

López Domínguez Daniel¹, Arrieta González Cinthya Dinorah¹, González Juárez Edgar¹, García Hernández Edgar¹, Castañeda Robles Iván Erick²

¹ Tecnológico Nacional de México (TecNM)/Instituto Tecnológico de Zacatepec (ITZ), División de Estudios de Posgrado e Investigación; Departamento de Ingeniería Química y Bioquímica, Calzada Tecnológico No. 27, C.P. 62780, Zacatepec de Hidalgo, Morelos, México.

² Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, Instituto de Ciencias Básicas e Ingeniería; Área Académica de Ingeniería y Arquitectura, Av. Emiliano Zapata No. 1000 Col. Javier Rojo Gómez, C.P. 42030, Pachuca de Soto, Hidalgo, México.

Introducción

La protección superficial de los materiales contra la corrosión mediante la aplicación de recubrimientos o películas protectoras ha tenido un enorme desarrollo. Dichos recubrimientos actúan como una barrera frente a la difusión de los agentes oxidantes, aislando el metal y evitando su acumulación sobre la superficie [1]. Sin embargo, algunos problemas serios podrían presentarse en su uso práctico, debido a la variedad y complejidad de ambientes corrosivos. Esto favorece a los estudios que apuntan a desarrollar recubrimientos de una mejor calidad para usos anticorrosivos [2]. Cabe mencionar que existen recubrimientos metálicos, poliméricos y cerámicos, pero nos enfocaremos particularmente en el estudio de los recubrimientos de materiales compuestos. Los materiales compuestos son materiales con múltiples fases que conservan parcialmente las propiedades de sus sistemas que los constituyen y que están diseñados para que presenten la combinación de las propiedades más favorables [3].

Metodología

- Obtención del compuesto quitosano-polipirrol-SiO₂

El compuesto Cs-PPy-SiO₂ se obtuvo por polimerización oxidativa del pirrol en una solución de quitosano en ácido acético al 1%. Las nanopartículas de SiO₂ se dispersaron en la solución seguida de la adición de la sal para tolueno sulfonato de sodio (PT-S). Posteriormente el pirrol se adiciona a la solución con la inmediata aplicación de gotas de cloruro férrico FeCl₃ como agente oxidante para promover la polimerización oxidativa y obtener el PPy. El compuesto resultante se filtra y se lava con etanol para remover los oligómeros y el oxidante.

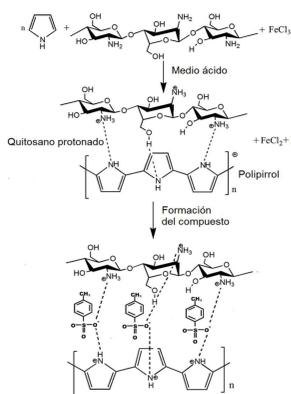
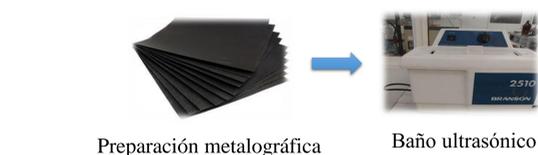


Figura 1. Mecanismo de la polimerización in situ del pirrol en solución de quitosano nanopartículas de SiO₂.

- Preparación metalográfica de las probetas.



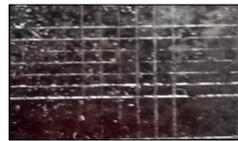
- Deposición del recubrimiento.



Resultados y discusión

- Adherencia.

En la figura 2, se muestran los resultados de la prueba de adherencia del recubrimiento, que de acuerdo a la ASTM D 3002, D 3359 éste es clasificado como 4B, el área de corte afectada no es significativamente mayor del 5%. [5].



Figuras 2. Prueba de 6 caras de corte y corte ASTM D 3002, D 3359 Clasificación: 4 B

- Análisis FT-IR.

El espectro FT-IR del compuesto Cs-PPY-SiO₂ exhibe una banda ancha de 3100-3500 cm⁻¹ que muestra el estiramiento NH del pirrol y OH del quitosano. Los picos a 1550 cm⁻¹ y 1454 cm⁻¹ sugieren que Cs-PPy está revestido con nanopartículas de SiO₂. La presencia de nanopartículas de SiO₂ en el compuesto está fuertemente respaldada por el nuevo pico a 570 cm⁻¹ que es característico de SiO₂. El desplazamiento del pico de las nanopartículas de SiO₂ puro debido al enlace Si-O (584 cm⁻¹-580 cm⁻¹) a 570 cm⁻¹ indica la interacción electrostática entre la superficie de SiO₂ cargada negativamente y los grupos amino positivamente protonados en Cs y PPy [4].

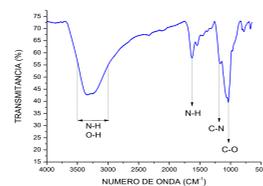


Figura 3. Espectro FT-IR de quitosano.

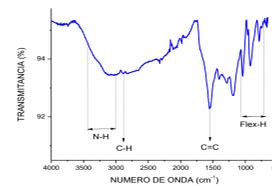


Figura 4. Espectro FT-IR de polipirrol.

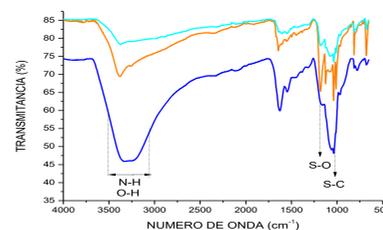


Figura 5. Espectro FT-IR del compuesto Quitosano-Polipirrol-SiO₂, quitosano (bajo, medio y alto peso molecular).

- Análisis SEM

La morfología del compuesto Cs-PPy-SiO₂ se caracterizó por análisis SEM. Las micrografías muestran que el compuesto resultante puede depositarse sobre el sustrato para formar una película uniforme. Se ha informado que la polimerización de pirrol con FeCl₃ anhidro en medio ácido produce partículas de curso con forma esférica [6]. La imagen de SEM en la figura 6 muestra que las nanopartículas de SiO₂ están bien dispersadas sin ninguna agregación grave.



Figura 6. Micrografías del compuesto Quitosano-polipirrol-SiO₂ a) 250 x, b) 500 x y c) 1000 x.

- Curvas de polarización potenciodinámica

Respecto a la figura 8, se puede observar que la aplicación del recubrimiento afecta sus valores de E_{corr} e i_{corr}. En la Tabla 1 respecto al E_{corr}, se observa que éste es más anódico al incrementar el peso molecular del quitosano. En particular en el peso molecular medio, se observa una disminución en la densidad de corriente aproximadamente de dos órdenes de magnitud (mA/cm²) respecto al acero al carbono.

La rama anódica del acero expuesto (figura 7) muestra un proceso de disolución en todo el rango de potencial evaluado. Se observa un constante incremento en la densidad de corriente con el incremento del potencial aplicado. Por otro lado, la rama anódica del acero con recubrimiento muestra un proceso de disolución menos activo que el observado con el acero expuesto (menor incremento en la densidad de corriente al incrementar el potencial). Se observa una zona pasiva entre 150 mV a partir del E_{corr} en todas las curvas con recubrimiento y un potencial más noble para el compuesto de medio peso molecular de quitosano aproximadamente -581 mV.

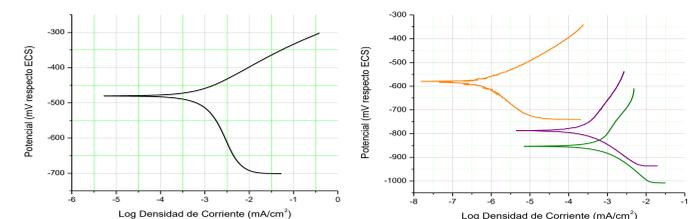


Figura 7. Curva de polarización potenciodinámica para el acero al carbono en solución de NaCl 0.5M (velocidad de barrido 1 mV/s).

Figura 8. Curvas de polarización potenciodinámica para el acero al carbono con recubrimiento Cs-PPy-SiO₂ (tamaño de partícula de 7 nm SiO₂) en solución de NaCl 0.5M (velocidad de barrido 1 mV/s).

Tabla 1. Parámetros electroquímicos de las muestras evaluadas en solución (0.5 M NaCl).

MUESTRA	E _{corr} (mV)	ba (mV/Dec)	bc (mV/Dec)	i _{corr} (mA/cm ²)	RP (Ohm/cm ²)
ACERO AL CARBONO	-469.47	68.65	242.54	0.00622	3735.200848
(QUITOSANO-BPM-SiO ₂ -0.07µm)	-712.97	242.54	134.77	0.01677	2243.11
(QUITOSANO-MPM-SiO ₂ -0.07µm)	-651.51	76.63	120.71	0.00002035	1000155.07
(QUITOSANO-APM-SiO ₂ -0.07µm)	-719.57	223.41	113.39	0.05478	596.20

Conclusiones

Los resultados de este estudio demuestran que el compuesto Quitosano-polipirrol-SiO₂ presenta un buen comportamiento como recubrimiento. Los resultados de los análisis FTIR demuestran que las nanopartículas de SiO₂ y Cs-PPy se integran con éxito en el compuesto Cs-PPy-SiO₂. La morfología del compuesto Cs-PPy-SiO₂ que se caracterizó por SEM nos muestra la película compuesta de un gran número de nanopartículas esféricas con diámetros uniformes. Se puede comprobar que el compuesto Cs-PPy-SiO₂ tiene una alta resistencia a la corrosión en solución (0.5 M NaCl). Donde el paso limitante de la reacción de corrosión es la reacción de oxidación debida a la pasividad del material.

[1] Cortés M. María Teresa y Pablo Ortiz H., Revista Hipótesis, Apuntes Científicos Uniandinos4 (2004).

[2] T. Tüken, B. Yacini, M. Erbil, Applied Surface Science 239 (2005) 398-409.

[3] Stupenengo, F. (2011). Materiales y materias primas. En materiales compuestos. Capítulo 1. Instituto Nacional de Educación Tecnológica. Buenos Aires, República Argentina.

[4] Rueda J.L. 2011. Materiales compuestos (Composites). Capítulo 8 http://www.joseluismesarueda.com/documents/TEMA_8_001.pdf

[5] ASTM D3359 Standard Test Methods for Rating Adhesion by Tape Test.

[6] L. Yingmei, L. Guicun, P. Hongrui, C. Kezheng, Facile synthesis of electroactive polypyrrole - chitosan composite nanospheres with controllable diameters, Polym. Int. 60 (2011) 647-651.