

TEMA

“EVALUACIÓN DE LA PROTECCIÓN A LA CORROSIÓN EN EL ACERO DE REFUERZO IMPLEMENTANDO RECUBRIMIENTOS A BASE DE NANOTUBOS DE CARBONO ADICIONADO CON ZINC NTC-Zn COMO PROTECCIÓN CATÓDICA”.

TESIS

**PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
MAESTRO EN CONSTRUCCIÓN**

PRESENTA

ARQ. ABRAHAM GÓMEZ FIGUEROA

DIRECTOR: DR. JULIO CÉSAR CRUZ ARGÜELLO

ASESOR: DRA. DANNA LIZETH ARROYO TREJO

ASESOR: M.C. ALBERTO YELADAQUI TELLO

CHETUMAL, QUINTANA ROO, MÉXICO, NOVIEMBRE DE 2017

**“SOMOS LO QUE HACEMOS REPETIDAMENTE. LA EXCELENCIA
ENTONCES NO ES UN ACTO; ES UN HÁBITO”**

« Aristóteles »

**“NECESITAMOS ESPECIALMENTE DE LA IMAGINACIÓN EN LAS
CIENCIAS. NO TODO ES MATEMÁTICAS Y NO TODO ES SIMPLE
LÓGICA, TAMBIÉN SE TRATA DE UN POCO DE BELLEZA Y POESÍA”**

« María Montessori »

AGRADECIMIENTOS

Agradezco a mis padres Rogelio Gómez Flores y Saturnina Figueroa Corral por siempre brindarme el apoyo y aliento para seguir adelante en una etapa más de mis logros profesionales, por hacer de mi un hombre de bien, por su cariño y afecto incondicional, por guiarme por el sendero de correcto durante mi niñez, juventud y vida adulta, por último y no menos importante por siempre concederme completa libertad de elección en lo que desee realizar en cada paso de mi vida, por todo ello de todo corazón mil gracias.

A mi hermana Paola por ser más que una hermana una gran amiga, por sus sabios consejos, por apoyarme cuando lo necesite, por estar ahí cada día preguntando como iba, en verdad muchas gracias.

Un agradecimiento en especial a mi director de tesis el Doctor Julio César Cruz Argüello, por sus enseñanzas y su guía durante el desarrollo de este trabajo, por su amistad y su confianza más allá del ámbito académico.

Al Doctor Juan Francisco Pérez Robles y a todo su equipo de colaboradores en Cinvestav campus Querétaro por hacer posible mi estancia en su centro de investigación, su apoyo fue fundamental para la realización de esta investigación.

Agradezco también a todo el cuerpo académico correspondiente al departamento de posgrado en construcción del ITCh, a el TecNM y al Conacyt por su programa en conjunto 1000 jóvenes en la ciencia que me brindó la oportunidad de continuar una vez más con mis estudios.

Un reconocimiento especial a mis compañeros de posgrado que con gran esfuerzo se encuentran al igual que yo, en búsqueda de concluir una etapa más de su vida profesional, con ellos compartí más que solo un aula de clases, desvelos, vivencias y una amistad fraternal que espero perdure por años.

ÍNDICE

ÍNDICE DE TABLAS Y FIGURAS	VI
RESUMEN	XI
ABSTRACT	XII
INTRODUCCIÓN	XIII
CAPÍTULO 1 FUNDAMENTOS	1
1.1.- ANTECEDENTES.....	2
1.2.-IDENTIFICACIÓN DEL PROBLEMA.....	4
1.3.- MARCO TEÓRICO.....	5
1.4. - HIPÓTESIS.....	11
1.5.- OBJETIVOS.....	11
1.6.- JUSTIFICACIÓN.....	12
1.7.- VIABILIDAD.....	13
CAPÍTULO 2 DISEÑO DE LA INVESTIGACIÓN	15
2.1.- METODOLOGÍA	15
2.2.-CARACTERIZAR FÍSICOQUÍMICAMENTE LAS NANOPARTÍCULAS DE NTC-ZN.....	21
2.3.-OBTENER LOS PARÁMETROS ELECTROQUÍMICOS DE CORROSIÓN ACELERADA EN UN MEDIO ALCALINO MEDIANTE TÉCNICAS ELECTROQUÍMICAS.....	23
2.4.-DETERMINAR LA CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA DEL PRODUCTO RESULTANTE MEDIANTE LA TÉCNICA DE CUATRO PUNTAS.....	23
2.5.-GENERAR UN ESMALTE A BASE DE NTC-ZN COMO PROTECTOR CATÓDICO PARA ACEROS DE REFUERZOS PARA AMBIENTES ALCALINOS.....	25
CAPÍTULO 3 TRABAJO DE LABORATORIO	26
3.- DESARROLLO DE LA INVESTIGACIÓN.....	27
3.1.-SÍNTESIS DE NANOTUBOS DE CARBONO NTC.....	27
3.2.- CARACTERIZACIÓN NTC-ZN.....	31
3.2.2.- CARACTERIZACIÓN DEL COMPUESTO CNT-Zn MEDIANTE ESPECTROSCOPIA RAMAN.....	33
3.3.3.- CARACTERIZACIÓN DEL COMPUESTO CNT-Zn MEDIANTE DIFRACCIÓN DE RAYOS X.....	35
3.3.4.-PREPARACIÓN DE BLANCOS DE TRABAJO.....	37
3.3.5.-PINTADO DE BLANCOS DE TRABAJO.....	38
3.3.6.-GENERACIÓN DE RECUBRIMIENTO ANTICORROSIVO A BASE DE COMPUESTO NTC-Zn COMO SOLUTO (PIGMENTO) Y SOLVENTES.....	38
3.3.7.-CREACIÓN Y MONTAJE DE CELDA ELECTROQUÍMICA.....	39

CAPÍTULO 4 ANÁLISIS DE RESULTADOS	41
4.1.- PRUEBAS ELECTROQUÍMICAS.	42
4.2.- PRUEBAS DE VOLTAMPEROMETRÍA CÍCLICA.....	42
4.2.1.- MUESTRA BLANCO.....	42
4.2.2.- MUESTRA ANTICORROSIVO COMERCIAL	50
4.2.3.- MUESTRA ANTICORROSIVO CNT-ZN 20:80	60
4.2.4.- MUESTRA ANTICORROSIVO CNT-ZN 80:20	65
4.2.5.- MUESTRA ANTICORROSIVO CNT-ZN 50:50	72
4.3.- PRUEBAS DE VOLTAMPEROMETRÍA LINEAL Y ESPECTROSCOPIA DE IMPEDANCIA ELECTROQUÍMICA.....	87
4.3.1.- MUESTRA BLANCO.....	87
4.3.2.- MUESTRA ANTICORROSIVO COMERCIAL	90
4.3.3.- MUESTRA NTC-ZN 20:80	95
4.3.4.- MUESTRA NTC-ZN 80:20	99
4.3.5.- MUESTRA NTC-ZN 50:50	103
ANÁLISIS DE RESULTADOS Y RECOMENDACIONES	110
APÉNDICES /ANEXOS	113
BIBLIOGRAFÍA.	119

ÍNDICE DE TABLAS Y FIGURAS

TABLAS

Tabla 4.1.- Mediciones electroquímicas en el electrodo de trabajo (muestra blanco). Fuente: Elaboración propia	89
Tabla 4.2.- Mediciones electroquímicas en el electrodo de trabajo (muestra comercial). Fuente: Elaboración propia.....	94
Tabla 4.3.- Mediciones electroquímicas en el electrodo de trabajo (muestra NTC-Zn 20:80). Fuente: Elaboración propia.	98
Tabla 4.4.- Mediciones electroquímicas en el electrodo de trabajo (muestra NTC-Zn 80:20). Fuente: Elaboración propia	102
Tabla 4.5.- Mediciones electroquímicas en el electrodo de trabajo (muestra NTC-Zn 50:50). Fuente: Elaboración propia.	109

FIGURAS

Figura 2.1.- Esquema general del proceso de Síntesis realizado: Síntesis de NTC-Zn por Deposición Química de Vapor(DQV).....	19
Figura 2.2.- Campo, T. (2012), ejemplo de Síntesis y caracterización de nanotubos de carbono y nanohilos de silicio: Aplicaciones tecnológicas, Síntesis de nanotubos de carbono por DQV.	20
Figura 2.3.- Esquema general del proceso de análisis de corrosión acelerada (celda electroquímica).	24
Figura 3.1.- Reactor marca Thermolyne modelo 79400 Tube Furnace utilizado durante el proceso de síntesis de los nanotubos de carbono NTC.....	27
Figura 3.2.- Proceso de oxidación y filtración de los Nanotubos de Carbono recién funcionalizados.	29
Figura 3.3.- Equipo de Sonoquímica utilizado en el proceso de reducción del compuesto CNT-Zn.	30
Figura 3.4.- Imágenes SEM de los compósitos CNT-Zn en las relaciones 80-20 (a), 50-50 (b) y 20-80 (c y d)	32
Figura 3.5.- Análisis RAMAN de los compósitos de CNT-Zn con las relaciones del 20 y 80% de Zinc.	34
Figura 3.6.- Gráficas de Cristalografía de rayos X del compuesto NTC-Zn 20:80.	35
Figura 3.7.- Gráficas de Cristalografía de rayos X del compuesto NTC-Zn 50:50	35
Figura 3.8.- Gráficas de Cristalografía de rayos X del compuesto NTC-Zn 80/20.	36
Figura 3.9.- a) Obtención de muestras blanco de 8cm de largo. b) Decapado de muestras de acero al carbón de 3/8 en HCL10% c) Varillas de acero después del proceso de decapado.	

d) Muestra de varillas “blanco” ya pulidas y listas para su utilización como electrodo de trabajo	37
Figura 3.10 Muestras recubiertas con pintura alquídica.	38
Figura 3.11 a) Potenciostato marca Bio-Logic SP 150, b) Montaje de celda electroquímica tipo.....	40
Figura 4.1.- a) Voltamperometría cíclica de muestra blanco a 2 ciclos de limpieza en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH en concentración 30:70 a temperatura ambiente. Fig. 4.1 b) Microscopía óptica a 400x. Fuente: Elaboración propia.	43
Figura 4.2.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (blanco) a 10 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x. Fuente: Elaboración propia	45
Figura 4.3.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (blanco) a 20 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x. Fuente: Elaboración propia.	46
Figura 4.4.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (blanco) a 40 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x. Fuente: Elaboración propia	47
Figura 4.5.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (blanco) a 100 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x. Fuente: Elaboración propia.	48
Figura 4.6.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (blanco) a 120 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x. Fuente: Elaboración propia	49
Figura 4.7.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (comercial) a 2 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.....	50
Figura 4.8.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (comercial) a 10 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.....	52
Figura 4.9.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (comercial) a 20 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.....	53
Figura 4.10.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (comercial) a 40 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.....	54
Figura 4.11.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (comercial) a 100 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.....	55
Figura 4.12.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (comercial)	

a 200 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.....	56
Figura 4.13.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (comercial) a 500 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.....	57
Figura 4.14.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (comercial) a 1000 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.	58
Figura 4.15.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (comercial) a 1500 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.	59
Figura 4.16.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 20:80) a 2 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.	60
Figura 4.17.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 20:80) a 10 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.	62
Figura 4.18.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 20:80) a 20 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.	63
Figura 4.19.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 20:80) a 40 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.	64
Figura 4.20.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 80:20) a 2 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.	65
Figura 4.21.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 80:20) a 10 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.	67
Figura 4.22.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 80:20) a 20 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.	68
Figura 4.23.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 80:20) a 40 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.	69
Figura 4.24.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 80:20) a 100 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.	70
Figura 4.25.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 80:20) a 200 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.	71
Figura 4.26.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 50:50) a 2 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.	72
Figura 4.27.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo	

(CNT-Zn 50:50) a 10 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.	74
Figura 4.28.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 50:50) a 20 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.	75
Figura 4.29.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 50:50) a 40 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.	76
Figura 4.30.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 50:50) a 100 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.	77
Figura 4.31.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 50:50) a 200 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.	78
Figura 4.32.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 50:50) a 500 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.	79
Figura 4.33.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 50:50) a 1000 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.	80
Figura 4.34.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 50:50) a 1500 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.	81
Figura 4.35.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 50:50) a 2000 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.	82
Figura 4.36.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 50:50) a 2700 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.	83
Figura 4.37.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 50:50) a 3000 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.	84
Figura 4.38.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 50:50) a 3500 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.	85
Figura 4.39.- a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 50:50) a 4000 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.	86
Figura 4.40.- Voltamperometría lineal en el electrodo de trabajo (muestra blanco a 2, 10, 100 y 120 ciclos) en una solución a 0.5 M de NaCl y 0.063 M de NaOH (30:70) a temperatura ambiente. Fuente elaboración propia.....	88
Figura 4.41.- Espectroscopía de Impedancia Electroquímica en el electrodo de trabajo (muestra blanco a 2, 10, 100 y 120 ciclos) en una solución a 0.5 M de NaCl y 0.063 M de NaOH (30:70) a temperatura ambiente.	

Fuente elaboración propia.....	89
Figura 4.42.- Voltamperometría lineal en el electrodo de trabajo (muestra comercial a 2, 10, 100, 500, 1000 y 1500 ciclos) en una solución a 0.5 M de NaCl y 0.063 M de NaOH (30:70) a temperatura ambiente Fuente elaboración propia.....	92
Figura 4.43.- Espectroscopía de Impedancia Electroquímica en el electrodo de trabajo (muestra comercial a 2, 10, 20, 40, 100, 200, 500, 1000 y 1500 ciclos) en una solución a 0.5 M de NaCl y 0.063 M de NaOH (30:70) a temperatura ambiente. Fuente elaboración propia.	93
Figura 4.44.- Voltamperometría lineal en el electrodo de trabajo (muestra NTC-Zn 20:80 a 2, 10, 20 y 40 ciclos) en una solución a 0.5 M de NaCl y 0.063 M de NaOH (30:70) a temperatura ambiente. Fuente elaboración propia.....	96
Figura 4.45.- Espectroscopía de Impedancia Electroquímica en el electrodo de trabajo (muestra NTC-Zn 20:80 a 2, 10, 20 y 40 ciclos) en una solución a 0.5 M de NaCl y 0.063 M de NaOH (30:70) a temperatura ambiente. Fuente elaboración propia.....	97
Figura 4.46.- Voltamperometría lineal en el electrodo de trabajo (muestra NTC-Zn 80:20 a 2, 10, 100 y 200 ciclos) en una solución a 0.5 M de NaCl y 0.063 M de NaOH (30:70) a temperatura ambiente. Fuente elaboración propia.....	100
Figura 4.47.- Espectroscopía de Impedancia Electroquímica en el electrodo de trabajo (muestra NTC-Zn 80:20 a 2, 10, 100 y 200 ciclos) en una solución a 0.5 M de NaCl y 0.063 M de NaOH (30:70) a temperatura ambiente. Fuente elaboración propia.....	101
Figura 4.48.- Voltamperometría lineal en el electrodo de trabajo (muestra NTC-Zn 50:50 a 2, 10, 100, 200, 500, 1000, 1500, 2000, 2700, 3000, 3500 Y 4000 ciclos) en una solución a 0.5 M de NaCl y 0.063 M de NaOH (30:70) a temperatura ambiente. Fuente elaboración propia.	107
Figura 4.49.- Espectroscopía de Impedancia Electroquímica en el electrodo de trabajo (muestra NTC-Zn 50:50 a 2, 10, 100, 200, 500, 1000, 1500, 2000, 2700, 3000, 3500 Y 4000 ciclos) en una solución a 0.5 M de NaCl y 0.063 M de NaOH (30:70) a temperatura ambiente. Fuente elaboración propia.....	108

RESUMEN

Desde los primeros estudios derivados de la corrosión y sus problemáticas se ha indagado acerca del modo en que se puede optimizar la vida útil de los sistemas anticorrosivos ya sean dados por protección catódica o de aislamiento y recubrimiento de superficies. En la presente investigación se sintetizaron y caracterizaron compuestos a base de nanotubos de carbono de pared múltiple (MWNTC) y nanopartículas de Zinc en concentraciones 80:20, 50:50 y 20:80 para la posterior elaboración de un recubrimiento anticorrosivo con mejoras en la eficiencia contra los problemas de corrosión.

El proceso de síntesis de los NTC's se realizó por medio de la Deposición Química de Vapor (DQV), el precursor utilizado fue Acetileno (C_2H_2) y el catalizador empleado fue una mezcla de Hierro (Fe) y Cobalto (Co); para la funcionalización-reducción de los Nanotubos de Carbono con Zinc se utilizó como precursor Cloruro de Zinc ($ZnCl_2$) y Borihídruro de Sodio como agente reductor.

Los compuestos sintetizados fueron aplicados como recubrimiento anticorrosivo y fueron sometidos a pruebas electroquímicas de corrosión acelerada con el fin de determinar su durabilidad contra agentes alcalinos que propician y generan oxidación y corrosión en el acero de refuerzo además de problemas de lixiviación en estructuras de concreto armado, los resultados fueron comparados contra recubrimientos anticorrosivos comerciales con el fin de conocer las ventajas de un recubrimiento sobre el otro.

Los resultados expuestos al término de este estudio, determinaron que el compuesto NTC-Zn en concentración (50:50) fue superior a las concentraciones NTC-Zn (80:20 y 20:80) al alcanzar los 4000 ciclos de voltamperometría cíclica con una velocidad de corrosión de 8.6423 milímetros/año.

ABSTRACT.

Since the origin of corrosion studies and his problematics has been inquired about the way how to optimize the useful life of the anticorrosive system, whether given by cathodic protection or the isolation and surface coating. In the present investigation was synthesized and characterized a composite of Multiwalled Carbon Nanotubes (MWCNT) and Zinc nanoparticles in three different concentrations 80:20, 50:50 and 20:80 for further conducting an anticorrosive coating with efficiency improvements against corrosion problems.

The synthesis process of MWCNT was made by Chemical Vapor Deposition (CVD), the precursor used was acetylene (C_2H_2) and the catalyst employed was a proportional mix of iron(Fe) and Cobalt (Co); for the functionalization/reduction of the CNT-Zn the precursor employed of Zinc was Chloride Zinc and borohydride sodium $NaBH_4$ as reducing agent.

The synthesized compounds were applied as anticorrosive coatings and were subjected to accelerated corrosion electrochemical tests in order to determine their durability against alkaline agents that promote and generate oxidation and corrosion in reinforcing steel also to leaching problems in reinforced concrete structures, the results were compared against commercial anticorrosive coatings in order to know the advantages of one coating over the other.

The results at the end of this study determined that the compound NTC-Zn in concentration (50:50) were higher than 4000 cycles of cyclic voltammetry with a corrosion rate of 8.6423 mm / year.

INTRODUCCIÓN.

Los problemas originados por corrosión en metales han sido caso de estudio desde 1824, con el descubrimiento de la protección catódica por ánodo de sacrificio discreto y hasta nuestros días con el desarrollo de sistemas de galvanizado, recubrimientos aislantes, sistemas pasivación por pH(dentro de concretos armados), u sistemas de protección catódica por corriente impresa, todos ellos encausados a disminuir los procesos de oxidación y posterior corrosión de los diversos materiales metálicos que se encuentran en contacto con agentes alcalinos de forma constante.

Con el auge de las nuevas tecnologías, se ha volteado a ver distintas opciones en lo que respecta a los materiales que comúnmente se pueden utilizar en los sistemas anticorrosivos (Zinc Zn, Aluminio Al, Magnesio Mg, polímeros), una de ellas es el uso de nanotubos de carbono debido a sus diversas propiedades, como son la capacidad de dispersión que poseen al ser funcionalizados, sus características semiconductoras y el reducido tamaño de poro presente en su morfología regularmente.

En investigaciones previas desarrolladas en el Instituto Tecnológico de Chetumal se sintetizó un recubrimiento anticorrosivo que posee características duales en el retraso de la corrosión, el fenómeno de protección catódica por ánodo de sacrificio y el recubrimiento dieléctrico al ser un compuesto base derivado de un polímero. El compuesto base consistió en la creación de una pintura anticorrosiva a base de nanotubos de carbono de pared múltiple y pintura alquidálica comercial.

Con el fin de desarrollar un incremento en la vida útil del acero de refuerzo se propuso realizar una segunda etapa de investigación en la cual se propone elaborar un recubrimiento anticorrosivo que, de igual manera posea propiedades aislantes y de protección catódica, con la diferencia fundamental de implementar en el compuesto materiales que por su naturaleza tienen menor diferencia de potencial al sustrato metálico a proteger. Uno de los más utilizados en el medio comercial y que debido a sus características en relación al costo-beneficio resulta ser ideal, es el Zinc.

Se propone entonces la síntesis de un recubrimiento anticorrosivo compuesto por Nanotubos de Carbono de Pared Múltiple y Nanopartículas de Zinc NTC-Zn, se planteó en tres distintas concentraciones (80:20, 50:50, 20:80), para determinar cual resulta ser de mayor efectividad y con la expectativa de generar un compuesto que por sus características posea un aumento significativo en la vida útil (micras/año), sin presentar signos significativos de corrosión.

CAPÍTULO 1

FUNDAMENTOS

1.1.- ANTECEDENTES.

La construcción de edificios, puentes, pavimentos, presas o cualquier tipo de obra civil es una práctica que se realiza diariamente en entorno urbano que nos rodea, son obras que por su naturaleza requieren ser muy duraderas y confiables, en todas ellas o en la mayoría de los casos se implementan métodos constructivos que utilizan concreto armado, ello hace de este compuesto, el material más usado en la construcción y por tanto su durabilidad juega un papel fundamental, para ello se han desarrollado distintos procedimientos que prolongan la vida en servicio de estructuras de concreto reforzado, dichos procedimientos se pueden clasificar en: aceros de refuerzo con recubrimientos (galvanizado, pinturas epóxicas o alquidáticas, aceros inoxidable), inhibidores de corrosión (NO_3 , compuestos de arsénico o antimonio o mezcla de ambos) y Protección catódica (ánodos de sacrificio embebidos y externos así como sistemas de protección catódica por corriente impresa), (Valle, A. 2006), todos ellos con la primicia fundamental de evitar la generación o propagación de la corrosión en las vigas de acero implementadas para en la creación de concreto armado, disminuir gastos por restauración y en general aumentar la vida útil del acero en las diversas disciplinas donde este se emplea.

El método más usual para la conservación de estructuras de concreto que contengan acero de refuerzo es la protección catódica, técnica que se emplea desde el siglo XIX. En 1824 Sir Humphry Davy implemento dicho método para proteger los cascos de cobre de los barcos, utilizando ánodos de hierro para detener la acción corrosiva de los cloruros presentes en el océano; dicho principio de protección a la corrosión propicio una investigación más profunda del tema y así fue como en 1840 Robert Mallet produjo una aleación rica en Zinc para la aplicación en ánodos de sacrificio. (Valle-Moreno, 2006). El empleo del Zinc, sobre el aluminio o el magnesio, es debido a que dicho material resulta tener una diferencia de potencial negativo, más alta que el hierro o el acero (se corroe con mayor facilidad), y su costo comercial en comparativa con el aluminio es menor, además que en sus propiedades y características resulta ser de mayor

resistencia a la corrosión que el magnesio, es decir, tiene un tiempo más prolongado de vida útil.

La primera aplicación del método de protección catódica por corriente impresa para la protección de estructuras enterradas se efectuó por primera vez en Inglaterra y en Estados Unidos; desde entonces, el empleo de la protección catódica se ha usado con éxito, extendiéndose su aplicación por todo el mundo, (Uhlig, 1970). Sin embargo, no fue hasta 1970 cuando este método se comenzó a emplear en estructuras de concreto reforzado, ya que se considera el único capaz de detener el proceso de corrosión, aún en concentraciones elevadas de cloruros y con deterioros muy avanzados en las estructuras; la FHWA (Administración Federal de Carreteras por sus siglas en inglés), declaró que actualmente en Estados Unidos el método de protección catódica de estructuras es el más utilizado tanto en reparaciones como en estructuras nuevas, (Whitmore, 2003).

Las estructuras de concreto alrededor del mundo actualmente se encuentran en un punto crítico debido a que el auge en la construcción de edificios estructurales data desde los inicios de la segunda guerra mundial y actualmente todas estas edificaciones se encuentran en sus últimos días de servicio (Matthew Davis, 2016). Por ejemplo, la infraestructura de Canadá está actualmente en un estado crítico con más del 40% de los puentes de 50 o más años, y requiriendo de manera significativa algún reforzamiento, rehabilitación o reemplazo total (L. Bisby, 2004). Para ilustrar el impacto de la deterioración de la infraestructura en un capital económico, la Sociedad Americana de Ingenieros Civiles (ASCE) ha estimado un costo de \$76 billones para la rehabilitación de puentes y otros \$21 billones por daños a presas todo ello solamente en estados unidos (ASCE, 2013). Para las estructuras de concreto reforzado la corrosión del acero de refuerzo es reconocida como el principal problema que propicia el mecanismo de deterioración (K. Bhargava, 2006).

Actualmente la investigación y desarrollos en pro de evitar el daño por corrosión han sido dirigidos al desarrollo de los nanotubos de carbono y sus diversas combinaciones con

elementos como zinc, magnesio, aluminio, arcilla haloisita, o en general aleaciones de elementos que contengan una mayor diferencia de potencial negativo que el acero de refuerzo y de esta forma mejorar la protección catódica de los recubrimientos actuales que inhiben el deterioro del acero.

1.2.- IDENTIFICACIÓN DEL PROBLEMA.

La construcción en la actualidad es de forma preponderante, una pieza fundamental en el desarrollo de cualquier país, la derrama económica que de ella se genera propicia el progreso de todo asentamiento urbano, de ello que se busque siempre implementar una infraestructura durable y óptima a las necesidades del hombre, pues su costo suele ser muy elevado. Sin embargo, a lo largo del mundo existen una gran cantidad de desarrollos urbanos que se encuentran localizados en zonas limítrofes al océano, lugares de constante desgaste para las construcciones que implementan concreto reforzado en sus estructuras, debido al medio alcalino al que son expuestas.

Dichos agentes alcalinos penetran en forma de solución a través de los microporos del concreto provocando graves alteraciones en el pH (rango óptimo de 12-13) generando la carbonatación del concreto reforzado, lo que a su vez propicia la corrosión del acero de refuerzo y como consecuencia una pérdida en el área de acero de refuerzo, la cual puede provocar desde una ligera lixiviación hasta el agrietamiento y desprendimiento total del concreto.

En palabras de R. Montani, la permeabilidad del concreto juega un papel de gran importancia cuando este se encuentra en ambientes marinos. Al momento de diseñar un concreto para zonas de altas concentraciones de cloruros y sulfatos, es requerido el uso de una baja permeabilidad y una mayor densidad en el concreto para generar una menor cantidad de poros, sitio por donde los agentes agresivos usualmente penetran las estructuras de concreto armado. El uso de una baja relación agua/cemento suele ser en todo caso la solución óptima para la protección del concreto reforzado pues inhibe la difusión de los cloruros o al menos ralentiza su proceso de inserción; sin embargo, el

costo de este tipo de concretos es elevado y no suelen llevarse a cabo en la mayoría de las construcciones, (R. Montani, 2000).

Actualmente la construcción se diseña por resistencia y factores de seguridad dejando de lado la durabilidad de las mismas, ocasionando una gran variabilidad en su calidad y a su vez una mayor frecuencia en las reparaciones, lo que provoca un incremento en el costo total de una construcción.

1.3.- MARCO TEÓRICO.

1.3.1.- Corrosión.

La corrosión de un metal se puede interpretar como el deterioro de un material a consecuencia de una reacción electroquímica derivada de agentes agresivos alrededor de su entorno. En otras palabras, se puede definir como la predisposición general que tienen los metales a buscar su forma más estable o de menor energía interna, (J. Ávila; J. Genescá; 1987).

1.3.2.- Protección catódica.

Método electroquímico para retardar o pasivar la corrosión de los metales inmersos en un electrolito. Se basa en la diferencia de potencial electroquímico que existe entre dos metales (ánodo y cátodo) y es un proceso en el cual el metal a proteger es obligado a comportarse como cátodo, es decir es el metal en donde se lleva a cabo la reacción de reducción. Esto es propiciado por el uso de un metal cuya diferencia de potencial se encuentra por debajo de la del metal a proteger creando zonas activas y pasivas en él, así como condiciones específicas de pH que propician su conservación, (Torres-Acosta, 2002).

1.3.3.- Potencial de media celda.

Es la técnica utilizada para conocer el potencial electroquímico de un metal determinar su parte anódica y catódica, se realiza conectando una terminal de un multímetro/voltímetro a una punta libre del acero embebido en el concreto (electro de

trabajo/metal) , y otra terminal a un electrodo de referencia; arrojando como resultado la diferencia de potencial resultante del electrodo de trabajo respecto al electrodo de referencia, Torres-Acosta, 2006).

1.3.4.-Nanotubo de carbono NTC.

Se componen de una forma alotrópica del carbono la cual está conformada por láminas de grafeno enrolladas y de forma cilíndrica. Los nanotubos de carbono pueden ser de pared simple (SWCNT) es decir nanotubos compuestos por una sola capa o pueden ser de pared múltiple (MWCNT) los cuales se componen de dos o más capas concéntricas. Debido a sus propiedades físicas y químicas (resistencia mecánica, estabilidad térmica, conductividad), los NTC's son materiales muy prometedores para aplicaciones en el ámbito de la nanotecnología, (H, Leija, 2013).

Forma de sintetizar: Arco descarga, Deposición química en fase vapor, El láser, Electrolisis.

Tipos: butaca, zigzag, quiral.

Tamaño promedio desde pocos nanómetros (5nm) de diámetro hasta varios milímetros de largo.

1.3.5.- Nanotubos de carbono empleados en revestimientos anticorrosivos.

Recientemente los intereses comerciales industrializados en todo el mundo han optado por impulsar el desarrollo de los Nanotubos de Carbono (NTC) debido a su amplia gama de aplicaciones dentro de las cuales se encuentra su uso como revestimiento metálico o como película inhibidora de corrosión; ello se ve reflejado en el aumento en la producción de los mismos, la cual en la actualidad se estima en miles de toneladas anuales; pero su empleo va más allá de ello; los investigadores y las industrias se enfocan en la investigación de estas nanoestructuras porque ven el gran potencial de sus aplicaciones, por ejemplo el reforzamiento de diferentes materiales tales como, polímeros (para defensas de coches), esmaltes (para recubrimiento de cables eléctricos), en el cemento,

en masas biológicas como el papel (para crear hojas más delgadas y resistentes),(H, Leija, 2013).

Debido a sus propiedades como funcionalidad, conductividad, capacidad de refuerzo, capacidad de dispersión en grandes superficies empleando técnicas de deposición química, entre otras, los NTC's son un material excelente para su uso como recubrimiento multifuncional. Ejemplo de ello son las pinturas que contienen MWCNT (Multiwall Carbon Nanotubes) las cuales reducen la contaminación biológica de los cascos de los barcos al desalentar la fijación de algas y percebes (F. L. De Volder, 2013).

Así mismo los NTC's son una posible alternativa a pinturas que contienen biosidas peligrosas para el medio ambiente, la incorporación en recubrimientos anticorrosivos para los metales puede mejorar la rigidez de revestimiento y la vida útil que proporciona una vía eléctrica para la protección catódica (F. L. De Volder; 2013).

1.3.6.- Nanotubos de carbono incorporados a un recubrimiento anticorrosivo comercial.

A nivel local se han realizado estudios previos en el Instituto Tecnológico de Chetumal, en colaboración con el Instituto Tecnológico de Cancún para la desarrollo de nanotubos de carbono incorporados a recubrimientos comerciales con la finalidad de controlar la corrosión, problema recurrente en la localidad, y de esta forma mejorar la protección catódica del acero de refuerzo expuesto a un medio ambiente alcalino que contenga concentraciones de cloruros, como es el caso de la ciudad de Chetumal Quintana Roo.

En primera instancia el maestrante Moisés Pérez Canto obtuvo las propiedades del nanomaterial (NTC), mediante la Técnica de Difracción de Rayos X (DRX), esto con la finalidad de obtener la cara preferencial del nanotubo. Se caracterizó mediante el Microscopio Electrónico de Barrido (MEB) el largo y el diámetro del nanotubo para posteriormente disolverlo en un solvente compatible para su aplicación.

Después se evaluó el comportamiento de la corrosión acelerada, para ello se realizó la preparación de una celda de tres electrodos y con la ayuda de un

Potenciostato/galvanostato se ejecutaron las pruebas pertinentes para la caracterización electroquímica, con el objeto de obtener los parámetros de corrosión, y posteriormente someter blancos o testigos a dicha corrosión, para determinar la concentración y penetración de cloruros y sulfatos mediante el uso de pruebas electroquímicas.

1.3.7.- Los nanotubos de Carbono-Zinc, (NTC-Zn).

Existen tecnologías de polimerización con nanotubos de carbono zinc; que implementados como recubrimiento han dado como resultado la síntesis de nanocompuestos: NTC-ZnO (nanotubo de carbono/óxido de zinc); con propiedades superiores en la pasivación de la corrosión e incrementando su vida útil de servicio.

En el año 2007 el investigador B.M. Praveen y su equipo de colaboradores elaboró un revestimiento a base de nanotubos de carbono-zinc desarrollado mediante electrodeposición de baño de sulfato en la cual los nanotubos de carbono se dispersan en una solución y son codepositados junto con el zinc. Los estudios electroquímicos revelaron una mayor resistencia de los revestimientos compuestos a la corrosión. Además, el retraso en la formación de óxido blanco reveló la mejora de la vida útil de los materiales compuestos de NTC-Zn. Los nanotubos de carbono proporcionan una barrera física al medio de la corrosión, estas nanopartículas fácilmente llenan los micro agujeros de la superficie metálica y evitan de este modo que los poros sean sitios activos para la disolución del metal, (B.M. Praveen, 2007).

Por otra parte, en un estudio realizado en india el 2011, por el investigador Kanagalasara Vathsala acerca de los recubrimientos nano compuestos de ZnO-ZrO₂ y su evaluación a la resistencia de la corrosión, se obtuvieron revestimientos de compuestos a base de Zn y Zn-ZrO₂ producidos por la técnica de electrodeposición utilizando baño de sulfato; los resultados se analizaron para determinar la superioridad de Zn-ZrO₂ compuesto sobre el revestimiento de solo Zn, (Kanagalasara Vathsala, 2011).

En el año 2014, los investigadores SungMo Park, MinYoung Shon miembro de la sociedad coreana de la industria y la ingeniería química estudiaron los efectos que los nanotubos de carbono de pared múltiple(MWCNT) tienen en la protección contra la

corrosión siendo estos aplicados a recubrimiento de resina epoxi rica en zinc. Se observó que los recubrimientos con mayor contenido de MWCNT generaban un aumento de la conductividad y la fuerza de adhesión en comparación con los recubrimientos que solo contenían zinc, (SungMo Park, MinYoung Shon, 2014).

1.3.8.- Recubrimientos anticorrosivos con diversas aleaciones.

En el año 2013 Keisuke Funatsu, y su equipo de investigadores fabricaron compuestos a base de NTC/AZ61B (aleación de Mg/Al) utilizando el método de pulvimetalurgia; a su vez se utilizó tratamiento térmico en dichos compuestos generando que la diferencia de potencial entre los NTC y la matriz de α -Mg redujera la concentración de átomos de Al en el nanotubo de carbono. Los resultados en pruebas de inmersión en agua salada indicaron que la velocidad de corrosión de los materiales compuestos de NTC/AZ61B después del tratamiento térmico se reducen aproximadamente un 30% en comparación con material no tratado con el mismo, (Keisuke Funatsu, 2013).

En otros estudios en 2015 se realizó una investigación para mejorar la producción de NTC/AZ31 (aleación de Magnesio); el proceso incluyó la preparación de un precursor de NTC / Mg con NTC's uniformemente dispersos y la síntesis de compuestos de NTC / AZ31 por fusión subsiguiente y extrusión mediante calor. Su análisis mostró que los nanotubos de carbono se dispersan de manera uniforme en el AZ31 fundido sin aglomeración debido a la utilización del precursor de NTC / Mg. La estructura de los nanotubos de carbono no fue destruida; la resistencia a la compresión aumento en un 53% con la adición de 0,05 vol. NTC%, (Guoqiang Han, 2015).

En el año 2011 se desarrolló un estudio acerca del efecto de los nanotubos de carbono en la corrosión y el comportamiento tribológico, (fricción, desgaste y lubricación de superficies en contacto) de un recubrimiento compuesto por Ni-P-NTC, dicho compuesto se depositó con éxito sobre una superficie de cobre por deposición sin corriente eléctrica. Los resultados indicaron que la incorporación de nanotubos de carbono (NTC's) en el recubrimiento mejora tanto el comportamiento tribológico, así como la resistencia a la

corrosión. Estas mejoras se han atribuido a las propiedades mecánicas superiores, la estructura topológica única y alta estabilidad química de los nanotubos, (Mostafa Alishahi, 2011).

Otro estudio fue realizado en el año 2009 por los doctores Xianming Shi; Tuan Nguyen; Zhiyong Suo; Yajun Liu; Recep Avci; en concreto hace referencia al estudio del efecto de las nano partículas en la anticorrosión y las propiedades mecánicas de los epoxi-recubrimientos que contienen nanopartículas de SiO₂, Zn, Fe₂O₃ y arcilla halloysita y NTC's obtenidos de un precursor acetona. Los resultados demostraron que los recubrimientos con las nanopartículas de Fe₂O₃ y arcilla halloysita son los de mayor resistencia a la corrosión del acero recubierto, (Xianming Shi, 2009).

1.3.9.-Síntesis de NTC por deposición química de vapor.

En el año 2010 se realizó un estudio que analizaba los efectos de superficies áspero-rugosas para la síntesis y unión de nanotubos de carbono (NTC's), por el método de PLICVD (Deposición Química de Vapor con Inyección de Líquido Pulsado), se utilizó acetona como precursor y como catalizador se utilizó níquel. Los resultados determinaron que el crecimiento de los NTC's está directamente relacionado con la rugosidad del sustrato donde se depositan, cuando la rugosidad es presente, las uniones entre los nanotubos de carbono se ve incrementada y contrario al caso cuando el sustrato no presenta modificación en la rugosidad la síntesis de NTC's no es obtenida, (A.G. García, J.F. Pérez, 2010).

En el año 2014, se publicó un artículo relacionado a la síntesis de Nanotubos de carbono (NTC's) por medio de deposición química de vapor y el efecto de distintos catalizadores en ella (Hierro-Fe, Níquel-NI, Cobalto-Co y molibdeno-Mo), utilizando gas metano como precursor.

Dependiendo del catalizador utilizado, se obtuvieron distintos resultados en función de su eficiencia, su morfología y estructura, así como el número de paredes obtenidas en

los NTC's producidos; los NTC's obtenidos por cobalto son los que producen menos capas si se comparan con los producidos por el Hierro, Níquel y Molibdeno; las estructuras producidas con un catalizador a base de nanopartículas de cobalto generan diámetros pequeños en los NTC's, los producidos con nanopartículas de Fe arrojaron NTC's de estructuras de baja calidad. Por último los producidos a base de nanopartículas de Níquel produjeron la mejor calidad y demostraron mayor flexibilidad durante el proceso de deposición química de vapor, (LM Hoyos, J.F. Pérez, 2014).

1.4.- HIPÓTESIS.

La amplia ventana de potencial catódica que contienen las nanopartículas de zinc así como su buena dispersión aunadas a la gran conductividad y propiedades de recubrimiento de los nanotubos de carbono de pared múltiple generaran un aumento en la eficiencia del recubrimiento anticorrosivo, propiciando que el tiempo de vida útil de la varilla de acero refuerzo mejore.

1.5.- OBJETIVOS

1.5.1.- GENERAL.

Generar un recubrimiento capaz de proteger el acero de refuerzo por medio de una película anticorrosiva a base de nanopartículas de zinc incorporadas a nanotubos de carbono (NTC- Zn) para generar un sistema de protección catódica en medios alcalinos.

1.5.2.- ESPECÍFICOS.

- Sintetizar un nanomaterial de recubrimiento a base de NTC-Zn por DQV
- Caracterizar fisicoquímicamente las nanopartículas de NTC-Zn.
- Obtener los parámetros electroquímicos de corrosión acelerada en un medio alcalino -mediante las técnicas electroquímicas.
- Determinar la conductividad eléctrica del producto resultante mediante la técnica de cuatro puntas.
- Generar un esmalte a base de NTC-Zn como protector catódico para aceros de refuerzos para ambientes salinos.

1.6.- JUSTIFICACIÓN.

Un alto porcentaje de los asentamientos urbanos se han desarrollado históricamente a lo largo de las costas del mundo, ello derivado de la situación geográfica donde se encuentran y las actividades socio-comerciales que en estos se pueden realizar, son sin embargo lugares de frecuente deterioro para las edificaciones, debido al agresivo entorno en el que se encuentran. En un caso más concreto, Chetumal, Quintana Roo se localiza en una zona costera con una humedad relativa que oscila entre el 80.9% y el 93% a lo largo del año, por ser Bahía diariamente recibe concentraciones de cloruros provenientes del mar Caribe y por ende sufre constantemente de problemas ocasionados por la oxidación y corrosión dentro de sus construcciones; el cuidado y la preservación de sus estructuras en consecuencia, se convierte en una problemática a atender de carácter prioritario.

La corrosión es entonces un problema recurrente en las estructuras que utilizan como agente estructural el acero de refuerzo, su durabilidad se ve afectada día con día y su vida útil por consecuencia cae en decremento, el costo que conlleva realizar una nueva

obra estructural para determinada función es elevado en relación al costo que tendría por un mantenimiento constante, sin embargo implementar dicho mantenimiento en la mayoría de las ocasiones suele ser difícil de lograr, por lo que se suele optar por métodos de pasividad u reductores de la corrosión, es allí donde la protección catódica es ideal por su costo de operatividad altamente bajo y su fácil implementación en comparación con una reparación o reconstrucción de todo el inmueble en cuestión.

La creación de una protección catódica por medio de un recubrimiento anticorrosivo a base de nanotubos de carbono y nano partículas de zinc tiene como objetivo fundamental aportar una solución efectiva, duradera y de fácil implementación en el acero de refuerzo utilizado en zonas costeras que sufren de altas concentraciones de cloruros y sulfatos, y de esa forma sosegar la corrosión en la medida de lo posible. Además, en la medida de lo posible contribuir a la mejora en la calidad de vida de las personas y los asentamientos urbano-costeros donde habitan, reduciendo el costo de mantenimiento de sus edificaciones.

1.7.- VIABILIDAD.

La factibilidad de llevar a cabo este proyecto es alta pues se cuenta con la disposición de los asesores del proyecto y el acceso a equipos básicos necesarios: Celda electroquímica, Potenciostato, Fuente Rectificadora de Corriente Directa, Microscopio Electrónico de Barrido, Microscopio Electrónico de Transmisión, Reactor de Deposición Química de Vapor, Equipos de Difracción de Rayos X y Fluorescencia de Rayos X así como la posibilidad económica de solventar la compra de materiales de construcción (varilla de 3/8) para la realización de probetas-blancos donde se llevara a cabo la experimentación; además se cuenta con un convenio con el Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del Instituto Politécnico Nacional unidad Querétaro *Cinvestav* para proceder de manera adecuada con los procesos de síntesis y caracterización necesarios en el desarrollo de la investigación.

El proyecto de tesis parte de una investigación previa realizada en el Instituto Tecnológico de Chetumal, por lo que se le dará continuación a la misma con el fin de complementar, comparar y respaldar los estudios previos, donde se logró sintetizar nanotubos de carbono (NTC) para después disolverlos en un solvente orgánico y aplicar dicho recubrimiento a las muestras de acero de refuerzo expuesto a medios alcalinos.

CAPÍTULO 2

DISEÑO DE LA INVESTIGACIÓN

EVALUAR LA PROTECCIÓN A LA CORROSIÓN EN EL ACERO DE REFUERZO IMPLEMENTANDO RECUBRIMIENTOS A BASE DE NANOTUBOS DE CARBONO ADICIONADO CON ZINC NTC-Zn COMO PROTECCIÓN CATÓDICA.

2.1.- Metodología

2.1.1.- OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DEL NANOMATERIAL.

Con el fin de obtener un compuesto CNT-Zn se realizará un proceso de síntesis por medio de Deposición Química de Vapor (DQV), que posteriormente se someterá a pruebas de caracterización por Microscopia Electrónica de Barrido (MEB), para conocer la morfología general del compuesto (tamaño del nanotubo, diámetro y largo). Se caracterizará mediante Difracción de Rayos X (DRX), para conocer la cara preferencial del compuesto CNT-Zn y determinar el tamaño de cristalita. Además, mediante Espectroscopia RAMAN se determinará la calidad de los compuestos NTC-Zn sintetizados en función de conocer los picos característicos (D, D' y G G'), del espectro RAMAN en cuanto a nanotubos de carbono.

2.1.2.-SÍNTESIS DE NANOTUBO DE CARBONO-ZINC, DEPOSICIÓN QUÍMICA EN FASE VAPOR (DQV).

2.1.2.1.- Conocer a detalle el equipo o reactor para la síntesis por DQV.

La Deposición Química de Vapor básicamente consiste en incrustar en un reactor a atmosfera controlada un derivado del carbón en forma líquida o gaseosa como precursor, el cual se somete a una temperatura adecuada oscilante entre los 300 y 1000 °C para ser descompuesto en una superficie catalítica (un metal) y consecuentemente por hipersaturación la partícula catalítica hace que el Carbón adicional precipite en una forma cristalina conocida como grafito, (Mazdak Hashempour, 2014).

En este sentido, la preparación apropiada de la capa de catalizador en la superficie del sustrato a ser cubierto por NTC's es un paso vital. En consecuencia, la disponibilidad de materiales de sustrato que muestran actividad catalítica para la síntesis de NTC se traduce en una facilitación eficaz de la síntesis por eliminación de un paso crucial, a saber, la preparación del catalizador y, por lo tanto, a la justificación económica, (Talapatra S, 2006).

A diferencia de la síntesis de nanotubos de carbono por arco de descarga o láser de ablación el proceso de síntesis por Deposición Química de Vapor (DQV), requiere una menor cantidad de energía y por ende una disminución de la temperatura para realizar dicho proceso, lo que genera una producción a gran escala a un costo menor y facilita la fabricación de circuitos a nivel micro electrónico en el ámbito industrial, esto explica el por qué muchos grupos de investigación en todo el mundo desarrollan estudios relacionados al crecimiento de nanotubos de carbono por DQV, (Dupuis A-C,2005) .

2.1.2.2.- Determinar precursores: Acetileno(C_2H_2) y Cloruro de Zinc($ZnCl_2$)

Diferentes tipos de precursores se han utilizado en el método de DQV para la producción de nanotubos de carbono (NTC's), todos ellos con la particularidad de producirlos con distintas morfologías y propiedades de dispersión.

Las fuentes precursoras de carbón pueden presentarse en estado líquido o gaseoso; en fase líquida van desde compuestos derivados de tetrahidrofuranos, hexanos, xilenos, bencenos o piridina y el uso de un catalizador: Ferroceno, níquel, cobalto o cualquier otro material metálico que mejore el proceso de reacción. Para el uso en fase gaseosa se han utilizado algunos hidrocarburos como el metano, el etileno y el acetileno, ello debido al bajo costo y las bajas temperaturas de procesamiento requeridas en comparación con otros métodos de síntesis, (Ravi, Prasad, 2010).

En el caso particular en esta investigación se optó por utilizar acetileno (C_2H_2), como precursor de carbón.

2.1.2.3.-Cloruro de Zinc $ZnCl_2$

Se propone utilizar cloruro de zinc ($ZnCl_2$), como precursor de zinc debido a que posee propiedades semiconductoras, además a escala de nanopartículas su interacción y funcionalización con nanotubos de carbono de pared múltiple combina las ventajas de $ZnCl_2$ y Los NTC's lo que se traduce en un comportamiento de rectificación obvio que exhibe en términos generales una mejor conductividad. Además, el zinc por si solo se utiliza como recubrimiento ya que posee propiedades que facilitan la protección contra la corrosión en metales para la construcción como el acero al carbono o el hierro.

Todo ello propicia una mejora en la barrera de protección catódica del compuesto, además de ser un compuesto que se puede aplicar en forma de polvo en el proceso de DQV.

2.1.3.- DETERMINAR AGENTE OXIDANTE PARA LA FUNCIONALIZACIÓN: ÁCIDO NÍTRICO Y ÁCIDO SULFÚRICO.

Acorde a literatura se propone utilizar ácido nítrico y ácido sulfúrico en una proporción 1:3 para el proceso de oxidación y filtrado de los Nanotubos de Carbono de pared múltiple.

El tratamiento con ácido es uno de los métodos más empleados para la oxidación de los nanotubos de carbono de pared múltiple (MWCNT), ello debido a su gran versatilidad, eficiencia y potencial para aumentar proporcionalmente. Los reactivos más comunes en fase líquida para los tratamientos de oxidación resultan ser el ácido nítrico HNO_3 , el ácido sulfúrico H_2SO_4 y el permanganato de potasio KMnO_4 , (F. Avile's,2009).

2.1.4.- DETERMINAR AGENTE REDUCTOR: BORIHÍDRURO DE SODIO NaBH_4 .

Se determinó que como agente reductor de los compuestos CNT-Zn se utilizara como reactivo borihídruo de sodio NaBH_4 y ácido cítrico $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ en un equipo de Sonoquímica ya que es uno de los métodos en los que la adherencia y dispersión de las partículas de CNT y nanopartículas de Zinc se desarrolla en mejores condiciones.

En la Fig. 2.1. se muestra el esquema general del proceso de Síntesis realizado: Síntesis de NTC-Zn por Deposición Química de Vapor(DQV); la Fig. 2.2 mostrada a continuación ejemplifica la Síntesis y caracterización de nanotubos de carbono y nanohilos de silicio por DQV.

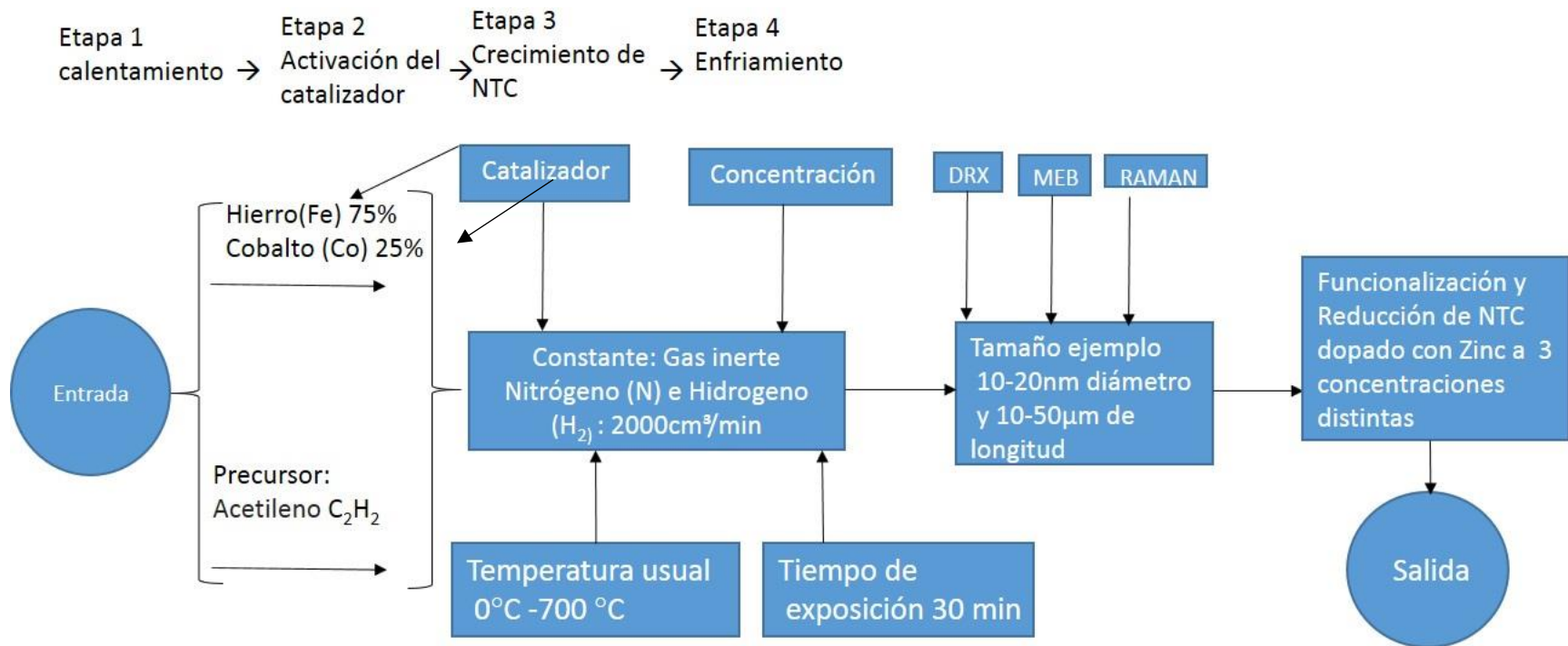


Figura 2.1.- Esquema general del proceso de Síntesis realizado: Síntesis de NTC-Zn por Deposición Química de Vapor(DQV).

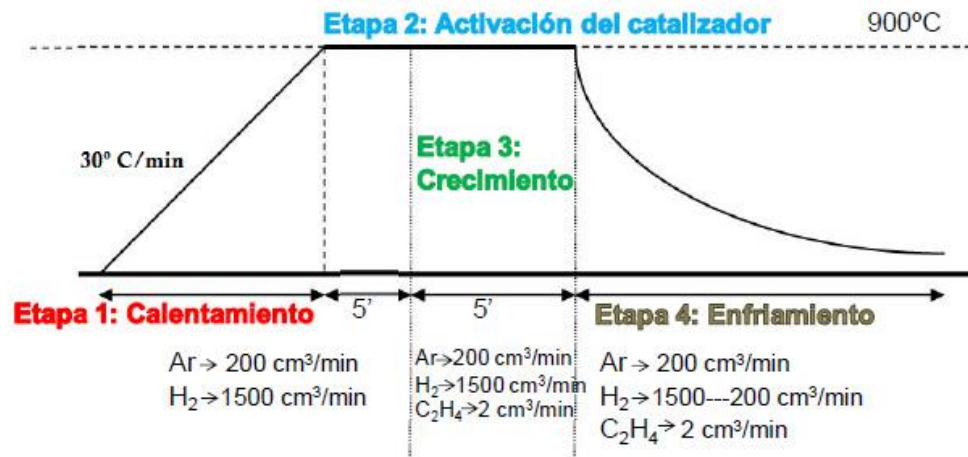


Figura 2.2.- Campo, T. (2012), ejemplo de Síntesis y caracterización de nanotubos de carbono y nanohilos de silicio: Aplicaciones tecnológicas, Síntesis de nanotubos de carbono por DQV.

2.2.-CARACTERIZAR FISICOQUÍMICAMENTE LAS NANOPARTÍCULAS DE NTC-Zn.

Conocer a detalle el uso de los equipos de DRX, MEB, RAMAN y hacer uso de dichas técnicas para determinar el tamaño de partícula y la morfología correspondiente (características amorfas o cristalinas).

2.2.1.-Difracción de rayos X “DRX”, (Cristalografía de rayos X).

Para la realización de los análisis de difracción de rayos x existen varias configuraciones según el ángulo de enfoque que se desee muestrear, es decir para analizar a nivel superficial o a mayor profundidad:

Incidencia rasante

Este sistema se utiliza para realizar un análisis en superficie de la muestra (aproximadamente 200 nm).

Equipo de Rayos X con tratamiento térmico

Este sistema se utiliza para realizar análisis de la muestra más en profundidad (aproximadamente 200 μm).

Tipos de análisis y aplicación:

El DRX se puede utilizar para la identificación de sustancias cristalinas, el análisis cuantitativo de las mismas, el estudio de soluciones sólidas metálicas, la determinación de texturas y del tamaño de cristalitos, el estudio de compuestos y reacciones de alta y baja temperatura, la determinación del grado de orden estructural de las sustancias cristalinas, la Microdifracción, el mapeo del espacio recíproco, el análisis de estrés y tensiones residuales.

2.2.2.-Microscopía electrónica de barrido:

- **Microscopio Electrónico de Barrido de Emisión de Campo (FESEM)**

La microscopía electrónica permite observar con mayor resolución las principales características morfológicas de las muestras, la señal de electrones secundarios proporciona una imagen de la morfología superficial de la muestra y la señal de retrodispersados sirve para mostrar una imagen cualitativa de zonas con distinto número atómico medio, (T. Campo, 2012).

- **Microscopio Electrónico de Barrido con Análisis Acoplado (SEM-EDX)**

Además de poder analizar las características morfológicas de una muestra empleando un equipo SEM, se pueden analizar químicamente zonas concretas de las muestras, ello teniendo acoplado al microscopio un analizador de energías dispersivas de rayos X, (T. Campo, 2012).

2.2.3.-Espectroscopia RAMAN

Técnica espectroscópica usada en química y física de la materia condensada para estudiar modos de baja frecuencia como los vibratorios, rotatorios, y otros. Se basa en los fenómenos de dispersión inelástica, o dispersión RAMAN, de la luz monocromática, generalmente de un láser en el rango de luz visible, el infrarrojo cercano, o el rango ultravioleta cercano. La luz láser interactúa con fotones u otras excitaciones en el sistema, provocando que la energía de los fotones del láser experimente un desplazamiento hacia arriba o hacia abajo. El desplazamiento en energía da información sobre los modos vibracionales en el sistema.

Para fines concretos el empleo de esta caracterización se utilizará con el fin de conocer la pureza y calidad de los compuestos NTC-Zn sintetizados en función de conocer los picos característicos del espectro RAMAN en cuanto a nanotubos de carbono.

2.3.-OBTENER LOS PARÁMETROS ELECTROQUÍMICOS DE CORROSIÓN ACELERADA EN UN MEDIO ALCALINO MEDIANTE TÉCNICAS ELECTROQUÍMICAS.

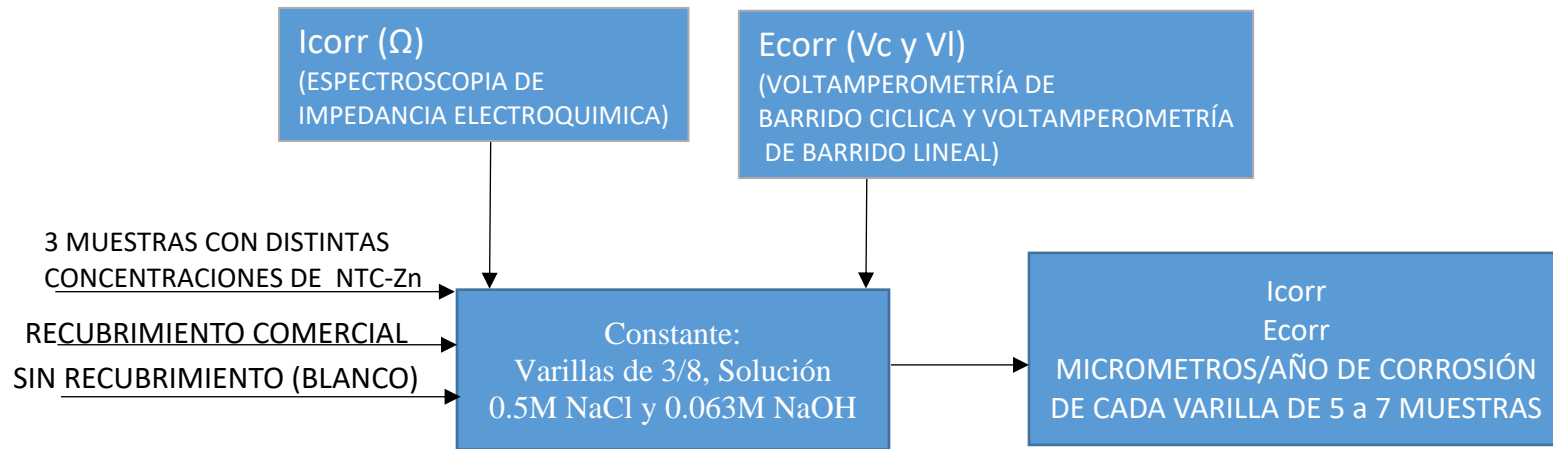
- Montaje de celda electroquímica
- Obtener los parámetros de corrosión por medio de un Potenciostato montado en la celda electroquímica con una solución rica en 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH para simular las condiciones similares al agua de mar.

2.4.-DETERMINAR LA CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA DEL PRODUCTO RESULTANTE MEDIANTE LA TÉCNICA DE CUATRO PUNTAS.

- Hacer uso de las mediciones de espectroscopia de impedancia electroquímica, Voltametría de barrido lineal y Voltametría cíclica en los blancos sometidos a un voltaje que acelere el proceso de corrosión en una solución de 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH en una celda electroquímica.
- Registrar en bitácora de resultados las mediciones de Impedancia (Ω) y Voltametría (V) por los seis meses del estudio.
- Interpretar los resultados obtenidos.

En la Fig. 2.3 presentada a continuación se muestra el esquema general del proceso de análisis de corrosión acelerada mediante una celda electroquímica utilizado durante la presente investigación.

Fig. 2.3.- Esquema general del proceso de análisis de corrosión acelerada (celda electroquímica).



CONTRA ELECTRODO DE TITANIO, ELECTRODO DE TRABAJO (VARILLAS 3.8), ELECTRODO DE REFERENCIA (Ag/AgCl).

2.5.-GENERAR UN ESMALTE A BASE DE NTC-Zn COMO PROTECTOR CATÓDICO PARA ACEROS DE REFUERZOS PARA AMBIENTES ALCALINOS.

- Determinar una solución que logre disolver los nanotubos de carbono zinc en una mezcla líquida para aplicar a manera de barniz el recubrimiento en los blancos.
- Se propone un disolvente polar aprótico con la finalidad propiciar un esmalte que no genere proceso de oxidación al diluir el soluto (es decir los NTC-Zn), debido a que este tipo de solvente no da ni acepta protones.

Ejemplos:

-Acetona ($\text{CH}_3\text{-C(=O)-CH}_3$)

-Cianuro de metilo ($\text{C}_2\text{H}_3\text{N}$)

-Dimetilformida ($\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}$)

-Tetrahidrofurano ($\text{C}_4\text{H}_8\text{O}$)

-**Thinner ($\text{H}_3\text{C-HCOH-CH}_3$)**

CAPÍTULO 3

TRABAJO DE LABORATORIO

EVALUAR LA PROTECCIÓN A LA CORROSIÓN EN EL ACERO DE REFUERZO IMPLEMENTANDO RECUBRIMIENTOS A BASE DE NANOTUBOS DE CARBONO ADICIONADO CON ZINC NTC-Zn COMO PROTECCIÓN CATÓDICA.

3.- DESARROLLO DE LA INVESTIGACIÓN.

3.1.- SÍNTESIS DE NANOTUBOS DE CARBONO NTC.

El proceso de síntesis de nanotubos de carbono se llevó a cabo por medio del proceso DQV: Deposición Química de Vapor en un equipo marca Thermolyne modelo 79400 Tube Furnace (Fig. 3.1), en el cual el reactor de cuarzo ha sido sustituido para mayor facilidad de manejo por un reactor de acero de mayor capacidad, el precursor utilizado fue Acetileno (C_2H_2) debido al bajo costo de producción que tienen los nanotubos creados a partir de este precursor puesto que el acetileno es en comparación mucho más barato que otros precursores y el bajo consumo de energía que se deriva de utilizar este precursor en el reactor DQV, ya que las temperaturas en el reactor no suelen ser mayores a los $700^{\circ}C$ durante todo el proceso de síntesis, distinto a otras síntesis donde la temperatura del DQV suele llegar hasta los $1600^{\circ}C$.

Los catalizadores utilizados con el precursor debido a sus propiedades reactivas fueron Hierro (Fe) y Cobalto (Co) en una concentración del 75%-25% respectivamente.

En términos generales el proceso de síntesis por DQV tiene un tiempo aproximado de dos horas.



Figura 3.1.- Reactor marca Thermolyne modelo 79400 Tube Furnace utilizado durante el proceso de síntesis de los nanotubos de carbono NTC.

La primera etapa para la síntesis de los nanotubos de carbono de pared múltiple o también conocidos como *nanotubos de carbono multicapa* “NTC ‘s multicapa” consiste en dopar el sustrato de los catalizadores Hierro (Fe) y Cobalto (Co) para que a continuación el sustrato sea insertado en el reactor DQV.

La segunda etapa del proceso consiste en dopar de un gas inerte (Nitrógeno N) el reactor hasta alcanzar la temperatura requerida en este caso 700°C, posteriormente la válvula de nitrógeno puro se cierra y se comienza a dopar al reactor DQV con una mezcla de Nitrógeno (N) e Hidrogeno (H) en una concentración de 90%-10% respectivamente, ello con la finalidad de eliminar todo oxido residual en el reactor DQV, este proceso dura aproximadamente 20 minutos.

La tercera etapa consiste en dopar al reactor DQV del precursor de los nanotubos de carbono en este caso el Acetileno (C_2H_2), así como de gas inerte (Nitrógeno N) durante un tiempo aproximado de 30 minutos a temperatura constante de 700°C, una vez terminado el proceso de crecimiento de los Nanotubos de Carbono Multicapa (CNTMW) se apaga el reactor para que la temperatura descienda hasta temperatura ambiente en este caso alrededor de los 20°C.

Por último, los Nanotubos de carbono recién sintetizados se someten a un proceso de purificación, con la finalidad de remover toda impureza residual de Hierro (Fe) y Cobalto (Co) o carboxilos amorfos existentes en el compósito recién sintetizado.

3.1.1.- La purificación de los NTC’s se realiza en tres etapas:

En la primera etapa, los NTC’s se llevan a baño ultrasónico por alrededor de quince minutos en ácido fluorhídrico al 2% en la cantidad suficiente que recubra todo el compósito, posteriormente con el uso de agua desionizada se procede a decantar las impurezas.

La segunda etapa consiste en someter los NTC’s a baño ultrasónico por quince minutos en ácido Clorhídrico y su posterior decantación con el uso de agua desionizada.

Por último, el compósito de NTC’s multicapa se coloca en una mufla por un tiempo aproximado de 24 horas a una temperatura de 110°C.

3.1.2.- Funcionalización de NTC.

La funcionalización de los NTC se llevó a cabo en 3 distintas concentraciones:

CNT-Zn 20:80, CNT-Zn 50:50, CNT-Zn 80:20, el proceso comienza colocando los nanotubos de carbono en un proceso de oxidación con ácido Nítrico HNO_3 y ácido Sulfúrico H_2SO_4 en una proporción 1:3 se colocan los NTC en una parrilla de agitación con el ácido nítrico por 10 minutos posteriormente se vierte poco a poco el ácido sulfúrico por 3:30 horas a una temperatura interna de $70\text{ }^\circ\text{C}$ y $80\text{ }^\circ\text{C}$ externa, al finalizar la solución es neutralizada con agua desionizada y comienza su proceso de filtración, como puede observarse en las imágenes de la Fig. 3.2.



Fig.3.2.-Proceso de oxidación y filtración de los Nanotubos de Carbono recién funcionalizados.

El proceso de reducción de los nanotubos de carbono tuvo una duración aproximada de 15 minutos por concentración requerida (80:20, 50:50 y 20:80), consiste en ir depositando en un equipo de Sonoquímica (Fig. 3.3) inicialmente el reactivo precursor del zinc, (ZnCl_2), posteriormente el ácido nítrico ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) y 30 ml de agua desionizada, a continuación son añadidos los nanotubos de carbono y por último el agente reductor borihídruo de Sodio (NaBH_4), una vez terminado el proceso el compuesto aún en fase líquida es sometido a calcinación por 24 horas a $110\text{ }^\circ\text{C}$.

Reactivos requeridos:

- Agua desionizada H_2O
- Cloruro de Zinc $ZnCl_2$
- Ácido Cítrico $C_6H_8O_7$
- Nanotubos de Carbono NTC
- Borihídruro de Sodio $NaBH_4$

Calcinación a $110\text{ }^\circ\text{C}$ por 24 Horas



Fig.3.3.-Equipo de Sonoquímica utilizado en el proceso de reducción del compuesto CNT-Zn.

3.2.- CARACTERIZACIÓN NTC-Zn.

3.2.1.- CARACTERIZACIÓN DEL COMPUESTO CNT-Zn MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO.

El estudio por microscopia electrónica de barrido muestra las diferencias entre las distintas proporciones de nanotubos de carbono (CNT) y Zinc metálico, Figura 3.4. La imagen 3.4(a) muestra el material con un 20% de zinc y el resto de nanotubos de carbono, donde se puede observar la estructura tubular del material base carbón con aglomeraciones de partículas de zinc dispersas en la red. La imagen 3.4(b) muestra el compuesto con una relación 50-50 de CNT y zinc, donde se puede observar que los nanotubos rodeando grandes aglomeraciones y estructuras de laminares de zinc.

Se logra observar una buena dispersión de los CNT sobre dichas estructuras, envolviéndolas completamente. El material con la cantidad de zinc mayor (80%) se muestra en la figura 3.4(c) donde se observa que prácticamente los CNT desaparecen a simple vista, siendo mayormente compuesto el material por estructuras laminares de Zinc. Para confirmar la presencia de los CNT en este compuesto se analizaron los bordes del material, imagen 3.4(d), donde se logra apreciar la estructura tubular embebida dentro del Zinc.

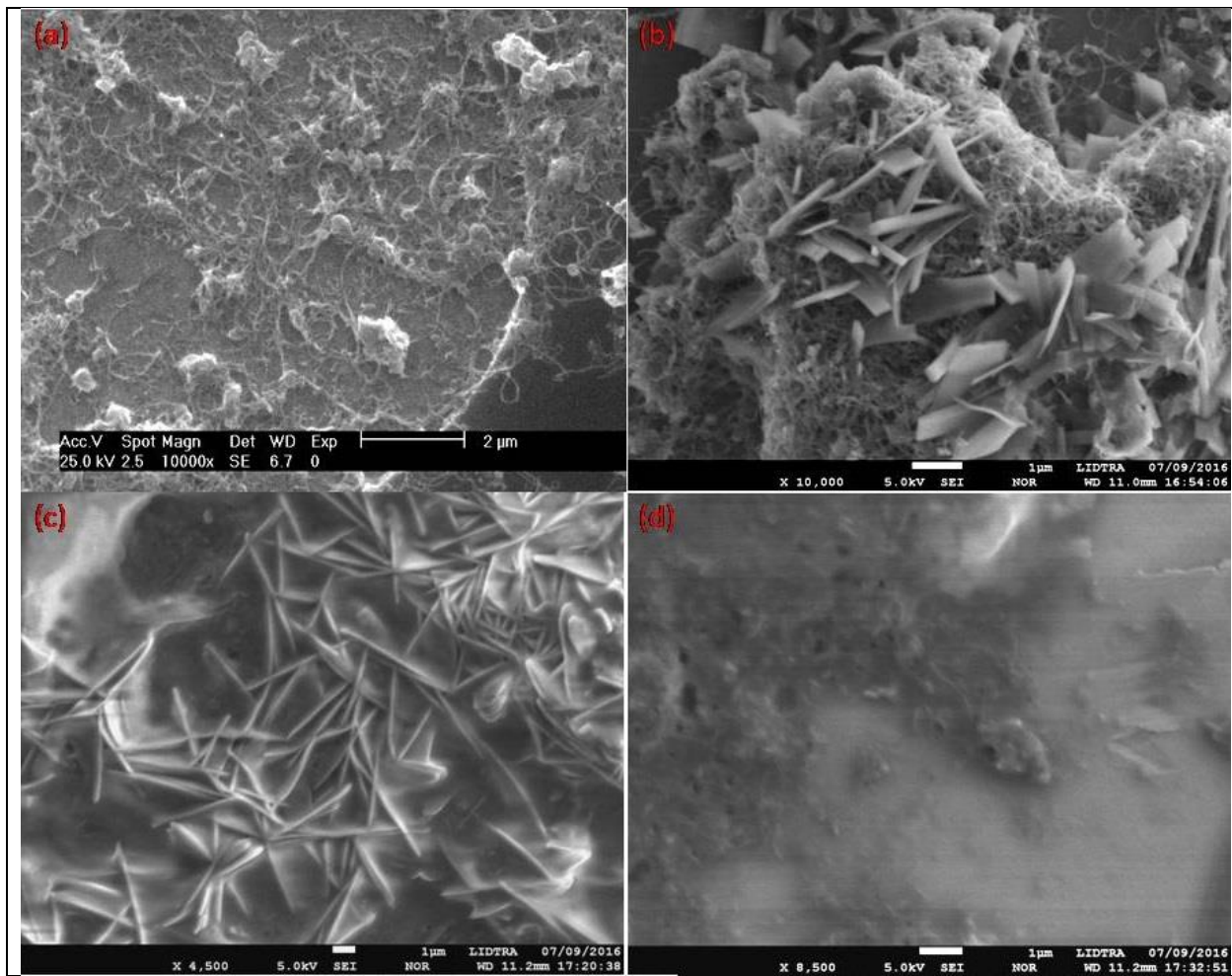


Fig. 3.4.- Imágenes SEM de los compósitos CNT-Zn en las relaciones 80-20 (a), 50-50 (b) y 20-80 (c y d)

3.2.2.- CARACTERIZACIÓN DEL COMPUESTO CNT-Zn MEDIANTE ESPECTROSCOPIA RAMAN.

La Figura 3.5 muestra los espectros RAMAN de las muestras de CNT-Zn en las relaciones 80-20 (imagen inferior) y 20-80 (imagen superior). En el espectro del material 80-20 se logran apreciar claramente los picos característicos de los nanotubos de carbono de pared múltiple, D, G y G', en 1320, 1570 y 2700 cm^{-1} aproximadamente. La relación entre las bandas D y G se usa regularmente para calcular la pureza de los nanotubos obtenidos, mientras más bajo se encuentre este valor será más puro el nanotubo. En nuestro caso la banda D es de mayor intensidad, casi llegando al doble del valor de la banda G, debido a que los NTC's se pasaron a un proceso de oxidación para generar sitios activos para su unión al Zinc. De igual manera se aprecia una cuarta banda en la posición 1600 cm^{-1} la cual se denomina D', dicha banda se relaciona con los defectos en las paredes gráficas del material debido al proceso de oxidación o la intercalación de los iones dopante, generando comportamientos metálicos en la muestra, es decir más conductores de electrones. Finalmente, el espectro correspondiente a la muestra con el 80% de Zinc no muestra la aparición de dichas señales de los NTC's, debido a que la gran cantidad de Zinc el cual, como cualquier metal puro, no presenta picos en los espectros de RAMAN tapa la señal proveniente de los nanotubos.

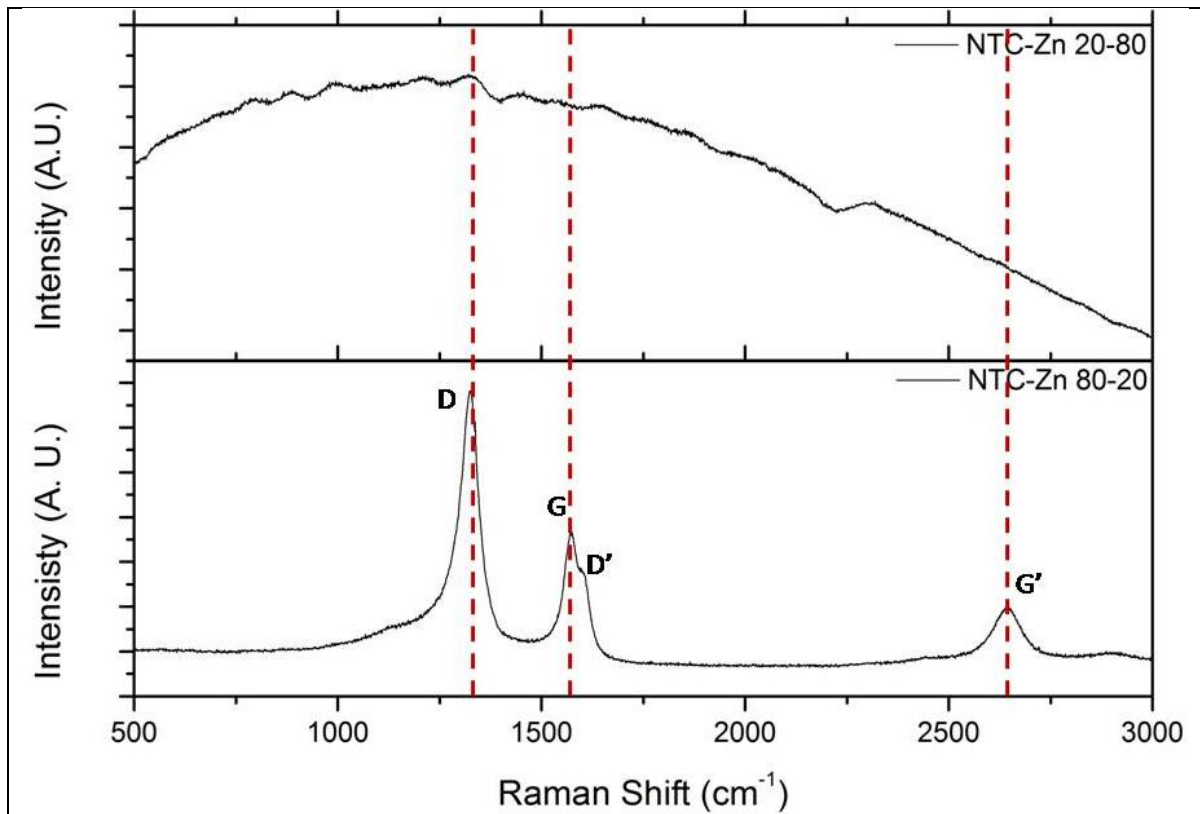


Fig. 3.5.- Análisis RAMAN de los compósitos de CNT-Zn con las relaciones del 20 y 80% de Zinc.

3.3.3.- CARACTERIZACIÓN DEL COMPUESTO CNT-Zn MEDIANTE DIFRACCIÓN DE RAYOS X.

Compuesto NTC-Zn 20/80

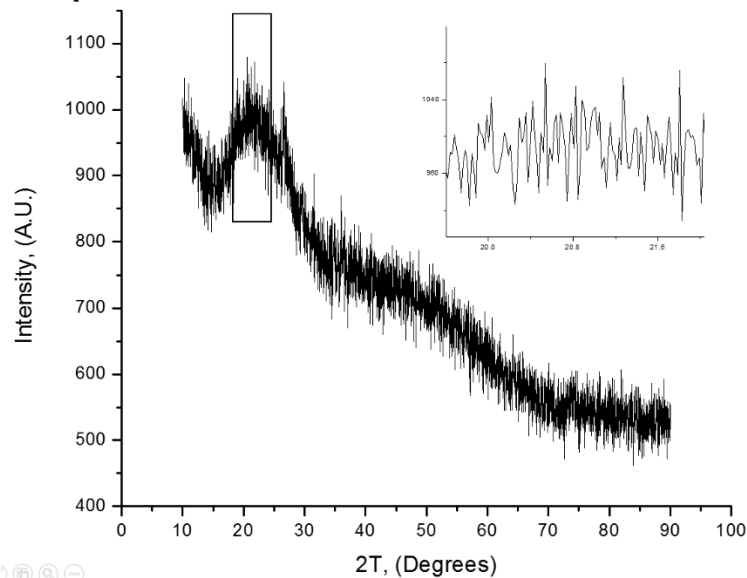


Fig. 3.6.- Gráficas de Cristalografía de rayos X del compuesto NTC-Zn 20:80.

Compuesto NTC-Zn 50/50

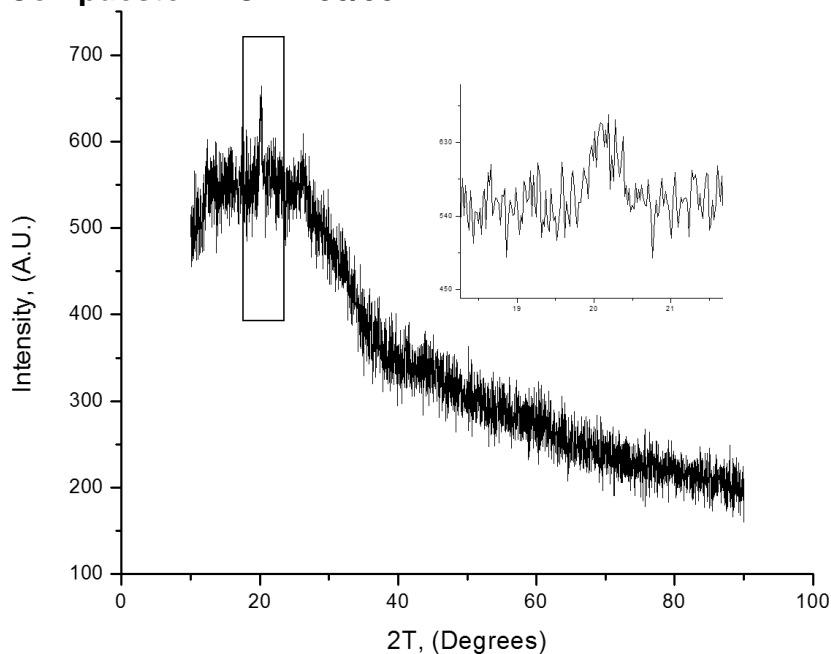


Fig. 3.7.- Gráficas de Cristalografía de rayos X del compuesto NTC-Zn 50:50.

Compuesto NTC-Zn 80:20

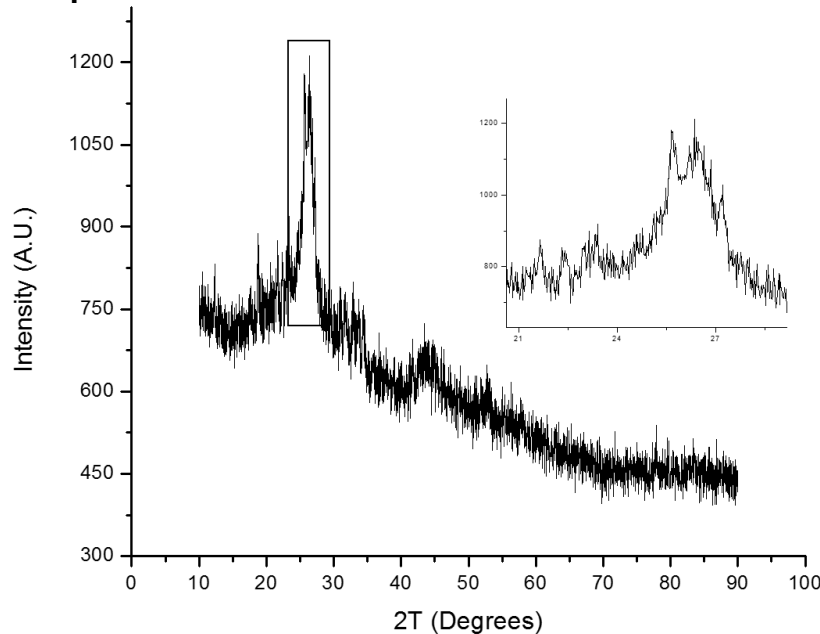


Fig. 3.8.- Gráficas de Cristalografía de rayos X del compuesto NTC-Zn 80/20.

Los patrones XRD presentes en las Figuras 3.6, 3.7 y 3.8 muestran el comportamiento de los depósitos de zinc sobre el sustrato del Nanotubos de carbono NTC's funcionalizados en cada concentración determinada (NTC-Zn 20:80; NTC-Zn 50:50; NTC-Zn 80:20), Respectivamente.

El tamaño de cristalita de los recubrimientos se calculó a partir de los datos arrojados por la DRX usando la ecuación de Debye-Scherrer y se encontró que incrementa con el aumento en la deposición de Zn en el sustrato de NTC: 29,5 nm (NTC-Zn, 80:20), 180 nm (NTC- Zn, 50:50) y un máximo de 352 nm (NTC-Zn, 20:80). La diferencia entre los tamaños de cristalita se debe a la particularidad de cada material en el compuesto funcionalizado, siendo lo en este caso los derivados del Carbón (NTC) materiales con mayor presencia de caras amorfas y los derivados del Zinc con una mayor presencia de caras cristalitas.

Como es evidente, el comportamiento de la concentración NTC-Zn 80:20 presenta un mejor tamaño de cristalita y si se pudiera inferir que se va a presentar mejores

propiedades de revestimiento debido al tamaño de microporo que presenta, el cual dificulta el acceso por parte de los agentes alcalinos (NaCl_2 y NaOH) al sustrato a recubrir.

3.3.4.-PREPARACIÓN DE BLANCOS DE TRABAJO.

Primeramente, es necesario obtener las muestras de varilla de acero al carbón de 3/8" de diámetro y cortarlas en tamaños de 8cm de largo para su posterior decapado y pulido como se muestra en la Figura 3.9.

Decapado de blancos:

Para el decapado de blancos se someten las muestras de acero dulce a baño ultrasónico por un tiempo aproximado de 3 horas en ácido clorhídrico HCl 10% posteriormente se utiliza agua desionizada para retirar toda residuo de ácido presente en las muestras, por último, pasan por un proceso de pulido final.



Fig. 3.9.- a) Obtención de muestras blanco de 8cm de largo. b) Decapado de muestras de acero al carbón de 3/8 en HCL10% c) Varillas de acero después del proceso de decapado. d) Muestra de varillas “blanco” ya pulidas y listas para su utilización como electrodo de trabajo.

3.3.5.-PINTADO DE BLANCOS DE TRABAJO.

Posteriormente todas las muestras son recubiertas con pintura alquidática y teflón por todas las caras a excepción del área que se someterá a pruebas electroquímicas de corrosión. Figura 3.10.

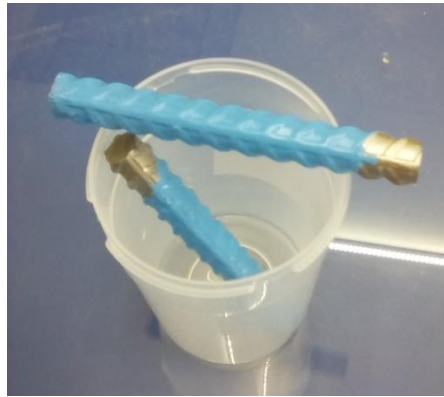


Fig. 3.10 Muestras recubiertas con pintura alquidática.

El área de trabajo superficial (0.71cm^2), en las muestras de acero es recubierta con el compuesto que se someterá a pruebas electroquímicas, ya sean estas, pintura alquidática comercial, recubrimiento CNT-Zn 80:20, recubrimiento CNT-Zn 50:50, recubrimiento CNT-Zn 20:80 o en el caso de la prueba blanco sin contener ningún recubrimiento en su área de trabajo.

3.3.6.-GENERACIÓN DE RECUBRIMIENTO ANTICORROSIVO A BASE DE COMPUESTO NTC-Zn COMO SOLUTO (PIGMENTO) Y SOLVENTES.

Para la creación de los tres recubrimientos anticorrosivos a base de CNT-Zn en concentraciones 80:20, 50:50 y 20:80 se requirió hacer uso de un disolvente polar aprótico que no causara la oxidación del compuesto, se optó por utilizar Thinner y esmalte acrílico sellador. El proceso tiene una duración de 2 horas, en dos etapas por cada muestra.

1.-Se colocan primeramente 5ml de Thinner y 0.5g del compuesto CNT-Zn en la concentración requerida en una parrilla de agitación y temperatura, las revoluciones por minuto durante los primeros 30 minutos son de 80RPM sin la aplicación de temperatura, subsecuentemente se le aplica una temperatura de 50 °C.

2.-Una vez que comienza la evaporación del solvente se colocan 5ml de esmalte acrílico la temperatura se mantiene constante a 50 °C por aproximadamente 40 min con una agitación de 100 a 120 RPM, posteriormente se eleva la temperatura a 150°C por aproximadamente 5 a 10 minutos, o hasta que se observa nuevamente una etapa de evaporación de la solución. Por último, el recubrimiento se deja enfriar unos segundos para su posterior aplicación.

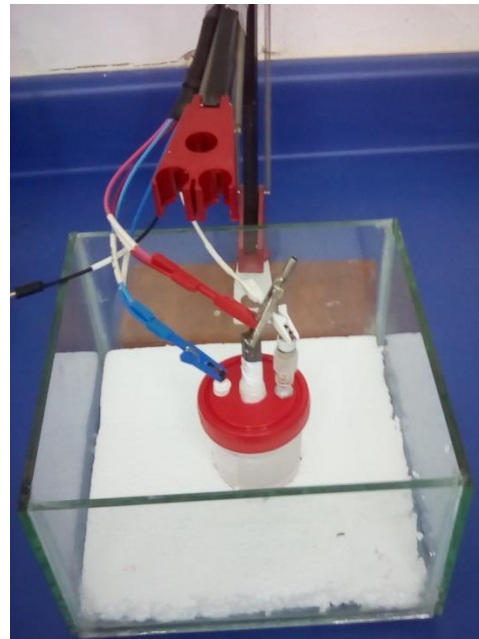
3.3.7.-CREACIÓN Y MONTAJE DE CELDA ELECTROQUÍMICA.

Para la preparación de la celda electroquímica Figura 3.11b, se requirió previamente obtener la solución electrolítica de 0.0063M NaOH y 0.5M NaCl en concentración 70:30 respectivamente. Una vez obtenida la solución electrolítica se deposita en la celda electroquímica junto con el electrodo de referencia Ag/AgCl NaCl (sat'd), el contra electrodo de Titanio y el electro de trabajo o muestra blanco a corroer para el posterior análisis electroquímico.

Los análisis electroquímicos se realizaron en un Potenciostato marca Bio-Logic SP 150 con ayuda del software EC-Lab V11.10 como el que se muestra en la Figura 3.11a.



a)



b)

Figura 3.11 a) Potenciostato marca Bio-Logic SP 150. b) Montaje de celda electroquímica tipo.

CAPÍTULO 4

ANÁLISIS DE RESULTADOS

4.1.- PRUEBAS ELECTROQUÍMICAS.

Los factores a determinar en este estudio de corrosión acelerada en el acero de refuerzo con recubrimientos anticorrosivos de base comercial y por compuestos CNT-Zn en distintas concentraciones, son la velocidad de corrosión expresada en milímetros por año de corrosión alcanzada en cada uno de los blancos o muestras de trabajo, conocer resistividad eléctrica en función del número de ciclos de voltamperometría aplicados y determinar el número máximo de ciclos de voltamperometría cíclica en los cuales el blanco o muestra no retorna a su etapa de reducción de forma proporcional a su etapa corrosiva.

Potencial de corrosión (E_{corr}), densidad de corriente de corrosión (I_{corr}) y la resistencia óhmica expresada en los estudios de espectroscopía de impedancia electroquímica ($Z/\Omega\text{cm}^2$) son los parámetros electroquímicos necesarios para determinar el comportamiento de los recubrimientos desarrollados.

4.2.- PRUEBAS DE VOLTAMPEROMETRÍA CÍCLICA

4.2.1.- MUESTRA BLANCO

Para garantizar que las pruebas electroquímicas son realizadas sin ninguna anomalía causada por impurezas superficiales, se realiza un proceso de ciclado a dos ciclos con el objetivo de garantizar la heterogeneidad aséptica de las muestras sometidas a pruebas electroquímicas. La Figura 4.1 a) muestra el desplazamiento del potencial anódico a catódico debido a la eliminación de impurezas, arrojando un potencial de 0.053 a -0.508 V vs Ag/AgCl (-0.144 a -0.705 V vs ENH). La Figura 4.1 b) muestra una microscopía óptica a 400x, en la cual se observa una superficie de trabajo de aproximadamente 0.71cm² completamente libre de impurezas.

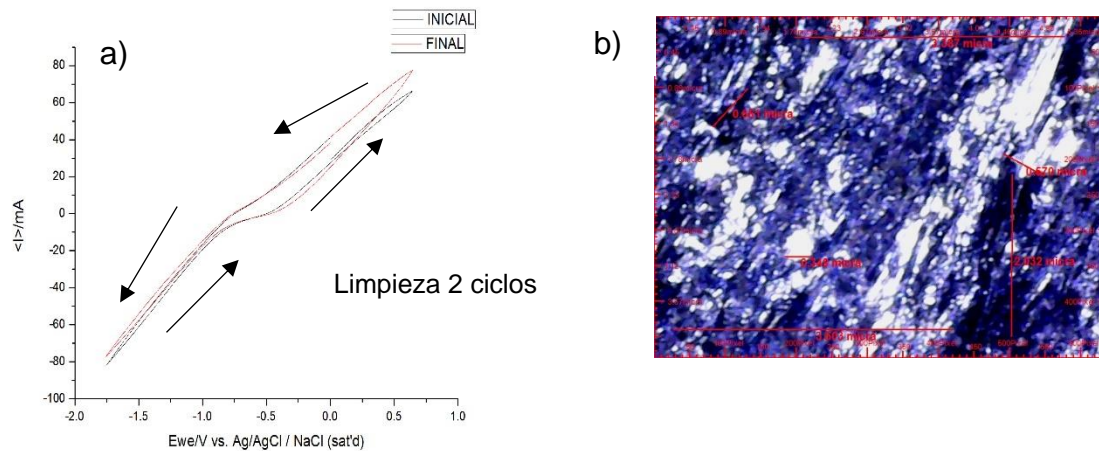


Fig. 4.1 a) Voltamperometría cíclica de muestra blanco a 2 ciclos de limpieza en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH en concentración 30:70 a temperatura ambiente. Fig. 4.1 b) Microscopía óptica a 400x. Fuente: Elaboración propia.

Una vez culminado el proceso de limpieza se procede al análisis de corrosión por la técnica de multiciclos (voltamperometría cíclica Ecorr) a fin de conocer y monitorizar el comportamiento de la muestra blanco mediante una ventana de potencial de -1.755 a 0.645 V vs Ag/AgCl a una velocidad de barrido de 50 mV/s y capturando su morfología con una microscopía óptica a 400x.

Con este estudio es posible conocer el incremento del flujo de corriente, así como el decremento de la resistencia óhmica a causa del proceso corrosivo que se lleva a cabo durante el estudio de voltamperometría cíclica. Además, las capturas de microscopía óptica arrojan imágenes de la degradación paulatina en la superficie del electrodo de trabajo en cuestión.

Los ensayos de voltamperometría cíclica en la muestra blanco fueron seccionados a 10 ciclos, 20 ciclos, 40 ciclos, 100 ciclos y 120 ciclos. Se determinó que 120 ciclos eran suficientes para la muestra blanco puesto que la microscopía óptica realizada a 120 ciclos culminaba con productos de corrosión en la superficie de trabajo.

En la Figura 4.2 a) se observan los picos anódicos y catódicos a 10 ciclos desplazándose de un potencial de 0.011 a -0.450V vs Ag/AgCl (-0.186 a -0.647V vs ENH) respectivamente y que son resultado del proceso de oxidación y reducción del hierro acorde al mecanismo de reacción anódico presentado a continuación:

El hierro pasa de tener 3 ó 2 iones cargados positivamente a permanecer con uno y liberar 2 electrones de su zona anódica:



El ion cloruro y el ion hierro se mezclan para producir un cloruro de hierro presente en la zona anódica:



Dadas las condiciones de pH alcalinas, el cloruro de hierro reacciona con agua y el ion hidroxilo (del cátodo) en el sitio de corrosión y forma un hidróxido de hierro ($\text{Fe}(\text{OH})_2$), dejando los iones cloruro libres de viajar por medio del agua hacia la zona anódica del metal a corroer. El hidróxido de hierro es la forma inicial de la corrosión del acero y tiene un color negro verduzco. El ion cloruro depositado en el agua es ahora libre de reaccionar con más hierro y continuar el proceso de corrosión.



El oxígeno y el hidróxido de hierro presentes en la solución sintética de agua de mar (NaCl-NaOH) y el electrodo de trabajo afectado en la parte anódica reaccionan para formar el óxido rojizo característico (Fe_2O_3 , hematita).



La Figura 4.2 b) muestra la microscopía óptica a 400x, en la cual se observa un área de trabajo con pequeñas picaduras iniciales casi no perceptibles a 400x, no obstante, estas primeras picaduras dan pie a eliminar la capa pasiva protectora del material que paulatinamente con el aumento en los multiciclos a los que se somete terminara por corroer el blanco.

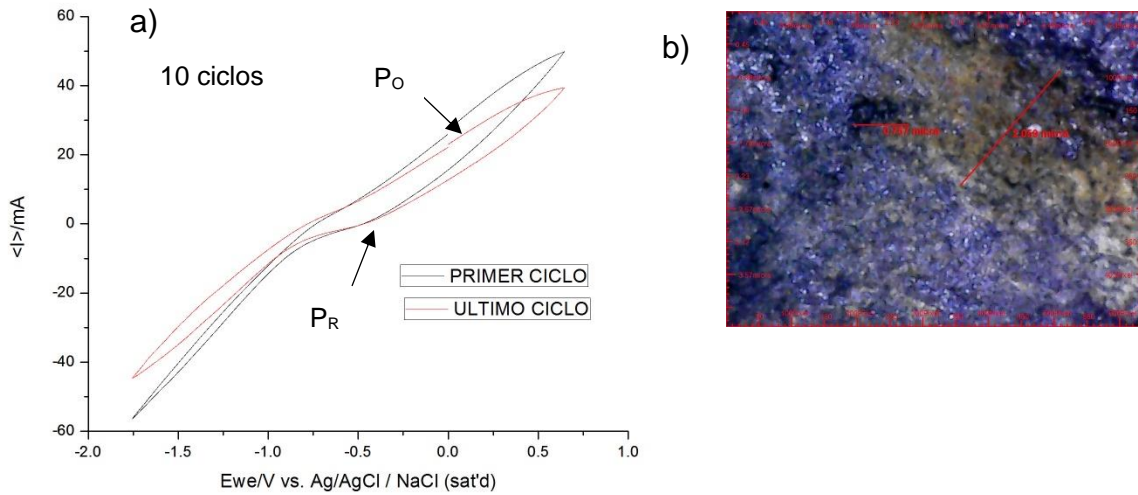


Figura 4.2 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (blanco) a 10 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x. Fuente: Elaboración propia

Posteriormente el proceso de ciclado en la muestra blanco continua a 20 ciclos. La Figura 4.3a. arroja un desplazamiento en el pico de oxidación y reducción de un potencial de 0.034 a -0.448 V vs Ag/AgCl (-0.163 a 0.645V vs ENH) posiblemente causado por el incremento de picaduras que rondan en el tamaño de 0.187 y 0.294 micras.

En la Figura 4.3 b. se puede observar la microscopía óptica a 400x la cual paulatinamente muestra un incremento en las picaduras de la superficie de trabajo, generadas por el proceso de corrosión que aún continua.

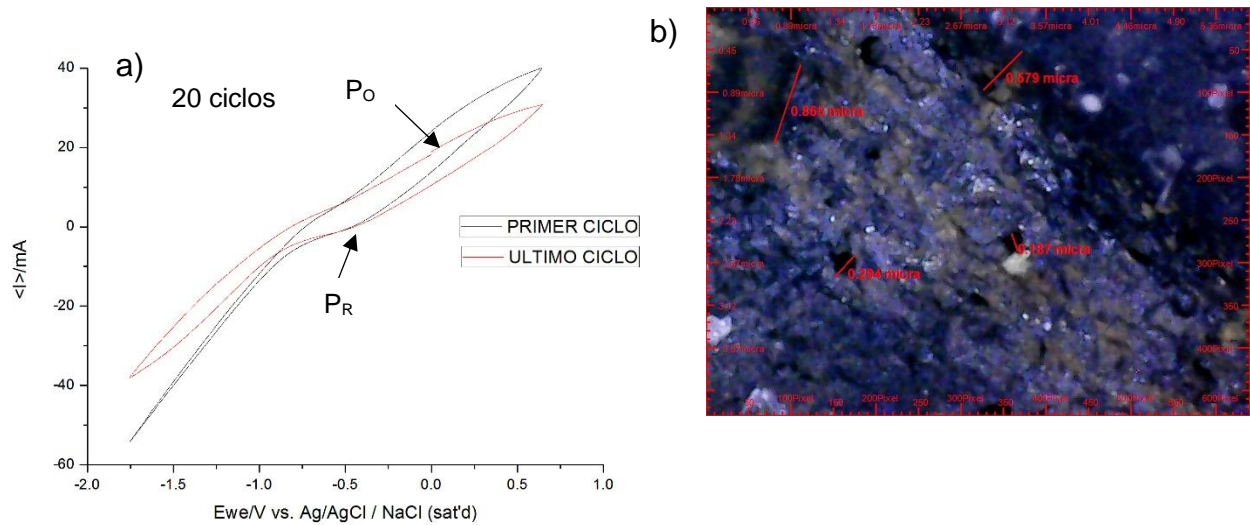


Figura 4.3 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (blanco) a 20 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x. Fuente: Elaboración propia.

Continuando con el proceso de ciclado la muestra blanco se expuso a 40 ciclos. La figura 4.4 a) arroja un desplazamiento en el pico de oxidación y reducción de un potencial de 0.091 a -0.657 V vs Ag/AgCl (-0.197 a -0.854 V vs ENH) posiblemente causado por el incremento de picaduras que rondan en el tamaño de 0.232 y 0.267 micras.

En la Figura 4.4 b), se puede observar la microscopía óptica a 400x la cual paulatinamente muestra un incremento en las picaduras de la superficie de trabajo, generadas por el proceso de corrosión que aun continua.

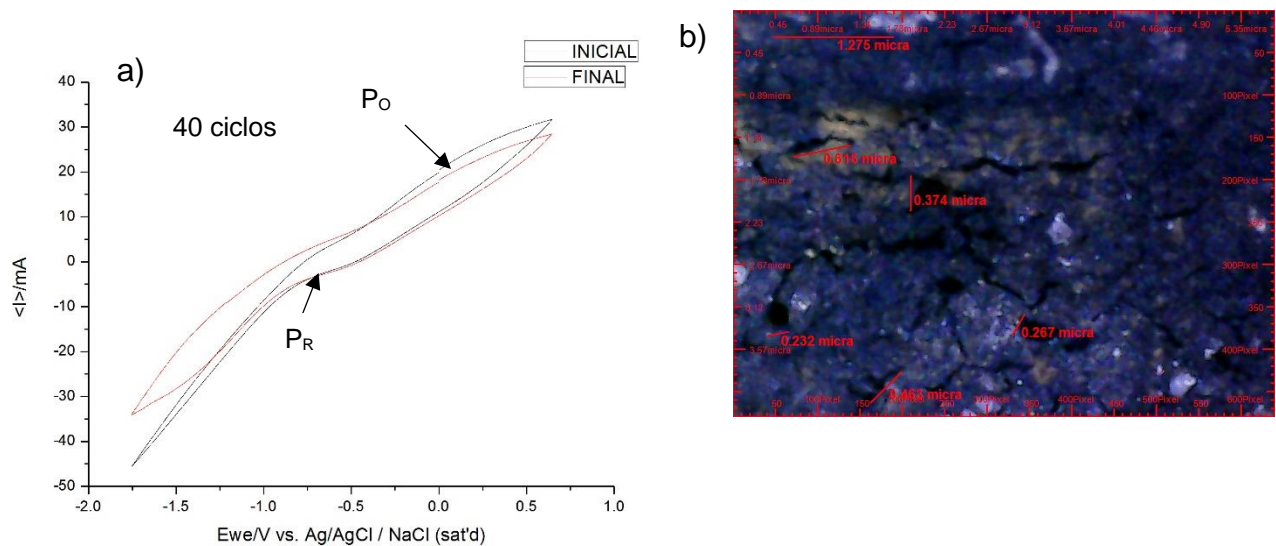


Figura 4.4 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (blanco) a 40 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x. Fuente: Elaboración propia.

El proceso de ciclado la muestra blanco continuó, se expuso a 100 ciclos de voltamperometría. La Figura 4.5 a) arroja un desplazamiento en el pico de oxidación y reducción de un potencial de 0.060 a -0.653 V vs Ag/AgCl (-0.137 a -0.850 V vs ENH) posiblemente causado por el incremento de picaduras que rondan en el tamaño de 0.686 y 1.159 micras.

En la Figura 4.5 b), se puede observar la microscopía óptica a 400x la cual paulatinamente muestra un incremento en las picaduras de la superficie de trabajo, generadas por el proceso de corrosión que aun continua.

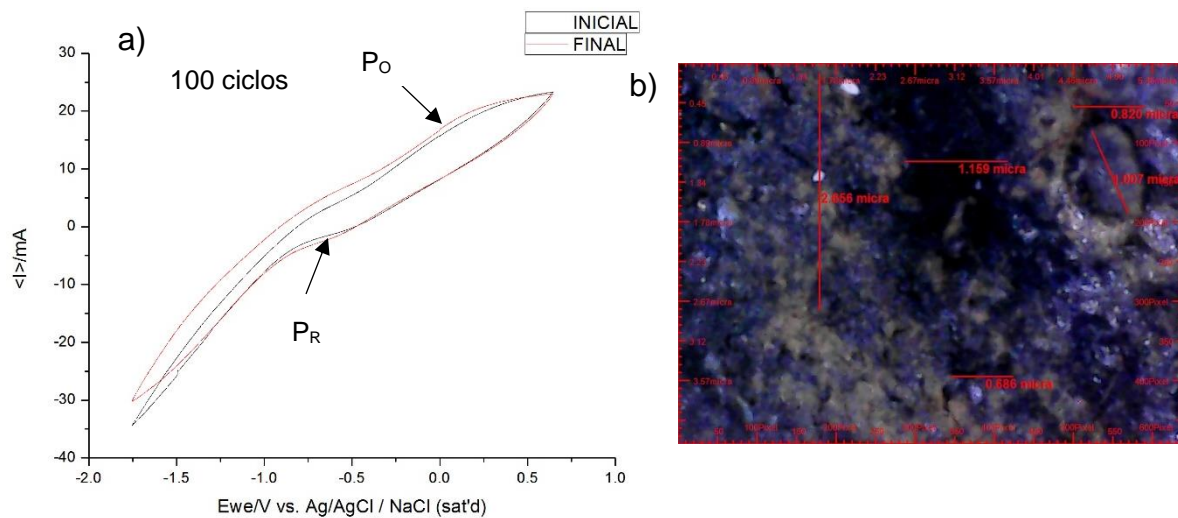


Figura 4.5 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (blanco) a 100 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente.

b) Microscopía óptica a 400x. Fuente: Elaboración propia.

En proceso de ciclado culminó cuando la muestra blanco cuando se expuso a 120 ciclos de voltamperometría. La figura 4.6 a) arroja un desplazamiento en el pico de oxidación y reducción de un potencial de 0.193 a -0.627 V vs Ag/AgCl -0.004 a -0.824 V vs ENH) posiblemente causado por el incremento de picaduras que rondan en el tamaño de 17.788 y 21.875 micras.

En la Figura 4.6 b), se puede observar la microscopía óptica a 400x la cual muestra ya un incremento en las picaduras más definidas y el proceso de corrosión en la superficie de trabajo ya propicio productos de corrosión en la misma.

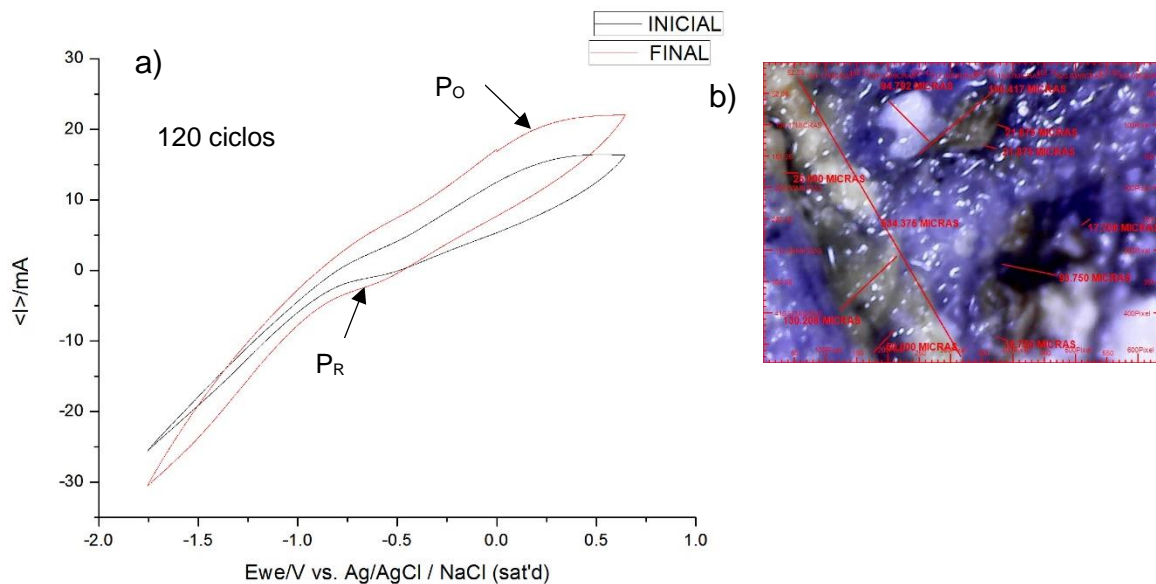


Figura 4.6 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (blanco) a 120 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente.

b) Microscopía óptica a 400x. Fuente: Elaboración propia.

4.2.2.- MUESTRA ANTICORROSIVO COMERCIAL

Como se mencionó con anterioridad para garantizar que las pruebas electroquímicas son realizadas sin ninguna anomalía causada por impurezas superficiales, se realiza un proceso de ciclado a dos ciclos con el objetivo de garantizar la heterogeneidad aséptica de las muestras sometidas a pruebas electroquímicas. La Figura 4.7 a) muestra el desplazamiento del potencial anódico a catódico debido a la eliminación de impurezas, arrojando un potencial de 0.045 a -0.659 V vs Ag/AgCl (-0.152 a -0.856 V vs ENH). La Figura 4.7 b) muestra una microscopía óptica a 400x, en la cual se observa una superficie de trabajo de aproximadamente 0.71 cm² completamente libre de impurezas.

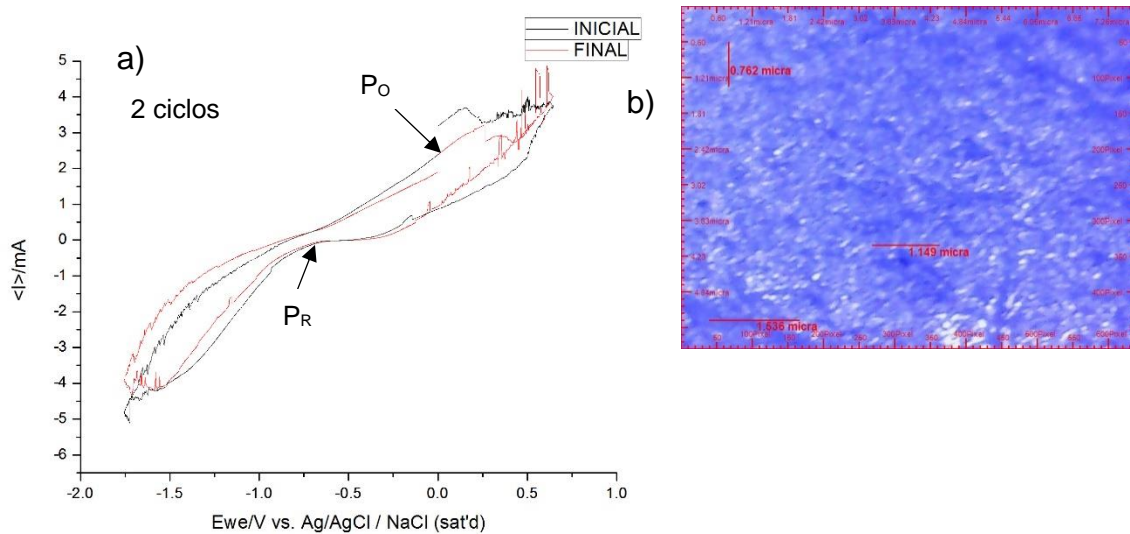


Figura 4.7 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (comercial) a 2 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente.

b) Microscopía óptica a 400x.

Fuente: Elaboración propia.

Cuando el proceso de limpieza termina se procede al análisis de corrosión por la técnica de multiciclos (Voltamperometría Cíclica Ecorr) a fin de conocer y monitorizar el comportamiento de la muestra con anticorrosivo comercial mediante una ventana de potencial de -1.755 a 0.645 V vs Ag/AgCl a una velocidad de barrido de 50 mV/s y capturando su morfología con una microscopia óptica a 400x.

Con este estudio es posible conocer el incremento del flujo de corriente, así como el decremento de la resistencia óhmica a causa del proceso corrosivo que se lleva a cabo durante el estudio de voltamperometría cíclica. Además, las capturas de microscopia óptica arrojan imágenes de la degradación paulatina en la superficie del electrodo de trabajo en cuestión.

Los ensayos de voltamperometría cíclica en la muestra con anticorrosivo comercial fueron seccionados a 10 ciclos, 20 ciclos, 40 ciclos, 100 ciclos, 200 ciclos, 500 ciclos, 1000 ciclos y 1500 ciclos. Se determinó que 1500 ciclos eran suficientes para la muestra con anticorrosivo comercial puesto que la microscopia óptica realizada a 1500 ciclos culminaba con productos de corrosión en la superficie de trabajo.

Consecutivamente el proceso de ciclado en la muestra con anticorrosivo comercial continua a 10 ciclos. La figura 4.8 a) arroja un desplazamiento en el pico de oxidación y reducción de un potencial de 0.151 a -0.670 V vs Ag/AgCl (-0.046 a -0.867 V vs ENH) posiblemente causado por el incremento de picaduras que rondan en el tamaño de 0.145 y 0.581 micras.

La Figura 4.8 b) muestra la microscopía óptica a 400x, la cual muestra un área de trabajo con pequeñas picaduras iniciales de cierta forma no perceptibles a 400x, no obstante, estas primeras picaduras dan pie a eliminar la capa pasiva protectora del material que paulatinamente con el aumento en los multiciclos a los que se somete terminara por vencer al recubrimiento anticorrosivo.

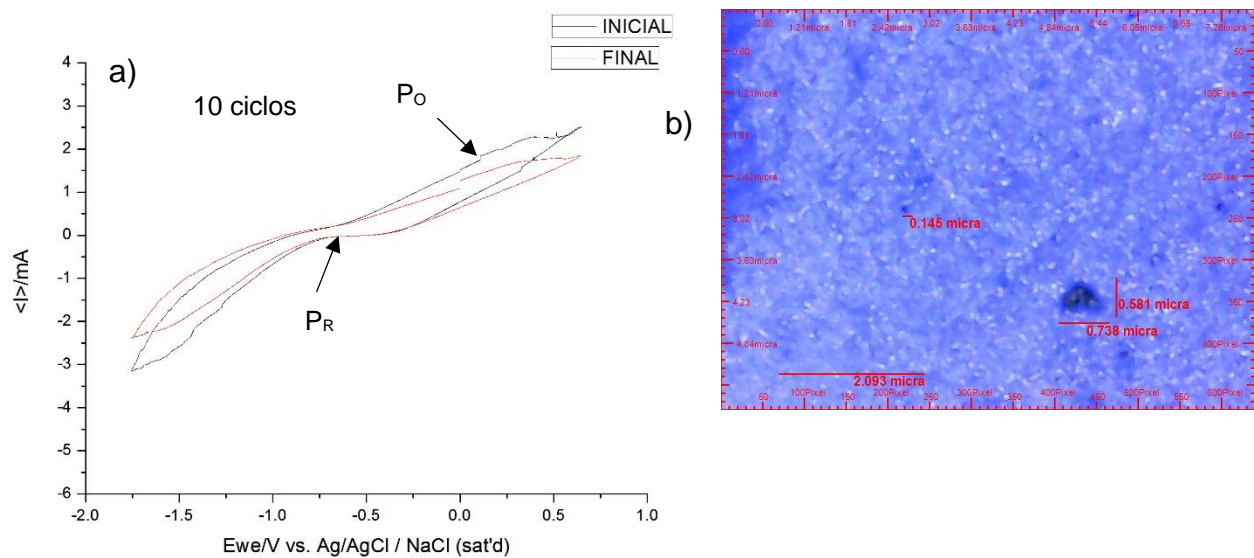


Figura 4.8 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (comercial) a 10 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente.

b) Microscopía óptica a 400x.

Fuente: Elaboración propia.

Una vez más se procedió a continuar con el proceso de ciclado en la muestra comercial a 20 ciclos. La Figura 4.9 a) arroja un desplazamiento en el pico de oxidación y reducción de un potencial de 0.374 a -0.818 V vs Ag/AgCl (0.177 a -1.015 V vs ENH) posiblemente causado por el incremento de picaduras que rondan en el tamaño de 0.230 y 0.472 micras.

En la Figura 4.9 b) se puede observar la microscopía óptica a 400x la cual paulatinamente muestra un incremento en las picaduras de la superficie de trabajo, generadas por el proceso de corrosión que aun continua.

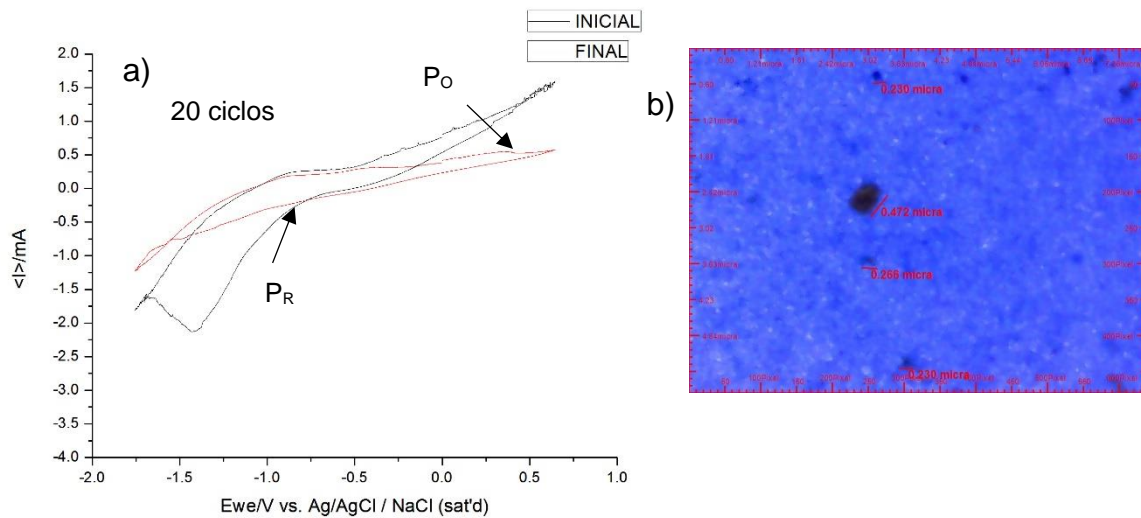


Figura 4.9 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (comercial) a 20 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente.

b) Microscopía óptica a 400x.

Fuente: Elaboración propia.

Continuando con el proceso de ciclado la muestra con anticorrosivo comercial se expuso a 40 ciclos. La Figura 4.10 a) arroja un desplazamiento en el pico de oxidación y reducción de un potencial de 0.14 a -0.862 V vs Ag/AgCl (-0.057 a -1.059 V vs ENH) posiblemente causado por el incremento de picaduras que rondan en el tamaño de 0.157 y 0.435 micras.

En la Figura 4.10 b) se puede observar la microscopía óptica a 400x la cual paulatinamente muestra un incremento en las picaduras de la superficie de trabajo, generadas por el proceso de corrosión que aun continua.

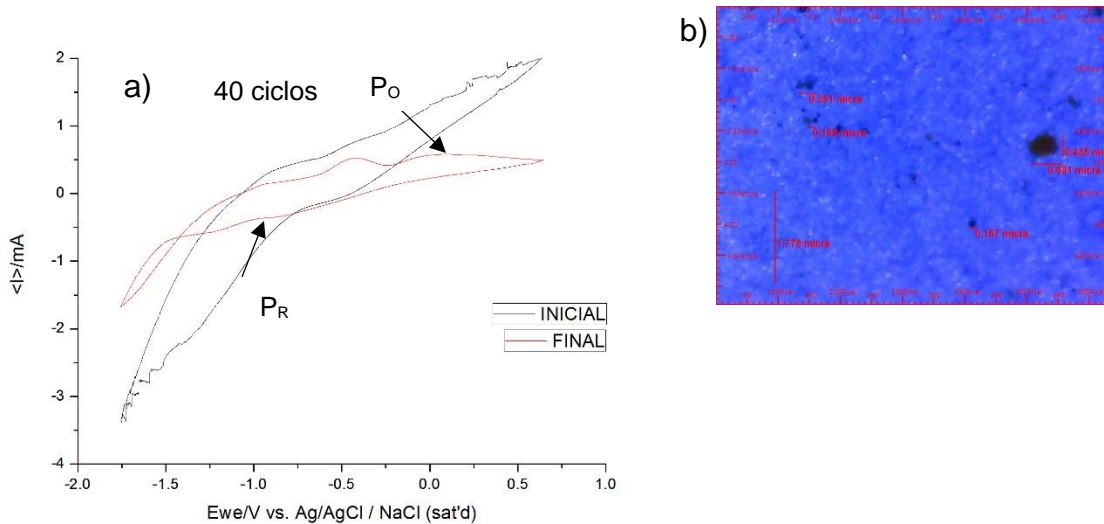


Figura 4.10 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (comercial) a 40 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.

Fuente: Elaboración propia.

El proceso de ciclado la muestra con anticorrosivo comercial continuó, se expuso a 100 ciclos de voltamperometría. La Figura 4.11 a) arroja un desplazamiento en el pico de oxidación y reducción de un potencial de 0.167 a -0.913 V vs Ag/AgCl (-0.030 a -1.110 V vs ENH) posiblemente causado por el incremento de picaduras que rondan en el tamaño de 0.216 y 0.994 micras.

En la Figura 4.11 b) se puede observar la microscopía óptica a 400x la cual paulatinamente muestra un incremento en las picaduras de la superficie de trabajo, generadas por el proceso de corrosión que aun continua.

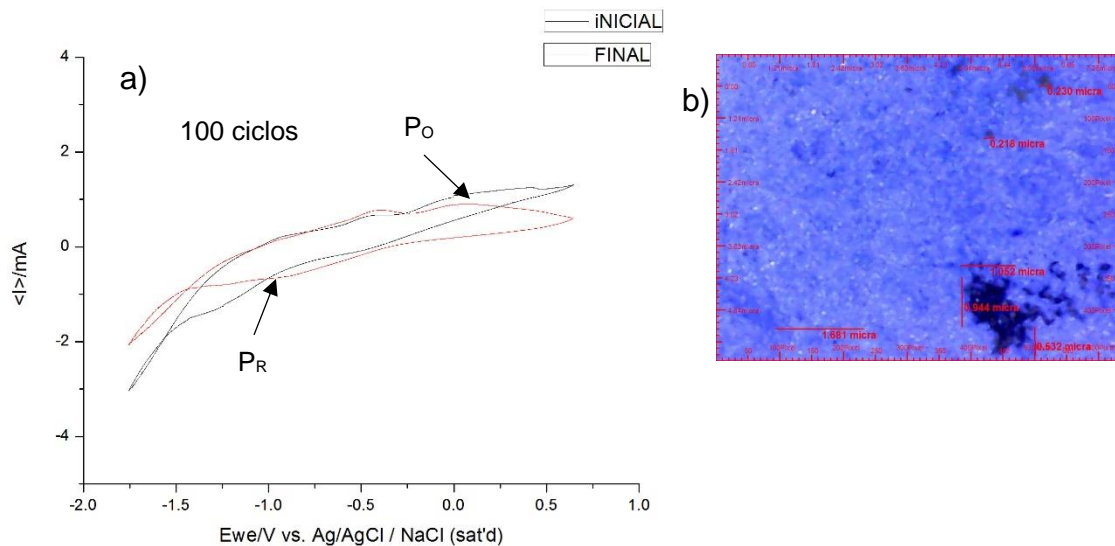


Figura 4.11 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (comercial) a 100 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.

Fuente: Elaboración propia.

Continuando con el proceso de ciclado la muestra con anticorrosivo comercial se expuso a 200 ciclos. La Figura 4.12 a) arroja un desplazamiento en el pico de oxidación y reducción de un potencial de 0.188 a -1.12 V vs Ag/AgCl (-0.009 a -1.317 V vs ENH) posiblemente causado por el incremento de picaduras que rondan en el tamaño de 0.254 y 0.810 micras.

En la Figura 4.12 b) se puede observar la microscopía óptica a 400x la cual paulatinamente muestra un incremento en las picaduras de la superficie de trabajo, generadas por el proceso de corrosión que aun continua.

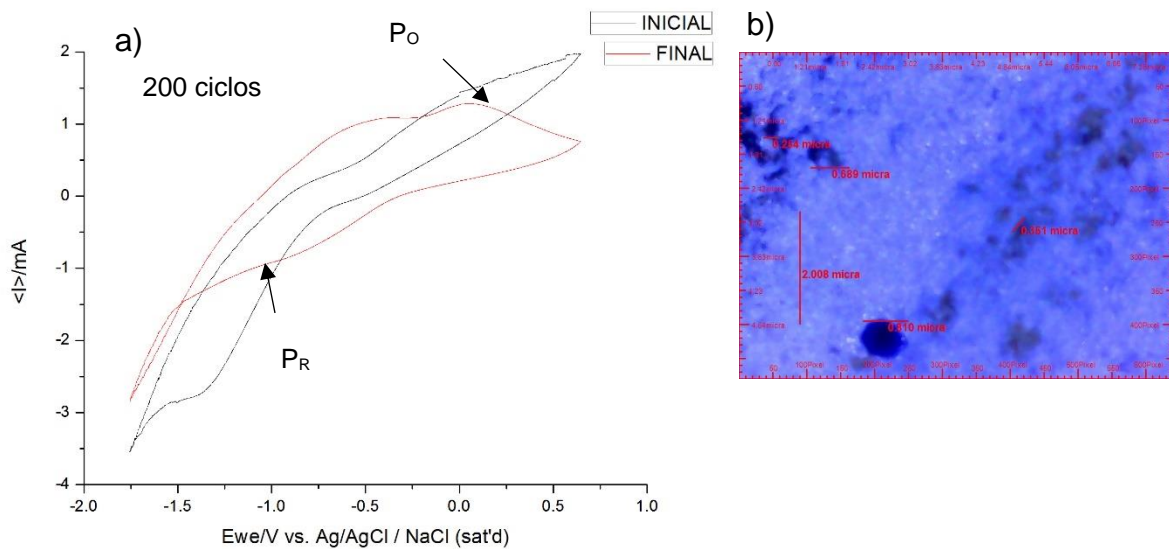


Figura 4.12 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (comercial) a 200 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.

Fuente: Elaboración propia.

Una vez más el proceso de ciclado la muestra con anticorrosivo comercial continuó, se expuso a 500 ciclos de voltamperometría. La Figura 4.13 a) arroja un desplazamiento en el pico de oxidación y reducción de un potencial de 0.142 a -1.06 V vs Ag/AgCl (-0.055 a -1.257 V vs ENH) posiblemente causado por el incremento de picaduras que rondan en el tamaño de 0.351 y 1.077 micras.

En la Figura 4.13 b) se puede observar la microscopía óptica a 400x la cual paulatinamente muestra un incremento en las picaduras de la superficie de trabajo, generadas por el proceso de corrosión que aun continua.

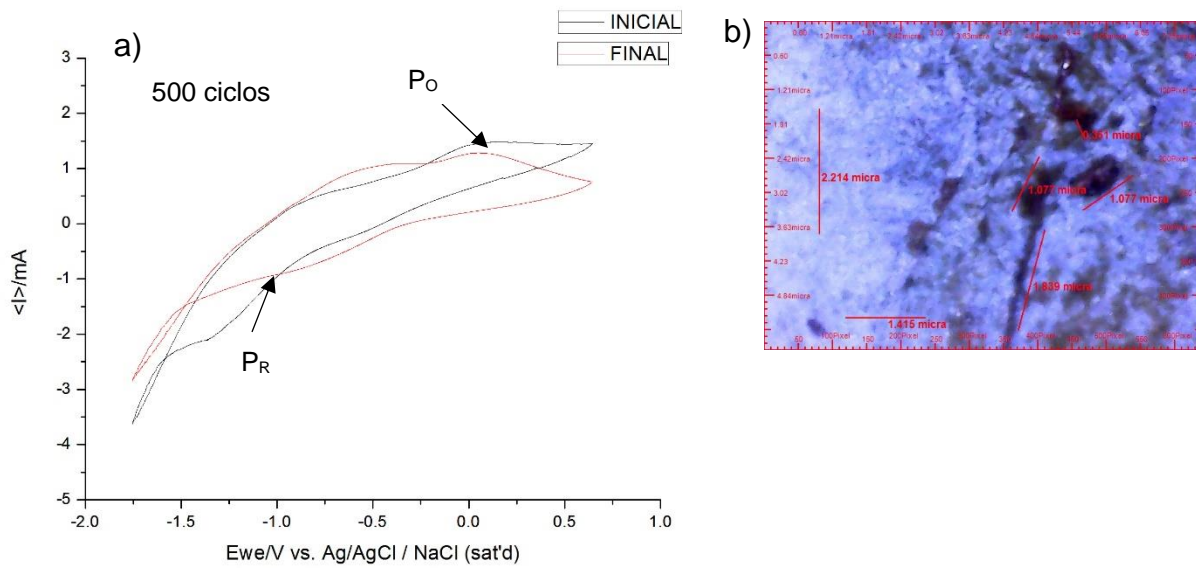


Figura 4.13 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (comercial) a 500 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.

Fuente: Elaboración propia.

Continuando con el proceso de ciclado la muestra con anticorrosivo comercial se expuso a 1000 ciclos. La Figura 4.14 a) arroja un desplazamiento en el pico de oxidación y reducción de un potencial de 0.212 a -1.105 V vs Ag/AgCl (0.015 a -1.302 V vs ENH) posiblemente causado por el incremento de picaduras que rondan en el tamaño de 17.734 y 69.735 micras.

En la Figura 4.14 b) se puede observar la microscopía óptica a 400x la cual paulatinamente muestra un incremento en las picaduras de la superficie de trabajo, generadas por el proceso de corrosión que aun continua.

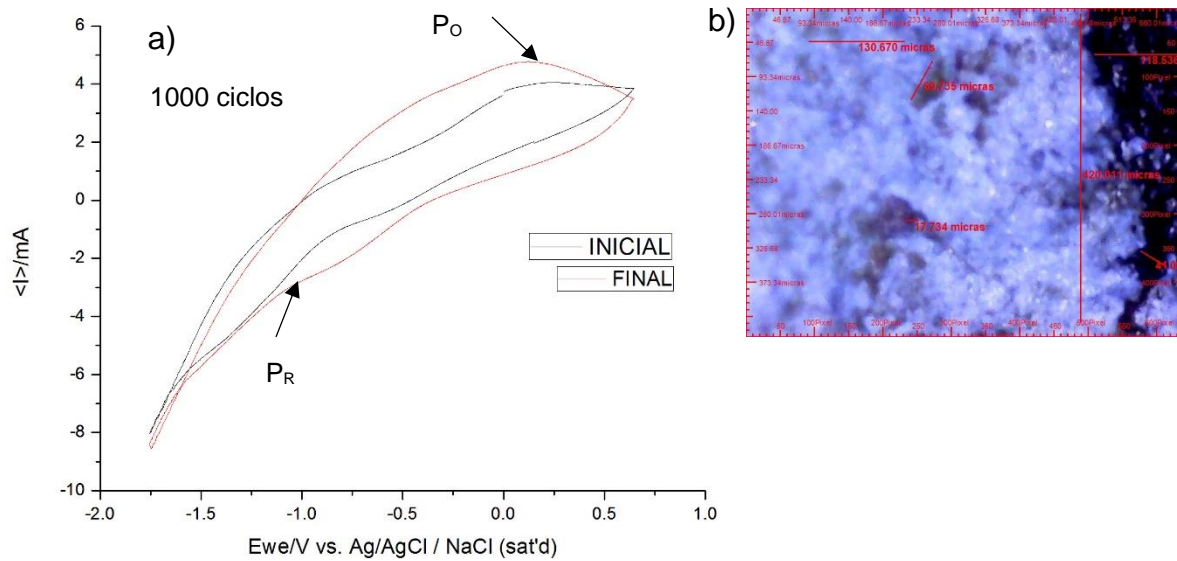


Figura 4.14 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (comercial) a 1000 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.

Fuente: Elaboración propia.

Por último, el proceso de ciclado la muestra con anticorrosivo comercial culmino cuando se expuso a 1500 ciclos de voltamperometría. La Figura 4.15 a) arroja un desplazamiento en el pico de oxidación y reducción de un potencial de 0.185 a -1.146 V vs Ag/AgCl (-0.012 a -1.343 V vs ENH) posiblemente causado por el incremento de picaduras que rondan en el tamaño de 0.84.112 y 188.785 micras.

En la Figura 4.15 b) se puede observar la microscopía óptica a 400x la cual muestra ya un incremento en las picaduras más definidas y el proceso de corrosión en la superficie de trabajo ya propicio productos de corrosión en la misma.

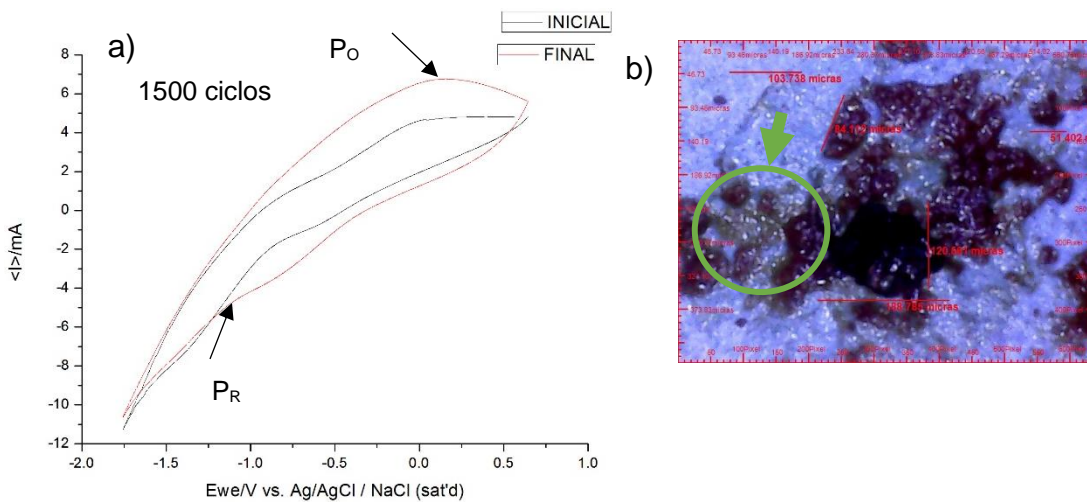


Figura 4.15 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (comercial) a 1500 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.

Fuente: Elaboración propia.

4.2.3.- MUESTRA ANTICORROSIVO CNT-Zn 20:80

Para garantizar que las pruebas electroquímicas son realizadas sin ninguna anomalía causada por impurezas superficiales, se realiza un proceso de ciclado a dos ciclos con el objetivo de garantizar la heterogeneidad aséptica de las muestras sometidas a pruebas electroquímicas. La Figura 4.16 a) muestra el desplazamiento del potencial anódico a catódico debido a la eliminación de impurezas, arrojando un potencial de 0.108 a -0.619 V vs Ag/AgCl (0.089 a -0.816 V vs ENH). La Figura 4.16 b) muestra una microscopía óptica a 400x, en la cual se observa una superficie de trabajo de aproximadamente 0.71cm² completamente libre de impurezas.

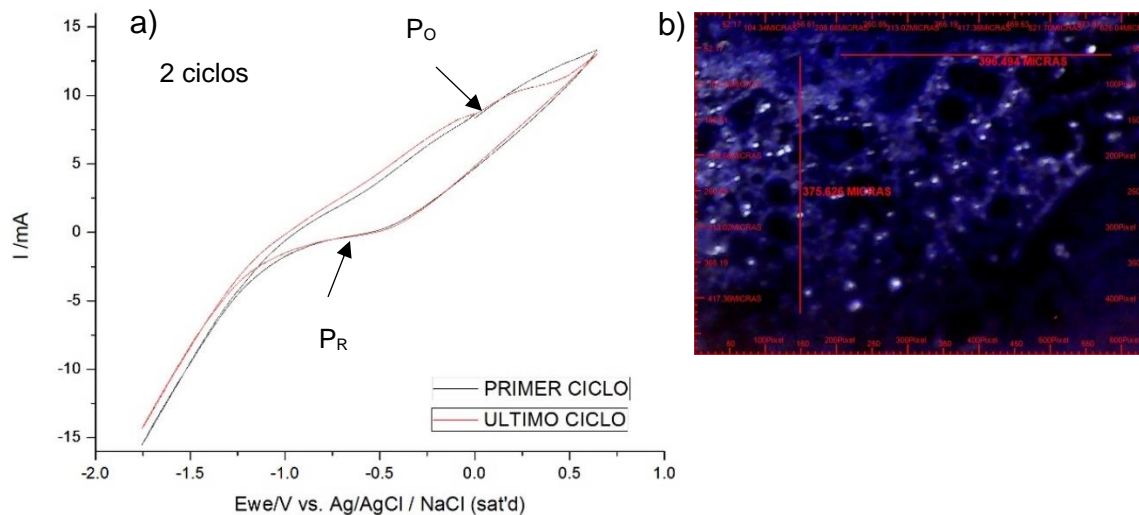


Figura 4.16 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 20:80) a 2 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.

Fuente: Elaboración propia.

Una vez culminado el proceso de limpieza se procede al análisis de corrosión por la técnica de multicitos (Voltamperometría Cíclica Ecorr) a fin de conocer y monitorizar el comportamiento de la muestra con anticorrosivo CNT-Zn 20:80 mediante una ventana de potencial de -1.755 a 0.645 V vs Ag/AgCl a una velocidad de barrido de 50 mV/s y capturando su morfología con una microscopia óptica a 400x.

Con este estudio es posible conocer el incremento del flujo de corriente, así como el decremento de la resistencia óhmica a causa del proceso corrosivo que se lleva a cabo durante el estudio de voltamperometría cíclica. Además, las capturas de microscopia óptica arrojan imágenes de la degradación paulatina en la superficie del electrodo de trabajo en cuestión.

Los ensayos de voltamperometría cíclica en la muestra con anticorrosivo CNT-Zn 20:80 fueron seccionados a 10 ciclos, 20 ciclos y 40 ciclos. Se determinó que 40 ciclos eran suficientes para la muestra con anticorrosivo comercial puesto que la microscopia óptica realizada a 40 ciclos culminaba con productos de corrosión en la superficie de trabajo.

Subsecuentemente el proceso de ciclado en la muestra con anticorrosivo CNT-Zn 20:80 continua a 10 ciclos. La Figura 4.17 a) arroja un desplazamiento en el pico de oxidación y reducción de un potencial de 0.207 a -0.53 V vs Ag/AgCl (0.01 a -0.727 V vs ENH) posiblemente causado por el incremento de picaduras que rondan en el tamaño de 18.269 y 30.7 micras.

La Figura 4.17 b) muestra la microscopía óptica a 400x, la cual muestra un área de trabajo con pequeñas picaduras iniciales de cierta forma no perceptibles a 400x, pero que de igual forma dan pie a eliminar la capa de recubrimiento anticorrosivo del material a la que paulatinamente la muestra se somete con el aumento en los multiciclos.

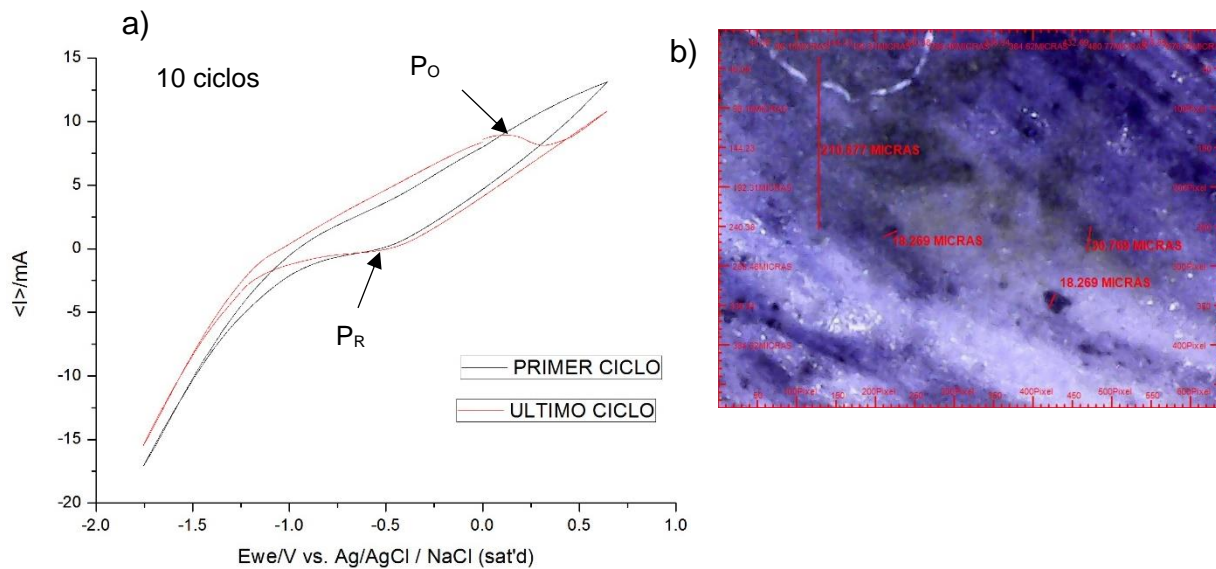


Figura 4.17 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 20:80) a 10 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.

Fuente: Elaboración propia.

De nuevo se procedió a continuar con el proceso de ciclado en la muestra CNT-Zn 20:80 a 20 ciclos. La Figura 4.18 a) arroja un desplazamiento en el pico de oxidación y reducción de un potencial de 0.03 a -0.523 V vs Ag/AgCl (-0.167 a -0.72 V vs ENH) posiblemente causado por el incremento de picaduras que rondan en el tamaño de 27.877 y 103.269 micras.

En la Figura 4.18 b) se puede observar la microscopía óptica a 400x la cual paulatinamente muestra un incremento en las picaduras de la superficie de trabajo, generadas por el proceso de corrosión que aun continua.

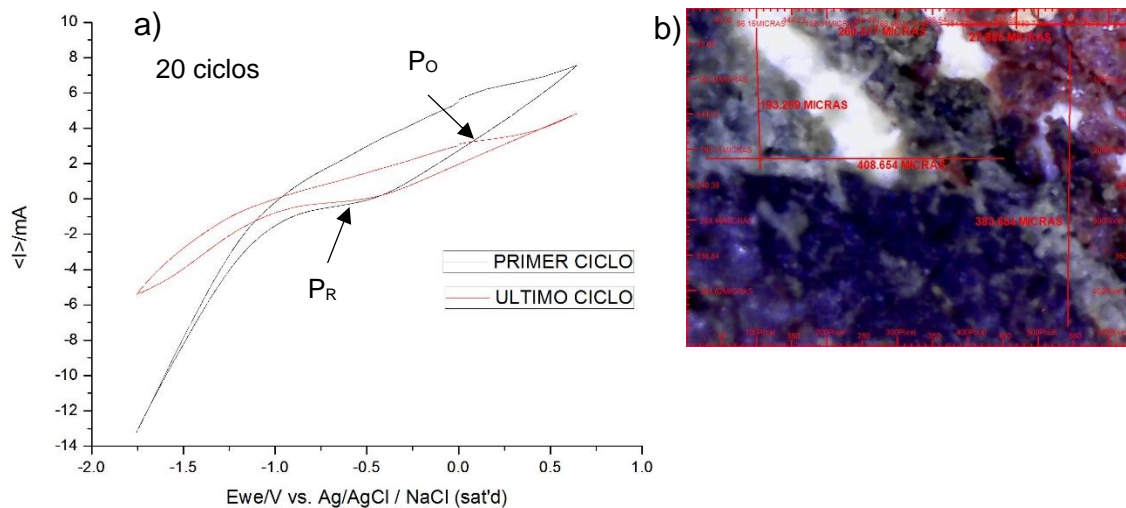


Figura 4.18 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 20:80) a 20 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.

Fuente: Elaboración propia.

En la última etapa del proceso de ciclado la muestra con anticorrosivo CNT-Zn 20:80 se expuso a 40 ciclos. La Figura 4.19 a) arroja un desplazamiento en el pico de oxidación y reducción de un potencial de 0.1 a -0.76 V vs Ag/AgCl (0.097 a -0.957 V vs ENH) posiblemente causado por el incremento de picaduras que rondan en el tamaño de 395.192 y 597.115 micras.

En la Figura 4.19 b) se puede observar la microscopía óptica a 400x la cual muestra ya un incremento en las picaduras más definidas y el proceso de corrosión en la superficie de trabajo ya propicio productos de corrosión en la misma.

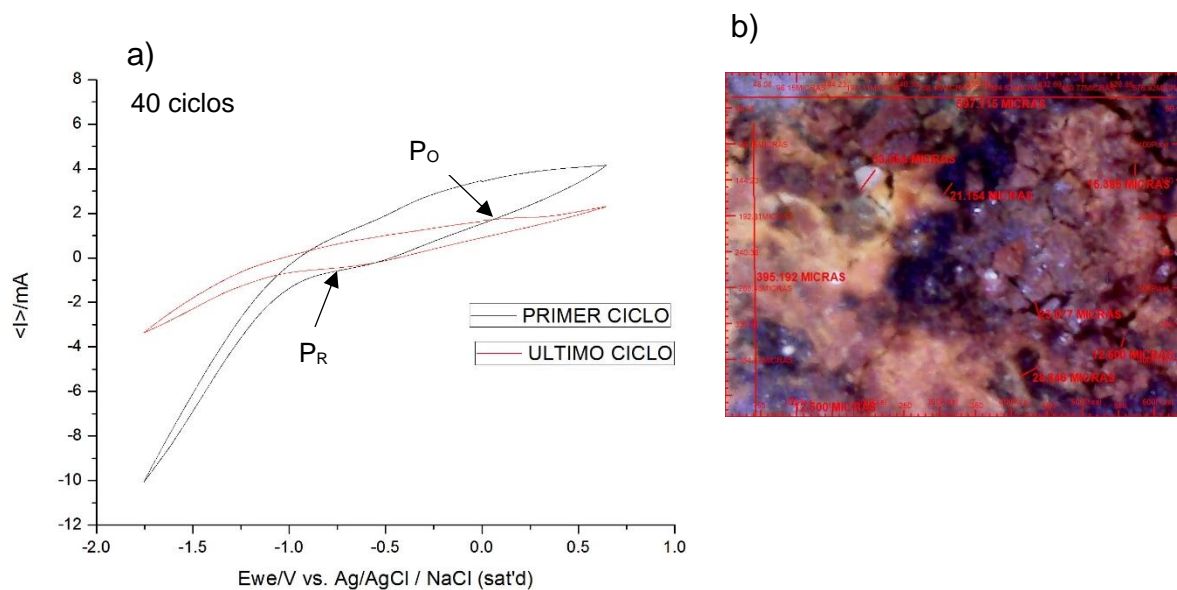


Figura 4.19 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 20:80) a 40 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.

Fuente: Elaboración propia.

4.2.4.- MUESTRA ANTICORROSIVO CNT-Zn 80:20

Para garantizar que las pruebas electroquímicas son realizadas sin ninguna anomalía causada por impurezas superficiales, se realiza un proceso de ciclado a dos ciclos con el objetivo de garantizar la heterogeneidad aséptica de las muestras sometidas a pruebas electroquímicas. La Figura 4.20 a) muestra el desplazamiento del potencial anódico a catódico debido a la eliminación de impurezas, arrojando un potencial de -0.22 a -0.532 V vs Ag/AgCl (-0.417 a -0.729 V vs ENH). La Figura 4.20 b) muestra una microscopía óptica a 400x, en la cual se observa una superficie de trabajo de aproximadamente 0.71cm² completamente libre de impurezas.

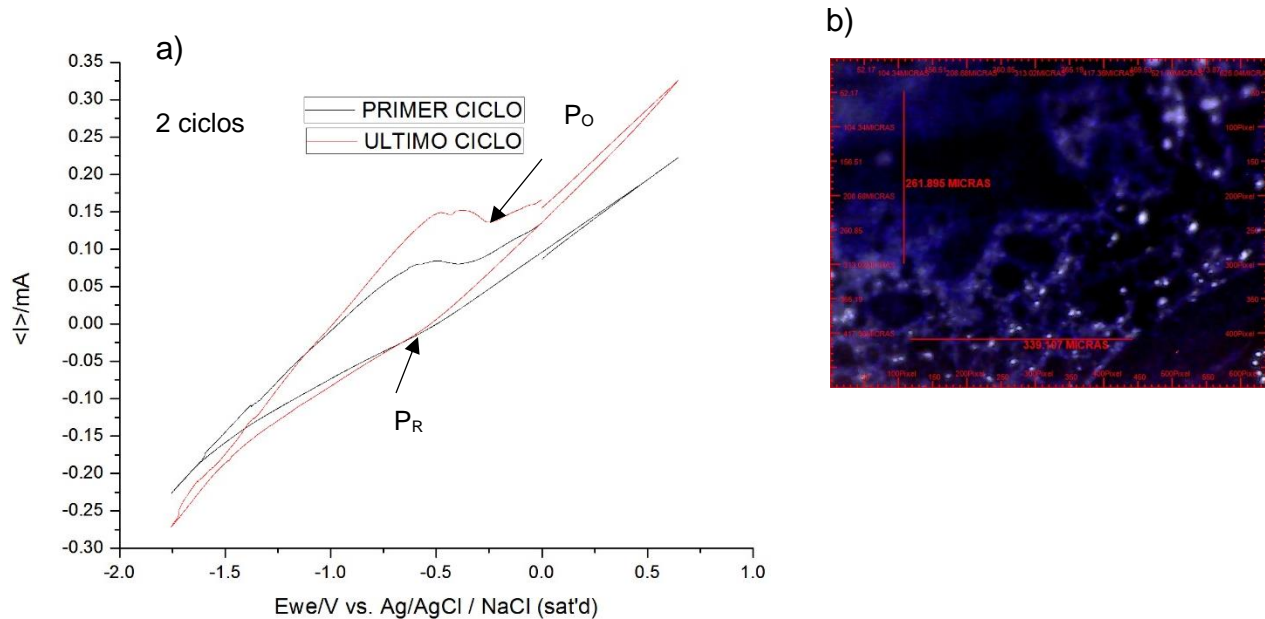


Figura 4.20 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 80:20) a 2 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.

Fuente: Elaboración propia.

Una vez culminado el proceso de limpieza se procede al análisis de corrosión por la técnica de multicitos (Voltamperometría Cíclica Ecorr) a fin de conocer y monitorizar el comportamiento de la muestra con anticorrosivo CNT-Zn 80:20 mediante una ventana de potencial de -1.755 a 0.645 V vs Ag/AgCl a una velocidad de barrido de 50 mV/s y capturando su morfología con una microscopía óptica a 400x.

Con este estudio es posible conocer el incremento del flujo de corriente, así como el decremento de la resistencia óhmica a causa del proceso corrosivo que se lleva a cabo durante el estudio de voltamperometría cíclica. Además, las capturas de microscopía óptica arrojan imágenes de la degradación paulatina en la superficie del electrodo de trabajo en cuestión.

Los ensayos de voltamperometría cíclica en la muestra con anticorrosivo CNT-Zn 80:20 fueron seccionados a 10 ciclos, 20 ciclos, 40 ciclos, 100 ciclos y 200 ciclos. Se determinó que 200 ciclos eran suficientes para la muestra con anticorrosivo comercial puesto que la microscopía óptica realizada a 200 ciclos culminaba con productos de corrosión en la superficie de trabajo.

Consecuentemente el proceso de ciclado en la muestra con anticorrosivo CNT-Zn 80:20 continua a 10 ciclos. La Figura 4.21 a) arroja un desplazamiento en el pico de oxidación y reducción de un potencial de -0.12 a -0.614 V vs Ag/AgCl (-0.317 a -0.811 V vs ENH) posiblemente causado por el incremento de picaduras que rondan en el tamaño de 34.375 y 65.625 micras.

La Figura 4.21 b) muestra la microscopía óptica a 400x, la cual muestra un área de trabajo con pequeñas picaduras iniciales de cierta forma aun no definidas a 400x, pero que de igual forma dan pie a eliminar la capa de recubrimiento anticorrosivo del material a la que paulatinamente la muestra se somete con el aumento en los multiciclos.

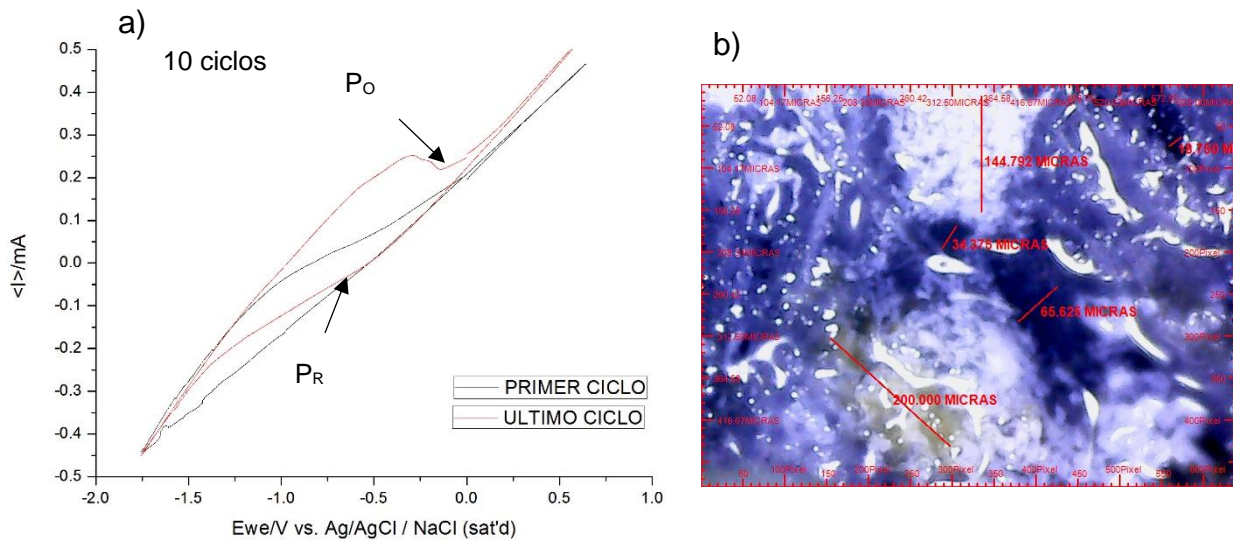


Figura 4.21 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 80:20) a 10 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.

Fuente: Elaboración propia.

Una vez más se procedió a continuar con el proceso de ciclado en la muestra CNT-Zn 80:20 a 20 ciclos. La Figura 4.22 a) arroja un desplazamiento en el pico de oxidación y reducción de un potencial de -0.166 a -0.641 V vs Ag/AgCl (-0.363 a -0.838 V vs ENH) posiblemente causado por el incremento de picaduras que rondan en el tamaño de 23.968 y 80.208 micras.

En la Figura 4.22 b) se puede observar la microscopía óptica a 400x la cual paulatinamente muestra un incremento en las picaduras de la superficie de trabajo, generadas por el proceso de corrosión que aun continua.

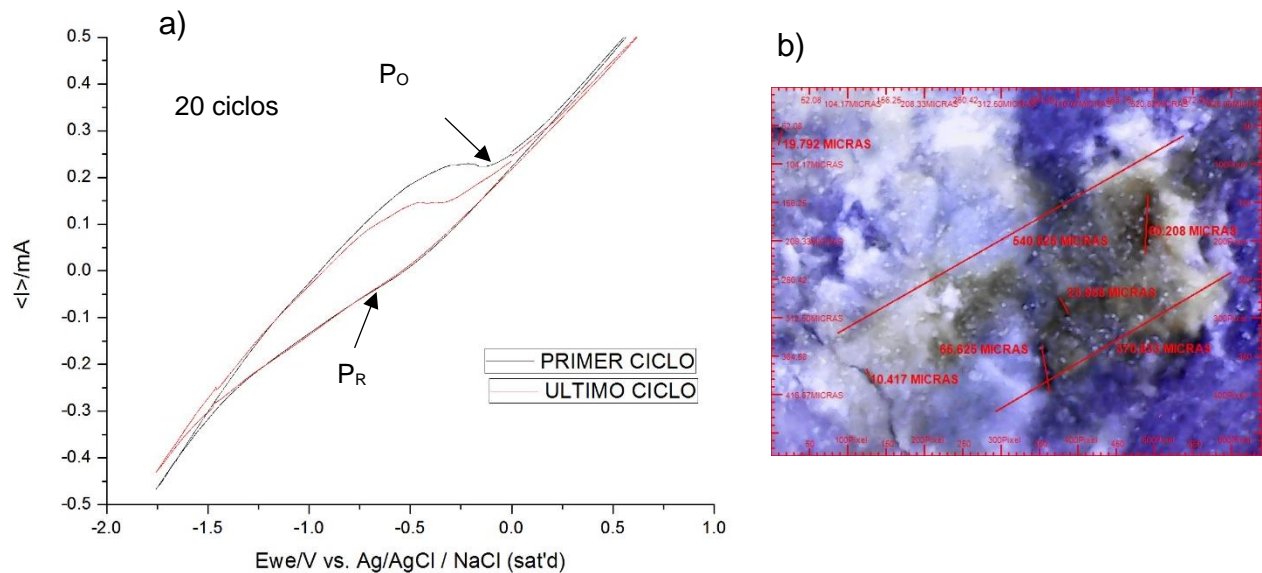


Figura 4.22 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 80:20) a 20 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.

Fuente: Elaboración propia.

Continuando con el proceso de ciclado la muestra con anticorrosivo CNT-Zn 80:20 se expuso a 40 ciclos. La Figura 4.23 a) arroja un desplazamiento en el pico de oxidación y reducción de un potencial de -0.627 a -0.337 V vs Ag/AgCl (-0.824 a -0.534 V vs ENH) posiblemente causado por el incremento de picaduras que rondan en el tamaño de 19.72 y 34.375 micras.

La Figura 4.23 b) se observa la microscopía óptica a $400\times$ la cual paulatinamente muestra un incremento en las picaduras de la superficie de trabajo, generadas por el proceso de corrosión que aun continua.

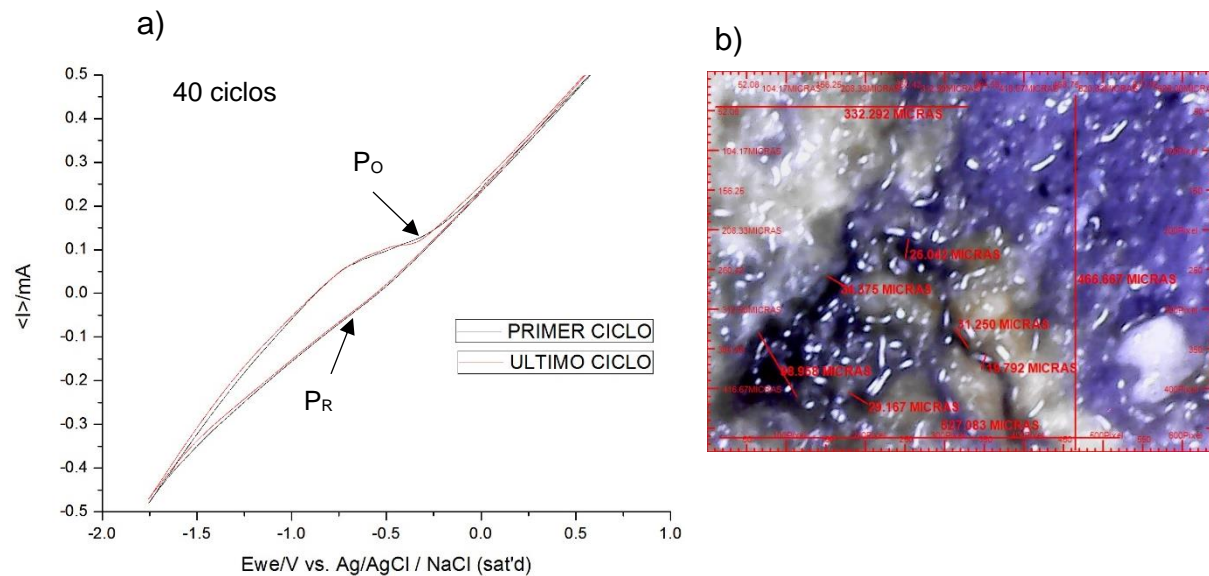


Figura 4.23 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 80:20) a 40 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a $400\times$.

Fuente: Elaboración propia.

El proceso de ciclado la muestra con anticorrosivo CNT-Zn 80:20 continuó, se expuso a 100 ciclos de voltamperometría. La Figura 4.24 a) arroja un desplazamiento en el pico de oxidación y reducción de un potencial de -0.252 a -0.681 V vs Ag/AgCl (-0.449 a -0.878 V vs ENH) posiblemente causado por el incremento de picaduras que rondan en el tamaño de 26.942 y 376.942 micras.

En la Figura 4.24 b) se puede observar la microscopía óptica a 400x la cual paulatinamente muestra un incremento en las picaduras de la superficie de trabajo, generadas por el proceso de corrosión que aun continua.

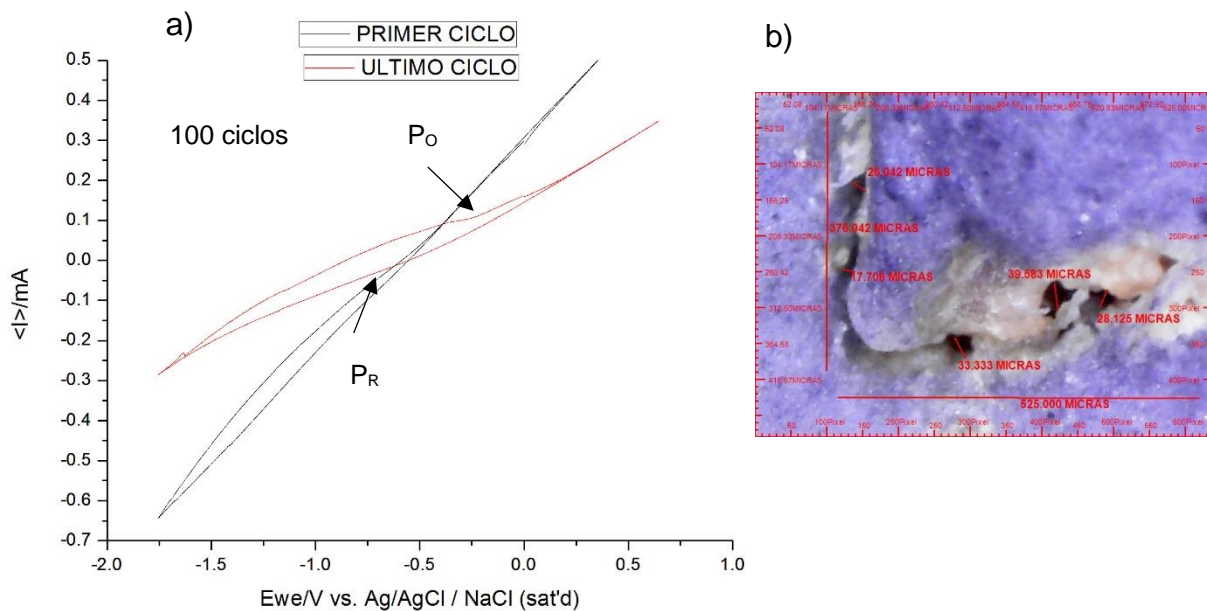


Figura 4.24 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 80:20) a 100 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.

Fuente: Elaboración propia.

Por último, se realizó un proceso de ciclado la muestra con anticorrosivo CNT-Zn 80:20 que culminó cuando se expuso a 200 ciclos de voltamperometría. La Figura 4.25 a) arroja un desplazamiento en el pico de oxidación y reducción de un potencial de -0.414 a -0.663 V vs Ag/AgCl (-0.611 a -0.860 V vs ENH) posiblemente causado por el incremento de picaduras que rondan en el tamaño de 327.083 y 511.498 micras.

En la Figura 4.25 b) se puede observar la microscopía óptica a 400x la cual muestra ya un incremento en las picaduras más definidas y el proceso de corrosión en la superficie de trabajo ya propicio productos de corrosión en la misma.

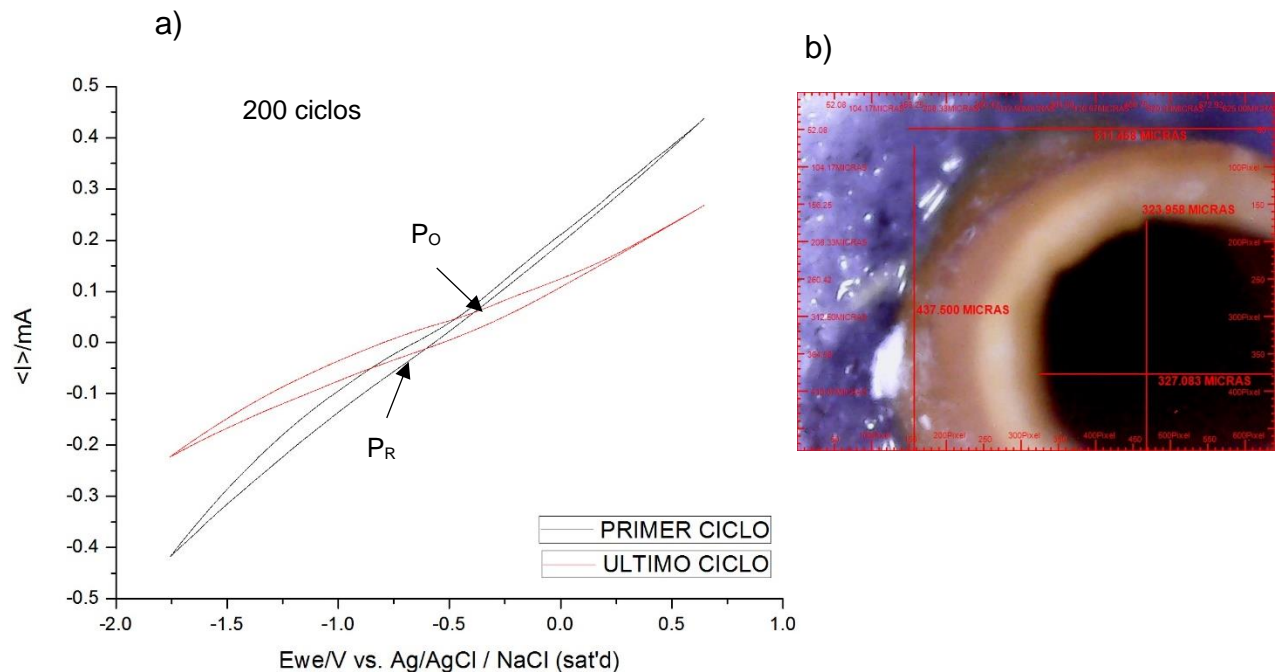


Figura 4.25 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 80:20) a 200 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.

Fuente: Elaboración propia.

4.2.5.- MUESTRA ANTICORROSIVO CNT-Zn 50:50

Para garantizar que las pruebas electroquímicas son realizadas sin ninguna anomalía causada por impurezas superficiales, se realiza un proceso de ciclado a dos ciclos con el objetivo de garantizar la heterogeneidad aséptica de las muestras sometidas a pruebas electroquímicas. La Figura 4.26 a) muestra el desplazamiento del potencial anódico a catódico debido a la eliminación de impurezas, arrojando un potencial de 0.022 a -1.211 V vs Ag/AgCl (-0.175 a -1.408 V vs ENH). La Figura 4.26 b) muestra una microscopía óptica a 400x, en la cual se observa una superficie de trabajo de aproximadamente 0.71cm² completamente libre de impurezas.

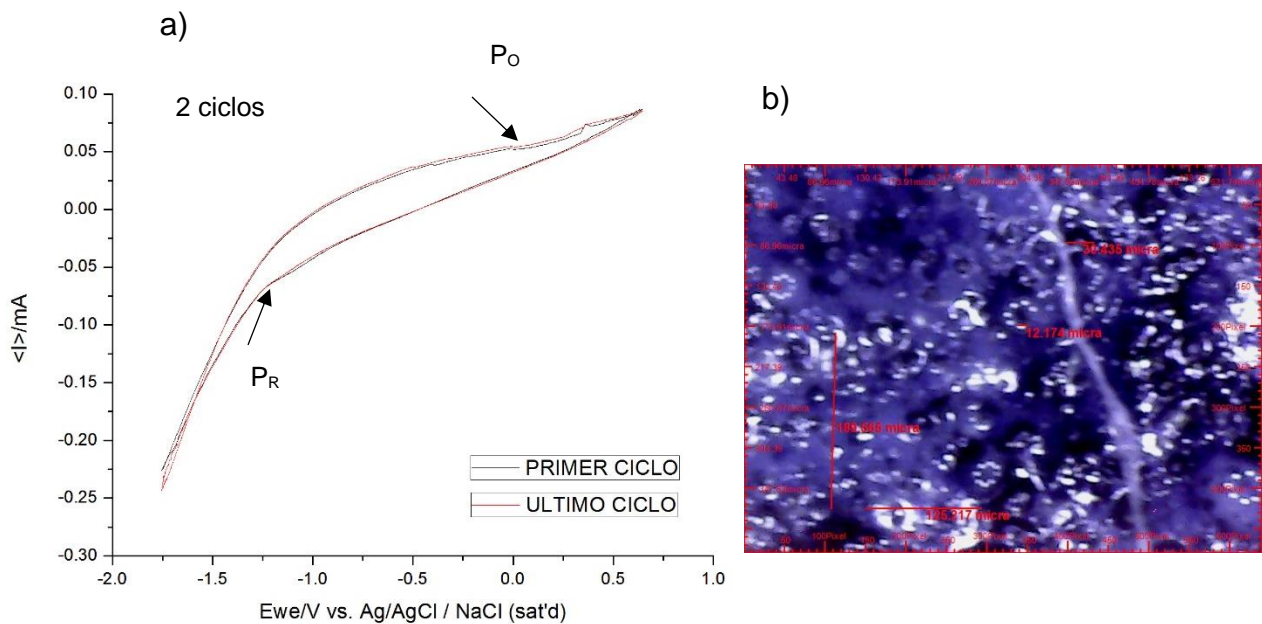


Figura 4.26 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 50:50) a 2 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.

Fuente: Elaboración propia.

Cuando es culminado el proceso de limpieza se procede al análisis de corrosión por la técnica de multiciclos (Voltamperometría Cíclica Ecorr) a fin de conocer y monitorizar el comportamiento de la muestra con anticorrosivo comercial mediante una ventana de potencial de -1.755 a 0.645 V vs Ag/AgCl a una velocidad de barrido de 50 mV/s y capturando su morfología con una microscopia óptica a 400x.

Con este estudio es posible conocer el incremento del flujo de corriente, así como el decremento de la resistencia óhmica a causa del proceso corrosivo que se lleva a cabo durante el estudio de voltamperometría cíclica. Además, las capturas de microscopia óptica arrojan imágenes de la degradación paulatina en la superficie del electrodo de trabajo en cuestión.

Los ensayos de voltamperometría cíclica en la muestra con anticorrosivo comercial fueron seccionados a 10 ciclos, 20 ciclos, 40 ciclos, 100 ciclos, 200 ciclos, 500 ciclos, 1000 ciclos, 1500 ciclos, 2000 ciclos, 2700 ciclos, 3000 ciclos 3500 ciclos y 4000 ciclos. Se determino que 4000 ciclos eran suficientes para la muestra con anticorrosivo comercial puesto que la microscopia óptica realizada a 4000 ciclos culminaba con productos de corrosión en la superficie de trabajo.

Posteriormente el proceso de ciclado en la muestra con anticorrosivo CNT-Zn 50:50 continua a 10 ciclos. La Figura 4.27 a) arroja un desplazamiento en el pico de oxidación y reducción de un potencial de 0.205 a -0.754 V vs Ag/AgCl (0.008 a -0.951 V vs ENH) posiblemente causado por el incremento de picaduras que rondan en el tamaño de 17.391 micras.

La Figura 4.27 b) muestra la microscopía óptica a 400x, la cual muestra un área de trabajo con pequeñas picaduras iniciales de cierta forma aun no definidas a 400x, pero que de igual forma dan pie a eliminar la capa de recubrimiento anticorrosivo del material a la que paulatinamente la muestra se somete con el aumento en los multiciclos.

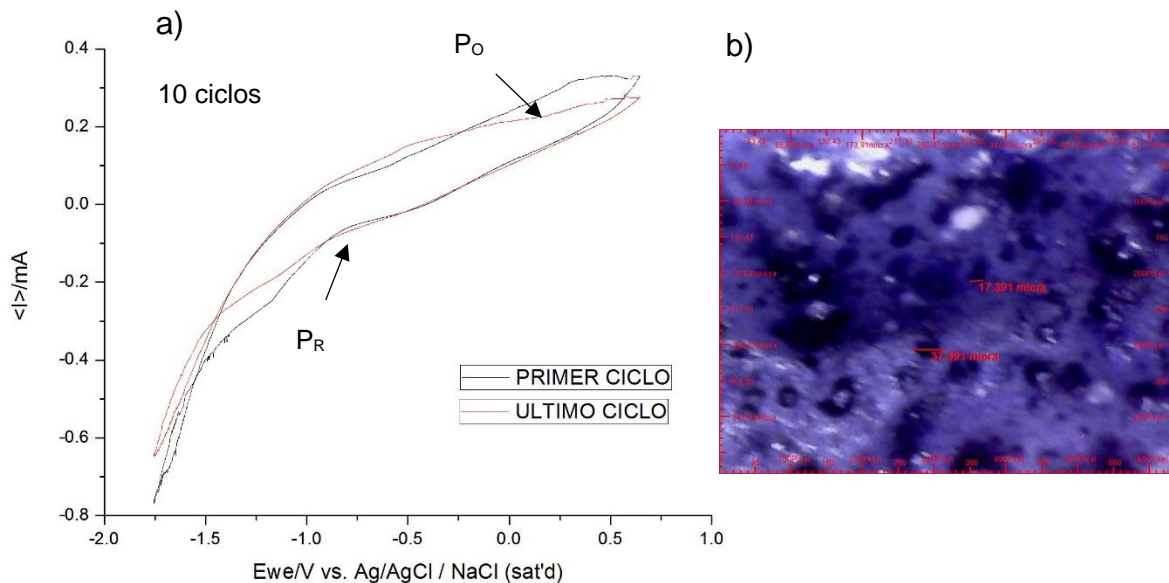


Figura 4.27 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 50:50) a 10 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.

Fuente: Elaboración propia.

Con relación al proceso de ciclado en la muestra CNT-Zn 50:50 se procedió a realizar los siguientes 20 ciclos del estudio. La Figura 4.28 a) arroja un desplazamiento en el pico de oxidación y reducción de un potencial de 0.069 a -0.724 V vs Ag/AgCl (-0.128 a -0.921 V vs ENH) posiblemente causado por el incremento de picaduras que rondan en el tamaño de 14.324 micras.

En la Figura 4.28 b) se puede observar la microscopía óptica a 400x la cual paulatinamente muestra un incremento en las picaduras de la superficie de trabajo, generadas por el proceso de corrosión que aun continua.

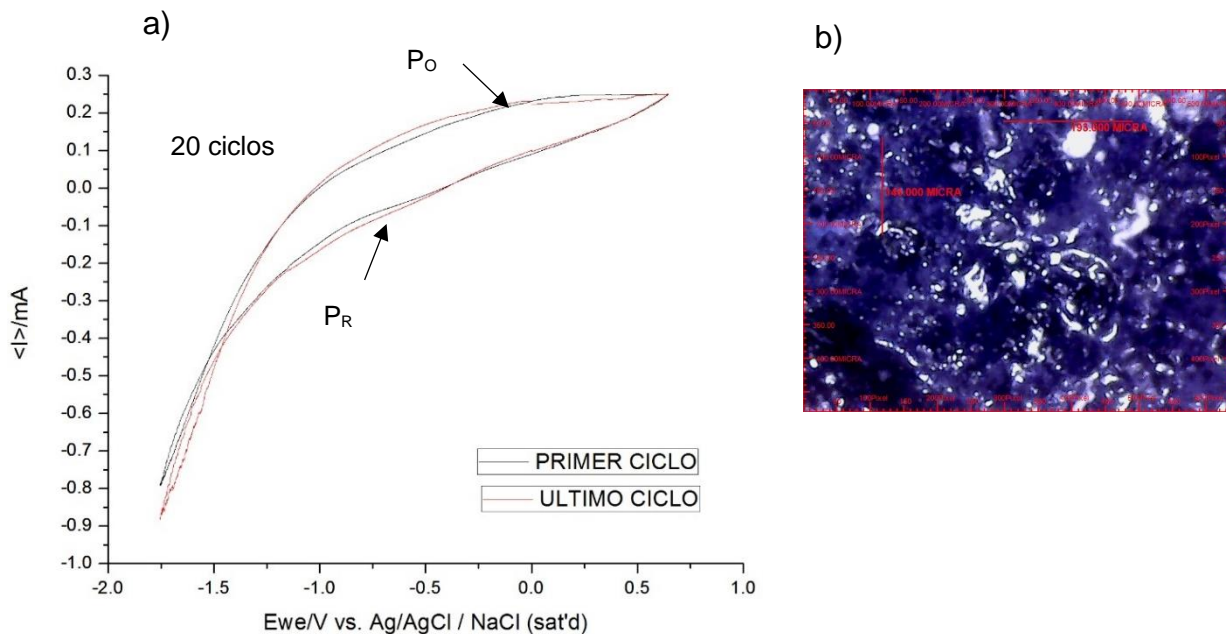


Figura 4.28 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 50:50) a 20 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.

Fuente: Elaboración propia.

Como corresponde se procedió a continuar con el proceso de ciclado la muestra con anticorrosivo CNT-Zn 50:50 se expuso a 40 ciclos. La Figura 4.29 a) arroja un desplazamiento en el pico de oxidación y reducción de un potencial de 0.060 a -0.841 V vs Ag/AgCl (-0.137 a -1.038 V vs ENH) posiblemente causado por el incremento de picaduras que rondan en el tamaño de 13.297 micras.

La Figura 4.29 b) se observa la microscopía óptica a 400x la cual paulatinamente muestra un incremento en las picaduras de la superficie de trabajo, generadas por el proceso de corrosión que aun continua.

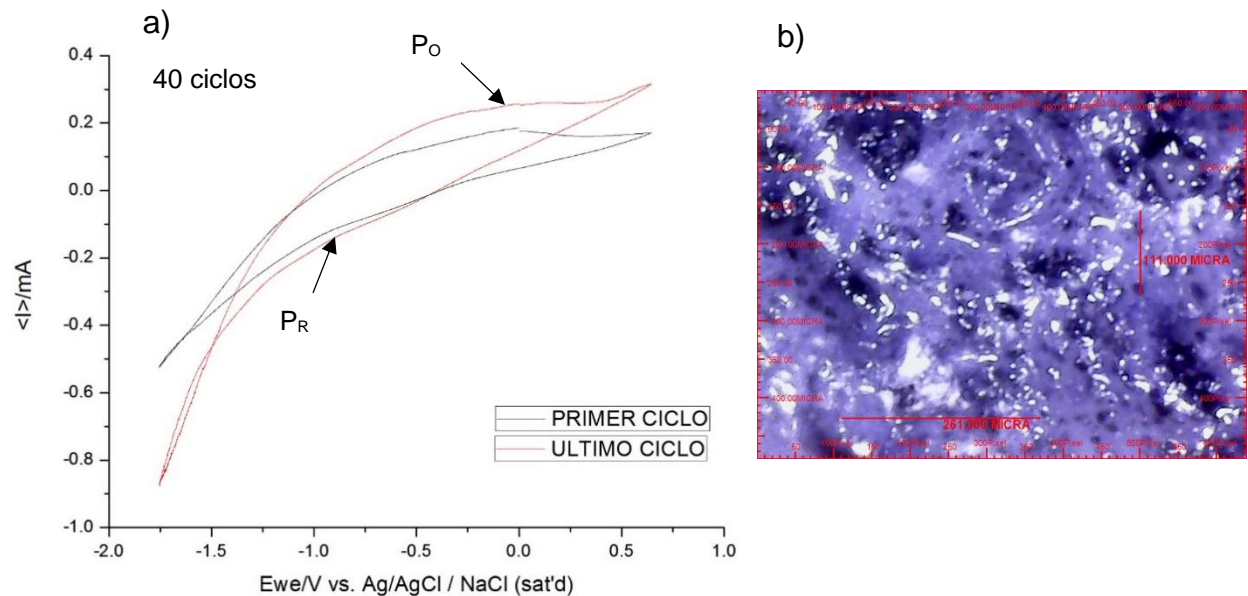


Figura 4.29 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 50:50) a 40 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.

Fuente: Elaboración propia.

El proceso de ciclado la muestra con anticorrosivo CNT-Zn 50:50 continuó, se expuso a 100 ciclos de voltamperometría. La Figura 4.30 a) arroja un desplazamiento en el pico de oxidación y reducción de un potencial de 0.035 a -0.780 V vs Ag/AgCl (-0.162 a -0.977 V vs ENH) posiblemente causado por el incremento de picaduras que rondan en el tamaño de 16.197micras.

En la Figura 4.30 b) se puede observar la microscopía óptica a 400x la cual paulatinamente muestra un incremento en las picaduras de la superficie de trabajo, generadas por el proceso de corrosión que aun continua.

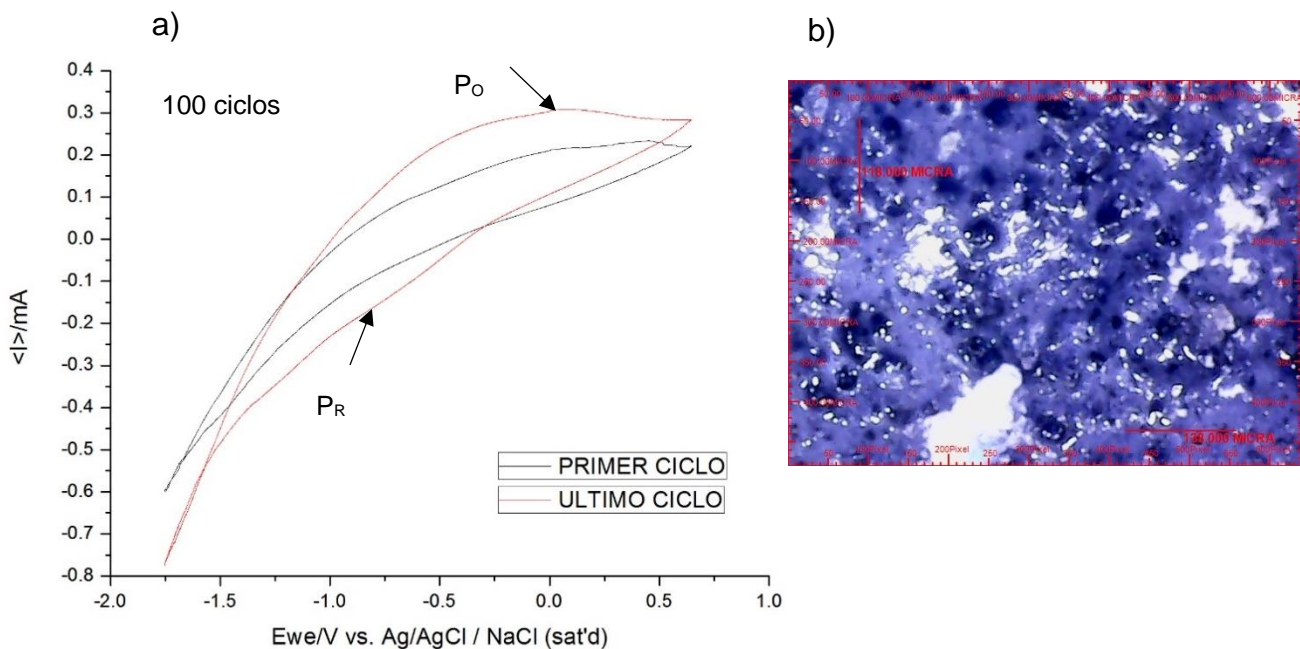


Figura 4.30 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 50:50) a 100 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.

Fuente: Elaboración propia.

De nuevo el proceso de ciclado la muestra con anticorrosivo CNT-Zn 50:50 se expuso esta vez a 200 ciclos. La Figura 4.31 a) arroja un desplazamiento en el pico de oxidación y reducción de un potencial de 0.1226 a -0.9862 V vs Ag/AgCl (-0.074 a -1.183V vs ENH) posiblemente causado por el incremento de picaduras que rondan en el tamaño de 25.000 micras.

En la Figura 4.31 b) se puede observar la microscopía óptica a 400x la cual paulatinamente muestra un incremento en las picaduras de la superficie de trabajo, generadas por el proceso de corrosión que aun continua.

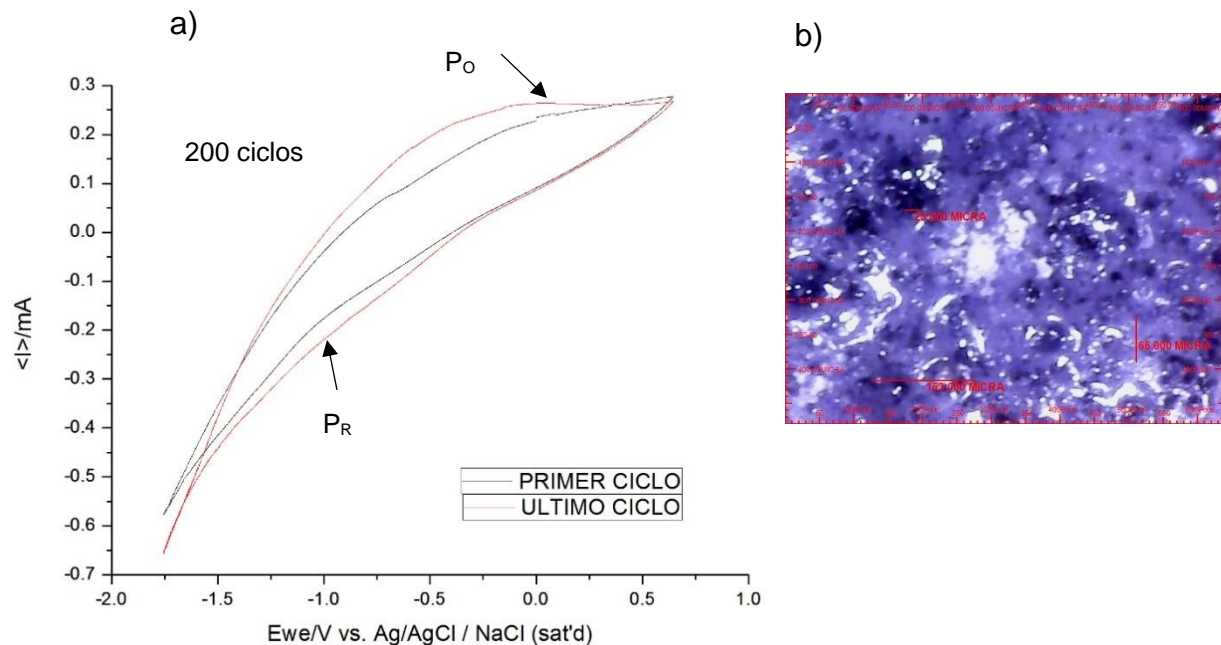


Figura 4.31 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 50:50) a 200 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.

Fuente: Elaboración propia.

Subsecuentemente el proceso de ciclado la muestra con anticorrosivo CNT-Zn 50:50 continuó, se expuso a 500 ciclos de voltamperometría. La Figura 4.32 a) arroja un desplazamiento en el pico de oxidación y reducción de un potencial de 0.022 a -0.831 V vs Ag/AgCl (0.175 a -1.028 V vs ENH) posiblemente causado por el incremento de picaduras que rondan en el tamaño de 10.784 micras.

En la Figura 4.32 b) se puede observar la microscopía óptica a 400x la cual paulatinamente muestra un incremento en las picaduras de la superficie de trabajo, generadas por el proceso de corrosión que aun continua.

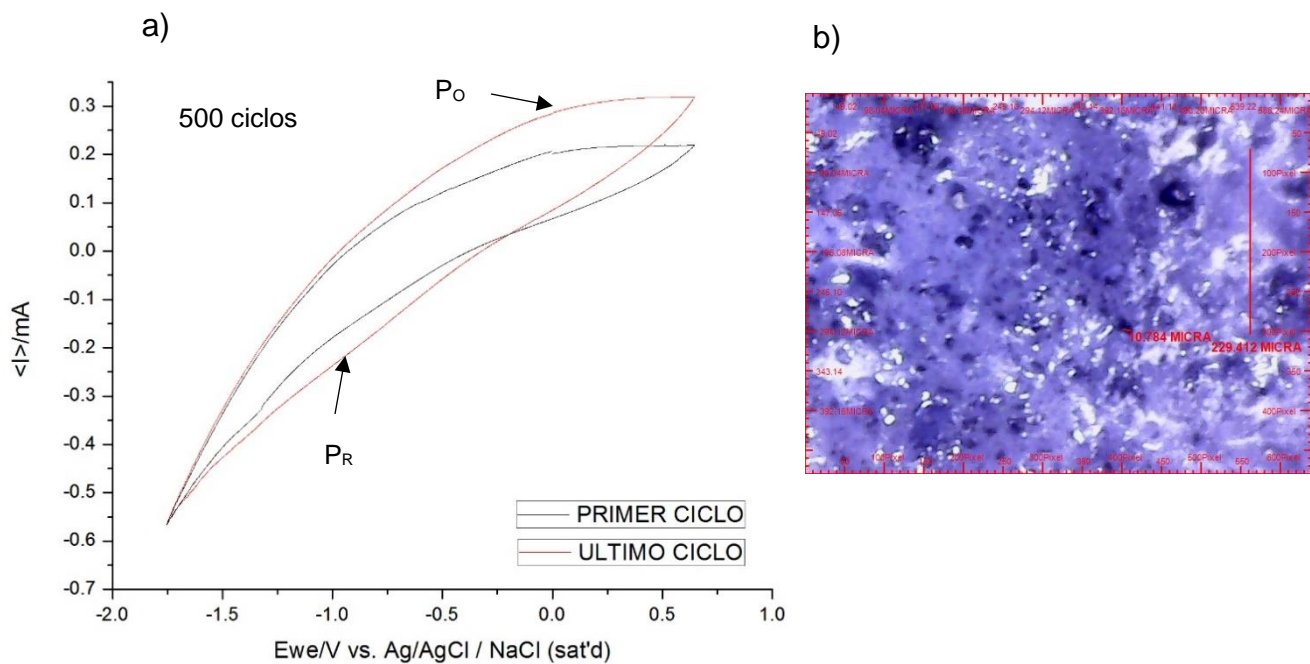


Figura 4.32 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 50:50) a 500 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.

Fuente: Elaboración propia.

Una vez más continuando con el proceso de ciclado la muestra con anticorrosivo CNT-Zn 50:50 se expuso a 1000 ciclos. La Figura 4.33 a) arroja un desplazamiento en el pico de oxidación y reducción de un potencial de 0.456 a -0.5253 V vs Ag/AgCl (0.259 a -0.722 V vs ENH) posiblemente causado por el incremento de picaduras que rondan en el tamaño de 9.804 y 14.706 micras.

En la Figura 4.33 b) se puede observar la microscopía óptica a 400x la cual paulatinamente muestra un incremento en las picaduras de la superficie de trabajo, generadas por el proceso de corrosión que aun continua.

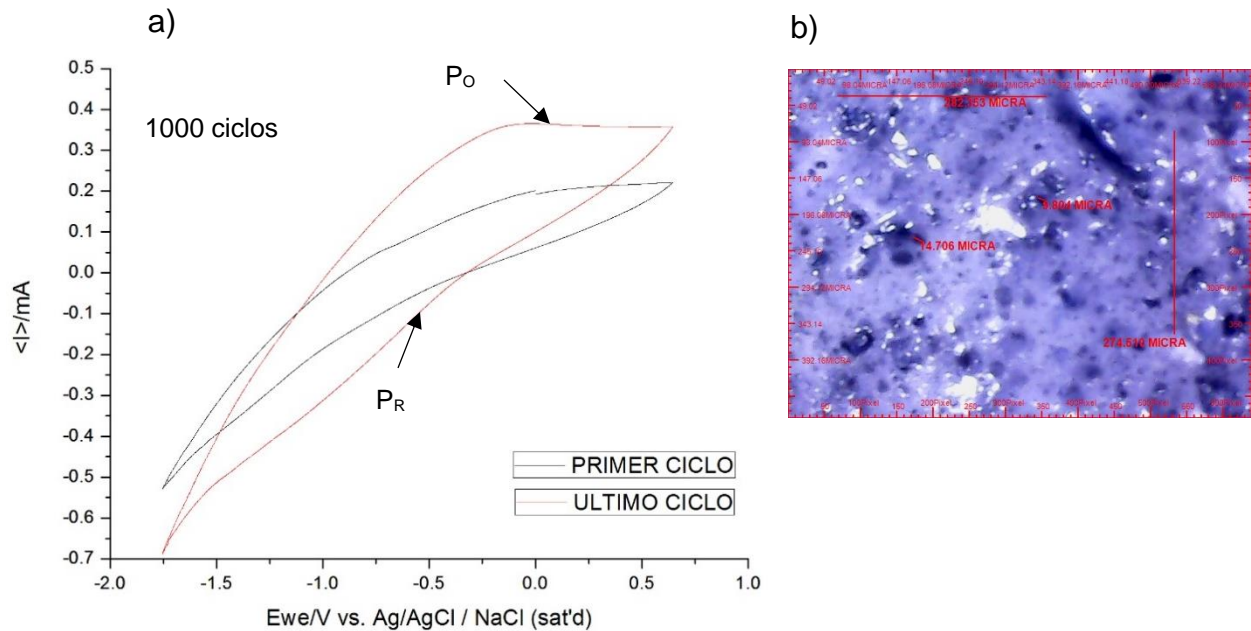


Figura 4.33 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 50:50) a 1000 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.

Fuente: Elaboración propia.

El proceso de ciclado la muestra con anticorrosivo CNT-Zn 50:50 continuó, se expuso a 1500 ciclos de voltamperometría. La Figura 4.34 a) arroja un desplazamiento en el pico de oxidación y reducción de un potencial de -0.1278 a -0.5635 V vs Ag/AgCl (-0.324 a -0.76 V vs ENH) posiblemente causado por el incremento de picaduras que rondan en el tamaño de 11.765 y 16.667 micras.

En la Figura 4.34 b) se puede observar la microscopía óptica a $400\times$ la cual paulatinamente muestra un incremento en las picaduras de la superficie de trabajo, generadas por el proceso de corrosión que aun continua.

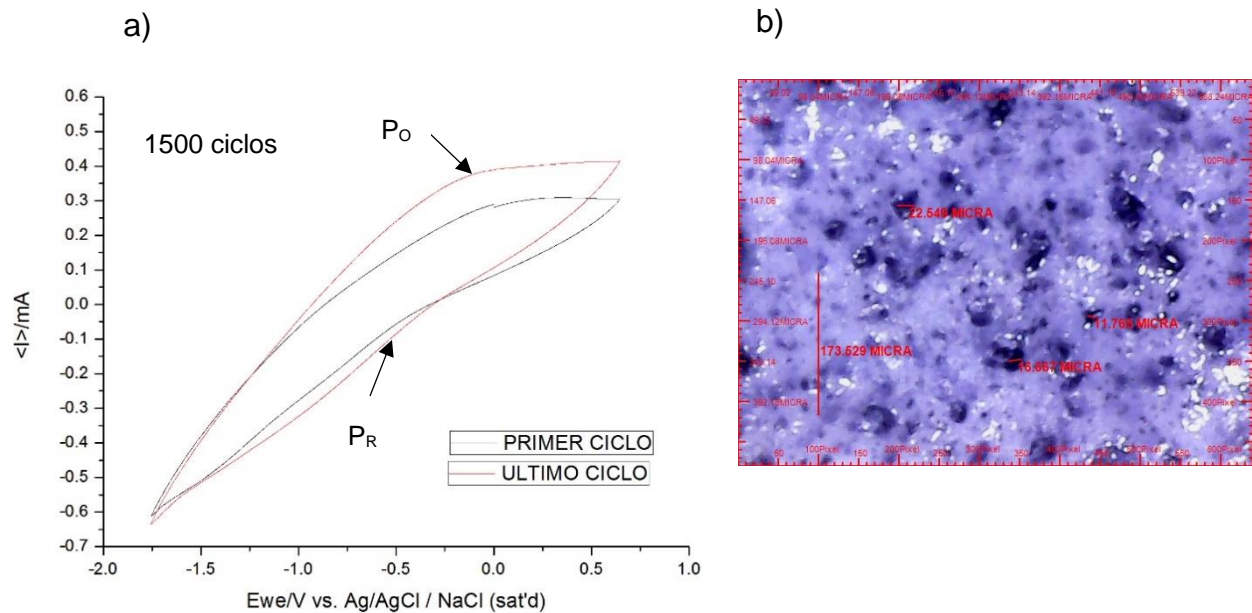


Figura 4.34 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 50:50) a 1500 ciclos en una solución a $0.5M$ de NaCl y $0.063M$ de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a $400\times$.

Fuente: Elaboración propia.

Con relación al proceso de ciclado de la muestra con anticorrosivo CNT-Zn 50:50 se continuo con las pruebas electroquímicas a 2000 ciclos. La Figura 4.35 a) arroja un desplazamiento en el pico de oxidación y reducción de un potencial de -0.256 a -0.511 V vs Ag/AgCl (-0.453 a -0.708 V vs ENH) posiblemente causado por el incremento de picaduras que rondan en el tamaño de 25.490 y 34.314 micras.

En la Figura 4.35 b) se puede observar la microscopía óptica a 400x la cual paulatinamente muestra un incremento en las picaduras de la superficie de trabajo, generadas por el proceso de corrosión que aun continua.

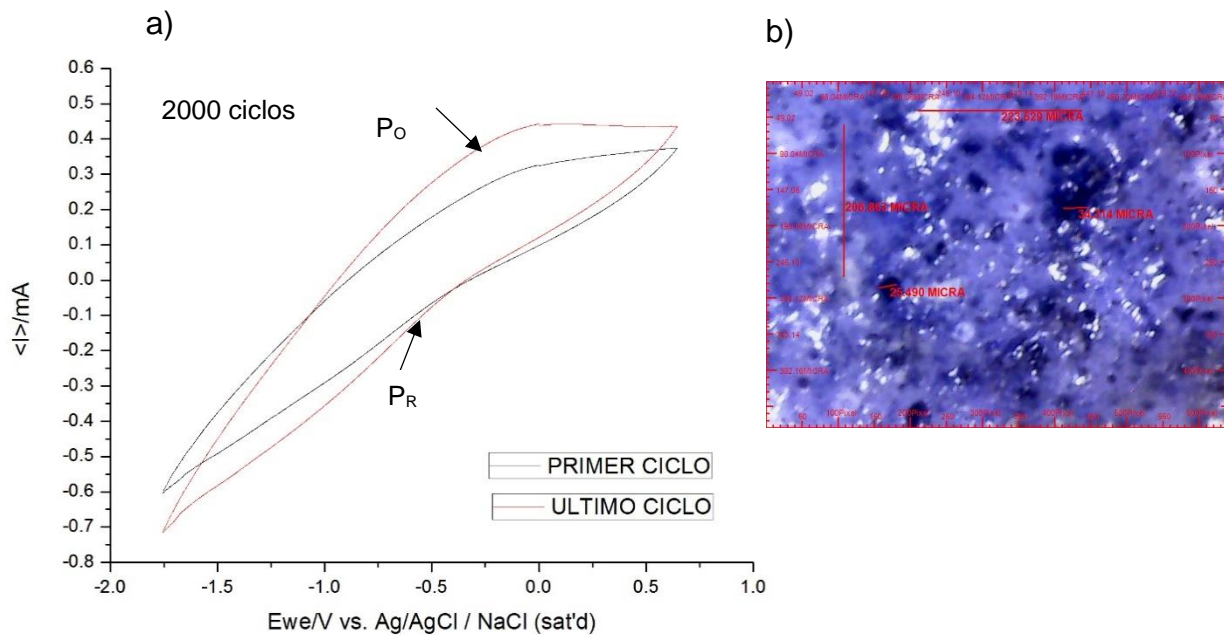


Figura 4.35 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 50:50) a 2000 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.

Fuente: Elaboración propia.

De nuevo el proceso de ciclado la muestra con anticorrosivo CNT-Zn 50:50 continuó, se expuso a 2700 ciclos de voltamperometría. La Figura 4.36 a) arroja un desplazamiento en el pico de oxidación y reducción de un potencial de -0.119 a -0.6431 V vs Ag/AgCl (-0.316 a -0.84 V vs ENH) posiblemente causado por el incremento de picaduras que rondan en el tamaño de 12.745 micras.

En la Figura 4.36 b) se puede observar la microscopía óptica a 400x la cual paulatinamente muestra un incremento en las picaduras de la superficie de trabajo, generadas por el proceso de corrosión que aun continua.

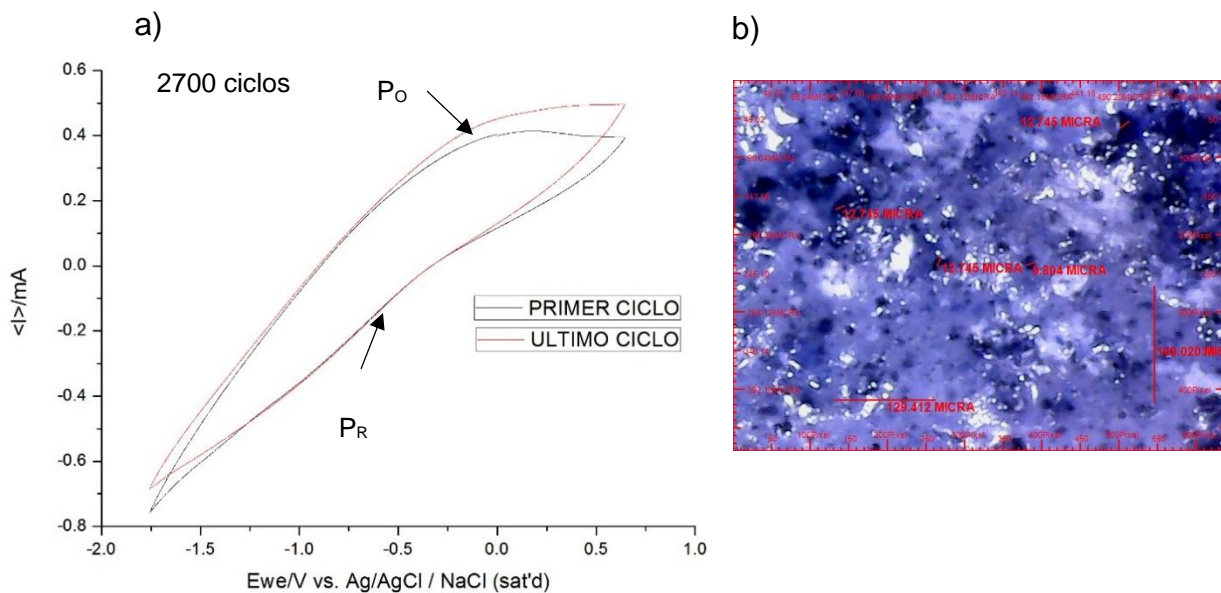


Figura 4.36 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 50:50) a 2700 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.

Fuente: Elaboración propia.

Continuando con el proceso de ciclado la muestra con anticorrosivo CNT-Zn 50:50 se expuso a 3000 ciclos. La Figura 4.37 a) arroja un desplazamiento en el pico de oxidación y reducción de un potencial de -0.042 a -0.616 V vs Ag/AgCl (-0.239 a -0.813 V vs ENH) posiblemente causado por el incremento de picaduras que rondan en el tamaño de 9.804 y 26.471 micras.

En la Figura 4.37 b) se puede observar la microscopía óptica a 400x la cual paulatinamente muestra un incremento en las picaduras de la superficie de trabajo, generadas por el proceso de corrosión que aun continua.

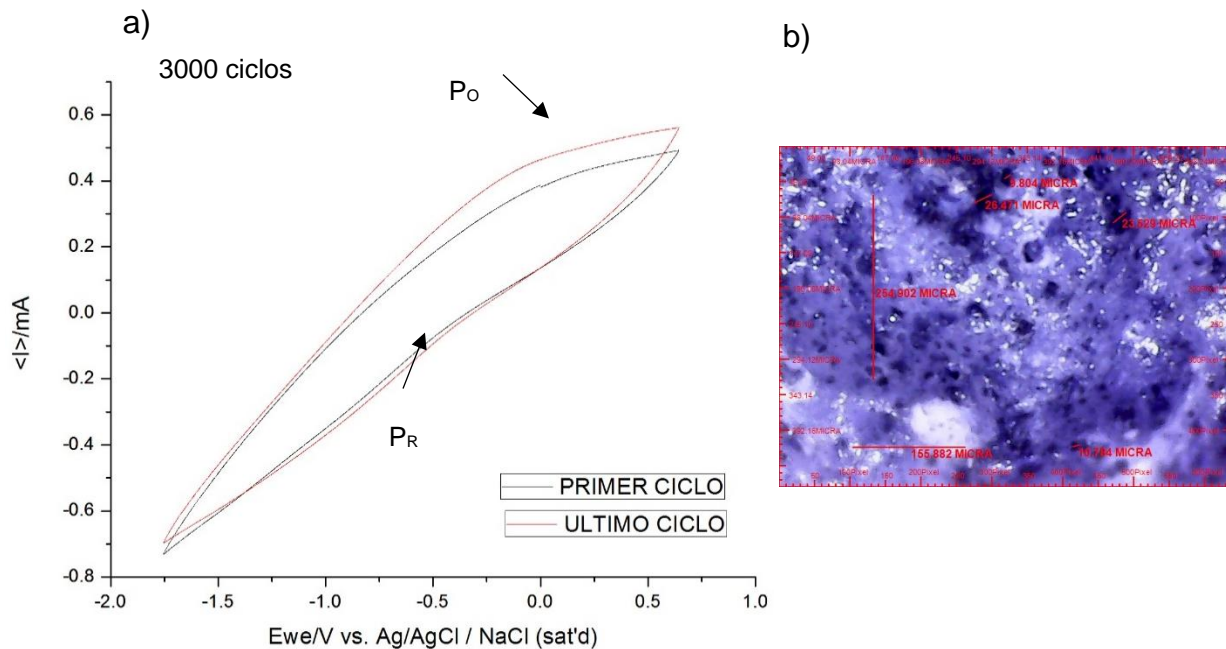


Figura 4.37 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 50:50) a 3000 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.

Fuente: Elaboración propia.

Una vez más el proceso de ciclado la muestra con anticorrosivo CNT-Zn 50:50 continuó, se expuso a 3500 ciclos de voltamperometría. La Figura 4.38 a) arroja un desplazamiento en el pico de oxidación y reducción de un potencial de -0.137 a -0.7014 V vs Ag/AgCl (-0.334 a -0.898 V vs ENH) posiblemente causado por el incremento de picaduras que rondan en el tamaño de 18.627 y 43.137 micras.

En la Figura 4.38 b) se puede observar la microscopía óptica a 400x la cual paulatinamente muestra un incremento en las picaduras de la superficie de trabajo, generadas por el proceso de corrosión que aun continua.

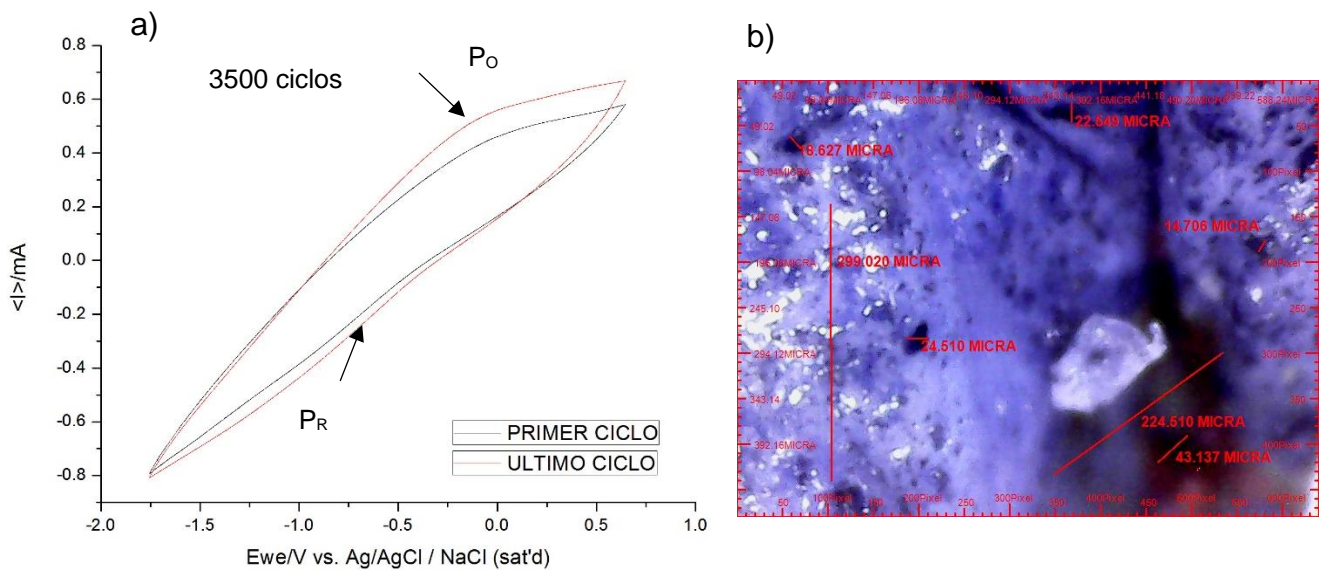


Figura 4.38 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 50:50) a 3500 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.

Fuente: Elaboración propia.

Finalmente se realizó un último proceso de ciclado a la muestra con anticorrosivo CNT-Zn 50:50 que culminó cuando se expuso a 4000 ciclos de voltamperometría. La Figura 4.39 a) arroja un desplazamiento en el pico de oxidación y reducción de un potencial de -0.128 a -0.634 V vs Ag/AgCl (-0.325 a -0.831 V vs ENH) posiblemente causado por el incremento de picaduras que rondan en el tamaño de 33.353 y 88.235 micras.

En la Figura 4.39 b) se puede observar la microscopía óptica a 400x la cual muestra ya un incremento en las picaduras más definidas y el proceso de corrosión en la superficie de trabajo ya propicio productos de corrosión en la misma.

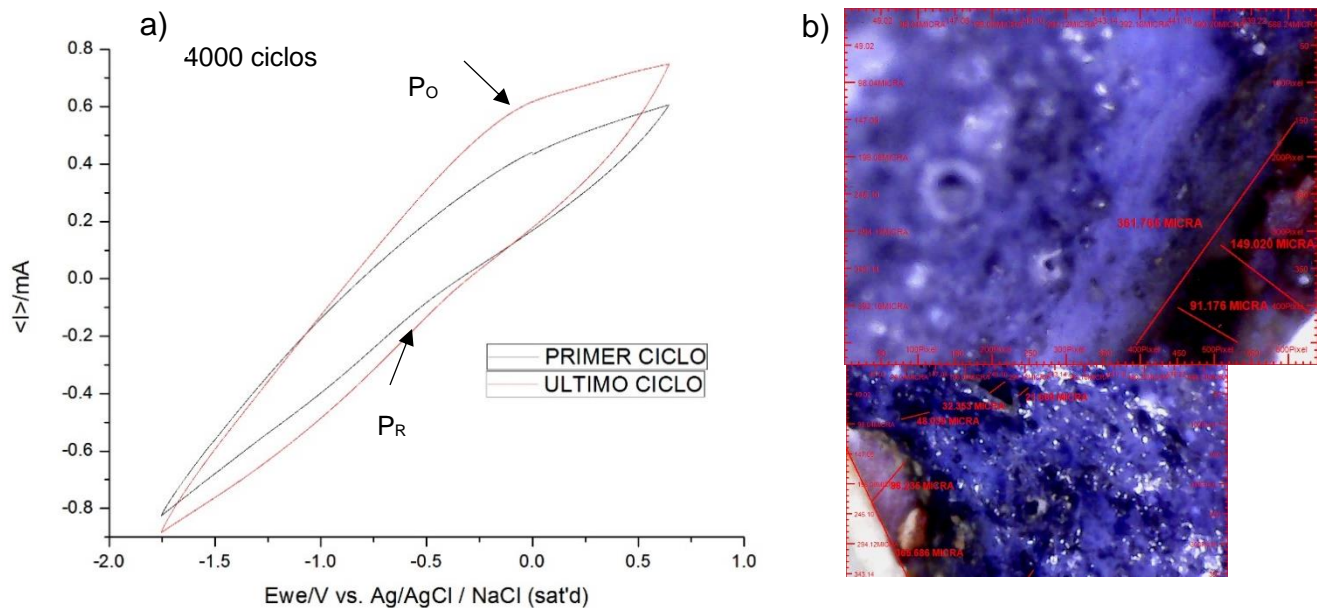


Figura 4.39 a) Voltamperometría cíclica en el electrodo de trabajo (CNT-Zn 50:50) a 4000 ciclos en una solución a 0.5M de NaCl y 0.063M de NaOH (30:70), a temperatura ambiente. b) Microscopía óptica a 400x.

Fuente: Elaboración propia.

4.3.- PRUEBAS DE VOLTAMPEROMETRÍA LINEAL Y ESPECTROSCOPIA DE IMPEDANCIA ELECTROQUÍMICA.

4.3.1.- MUESTRA BLANCO

La Figura 4.40 muestra cuatro polarizaciones lineales del electrodo de trabajo testigo (muestra blanco), donde se puede observar que a los primeros 2 ciclos se arrojaba un potencial de corrosión de $-0.526 \text{ mV Vs Ag/AgCl | NaCl (sat'd)}$ con una densidad de corriente de 1.47 mAcm^2 . Con relación al diagrama de Pourbaix de Hierro del apéndice I se infiere la presencia de óxido de hierro III (Fe_2O_3).

Con relación al Criterio de Stratful del apéndice I la probabilidad de corrosión de la muestra blanco se encuentra dentro del rango del 100% en una zona de pasividad. La velocidad de corrosión estimada se calculó acorde a los parámetros de un estándar internacional determinados por la ASTM G102-89, el análisis arrojó una pérdida de sección de 0.015614 mm/año .

En los siguientes 10 ciclos el potencial arrojado fue de $-0.500 \text{ mV Vs Ag/AgCl | NaCl (sat'd)}$ con una densidad de corriente de 1.39 mAcm^2 . Con relación al diagrama de Pourbaix de Hierro se infiere la presencia de óxido de hierro III (Fe_2O_3).

La probabilidad de corrosión de la muestra blanco se encuentra dentro del rango del 100% en una zona de pasividad. La velocidad de corrosión estimada se calculó acorde a los parámetros de un estándar internacional determinados por la ASTM G102-89, el análisis arrojó una pérdida de sección de 0.01476 mm/año .

En los siguientes 100 ciclos el potencial arrojado fue de $-0.450 \text{ mV Vs Ag/AgCl | NaCl (sat'd)}$ con una densidad de corriente de 1.139 mAcm^2 . Con relación al diagrama de Pourbaix de Hierro se infiere la presencia de óxido de hierro III (Fe_2O_3).

La probabilidad de corrosión de la muestra blanco se encuentra dentro del rango del 95% en una zona de pasividad. La velocidad de corrosión estimada se calculó acorde a los parámetros de un estándar internacional determinados por la ASTM G102-89, el análisis arrojó una pérdida de sección de 0.01209 mm/año.

En los siguientes 120 ciclos el potencial arrojado fue de -0.466 mV Vs Ag/AgCl | NaCl (sat'd) con una densidad de corriente de 1.145 mAcm². Con relación al diagrama de Pourbaix de Hierro se infiere la presencia de óxido de hierro III (Fe₂O₃).

La probabilidad de corrosión de la muestra blanco se encuentra dentro del rango del 100% en una zona de pasividad. La velocidad de corrosión estimada se calculó acorde a los parámetros de un estándar internacional determinados por la ASTM G102-89, el análisis arrojó una pérdida de sección de 0.01216 mm/año.

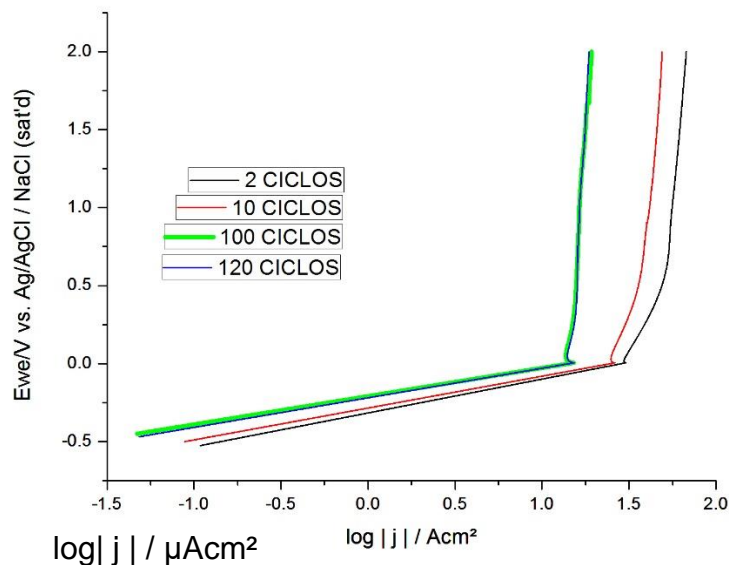


Figura 4.40.- Voltamperometría lineal en el electrodo de trabajo (muestra blanco a 2, 10, 100 y 120 ciclos) en una solución a 0.5 M de NaCl y 0.063 M de NaOH (30:70) a temperatura ambiente. Fuente elaboración propia.

Con relación a las pruebas de espectroscopia de impedancia electroquímica realizadas en la muestra blanco para la obtención de las resistencias a altas frecuencias los resultados arrojaron una resistencia de $7.07 \Omega\text{cm}^2$ a 2 ciclos, $9.742 \Omega\text{cm}^2$ a 10 ciclos, $11.271 \Omega\text{cm}^2$ a 100 ciclos y $15.699 \Omega\text{cm}^2$ a 120 ciclos como se muestran en la Tabla 4.1.

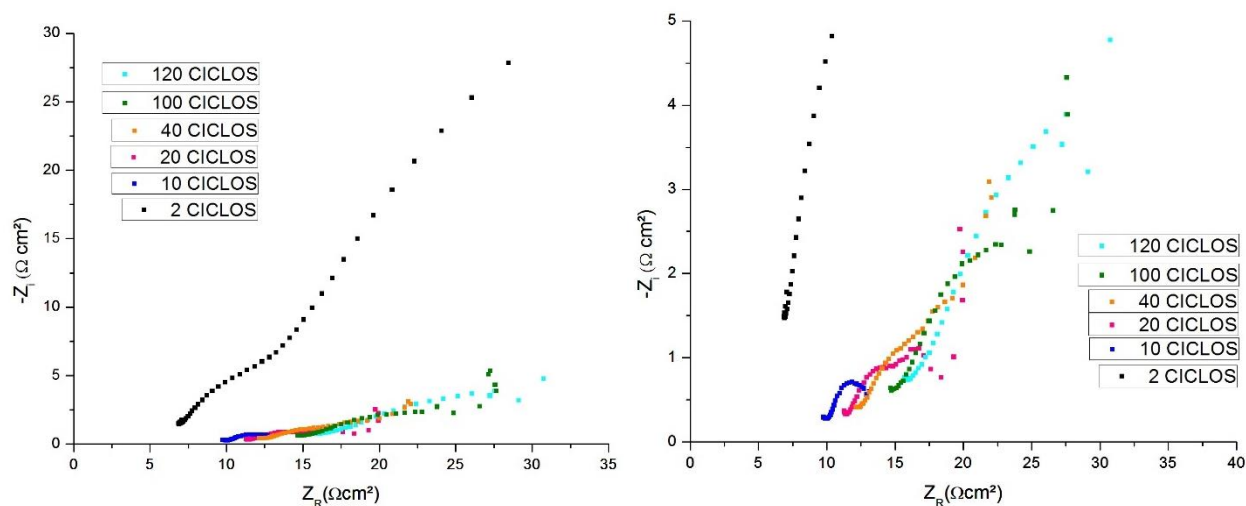


Figura 4.41.-Espectroscopía de Impedancia Electroquímica en el electrodo de trabajo (muestra blanco a 2, 10, 100 y 120 ciclos) en una solución a 0.5 M de NaCl y 0.063 M de NaOH (30:70) a temperatura ambiente. Fuente elaboración propia.

Tabla 4.1.- Mediciones electroquímicas en el electrodo de trabajo (muestra blanco).

Fuente: Elaboración propia.

MUESTRA BLANCO					
CICLOS	Ecorr (V) vs Ag/AgCl NaCl (sat'd)	Jcorr (μAcm^2)	Ecorr (V) vs ENH	Resistencia óhmica en Ωcm^2	Ajuste de Tafel mm/año
2	-0.526	1.470	0.329	7.07	0.015614771
10	-0.500	1.390	0.303	9.74205	0.014764987
100	-0.450	1.139	0.253	11.27168	0.012098792
120	-0.466	1.145	0.269	15.69924	0.012162525

4.3.2.- MUESTRA ANTICORROSIVO COMERCIAL

La Figura 4.42 muestra 6 polarizaciones lineales del electrodo de trabajo (muestra comercial), donde se puede observar que a los primeros 2 ciclos se arrojaba un potencial de corrosión de 0.004316 mV Vs Ag/AgCl | NaCl (sat'd) con una densidad de corriente de 0.190 mAcm². Con relación al diagrama de Pourbaix de Hierro se infiere la presencia de óxido de hierro III (Fe₂O₃).

Con relación a la velocidad de corrosión estimada se calculó acorde a los parámetros de un estándar internacional determinados por la ASTM G102-89, el análisis arrojó una pérdida de sección de 0.002018 mm/año.

En los siguientes 10 ciclos el potencial arrojado fue de 0.002758 mV Vs Ag/AgCl | NaCl (sat'd) con una densidad de corriente de 0.1389 mAcm². Con relación al diagrama de Pourbaix de Hierro se infiere la presencia de óxido de hierro III (Fe₂O₃).

En lo que respecta a la velocidad de corrosión estimada se calculó acorde a los parámetros de un estándar internacional determinados por la ASTM G102-89, el análisis arrojó una pérdida de sección de 0.001475 mm/año.

En los siguientes 100 ciclos el potencial arrojado fue de 0.0044 mV Vs Ag/AgCl | NaCl (sat'd) con una densidad de corriente de 0.2593 mAcm². Con relación al diagrama de Pourbaix de Hierro se infiere la presencia de óxido de hierro III (Fe₂O₃).

La velocidad de corrosión estimada se calculó acorde a los parámetros de un estándar internacional determinados por la ASTM G102-89, el análisis arrojó una pérdida de sección de 0.002754 mm/año.

En los siguientes 500 ciclos el potencial arrojado fue de 0.0042 mV Vs Ag/AgCl | NaCl (sat'd) con una densidad de corriente de 0.1955 mAcm². Con relación al diagrama de Pourbaix de Hierro se infiere la presencia de óxido de hierro III (Fe₂O₃).

Con relación a la velocidad de corrosión estimada se calculó acorde a los parámetros de un estándar internacional determinados por la ASTM G102-89, el análisis arrojó una pérdida de sección de 0.002077 mm/año.

En los siguientes 1000 ciclos el potencial arrojado fue de 0.0044 mV Vs Ag/AgCl | NaCl (sat'd) con una densidad de corriente de 0.2403 mAcm². Con relación al diagrama de Pourbaix de Hierro se infiere la presencia de óxido de hierro III (Fe₂O₃).

En lo que respecta a la velocidad de corrosión estimada se calculó acorde a los parámetros de un estándar internacional determinados por la ASTM G102-89, el análisis arrojó una pérdida de sección de 0.002553 mm/año.

En los siguientes 1500 ciclos el potencial arrojado fue de 0.0043 mV Vs Ag/AgCl | NaCl (sat'd) con una densidad de corriente de 0.3772 mAcm². Con relación al diagrama de Pourbaix de Hierro se infiere la presencia de óxido de hierro III (Fe₂O₃).

La velocidad de corrosión estimada se calculó acorde a los parámetros de un estándar internacional determinados por la ASTM G102-89, el análisis arrojó una pérdida de sección de 0.004007 mm/año.

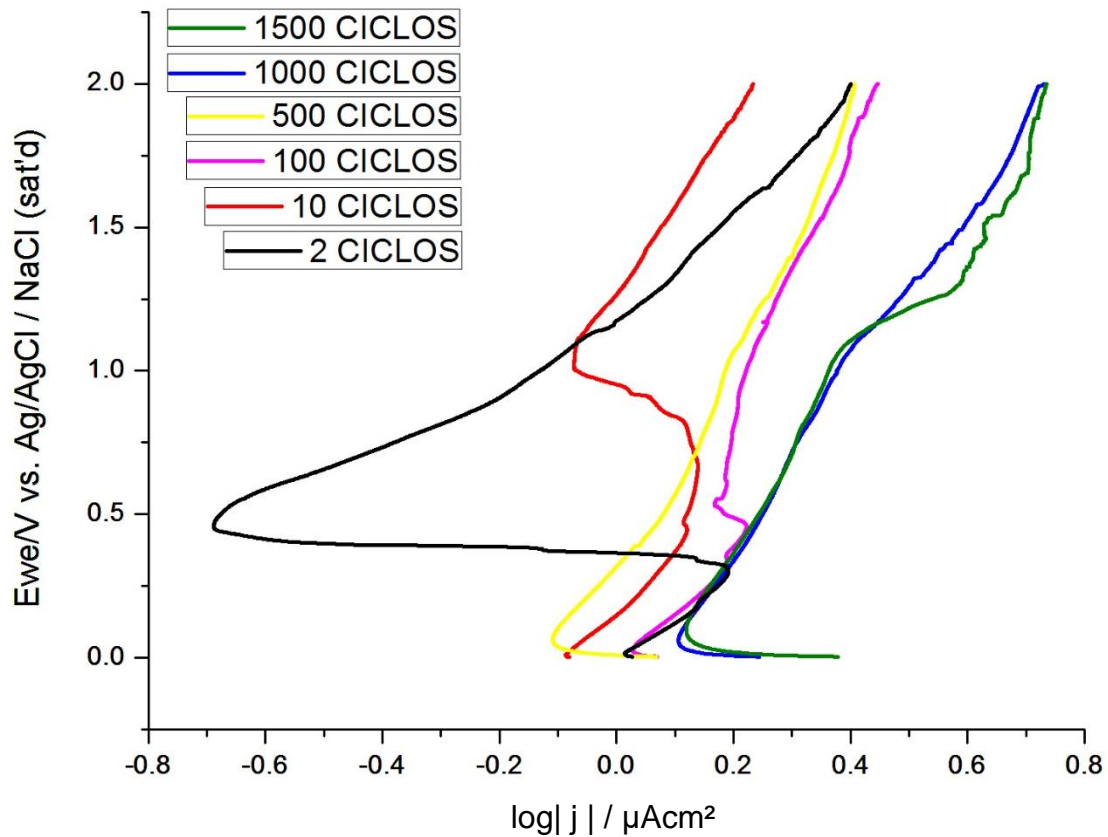


Figura 4.42.- Voltamperometría lineal en el electrodo de trabajo (muestra comercial a 2, 10, 100, 500, 1000 y 1500 ciclos) en una solución a 0.5 M de NaCl y 0.063 M de NaOH (30:70) a temperatura ambiente. Fuente elaboración propia.

En relación a las pruebas de espectroscopia de impedancia electroquímica realizadas en la muestra comercial para la obtención de las resistencias a altas frecuencias los resultados arrojaron una resistencia de $75.03 \Omega\text{cm}^2$ a 2 ciclos, $84.65 \Omega\text{cm}^2$ a 10 ciclos, $102.83 \Omega\text{cm}^2$ a 100 ciclos, $57.98 \Omega\text{cm}^2$ a 500 ciclos, $40.71 \Omega\text{cm}^2$ a 1000 ciclos y $26.95 \Omega\text{cm}^2$ a 1500 ciclos.

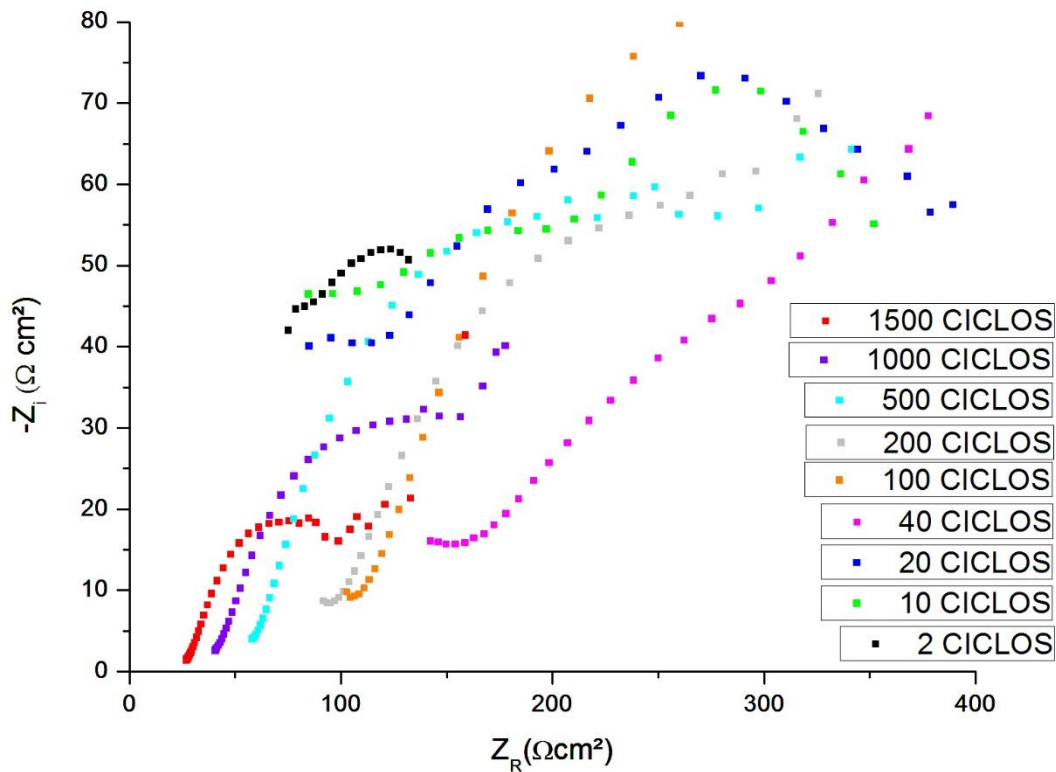


Figura 4.43.- Espectroscopía de Impedancia Electroquímica en el electrodo de trabajo (muestra comercial a 2, 10, 20, 40, 100, 200, 500, 1000 y 1500 ciclos) en una solución a 0.5 M de NaCl y 0.063 M de NaOH (30:70) a temperatura ambiente. Fuente elaboración propia.

Tabla 4.2.- Mediciones electroquímicas en el electrodo de trabajo (muestra comercial).

Fuente: Elaboración propia.

MUESTRA COMERCIAL					
CICLOS	Ecorr (V) vs Ag/AgCl NaCl (sat'd)	Jcorr (μAcm^2)	Ecorr (V) vs ENH	Resistencia óhmica en Ωcm^2	Ajuste de Tafel mm/año
2	0.004316	0.190	-0.192684	75.03848	0.002018
10	0.002758	0.1389	-0.194242	84.65614	0.001475
100	0.004434	0.2593	-0.192566	102.83356	0.002754
500	0.004186	0.1955	-0.192814	57.98449	0.002077
1000	0.004357	0.2403	-0.192643	40.71992	0.002553
1500	0.004281	0.3772	-0.192719	26.95692	0.004007

4.3.3.- MUESTRA NTC-Zn 20:80

La Figura 4.44 muestra cuatro polarizaciones lineales del electrodo de trabajo (muestra NTC-Zn 20:80), donde se puede observar que a los primeros 2 ciclos de arrojaba un potencial de corrosión de 0.00430261 mV Vs Ag/AgCl | NaCl (sat'd) con una densidad de corriente de 0.600543 mAcm². Con relación al diagrama de Pourbaix de Hierro se infiere la presencia de óxido de hierro III (Fe₂O₃).

Con relación a la velocidad de corrosión estimada se calculó acorde a los parámetros de un estándar internacional determinados por la ASTM G102-89, el análisis arrojó una pérdida de sección de 0.006379 mm/año.

En los siguientes 10 ciclos el potencial arrojado fue de 0.00444224 mV Vs Ag/AgCl | NaCl (sat'd) con una densidad de corriente de 0.628855 mAcm². Con relación al diagrama de Pourbaix de Hierro se infiere la presencia de óxido de hierro III (Fe₂O₃).

En lo que respecta a la velocidad de corrosión estimada se calculó acorde a los parámetros de un estándar internacional determinados por la ASTM G102-89, el análisis arrojó una pérdida de sección de 0.00668 mm/año.

En los siguientes 20 ciclos el potencial arrojado fue de 0.00420975 mV Vs Ag/AgCl | NaCl (sat'd) con una densidad de corriente de 0.369537 mAcm². Con relación al diagrama de Pourbaix de Hierro se infiere la presencia de óxido de hierro III (Fe₂O₃).

La velocidad de corrosión estimada se calculó acorde a los parámetros de un estándar internacional determinados por la ASTM G102-89, el análisis arrojó una pérdida de sección de 0.003925 mm/año.

En los siguientes 40 ciclos el potencial arrojado fue de 0.00464038 mV Vs Ag/AgCl | NaCl (sat'd) con una densidad de corriente de 0.136364 mAcm². Con relación al diagrama de Pourbaix de Hierro se infiere la presencia de óxido de hierro III (Fe₂O₃).

En lo que concierne a la velocidad de corrosión estimada se calculó acorde a los parámetros de un estándar internacional determinados por la ASTM G102-89, el análisis arrojó una pérdida de sección de 0.001448 mm/año.

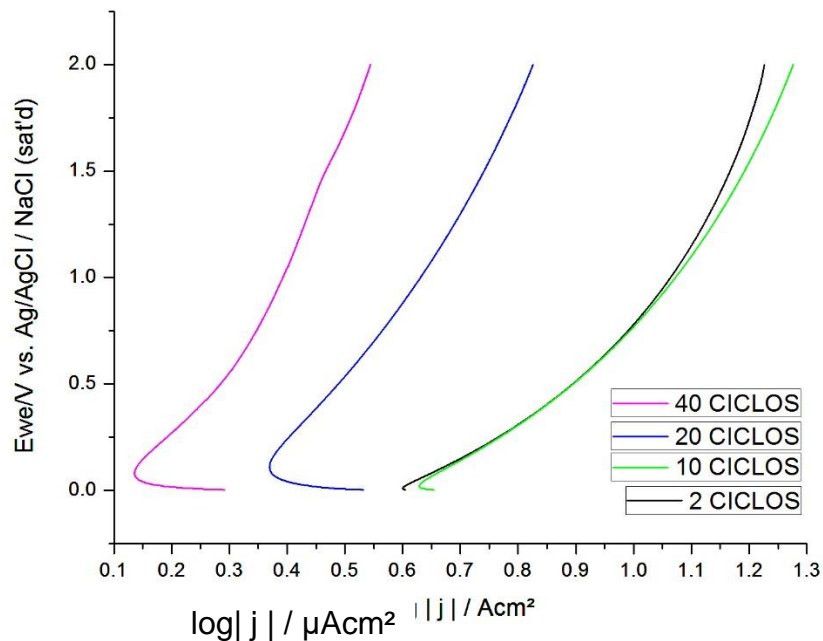


Figura 4.44.- Voltamperometría lineal en el electrodo de trabajo (muestra NTC-Zn 20:80 a 2, 10, 20 y 40 ciclos) en una solución a 0.5 M de NaCl y 0.063 M de NaOH (30:70) a temperatura ambiente. Fuente elaboración propia.

Con relación a las pruebas de espectroscopia de impedancia electroquímica realizadas en la muestra CNT-Zn 20:80 para la obtención de las resistencias a altas frecuencias los resultados arrojaron una resistencia de $93.682 \Omega\text{cm}^2$ a 2 ciclos, $72.372 \Omega\text{cm}^2$ a 10 ciclos, $70.546 \Omega\text{cm}^2$ a 20 ciclos y $117.12 \Omega\text{cm}^2$ a 40 ciclos.

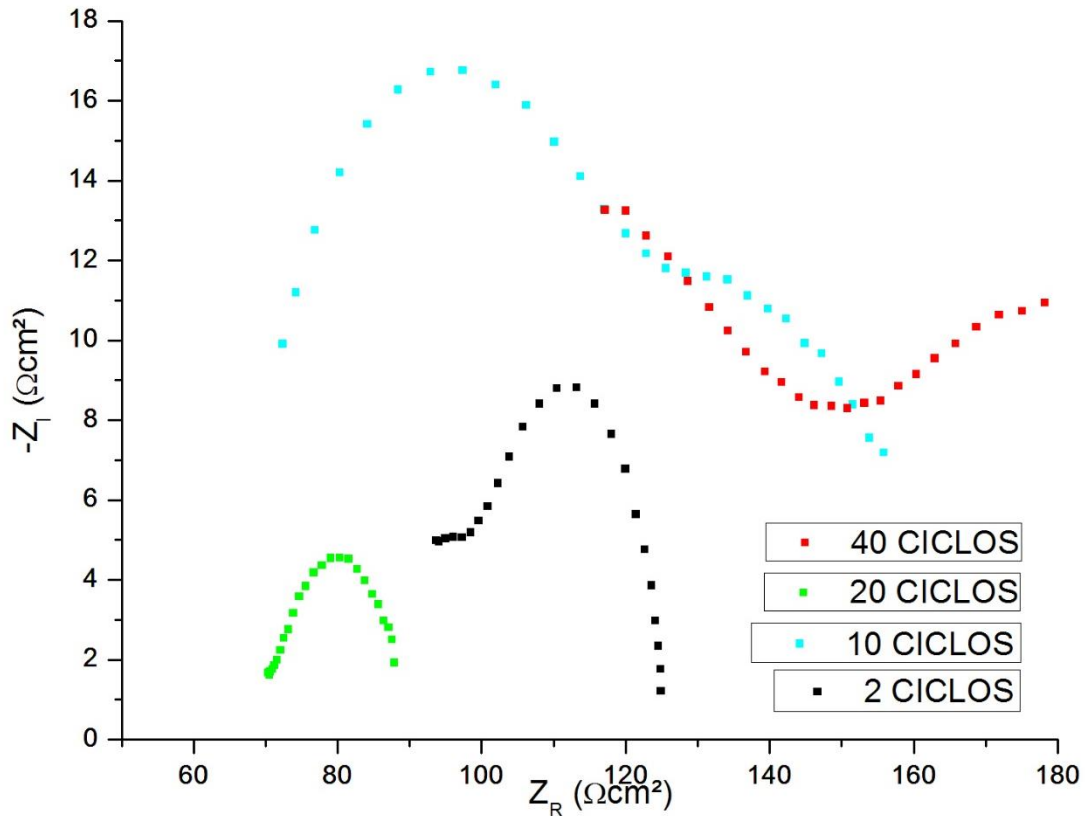


Figura 4.45.-Espectroscopía de Impedancia Electroquímica en el electrodo de trabajo (muestra NTC-Zn 20:80 a 2, 10, 20 y 40 ciclos) en una solución a 0.5 M de NaCl y 0.063 M de NaOH (30:70) a temperatura ambiente. Fuente elaboración propia.

Tabla 4.3.- Mediciones electroquímicas en el electrodo de trabajo (muestra NTC-Zn 20:80). Fuente: Elaboración propia.

MUESTRA NTC-Zn 20:80					
CICLOS	Ecorr (V) vs Ag/AgCl NaCl (sat'd)	Jcorr (μAcm^2)	Ecorr (V) vs ENH	Resistencia óhmica en Ωcm^2	Ajuste de Tafel mm/año
2	0.00430261	0.600543	-0.19269739	93.68237	0.006379
10	0.00444224	0.628855	-0.19255776	72.37211	0.00668
20	0.00420975	0.369537	-0.19279025	70.54634	0.003925
40	0.00464038	0.136364	-0.19235962	117.11690	0.001448

4.3.4.- MUESTRA NTC-Zn 80:20

La Figura 4.46 muestra cuatro polarizaciones lineales del electrodo de trabajo (muestra NTC-Zn 80:20), donde se puede observar que a los primeros 2 ciclos de arrojaba un potencial de corrosión de 0.000415489 mV Vs Ag/AgCl | NaCl (sat'd) con una densidad de corriente de -1.11405 mAcm². Con relación al diagrama de Pourbaix de Hierro se infiere la presencia de óxido de hierro III (Fe₂O₃).

Con relación a la velocidad de corrosión estimada se calculó acorde a los parámetros de un estándar internacional determinados por la ASTM G102-89, el análisis arrojó una pérdida de sección de 0.01183 mm/año.

En los siguientes 10 ciclos el potencial arrojado fue de 0.00303468 mV Vs Ag/AgCl | NaCl (sat'd) con una densidad de corriente de -0.795766 mAcm². Con relación al diagrama de Pourbaix de Hierro se infiere la presencia de óxido de hierro III (Fe₂O₃).

En lo que respecta a la velocidad de corrosión estimada se calculó acorde a los parámetros de un estándar internacional determinados por la ASTM G102-89, el análisis arrojó una pérdida de sección de 0.00845 mm/año.

En los siguientes 100 ciclos el potencial arrojado fue de 0.00258501 mV Vs Ag/AgCl | NaCl (sat'd) con una densidad de corriente de -0.647332 mAcm². Con relación al diagrama de Pourbaix de Hierro se infiere la presencia de óxido de hierro III (Fe₂O₃).

La velocidad de corrosión estimada se calculó acorde a los parámetros de un estándar internacional determinados por la ASTM G102-89, el análisis arrojó una pérdida de sección de 0.00688 mm/año.

En los siguientes 200 ciclos el potencial arrojado fue de 0.00310039 mV Vs Ag/AgCl | NaCl (sat'd) con una densidad de corriente de -0.812498 mAcm². Con relación al diagrama de Pourbaix de Hierro se infiere la presencia de óxido de hierro III (Fe₂O₃).

En lo que concierne a la velocidad de corrosión estimada se calculó acorde a los parámetros de un estándar internacional determinados por la ASTM G102-89, el análisis arrojó una pérdida de sección de 0.00863 mm/año.

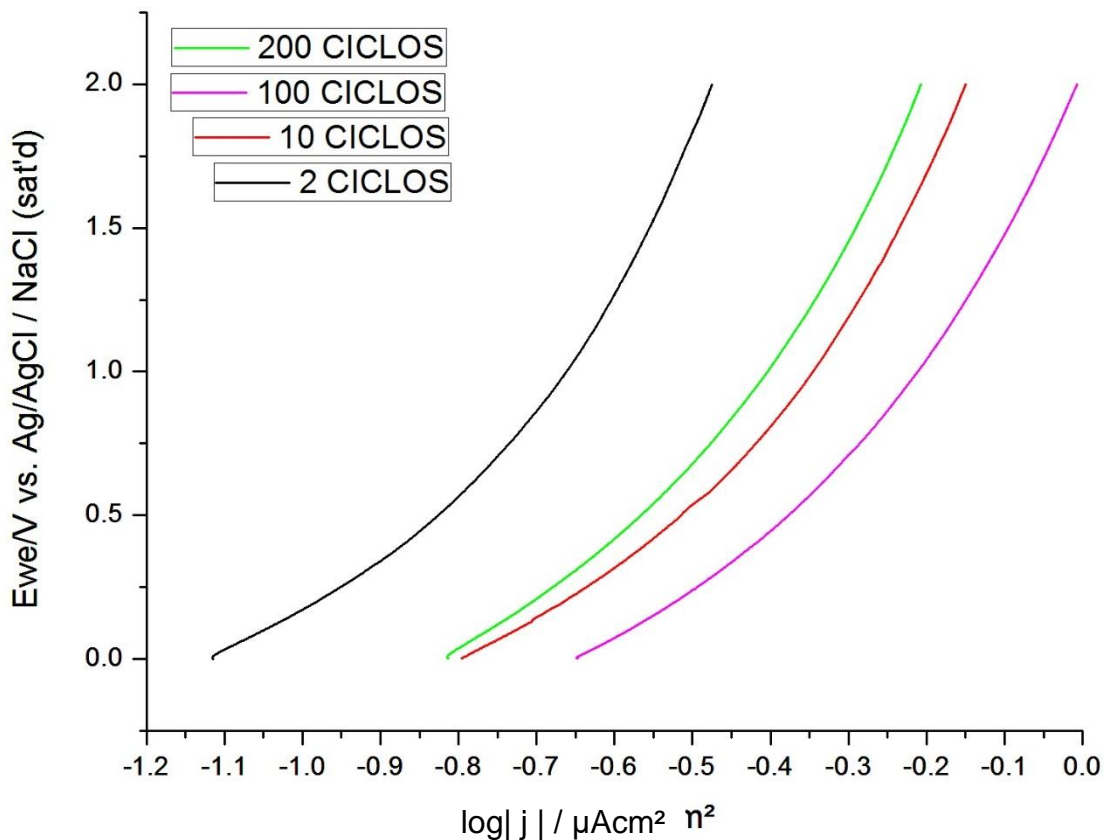


Figura 4.46.- Voltamperometría lineal en el electrodo de trabajo (muestra NTC-Zn 80:20 a 2, 10, 100 y 200 ciclos) en una solución a 0.5 M de NaCl y 0.063 M de NaOH (30:70) a temperatura ambiente. Fuente elaboración propia.

Con relación a las pruebas de espectroscopia de impedancia electroquímica realizadas en la muestra NTC-Zn 80:20 para la obtención de las resistencias a altas frecuencias los resultados arrojaron una resistencia de $2274.534\Omega\text{cm}^2$ a 2 ciclos, $571.055\Omega\text{cm}^2$ a 10 ciclos, $290.844\Omega\text{cm}^2$ a 100 ciclos y $372.519\Omega\text{cm}^2$ a 200 ciclos.

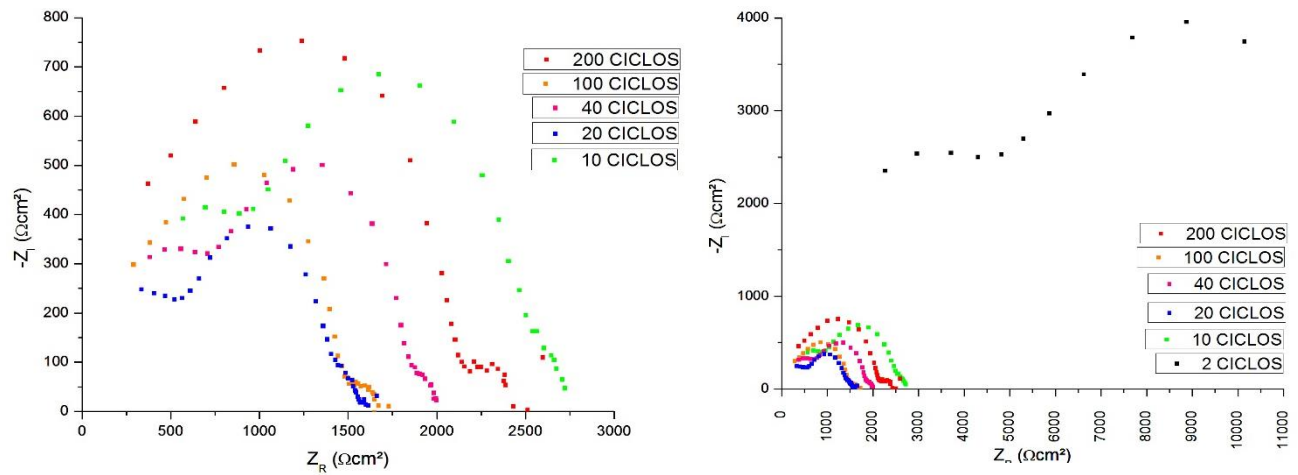


Figura 4.47.-Espectroscopía de Impedancia Electroquímica en el electrodo de trabajo (muestra NTC-Zn 80:20 a 2, 10, 100 y 200 ciclos) en una solución a 0.5 M de NaCl y 0.063 M de NaOH (30:70) a temperatura ambiente. Fuente elaboración propia.

Tabla 4.4.- Mediciones electroquímicas en el electrodo de trabajo (muestra NTC-Zn 80:20). Fuente: Elaboración propia.

MUESTRA NTC-Zn 80:20					
CICLOS	E_{corr} (V) vs Ag/AgCl NaCl (sat'd)	J_{corr} (μAcm²)	E_{corr} (V) vs ENH	Resistencia óhmica en Ωcm²	Ajuste de Tafel mm/año
2	0.000415489	-1.11405	-0.19284511	2274.5347	0.01183
10	0.00303468	-0.795766	-0.19396532	571.05584	0.00845
100	0.00258501	-0.647332	-0.19441499	290.8444	0.00688
200	0.00310039	-0.812498	-0.19389961	372.51996	0.00863

4.3.5.- MUESTRA NTC-Zn 50:50

La Figura 4.48 muestra once polarizaciones lineales del electrodo de trabajo (muestra NTC-Zn 50:50), donde se puede observar que a los primeros 2 ciclos de arrojaba un potencial de corrosión de 0.0017 mV Vs Ag/AgCl | NaCl (sat'd) con una densidad de corriente de -1.631 mAcm². Con relación al diagrama de Pourbaix de Hierro se infiere la presencia de óxido de hierro III (Fe₂O₃).

Con relación a la velocidad de corrosión estimada se calculó acorde a los parámetros de un estándar internacional determinados por la ASTM G102-89, el análisis arrojó una pérdida de sección de 0.017321 mm/año.

En los siguientes 10 ciclos el potencial arrojado fue de 0.00297 mV Vs Ag/AgCl | NaCl (sat'd) con una densidad de corriente de -1.008 mAcm². Con relación al diagrama de Pourbaix de Hierro se infiere la presencia de óxido de hierro III (Fe₂O₃).

En lo que respecta a la velocidad de corrosión estimada se calculó acorde a los parámetros de un estándar internacional determinados por la ASTM G102-89, el análisis arrojó una pérdida de sección de 0.010708 mm/año.

En los siguientes 100 ciclos el potencial arrojado fue de 0.00306 mV Vs Ag/AgCl | NaCl (sat'd) con una densidad de corriente de -1.168 mAcm². Con relación al diagrama de Pourbaix de Hierro se infiere la presencia de óxido de hierro III (Fe₂O₃).

La velocidad de corrosión estimada se calculó acorde a los parámetros de un estándar internacional determinados por la ASTM G102-89, el análisis arrojó una pérdida de sección de 0.012407 mm/año.

En los siguientes 200 ciclos el potencial arrojado fue de 0.00299 mV Vs Ag/AgCl | NaCl (sat'd) con una densidad de corriente de -1.134 mAcm^2 . Con relación al diagrama de Pourbaix de Hierro se infiere la presencia de óxido de hierro III (Fe_2O_3).

En lo que respecta a la velocidad de corrosión estimada se calculó acorde a los parámetros de un estándar internacional determinados por la ASTM G102-89, el análisis arrojó una pérdida de sección de 0.012048 mm/año .

En los siguientes 500 ciclos el potencial arrojado fue de 0.00312 mV Vs Ag/AgCl | NaCl (sat'd) con una densidad de corriente de -1.276 mAcm^2 . Con relación al diagrama de Pourbaix de Hierro se infiere la presencia de óxido de hierro III (Fe_2O_3).

Con relación a la velocidad de corrosión estimada se calculó acorde a los parámetros de un estándar internacional determinados por la ASTM G102-89, el análisis arrojó una pérdida de sección de 0.01356 mm/año .

En los siguientes 1000 ciclos el potencial arrojado fue de 0.00289 mV Vs Ag/AgCl | NaCl (sat'd) con una densidad de corriente de -1.184 mAcm^2 . Con relación al diagrama de Pourbaix de Hierro se infiere la presencia de óxido de hierro III (Fe_2O_3).

La velocidad de corrosión estimada se calculó acorde a los parámetros de un estándar internacional determinados por la ASTM G102-89, el análisis arrojó una pérdida de sección de 0.01258 mm/año .

En los siguientes 1500 ciclos el potencial arrojado fue de 0.00285 mV Vs Ag/AgCl | NaCl (sat'd) con una densidad de corriente de -1.087 mAcm^2 . Con relación al diagrama de Pourbaix de Hierro se infiere la presencia de óxido de hierro III (Fe_2O_3).

En lo que concierne a la velocidad de corrosión estimada se calculó acorde a los parámetros de un estándar internacional determinados por la ASTM G102-89, el análisis arrojó una pérdida de sección de 0.01154 mm/año.

En los siguientes 2000 ciclos el potencial arrojado fue de 0.00293 mV Vs Ag/AgCl | NaCl (sat'd) con una densidad de corriente de -1.104 mAcm². Con relación al diagrama de Pourbaix de Hierro se infiere la presencia de óxido de hierro III (Fe₂O₃).

Con relación a la velocidad de corrosión estimada se calculó acorde a los parámetros de un estándar internacional determinados por la ASTM G102-89, el análisis arrojó una pérdida de sección de 0.01172 mm/año.

En los siguientes 2700 ciclos el potencial arrojado fue de 0.00293 mV Vs Ag/AgCl | NaCl (sat'd) con una densidad de corriente de -1.015 mAcm². Con relación al diagrama de Pourbaix de Hierro se infiere la presencia de óxido de hierro III (Fe₂O₃).

En lo que respecta a la velocidad de corrosión estimada se calculó acorde a los parámetros de un estándar internacional determinados por la ASTM G102-89, el análisis arrojó una pérdida de sección de 0.01078 mm/año.

En los siguientes 3000 ciclos el potencial arrojado fue de 0.00302 mV Vs Ag/AgCl | NaCl (sat'd) con una densidad de corriente de -0.9455 mAcm². Con relación al diagrama de Pourbaix de Hierro se infiere la presencia de óxido de hierro III (Fe₂O₃).

La velocidad de corrosión estimada se calculó acorde a los parámetros de un estándar internacional determinados por la ASTM G102-89, el análisis arrojó una pérdida de sección de 0.010043 mm/año.

En los siguientes 3500 ciclos el potencial arrojado fue de 0.00297 mV Vs Ag/AgCl | NaCl (sat'd) con una densidad de corriente de -0.893 mAcm^2 . Con relación al diagrama de Pourbaix de Hierro se infiere la presencia de óxido de hierro III (Fe_2O_3).

En lo que concierne a la velocidad de corrosión estimada se calculó acorde a los parámetros de un estándar internacional determinados por la ASTM G102-89, el análisis arrojó una pérdida de sección de 0.009483 mm/año .

En los siguientes 4000 ciclos el potencial arrojado fue de 0.0031 mV Vs Ag/AgCl | NaCl (sat'd) con una densidad de corriente de -0.813 mAcm^2 . Con relación al diagrama de Pourbaix de Hierro se infiere la presencia de óxido de hierro III (Fe_2O_3).

Con relación a la velocidad de corrosión estimada se calculó acorde a los parámetros de un estándar internacional determinados por la ASTM G102-89, el análisis arrojó una pérdida de sección de 0.008637 mm/año .

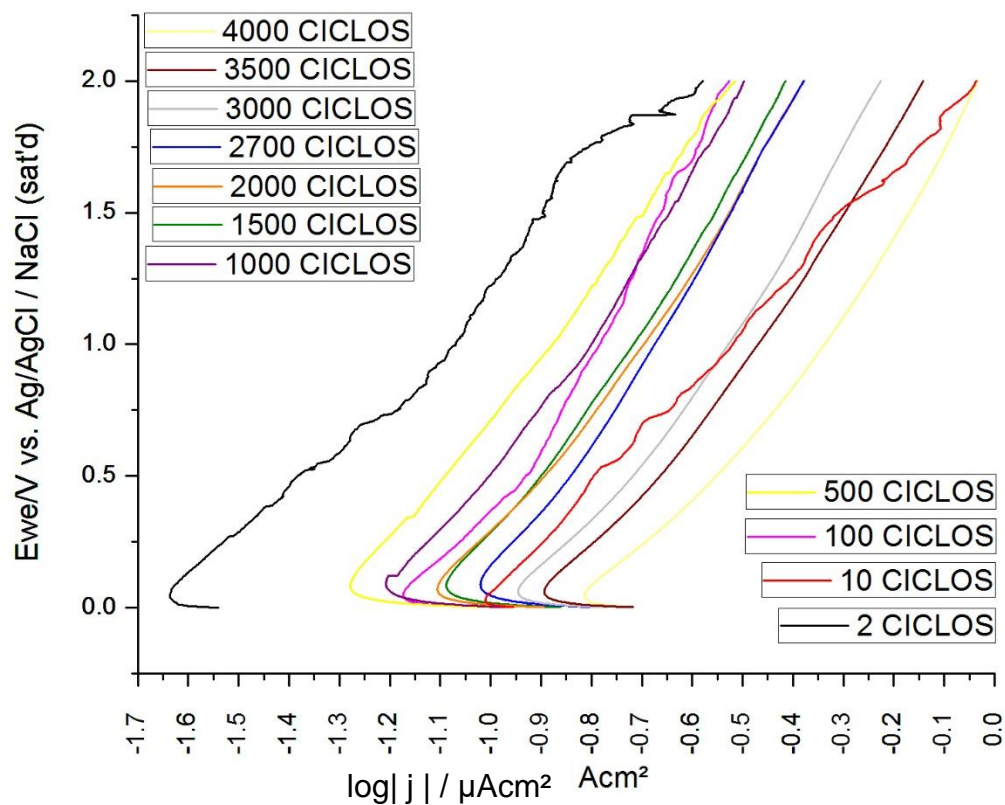


Figura 4.48.- Voltamperometría lineal en el electrodo de trabajo (muestra NTC-Zn 50:50 a 2, 10, 100, 200, 500, 1000, 1500, 2000, 2700, 3000, 3500 Y 4000 ciclos) en una solución a 0.5 M de NaCl y 0.063 M de NaOH (30:70) a temperatura ambiente. Fuente elaboración propia.

En lo que Respecta a las pruebas de espectroscopia de impedancia electroquímica realizadas en la muestra NTC-Zn 50:50 para la obtención de las resistencias a altas frecuencias los resultados arrojaron una resistencia de 886.36 Ωcm^2 a 2 ciclos, 502.27 Ωcm^2 a 10 ciclos, 512.56 Ωcm^2 a 100 ciclos, 437.46 Ωcm^2 a 200 ciclos, 424.75 Ωcm^2 a 500 ciclos, 434.91 Ωcm^2 a 1000 ciclos, 361.63 Ωcm^2 a 1500 ciclos, 338.1 Ωcm^2 a 2000 ciclos, 320.92 Ωcm^2 a 2700 ciclos, 298.53 Ωcm^2 a 3000 ciclos, 297.44 Ωcm^2 a 3500 ciclos Y 259.72 Ωcm^2 a 4000 ciclos.

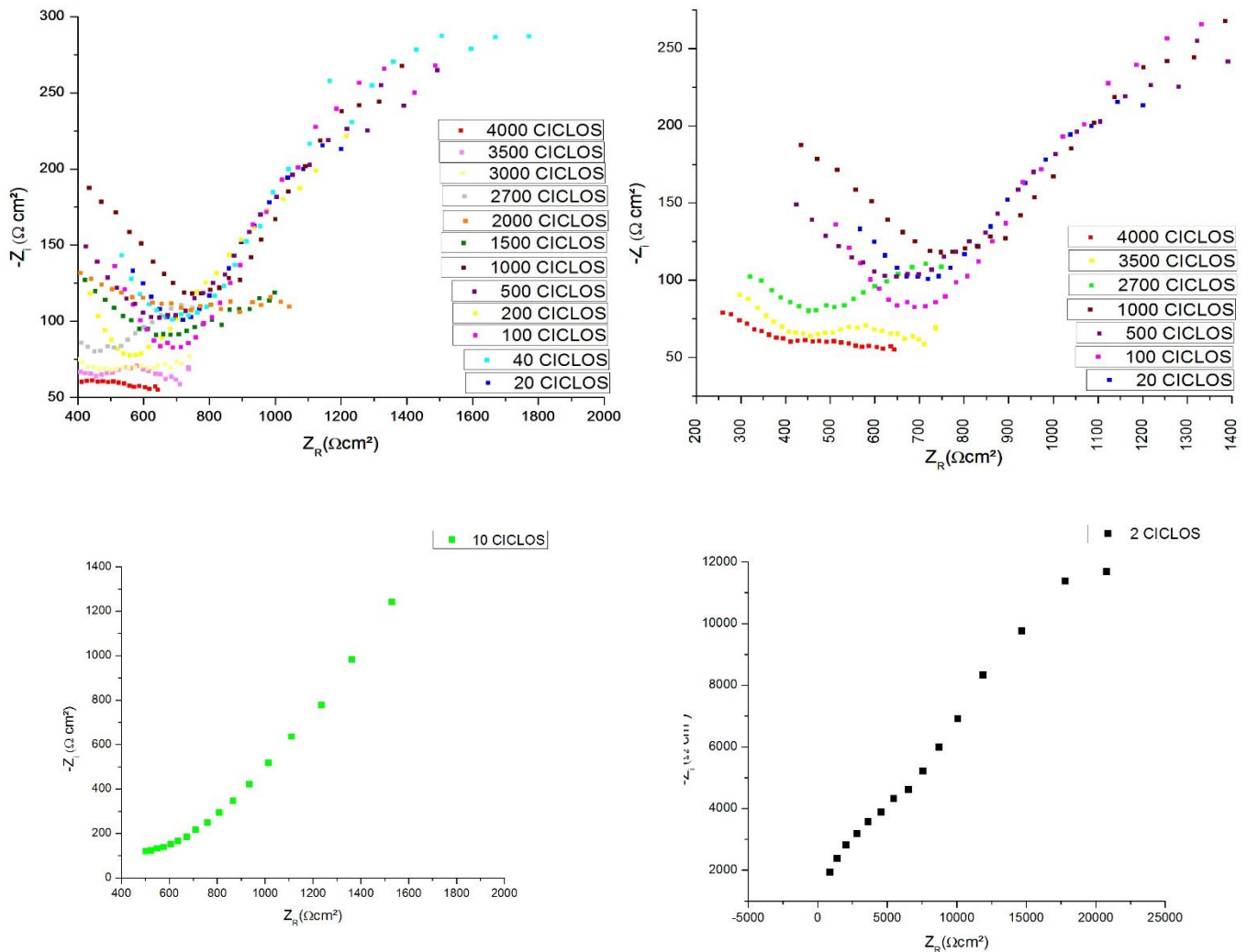


Figura 4.49.-Espectroscopía de Impedancia Electroquímica en el electrodo de trabajo (muestra NTC-Zn 50:50 a 2, 10, 100, 200, 500, 1000, 1500, 2000, 2700, 3000, 3500 Y 4000 ciclos) en una solución a 0.5 M de NaCl y 0.063 M de NaOH (30:70) a temperatura ambiente. Fuente elaboración propia.

Tabla 4.5.- Mediciones electroquímicas en el electrodo de trabajo (muestra NTC-Zn 50:50). Fuente: Elaboración propia.

MUESTRA NTC-Zn 50:50					
CICLOS	Ecorr (V) vs Ag/AgCl NaCl (sat'd)	Jcorr (μAcm^2)	Ecorr (V) vs ENH	Resistencia óhmica en Ωcm^2	Ajuste de Tafel mm/año
2	0.00165	-1.63067	-0.19535	886.364	0.017321
10	0.00297	-1.0081	-0.19403	502.2682	0.010708
100	0.00306	-1.168	-0.19394	512.56107	0.012407
200	0.00299	-1.13418	-0.19401	437.45869	0.012048
500	0.00312	-1.27611	-0.19388	424.74543	0.01356
1000	0.00289	-1.18386	-0.19411	434.90695	0.01258
1500	0.00285	-1.0867	-0.19415	361.62643	0.01154
2000	0.00293	-1.10364	-0.19407	338.10271	0.01172
2700	0.00293	-1.01491	-0.19407	320.92284	0.01078
3000	0.00302	0.945483	-0.19398	298.53441	0.010043
3500	0.00297	-0.89278	-0.19403	297.43888	0.009483
4000	0.0031	-0.813112	-0.19390	259.71658	0.008637

ANÁLISIS DE RESULTADOS Y RECOMENDACIONES.

El estudio electroquímico de corrosión acelerada determino en conclusión que el proceso de ciclado al que fueron sometidas las distintas muestras de acero (muestra blanco, muestra comercial, muestra NTC-Zn 80:20, muestra NTC-Zn 20:80, muestra CNT-Zn 50:50) como electrodo de trabajo arrojaron distintos resultados en función particular de cada uno de los casos.

En el caso particular de la muestra blanco el análisis de sus pruebas electroquímicas mostro una baja resistencia al paso de electrones ($15.699 \Omega\text{cm}^2$ a 120 ciclos), lo que ocasiono un proceso de oxidación-corrosión desde los primeros ciclos de voltamperometría, a su vez se detectó la presencia de productos de corrosión (óxido de hierro III Fe_2O_3) en todas las mediciones realizadas, la velocidad de corrosión resultante fue de 0.01216 mm/año .

Con relación a la muestra de recubrimiento anticorrosivo comercial se obtuvo una mayor resistencia óhmica en el inicio de las pruebas electroquímicas ($75.03848 \Omega\text{cm}^2$), paulatinamente la misma fue disminuyendo conforme el proceso de ciclado fue aumentado ($26.95692 \Omega\text{cm}^2$ 1500 ciclos); al igual que con la muestra anterior durante su análisis se detectó la presencia de productos de corrosión (óxido de hierro III Fe_2O_3) al culminar los 1500 ciclos, la velocidad de corrosión final resultante fue de 0.004007 mm/año .

Durante las pruebas electroquímicas realizadas a la muestra de recubrimiento anticorrosivo CNT-Zn 20:80 se determinó un aumento mayor en la impedancia inicial ($93.682 \Omega\text{cm}^2$), misma que fue aumentando hasta su último proceso de ciclado ($117.12 \Omega\text{cm}^2$ a 40 ciclos), desafortunadamente la prueba tuvo que ser detenida puesto que la adherencia de este compuesto a la varilla de refuerzo se vio comprometida durante cada uno de los intentos realizados con este compuesto.

Un análisis preliminar de las posibles causas concluyo que durante el proceso de síntesis del compuesto CNT-Zn 20:80 la funcionalización del material con el agente reductor NaBH_4 no logro eliminar la presencia de Cloruros dado que el reactivo precursor del Zinc utilizado fue ZnCl_2 . Como en los casos anteriores durante su estudio se detectó la presencia de productos de corrosión (óxido de hierro III Fe_2O_3) al culminar los 40 ciclos, la velocidad de corrosión final resultante fue de 0.001448 mm/año.

En la muestra de recubrimiento anticorrosivo CNT-Zn 80:20 las pruebas electroquímicas Arrojaron el mayor aumento en la resistencia óhmica de todas las pruebas realizadas ($2274.53\Omega\text{cm}^2$ a 2 ciclos), conforme el proceso de ciclado concluyo su resistencia disminuyo a $372.519\Omega\text{cm}^2$ en los 200 ciclos, como fue en el caso anterior la prueba se detuvo por falta de adherencia del compuesto a la varilla de refuerzo. Una vez más se concluyó que la posible causa de ruptura en la adherencia del material fue una funcionalización no adecuada en la que el agente reductor NaBH_4 no logro retirar totalmente la presencia de cloruros en el reactivo precursor del Zinc ZnCl_2 utilizado para la síntesis del compuesto CNT-Zn 80:20. Durante su estudio se detectó la presencia de productos de corrosión (óxido de hierro III Fe_2O_3) al culminar los 200 ciclos, la velocidad de corrosión final resultante fue de 0.00863 mm/año.

Por último, se sometió al proceso de ciclado al recubrimiento anticorrosivo CNT-Zn 50:50, dando como resultado una resistencia óhmica inicial de $886.36\Omega\text{cm}^2$ que progresivamente fue disminuyendo a $259.72\Omega\text{cm}^2$ en su último ciclo. En el caso particular del compuesto la adherencia a la varilla de refuerzo fue optima, logrando alcanzar los 4000 ciclos de voltamperometría cíclica para comenzar a presentar productos de corrosión (óxido de hierro III Fe_2O_3), la velocidad de corrosión final resultante fue de 0.008637 mm/año.

Como conclusión es importante denotar que la presencia de mayores concentraciones de nanotubos de carbono se ven reflejadas en el aumento de la resistencia óhmica y por ende una disminución en la densidad de corriente, provocando una mayor vida útil del material inhibido, al retardar el proceso de corrosión, gracias al sistema de protección catódica presente en los recubrimientos sintetizados con CNT-Zn en las tres concentraciones.

Como recomendación para futuras investigaciones se propone utilizar un agente precursor distinto al cloruro de Zinc ($ZnCl_2$) y garantizar de esta forma la ausencia de cloruros del compuesto a sintetizar, como sugerencia opcional propongo utilizar Acetato de Zinc ($ZnC_4H_6O_4$) como reactivo para la funcionalización con los Nanotubos de pared múltiple.

En relación al análisis costo beneficio de manera preliminar se observó un aumento significativo en el tiempo de vida útil de más de 2500 ciclos por encima del recubrimiento anticorrosivo comercial, sin embargo, la inversión inicial para el desarrollo de los compuestos anticorrosivos a base de NTC-Zn resulta ser muy costosa en comparación con la pintura alquidámica comercial, ya que el proceso de producción de los compuestos NTC-Zn es realizado con equipos de última tecnología en laboratorios especializados en nanomateriales, lo que dificulta estimar un costo comercial real aproximado para realizar una comparativa más aproximada a la realidad y acorde a un proceso de producción en serie que disminuiría por mucho su coste.

APÉNDICES

APÉNDICE I.- Diagrama Pourbaix del hierro

Diagrama de Pourbaix para el Hierro:

Zona de pasividad. Los hidróxidos de hierro forman una capa protectora en la superficie del metal, que reduce su actividad química y por lo tanto su velocidad de corrosión, por ello se le denomina zona de pasividad.

Zona de inmunidad. En esta región del diagrama la especie termodinámicamente estable es el Fe^0 , por lo tanto el metal es inmune y no sufre corrosión.

Zona de corrosión. Las especies estables del hierro se encuentran como iones, por lo tanto es una condición propicia para la disolución del metal.

Debemos hacer hincapié en el diagrama $E^{\circ}H$ -pH para el hierro (Figura 1.14), por ser el material más usado en la industria de la construcción. Éste muestra una zona de inmunidad para pH inferiores a 11, a partir de un potencial estándar de $-0,53$ V con respecto al electrodo normal de hidrógeno, o $-0,85$ V con respecto al electrodo de cobre/sulfato de cobre ($Cu/CuSO_4$), que constituye el fundamento de la aplicación de la protección catódica.

Figura 5.1.- Diagrama de Pourbaix para el Hierro (Fe).

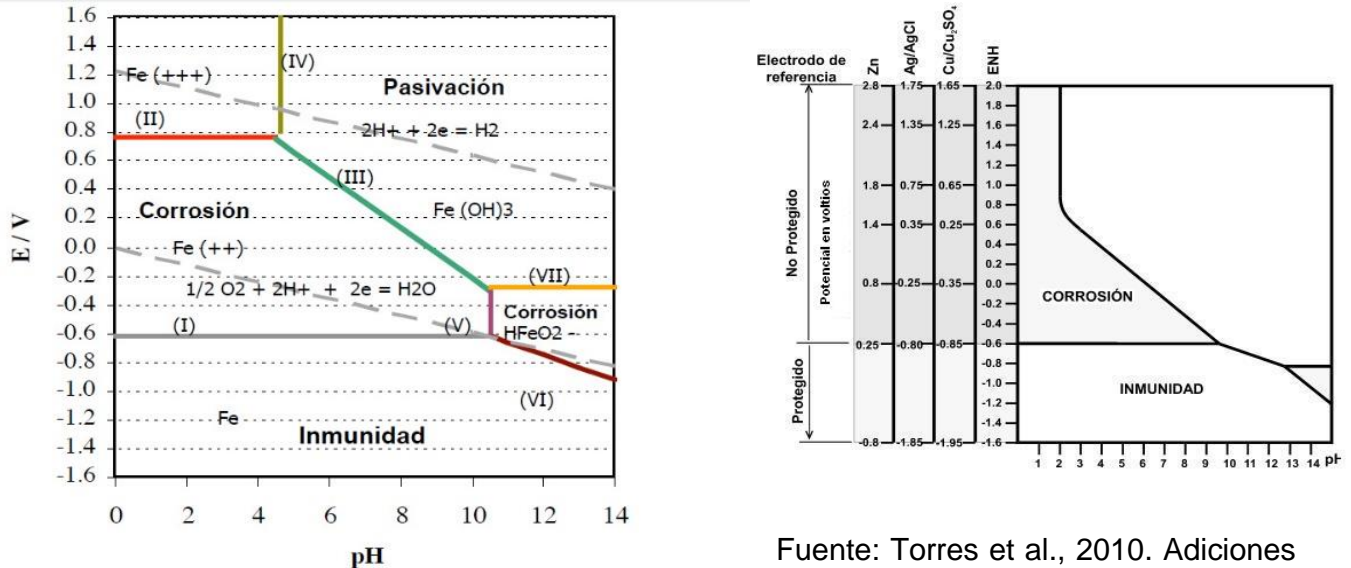


Figura 52. Equilibrios (I) al (VII) en el diagrama pH – potencial del Fe – H₂O

Fuente: Torres et al., 2010. Adiciones en base a cactus como inhibidor de corrosión para acero de refuerzo en concreto.

APÉNDICE II.- ASTM G 102-89

Practica estándar para el cálculo de velocidad de corrosión e información relacionada a sus mediciones electroquímicas.

Calculation of Corrosion Rate—Faraday's Law can be used to calculate the corrosion rate, either in terms of penetration rate (CR) or mass loss rate (MR) (4):

$$CR = K_1 \frac{i_{cor}}{\rho} EW$$

Donde:

K: Constante expresada en diferentes sistemas de unidades.

P: Densidad del metal o aleación (7850kg/m³ ó 7.85g/cm³).

*i*_{corr}: Densidad de corriente. mA/cm² ó A/m²

EW: peso equivalente del metal o aleación utilizado.

Unidades				Valor de <i>k</i>
CR	<i>i</i> _{corr}	<i>ρ</i>	<i>k</i>	
mpy	μA/cm ²	g/cm ³	mpy g/μA cm	0.1288
mm/año	A/m ²	kg/m ³	mm kg/A m año	327.20
mm/año	μA/cm ²	g/cm ³	mm g/μA cm año	3.27 x 10 ⁻³

Figura 5.2.-Valores de *k* para el cálculo de la velocidad de corrosión.

TABLA 5.1.- PESOS EQUIVALENTES EN UNA VARIEDAD DE MATERIALES Y ALEACIONES.

Common Designation	UNS	Elements w/Constant Valence	Lowest		Second		Third		Fourth	
			Variable Valence	Equivalent Weight	Variable Valence	Equivalent Weight	Element/Valence	Equivalent Weight	Element/Valence	Equivalent Weight
<i>Aluminum Alloys:</i>										
AA1100 ^A	A91100	Al/3		8.99						
AA2024	A92024	Al/3, Mg/2	Cu/1	9.38	Cu/2	9.32				
AA2219	A92219	Al/3	Cu/1	9.51	Cu/2	9.42				
AA3003	A93003	Al/3	Mn/2	9.07	Mn/4	9.03	Mn 7	8.98		
AA3004	A93004	Al/3, Mg/2	Mn/2	9.09	Mn/4	9.06	Mn 7	9.00		
AA5005	A95005	Al/3, Mg/2		9.01						
AA5050	A95050	Al/3, Mg/2		9.03						
AA5052	A95052	Al/3, Mg/2		9.05						
AA5083	A95083	Al/3, Mg/2		9.09						
AA5086	A95086	Al/3, Mg/2		9.09						
AA5154	A95154	Al/3, Mg/2		9.08						
AA5454	A95454	Al/3, Mg/2		9.06						
AA5456	A95456	Al/3, Mg/2		9.11						
AA6061	A96061	Al/3, Mg/2		9.01						
AA6070	A96070	Al/3, Mg/2, Si/4		8.98						
AA6101	A96161	Al/3		8.99						
AA7072	A97072	Al/3, Zn/2		9.06						
AA7075	A97075	Al/3, Zn/2, Mg/2	Cu/1	9.58	Cu/2	9.55				
AA7079	A97079	Al/3, Zn/2, Mg/2		9.37						
AA7178	A97178	Al/3, Zn/2, Mg/2	Cu/1	9.71	Cu/2	9.68				
<i>Copper Alloys:</i>										
CDA110	C11000		Cu/1	63.55	Cu/2	31.77				
CDA220	C22000	Zn/2	Cu/1	58.07	Cu/2	31.86				
CDA230	C23000	Zn/2	Cu/1	55.65	Cu/2	31.91				
CDA260	C26000	Zn/2	Cu/1	49.51	Cu/2	32.04				
CDA280	C28000	Zn/2	Cu/1	46.44	Cu/2	32.11				
CDA444	C44300	Zn/2	Cu/1, Sn/2	50.42	Cu/1, Sn/4	50.00	Cu/2, Sn/4	32.00		
CDA687	C68700	Zn/2, Al/3	Cu/1	48.03	Cu/2	30.29				
CDA608	C60800	Al/3	Cu/1	47.114	Cu/2	27.76				
CDA510	C51000		Cu/1, Sn/2	63.32	Cu/1, Sn/4	60.11	Cu/2, Sn/4	31.66		
CDA524	C52400		Cu/1, Sn/2	63.10	Cu/1, Sn/4	57.04	Cu/2, Sn/4	31.55		
CDA655	C65500	Si/4	Cu/1	50.21	Cu/2	28.51				
CDA706	C70600	Ni/2	Cu/1	56.92	Cu/2	31.51				
CDA715	C71500	Ni/2	Cu/1	46.69	Cu/2	30.98				
CDA752	C75200	Ni/2, Zn/2	Cu/1	46.38	Cu/2	31.46				
<i>Stainless Steels:</i>										
304	S30400	Ni/2	Fe/2, Cr/3	25.12	Fe/3, Cr/3	18.99	Fe/3, Cr/6	15.72		
321	S32100	Ni/2	Fe/2, Cr/3	25.13	Fe/3, Cr/3	19.08	Fe/3, Cr/6	15.78		
309	S30900	Ni/2	Fe/2, Cr/3	24.62	Fe/3, Cr/3	19.24	Fe/3, Cr/6	15.33		
310	S31000	Ni/2	Fe/2, Cr/3	24.44	Fe/3, Cr/3	19.73	Fe/3, Cr/6	15.36		
316	S31600	Ni/2	Fe/2, Cr/3, Mo/3	25.50	Fe/2, Cr/3, Mo/4	25.33	Fe/3, Cr/6, Mo/6	19.14	Fe/3, Cr/6, Mo/6	16.111
317	S31700	Ni/2	Fe/2, Cr/3, Mo/3	25.26	Fe/2, Cr/3, Mo/4	25.03	Fe/3, Cr/3, Mo/6	19.15	Fe/3, Cr/6, Mo/6	15.82
410	S41000		Fe/2, Cr/3	25.94	Fe/3, Cr/3	18.45	Fe/3, Cr/6	16.28		
430	S43000		Fe/2, Cr/3	25.30	Fe/3, Cr/3	18.38	Fe/3, Cr/6	15.58		
446	S44600		Fe/2, Cr/3	24.22	Fe/3, Cr/3	18.28	Fe/3, Cr/6	14.46		
20CB3 ^A	N08020	Ni/2	Fe/2, Cr/3, Mo/3, Cu/1	23.98	Fe/2, Cr/3, Mo/4, Cu/1	23.83	Fe/3, Cr/3, Mo/6, Cu/2	18.88	Fe/3, Cr/6, Mo/6, Cu/2	15.50

TABLE 1 Continued

Common Designation	UNS	Elements w/Constant Valence	Lowest		Second		Third		Fourth	
			Variable Valence	Equivalent Weight	Variable Valence	Equivalent Weight	Element/Valence	Equivalent Weight	Element/Valence	Equivalent Weight
<i>Nickel Alloys:</i>										
200	N02200		Ni/2	29.36	Ni/3	19.57				
400	N04400	Ni/2	Cu/1	35.82	Cu/2	30.12				
600	N06600	Ni/2	Fe/2, Cr/3	26.41	Fe/3, Cr/3	25.44	Fe/3, Cr/6	20.73		
800	N08800	Ni/2	Fe/2, Cr/3	25.10	Fe/3, Cr/3	20.76	Fe/3, Cr/6	16.59		
825	N08825	Ni/2	Fe/2, Cr/3, Mo/3, Cu/1	25.52	Fe/2, Cr/3, Mo/4, Cu/1	25.32	Fe/3, Cr/3, Mo/6, Cu/2	21.70	Fe/3, Cr/6, Mo/6, Cu/2	17.10
B	N10001	Ni/2	Mo/3, Fe/2	30.05	Mo/4, Fe/2	27.50	Mo/6, Fe/2	23.52	Mo/6, Fe/3	23.23
C-22 ^B	N06022	Ni/2	Fe/2, Cr/3, Mo/3, W/4	26.04	Fe/2, Cr/3, Mo/4, W/4	25.12	Fe/2, Cr/3, Mo/6, W/6	23.28	Fe/3, Cr/6, Mo/6, W/6	17.88
C-276	N10276	Ni/2	Fe/2, Cr/3, Mo/3, W/4	27.09	Cr/3, Mo/4	25.90	Fe/2, Cr/3, Mo/6, W/6	23.63	Fe/3, Cr/6, Mo/6, W/6	19.14
G	N06007	Ni/2	(1)	25.46	(2)	22.22	(3)	22.04	(4)	17.03
<i>Carbon Steel:</i>										
			Fe/2	27.92	Fe/3	18.62				
(1) = Fe/2, Cr/3, Mo/3, Cu/1, Nb/4, Mn/2			(3) = Fe/3, Cr/3, Mo/6, Cu/2, Nb/5, Mn/2							
(2) = Fe/2, Cr/3, Mo/4, Cu/2, Nb/5, Mn/2			(4) = Fe/3, Cr/6, Mo/6, Cu/2, Nb/5, Mn/4							
<i>Other Metals:</i>										
Mg	M14142	Mg/2		12.15						
Mo	R03600		Mo/3	31.98	Mo/4	23.98	Mo/6	15.99		
Ag	P07016		Ag/1	107.87	Ag/2	53.93				
Ta	R05210	Ta/5		36.19						
Sn	L13002		Sn/2	59.34	Sn/4	29.67				
Ti	R50400		Ti/2	23.95	Ti/3	15.97	Ti/4	11.98		
Zn	Z19001	Zn/2		32.68						
Zr	R60701	Zr/4		22.80						
Pb	L50045		Pb/2	103.59	Pb/4	51.80				

^A Registered trademark Carpenter Technology.

^B Registered trademark Haynes International.

NOTE 1—Alloying elements at concentrations below 1 % by mass were not included in the calculation, for example, they were considered part of the basis metal.

NOTE 2—Mid-range values were assumed for concentrations of alloying elements.

NOTE 3—Only consistent valence groupings were used.

NOTE 4—(Eq 4) was used to make these calculations.

EVALUAR LA PROTECCIÓN A LA CORROSIÓN EN EL ACERO DE REFUERZO IMPLEMENTANDO RECUBRIMIENTOS A BASE DE NANOTUBOS DE CARBONO ADICIONADO CON ZINC NTC-Zn COMO PROTECCIÓN CATÓDICA.

APENDICE III

X1. SAMPLE CALCULATION—CORROSION CURRENT DENSITY

X1.1 *Data:*

X1.1.1 *Corrosion Current:* 27.0 μA .

X1.1.2 *Specimen Size:* round anode area exposed.

X1.1.3 *Diameter:* 1.30 cm.

X1.2 *Calculation*—See (Eq 1) in text:

$$i_{\text{cor}} = \frac{27.0}{(1.30)^2 \frac{\pi}{4}} = \frac{27.0}{1.32} = 20.3 \mu\text{A}/\text{cm}^2$$

X2. SAMPLE CALCULATION—ALLOY EQUIVALENT WEIGHT

X2.1 *Data:*

X2.1.1 *Alloy:* UNS S31600, actual composition not available.

X2.1.2 *Corrosion Potential:* 300 mV versus SCE 1N sulfuric acid.

X2.2 *Assumptions:*

X2.2.1 *Composition:*

X2.2.1.1 *Chromium,* 16-18 %—mid range 17 %.

X2.2.1.2 *Nickel,* 10-14 %—mid range 12 %.

X2.2.1.3 *Molybdenum,* 2-3 %—mid range 2.5 %.

X2.2.1.4 *Iron,* Balance (ignore minor elements).

$$17 + 12 + 2.5 = 31.5$$

X2.2.1.5 Iron = 100 – 31.5 = 68.5 %.

X2.2.2 Valence values from Ref (2).

Chromium: +3

Nickel: +2

Molybdenum: +3

Iron: +2

X2.3 *Calculations*—For simplicity, assume 100 g of alloy dissolved. Therefore, the gram equivalents of the dissolved components are given by (Eq 3).

$$Q = \frac{17}{51.996} \times 3 + \frac{12}{58.71} \times 2 + \frac{2.5}{95.94} \times 3 + \frac{68.5}{55.847} \times 2$$
$$= 0.981 + 0.409 + 0.078 + 2.453 = 3.921 \text{ g equivalents}$$

The alloy equivalent weight is therefore $100/3.921 = 25.50$.

X3. SAMPLE CALCULATION FOR CORROSION RATE FROM CORROSION CURRENT

X3.1 *Data and requirements*—See X1 and X2.

X3.1.1 *Corrosion rate* in mm/yr.

X3.1.2 *Density* 8.02 g/cm³.

X3.2 *Calculations*—See (Eq 5).

$$K_1 = 3.27 \times 10^{-3}$$
$$CR = \frac{3.27 \times 10^{-3} \times 20.3 \times 25.50}{8.02} = 0.211 \text{ mm/yr}$$

APÉNDICE IV. – Probabilidad de corrosión.

Criterio de Stratful para potenciales de corrosión como porcentaje de probabilidad de corrosión.

Fuente: Torres et al., 2006. Estudio de la corrosión en barras de acero inoxidable en concreto contaminado por cloruros cuando se le aplican esfuerzos residuales.

Tabla 5.2.- Probabilidad de corrosión con electrodo de Calomel

E _{cor} (mV) vs ESC	Probabilidad de corrosión
-240	0%
-275	5%
-350	50%
-450	95%
-500	100%

TABLA 5.3.- Conversión de ESC a Ag/AgCl NaCl (Sat'd)

E _{corr} (mV) vs ESC	E _{corr} (mV) vs Ag/AgCl NaCl(sat'd)	PROBABILIDAD DE CORROSIÓN
-240	-193	0%
-275	-228	5%
-350	-303	50%
-450	-403	95%
-500	-453	100%

Potenciales de corrosión como criterio de la condición de la varilla. Fuente: Torres et al., 2006. Estudio de la corrosión en barras de acero inoxidable en concreto contaminado por cloruros cuando se le aplican esfuerzos residuales.

Tabla 5.4.- criterio de condición de oxidación en una varilla.

E _{cor} (mV) vs ESC	Condición
< -270	activa
> -220	pasiva
-220 a -270	activa o pasiva

Vassie, en 1978 (Stratful, 1993), investigó la unidad de potencial de electrodo como un indicador de corrosión. Observó que el potencial de acero en concreto es influenciado por el contenido de humedad, y que éste con un alto contenido de cloruros, puede ser agresivo o pasivo dependiendo de la cantidad de humedad. Page y Treadaway (Vassie, 1978), mencionan que en el caso donde el potencial de corrosión decrece con el tiempo, se debe a que puede o no haber ocurrido despasivación, ya que este decremento de potencial (valores más negativos) puede asociarse al

rompimiento de la capa pasiva o de la restricción progresiva de suministro de oxígeno a la superficie del acero. Wheat y Eliécer (Page, 1962), reportan que debido a la variación inherente en permeabilidad de un espécimen de concreto reforzado a otro, no puede ser asumido que éstos; al ser expuestos a una solución salina por un largo periodo tenderán a potenciales más negativos. Rengaswami, et al. (Wheat, 1985), mencionan que la medición de potenciales se limita al contenido de humedad en el concreto, indicando que en condiciones de inmersión los potenciales no son totalmente confiables. En un estudio de 5 años con pruebas de laboratorio y de campo, (Dhir et al, 1987), encontraron una buena correlación.

BIBLIOGRAFÍA.

1. Guoqiang Han, Zhaohui Wang, Ke Liu, Shubo Li, Xian Du, Wenbo Du; (2015). Synthesis of CNT-reinforced AZ31 magnesium alloy composites with uniformly distributed CNTs. *Materials Science & Engineering A* 628, pp. 350-356.
2. F. L. De Volder; H. Tawfick; H. Baughman; A. Hart; (2013) Carbon Nanotubes: Present and Future Commercial Applications. *Science* 339, pp. 535-538.
3. Leija Gutiérrez, Héctor Manuel, (2013). Estabilización de nanotubos de pared simple en agua y en solventes orgánicos a partir de funcionalización con sales de aril diazonio. EngD Thesis, Universidad Autónoma de Nuevo León. Tesis, pp. 6-8.
4. Kanagalasara Vathsala, Thimmappa Venkatarangaiah Venkatesha; (2011). Zn–ZrO₂ nanocomposite coatings- Electrodeposition and evaluation of corrosion resistance. *Applied Surface Science* 257 pp. 8929– 8933.
5. SungMo Park, MinYoung Shon, (2014). Effects of multi-walled carbon nano tubes on corrosion protection of zinc rich epoxy resin coating. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 21, pp. 1258–1260.
6. Mostafa Alishahi, Seyed Mahmoud Monirvaghefi, Ahmad Saatchi, Seyed Mehdi Hosseini; (2011). The effect of carbon nanotubes on the corrosion and tribological behavior of electroless Ni–P–CNT composite coating. *Applied Surface Science* 258, pp. 2439– 2442.
7. Keisuke Funatsu, Hiroyuki Fukuda, Rei Takei, Junko Umeda, Katsuyoshi Kondoh; (2013). Quantitative evaluation of initial galvanic corrosion behavior of CNTs reinforced Mg–Al alloy. *Advanced Powder Technology* 24 pp. 833–837
8. B.M. Praveen, T.V. Venkatesha, Y. Arthoba Naik, K. Prashantha;(2007). Corrosion studies of carbon nanotubes–Zn composite coating. *Surface & Coatings Technology* 201, pp. 5836–5842
9. Valle-Moreno; Torres-Acosta; Terán-Guillén; Pérez-Quiroz; Oidor-Salinas; Martínez-Madrid; (2006). Protección Catódica de concreto reforzado usando ánodos de sacrificio discretos. Secretaria de comunicaciones y transportes (SCT), Instituto Mexicano del Transporte (IMT). Estudio IMT ISSN 0188-7297, pp.9-18
10. Torres-Acosta; Valle-Moreno; Pérez-Quiroz; Camacho-Hurtado, Martínez-Madrid; (2002). El uso de una pintura rica en Zinc como sistema de Protección Catódica en concreto. Secretaria de comunicaciones y transportes (SCT), Instituto Mexicano del Transporte (IMT). Estudio IMT ISSN 0188-7297, pp. 9-27.

-
11. Rick Montani, (2000). La carbonatación, el enemigo olvidado del concreto. Recuperado de: <http://www.imcyc.com/revista/2000/dic2000/carbonatacion.htm>
 12. Xianming Shi; Tuan Nguyen; Zhiyong Suo; Yajun Liu; Recep Avci; (2009). Effect of nanoparticles on the anticorrosion and mechanical properties of epoxy coating. *Surface & Coatings Technology* 204, pp. 237–242.
 13. Teresa Campo Perfecto (2012). Síntesis y caracterización de nanotubos de carbono y nanohilos de silicio: Aplicaciones tecnológicas, Universidad Autónoma de Madrid, Tesis doctoral, pp.23-24.
 14. A.G. Garcia, M.J. Duarte Correa, J.F. Perez Robles, A.H. Romero, C. Velasco-Santos, L.M. Apatiga,(2010). Carbon nanotube junctions obtained by pulsed liquid injection chemical vapour deposition. *Diamond & Related Materials* 19, pp.1052–1057.
 15. LM Hoyos-Palacio, AG García, JF Pérez-Robles, J González, HV Martínez-Tejada, (2014). Catalytic effect of Fe, Ni, Co and Mo on the CNTs production. *Materials Science and Engineering* 59, pp. 1-9.
 16. Alina Pruna, (2015). Advances in Carbon Nanotube Technology for Corrosion Applications, (parte de libro Handbook of Polymer Nanocomposites. Processing, Performance and Application). *Handbook of Polymer Nanocomposites*, volume B, pp. 335-338.
 17. Uhlig, H.H., (1970). Corrosion metal environment reactions. London, Newness-Butterworths.
 18. Whitmore, D; Abbott, S.; (2003). NACE CORROSION, Houston Texas, Paper 03301, pp. 1-8
 19. Mazdak Hashempour, Antonello Vincenzo, Fu Zhao, Massimiliano Bestetti, (2014). Effects of CVD direct growth of carbon nanotubes and nanofibers on microstructure and electrochemical corrosion behavior of 316 stainless steel. *Materials Characterization* 92, pp. 64-76.
 20. Talapatra S, Kar S, Pal SK, Vajtai R, Ci L, Victor P, et al. Direct growth of aligned carbon nanotubes on bulk metals. *Nature Nanotechnology* 1, pp. 112 - 116
 21. Anne-Claire Dupuis, 2005. The catalyst in the CCVD of carbon nanotubes—a review, *Prog Mater Sci* 2005;50 pp. 929–61.
 22. Naing Naing Aung, Wei Zhou, Chwee Sim Goh, Sharon Mui Ling Nai, Jun Wei, (2010). Effect of carbon nanotubes on corrosion of Mg–CNT composites. *Corrosion Science* 52, pp. 1551–1553

-
23. Mazdak Hashempour, Antonello Vincenzo, Fu Zhao, Massimiliano Bestetti, (2013), Direct growth of MWCNTs on 316 stainless steel by chemical vapor deposition- Effect of surface nano-features on CNT growth and structure. CARBON 63, pp.330 – 347.
 24. Vicerrectado de investigación Universidad de Sevilla, (2010). <https://investigacion.us.es/scisi/sgi/servicios/area-de-rayosx/servicios>
 25. Javier-Ávila; Joan-Genescá; (1996), Más allá de la herrumbre, México D.F., México: Fondo de Cultura Económica, ISBN 968-16-2396-7, recuperado de <http://bibliotecadigital.ilce.edu.mx/sites/ciencia/volumen1/ciencia2/09/htm/masalla.htm>
 26. Torres et al., 2010. Adiciones en base a cactus como inhibidor de corrosión para acero de refuerzo en concreto. Estudio IMT ISSN 0188-7297 pp.36-40.
 27. Standard Practice for Calculation of Corrosion Rates and Related Information from Electrochemical Measurements G 102 – 89 Reapproved 2004 pp. 1-7.
 28. Ravi Bhatia, V. Prasad, (2010). Synthesis of multiwall carbon nanotubes by chemical vapor deposition of ferrocene alone. Solid State Communications 150, pp. 311-315.
 29. Matthew Davis, Neil A. Hoult, Allan Scott, (2016). Distributed strain sensing to determine the impact of corrosion on bond performance in reinforced concrete. Construction and Building Materials 114, pp. 481–491.
 30. ASCE, 2013 Report Card for America's Infrastructure, 2013. <<http://www.infrastructurereportcard.org/a/#p/home>> (Feb. 1, 2015).
 31. K. Bhargava, A.K. Ghosh, Y. Mori, S. Ramanujam, A proposed model for corrosion-induced bond degradation in reinforced concrete, in: 17th Analysis and Computation Specialty Conference. Structures Congress 2006, 2006, pp. 1–15.
 32. L. Bisby, M.B. Briglio, ISIS Educational Module 5: An Introduction to Structural Health Monitoring, ISIS Canada, Winnipeg, Canada, 2004. Estudio Queen's University/Dalhousie University, pp. 1-22.
 33. F. Avilés*, J.V. Cauich-Rodríguez, L. Moo-Tah, A. May-Pat, R. Vargas-Coronado, (2009). Evaluation of mild acid oxidation treatments for MWCNT Functionalization. Carbon volume 47, pp. 2970-2975.

“Año del Centenario de la Promulgación de la Constitución Política de los Estados Unidos Mexicanos”

DEPENDENCIA: DIRECCIÓN
SECCIÓN: División de Estudios de Posgrado
OFICIO No. W-367/2017

Chetumal, Q. Roo, 24 de noviembre de 2017.

ASUNTO: Autorización de impresión.

C. ROGELIO ABRAHAM GÓMEZ FIGUEROA

De acuerdo a las Disposiciones para la Operación de Estudios de Posgrado de el Tecnológico Nacional de México, dependiente de la Secretaría de Educación Pública, y habiendo cumplido con todas las indicaciones que el comité tutorial le hizo con respecto a su tesis titulada:

“EVALUACIÓN DE LA PROTECCIÓN A LA CORROSIÓN EN EL ACERO DE REFUERZO IMPLEMENTANDO RECUBRIMIENTOS A BASE DE NANOTUBOS DE CARBONO ADICIONADO CON ZINC NTC-Zn COMO PROTECCIÓN CATÓDICA”

La División a mi cargo le concede la autorización para que proceda a la impresión de la misma.

(R)

ATENTAMENTE

“Cultura Ciencia y Tecnología para la superación de México”


DRA. ALICIA CARRILLO BASTOS
ENCARGADA DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN



SECRETARÍA DE
EDUCACIÓN PÚBLICA
INSTITUTO TECNOLÓGICO
DE CHETUMAL
DIVISIÓN DE ESTUDIOS
DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

C.c.p. Departamento de Servicios Escolares. ✓
C.c.p. Minutario.
ACB/gaby