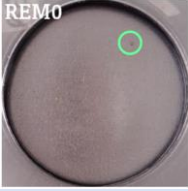

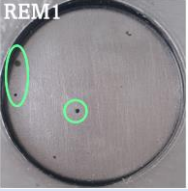
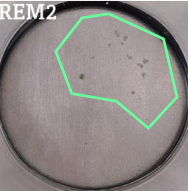
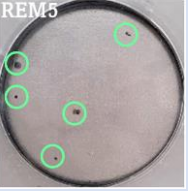
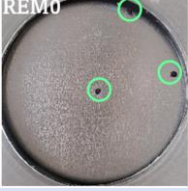




Figura 24. Evaluación visual del grado de oxidación en superficies de acero recubiertas utilizando la norma ASTM D 610-01

Finalmente, la figura 24 muestra la aparición de puntos de corrosión en el recubrimiento REM1 en un tiempo de inmersión en el electrolito de 1368 horas, este comportamiento de corrosión se puede clasificar como 8G ya que se presentan varios puntos dispersos de baja intensidad, y también podemos observar que el recubrimiento REM3 no presenta ningún rastro de corrosión en ningún momento.

Tabla 8. Clasificación según el grado de oxidación para los sustratos que presentaron oxidación.

REM0	REM05	REM1	REM2	REM5
				
9S	8S	8G	9P	7G
				
7G			5S	
				
			4S	

Después de evaluar visualmente los rastros de corrosión que se formaron en algunos recubrimientos se procede a aplicar la norma ASTM D 610-01, y en la tabla 8 se muestra la clasificación que se asigna de acuerdo con la norma ya mencionada

3.6 Métodos de prueba estándar para medir la adhesión por ensayo de cintas de acuerdo con la norma: ASTM D 3359-02.

La figura 29 muestra imágenes de los resultados cualitativos de la prueba de adhesión por ensayo de cinta utilizando la norma ASTM D 3359-02, de acuerdo a la norma se puede obtener el porcentaje de área removida de manera sencilla, ya que al hacer los cortes en forma de rejillas de 10 x 10 unidades, únicamente se requiere contar las partes dañadas. En la tabla 8 se muestran los resultados cuantitativos de la prueba de adhesión para los 6 recubrimientos sintetizados.

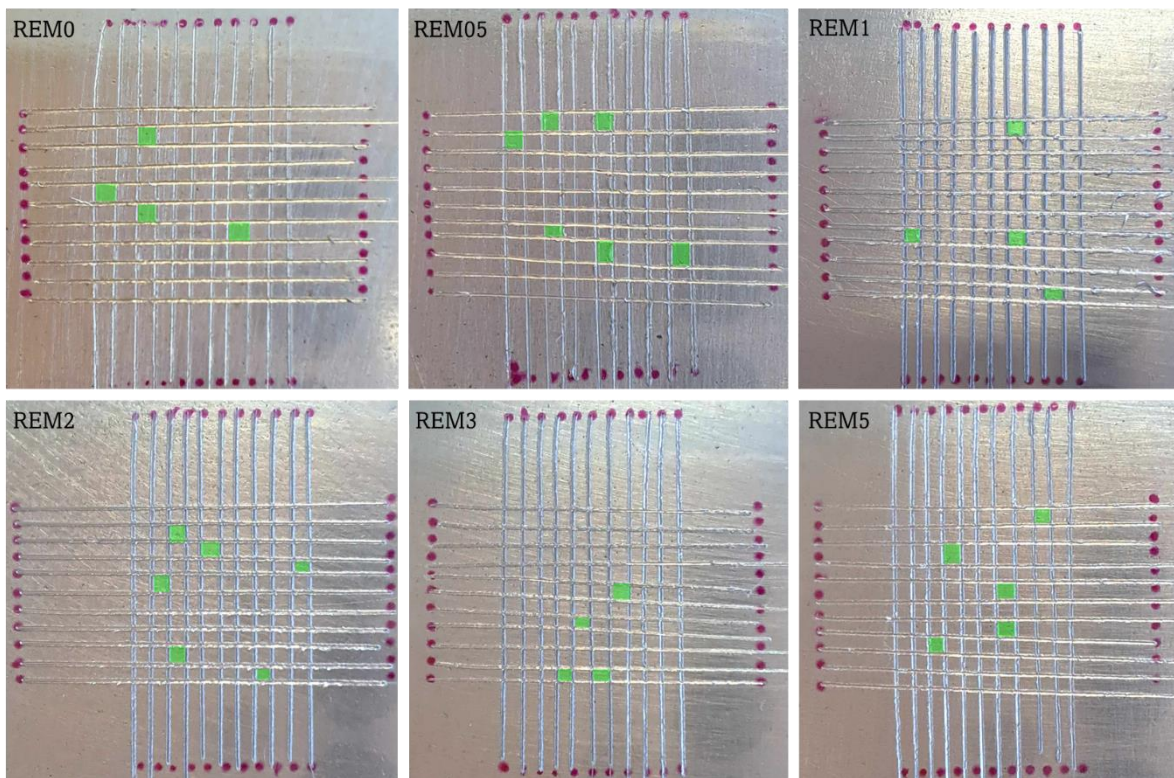


Figura 25. Comparación de recubrimientos evaluados con la prueba de adhesión.



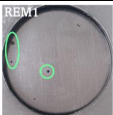


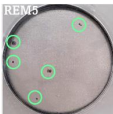
Tabla 9. Porcentaje de área removido para cada sustrato.

Recubrimiento	REM0	REM05	REM1	REM2	REM3	REM5
Porcentaje de área removida	4%	6%	4%	6%	4%	5%
Clasificación según la norma	4B [<5%]	3B [5%-15%]	4B [<5%]	3B [5%-15%]	4B [<5%]	3B [5%-15%]

Los resultados de la tabla 9 indican que todos los recubrimientos tienen un nivel muy similar de adhesión, el rango de adhesión se encuentra entre 6 y 4%. La muestra con el porcentaje de área removida más alto corresponde al recubrimiento REM05 Y REM2, con un valor de 6% para ambos, mientras que los recubrimientos con el porcentaje de área removida más bajo fueron REM0, REM1 Y REM3. En la tabla 9 también podemos observar los valores equivalentes al porcentaje de área removida en valores de acuerdo con la clasificación de la norma ARTM 3359-02. Estos resultados muestran que los recubrimientos a base de resina epóxica base agua tienen un adecuado nivel de adhesión hacia los sustratos de acero al carbón.

Resumen de resultados.

Tabla 10. Resumen de los resultados de las técnicas de caracterización aplicadas a los recubrimientos REM0, REM05, REM1, REM2, REM3 y REM5.

RECUBRIMIENTO	Técnica de caracterización								
	FTIR	SEM			Prueba de adhesión	EIS		Evaluación visual (ASTM D 610-01)	
	grupo oxirano (Reacción de curado)	Característica Superficie	Espesor recubrimiento [μm]	Interfase recubrimiento-sustrato	% de área removida	Impedancia del recubrimiento [$\text{M}\Omega$]	Horas de inmersión	Grado de oxidación	
REM0	Completa	Liso	39.6	Ok	4%	0.58	312	9S	
REM05	Completa	Liso	46.2	Ok	6%	0.18	720	8S	
REM1	Completa	Rugoso	48.4	Ligeramente defectuoso	4%	0.66	1368	8G	
REM2	Completa	Con poros y grietas	37.6	defectuoso	6%	0.53	144	9P	
REM3	Completa	Rugoso	49.7	Ok	4%	11.46	>1368	-	
REM5	Completa	Rugoso con poros	67.2	Ligeramente defectuoso	5%	0.34	696	7G	

En la tabla 10 se pueden observar los valores que resultaron de cada técnica de caracterización y se pueden relacionar los resultados obtenidos en cada prueba para cada recubrimiento. El peor recubrimiento fue el REM2, es el recubrimiento que falló primero, a las 144 horas de inmersión, se puede observar que en los resultados de SEM que es el único recubrimiento que presento poros y grietas al mismo tiempo, y su espesor es el más delgado en comparación con los demás recubrimientos además de que se pueden ver una ligera separación en la interfase sustrato-recubrimiento. Este parámetro es probablemente la razón por la que tuvo el menor tiempo de inmersión en el electrolito de NaCl, pues se dañó en un tiempo de 144 horas y visualmente también presento puntos de corrosión a este mismo tiempo.

En cambio, el mejor recubrimiento fue el REM3, a pesar de tener una superficie rugosa, el espesor del recubrimiento es de 49.7 μm , este valor se encuentra en el promedio del espesor de los recubrimientos sintetizados además de que la unión en la interfase entre el recubrimiento y el sustrato no presenta ningún defecto y la unión entre capas de resina tampoco muestra alguna imperfección, al no tener defectos considerables presento muy buenos resultados ya que estuvo más de 1368 horas de inmersión en el electrolito de NaCl sin presentar rastros de corrosión y el valor de impedancia que se obtuvo en ese tiempo fue de 11 $\text{M}\Omega$ a una frecuencia de 0.01 Hz, además de que el último dato reportado con una impedancia mayor a 10 $\text{M}\Omega$ fue en un tiempo de inmersión de 3240. Presentó un porcentaje bajo de área removida (4%) en la prueba de adhesión lo que quiere decir que este sistema de resina-montmorillonita presenta una muy buena adhesión hacia el sustrato metálico según la norma ASTM D 3359-02.

El recubrimiento que también presento buenos resultados es REM1 ya que en los datos de SEM este tiene un espesor de 48.4, similar a REM3 y aunque se muestra ligeramente defectuosa la interfase entre el recubrimiento y el sustrato no tiene poros, grietas o rayaduras en su superficie. El porcentaje de área removida es del 4% por lo que presenta muy buena adhesión hacia el sustrato metálico y presento daño en un tiempo de inmersión en el electrolito de 1368 horas. Sin

embargo, los valores de impedancia que presentaba fueron disminuyendo gradualmente durante el tiempo de inmersión en el electrolito en la evaluación de EIS.

Se podría mencionar que el espesor del recubrimiento que beneficia el aislamiento del sustrato hacia agentes corrosivos esta entre 45 y 50 μm pues tanto REM05, REM1 y REM3 tienen medidas dentro de este rango y presentaron buenos resultados. REM5 presenta un espesor de 67.2, este valor es más alto que los demás, sin embargo, fallo a las 696 horas de inmersión, este fallo pudo ser debido a una unión defectuosa de la interfase sustrato-recubrimiento, ya que las imágenes de SEM muestran ligeras separaciones entre las capas del recubrimiento y en la interfase del sustrato y el recubrimiento.

Los recubrimientos REM0 Y REM2 tienen un espesor de 37.6 y 39.6 μm respectivamente y es posible esta sea la razón por la que los agentes corrosivos interactuaron con el sustrato metálico en poco tiempo, ya que además de tener imperfecciones el espesor es de los más pequeños como en el caso de REM2, y aunque no presente alguna imperfección como en REM0 se tiene un espesor bajo y este carece de montmorillonita en su sistema permitiendo que los agentes corrosivos lleguen en un tiempo corto en comparación con los demás recubrimientos.

Conclusiones

Se sintetizó un recubrimiento anticorrosivo usando montmorillonita que es una arcilla laminar y con una resina epoxica base agua, a diferentes proporciones, lo cual se logró satisfactoriamente gracias a la metodología utilizada.

La síntesis de este recubrimiento se hizo a diferentes proporciones de resina epoxica-montmorillonita.

Con las pruebas de espectroscopia de infrarrojo con transformada de Fourier se comprobó que la resina logró un curado completo. Se caracterizó con microscopia electrónica de barrido para la evaluación de su superficie y el espesor de las capas de resina de cada muestra.

Se evaluaron las propiedades anticorrosivas de cada muestra con la técnica de espectroscopia de impedancia electroquímica, los resultados de EIS indicaron que el recubrimiento REM3 fue el que mejores resultados tuvo por lo tanto el más eficiente y optimo, y el recubrimiento con los resultados menos favorables fue REM2, lo cual coincide con las evaluaciones de grado de adhesión, oxidación y ampollamiento que se evaluaron tanto visualmente como en las imágenes que nos proporcionó la técnica de SEM.

Además, con las normas aplicadas y las técnicas físicas se puede deducir que el compuesto sintetizado de montmorillonita y resina epoxica base agua resulto ser adecuado para la aplicación en sustratos metálicos como el acero al carbón ya que se demostró que a una proporción de 3% de montmorillonita, retrasan el proceso de corrosión en materiales metálicos sin alterar alguna otra propiedad de la resina como su adhesión o la transparencia que posee naturalmente.

Bibliografía

1. Ávila, J., Genescá, J. (1996). *Más allá de la herrume*. Fondo de cultura económica México DF.
2. Carey, A., Sundberg, J. (2000). *Advance organic chemistry*, Springer Science, Business LLC, New York.
3. Carretero, M.I., Pozo, M. (2007). *Mineralogía aplicada*. México; Ed. Paraninfo.
4. Chen Y., Bai W., Chen J., et al. (2022) *In-situ intercalation of montmorillonite/urushiol titanium polymer nanocomposite for anti-corrosion and anti-aging of epoxy coatings*. Progress in Organic Coatings
5. Coderch F. J. (1999) Riesgos en el empleo de Resinas Epoxi. Tecnología en Marcha. Vol. 28, Nº 3, Julio-Setiembre. Pág 127-136.
6. Connor, N. (2021, agosto 26). Cuál es el precio de los aceros - Costos de los productos de acero - Definición. Material Properties. <https://material-properties.org/es/cual-es-el-precio-de-los-aceros-costos-de-los-productos-de-acero-definicion/>
7. Gómez J. (2004) EL PROBLEMA DE LA CORROSIÓN. Academia de Ciencias de la Región de Murcia. Recuperado de: <https://www.um.es/acc/el-problema-de-la-corrosion/>
8. Henriques R., Crelo J. y Soares B. (2024) Anti-corrosive and self-healing properties of epoxy coatings loaded with montmorillonite modified with zinc-based ionic liquid
9. Hung W., Chang K., Chang Y., y Yeh J. (2011) *Advanced Anticorrosive Coatings Prepared from Polymer-Clay Nanocomposite Materials* [Recubrimientos anticorrosivos avanzados preparados a partir de materiales nanocompuestos de arcilla polimérica]. Chung Yuan Christian University Taiwan.
10. INDUR. (2005) *Formulación De Sistemas Epoxi*, Los Ceibos 455, Boulogne Sur Mer Porv. Bs. As.- Argetina.

11. J. L. Varela Caselis, E. Rubio Rosas, J. D. Santamaría Juárez, J. A. Galicia Aguilar, M. Sánchez Cantú, O. Olivares Xometl & M. Morales Sánchez (2018) *The use of montmorillonite organoclay in preparation of UV-cured DGBA epoxy anticorrosive coatings*, Corrosion Engineering, Science and Technology, 53:5, 362-369, DOI: 10.1080/1478422X.2018.1474329
12. Kowalczyk K., y Spychaj T. (2008) Epoxy coatings with modified montmorillonites [Recubrimientos epoxy con montmorillonita modificada]
13. La incursión. (2022) EL GRAN ENEMIGO DE LAS INDUSTRIAS. Blog, Insumos industriales. Recuperado de: <https://www.laincursion.com.ar/blog/el-gran-enemigo-de-las-industrias>
14. León J, (2010) Economía Aplicada. UNIVERSIDAD NACIONAL DEL CALLAO. Vicerrectorado de Investigación
15. Loveday D., Peterson P., & Rodgers B. (2004) *Evaluation of Organic Coatings with Electrochemical Impedance Spectroscopy Part 1: Fundamentals of Electrochemical Impedance Spectroscopy*. Gamry Instruments. JCT Coatings Tech.
16. Loveday D., Peterson P., & Rodgers B. (2004) *Evaluation of Organic Coatings with Electrochemical Impedance Spectroscopy Part 2: Application off EIS to Coatings*. Gamry Instruments. JCT Coatings Tech.
17. Loveday D., Peterson P., & Rodgers B. (2005) *Evaluation of Organic Coatings with Electrochemical Impedance Spectroscopy Part 3: Protocols for Testing Coatings with EIS*. Gamry Instruments. JCT Coatings Tech.
18. Morancho J. M., (1996) ESTUDIO DEL CURADO DE MATERIALES COMPUESTOS POR UN SISTEMA EPOXI Y PARTÍCULAS ELASTOMÉRICAS, Memoria para obtener el grado de Doctor en Ciencias Químicas. Universidad Politécnica de Catalunya, Barcelona.
19. Popov B. N. (2015) Chapter 1. *Evaluation of Corrosion. Corrosion Engineering Principles and Solved Problems*. Pages 1-28. Recuperado de: [Evaluation of Corrosion - ScienceDirect](#)
20. Rawat A., Karade S., y Thapliyal P. (2023) *Mechanism of inhibitors in control of corrosión of Steel in concrete*. Materials Today: Proceedings.

21. Renau J., & Faura M. (s.a.) *Principios básicos del Microscopio Electrónico de Barrido. Sección de Microscopía Electrónica*. Centro de investigación. Hospital “LaFé”. Recuperado el 19 de febrero de 2024, de <https://core.ac.uk/download/pdf/61904764.pdf>
22. Salazar J.A. (2015) *Introducción al fenómeno de corrosión: tipos, factores que influyen y control para la protección de materiales (Nota técnica)*. Tecnología en Marcha. Vol. 28, Nº 3, Julio-Setiembre. Pág 127-136.
23. Shokri A., y Sanavi M. (2022) *Corrosion in seawater desalination industry: A critical analysis of impacts and mitigation strategies*.
24. SIEMCALSA. (2018) *LOS METALES EN CASTILLA Y LEÓN*, primera edición, Junta de Castilla y León.
25. ThermoFisher (2022) *Introduction to Fourier Transform Infrared Spectroscopy*. Thermo scientific.
26. Varela J., Santamaría J., Galicia J., Domínguez M., Rubio E., Mendoza J., y Sánchez M. (2021) *Effect of addition of non-functionalized graphene oxide in a commercial epoxy resin used as coating* [Efecto de la adición de óxido de grafeno no funcionalizado en una resina epoxi comercial utilizada como recubrimiento] *Materials Science-Poland*, 39(4), pp. 467-477.
27. Xiangyu Hou et al (2018) *Corrosion and Protection of Metal in the Seawater Desalination* [Corrosión y protección de metal en agua de mar. Desalinización] *IOP Conf. Ser.: Earth Environ*.