



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE INGENIERÍA

**Desarrollo de Películas Hidrofóbicas
en Aluminio Mediante la Técnica de
Anodizado**

TESIS

Que para obtener el título de

Ingeniero Mecánico

P R E S E N T A:

Gerardo Hernández Mendez

DIRECTORA DE TESIS:

Dra. Alba Covelo Villar



Ciudad Universitaria, Cd. Mx., 2017

Agradecimientos

A mi madre María del Rosario por el apoyo, la confianza y el cariño incondicional.

A mis tíos Héctor y Hugo por el apoyo, la motivación y acompañarme incondicionalmente en mi formación.

A mi abuela Alejandra por todo el cariño y a mi abuelo Carlos que no se encuentra conmigo y estaría muy feliz de compartir este momento conmigo.

A mi novia Alejandra por tenerme paciencia, por ser parte importante de mi vida y apoyarme siempre en los momentos buenos y malos.

Agradezco a la Universidad Nacional Autónoma de México, particularmente a la Facultad de Ingeniería, por darme una formación no solo como profesional, si no como persona.

A la Dra. Alba Covelo V. y a al Dr. Miguel Ángel Hernández G. por todo su apoyo en la investigación que se realizó en este trabajo.

Al jurado por tomarse el tiempo de leer, revisar mi trabajo.

Agradezco al grupo CENISA (Centro de Ingeniería de Superficies y Acabados) por proporcionar el acceso a equipos y material.

Agradezco al programa PAPIME PE100916 por al apoyo brindado para realizar esta tesis.

“Diseño de material didáctico para reforzar el aprendizaje del Análisis y Principios de la Economía de Movimientos en alumnos de la Facultad de Ingeniería”

Índice

1. Introducción.....	1
1.1 Objetivos.....	2
1.1.1 Objetivo general	2
1.1.2 Objetivos particulares	2
1.2 Hipótesis.....	2
2. Antecedentes	3
2.1. Corrosión	3
2.1.1. Definición	3
2.1.2. Tipos de corrosión de acuerdo a su mecanismo de acción.....	3
2.1.3. Clasificaciones de los procesos de corrosión, según diferentes criterios.....	5
2.1.4. Problemática de la corrosión	6
2.2. Intercambiadores de calor.....	7
2.2.1. Definición	7
2.2.2. Clasificación de los intercambiadores de calor.	8
2.2.3. Corrosión en los intercambiadores de calor.....	10
2.2.4. Contaminación en los intercambiadores de calor	10
2.3. Celda electroquímica	11
2.3.1. Definición	11
2.3.2. Clasificación de celdas electroquímicas	11
2.4. Aluminio.....	12
2.4.1. Definición	12
2.4.2. Propiedades físicas	12
2.4.3. Propiedades químicas	13
2.4.4. Propiedades mecánicas	13
2.5. Recubrimientos protectores	14
2.6. Anodizado del Aluminio.....	15
2.6.1. Definición	15
2.6.2. Propiedades del anodizado	15
2.6.3. Uso del anodizado.....	16
2.6.4. Fundamentos de la oxidación anódica.	16
2.6.4.1. Crecimiento y constitución de las capas de óxido obtenidas anódicamente.....	16

2.6.4.2. Procesos de anodizado normales para la obtención de capas de óxido no coloreadas	18
2.7. Fluoropolímero.....	19
2.7.1. Definición	19
2.8. Hidrofobicidad.....	20
2.8.1. Definición	20
2.9. Ángulo de contacto	20
2.9.1. Definición	20
2.10. Microscopio electrónico de barrido.....	22
2.10.1. Definición	22
2.11. Técnicas electroquímicas.....	23
2.11.1. Definición	23
2.12. Espectroscopía de Impedancia Electroquímica (EIS por sus siglas en inglés). 24	
2.12.1 Definición	24
2.12.2. Gráfico de Nyquist.	25
2.12.3. Gráfico de Bode.	26
2.13. Circuitos equivalentes para sistemas en corrosión.....	28
2.13.1. Definición	28
2.14. Aplicaciones de EIS en el campo de la ingeniería.....	28
2.14.1. Definición	28
3. Método experimental.....	31
3.1. Metodología para el proceso de anodizado de aluminio	31
3.2. Preparación de la probeta.....	31
3.2.1. Acabado superficial	31
3.2.2. Limpieza química	32
3.3. Preparación del electrolito de trabajo	32
3.4. Dispositivos para el proceso de anodizado	34
3.5. Anodizado (Electrólisis)	34
3.6. Incorporación del fluoropolímero.....	36
3.7. Pruebas de corrosión.....	38
4. Resultados y análisis.....	40
4.1. Anodizado Electroquímico	40
4.1.1. Prueba de corrosión.	41
4.1.2. Superficie del anodizado	46
4.1.3. Espesor del anodizado	47

4.2. Incorporación del fluoropolímero al anodizado	48
4.2.1. Prueba de corrosión.	48
4.3. Ángulo de contacto	50
4.4. Propuesta para uso del recubrimiento a nivel industrial	52
4.4.1. Preparación de la probeta	52
4.4.2. Anodizado	53
4.4.3. Incorporación del fluoropolímero	53
4.4.4. Prueba de corrosión	54
4.5. Circuito Eléctrico Equivalente	59
5. Conclusiones.....	61
6. Bibliografía	62
7. Anexos	64
7.1. Anexo A	64
7.2. Anexo B	66

Capítulo 1

Introducción

1. Introducción

Los metales se encuentran en la naturaleza en su forma más estable, desde el punto de vista termodinámico, es decir, en su estado de más baja energía y eso corresponde a los óxidos, sulfatos, carbonatos, cloruros, etcétera. Para obtener los metales a partir de los minerales, se debe aplicar una gran cantidad de energía de modo que los metales salgan de su estado combinado a su estado libre. Un ejemplo de estos procesos extractivos es la tostación, la electrólisis y, por supuesto, el uso del alto horno, en donde la gran cantidad de energía que debe aplicarse para obtener el metal es de proporciones mayúsculas. De esta manera, el hombre obtiene metales que puede trabajar, deformar y aprovechar en la elaboración de piezas de distintas geometrías, composiciones y características. Pero el metal en su forma útil resulta altamente inestable y regresará tarde o temprano a su estado de baja energía. Hay una gran tendencia del metal a volver a su estado combinado, en otras palabras, a corroerse. Puede entonces afirmarse que la corrosión es el proceso inverso a la metalurgia extractiva. También se ha dicho que la corrosión es un gran “desperdicio” de energía, ya que toda la energía que se emplea en la extracción de metales a partir de los minerales se libera durante la corrosión sin que pueda ser empleada.

En realidad, la corrosión es la causa general de la alteración y destrucción de la mayor parte de los materiales naturales o fabricados por el hombre. Si bien esta fuerza destructiva ha existido siempre, no se le ha prestado atención hasta los tiempos modernos, como efecto de los avances de la civilización en general y de la técnica en particular. El desarrollo de los métodos de extracción y uso de los combustibles, muy especialmente del petróleo, así como la expansión de la industria química, han modificado la composición de la atmósfera de los centros industriales y de las aglomeraciones urbanas. La producción de acero y la mejora de sus propiedades mecánicas han hecho posible su empleo en los dominios más variados. Para tener una pequeña idea de lo que esto pueda suponer, se sabe que aproximadamente un 25% de la producción anual de acero es destruido por la corrosión.

A veces los daños causados por un problema de corrosión pueden ser muy amplios. El motivo por el cual se realizó esta investigación es proponer una solución para la problemática de la corrosión en los intercambiadores de calor, comenzando las pruebas con una probeta de aluminio y lograr un recubrimiento que inhiba, prevea y detenga la corrosión.

La proposición para este recubrimiento es utilizar la incorporación de un fluoropolímero en la probeta de aluminio, la idea de aplicar esta sustancia es lograr que la combinación de la capa de óxido del aluminio y el fluoropolímero se logre hidrofobicidad y así el área de contacto a la que esté sometido (medio salino) el aluminio sea menor. A esta probeta se le hicieron pruebas de impedancia electroquímica para observar la resistencia del recubrimiento sometido a un medio salino por un lapso de tiempo dado, además de realizar la prueba de medición de ángulo de contacto y comprobar si se logró una superficie altamente hidrofóbica. Una vez obtenido los resultados deseados se demostró que el recubrimiento desarrollado se puede aplicar a una gran variedad de geometrías diferentes no necesariamente planas. Finalmente se proporciona una sección de anexos en la cual se mencionan diferentes intentos para la incorporación del fluoropolímero en la probeta de aluminio.

1.1 Objetivos

1.1.1 Objetivo general

Desarrollar mediante la técnica de anodizado electroquímico, capas de óxido hidrofóbicas en aluminio para aumentar su resistencia a la corrosión en medio salino a mediana temperatura.

1.1.2 Objetivos particulares

1. Desarrollar las estructuras de óxidos más adecuadas en sustratos de aluminio para la incorporación de agentes hidrofóbicos que interactúen y funcionalicen los óxidos de aluminio y así generar una capa hidrofóbica
2. Evaluar electroquímicamente y superficialmente los óxidos desarrollados en la aleación de aluminio mediante las técnicas de Espectroscopía de Impedancia Electroquímica (EIS) y Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), respectivamente.
3. Evaluar el grado de hidrofobicidad logrado mediante la técnica de ángulo de contacto.

1.2 Hipótesis

Se espera que la capa de óxido generada en aleaciones de aluminio por la técnica de anodizado en dopados con compuestos fluorinados genere superficies altamente hidrofóbicas que aumenten la resistencia a la corrosión en aluminio debido al comportamiento de la capa de óxido de aluminio con grupos fluorados, que son los responsables de la hidrofocidad en una estructura química.

Capítulo 2

Antecedentes

2. Antecedentes

2.1. Corrosión

2.1.1. Definición

La corrosión se puede definir como la degradación de un material a causa de la acción del ambiente en que está inmerso. Esta degradación se debe al resultado de las interacciones del material y el ambiente bajo condiciones de exposición determinadas.

En el estudio de la corrosión, no sólo es importante investigar la tendencia a la corrosión de los diferentes materiales en diferentes ambientes, sino la velocidad del proceso, para poder determinar la vida media del material en cada ambiente.

La oxidación de los metales y sus aleaciones por reacción química directa del oxígeno se debe a la formación de óxidos estables. En algunos metales, el recubrimiento del óxido es tenaz y proporciona protección ante un ataque adicional del ambiente. En otros, el recubrimiento tiende a agrietarse y no los protege. [1]

2.1.2. Tipos de corrosión de acuerdo a su mecanismo de acción

La corrosión puede dividirse en dos tipos de acuerdo con el mecanismo de acción:

- Corrosión seca u oxidación directa.
- Corrosión húmeda o electroquímica. [2]

El primero de los mecanismos implica un proceso de reacción puramente químico y supone una oxidación (en su sentido más estricto de pérdida de electrones por parte del metal) de toda la superficie por igual (Figura 2.1).

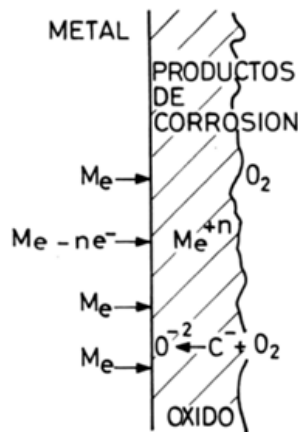


Figura 2.1. Oxidación directa de un metal: corrosión química. [3]

Esta situación ocurre cuando los metales trabajan a elevadas temperaturas, en las que no es posible la existencia de agua en estado líquido. Es característico de este mecanismo que los productos de corrosión queden adheridos a la superficie, en ocasiones, incluso formando una barrera física que se opone al progreso del ataque posterior.

El segundo de los mecanismos es el que ocurre en la mayoría de los casos de corrosión que se detecta, ya que el agua en estado líquido está casi omnipresente en todos los medios naturales o sintéticos que nos rodean (suelos, atmósfera, ríos, mar, ácidos, bases, sales, etc.). En este caso el proceso transcurre mediante un mecanismo electroquímico, lo que significa que se generan unas zonas en las que el metal se disuelve (zonas anódicas) y otras en las que permanece inalterado (catódicas), (Figura 2.2).

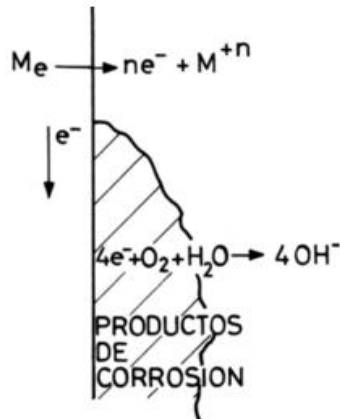


Figura 2.2. Corrosión electroquímica de un metal. [3]

Se forma una pila, que para que funcione ininterrumpidamente exige, que el contacto eléctrico entre ánodo y cátodo se mantenga y, además, se cierre el circuito a través del mismo electrolito mediante la circulación de iones. En cuanto a los productos de corrosión, éstos se distribuyen, en general, heterogéneamente por la superficie y pueden no tener ningún carácter protector. La corrosión acuosa es muchísimo más frecuente que la oxidación directa. [3]

Ambos tipos de corrosión ocurren a temperatura ambiente, pero la primordial, la que produce mayores daños, es la corrosión húmeda, mientras que a alta temperatura, la que predomina es la corrosión seca.

Cuando se ponen en contacto dos metales distintos, aquel que tenga potencial de reducción más negativo hará las veces de cátodo, mientras que aquél que tenga potencial de oxidación más positivo será el ánodo. Debe existir un contacto eléctrico entre ellos para que los electrones puedan fluir, pero también un contacto a través de un electrolito, de modo que el circuito eléctrico se cierre por un transporte de carga con los iones presentes en el medio. En otras palabras, se tiene una celda electroquímica, que se forma con cuatro elementos indispensables:

- Cátodo
- Ánodo
- Conductor eléctrico
- Conductor electrolítico

Algunos autores incluyen un quinto elemento, que sería una diferencia de potencial, pero ésta se establece de manera natural si se puede distinguir el cátodo del ánodo, es decir, es condición "sine qua non".

En este ejemplo se han mencionado dos metales cortocircuitados, pero pudiera tratarse de una pieza metálica que presente zonas anódicas y catódicas en función de las fases metalográficas que conforman la aleación. Pero también se distinguen zonas anódicas y catódicas simplemente porque el borde de grano, que se define al solidificar el líquido, es altamente energético en referencia al grano de metal.

Lo importante es que, a partir de este esquema de celda electroquímica, bastaría con eliminar cualquiera de estos elementos para que la corrosión se detenga. Dicho de otra forma, la protección anticorrosiva es sumamente simple. Cuando se eliminan los ánodos de una superficie metálica volviendo cátodo toda la superficie, se promueve la protección catódica. Pero si lo que se eliminara de la superficie fueran los cátodos, volviendo ánodo toda la superficie con óxidos protectores pasivos, se tendría protección anódica, que no se puede aplicar sobre todos los metales y que es más difícil de controlar que la catódica, por eso se emplea menos. El electrolito, por su parte, no puede eliminarse la mayor parte de las veces ya que se tienen plataformas petroleras en agua de mar o tuberías enterradas, y ni el mar ni el suelo pueden eliminarse, pero puede evitarse el contacto directo con el metal si se emplean recubrimientos protectores, sean metálicos, inorgánicos u orgánicos. El electrolito, cuando se encuentra confinado y el sistema es cerrado, puede modificarse disminuyendo su agresividad mediante el uso de inhibidores, aunque estas sustancias también pueden actuar sobre la superficie metálica. Por supuesto que, la principal manera de evitar la corrosión es realizar una buena selección de material de acuerdo con el medio agresivo que se va a emplear, pero la mayor parte de las veces el material ya se ha establecido por otros criterios (resistencia mecánica, por ejemplo) y no se puede modificar esta selección. [2]

2.1.3. Clasificaciones de los procesos de corrosión, según diferentes criterios.

En la Tabla 2.1 que se muestra a continuación se mencionan de forma resumida los diferentes procesos de corrosión, como tipo de mecanismo, modo agresivo, morfología, acciones físicas simultáneas y en los sectores industriales.

Tabla 2.1. Clasificación de los procesos de corrosión. [4]

Mecanismo	Modo agresivo	Morfología	Acciones físicas simultáneas	Sectores industriales
-Oxidación directa (corrosión química o seca) -Corrosión electroquímica o húmeda	-Atmósfera -De estructuras sumergidas -De estructuras enterradas -Por gases calientes -Por sales fundidas -Por ácidos, etc.	-Uniforme -Galvánica -Selectiva -Por picaduras -Intergranular -Fisurante bajo tensión -En lámina de cuchillo -Exfoliante -En resquicios, etc.	-Erosión-corrosión -Corrosión bajo tensión -Corrosión por cavitación -Corrosión por frotamiento -Corrosión-fatiga	-Transporte -Aplicaciones marinas -Construcción -Petroquímica -Generación de energía -Industria alimentaria

2.1.4. Problemática de la corrosión

Los problemas derivados de la corrosión están presentes en todas las ramas de la industria, en el transporte y en la construcción. De no controlarse debidamente, la corrosión puede producir, en el caso menos desfavorable, la destrucción de un componente metálico con cuantiosas pérdidas monetarias y, en el peor de los casos, la pérdida adicional de vidas humanas.

Las pérdidas económicas relacionables con el deterioro de los materiales metálicos por corrosión suelen clasificarse en directas e indirectas. Las primeras están motivadas no sólo por la rotura y sustitución completa de un equipo sino por los mayores costos debidos a las medidas de protección, como el empleo de materiales metálicos de mayor resistencia química, aplicación de recubrimientos, sobre dimensionamiento, mayores costos de acondicionamiento y embalaje durante el transporte y, también, por lo gastos adicionales asociados a los trabajos de reparación y mantenimiento, con inclusión del costo de mano de obra. Las pérdidas indirectas son, entre otras, las debidas a la falta de producción por el paro temporal de una instalación, a la fuga de líquido de un depósito, a las responsabilidades contraídas por incumplimiento de un plazo de entrega, etc. Son múltiples los fallos atribuibles a la corrosión, y no sólo que una caldera estalle o un puente se hunda, sino otras mil acciones menos aparatosas pero por ello no menos perjudiciales o inquietantes.

Cada año alrededor de un 10-20% de la producción mundial de metal se pierde completamente a causa de la corrosión. Pero ello no es lo peor, sino que productos acabados, como maquinaria y estructuras, son afectados por la corrosión, en cuyo caso el simple coste del metal viene incrementando por los costos del mecanizado, soldadura, tratamiento térmico, tratamiento de superficie, etc.

Aunque mejoren con el tiempo los medios de protección, las pérdidas no disminuyen y los procesos simultáneamente aumentan la agresividad de las atmósferas y los procesos tecnológicos imponen condiciones cada vez más severas. [5]

En la Figura 2.3, se muestran unas gráficas que muestran el comportamiento de la corrosión en distintos factores, ya sea por corrosión por productos químicos, temperatura de vapor de agua sobrecalentado, por agrietamiento ya sea por carga o tensión, así como el tipo de flujo en el cual el metal está sometido (flujo laminar o turbulento).

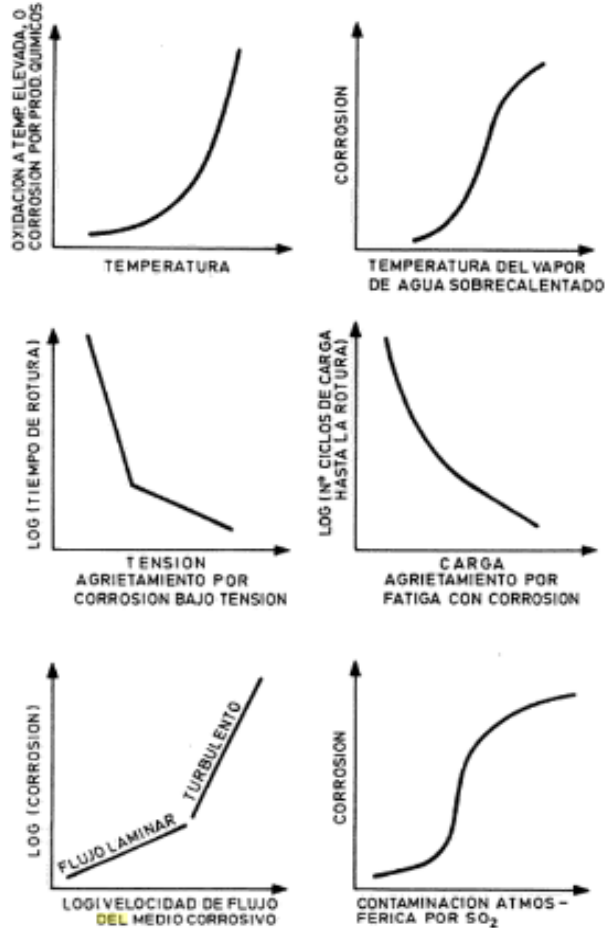


Figura 2.3. Las gráficas muestran como el problema corrosivo se agrava rápidamente bajo la acción de factores térmicos, mecánicos, hidrodinámicos, y de contaminación del medio. [5]

2.2. Intercambiadores de calor

2.2.1. Definición

Un intercambiador de calor es un dispositivo que es usado para la transferencia de energía térmica (entalpía) entre dos o más fluidos, entre una superficie sólida y un fluido, o entre partículas sólidas y un fluido, a diferentes temperaturas y en contacto térmico.

En un intercambiador de calor, generalmente no hay calor externo e interacciones de trabajo. Las aplicaciones típicas incluyen calefacción o refrigeración de una corriente de un fluido de preocupación y la evaporación o condensación de las corrientes de fluido individuales y de componentes múltiples. En otras aplicaciones, el objetivo puede ser recuperar o rechazar calor, o esterilizar, pasteurizar, fraccionar, destilar, concentrar, cristalizar, o controlar el proceso del fluido. En pocos intercambiadores de calor, los fluidos de intercambio de calor están en contacto directo. En la mayoría de intercambiadores de calor, la transferencia de calor entre fluidos se lleva a cabo a través de la pared de separación o dentro y fuera de la pared de una manera transitoria. En muchos intercambiadores de calor, los fluidos están separados por una superficie de transferencia

de calor, y lo ideal no se deben mezclar o fugar. Esos intercambiadores se conocen como tipo de transferencia directa, o simplemente recuperadores. Por el contrario, los intercambiadores en los que hay intercambio de calor intermitente entre los fluidos caliente y frío – a través de almacenamiento de energía térmica y la liberación a través de la superficie del intercambiador o de la matriz- se conocen como tipo de transferencia indirecta o simplemente regenerador. Tales intercambiadores suelen tener fugas de líquido de una corriente de fluido a la otra, debido a la diferencia de presión y rotación de la matriz-conmutación de la válvula. Ejemplos comunes de intercambiadores de calor son de carcasa y tubos intercambiadores, radiadores de automóviles, condensadores, evaporadores, pre calentadores de aire, y torres de enfriamiento. Si no se produce cambio de fase en cualquiera de los fluidos en los intercambiadores, a veces se refiere como un intercambiador de calor sensible. Podría haber fuentes de energía interna en los intercambiadores, tal como en calentadores eléctricos y elementos de combustible nuclear.

La combustión y la reacción química pueden tener lugar en el intercambiador, tales como en caldera, calentadores encendidos, e intercambiadores de lecho fluidizado. Distintos dispositivos mecánicos pueden ser usados en algunos intercambiadores tal como en los intercambiadores de superficie rascada, vasos agitados, y reactores de tanque agitado. La transferencia de calor en la pared que separa de un recuperador se lleva a cabo generalmente por conducción. Sin embargo, en un intercambiador de calor de tubo de calor, el tubo de calor no sólo actúa como una pared de separación, sino que también facilita la transferencia de calor por condensación, evaporación, y conducción del fluido de trabajo dentro el tubo de calor. En general, si los líquidos son inmiscibles, la pared de separación se puede eliminar, y la interfaz entre los fluidos sustituye a una superficie de transferencia de calor, como en un intercambiador de calor de contacto directo.

2.2.2. Clasificación de los intercambiadores de calor.

En la Figura 2.4 se muestra la clasificación de los intercambiadores de calor de acuerdo a su proceso de transferencia, así como los que son de contacto indirecto y directo.

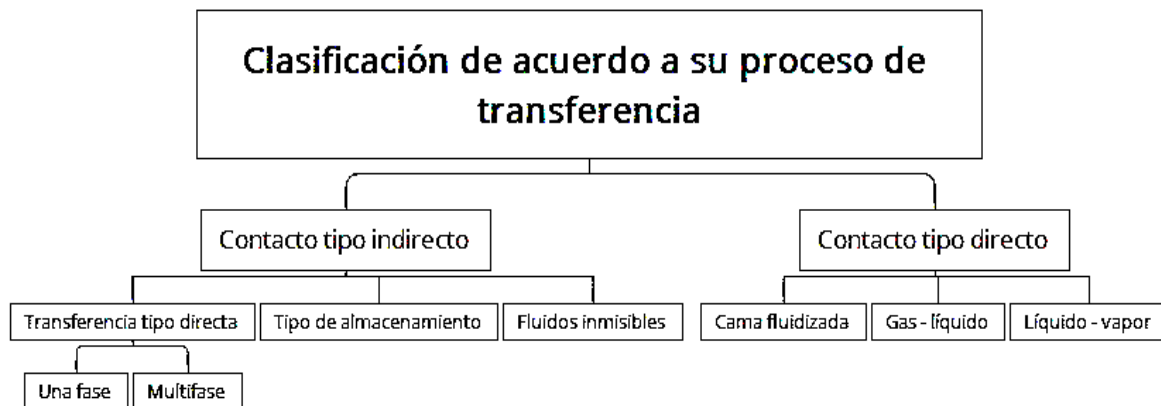


Figura 2.4. Clasificación de acuerdo al proceso de transferencia. [6]

En la Figura 2.5 se muestran su clasificación de acuerdo al número de fluidos ya se de dos o más fluidos.

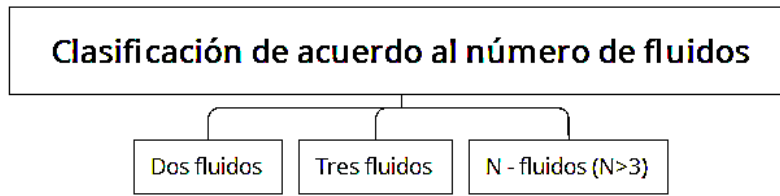


Figura 2.5. Clasificación de acuerdo al número de fluidos. [6]

En la Figura 2.6 se muestra la clasificación de los intercambiadores de calor de acuerdo a su construcción, así como tubular, tipo de placas, superficie extendida y regenerativo, cada uno de estos tienen una sub-clasificación como se muestra.

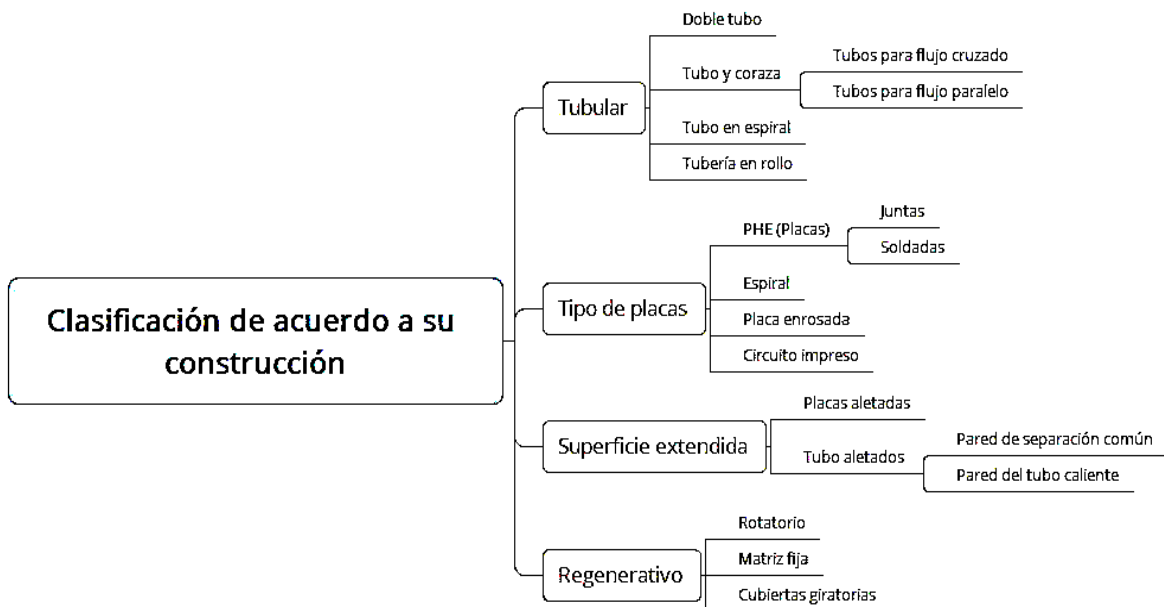


Figura 2.6. Clasificación de acuerdo a su construcción. [6]

En la Figura 2.7 se muestra una clasificación de acuerdo al mecanismo de transferencia de calor que en este caso de usa el proceso de convección.

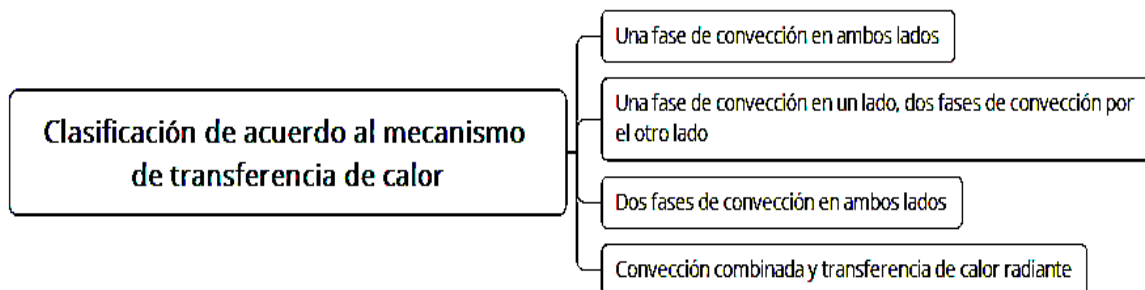


Figura 2.7. Clasificación de acuerdo al mecanismo de transferencia de calor. [6]

Un intercambiador de calor se compone de elementos de transferencia de calor tal como un núcleo o matriz que contiene la superficie de transferencia de calor, y los elementos de distribución de fluidos, tales como encabezados, colectores, tanques, entrada y salida de boquillas o tuberías, o sellos. Generalmente, no hay partes móviles en un intercambiador de calor; sin embargo, hay excepciones, tales como un intercambiador regenerativo rotatorio (en el que la matriz es accionado mecánicamente para girar a una cierta velocidad de diseño) o un intercambiador de calor de superficie raspada. [6]

2.2.3. Corrosión en los intercambiadores de calor

Los mecanismos por los cuales se produce contaminación, varían con la aplicación pero pueden ser ampliamente clasificados en cuatro tipos claramente identificables. [7]

La contaminación se refiere a cualquier capa o depósito de materias extrañas en una superficie de transferencia de calor, comúnmente estos materiales tienen baja conductividad térmica (son malos conductores de calor y entorpecen la transferencia de calor), lo que provoca una mayor resistencia a la transferencia de calor. En los equipos de transferencia se producen varios tipos diferentes de contaminación. [8]

2.2.4. Contaminación en los intercambiadores de calor

Tipos de contaminación:

- Contaminación química, en el que cambios químicos en el fluido causan que se deposite una capa sobre la superficie (interna o externa) de los tubos. Este tipo está fuera del control del diseñador de intercambiadores de calor pero puede ser minimizado controlando cuidadosamente la temperatura del tubo en contacto con el fluido. Cuando se presenta este tipo de contaminación normalmente es eliminado mediante tratamiento químico o procesos mecánicos (cepillos de acero, taladros o incluso pistolas de agua a alta presión en algunos casos).

- Contaminación biológica, causado por el crecimiento de organismos en el fluido que se depositan en la superficie. Este tipo también está fuera del control del diseñador del intercambiador pero puede verse influido por la elección de los materiales ya que algunos, notablemente los latones no ferrosos, son para algunos organismos. Cuando se presenta este tipo de contaminación normalmente es eliminada mediante tratamiento químico o procesos mecánicos abrasivos.

- Contaminación por depósito, en el que las partículas en el fluido se acumulan en la superficie cuando la velocidad cae por debajo de cierto nivel crítico. Esto está en gran medida bajo el control del diseñador ya que la velocidad crítica de cualquier combinación fluido/partícula puede ser calculada para permitir un diseño en el que la velocidad mínima sea siempre mayor que la crítica. Montar el intercambiador de calor verticalmente también puede minimizar los efectos ya que la gravedad tiende a llevar las partículas fuera del intercambiador fuera de la superficie de intercambio térmico. Cuando se presenta este tipo de contaminación normalmente es eliminado mediante procesos de cepillado mecánico.

- Contaminación por corrosión, en el que una capa producto de la corrosión se acumula en la superficie del tubo, formando una capa extra, normalmente de material con un alto nivel de resistencia térmica. Mediante la elección adecuada de los materiales de construcción, los efectos pueden ser minimizados ya que existe a disposición del fabricante de intercambiadores un amplio rango de materiales resistentes a la corrosión basados en acero inoxidable. [7]

2.3. Celda electroquímica

2.3.1. Definición

Una celda electroquímica está conformada por conductores llamados electrodos, cada uno sumergido en una disolución adecuada llamada electrolito. Para que circule una corriente eléctrica en una celda es necesario que: 1) los electrodos se conecten externamente mediante un conductor metálico y 2) las dos soluciones de electrolito estén en contacto para permitir movimiento de los iones de uno o de otro. [9]

2.3.2. Clasificación de celdas electroquímicas

Las celdas electroquímicas se clasifican en dos tipos:

- Celda galvánica o pila.

Es una celda electroquímica cuya reacción es espontánea y la energía eléctrica generada puede ser convertida en trabajo útil para hacer funcionar otro sistema, se muestra en la Figura 2.8.

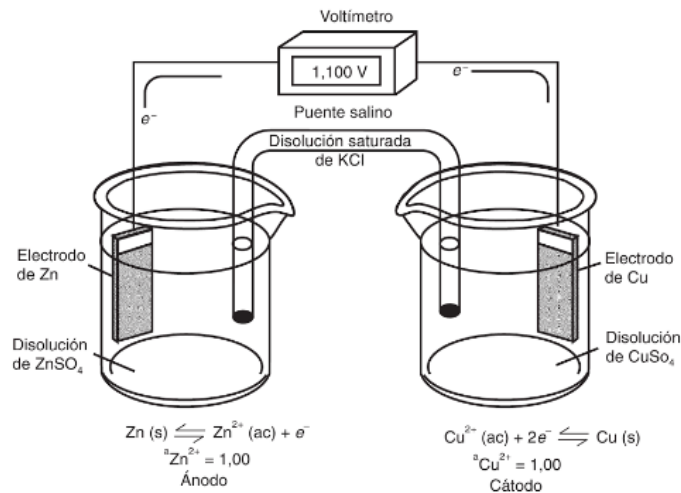


Figura 2.8. Celda electroquímica galvánica con un puente salino. [10]

- Celda electrolítica.

Es una celda electroquímica no espontánea; para que ocurra la reacción es necesario aplicar una diferencia de potencial eléctrico del exterior del sistema. En una celda electroquímica el electrodo donde ocurre la semirreacción correspondiente al ánodo, mientras que el electrodo donde sucede la semirreacción de reducción pertenece al cátodo, se muestra en la Figura 2.9. [10]

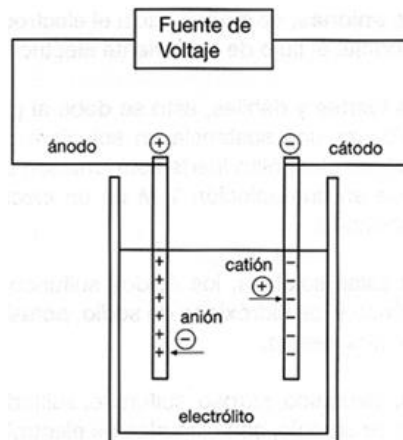


Figura 2.9. Celda electrolítica. [10]

Para la notación de los dos electrodos en una celda electroquímica (galvánica o electrolítica) son válidas las siguientes definiciones generales: El ánodo es el electrodo en el cual, o a través del cual, la corriente positiva pasa hacia el electrolito. El cátodo es el electrodo en el cual entra la corriente positiva proveniente del electrolito. [11]

Por definición, el cátodo de una celda electroquímica es el electrodo en que tiene lugar la reducción, mientras que el ánodo es el electrodo donde ocurre la oxidación. Estas definiciones son aplicables tanto a celdas galvánicas como a electrolíticas. [9]

2.4. Aluminio

2.4.1. Definición

El aluminio es el metal más abundante en la corteza terrestre en una proporción aproximada del 8%. A principios de siglo, el aluminio era poco empleado, ya que era ligero, muy blando, dúctil y sobre todo mecánicamente poco resistente. No obstante, en 1915 la industria intentó abrir mercados con el aluminio comercialmente puro y varias aleaciones más de colada y forja. No obstante, no fue hasta la aparición de la aleación conocida como “duraluminio” cuando la industria del aluminio empezó a expandirse. El duraluminio experimentaba un envejecimiento natural a temperatura ambiente que producía un aumento considerable de la resistencia mecánica. Esta aleación era la base para construcción de aviones y dirigibles. A partir de ese momento el empleo del aluminio y sus aleaciones ha sido en auge y se utiliza para diversos campos como la aeronáutica, el automóvil, industrias químicas, etc.

2.4.2. Propiedades físicas

Las propiedades físicas más destacables del aluminio y sus aleaciones son: poco peso, buena resistencia a la corrosión, y conductividad elevada, tanto térmica como eléctrica. En la Tabla 2.2 se presenta un resumen de las propiedades físicas más características del aluminio puro. Evidentemente, algunas de estas propiedades varían según el contenido en impurezas.

Tabla 2.2. Resumen de las características físicas del aluminio. [12]

Propiedades	Valor
Color	Blanco-plata
Estructura cristalográfica	Cúbica centrada en las caras
Parámetro reticular a (25°C)	0.40414 nm
Densidad a 20°C	2.699 g/cc
Cambio volumétrico durante la solidificación	6.7%
Calor de combustión	200 Kcal/at-gr
Punto de fusión	660.2°C
Punto de ebullición	2057°C / 2480°C
Calor específico (20°C)	930 J
Coefficiente lineal de expansión térmico x10 ⁶	23 (20-100°C)
Conductividad térmica a 0°C	0.50 cal/s/cm ² /cm/°C
Conductividad térmica a 100°C	0.51 cal/s/cm ² /cm/°C
Resistividad eléctrica a 20°C	2.69 μΩcm
Susceptibilidad magnética 18°C x10 ⁶	0.63

2.4.3. Propiedades químicas

Tanto el aluminio puro como las aleaciones de éste presentan una gran resistencia a la corrosión debido a la formación de una capa fina (~4 y 5 μm de espesor) y adherente de óxido de aluminio sobre la superficie del metal. Esta capa de óxido constituye una película impermeable que impide la difusión del oxígeno hacia el metal base, haciendo al aluminio y sus aleaciones muy resistentes a la corrosión. Si en determinadas aplicaciones industriales se necesita una mayor resistencia a la corrosión, ésta se puede conseguir aumentando el espesor artificialmente de la capa por un procedimiento de oxidación profunda y, con posterioridad, colmando por inmersión en agua caliente.

El ácido clorhídrico, fluorhídrico y sulfúrico concentrado pueden atacar fácilmente al aluminio y a sus aleaciones, mientras que en soluciones de ácido nítrico, amoníaco y en la mayoría de ácidos orgánicos reaccionan ligeramente. La resistencia química del aluminio depende de la composición química y concentración de la solución así como de la pureza 99.5%. Aleantes como el silicio o el zinc hasta un 1% tienen un efecto muy débil sobre la resistencia a la corrosión, mientras que aleantes de elevado número atómico, como el cobre o el níquel, variaciones del 0.1%, afectan fuertemente a la resistencia mecánica.

Según el efecto que tienen los elementos aleantes sobre la resistencia a la corrosión, éstos se pueden clasificar en:

- Elementos que mejoran la resistencia a la corrosión: cromo, magnesio y manganeso
- Elementos que empeoran la resistencia: cobre, hierro, níquel, estaño, plomo y cobalto
- Elementos que tienen poca influencia: silicio, titanio, zinc, antimonio, cadmio y circonio

2.4.4. Propiedades mecánicas

El principal problema del aluminio puro es su baja resistencia mecánica. Por ese motivo el aluminio y sus aleaciones se tratan térmicamente o se someten a procesos de forja para mejorar sus propiedades mecánicas. En la Tabla 2.3 se muestran las propiedades.

Tabla 2.3. Propiedades mecánicas. [12]

Propiedades	Valor
Módulo de elasticidad 99.99%	64.2 N/mm ²
Módulo de elasticidad 99.950%	69 N/mm ²
Módulo de rigidez	17 N/mm ²
Coefficiente de Poisson	0.32-0.36

2.5. Recubrimientos protectores

Estos recubrimientos se utilizan para aislar el metal del medio agresivo. A continuación se mencionan los tipos de recubrimientos más comunes empleados en el sector industrial.

Recubrimientos no-metálicos: Se pueden incluir dentro de éstos las pinturas, barnices, lacas, resinas naturales o sintéticas. Grasas, ceras, aceites, empleados durante el almacenamiento o transporte de materiales metálicos ya manufacturados y que proporcionan una protección temporal.

Recubrimientos orgánicos de materiales plásticos: Esmaltes vitrificados resistentes a la intemperie, al calor y a los ácidos.

Recubrimientos metálicos: Pueden lograrse recubrimientos metálicos mediante la electrodeposición de metales como el níquel, zinc, cobre, cadmio, estaño, cromo, etcétera.

Inmersión en metales fundidos: Zinc (galvanización en caliente), aluminio (aluminizado), etc.

Proyección del metal fundido mediante una pistola atomizadora. Metalizaciones al zinc, aluminio, estaño, plomo, etc.

Reducción química (sin paso de corriente): electroles. Por ese procedimiento se pueden lograr depósitos de níquel, cobre, paladio, etc. Recubrimientos formados por modificación química de la superficie del metal. Los llamados recubrimientos de conversión consisten en el tratamiento de la superficie del metal con la consiguiente modificación de la misma. Entre las modificaciones químicas de la superficie del metal podemos distinguir tres tipos principales:

Recubrimientos de fosfato: El fosfatado se aplica principalmente al acero, pero también puede realizarse sobre zinc y cadmio. Consiste en tratar al acero en una solución diluida de fosfato de hierro, zinc o manganeso en ácido fosfórico diluido. Los recubrimientos de fosfato proporcionan una protección limitada, pero en cambio resultan ser una base excelente para la pintura posterior.

Recubrimiento de cromato. Se pueden efectuar sobre el aluminio y sus aleaciones, magnesio y sus aleaciones, cadmio y zinc. Por lo general, confieren un alto grado de resistencia a la corrosión y son una buena preparación para la aplicación posterior de pintura.

Recubrimientos producidos por anodizado. El anodizado es un proceso electrolítico en el cual el metal a tratar se hace anódico en un electrolito conveniente, con el objeto de producir

una capa de óxido en su superficie. Este proceso se aplica a varios metales no-ferrosos, pero principalmente al aluminio y a sus aleaciones. Proporciona una buena protección y también resulta un buen tratamiento previo para la pintura posterior.

Finalmente, se pueden incluir también entre los recubrimientos con modificación de la superficie del metal los procesos de cementación. En este proceso, se convierte la superficie externa de la porción metálica que se quiere proteger, en una aleación de alta resistencia a la corrosión. El proceso consiste en calentar la superficie metálica en contacto con polvo de zinc (sherardizado), polvo de aluminio (calorizado) o un compuesto gaseoso de cromo (cromizado). Se obtienen capas de un considerable espesor. [12]

2.6. Anodizado del Aluminio

2.6.1. Definición

Como ya se comentó la oxidación anódica es un proceso electrolítico mediante el cual se origina una capa de óxido sobre una superficie de aluminio. Esta capa de óxido es más de cien veces superior con respecto a la capa de óxido que se forma de modo natural. En la práctica se utilizan diversas variantes del proceso. Según el tipo del proceso de anodizado que se utilice se pueden obtener capas de óxido decorativas o técnicamente funcionales.

2.6.2. Propiedades del anodizado

Las capas de óxido obtenidas anódicamente presentan las siguientes propiedades características:

Unión sólida con el metal base. Las capas se forman a partir del material base y se unen estructuralmente con éste. Las capas de óxido producidas anódicamente se distinguen de todos los recubrimientos metálicos y no metálicos.

Acción protectora frente a la corrosión. Las capas mejoran, en estado compacto, la capacidad de resistencia de las superficies de aluminio con respecto a las influencias externas atmosféricas y al ataque por sustancias químicas, en el intervalo de pH comprendido entre 5 y 8.

Acción decorativa. Las capas conservan permanentemente el aspecto superficial metálico primitivo que se obtuvo por tratamiento superficial mecánico, químico o electrolítico. Ofrecen, como consecuencia de su estructura, la posibilidad de coloración, de modo que la acción decorativa de las superficies de aluminio se puede aumentar por las capas de óxido coloreadas.

Capacidad de coloración e impregnación. Las capas, en estado no compactado, tienen capacidad de admisión para diversos materiales y se pueden colorear, imprimir e impregnar. Sirven como portadoras de materiales fotosensibles y como base para capas de recubrimientos y pegamentos.

Solicitación mecánica. Las capas son duras y resistentes a la abrasión así como a elevadas sollicitaciones mecánicas de las piezas anódicas; se pueden obtener superficies altamente resistentes al desgaste mediante el anodizado duro.

Acción aislante. Las capas presentan, en estado compacto, gran cantidad de aislamiento eléctrico.

Carencia de toxicidad. El aluminio anodizado no presenta ningún peligro tanto en medicina como en la industria alimentaria.

2.6.3. Uso del anodizado

Estas características abren para el aluminio anodizado numerosas posibilidades, también de uso con fines decorativos (también en el anodizado brillante) además de:

- Fachadas, escaparates, ventanas, puertas, parasoles, revestimientos de todo tipo.
- Piezas guarnecidas y molduras de todo tipo en construcción, en automoción y en la industria del mueble.
- Material doméstico de todo tipo.
- Piezas de máquinas en el campo de la alimentación.
- Etiquetas, anuncios.
- Instrumentos de mecánica fina.
- Bandas anodizadas.
- Marcos de ventanas, molduras, recubrimientos para vehículos.}
- Reflectores, focos luminosos.
- Baterías de cocina y hotel.
- Objetos de adorno y artísticos.
- Objetos de uso o partes de ellos.

Para fines industriales encuentra aplicación el aluminio anodizado en:

- Protección contra la oxidación de piezas en la industria de la alimentación y química (recipientes, tuberías, etc.)
- Oxidación anódica en piezas de Electrotecnia (por ejemplo, boninas para imanes, arrollamientos para transformadores, condensadores electrolíticos, etc.)
- Anodizado duro para piezas que han de estar principalmente sometidas a abrasión como, por ejemplo, piezas en la construcción de máquinas, superficies de cilindros, dispositivos hidráulicos.

La elección del proceso de anodizado a usar en cada caso se orienta según el fin al que se hay de aplicar y el material.

2.6.4. Fundamentos de la oxidación anódica.

2.6.4.1. Crecimiento y constitución de las capas de óxido obtenidas anódicamente.

Las distintas capas de óxido que se obtienen por oxidación anódica se resumen en la Tabla 2.4.

Tabla 2.4. Grupos de procesos para la oxidación anódica y campos de aplicación correspondientes. [13]

Tipo de proceso	Espesor de capa, μm	Color de la capa de óxido	Campos de aplicación
Proceso normal	5 hasta 25	Incoloro, transparente, también amarillento	Construcción, embellecedores para coches, utensilios domésticos, en general, como protecciones de superficies
Proceso de anodizado con color	15 hasta 35	Amarillo claro hasta negro	Arquitectura interior y exterior
Proceso en dos etapas	15 hasta 25	Bronce claro hasta negro	Arquitectura interior y exterior
Proceso de anodizado duro	25 hasta 150	Gris hasta negro	Construcción de maquinaria e hidráulica
Anodizado de bandas	2 hasta 30	Incoloro	Arquitectura interior, industria eléctrica
Procesos especiales	5 hasta 15	Incoloro hasta gris	Construcción de aviones, etc.

Las diferentes procesos de anodizado desarrollan una estructura análoga a la representada en la Figura 2.10.

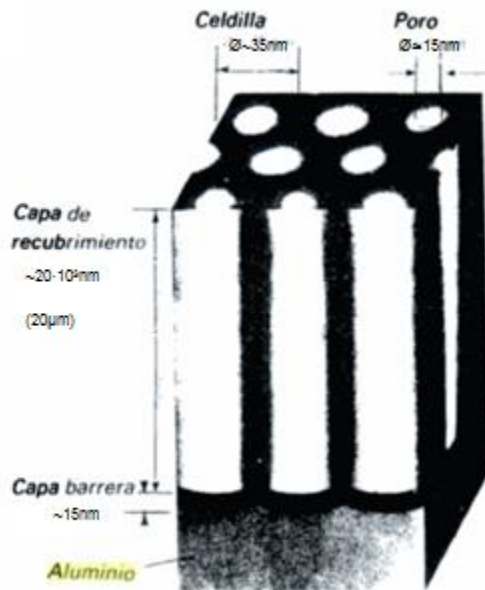


Figura 2.10. Estructura de una capa de óxido, obtenida con corriente continua, en ácido sulfúrico (proceso GS). [13]

La estructura anterior consiste en una capa base (capa barrera) muy delgada, dieléctrica, casi libre de poros, y de una capa de recubrimiento situada sobre ella y formada por finos poros. El espesor de la capa base depende de la tensión existente durante el anodizado (1 a 1.2 nm/V). Mediante una redisolución química en el electrolítico se forma, a partir de la capa barrera, la capa de recubrimiento, de poros finos, que conduce la corriente eléctrica. La capa barrera se regenera por transformación del aluminio en óxido de aluminio con la misma velocidad con que se forma a partir de ella la capa de recubrimiento. De esta manera

crece la capa de óxido manteniéndose constante la capa de barrera, siendo también aproximadamente constante la tensión.

El aumento de la capa alcanza, independientemente de la tensión de anodizado, por lo general, desde 1 μm para 3 $\text{A}\cdot\text{min}/\text{dm}^2$ hasta 20 μm para una densidad de corriente de 1 Ah/dm^2 . Debido a que la cara exterior de la capa barrera se halla expuesta durante todo el tiempo que dura el anodizado a la acción disolvente del electrolito, se esponja, con formación lenta de hidróxidos hasta que, finalmente, se desprende. Por esta razón la capa de óxido alcanza sólo un determinado espesor de la composición del electrolito de la temperatura y de la densidad de la corriente. Las capas de óxidos están formadas por haces de fibras que se hallan agrupados perpendicularmente a la superficie mecánica. Las fibras poseen un recubrimiento exterior de óxido de aluminio que se transforma hacia el interior en una zona formada preferentemente por iones del electrolito. El intercambio de materia durante el crecimiento de la capa de óxido se realiza por dentro de estas fibras.

El crecimiento del espesor de la capa depende del material base (composición, estructura), de su tratamiento superficial previo y de las condiciones de anodizado (tipo de corriente, densidad de la corriente, composición, concentración y temperatura del electrolito) como se observa en la Figura 2.11. Por la transformación del aluminio en óxido de aluminio se produce un pequeño aumento de masa y de espesor. Referido a la superficie metálica de partida, la capa de óxido, obtenida mediante el procedimiento GS, crece en la relación 1/3 a partir del metal hacia el exterior y en la de 2/3 hacia el interior del mismo; en el anodizado duro llega a alcanzar, aproximadamente, el 5%. La capa de óxido obtenida anódicamente se halla firmemente unida con el metal a base.

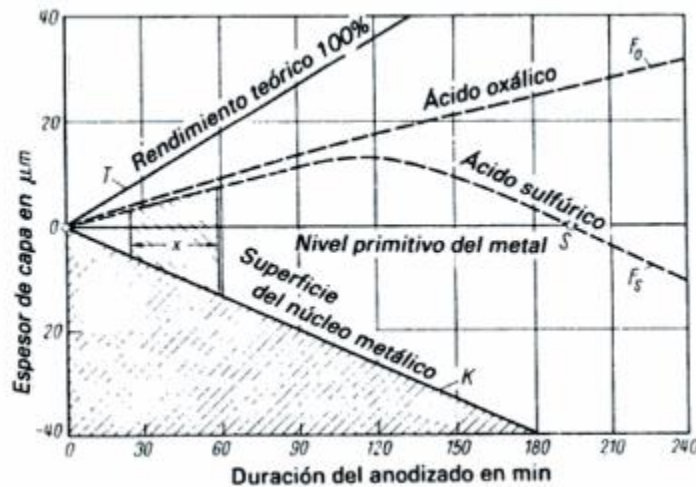


Figura 2.11. Niveles del metal base y de la superficie de capa externa F durante el crecimiento de las capas de óxido anódicas en disolución de ácidos oxálico y sulfúrico (densidad de corriente, aproximadamente 1.6 A/dm^2 , x-dominio técnico para el ácido sulfúrico). [13]

2.6.4.2. Procesos de anodizado normales para la obtención de capas de óxido no coloreadas

Los procesos de anodizado normales, el proceso GS y GSX, dan sobre los materiales de calidad de anodizado y abrillantado, una capa de óxido incolora, transparente, que puede

ser coloreada de acuerdo a los parámetros mostrados en la Tabla 2.5. Ambos procesos trabajan con bajos costos a causa del pequeño consumo energético y del poco precio del electrolito a base de ácido sulfúrico, por lo cual disfrutaron de muy buena aceptación. Cuando se utilizan materiales de calidad normal no se puede exigir nada sobre el aspecto decorativo después del anodizado, pero sí se consigue la misma acción protectora. El tono de color, dependiente del material y del acabado que haya sufrido el elaborado, puede extenderse desde el tono claro, metálico, natural hasta las coloraciones oscuras y manchadas.

Tabla 2.5. Procesos de anodizados normales [13].

Designación del proceso	Símbolo	Electrolito	Tipo de corriente	Tensión	Densidad de corriente V	Temperatura °C	Coloración propia de la capa
Corriente continua-ácida sulfúrico	GS	Ácido sulfúrico 15 hasta 20%	Continua	12 hasta 20	1 hasta 2	18 hasta 22	Ninguna
Corriente continua-ácida sulfúrico/oxálico	GSX	Ácido sulfúrico 15 hasta 20% Ácido oxálico > 5%	Continua	20 hasta 25	1 hasta 2	20 hasta 25	Ninguna

2.7. Fluoropolímero

2.7.1. Definición

Tradicionalmente, un fluoropolímero o fluoroplástico se define como un polímero que consiste en carbón (C) y flúor (F). A veces se denominan polímeros perfluorados para distinguirlos de polímeros parcialmente fluorados, fluoroelastómeros y otros polímeros que contienen flúor en su estructura química. [14]

Los fluoropolímeros pueden proporcionar una combinación de propiedades que incluyen alta resistencia a la temperatura, excelente resistencia a muchos químicos y radiación ultravioleta (UV), resistencia al fuego y baja fricción. Los fluoropolímeros son relativamente caros y se utilizan generalmente en aplicaciones especializadas tales como forros para planta química, revestimientos de naves espaciales que son resistentes a oxígeno atómico, revestimientos resistentes al fuego para cables, y por supuesto, funciones antiadherentes. Hay más de veinte fluoropolímeros diferentes que están disponibles comercialmente. En la Tabla 2.6 se muestran algunos ejemplos importantes de los plásticos fluorados incluyen:

Tabla 2.6. Plásticos fluorados. [15]

Fluoropolímero	Acrónimo
Copolímero de etileno-propileno fluorado	FEP
Politetrafluoroetileno	PTFE
Polifluoruro de vinilo	PVF
Polifluoruro de vinilideno	PVDF
Copolímero de etileno-tetrafluoroetileno	ETFE
Copolímero perfluoroalkoxy	PFA

Con la incorporación de fluoropolímeros es necesario una buena adherencia en una serie de tecnologías que implican fluoropolímeros incluyendo unión por adhesivo, pintura,

impresión, metalización (por medio de vacío o solución) y la producción de material compuesto. [15]

2.8. Hidrofobicidad

2.8.1. Definición

En los últimos años la obtención de superficies sólidas de carácter hidrófobo ha generado un gran interés en el campo de investigación básica e industrial. Muchos de los desarrollos se han centrado en el diseño de superficies que tratan de reproducir características autolimpiables de muchas especies vegetales, características que suelen resumirse en la literatura bajo la denominación de “efecto flor de loto”.

Las gotas de agua (o de disolventes), en contacto con dichas superficies, adquieren una forma que tiende en mayor o menor medida a carácter totalmente esférico, situación caracterizada por ángulos de contacto superiores a 110° . En lo tocante a la hidrofobicidad de los materiales, ésta puede verse afectada por la naturaleza química de su superficie así como por su rugosidad. Para lograr superficies hidrofóbicas ($>110^\circ$) o superhidrofóbicas ($>150^\circ$) es necesario inducir una rugosidad a escala micro o nanométrica. Dicha rugosidad puede obtenerse por diversas vías tales como la generación de estructuras superficiales de carácter fibrilar, por la adición de compuestos de baja energía superficial, por la creación de porosidades a partir de fenómenos de separación de fases, mediante procesos de sol-gel y otros. [16]

2.9. Ángulo de contacto

2.9.1. Definición

Las superficies líquidas no pueden considerarse aisladamente. En la mayor parte de los casos los líquidos están dentro de un recipiente o sobre una superficie; en cualquier caso, existirá una interfase líquido-sólido. Además, la mayor parte de los líquidos están en contacto con gases, de modo que también debe considerarse la interfase líquido-gas. El líquido que salpica una mesa, por ejemplo, tendrá una interfase con la mesa y otra con el aire. [17]

El ángulo de contacto es una función de la tensión superficial de líquido y de la energía libre superficial del sustrato. Puede evaluarse mediante una gota de un líquido puro dispuesta sobre un sólido. El ángulo formado entre la interfaz sólido/líquido y la interfaz líquido/vapor, cuyo vértice está donde las tres interfaces se encuentran, consiste el ángulo de contacto.

La ecuación de Young que se muestra a continuación en la Figura 2.12 que describe las interacciones entre las fuerzas de adhesión y cohesión y a partir de esta ecuación puede determinarse la energía superficial por unidad de área. [18]

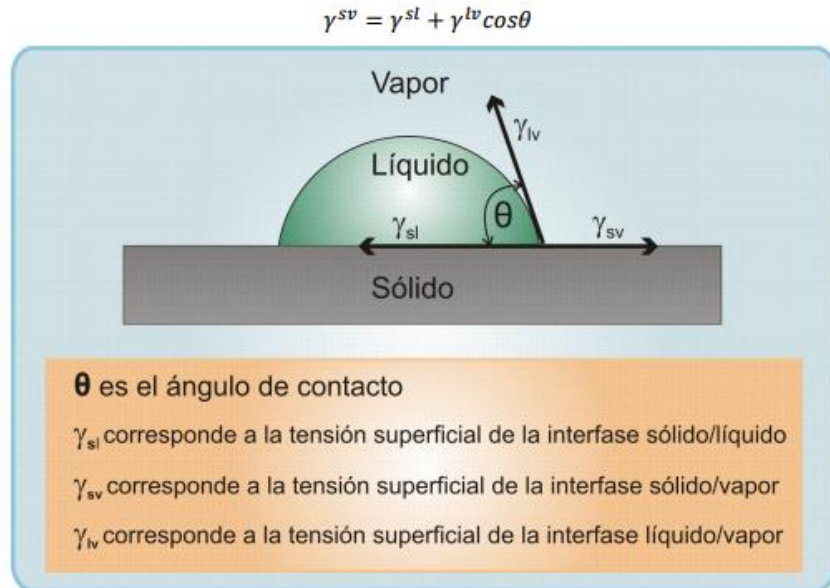


Figura 2.12. Esquema representando el ángulo formado entre la interfaz sólido/líquido y la interfaz líquido/vapor y el vértice en el que las tres interfaces se encuentran constituye el ángulo de contacto. [18]

En la Figura 2.13 se muestra la clasificación dependiendo del ángulo de contacto del fluido.

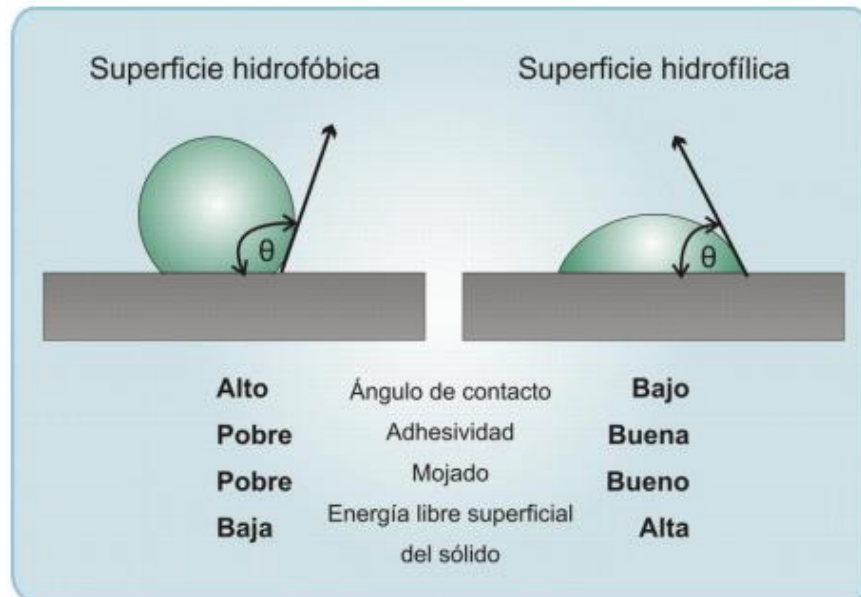


Figura 2.13. Esquema representado los ángulos de contacto de una superficie hidrofóbica e hidrofílica y las distintas propiedades de los mismos. [18]

El ángulo de contacto es el ángulo, medido dentro del líquido, entre la superficie sólida y el plano tangente a la superficie del líquido en la línea de intersección. [17]

2.10. Microscopio electrónico de barrido

2.10.1. Definición

En el SEM (del inglés: "Scanning electron microscope") un haz de electrones, la sonda del microscopio, es generado por un filamento incandescente. Los electrones emitidos son acelerados por una rejilla cercana polarizada positivamente. Este haz de electrones, en su viaje a través del vacío, tiende a separarse debido a las fuerzas de repulsión electrostáticas que actúan entre ellos. Un campo eléctrico, generado por unas placas, se encarga de focalizar el haz y condensarlo. Por último, en su camino hacia la muestra, el haz es deflectado hacia un punto mediante bobinas electromagnéticas, de manera que estas permiten realizar un barrido en la zona que se quiere estudiar. Este proceso está ilustrado en la Figura 2.14.

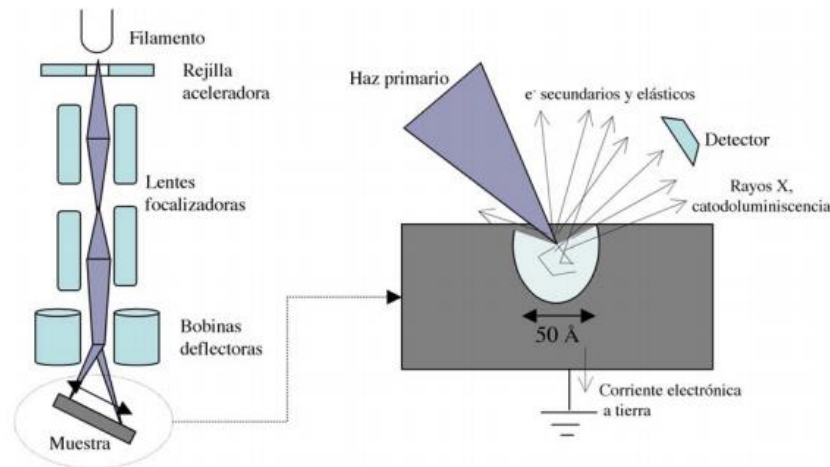


Figura 2.14 Esquema de funcionamiento del microscopio electrónico de barrido. [19]

Cuando el haz de electrones incide sobre un punto de la muestra, se produce una gran variedad de procesos. Los productos de esta interacción son los que se utilizan para formar la imagen y son esencialmente, electrones secundarios, electrones elásticos, rayos X y catodoluminiscencia. En la Tabla 2.7, se muestran algunas ventajas y limitaciones de la microscopía electrónica de barrido.

Tabla 2.7 Ventajas y limitaciones. [19]

Ventajas	Limitaciones
Facilidad de manejo	Las muestras deben de ser metálicas, o recubiertas de oro
Elevada resolución	Posible daño de material
Amplia profundidad de campo	Necesita vacío
Posibilidad de combinar microscopía con análisis espectroscópico	Alto costo

2.11. Técnicas electroquímicas

2.11.1. Definición

Todas las técnicas electroquímicas modernas están basadas prácticamente en el desarrollo de un aparato que se conoce con el nombre de potencióstato. El potencióstato (Figura 2.15) es un instrumento electrónico que permite imponer a una muestra metálica colocada en un medio líquido y conductor, un potencial constante o variable, positivo o negativo, con respecto a un electrodo de referencia. Este electrodo de referencia no forma parte del circuito de electrólisis y, por el mismo, no circula corriente alguna. Su presencia se debe exclusivamente a que sirve de referencia para poner a prueba en todo momento el potencial de la probeta metálica que se está ensayando.

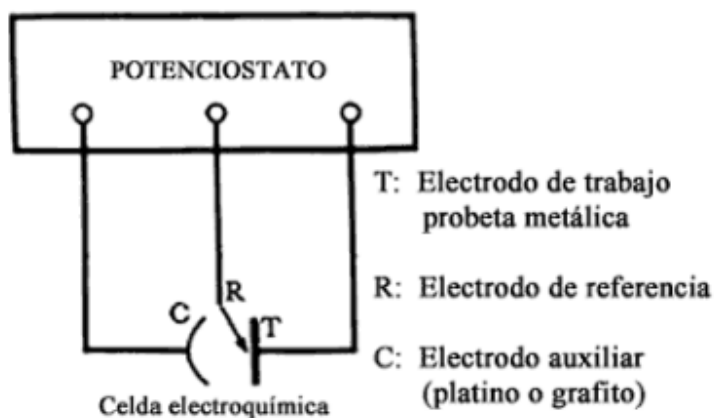


Figura 2.15. Potencióstato. [12]

Para cerrar el circuito de electrólisis se utiliza un tercer electrodo, por lo general de un material inatacable por el medio en que se realiza la experiencia (platino o grafito, por ejemplo).

De una manera sencilla podemos entender el funcionamiento del potencióstato. Tomemos al hierro como metal de prueba. Si una solución (por ejemplo, un ácido mineral) es muy agresiva con el hierro, el ataque del metal producirá un paso importante de electrones, en forma de iones de hierro cargados positivamente, a la solución. Esta producción de electrones es la responsable del alto potencial negativo de disolución del hierro en un medio agresivo. Se puede entender fácilmente que con la ayuda de una fuente externa de corriente, será posible tanto acelerar como frenar esta emisión de electrones y, por consiguiente, aumentar o detener la corrosión del hierro por modificación de su potencial.

Si a partir del valor del potencial de corrosión, y mediante la fuente externa de potencial, aumentamos éste en la dirección positiva (anódica), se puede llegar a obtener el llamado diagrama o curva de polarización potencióstática, la cual es de mucha utilidad para prever y predecir el comportamiento de materiales metálicos en unas condiciones dadas. [12]

2.12. Espectroscopía de Impedancia Electroquímica (EIS por sus siglas en inglés).

2.12.1 Definición

La técnica de Espectroscopía de Impedancia Electroquímica (EIS), es un método electroquímico utilizado en estudios de corrosión, en el cual se basa en el uso de una señal de corriente alterna (CA) que es aplicada a un electrodo (metal de corrosión) y determinando la respuesta correspondiente.

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

En el caso de los estudios electroquímicos en los que se utiliza la técnica de EIS, los espectros de impedancia obtenidos suelen ser analizados mediante circuitos eléctricos, compuestos por componentes tales como resistencias (R), capacitancias (C), inductancias (L), etc. combinados de tal manera que reproduzcan los espectros de impedancia medidos. Estos circuitos eléctricos son denominados “circuitos eléctricos equivalentes”.

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

$$E = IR \dots\dots (i)$$

Las unidades de estas variables son:

E: volts, I: Amperes, R: ohms

En el caso de una señal alterna la expresión queda:

$$E = IZ \dots\dots (ii)$$

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

De esta manera, es posible definir la admitancia (Y) de un circuito de CA. Como es el recíproco de la impedancia y es un parámetro de importancia en los cálculos matemáticos que involucran la técnica y por otra parte, los equipos usados en estudios de EIS miden en realidad la admitancia.

$$Y = \frac{1}{Z} = \frac{1}{E} \dots\dots (iii)$$

La impedancia de un sistema a cada frecuencia está definida por, la relación entre la amplitud de la señal de corriente alterna y la amplitud de la señal de potencial alterno y el

ángulo de fase. Un listado de estos parámetros a diferentes frecuencias constituye el “espectro de impedancia”. El desarrollo matemático de la teoría que fundamenta la técnica de EIS permite describir la impedancia de un sistema en términos de componente real y un componente imaginario (asociado a la raíz cuadrada de (-1)).

Los datos obtenidos en los ensayos de espectroscopia de impedancia electroquímica, son reportados por los equipos comerciales en una de dos formas:

- a) Módulo de la impedancia ($|Z|$) ángulo de fase (ϕ).
- b) Componente real de la impedancia total (Z') y componente imaginaria de la impedancia total (Z'').

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

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

$$|Z|^2 = Z'^2 + Z''^2 \dots\dots (iv)$$

$$\tan \phi = \frac{Z''}{Z'} \dots\dots (v)$$

$$Z' = |Z| \cos \phi \dots\dots (vi)$$

$$Z'' = |Z| \sin \phi \dots\dots (vii)$$

2.12.2. Gráfico de Nyquist.

Este tipo de gráfico, también conocido gráfico en plano complejo, se muestra en la Figura 2.16, y corresponde a graficar Z'' contra Z' .

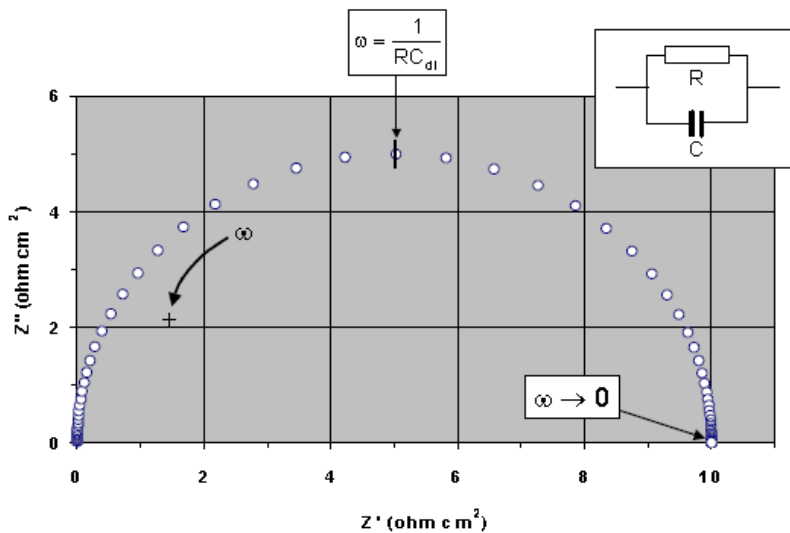


Figura 2.16. Gráfico de Nyquist de un circuito RC. [20]

2.12.3. Gráfico de Bode.

Los gráficos de Bode son representaciones de diferentes parámetros de la impedancia en función de las frecuencias y existen diferentes variantes. Los gráficos de Bode más comunes son:

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

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

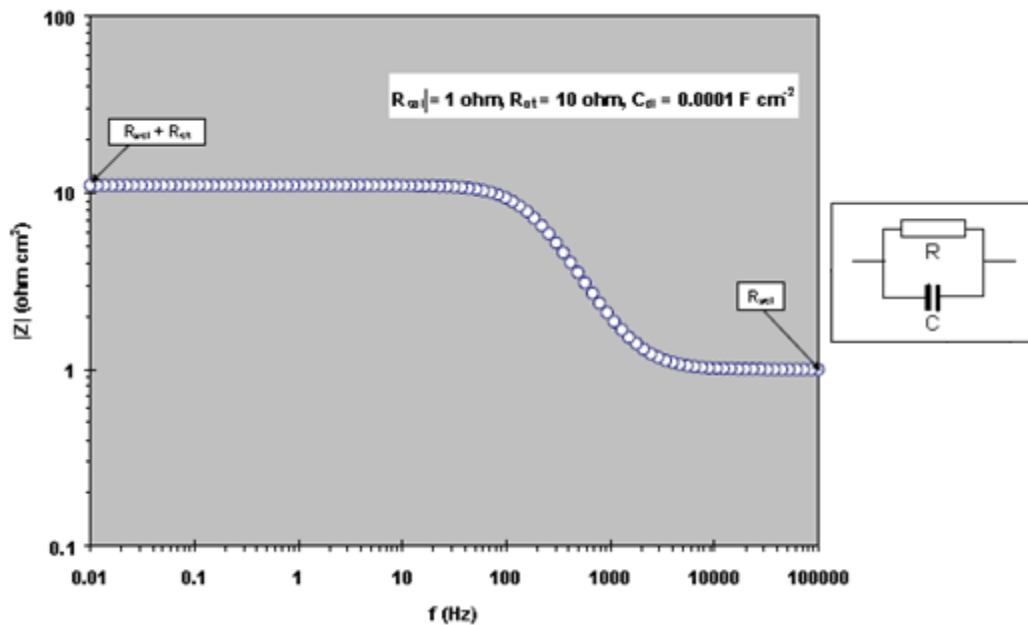


Figura 2.17. Gráfico de Bode de $|Z|$ vs f , correspondiente a la impedancia de circuito serie-paralelo a diferentes frecuencias. [20]

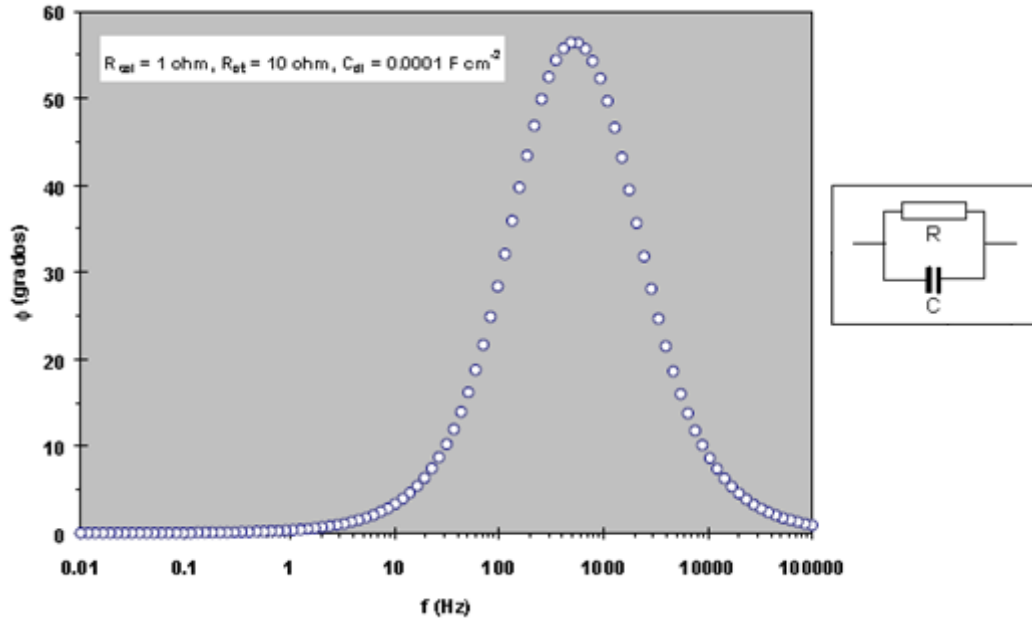


Figura 2.18. Gráfico de Bode de ángulo de fase (ϕ) vs f , correspondiente a la impedancia de circuito serie-paralelo a diferentes frecuencias. [20]

Otras representaciones de Bode de utilidad corresponden a las siguientes gráficas:

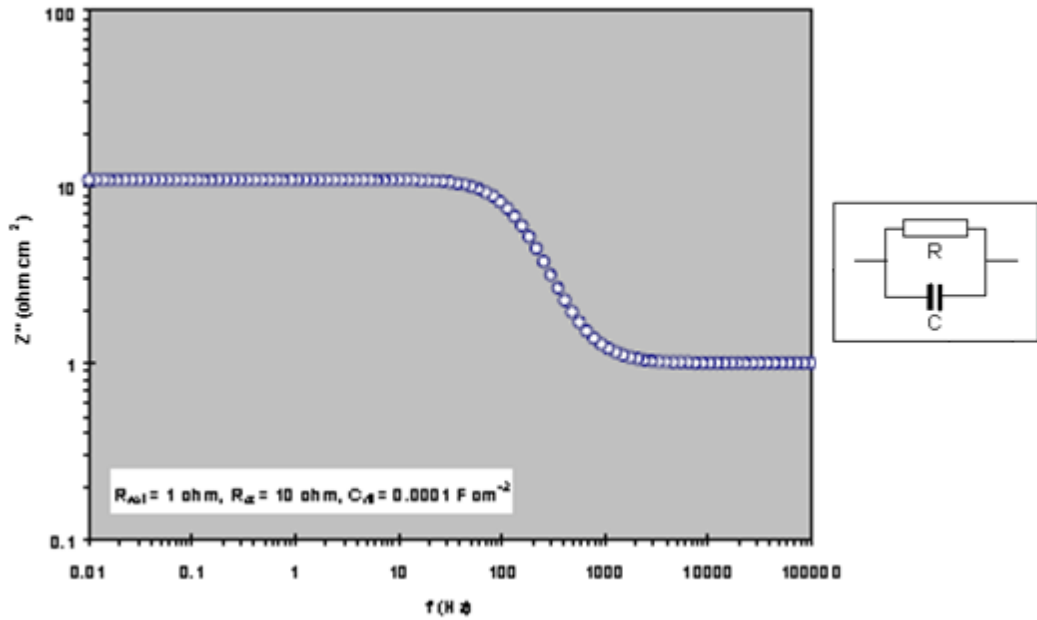


Figura 2.19. Gráfico de Bode del componente real de la impedancia total (Z') contra la frecuencia (f), correspondiente a un circuito serie-paralelo. [20]

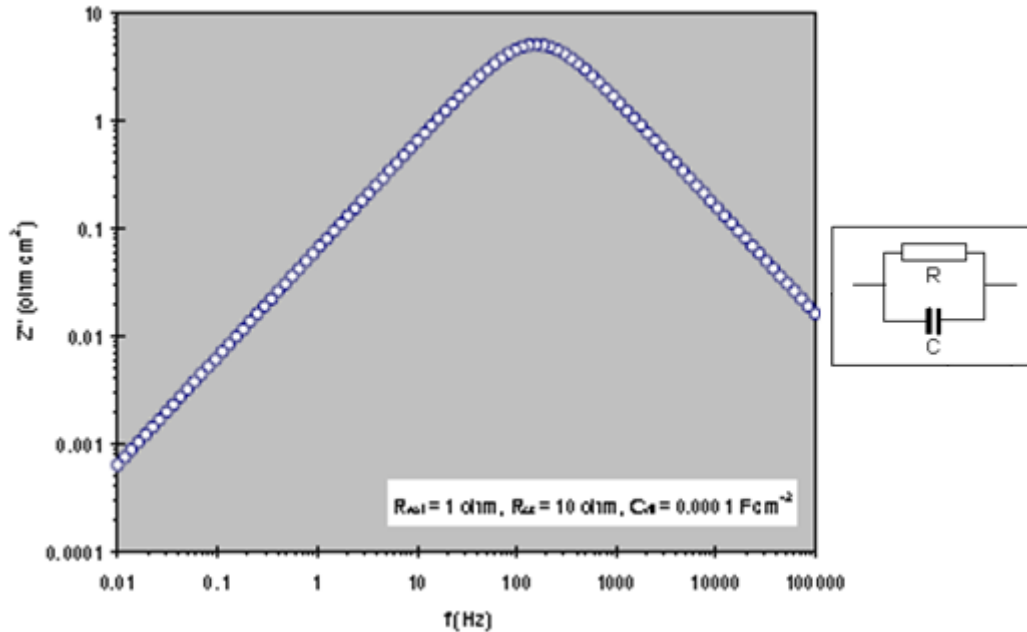


Figura 2.20. Gráfico de Bode del componente imaginario de la impedancia total (Z'') contra la frecuencia (f), correspondiente a un circuito serie-paralelo. [20]

2.13. Circuitos equivalentes para sistemas en corrosión

2.13.1. Definición

Un circuito equivalente es una combinación de elementos pasivos (resistencias, capacitancias, inductores y otras formas de impedancias distribuidas).

Cuando el análisis de los datos de EIS se realiza un ajuste de los datos experimentales a un circuito eléctrico equivalente, se obtienen valores de diferentes parámetros eléctricos. Estos valores son utilizados para obtener la información, tanto de velocidades de corrosión como de mecanismos de corrosión.

El número de circuitos equivalentes que pueden cumplir el comportamiento de una celda de corrosión es prácticamente infinito. No obstante, existe una condición esencial para la selección de un circuito equivalente: tanto los componentes del circuito, como el circuito eléctrico en sí mismo, deben tener explicación física. Esto es de particular importancia ya usualmente pueden existir varios circuitos equivalentes que describan con la misma exactitud los datos experimentales. [20]

2.14. Aplicaciones de EIS en el campo de la ingeniería

2.14.1. Definición

La ingeniería electroquímica implica el diseño, caracterización y operación de componentes, montajes y procesos que impliquen la interconversión de energía química y eléctrica. Como se indica la Figura 2.21, la ingeniería electroquímica requiere un tratamiento integrado de conceptos de electroquímica e ingeniería. Se puede definir, por lo tanto, como

la “comprensión y desarrollo de materiales prácticos y procesos que impliquen transferencia de carga en la superficie del electrodo”.

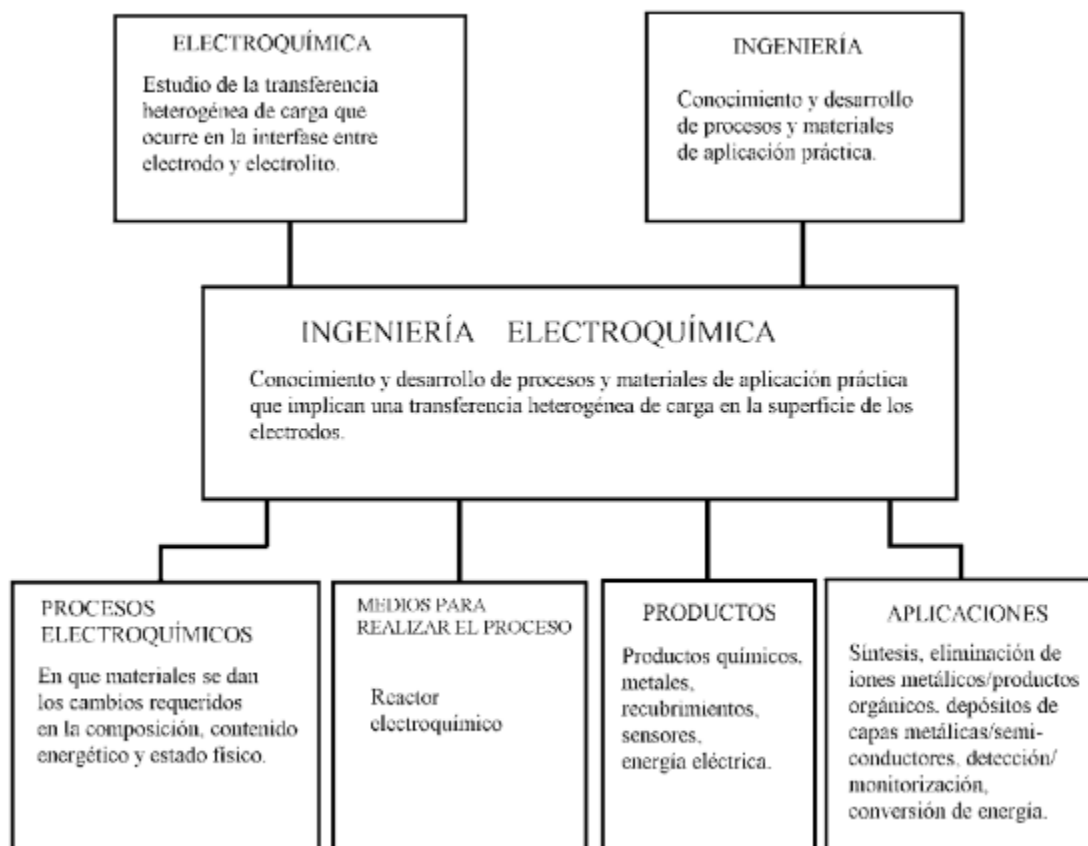


Figura 2.21. Diagrama de las áreas de trabajo en Ingeniería Electroquímica. [21]

A continuación se muestra un resumen algunas áreas de aplicación de la ingeniería electroquímica mediante una clasificación en los campos de: electrosíntesis, estabilidad de materiales y procesado, generación/acumulación de energía, técnicas de protección medioambiental e instrumental biomédico. [21]

Electrólisis de

- Reactivos inorgánicos
- Reactivos orgánicos
- Metales y aleaciones
- Semiconductores
- Polímeros conductores
- Composites

Estabilidad de materiales y procesado

- Mecanizado electroquímico
- Grabado de metales
- Grabado de semiconductores
- Pinturas por electroforesis
- Electrorecubrimiento y anodizado
- Corrosión y protección de metales

Conversión de potencia eléctrica

- Células de combustible
- Acumuladores
- Baterías redox
- Células solares
- Fusión fría

Técnicas de protección medioambiental

- Sensores, monitores y control
- Recuperación del ion metálico
- Retirada de contaminantes orgánicos e inorgánicos
- Purificación de agua
- Reciclado de reactivos redox y otros
- Electrosíntesis "limpias"

Aplicaciones biomédicas

- Sensores y monitores in vitro
- Diagnósticos in vitro

En este capítulo se mostraron las problemáticas de la corrosión, así como sus formas de detenerla e inhibirla. Como se puede observar se enfocó más en la contaminación de los intercambiadores de calor debido a que la proposición del recubrimiento va enfocado a estos para prevenir desperdicios de metal, en este caso aluminio, para lograr la protección de este se usará un fluoropolímero debido a que las propiedades esta sustancia es lograr que cuando esté sometido un material a un fluido se logre la menor área de contacto, para comprobar se realizará la medición del ángulo de contacto y comprobar la hidrofobicidad del recubrimiento. Con ayuda de las pruebas de EIS se medirá la resistencia de la corrosión del recubrimiento creado en el aluminio.

Capítulo 3

Método experimental

3. Método experimental

A continuación se mostrará todo el proceso realizado para la obtención del recubrimiento en el aluminio, se comenzará con una limpieza de la probeta para quitar impurezas, se procederá a hacer el anodizado con el electrolito para la creación de una capa de óxido en el aluminio, una vez realizado esto se incorporará el fluoropolímero, finalizando con un sellado. Lo que se espera obtener es una superficie hidrofóbica capaz de resistir un medio salino.

3.1. Metodología para el proceso de anodizado de aluminio

Para el proceso de anodizado se tomaron en cuenta los siguientes parámetros:

- Intensidad de corriente [A]
- Potencial [V]
- Temperatura [°C]
- Área superficial de la probeta [cm²]
- Concentración del electrolito [%V]
- Tiempos de inmersión [min]

3.2. Preparación de la probeta

3.2.1. Acabado superficial

El proceso consistió en eliminar impurezas de la superficie de la probeta, como imperfecciones superficiales, eliminación de capas de óxido, pintura, residuos de otros materiales con lo que haya tenido contacto el material.

Para la preparación de la probeta se lijó hasta tener un acabado fino, comenzando por una lija comercial de grado 220, pasando por una de 400, 800 hasta llegar a la lija 1000, para remover cualquier impureza y darle un acabado superficial para el proceso de anodizado. Se empleó la pulidora mostrada en la Figura 3.1.

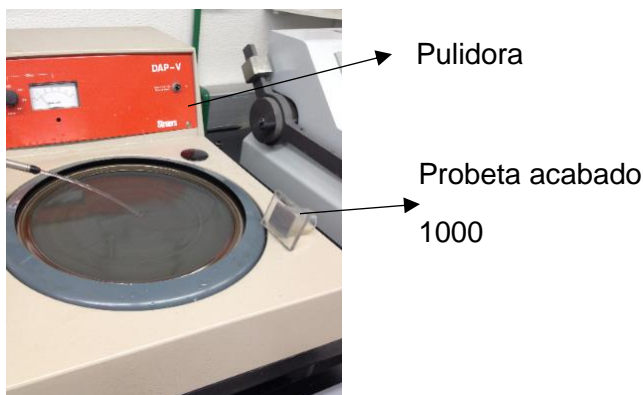


Figura 3.1. Pulidora eléctrica con regulación de velocidad

Una vez obtenido el acabado superficial desado, se enjuagó con abundante agua destilada y secarla.

3.2.2. Limpieza química

Se procedió a hacer una limpieza más profunda con dos disoluciones:

- NaOH, con una proporción de 10% de hidróxido de sodio (Figura 3.2) en 100 ml de agua destilada, a una temperatura de 40°C por un tiempo de 50 segundos. Se enjuagó para eliminar los residuos del ácido, así como los residuos presentes en la superficie y se procedió al secado de la probeta.



Figura 3.2. Hidróxido de sodio utilizado para hacer la disolución para la limpieza (NaOH).

- HNO₃, con una proporción de 50% de ácido nítrico y 50% de agua destilada, a temperatura ambiente por un tiempo de 90 segundos (Figura 3.3). Se enjuagó para eliminar los residuos del ácido, así como los residuos presentes en la superficie y se procedió al secado de la probeta.



Figura 3.3. Segunda solución utilizada para limpieza con HNO₃

3.3. Preparación del electrolito de trabajo

Para la preparación de la disolución para el anodizado se necesitó metavanadato de sodio (NaO₃V) 0.5 M diluido en agua destilada (500 ml), usando una parrilla con agitador magnético para homogeneizar la solución (Figuras 3.4 y 3.5).

Es preciso indicar que esta disolución se escogió porque en un trabajo previo de tesis de licenciatura [22], del mismo grupo de trabajo del CENISA de la Facultad de Ingeniería, se obtuvo que entre distintas disoluciones empleadas para anodizar el aluminio, la de base Vanadato generó las capas de óxido más resistentes y más homogéneas.

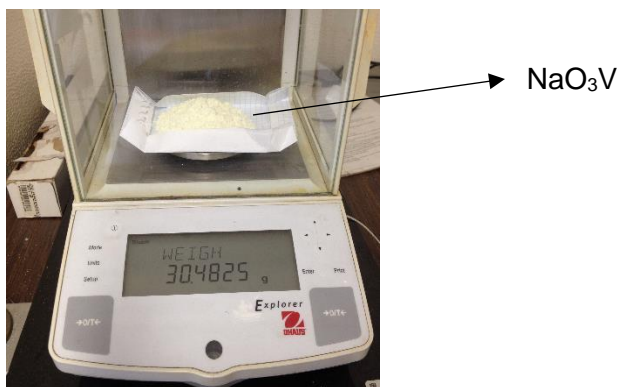


Figura 3.4. Báscula Explorer Ohaus

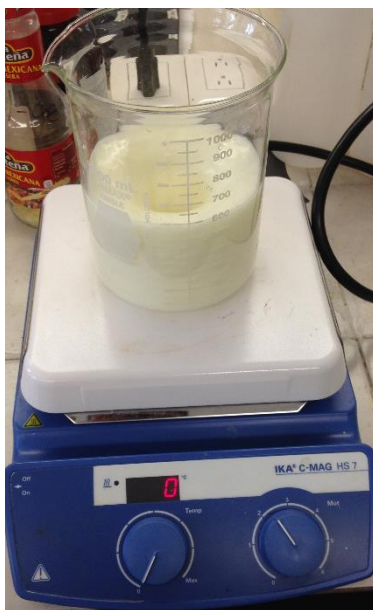


Figura 3.5. NaO_3V con agua destilada, con una parrilla con agitación y una barra magnética para lograr una homogeneización

El ácido sulfúrico a temperatura ambiente es un líquido incoloro, oleaginoso y denso; el ácido concentrado tiene un densidad de 1.85 g/cm^3 y contiene 96% en peso de H_2SO_4 . Fácilmente soluble en agua con gran desprendimiento de calor. El ácido sulfúrico se comporta como un ácido fuerte. [23]

El ácido sulfúrico es un agente corrosivo, por eso se tiene manipular con precaución y protección para la preparación del electrolito. Para la preparación del electrolito, se realizó en una campana extractora, por la emanación de vapores de la reacción química. En el interior de la campana se montó una parrilla con agitador magnético para homogeneizar la solución e inmersa en agua, para controlar la elevación de la temperatura durante la reacción (Figura 3.6)

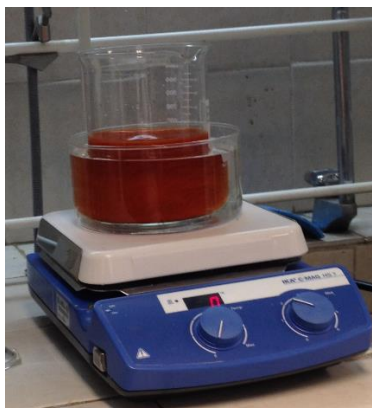


Figura 3.6. Preparación del electrolito (NaO_3V con H_2SO_4) en una campana de extracción debido a la emanación de gases

3.4. Dispositivos para el proceso de anodizado

Para llevar a cabo el proceso de anodizado se necesitó:

- Parrilla con agitación
- Agitador magnético
- Barra de grafito (contra electrodo), para las primeras pruebas
- Alambre de platino (contra electrodo)
- Fuente de alimentación eléctrica
- Aluminio previamente pulido y decapado
- Cables caimán-caimán (para paso de corriente y sujeción de muestras)

3.5. Anodizado (Electrólisis)

Una vez que se tuvieron las placas de aluminio con el acabado y decapado (limpieza química) requerido, se procedió a armar la celda electroquímica, para hacer el proceso de electrólisis. Para este proceso se ocuparon los siguientes elementos:

- Recipiente: vaso de precipitados en dónde se llevó a cabo la electrólisis de un tamaño considerable para introducir los dos electrodos y permitir una agitación sin algún tipo de interrupción.
- Electrolito: NaO_3V con H_2SO_4 .
- Fuente de alimentación eléctrica: para la regulación del voltaje que se le aplicó de forma constante a la celda electroquímica.
- Cátodo: para este proceso el electrodo es una barra de grafito o alambre de platino.
- Ánodo: para este electrodo es la placa de aluminio.

- Temperatura: el proceso se llevó a cabo a temperatura ambiente.

Para la inmersión de la probeta de aluminio se realizó un cálculo para el área que se sumergió en el electrolito y con ello ajustar el voltaje para tener un mejor anodizado. Para el cálculo se tomó en consideración del contacto que tendrá la probeta con el caimán. El área de la probeta a sumergir fue de 3.4 cm^2 , como se muestra en la Figura 3.7.

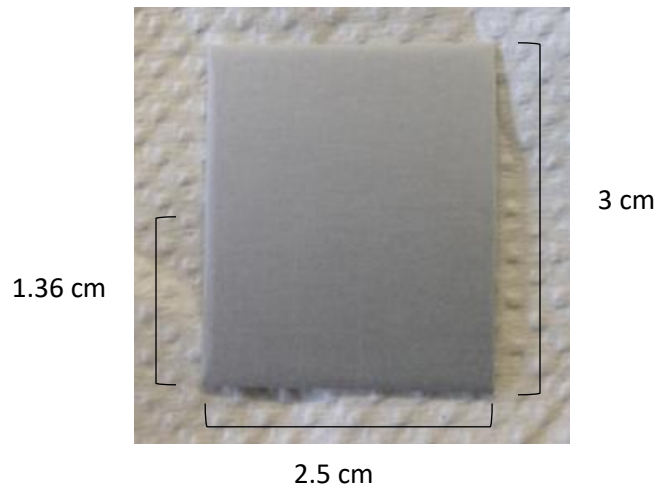


Figura 3.7. Probeta con un acabado superficial 1000

La instalación de los elementos mencionados anteriormente, se colocaron en el vaso de precipitados el electrolito con el agitador magnético en la parrilla con agitación.

Para los cables caimán-caimán se asignaron para el color rojo el cátodo (polo negativo) y para el cable de color negro el ánodo (polo positivo). Los cables se colocaron en soportes universales con tenazas para la sujeción de los caimanes con los electrodos, quedando a una altura de tal manera que se pudieran manipular para colocarlos en el electrolito. En el extremo del caimán de color rojo se colocó el alambre de platino (cátodo) y en el caimán de color negro se colocó la placa de aluminio (ánodo) – Figuras 3.8 y 3.9.

Una vez realizado la conexión de los electrodos, se sumergieron el ánodo y el cátodo en el electrolito, una vez cerciorándose de que los electrodos no hayan tenido contacto entre sí, ni con el agitador magnético. Se conectó la fuente de alimentación y se ajustó la intensidad de corriente que se calculó previamente; de igual manera se conectó la parrilla con agitación y se programó una agitación constante para lograr una distribución más homogénea del electrolito. El proceso de anodizado se tuvo que vigilar debido a que la corriente no se mantuvo constante ya que variaba unas milésimas durante el proceso.

Transcurrido el tiempo del paso de corriente, se procedió a apagar la fuente de alimentación y la parrilla con agitación. Posteriormente se retiró la probeta, se enjuagó con abundante agua destilada para remover el excedente de ácido y se secó con aire a presión.

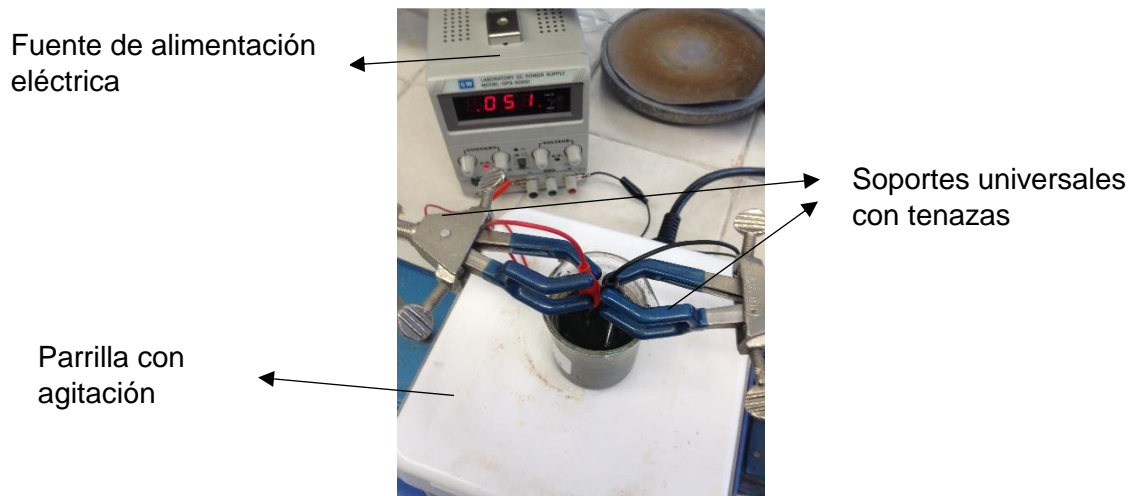


Figura 3.8. Proceso donde se llevó a cabo la electrólisis constituido por una fuente de alimentación eléctrica, parrilla con agitación, agitador magnético, soportes universales con tenazas para sostener los electrodos, vaso de precipitado con el electrolito (NaO_3V con H_2SO_4).

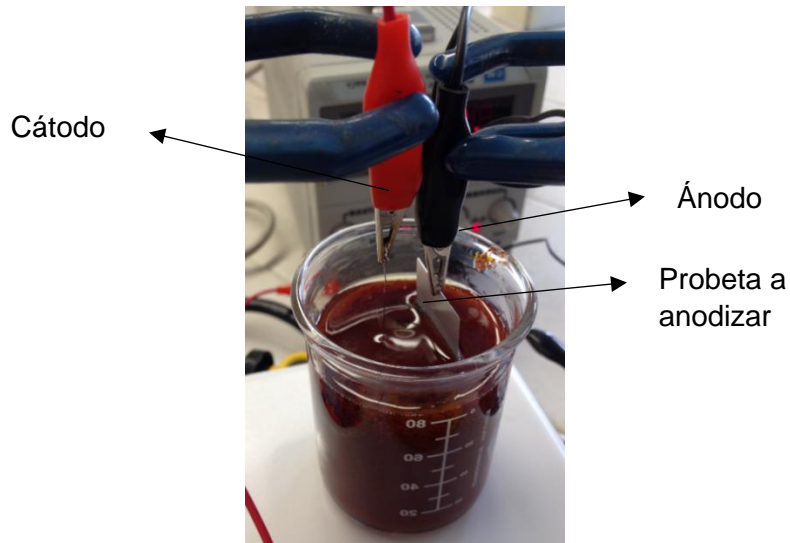


Figura 3.9. Los electrodos fijados con tenazas inmersos en el electrolito (NaO_3V con H_2SO_4)

3.6. Incorporación del fluoropolímero

Una vez finalizado el proceso de anodizado, se procedió a hacer el recubrimiento con un fluoropolímero. Para este caso se utilizó un producto comercial, que consistió de un fluoropolímero de cadena corta, seis C (carbonos), producto de la síntesis de un telómero.

El procedimiento que se decidió usar para el uso de este fluoropolímero fue mediante un proceso de electrólisis, en este caso se seleccionó como ánodo y cátodo dos placas de aluminio sin pulir y ningún tipo de limpieza. Cada probeta se colocó en cada caimán y los caimanes fueron sujetados por los soportes universales. Se sumergieron las probetas, una

vez hecho se encendió la fuente de alimentación y se programó la intensidad de corriente. Se tuvo que vigilar el proceso debido a que la corriente fue disminuyendo (Figura 3.10).

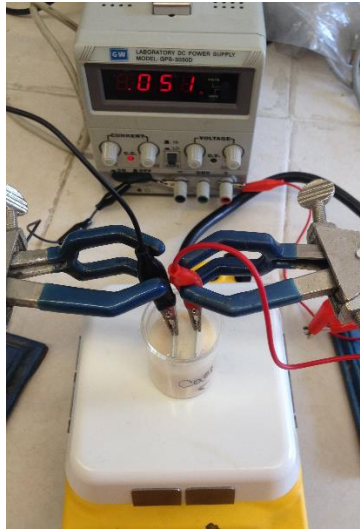


Figura 3.10. Proceso de electrólisis con fluoropolímero, tomando como electrodos dos probetas de aluminio sin limpieza.

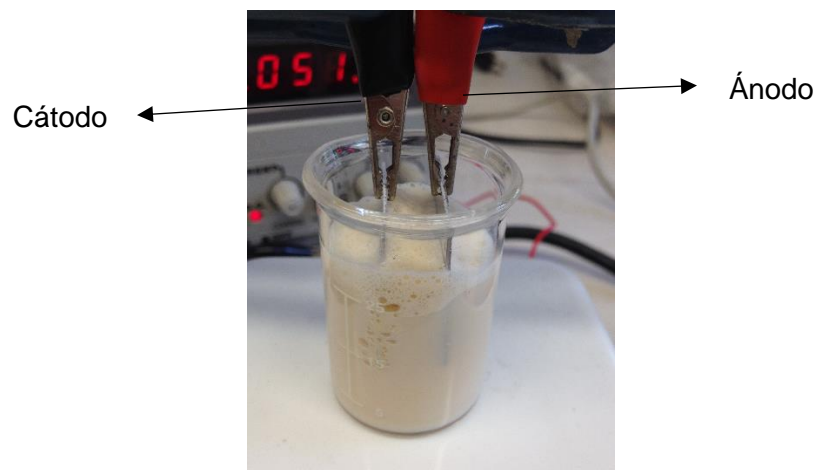


Figura 3.11. Electrodo sumergido en fluoropolímero

Una vez transcurrido el tiempo de electrólisis en el fluoropolímero, se apagó la fuente de alimentación de corriente y se retiró la probeta. Se pudo observar que en el cátodo hubo formación de coloides, como se muestra en la Figura 3.11.

Un coloide está formado por una sustancia dispersa (como el soluto de las soluciones) en un medio dispersante (como el solvente de las soluciones). Según cual sea el estado de agregación del medio dispersante y de la sustancia dispersa, el coloide recibe, por razones históricas, algún nombre particular. Muchos de estos nombres: aerosol, emulsión, espuma, etc. forman parte de nuestro lenguaje cotidiano. Muchos coloides, aun con partículas grandes, son estables porque las partículas, aunque son eléctricamente neutras, tienen cargas diferentes en la superficie que en el interior. Desde “afuera” de la partícula, el medio

dispersante y las otras partículas con cargas iguales (en la superficie) se repelen, evitando formar partículas más grandes por aglomeración, y por lo tanto no decantan. [24]

3.7. Pruebas de corrosión

Para la evaluación del comportamiento de la corrosión se llevó a cabo mediante la espectrometría de impedancia electroquímica (EIS). Con esta técnica se obtendrá información para predecir las características anticorrosivas del aluminio anodizado hidrofóbico. Para ello se usó un Potenciostato-Ganvanostato (Figura 3.12) con una configuración de tres electrodos en la celda electroquímica: como electrodo de trabajo se ocupó cada una de las muestras con recubrimiento con área de exposición de 3.4 cm^2 , un electrodo de referencia (KCl) y como electrodo auxiliar una lámina de grafito, el arreglo se muestra en la Figura 3.13. A cada probeta se le realizaron las pruebas de corrosión para encontrar las condiciones adecuadas para obtener una mejor resistencia a la corrosión, estas pruebas se llevaron a cabo en un medio salino NaCl con una misma concentración a la de los pozos geotérmicos, que son fluidos altamente corrosivos.

Se utilizó una celda construida de acrílico para colocar la probeta, la cual ésta se dispuso en la base de la celda sujetada con un tornillo por la parte de abajo y por la cara donde estuvo el anodizado, la superficie hizo presión con un anillo de plástico (O-ring) con el cual se evitaron fugas del electrolito.

La celda se colocó en una celda de Faraday para que el campo electromagnético fuera mínimo y así tener una medición más precisa para obtener los resultados de impedancia electroquímica. Se manejó una temperatura ambiente.



Figura 3.12. Potenciostato-Ganvanostato ACM Instruments Gill AC

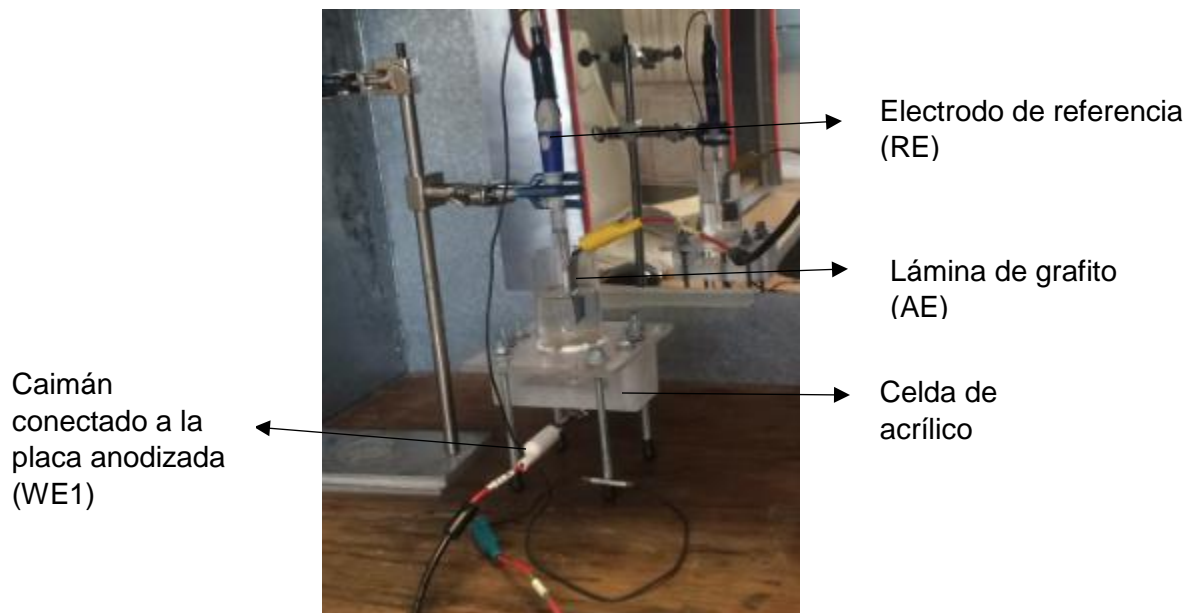


Figura 3.13. Celda electroquímica con tres electrodos, colocada dentro de una celda de Faraday.

Las mediciones se realizaron con una frecuencia de barrido específica y con 51 puntos por prueba.

Cabe mencionar que el proceso de anodizado se tiene que realizar cuidadosamente de tal manera que los electrodos no tuvieran contacto, y controlar la agitación debido a que el agitador magnético no tuviera contacto con los electrodos, cuando se somete el fluoropolímero en electrólisis es importante vigilarlo constantemente por la disminución de corriente y vigilar que la espuma que se generaba no tuviera contacto con los caimanes, la cual se retiraba cuidadosamente con una pipeta de plástico. Es importante siempre usar guantes de protección y bata para la manipulación de las soluciones, al igual para realizar todo el proceso del recubrimiento.

Capítulo 4

Resultados y análisis

4. Resultados y análisis

4.1. Anodizado Electroquímico

En un comienzo las pruebas para el anodizado, es decir, el proceso de electrólisis se comenzó sin condiciones específicas como tiempo, intensidad de corriente y el tipo de electrodo de referencia. En el proceso de anodizado que se realizó, se varió la intensidad de la corriente, el voltaje, el tiempo de inmersión y en un principio se usó una barra de grafito como electrodo de referencia. Al observar que el anodizado no lograba los objetivos deseados, se consultó en la literatura para el voltaje, por lo tanto se encontró la relación 1.5 A por dm^2 , con el cual dio un amperaje de 0.051 A para un área 3.4 cm^2 con un tiempo de inmersión de una hora en el proceso de anodizado. Se varió el amperaje para observar el anodizado y obtener un mejor recubrimiento. En la Tabla 4.1, se resumen los sistemas generados.

Tabla 4.1. Probetas generadas experimentales

Probetas	Corriente (Amperes)	Condiciones
P1	0.051	Sin limpieza y sin sellado
P2	0.263	Sin limpieza y sin sellado
P3	0.579	Sin limpieza y sin sellado
P4	0.051	Con limpieza y sin sellado
P5	0.263	Con limpieza y sin sellado
P6	0.579	Con limpieza y sin sellado
P7	0.051	Con limpieza y con sellado
P8	0.263	Con limpieza y con sellado
P9	0.579	Con limpieza y con sellado

Cabe mencionar que al realizar el proceso de electrólisis con una barra de grafito la solución (NaO_3V con H_2SO_4) se contaminaba, debido a que el grafito se disolvía, la consistencia de la solución fue más espesa y tendía a oxidarse, como se muestra en la Figura 4.1.



Figura 4.1. Electrolito (NaO_3V con H_2SO_4) contaminado por la barra de grafito.

Para la selección de probetas se tomaron las que presentaron una mayor resistencia de acuerdo a los resultados obtenidos por EIS que para este caso fueron las probetas 7, 8 y 9. Con estas probetas se realizó el mismo proceso sólo que en este caso el electrodo auxiliar utilizado fue electrodo de platino, para evitar que el electrolito se contaminara y verificar si se podía mejorar la resistencia del anodizado. Estos resultados se muestran más adelante.

4.1.1. Prueba de corrosión.

A las probetas seleccionadas se les realizó un seguimiento con la medida de EIS durante 7 días para observar la evolución del recubrimiento en una disolución salina.

A continuación se muestran los resultados de las pruebas de espectroscopía de impedancia electroquímica, usando como electrolito NaO_3V con H_2SO_4 .

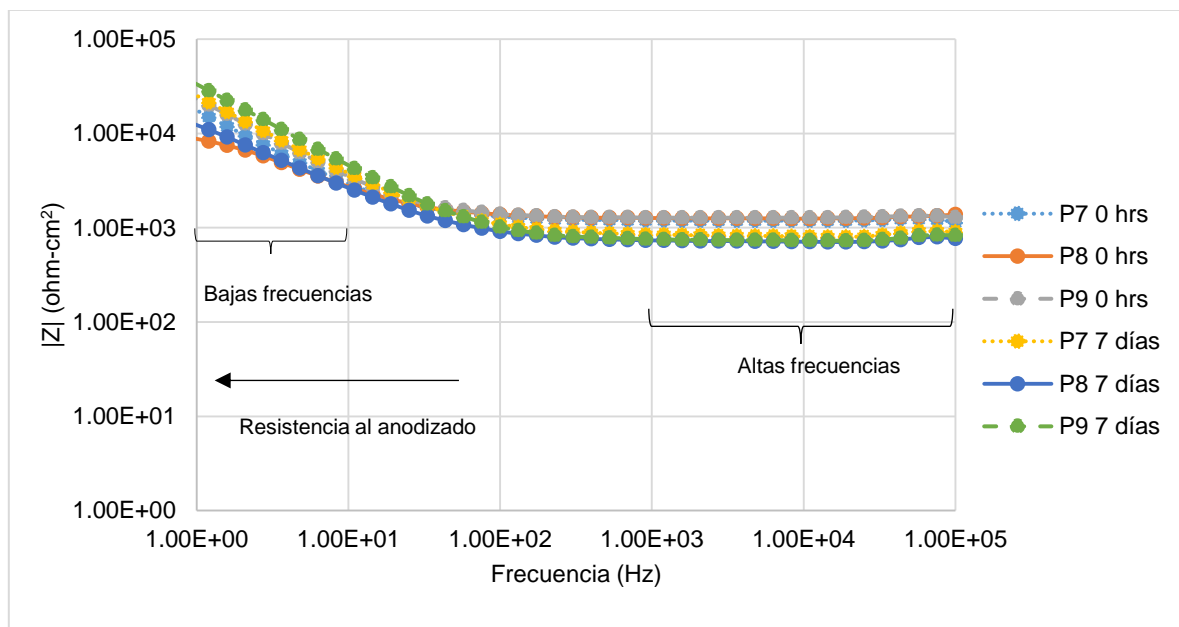


Figura 4.2. Gráfica de Bode-|Z| para las muestras P7, P8 y P9 con distintos voltajes de anodizado, todas tienen un tiempo de anodizado de 1 hr, las cuales se sumergen a un medio salino Na_2SO_4 . Todas las probetas tienen sellado y limpieza.

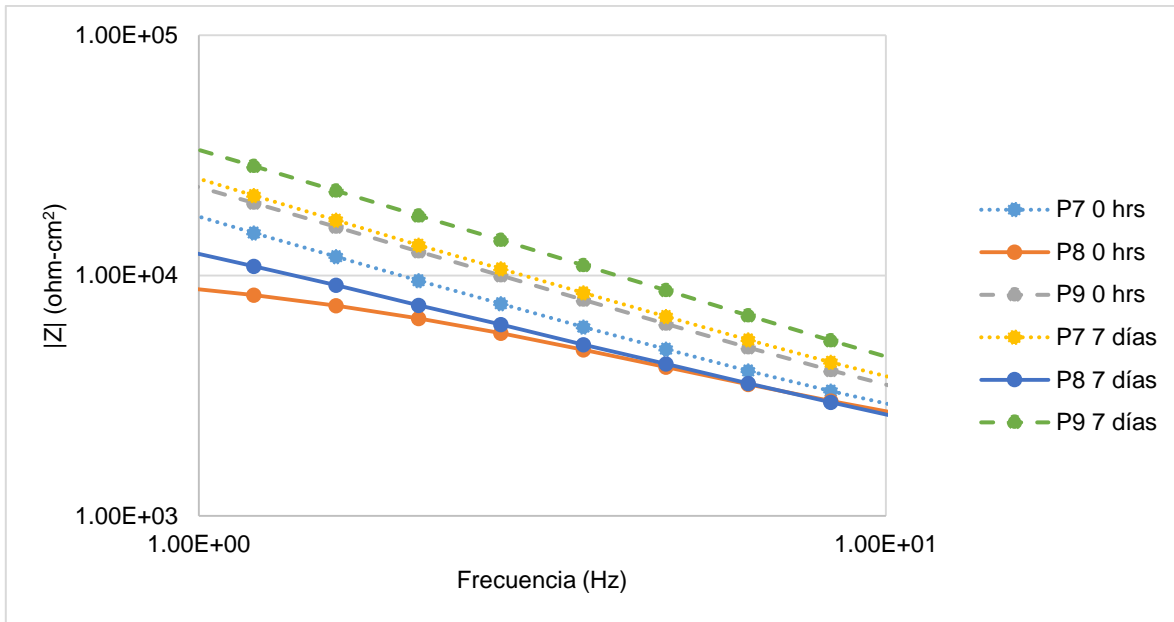


Figura 4.3. Acercamiento de la Figura 4.2 a bajas frecuencias en el rango de 1.00E+00 a 1.00E+01 Hz.

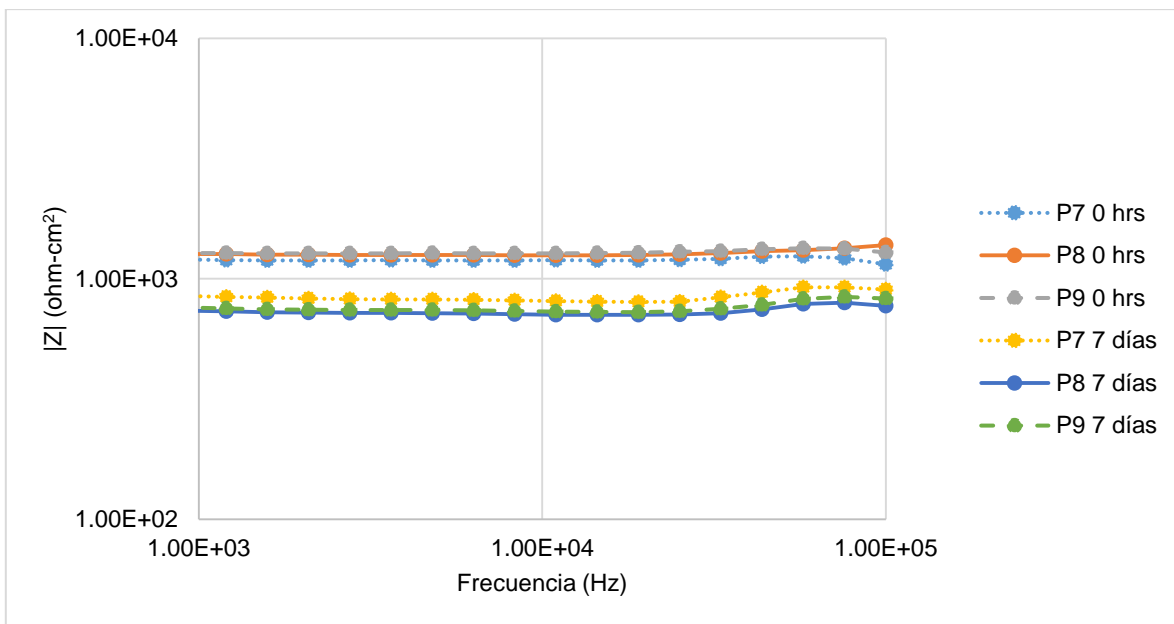


Figura 4.4. Acercamiento de la Figura 4.2 a altas frecuencias en el rango de 1.00E+03 a 1.00E+05 Hz.

Al observar en la Figura 4.3 y Figura 4.4, el comportamiento de las tres probetas seleccionadas tuvieron un comportamiento muy similar que para efectos de resistencia a la corrosión el resultados es el mismo. Para este caso se seleccionó la probeta 7 debido al ahorro de material y energía.

Una vez seleccionado el mejor sistema de anodizado, se realizaron más pruebas para descartar posibilidades, únicamente se varió el tiempo de anodizado. Se realizaron con tiempos de:

- a) 30 minutos
- b) 60 minutos
- c) 90 minutos

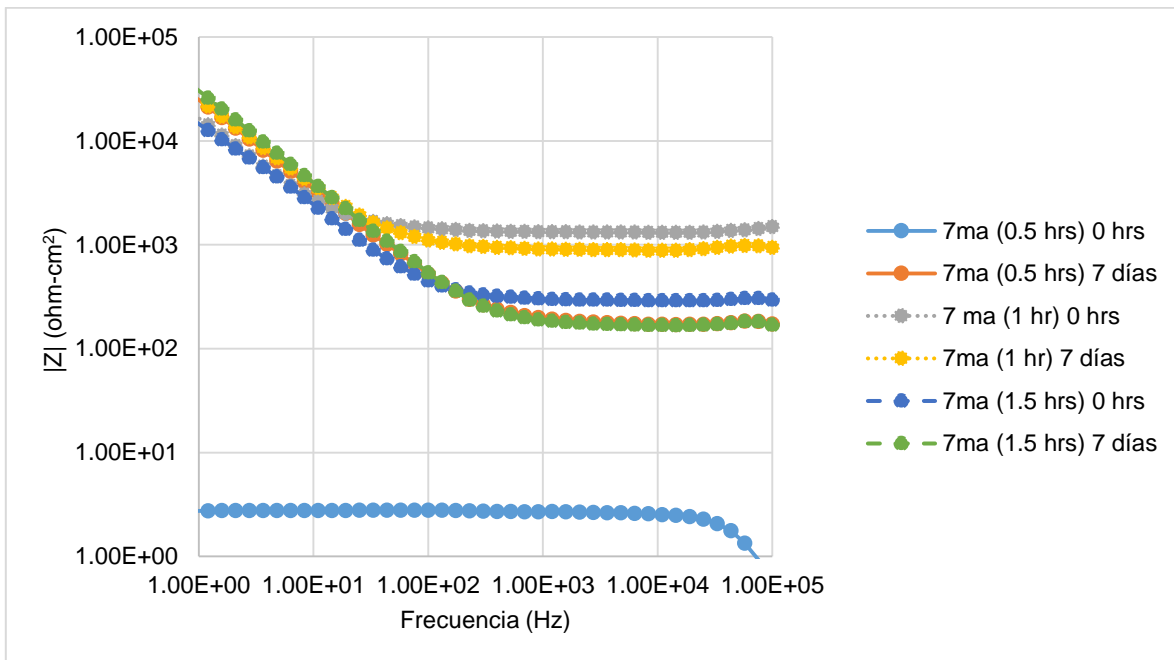


Figura 4.5. Gráfica Bode- $|Z|$, con distintos tiempos de anodizado.

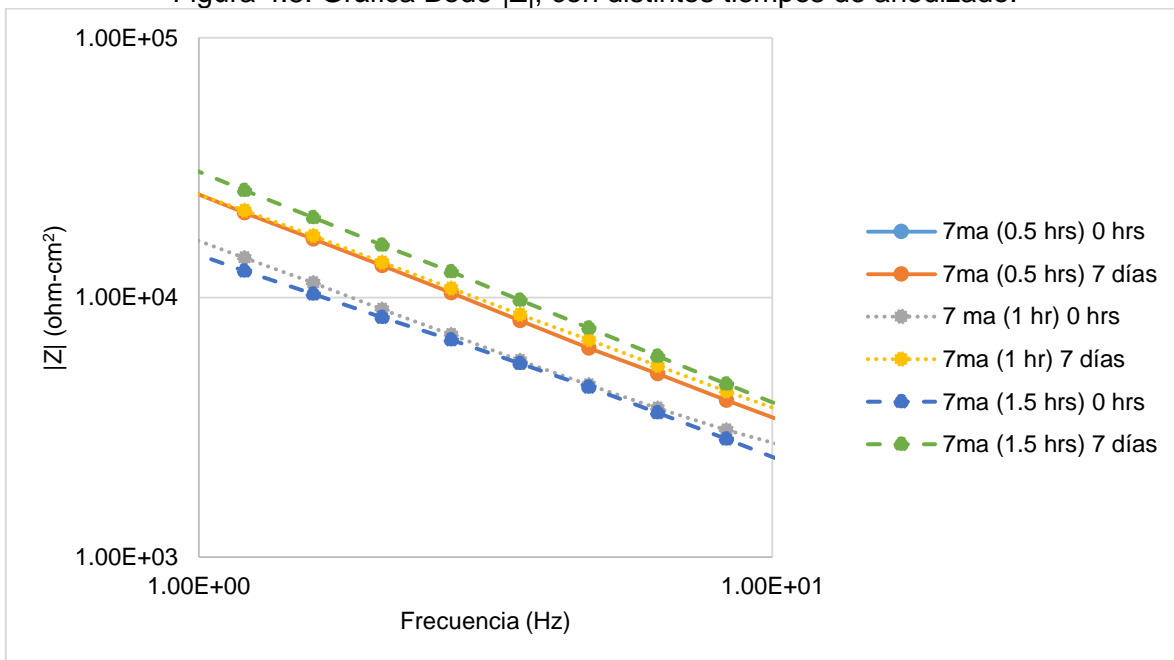


Figura 4.6. Acercamiento de la Figura 4.5 a bajas frecuencias en el rango de 1.00E+00 a 1.00E+01 Hz.

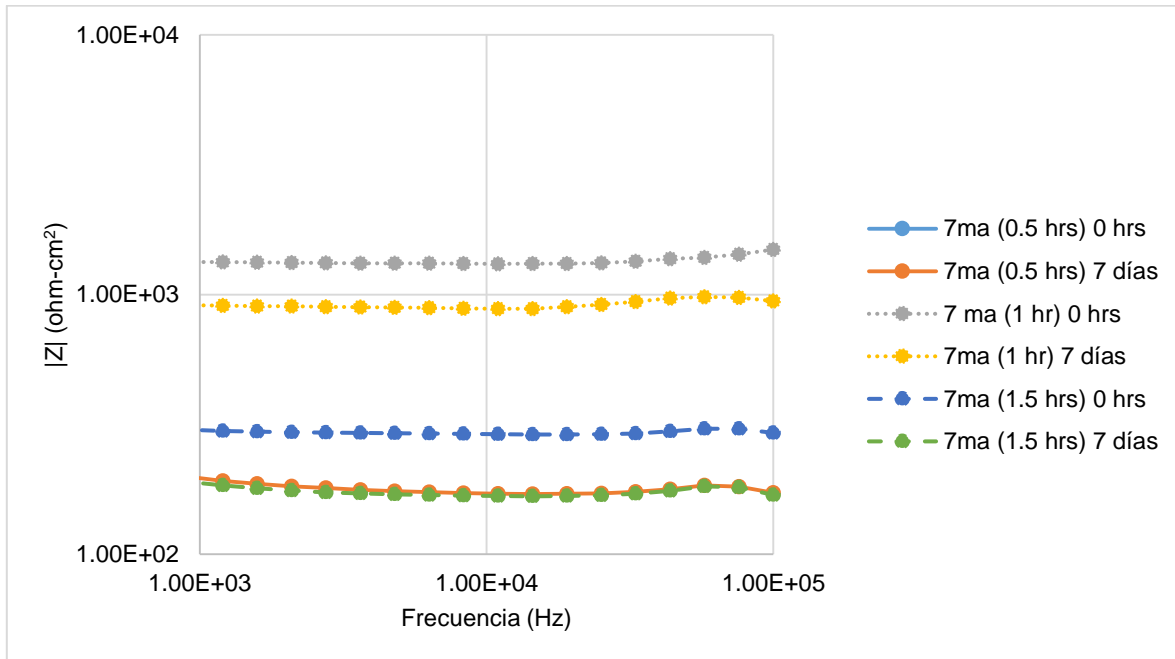


Figura 4.7. Acercamiento de la Figura 4.5 a altas frecuencias en el rango de 1.00E+03 a 1.00E+05 Hz.

En la gráfica el anodizado con un tiempo de 60 minutos fue el que cumplió con las características deseadas, lo que significó conjuntamente una mayor resistencia de la capa anódica con un valor cercano de aproximadamente 10^4 ohm-cm² en bajas frecuencias y a altas frecuencias mayores a 10^3 ohm-cm². Estos valores de resistencia fueron superiores a los demás sistemas como se muestra en las Figuras 4.6 y 4.7 tanto para bajas como a altas frecuencias. Para un tiempo de proceso de anodizado de un tiempo de 30 minutos la capa anodizada presentó un comportamiento pobre, esto probablemente fue debido a que la deposición de la capa anódica no tuvo un tiempo suficiente para generar una capa con espesor homogéneo.

Para el caso del tiempo de tiempo de 90 minutos, el comportamiento pobre de la capa anodizada pareciera que, al obtener mayores espesores ésta se empezó a desprender ocasionando un espesor más delgado a pesar de que el tiempo de exposición fuera mayor.

Una vez ya seleccionada la probeta y descartando tanto el tiempo de inmersión en el electrolito y la selección del tipo de electrodo, se realizó una última prueba para verificar que la probeta 7 fuera reproducible. Para corroborar que el sistema no haya tenido algún tipo de contaminación ya sea tanto en la probeta como en el electrolito se repitió el sistema por duplicado. Los resultados se muestran en la Figura 4.8.

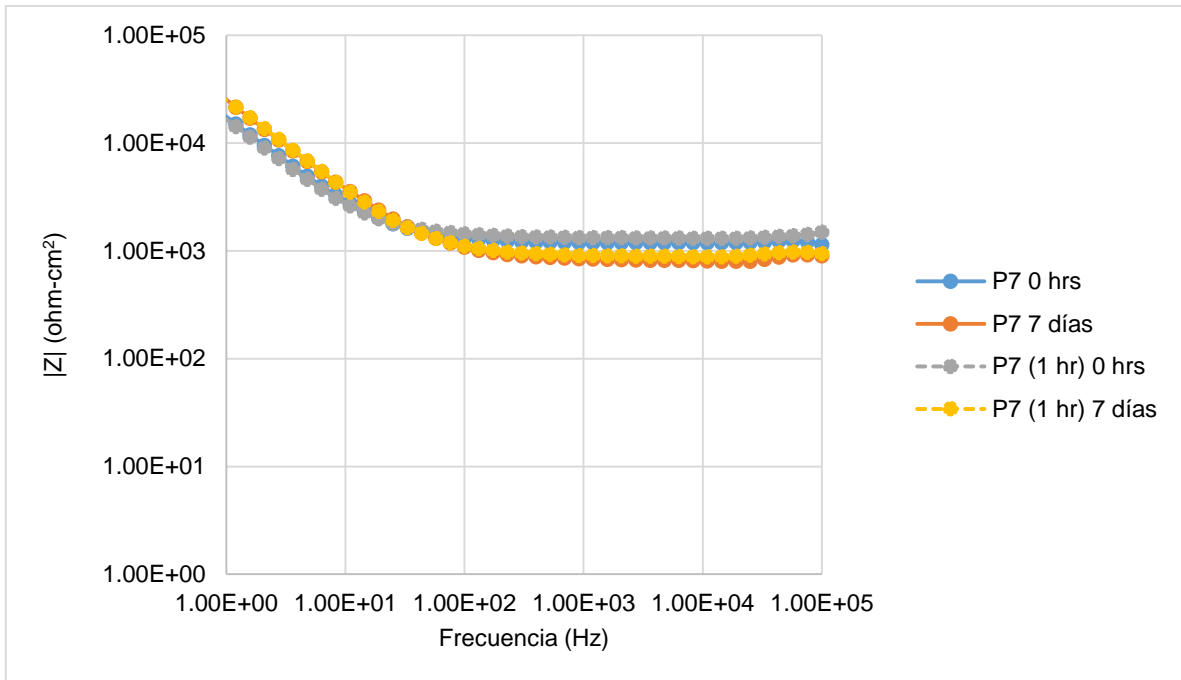


Figura 4.8. Gráfica Bode- $|Z|$. Comprobando que el reproducible el anodizado.

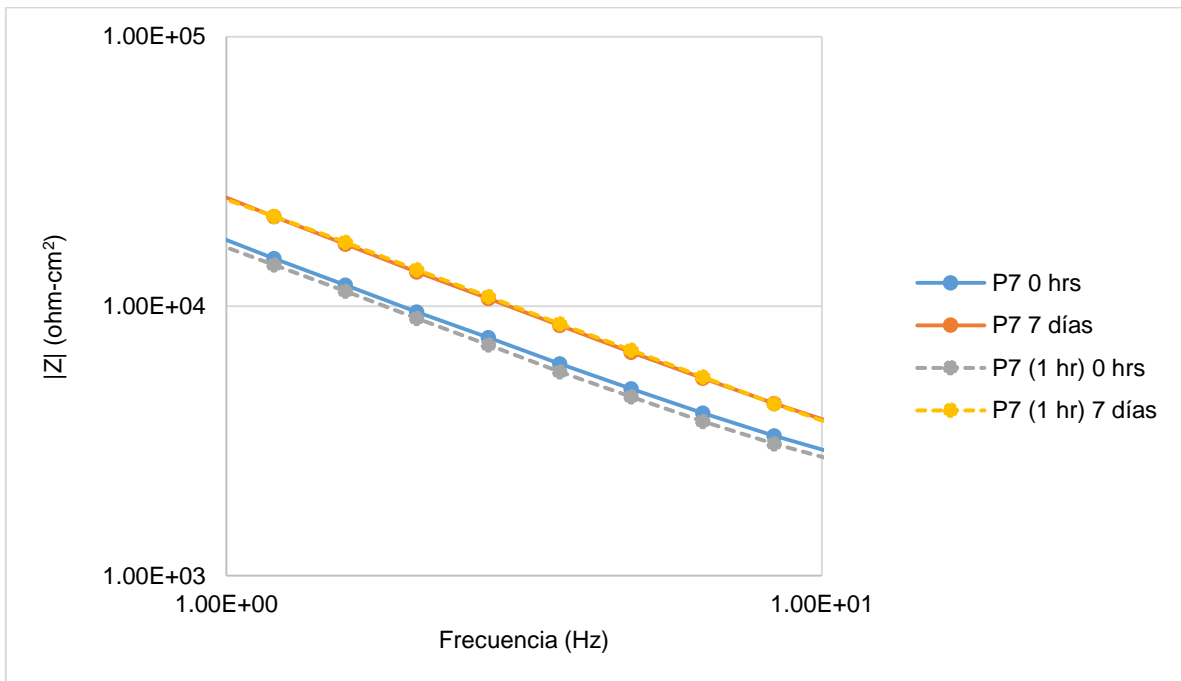


Figura 4.9. Acercamiento de la Figura 4.8 a bajas frecuencias en el rango de $1.00\text{E}+00$ a $1.00\text{E}+01$ Hz.

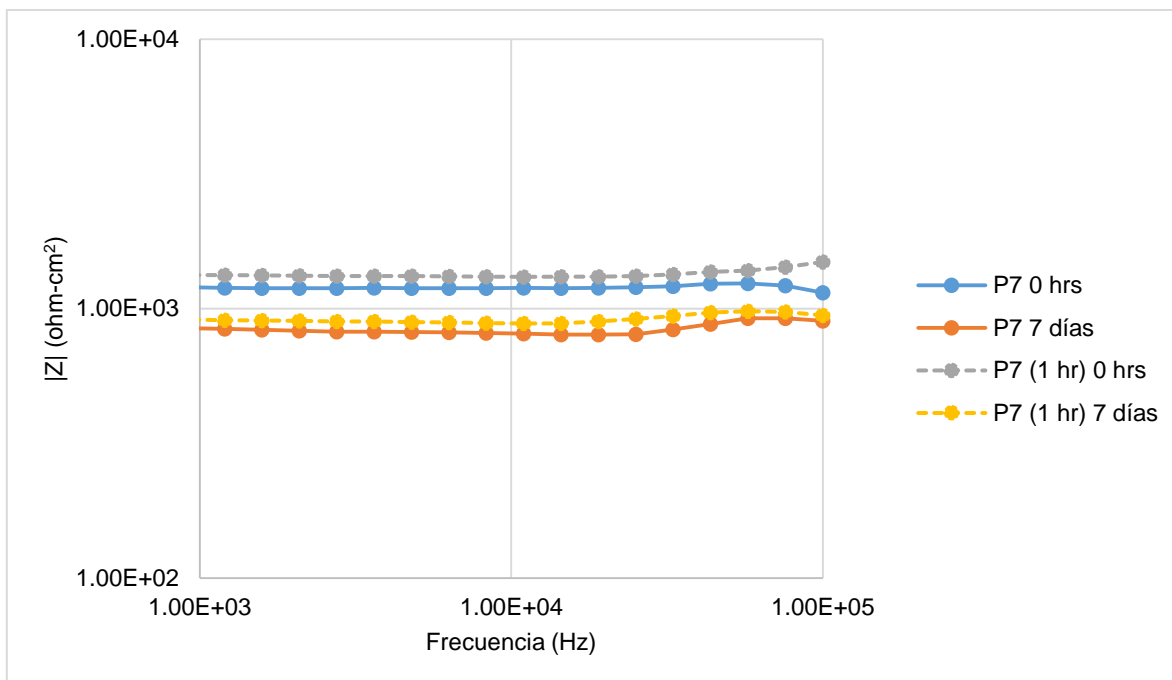


Figura 4.10. Acercamiento de la Figura 4.8 a altas frecuencias en el rango de 1.00E+03 a 1.00E+05 Hz.

Se puede observar que en las gráficas de alta a y baja frecuencia se presenta no solo un comportamiento similar a lo largo de todo el espectro de impedancia sino que también un comportamiento estable, lo que indica que la capa anódica fue totalmente reproducible.

4.1.2. Superficie del anodizado

En la Figura 4.11 se muestra la imagen obtenida en el SEM de la probeta anodizada, en la que se observa el tamaño del poro.

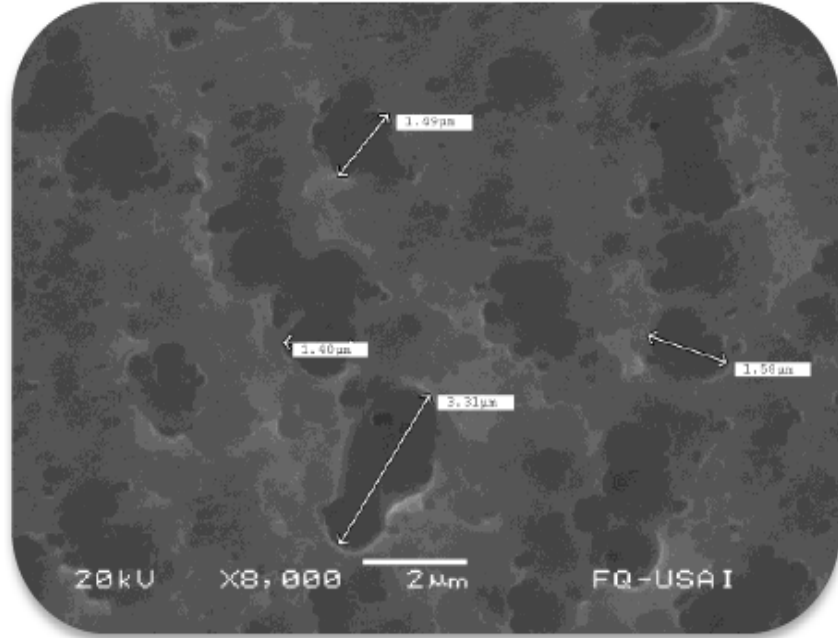


Figura 4.11. Imagen de la probeta recubierta (P7).

4.1.3. Espesor del anodizado

En la Figura 4.12 se muestra la imagen con el SEM para la medición del espesor. En la Tabla 4.2 se muestra los promedios de los espesores obtenidos.

Tabla 4.2. Espesores medidos con el SEM

Electrolito NaO ₃ V con H ₂ SO ₄	0.5 M (1era)	0.5 M (2da)
Espesor promedio (µm)	2.2	2.3

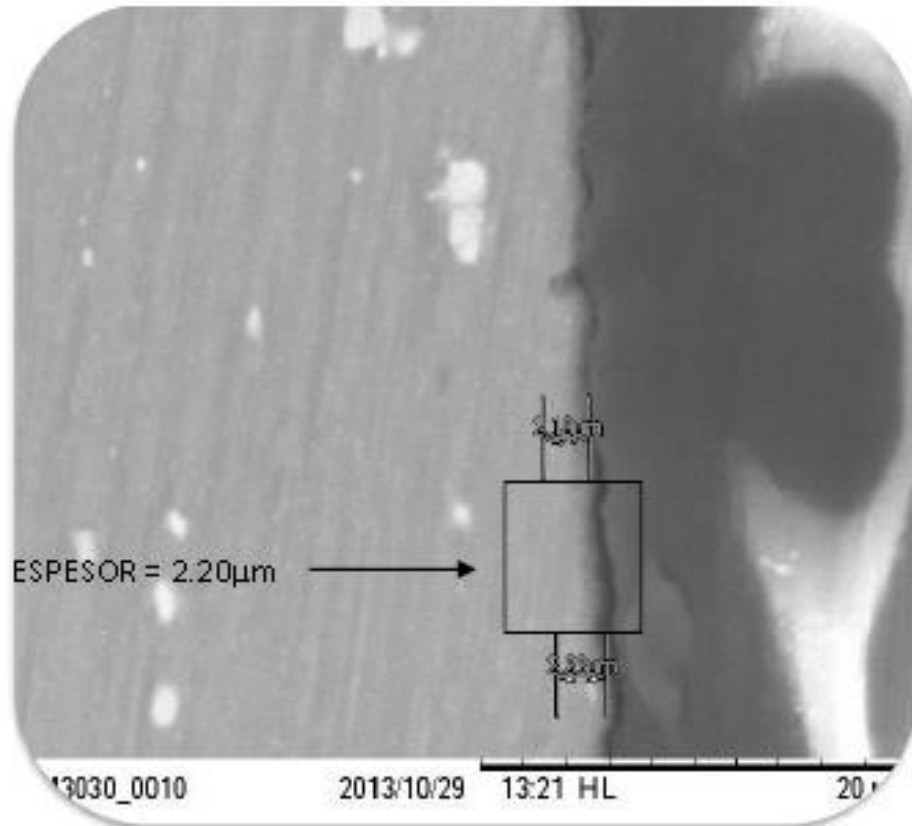


Figura 4.12. Imagen del anodizado con el SEM de la probeta P7.

4.2. Incorporación del fluoropolímero al anodizado

Para esta etapa como se mencionó anteriormente, se incorporó el fluoropolímero en forma de coloide mediante electrólisis de tal forma que se formara una película delgada y uniforme sobre la probeta previamente anodizada, con la finalidad de mejorar las propiedades hidrofóbicas del recubrimiento. Los resultados de las pruebas de impedancia se muestran a continuación.

4.2.1. Prueba de corrosión.

En la gráfica se muestra un seguimiento de EIS de 1032 horas (43 días).

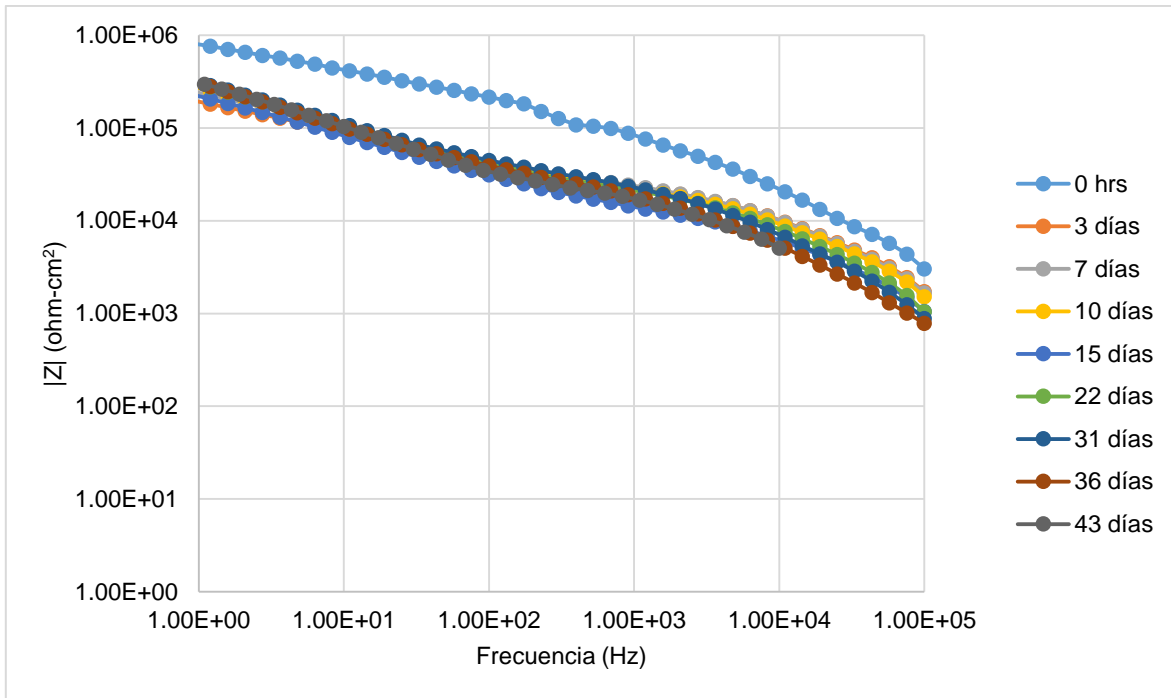


Figura 4.13. Gráfica Bode- $|Z|$ por un tiempo de 43 días (1043 horas) sometiendo la probeta P7 previamente anodizada y con una película delgada de fluoropolímero sometida a un medio salino Na_2SO_4 .

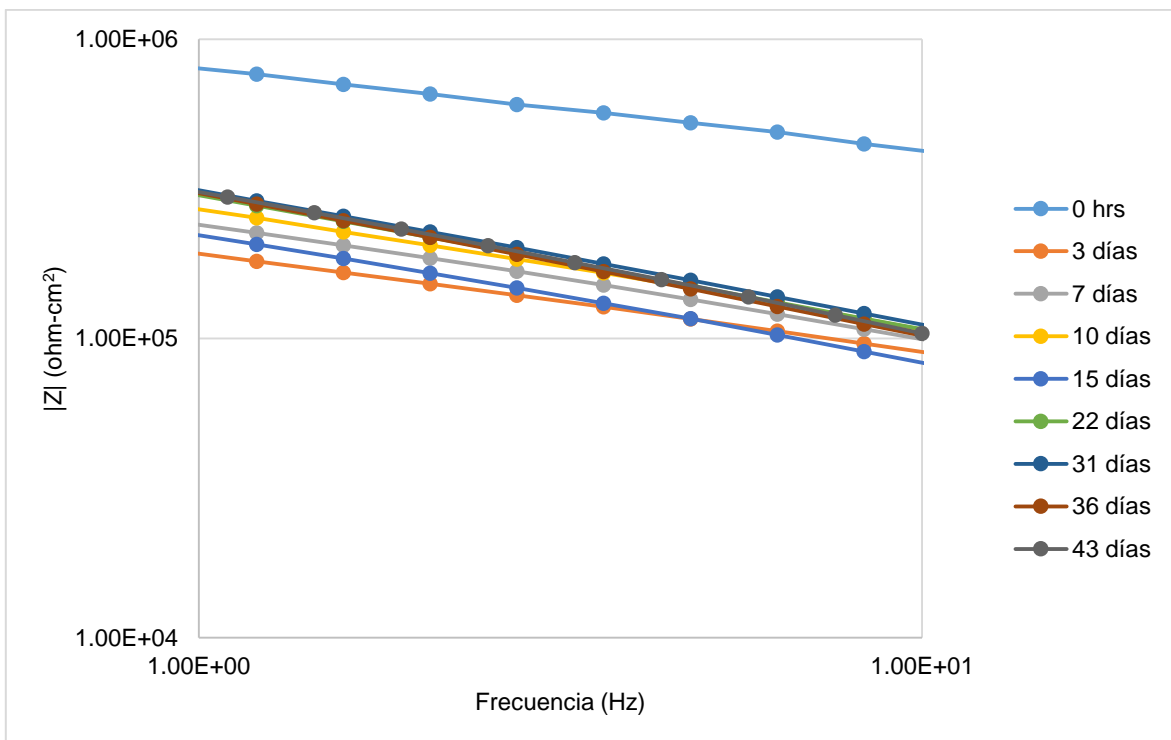


Figura 4.14. Acercamiento de la Figura 4.13 a bajas frecuencias en el rango de $1.00\text{E}+00$ a $1.00\text{E}+01$ Hz.

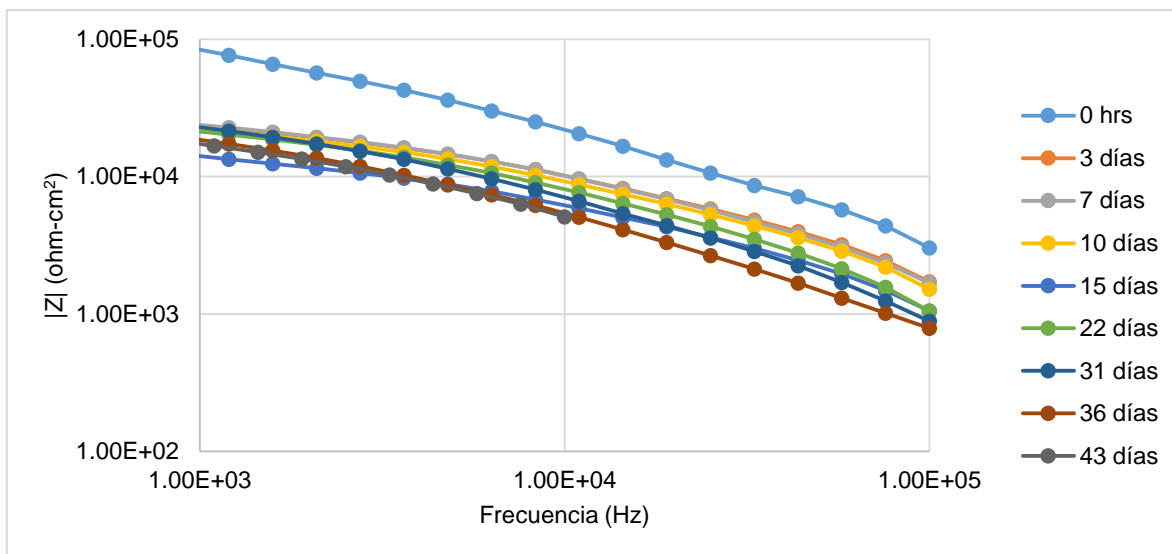


Figura 4.15. Acercamiento de la Figura 4.13 a altas frecuencias en el rango de 1.00E+03 a 1.00E+05 Hz.

Como se puede observar en la Figura 4.13 se nota considerablemente el aumento de protección una vez ya aplicado al recubrimiento el fluoropolímero, a comparación de la Figura 4.8 que es cuando se realizó únicamente el anodizado con el electrolito NaO_3V con H_2SO_4 se tuvieron valores en baja frecuencia del orden de 10^4 ohm-cm² y en alta frecuencia valores de por encima de 10^3 ohm-cm², a un tiempo de “cero” o tiempo de inmersión; sin embargo, los resultados con el fluoropolímero aplicado a la misma probeta previamente anodizada con el mismo electrolito (NaO_3V con H_2SO_4) se tuvieron valores en baja frecuencia alrededor de 10^6 ohm-cm² mientras que en alta frecuencia valores en torno a 10^4 ohm-cm². Con lo anterior se evidencia una mejora notable en el aumento de la resistencia a la corrosión en todo el espectro de impedancia.

4.3. Ángulo de contacto

La hidrofobicidad del recubrimiento realizado se determinó con la medición del ángulo de contacto. La superficie a evaluar fue la probeta en la cual se le hizo el anodizado y sucesivamente el fluoropolímero. Como se muestra en las imágenes (Figuras 4.16 y 4.17) el sistema tuvo propiedades altamente hidrofóbicas con valores mayores a los 120°.

En la Figura 4.16 y Figura 4.17 se muestran las imágenes tomadas para la medición del ángulo de contacto.



Figura 4.16. Ángulo de contacto.



Figura 4.17. Ángulo de contacto.

La medición se realizó en distintas partes de la probeta como lo cual nos arrojó los resultados de la Tabla 4.3.

Tabla 4.3. Resultados de las medidas de ángulo de contacto

	Área [cm ²]	Temp. [°C]	Θ Izq. [deg]	Θ Der. [deg]	Θ Prom. [deg]
Figura 4.16	3.4	23	96	108.6	98.5.
Figura 4.17	3.4	23	128.3	128.8	128.6

Los resultados obtenidos son satisfactorios, debido a que los resultados obtenidos se considera una superficie hidrofóbica debido a que se logró un ángulo $>110^\circ$.

En el anexo A se muestra un seguimiento de la probeta que se realizó el recubrimiento final, para observar su comportamiento en un lapso de 105 días, en la Figura 4.18 se muestra el resultado de la probeta después de estar en el medio salino.



Figura 4.18. Probeta con fluoropolímero después de 105 días

Una vez realizado todo el recubrimiento en la probeta y observando que los resultados con los distintos tiempos de inmersión en el electrolito, nos dimos cuenta que la probetas P7, P8 y P9 fueron muy similares, se decidió tomar la probeta P7 por ahorro de energía y de material, una vez realizado esto se hizo el recubrimiento propuesto en la probeta y se finalizó midiendo el ángulo de contacto, una vez obtenidos los resultados se observó que se cumplieron los objetivos logrando una superficie hidrofóbica. Una vez teniendo tanto las condiciones como los parámetros para la aplicación del recubrimiento en el aluminio se llevará a cabo este procedimiento a escala industrial, implementándolo en una geometría diferente.

4.4. Propuesta para uso del recubrimiento a nivel industrial

4.4.1. Preparación de la probeta

Como una propuesta para utilizar este sistema hidrofóbico a nivel industrial, se evaluará el comportamiento electroquímico de un intercambiador de calor real de aluminio (Figura 4.19) sometido a las mismas condiciones de laboratorio (anodizado más fluoropolímero) ya descritas anteriormente. Se calculó la intensidad de corriente a la cual se sometió al proceso de anodizado usando la misma relación de 1.5 A por dm^2 . Teniendo como longitud 10.5 cm (se aplicará el anodizado únicamente a 10 cm del tubo, dejando 0.5 centímetros para la sujeción del caimán), un diámetro interior de 7.96 cm y un diámetro exterior de 9.54.

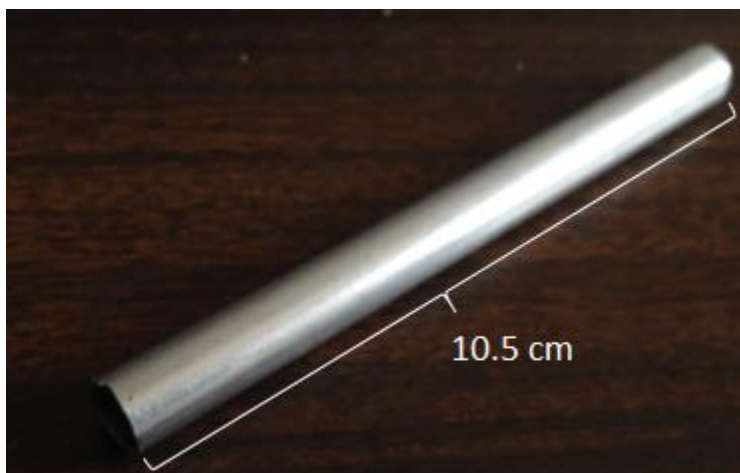


Figura 4.19. Tubo real de aluminio usado en intercambiadores de calor

4.4.2. Anodizado

En la Figura 4.20 se aprecia el procedimiento de anodizado del tubo que se usa en los intercambiadores de calor, tomando el cable rojo como ánodo (polo negativo) y para el cable de color negro el cátodo (polo positivo). El tiempo de inmersión del tubo fue el mismo al cual se sometió la probeta (1 hora), únicamente se varió la corriente debido a que es un área mayor, esta se calculó con la relación que ya se venía ocupando.



Figura 4.20. Anodizado de tubo de aluminio.

4.4.3. Incorporación del fluoropolímero

En la Figura 4.21 se muestra el tubo previamente anodizado colocado en una pequeña base de madera y sujetado con un caimán para poder untar el fluoropolímero en forma de coloides tanto en el interior como en el exterior, con esta base nos seguimos apoyado para los procesos que se le aplicaron sucesivamente.



Figura 4.21. Tubo de Aluminio cubierto de fluoropolímero, incorporado en forma de coloides.

En la Figura 4.22 es la muestra del tubo con él recubrimiento final.



Figura 4.22. Después del proceso de curado

4.4.4. Prueba de corrosión

En la Figura 4.23 se muestra una configuración de tres electrodos en la celda electroquímica, como electrodo de trabajo se ocupó el tubo con el recubrimiento final, un electrodo de referencia (KCl) y como electrodo auxiliar una lámina de grafito. La frecuencia de barrido fue de 10^{-1} Hz a 10^4 Hz, con 51 puntos de prueba.

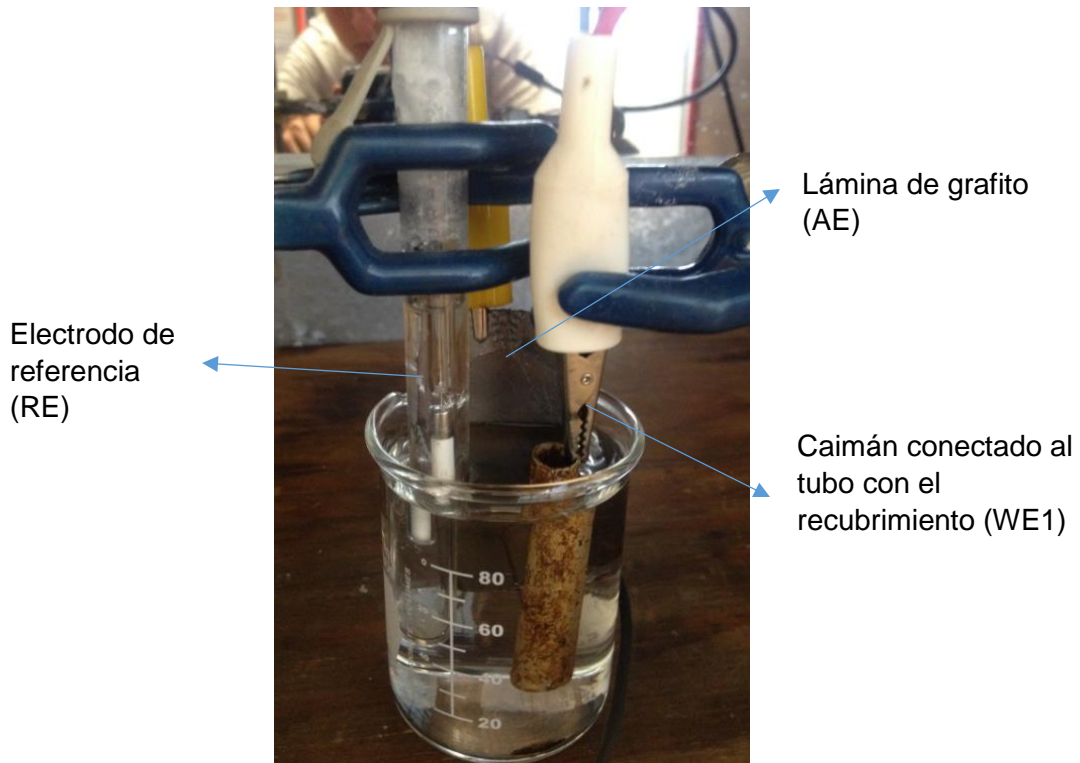


Figura 4.23. Celda electroquímica con tres electrodos, colocada dentro de una celda de Faraday.

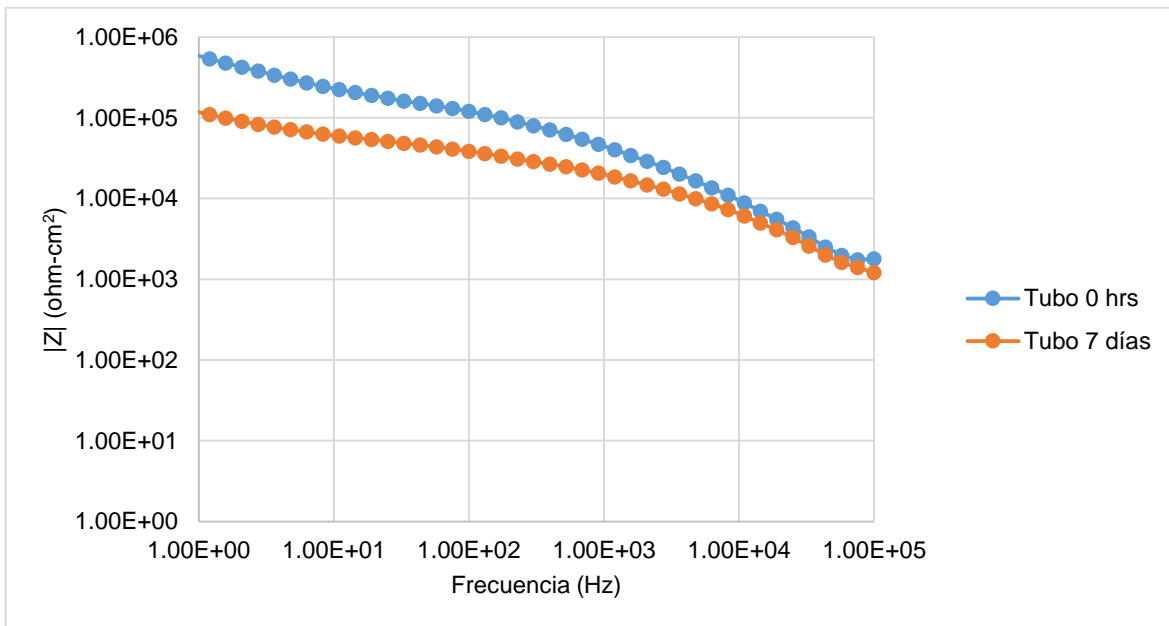


Figura 4.24. Gráfica Bode- $|Z|$ del tubo de aluminio real de los intercambiadores de calor con el recubrimiento final.

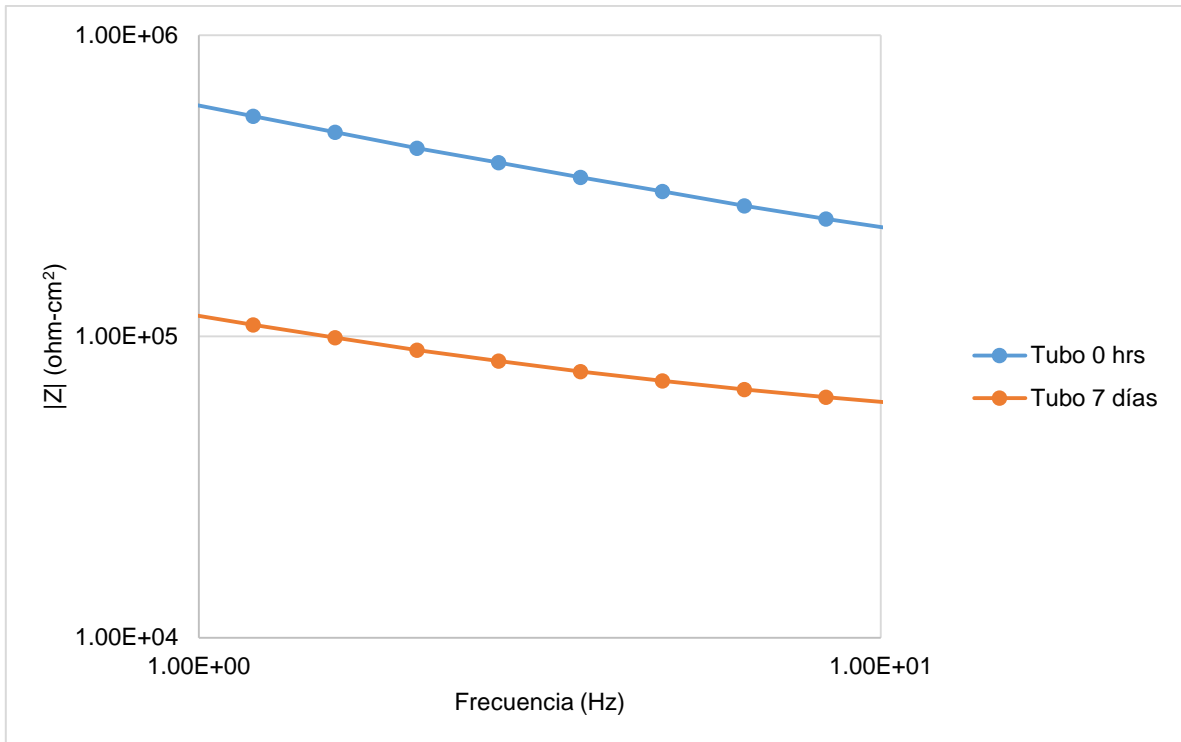


Figura 4.25. Acercamiento de la Figura 4.24 a bajas frecuencias en el rango de 1.00E+00 a 1.00E+01 Hz.

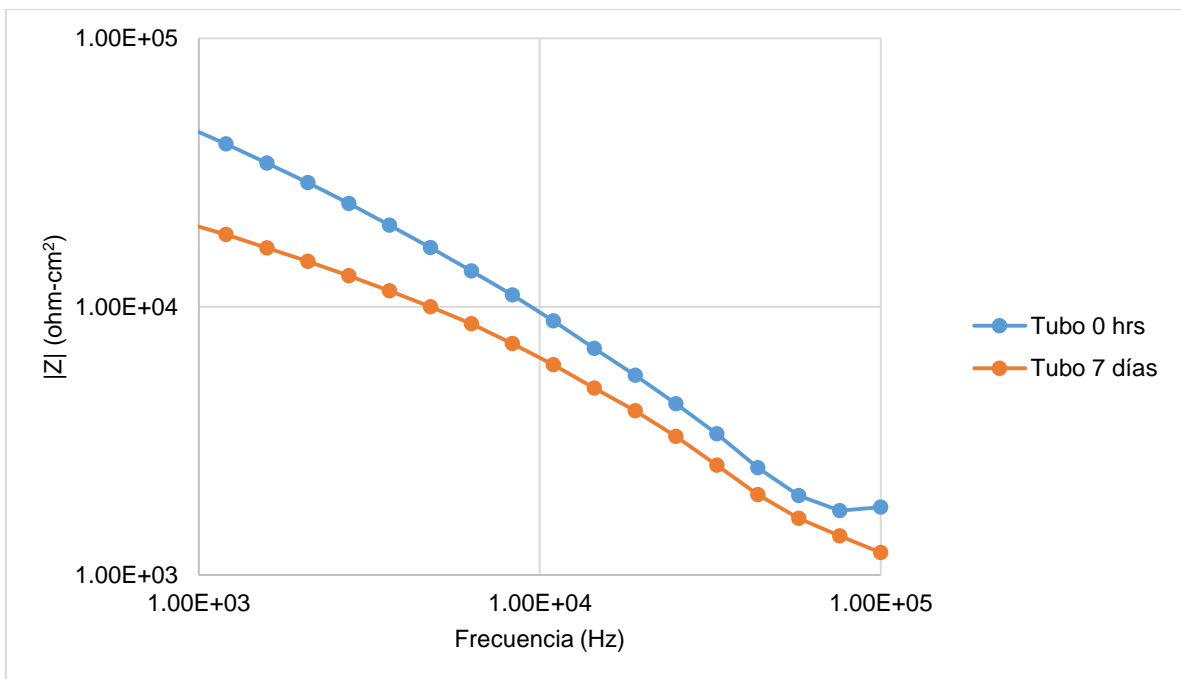


Figura 4.26. Acercamiento de la Figura 4.24 a altas frecuencias en el rango de 1.00E+03 a 1.00E+05 Hz.

A continuación en la Figura 4.27 se muestra una comparación de la probeta y el tubo con el recubrimiento con una probeta en blanco, todas estas bajo las mismas condiciones y un tiempo de 7 días de ensayo.

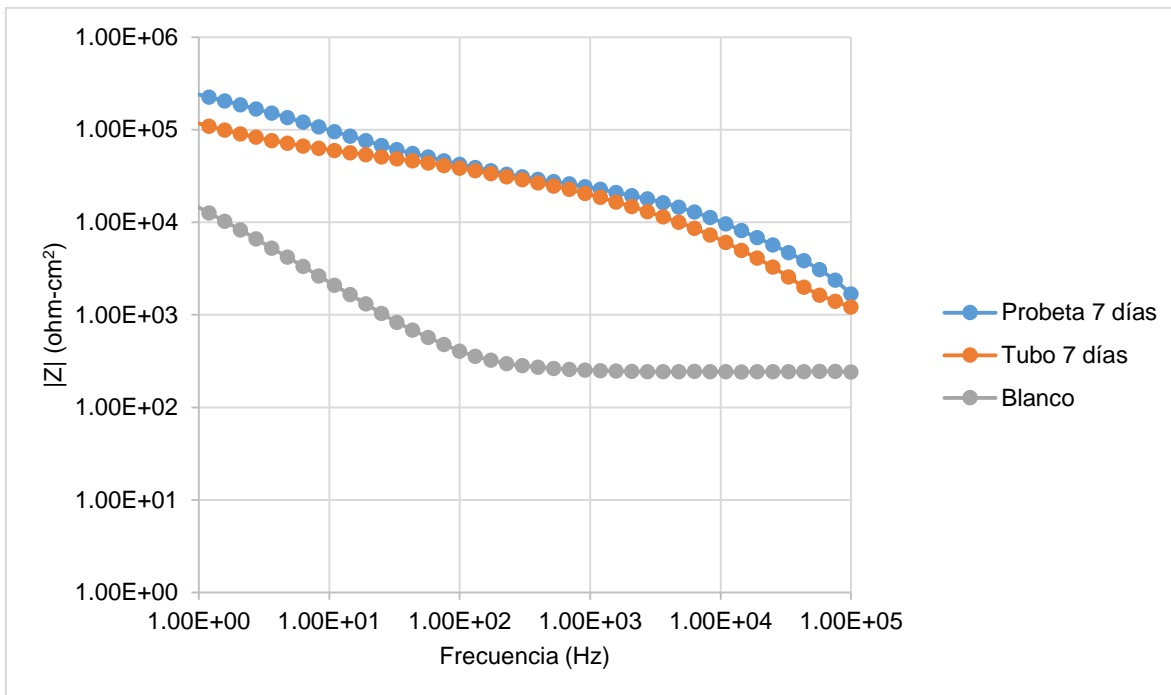


Figura 4.27. Gráfica Bode- $|Z|$ de una comparación de una probeta en blanco, tubo y probeta con el recubrimiento final.

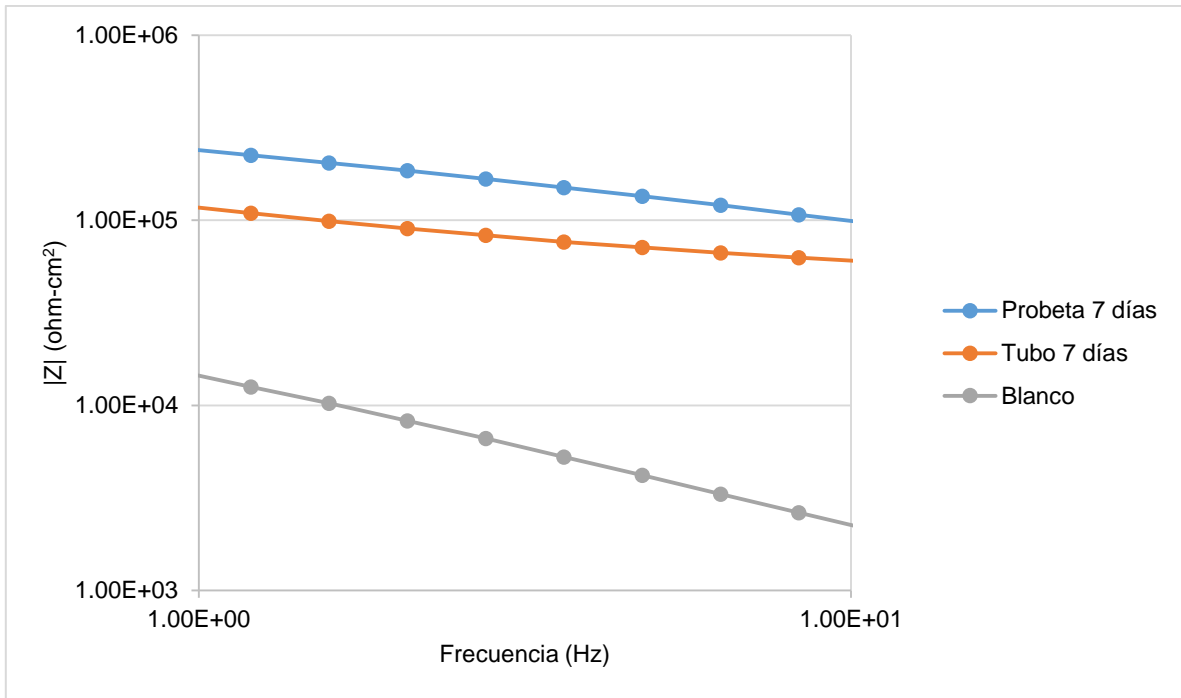


Figura 4.28. Acercamiento de la Figura 6.27 a bajas frecuencias en el rango de 1.00E+00 a 1.00E+01 Hz.

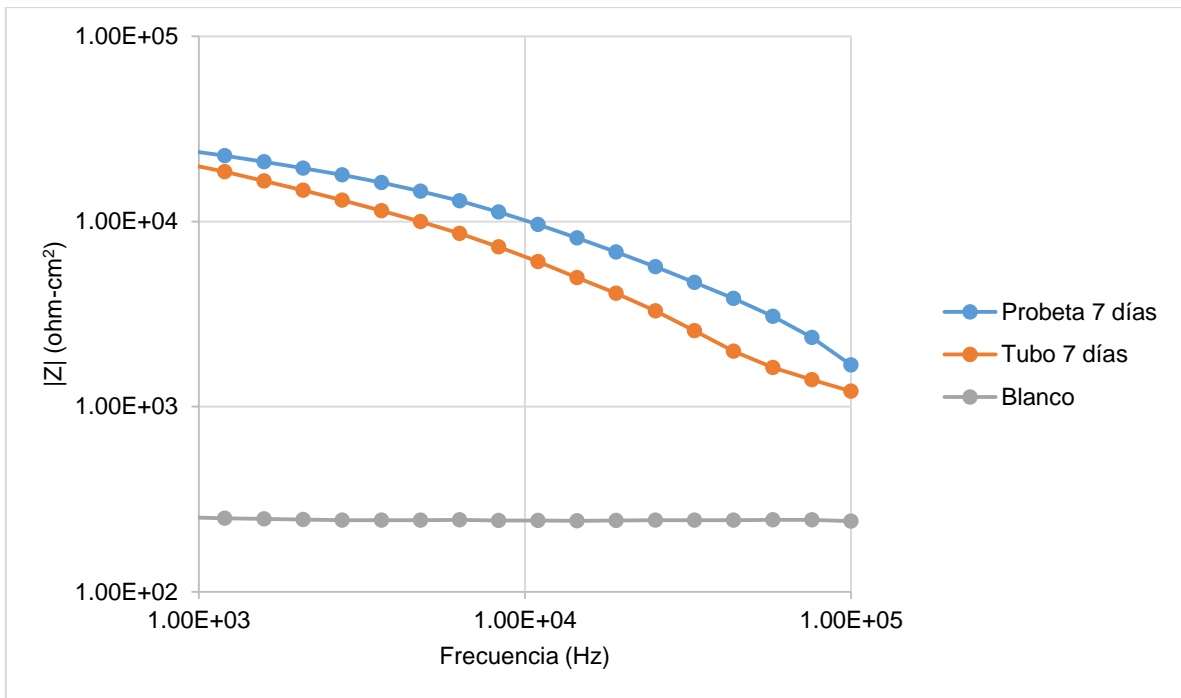


Figura 4.29. Acercamiento de la Figura 6.27 a altas frecuencias en el rango de 1.00E+03 a 1.00E+05 Hz.

Como se puede observar en las gráficas mostradas anteriormente hay una mejora notable en la impedancia final del sistema hidrofóbico. Además, otro punto importante es que la

resistencia del recubrimiento en el tubo es muy similar a la de la placa plana, con lo cual quiere decir que el sistema puede aplicarse a un sistema real cilíndrico.

4.5. Circuito Eléctrico Equivalente

Para realizar un análisis de los diferentes componentes electroquímicos involucrados en el sistema, se ajustará y modelará los resultados obtenidos con el circuito equivalente que simula el sistema bajo estudio (Figura 4.30), hay que tener cuidado al momento de emplear el circuito equivalente, debido que suelen existir un gran número de combinaciones numéricas capaces de generar una misma respuesta. El circuito equivalente que se emplee es usado para analizar los metales recubiertos. El primer circuito RC (resistencia-capacitancia) pertenece al recubrimiento y el otro circuito RC en paralelo al anterior pertenece al proceso de óxido-reducción.

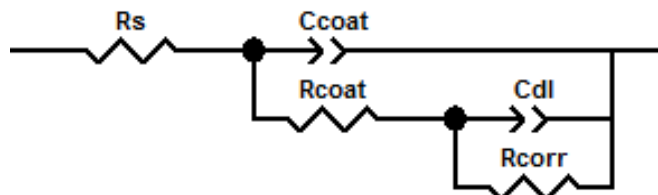


Figura 4.30. Circuito equivalente empleado para ajustar los resultados.

A continuación, se muestran los resultados de la probeta con el recubrimiento final del EIS, los cuales se analizaron con el software de ajuste, los resultados acerca del comportamiento del R_{coat} que es la resistencia del recubrimiento y del R_{corr} resistencia total del sistema se muestran a continuación.

En la Figura 4.31 se muestra la resistencia del recubrimiento en función del tiempo de la probeta con el recubrimiento final. Como se aprecia, la resistencia permanece constante con los mismos valores durante más de 40 días de ensayo, lo que indica estabilidad electroquímica del anodizado hidrofóbico.

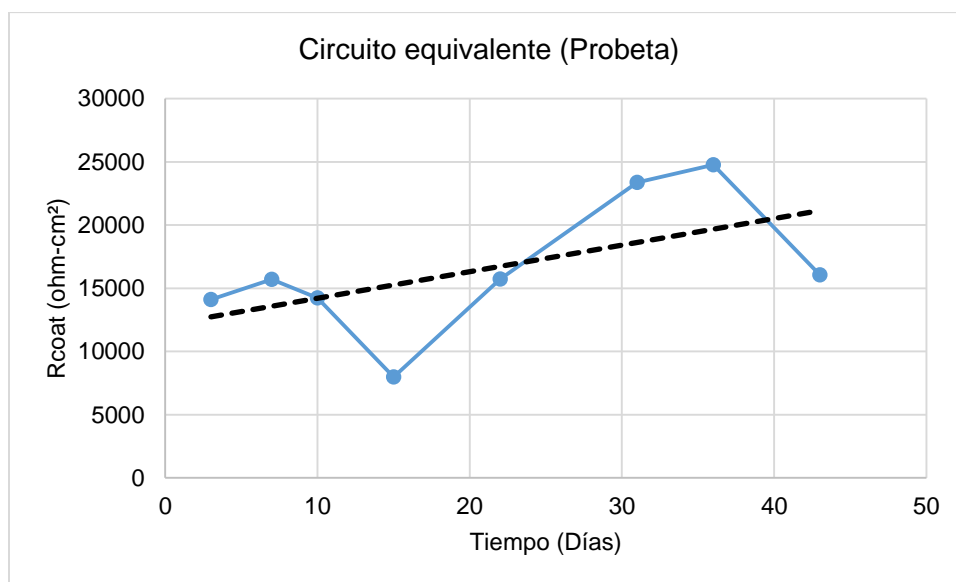


Figura 4.31. Datos del circuito equivalente

En la Figura 4.32 se muestra la resistencia de transferencia de carga del aluminio en función del tiempo. Como se aprecia en estos resultados la tendencia es incrementar ligeramente los valores de R_{corr} en función del tiempo de exposición, lo que indica que de forma paulatina aumenta la resistencia a la corrosión, es decir, el metal base se encuentra estable.

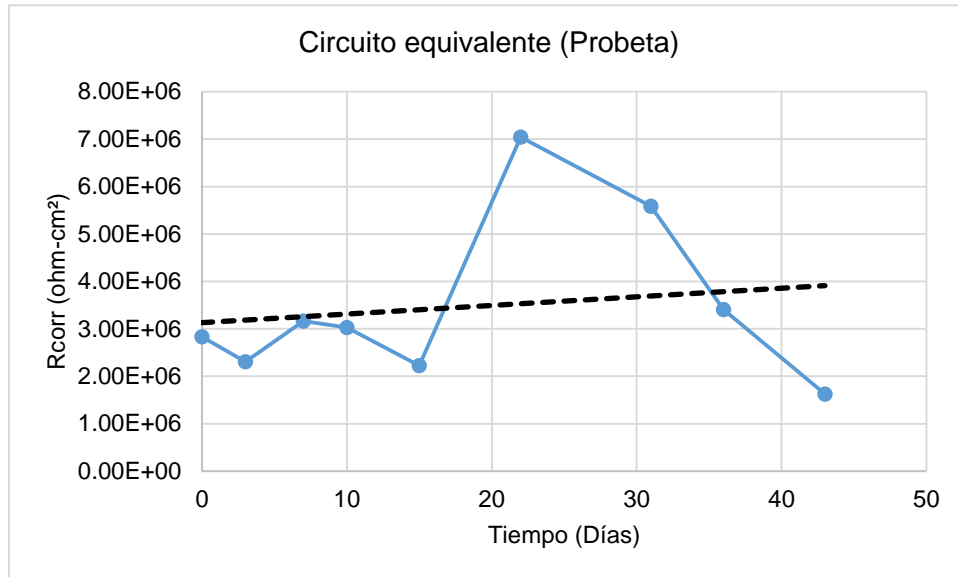


Figura 4.32. Datos del circuito equivalente

A continuación, se muestran los resultados del tubo con el recubrimiento con los resultados del EIS, analizados con el software de ajuste.

En la Figura 4.33 se muestra que la resistencia del recubrimiento en función del tiempo en el tubo disminuye, lo que indica una mayor degradación que en el caso de la placa.

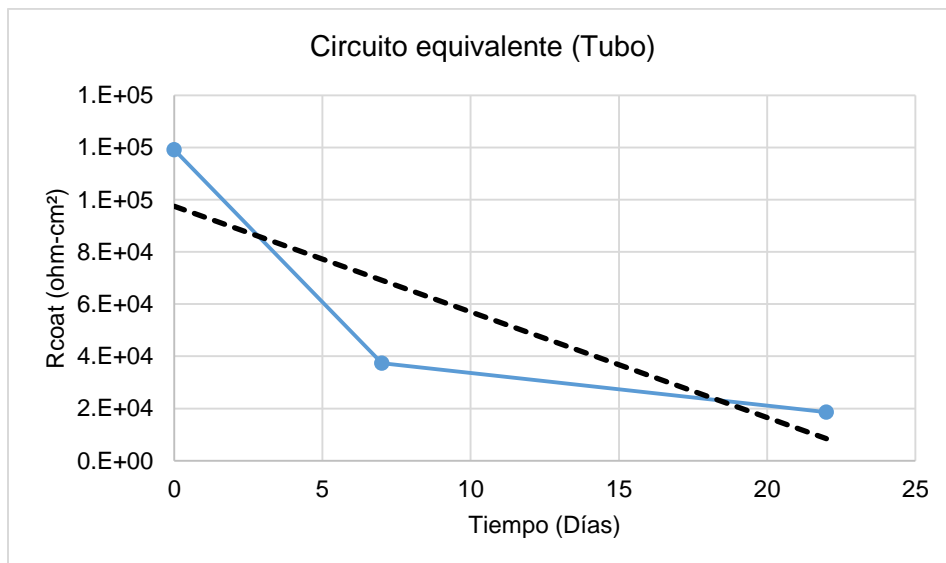


Figura 4.33. Datos del circuito equivalente

Finalmente en la Figura 4.34 se muestra la resistencia de transferencia del metal en función del tiempo de inmersión. Se aprecia que también este comportamiento parece disminuir con el tiempo obteniendo valores similares a los de la placa.

En términos generales se aprecia el efecto positivo del anodizado hidrofóbico sobre la placa de aluminio a largos tiempos de inmersión en medio salino. El sistema de tubo provee una ligera disminución en los valores obtenidos posiblemente atribuidos a la heterogeneidad del espesor del anodizado, es decir, en una placa plana es fácilmente controlable las condiciones de anodizados pero en una cavidad cilíndrica larga las condiciones varían.

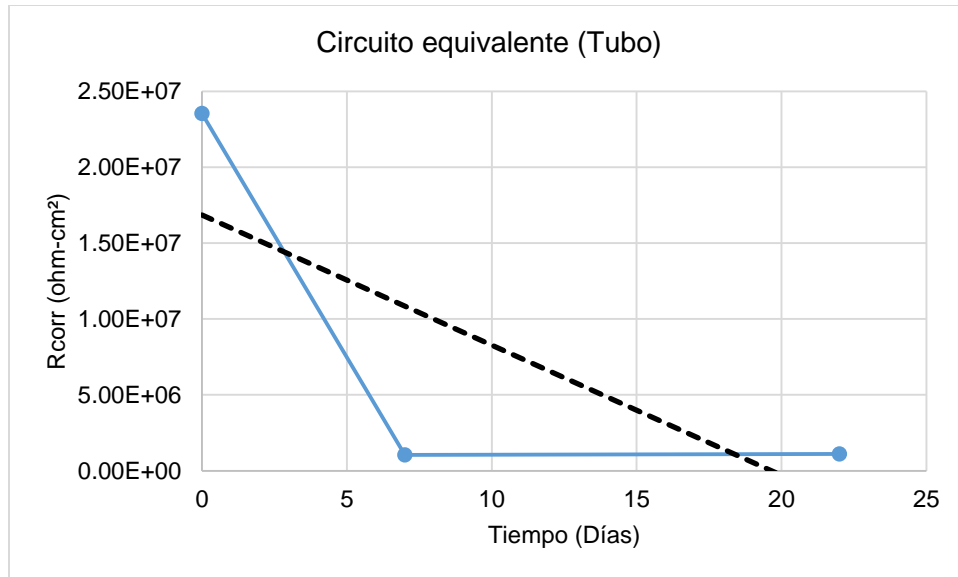


Figura 4.34. Datos del circuito equivalente

Capítulo 5

Conclusiones

5. Conclusiones

- La preparación superficial de las probetas, previo al anodizado, es un factor indispensable ya que si la superficie no presenta una adecuada rugosidad, limpieza (quitar impurezas), la capa anódica no crecerá de manera uniforme y con esto afectará la adherencia del óxido generado sobre el sustrato.
- Con el decapado se logró retardar la aparición de óxido natural que se formó en contacto con el medio ambiente, por lo que es conveniente eliminar profundamente el óxido con dos disoluciones (NaOH y HNO₃).
- El proceso del anodizado convencional realizado con el electrolito NaO₃V con H₂SO₄ cumplió con las expectativas, tuvo una mejora ligeramente superior a la consultada en la literatura, ya que generó una mayor resistencia del anodizado del aluminio, lo que se traduce en una resistencia a la corrosión en presencia de un medio corrosivo.
- Al momento de hacer la incorporación del fluoropolímero y someterlo a una corriente eléctrica (electrólisis) se pudo observar que el fluido reacciona ante el flujo de carga, es decir, favoreció la formación de coloides, lo cual mejoró en la incorporación y obtención de una película delgada hidrofóbica.
- Por medio de las pruebas de impedancia electroquímica se verificó que el sistema de anodizado (con el electrolito NaO₃V con H₂SO₄) con la incorporación del fluoropolímero mejoró y aumentó el comportamiento y la resistencia a la corrosión del aluminio en medio salino que simula las condiciones de concentración de un pozo geotérmico.
- La medición del ángulo de contacto constató que las superficies anodizadas finales desarrollaron un sistema altamente hidrofóbico ya que los ángulos de contacto obtenidos dieron valores superiores de 120°.
- La aplicación y desarrollo del sistema de anodizado con fluoropolímero hidrofóbico pudo realizarse en un tubo real de intercambiador de calor, obteniendo valores similares de resistencia a la corrosión que en el caso de placas planas, lo que se traduce que la propuesta de anodizado hidrofóbico puede escalarse a un sistema real industrial.

Capítulo 6

Bibliografía

6. Bibliografía

- [1] Luis Bilurbina Alter, Francisco Liesa Mestres, José Ignacio Iribarren Laco, Corrosión y Protección, EDICIONS UPC, Primera Edición: Octubre de 2003.
- [2] Juan Genescá y Vianey Torres, Introducción a la corrosión, Dpto. Ingeniería Metalúrgica. Facultad de Química. UNAM. Ciudad Universitaria 04510 México D.F.
- [3] M.^a Carmen Andrade, Sebastián Feliu, Corrosión y Protección Metálicas Vol. 1, Consejo Superior de Investigaciones Científicas, Madrid, 1991.
- [4] José A. González Fernández, Control de la Corrosión: Estudio y Medida por Técnicas Electroquímicas, Consejo Superior de Investigaciones Científicas, Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas, Madrid, 1989.
- [5] José A. González Fernández, Teoría y Práctica de la Lucha Contra la Corrosión, Consejo Superior de Investigaciones Científicas, Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas, Madrid, 1984.
- [6] Ramesh K. Shah, Dušan P. Sekulić, Fundamentals of Heat Exchanger Desing, John Wiley & Sons, Inc.
- [7] <http://www.hrs-heatexchangers.com/es/recursos/factores-de-ensuciamiento-en-intercambiadores-de-calor.aspx>.
- [8] <https://procesosbio.wikispaces.com/file/view/intercambiadores+de+calor.pdf>.
- [9] Mauricio Wilches Zúñiga, Luis Fernando Ruiz Monsalve, Mauricio Hernández Valdivieso, Bioingeniería VI, Fundamentos de Instrumentación para la Química Clínica y las Radiaciones Ionizantes, Editorial Universidad de Antioquia, Primera Edición: Marzo de 2007.
- [10] Alfonso Clavijo Díaz, Fundamentos de Química Analítica, Equilibrio Iónico y Análisis Químico, Universidad Nacional de Colombia, Sede Bogotá, Primera Edición 2002.
- [11] Javier Ávila, Joan Genescá, Más Allá de la Herrumbre II. La Lucha Contra la Corrosión.
- [12] Javier Ávila, Joan Genescá, Más allá de la herrumbre I, Fondo de Cultura Económica, Primera Edición, 1987.
- [13] W. Hufnagel, Manual del Aluminio, Segunda Edición, Editorial Reverté, S. A. 1992.
- [14] Sina Ebnesajjad, Ph. D., Pradip R. Khaladkar, Fluoropolymers Applications in Chemical Processing Industries, Editor PDL Fluorocarbon Series.
- [15] Derek M. Brewis, Ralf H. Dahm, Adhesion to Fluoropolymers, Rapra Review Reports, Volumen 16, Number 3, 2006.

- [16] Enrique Giménes, Luis Cabedo, José María Lagarón (eds.), Nuevos Retos en Materiales Poliméricos, COL-LECCIÓ TREBALLS D'INFORMÀTICA I TECNOLOGIA NUM. 30., Universitat Jaume I.
- [17] A. M. Colliou, D. J. Powney, Propiedades Mecánicas y Térmicas de los Materiales, Editorial Reverté, S. A. 1997.
- [18] Evaluación de propiedades fisicoquímicas de sustratos. http://sedici.unlp.edu.ar/bitstream/handle/10915/2685/4_-_Evaluaci%C3%B3n_de_propiedades_fisicoqu%C3%ADmicas_de_sustratos.pdf?sequence=9.
- [19] http://www.icmm.csic.es/grupos/wp-content/uploads/2009/02/gago_cap19.pdf
- [20] Juan Mendoza Flores, Rubén Durán Romero, Joan Genescá Llongueras, Espectroscopía de Impedancia Electroquímica en Corrosión, Facultad de Química, UNAM.
- [21] Frank Walsh, Un primer curso de ingeniería electroquímica, Editorial Club Universitario
- [22] Estudio y caracterización del anodizado en aleaciones de aluminio AA2024-T3 para la incorporación de recubrimientos sol-gel. <http://132.248.9.195/ptd2014/octubre/305228055/305228055.pdf#search=%22anodizado%22>
- [23] Emilio Llorente Gómez, Minería Química, Instituto Tecnológico Geominero de España, 1991.
- [24] Sara Aldabe, Pedro Aramendía, Laura Lacreu, Química 1: Fundamentos, Ediciones Colihue.

Capítulo 7

Anexos

7. Anexos

7.1. Anexo A

La Figura 7.1 nos muestra un seguimiento del recubrimiento en la probeta por un tiempo de 105 días (2520 horas), el motivo por el cual se hizo es para observar el comportamiento ante un medio salino, a pesar de estar sometido por cierto lapso de tiempo la reacción del recubrimiento se considera bueno debido a que no disminuye notoriamente.

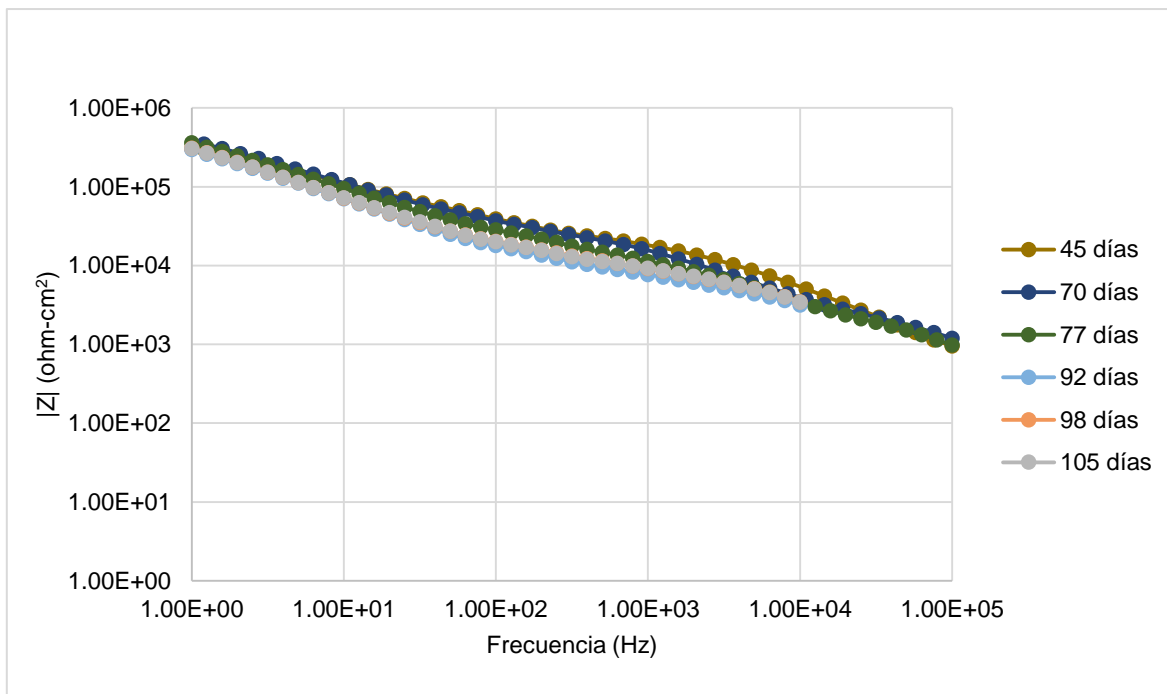


Figura 7.1. Gráfica Bode- $|Z|$ por un tiempo de 45 días a un tiempo de 105 días, sometiendo la probeta previamente anodizada y con una película delgada de fluoropolímero a un medio salino Na_2SO_4

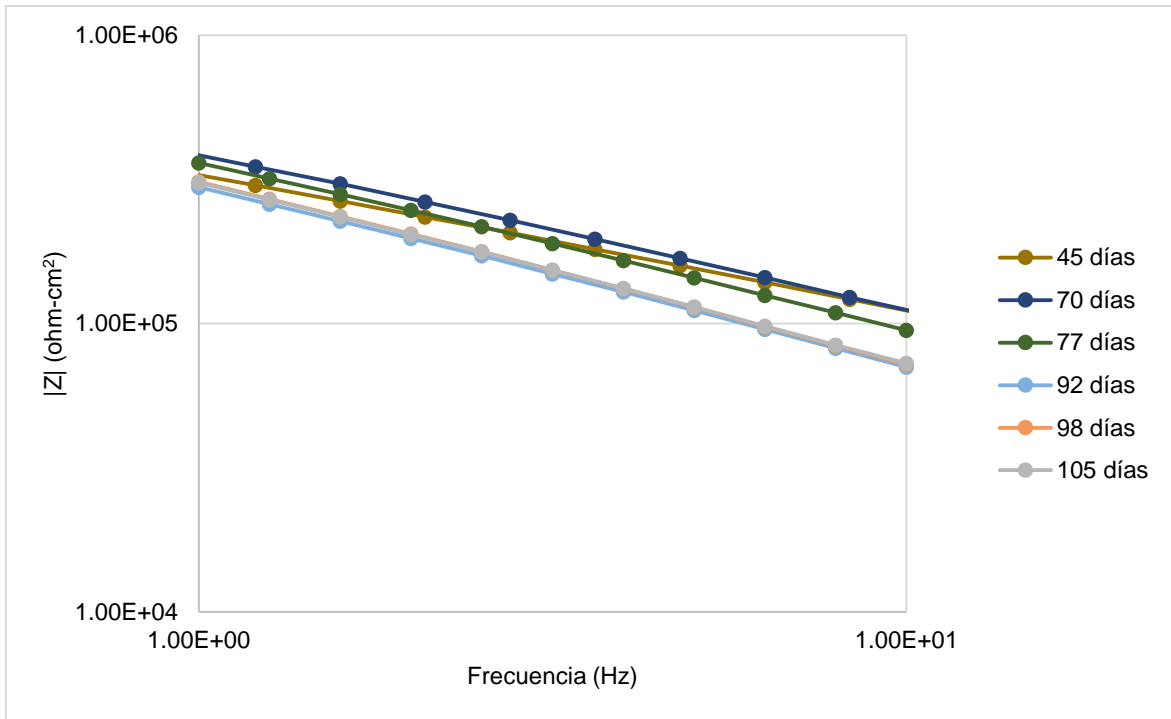


Figura 7.2. Acercamiento de la Figura 7.1 a bajas frecuencias en el rango de $1.00\text{E}+00$ a $1.00\text{E}+01$ Hz.

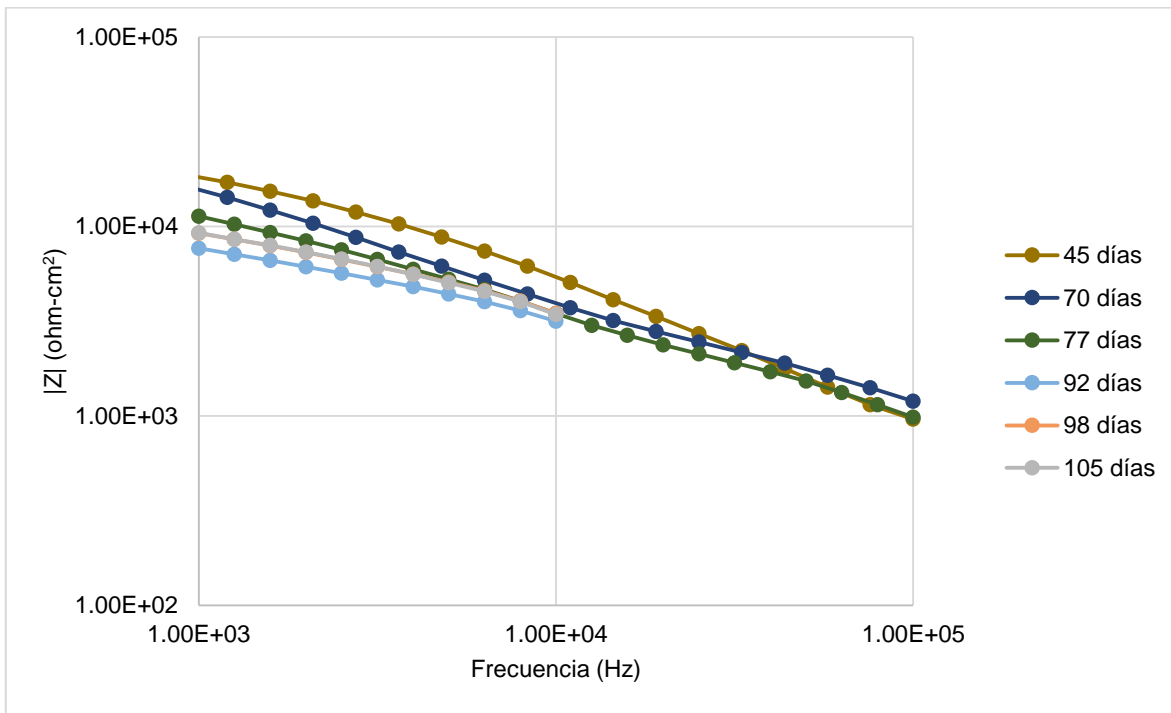


Figura 7.3. Acercamiento de la Figura 7.1 a altas frecuencias en el rango de $1.00\text{E}+03$ a $1.00\text{E}+05$ Hz.

7.2. Anexo B

En este anexo se muestra los resultados de espectroscopía de impedancia electroquímica, se realizaron varios procesos para la incorporación del fluoropolímero en la probeta de aluminio. Las condiciones del anodizado con el electrolito (NaO_3V con H_2SO_4) fue a las mismas condiciones de amperaje que se realizó anteriormente.

En la Figura 7.4 se muestra una probeta con un anodizado con una proporción 50% electrolito (NaO_3V con H_2SO_4) y 50% fluoropolímero a 0.051 Amperes, en la cual se puede apreciar que mezclando el fluoropolímero con el electrolito de trabajo no favoreció con el crecimiento de la capa anódica.

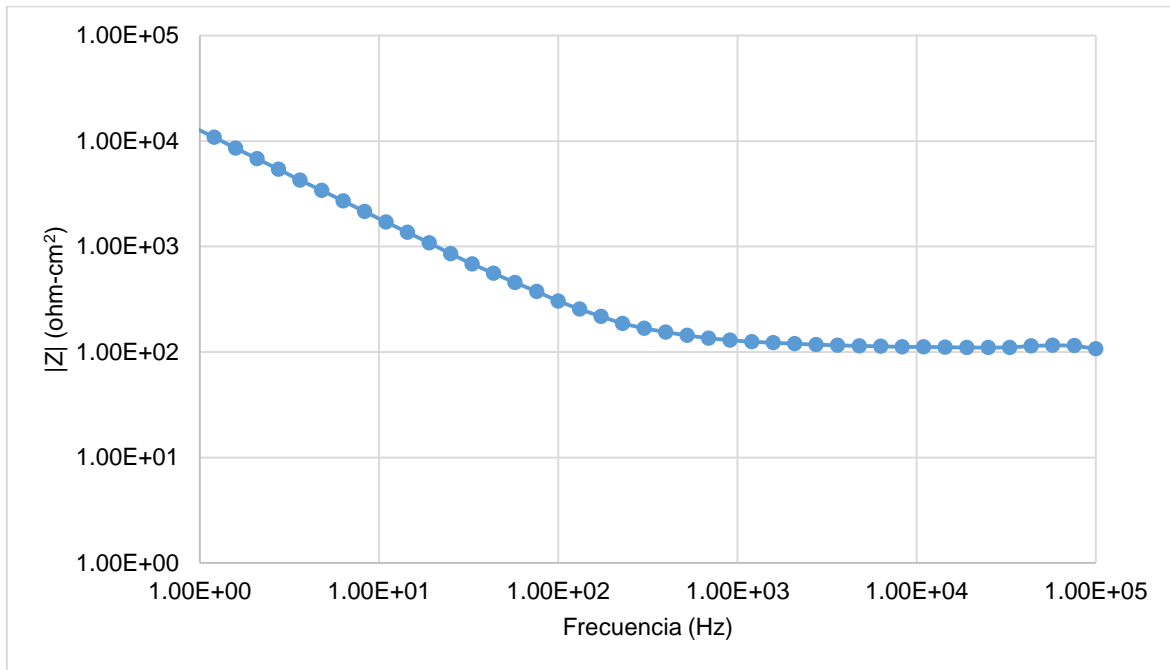


Figura 7.4. Gráfica Bode- $|Z|$.

En la Figura 7.5 se muestra una probeta con una hora de anodizado y una hora de anodizado con fluoropolímero a 0.005 Amperes, con sellado, en la cual se observa que no hay aumento de la capa anódica, esto es debido a que con el anodizado con el fluoropolímero la capa anódica creada previamente se desprendió.

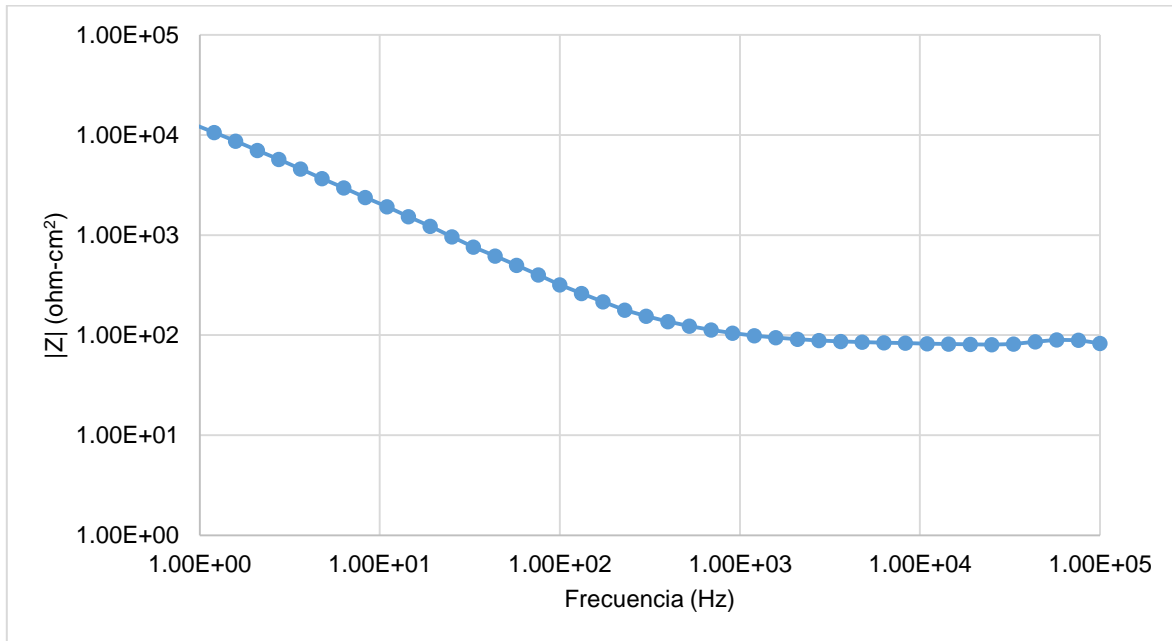


Figura 7.5. Gráfica Bode- $|Z|$.

En la Figura 7.6 se muestra una probeta una hora de anodizado y una hora de anodizado con fluoropolímero a 0.005 Amperes cambiando polaridad, con sellado, a pesar de haber cambiado la polaridad de la intensidad de corriente el desprendimiento del anodizado con el electrolito fue inevitable.

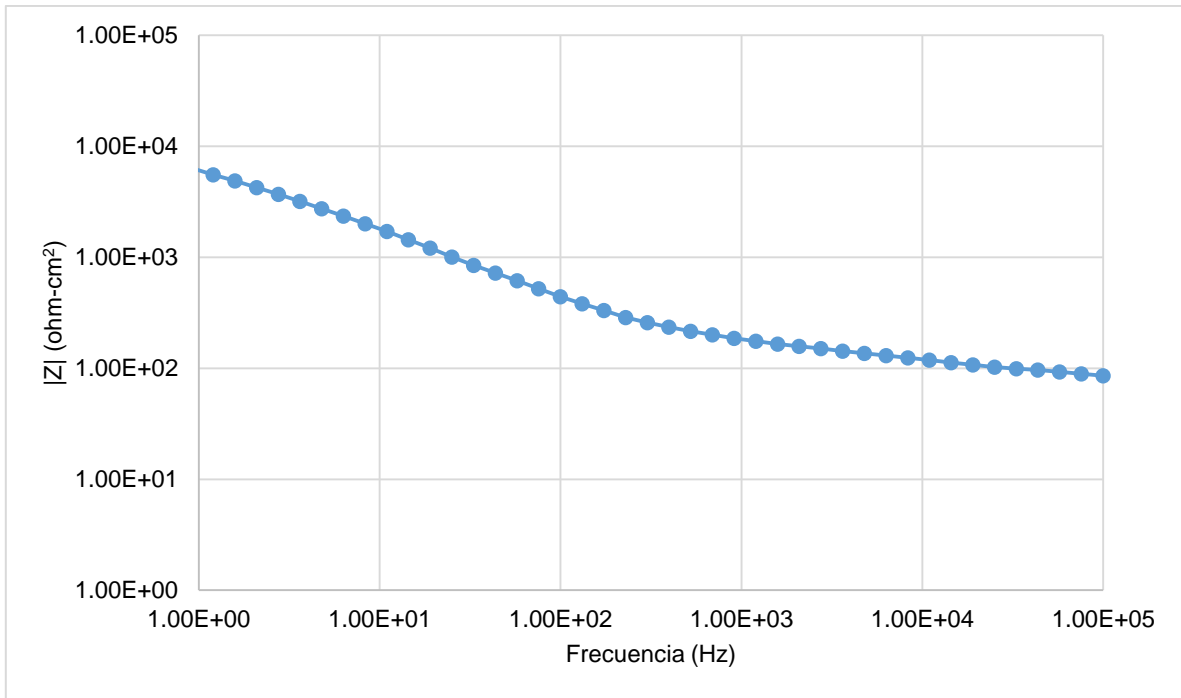


Figura 7.6. Gráfica Bode-|Z|.

En la Figura 7.7 se muestra una probeta una hora de anodizado y 30 minutos de anodizado con fluoropolímero untado de forma uniforme en forma de coloides cambiando la polaridad, con sellado, se puede observar que con un tiempo menos de anodizado con fluoropolímero el resultado en alta frecuencia los resultados fueron más bajos.

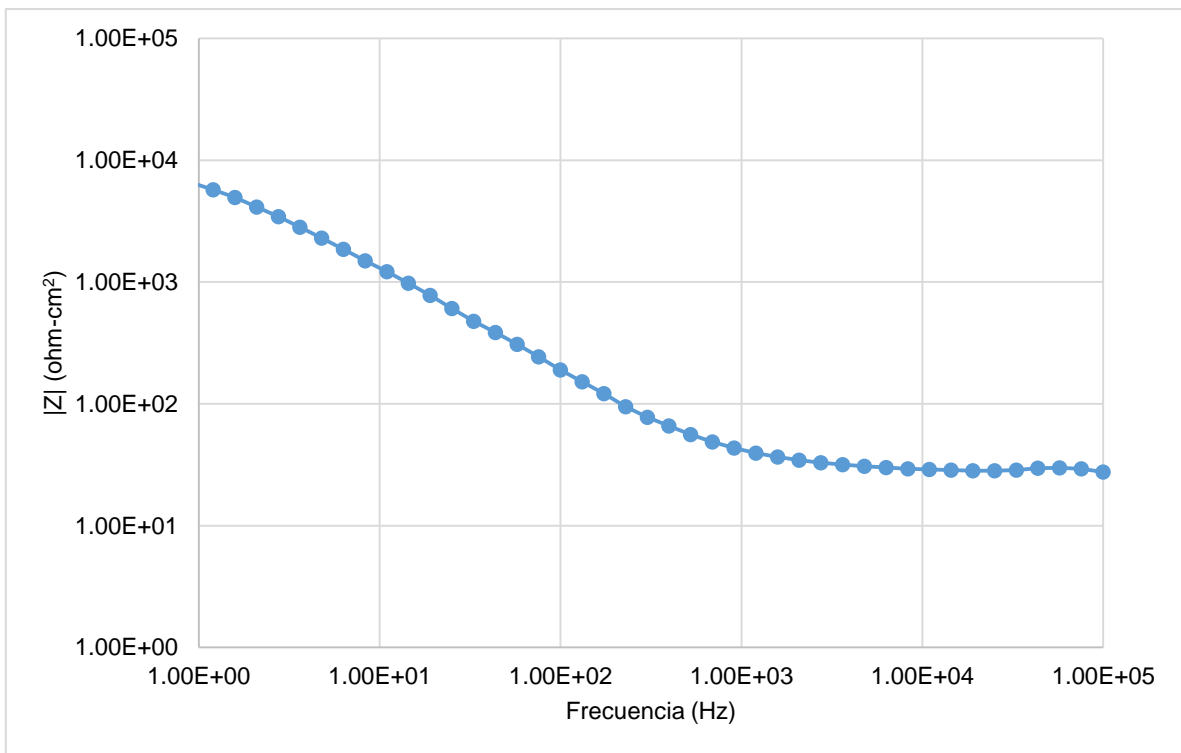


Figura 7.7. Gráfica Bode-|Z|.

En la Figura 7.8 se muestra una probeta una hora de anodizado y 30 minutos de anodizado con fluoropolímero, con sellado.

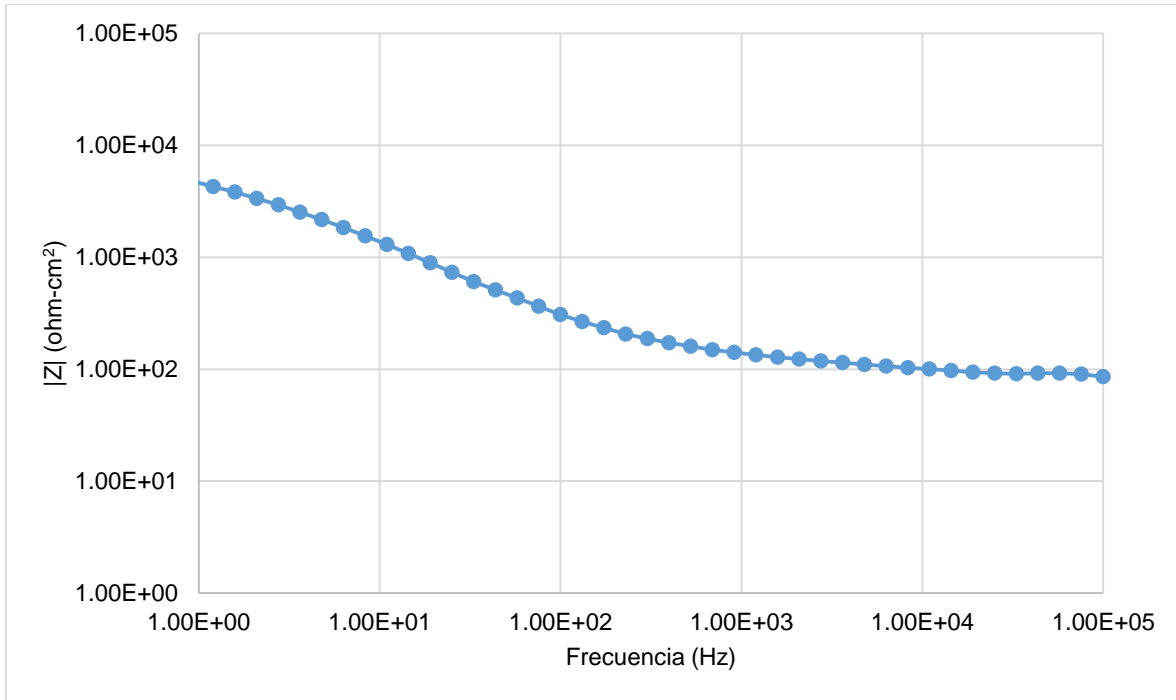


Figura 7.8. Gráfica Bode- $|Z|$.

En la Figura 7.9 se muestra una probeta una hora de anodizado, untando el fluoropolímero en forma de coloides, 15 minutos de autoclave, con sellado

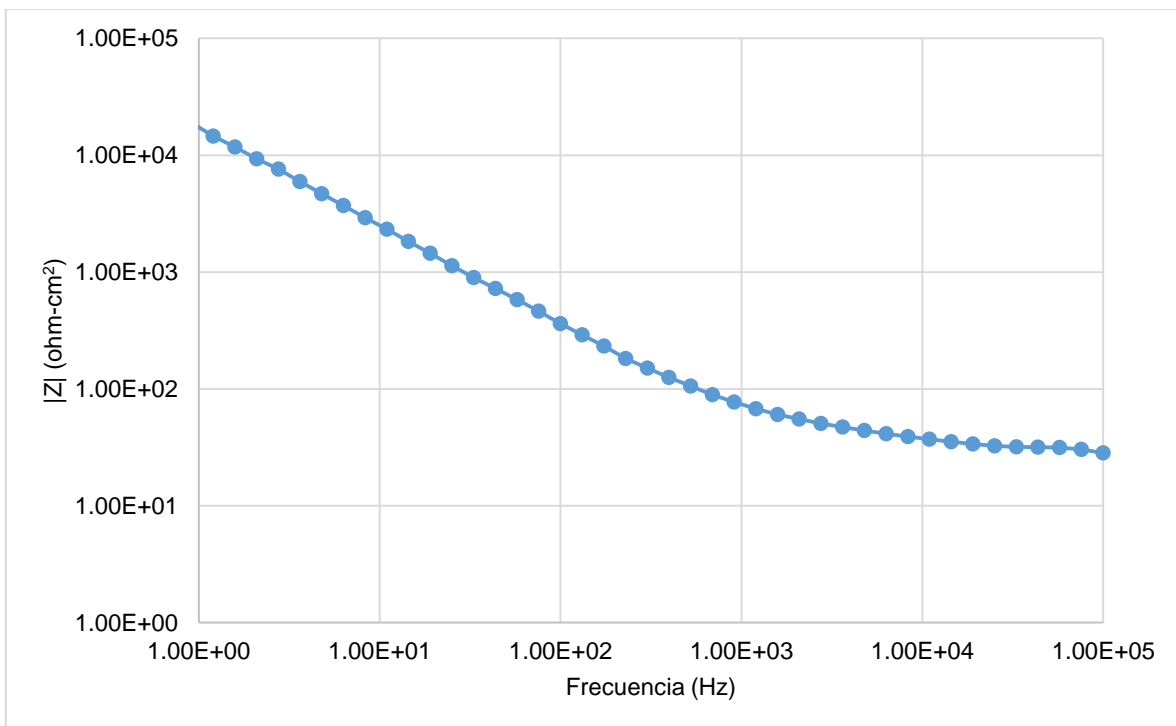


Figura 7.9. Gráfica Bode- $|Z|$.

En la Figura 7.10 se muestra una probeta una hora de anodizado, untando el fluoropolímero en forma de coloides y 15 minutos de autoclave, una hora de anodizado, 15 minutos de autoclave, una hora de anodizado, con sellado

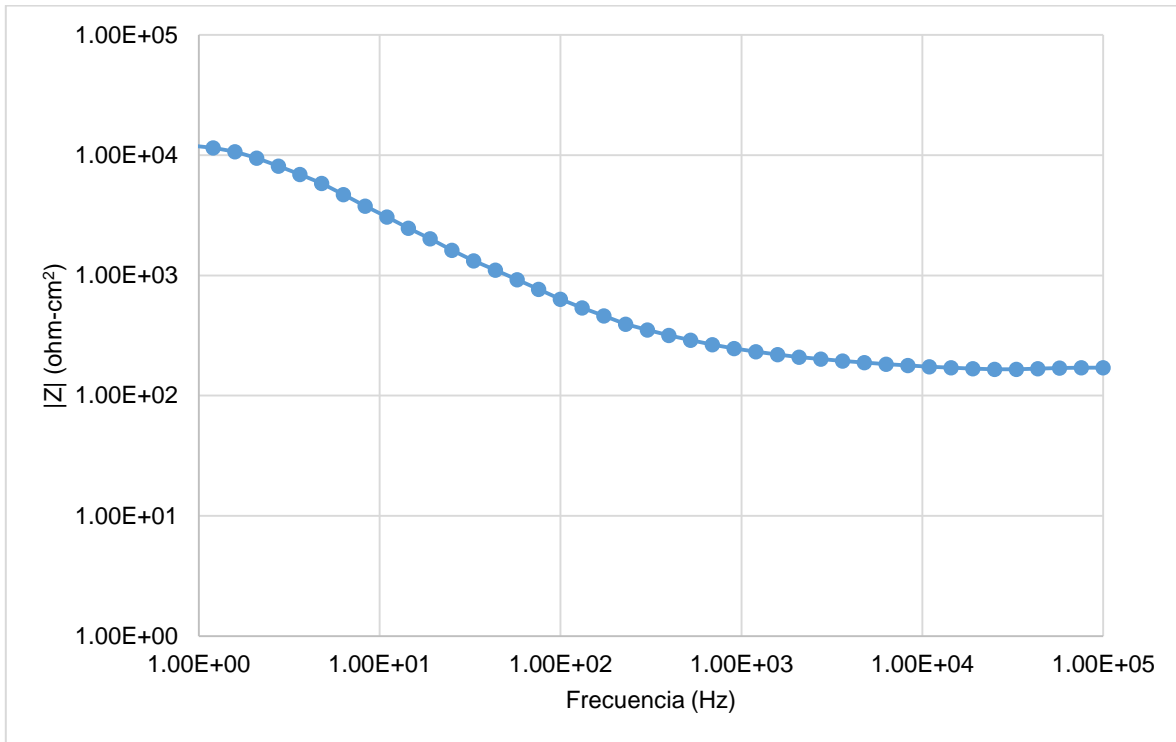


Figura 7.10. Gráfica Bode- $|Z|$.

En la Figura 7.11 se muestra una probeta una hora de anodizado, untando el fluoropolímero en forma de coloides, 15 minutos de autoclave, una hora de anodizado, con sellado

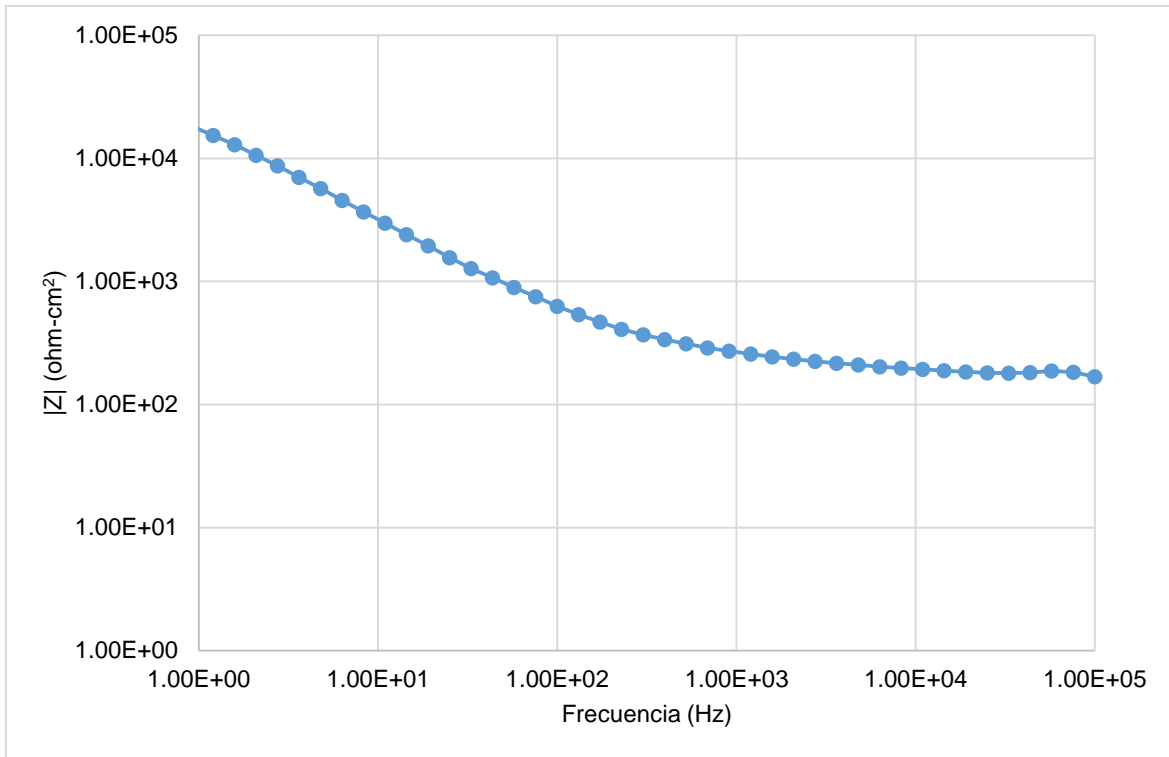


Figura 7.11. Gráfica Bode- $|Z|$.

En la Figura 7.12 se muestra una probeta una hora de anodizado, untando el fluoropolímero en forma de coloides, 15 minutos de autoclave, 30 minutos de anodizado, con sellado

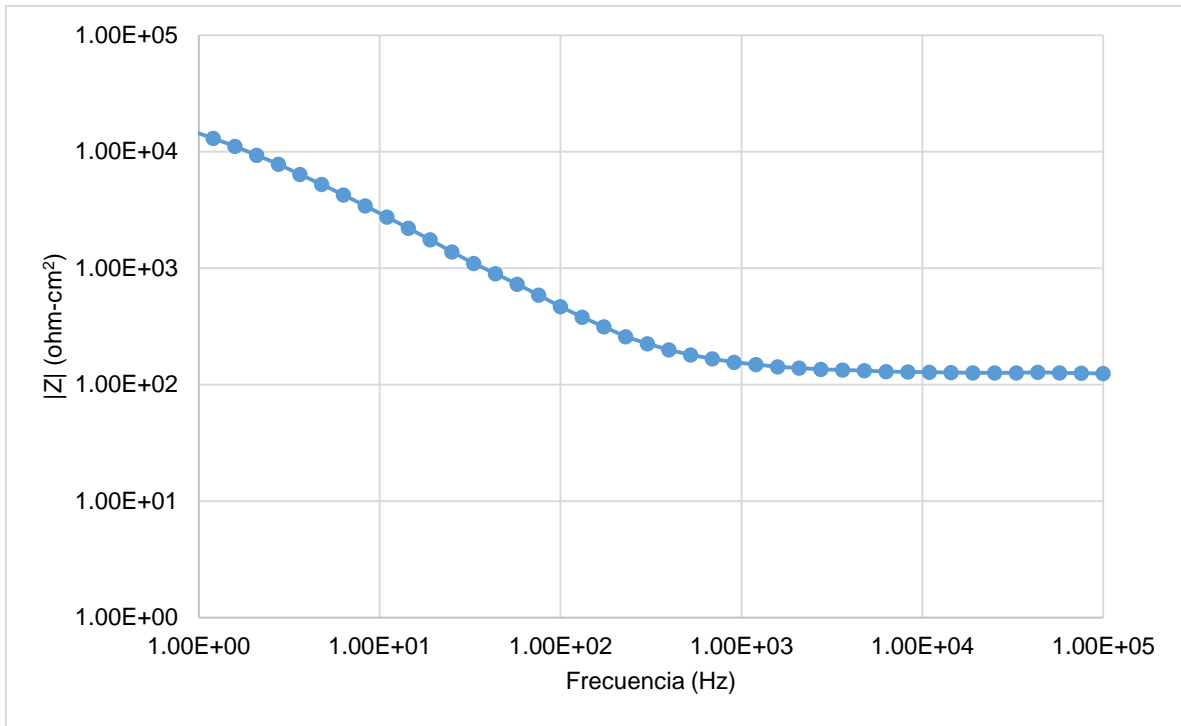


Figura 7.12. Gráfica Bode- $|Z|$.

En la Figura 7.13 se muestra una probeta una hora de anodizado con fluoropolímero a 0.005 Amperes, una hora de anodizado, con sellado

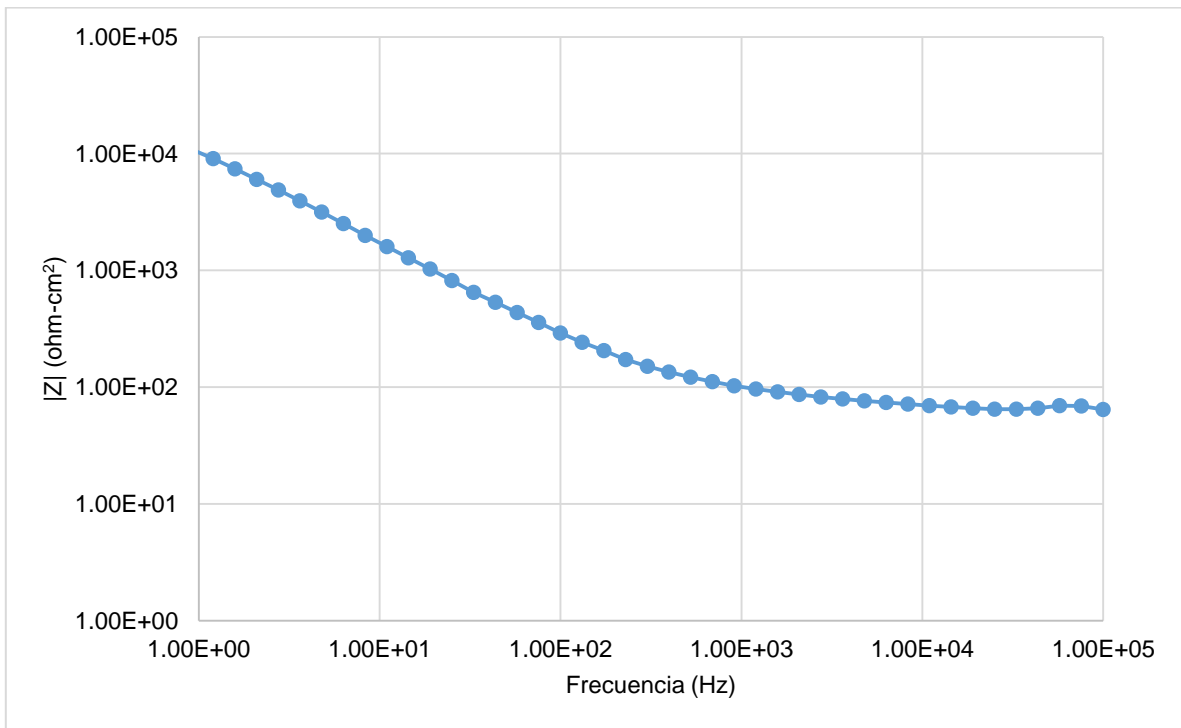


Figura 7.13. Gráfica Bode- $|Z|$.

En la Figura 7.14 se muestra una probeta con 30 minutos de anodizado, 30 minutos de anodizado untando el fluoropolímero en forma de coloides cambiando polaridad, con sellado

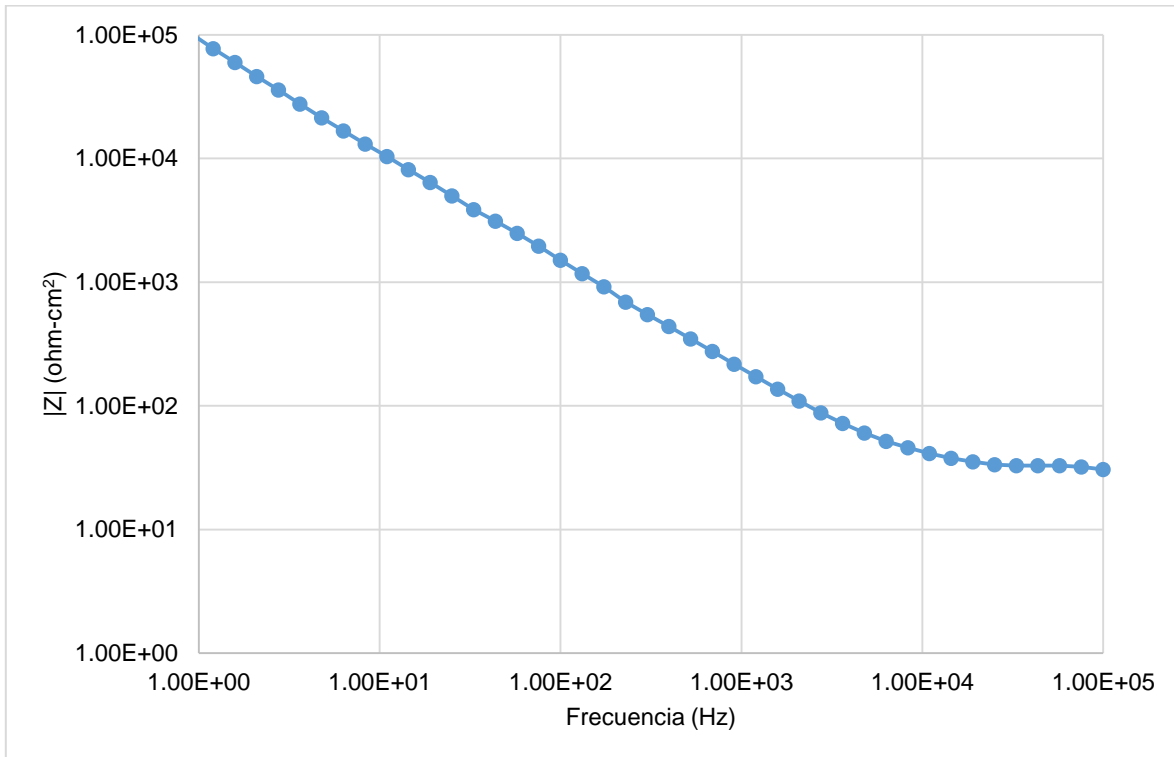


Figura 7.14. Gráfica Bode-|Z|.

En la Figura 7.15 se muestra una probeta con 30 minutos de anodizado, 45 minutos de anodizado con fluoropolímero a 0.005 Amperes, 45 minutos de anodizado, con sellado

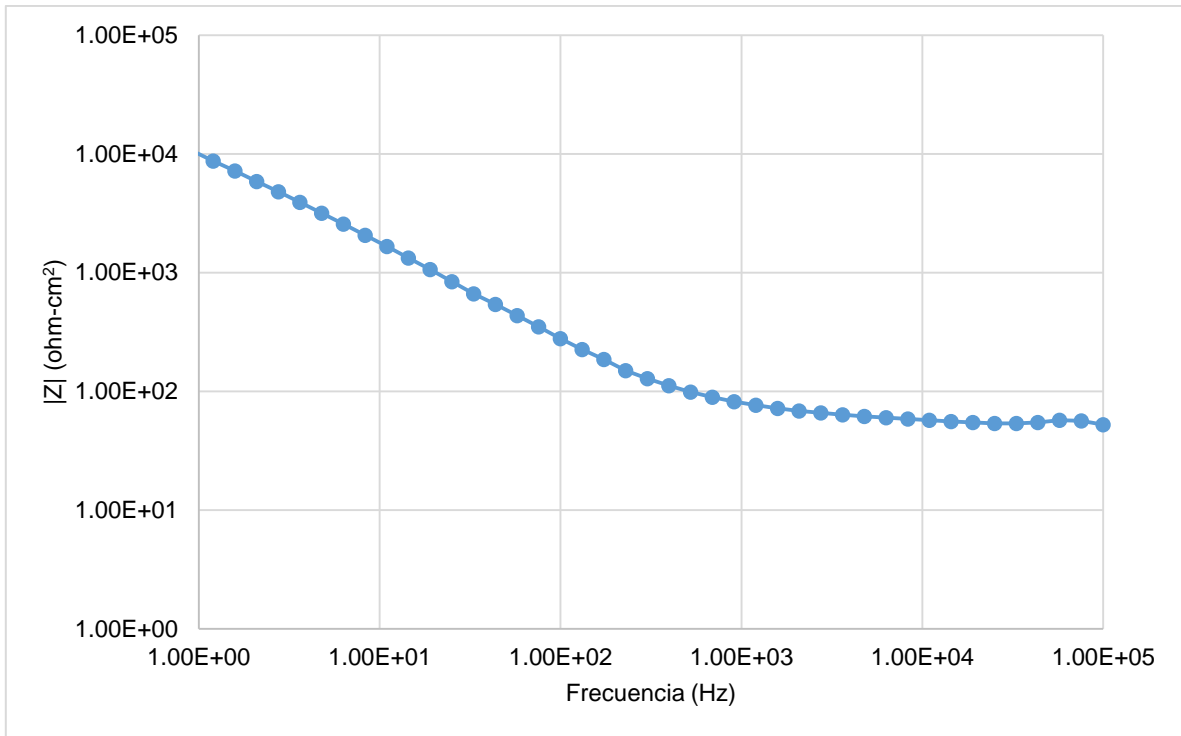


Figura 7.15. Gráfica Bode- $|Z|$.