



**UNIVERSIDAD MICHOACANA
DE SAN NICOLÁS DE HIDALGO**



**DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO DE LA FACULTAD DE
INGENIERÍA MECÁNICA**

TESIS

**“DISEÑO Y CARACTERIZACIÓN DE UN RECUBRIMIENTO
ANTICORROSIVO PARA TUBOS DE EXTRACCIÓN DE AGUA”**

**QUE PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS EN
INGENIERÍA MECÁNICA**

Presenta

Ing. Jorge Eduardo Campos García

Directora de Tesis

Dra. Georgina Carbajal de la Torre

Co-Director de Tesis

Dr. Marco Antonio Espinosa Medina

Morelia, Michoacán. Septiembre de 2025

Dedicatoria

Este trabajo representa mucho más que un requisito académico; es el reflejo de años de esfuerzo, aprendizaje y sueños. Por eso, quiero dedicar estas líneas a quienes hicieron posible este logro.

A Gaby y Ale, quienes han sido mi mayor ejemplo de amor, fortaleza y constancia. Gracias por creer en mí incluso cuando yo dudaba, por sus palabras de aliento en los momentos difíciles y por enseñarme que la perseverancia siempre tiene recompensa.

A mi familia, por su paciencia, comprensión y cariño incondicional durante este proceso. Cada gesto de apoyo, cada muestra de ánimo y cada abrazo fueron la energía que necesitaba para continuar.

A mis asesores, Georgina Carbajal de la Torre y Marco Antonio Espinosa Medina, le agradezco profundamente su guía, su confianza y el tiempo dedicado. Sus consejos no solo enriquecieron este trabajo, sino que también me ayudaron a crecer como persona y como profesional. A la Dra. Nancy Nelly Zurita Méndez y el Dr. Saul Domínguez García por siempre estar al pie del cañón junto conmigo, siempre demostrando su amor a la investigación y empatía hacia mí, se los agradezco profundamente

A mis amigos y compañeros: Israel, Cynthia y Adán, con quienes compartí desvelos, risas y aprendizajes. Gracias por recordarme que incluso en medio de la presión siempre hay espacio para la amistad y la alegría.

Finalmente, agradezco a todas aquellas personas que, de una u otra manera, cruzaron mi camino en esta etapa. Cada palabra, cada gesto y cada apoyo sumaron para que hoy pueda ver este sueño hecho realidad.

Creditos institucionales

Esta tesis fue elaborada en el Laboratorio de “Degradación de Materiales” del Laboratorio de Materiales de la Facultad de Ingeniería Mecánica de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo. Bajo la codirección de la Dra. Georgina Carbajal de la Torre y el Dr. Marco Antonio Espinosa Medina.

Durante la realización del trabajo el autor recibió una beca académica del Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CVU 1239588).

RESUMEN

En el presente trabajo se presenta el diseño y la evaluación de recubrimientos anticorrosivos de materiales nanoestructrados compuestos de PMMA (polimetilmetacrilato) - OG (óxido de grafeno), con aplicación en tuberías que se emplean en la extracción de agua potable del pozo de agua “C-5” perteneciente al Organismo Operador de Agua Potable, Alcantarillado y Saneamiento de Morelia (OOAPAS) que se encuentra ubicado en Morelia, Michoacán. Los recubrimientos diseñados permitirán un ahorro económico, energético y de recurso natural. El pH del recurso hídrico extraído es de 8.66 a una temperatura de 40 °C y presión de 4 atm; condiciones que aumentan la velocidad de corrosión de las paredes internas de la tubería por lo que en este proyecto se evaluaron los efectos corrosivos sobre el acero. El objetivo de los recubrimientos diseñados es aumentar el tiempo de vida útil de la tubería de extracción, evitar daños en la maquinaria, y ahorrar recursos económicos, hídricos y operativos. Para evaluar la morfología y composición de los recubrimientos anticorrosivos diseñados se caracterizaron tanto los componentes como los materiales compuestos por técnicas de microscopía electrónica de barrido (MEB) y espectroscopía infrarroja de transformada de Fourier (FTIR) y la adhesión al sustrato de acero se realizó mediante la técnica de inmersión “*dip-coating*”. El comportamiento anticorrosivo del recubrimiento PMMA-OG se evaluó mediante diversas técnicas potenciodinámicas mostrando que los recubrimientos diseñados son efectivos ya que mejoran la resistencia a la corrosión.

Palabras clave:

Polimetilmetacrilato, óxido de grafeno, corrosión, evaluaciones potenciodinámicas.

ABSTRACT

This paper presents the design and evaluation of anticorrosive coatings conformed by nanostructured materials of PMMA (polymethyl methacrylate) and GO (graphene oxide), applied to pipes which are used to extract potable water from the "C-5" water-well belonging to the Morelia Potable Water, Sewerage and Sanitation Operating Agency (OOAPAS), located in Morelia, Michoacán. The designed coatings will allow for economic, energy, and natural resource savings. The pH of the extracted water resource is 8.66 at a temperature of 40 °C and a pressure of 4 atm; conditions that increase the corrosion rate of the internal walls of the pipes; the corrosive effects of this water on steel were evaluated in this project. The objective of the designed coatings is to increase the service life of the extraction pipes, prevent damage to machinery, and save financial, water, and operational resources. To evaluate the morphology and composition of the designed anticorrosive coatings, both the components and the composite materials were characterized using scanning electron microscopy (SEM) and Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) techniques, the adhesion to the steel substrate was achieved using the dip-coating technique. The anticorrosive behavior of the PMMA-GO coating was evaluated using several potentiodynamic techniques, demonstrating that the designed coatings are effective and improve corrosion resistance.

Keywords:

Polymethylmethacrylate, graphene oxide, corrosion, potentiodynamic evaluations.

Tabla de contenido

CAPÍTULO 1.....	11
INTRODUCCIÓN.....	11
Introducción	12
Planteamiento del problema.....	13
Hipótesis	13
Objetivos	14
Objetivo General.....	14
Objetivos específicos.....	14
Justificación	14
CAPÍTULO 2.....	15
ESTADO DEL ARTE Y ANTECEDENTES.....	15
Estado del arte y antecedentes	16
CAPÍTULO 3.....	18
MARCO TEÓRICO	18
Nanomateriales	19
Clasificación de nanomateriales.....	20
Dimensiones.....	20
Naturales y sintéticos	20
Naturales	20
Sintéticos.....	21
Orgánicos e Inorgánicos	21
Orgánicos	21
Inorgánicos.....	21
Nanocompuestos	22
Polímero.....	22
Propiedades de los polímeros	22
Físicas	22
Ópticas	22
Químicas	23
Mecánicas	23
PMMA.....	23
Materiales grafénicos	24
Grafeno	24
Oxido de grafeno reducido (OGr).....	25

Óxido de grafeno	25
Propiedades del óxido de grafeno	25
Corrosión	26
Tipos de corrosión	27
Corrosión generalizada (uniforme).....	27
Corrosión localizada	28
Corrosión galvánica	28
Corrosión por fisuras	28
Corrosión por picaduras.....	29
Corrosión por cavitación	29
Corrosión intergranular	29
CAPÍTULO 4.....	30
METODOLOGÍA.....	30
Metodología	31
Preparación del sustrato	32
Evaluación del material.....	32
Lavado de material y metalografía.....	32
Obtención del recubrimiento compuesto PMMA/OG	33
Síntesis de óxido de grafeno por método de Hummer´s modificado	33
Síntesis de PMMA vía radicales libres	34
Caracterizaciones	35
Espectroscopía infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR).....	35
Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)	36
Calorimetría diferencial de barrido/ Análisis termogravimétrico (DSC/TGA).....	37
Depósito de películas sobre el sustrato	37
Evaluaciones electroquímicas	38
Ensayos potenciodinámicos (Tafel)	38
Resistencia a la polarización lineal (LPR)	40
Cálculo de la tasa de corrosión.....	40
Espectroscopia electroquímica de impedancia (EIS)	41
CAPÍTULO 4.....	43
RESULTADOS Y DISCUSIÓN	43
Resultados	44
Calidad de agua	44
Características de la tubería usada	44
Análisis FTIR de los recubrimientos	44

Microestructura de los recubrimientos	45
Caracterización por Espectroscopía de RX de Dispersión de energía (EDS)	47
Óxido de grafeno (OG)	47
Muestra S ₁	49
Muestra S ₂	50
Muestra S ₃	51
Degradación térmica de los recubrimientos.....	52
Espesor de la película	52
Evaluaciones electroquímicas	53
Evaluaciones potenciodinámicas	53
Velocidad de corrosión	55
Espectroscopia de Impedancia Electroquímica (EIS).....	59
CAPÍTULO 5.....	63
CONCLUSIONES	63
Conclusiones	64
Trabajo futuro.....	64
Referencias.....	65
ANEXO 1.....	68
INFORME DE MUESTREO DE AGUA POZO DE EXTRACCIÓN C5.....	68
ANEXO 2.....	71
ARTÍCULOS Y DIVULGACIÓN	71

Índice de figuras

<i>Figura 1. Estructura de un nanomaterial</i>	<i>18</i>
<i>Figura 2. Dimensiones de los nanomateriales</i>	<i>19</i>
<i>Figura 3. Representación del grafeno</i>	<i>24</i>
<i>Figura 4. Malla de grafeno.....</i>	<i>25</i>
<i>Figura 5. Representación de una celda electroquímica.....</i>	<i>26</i>
<i>Figura 6. Tipos de corrosión.....</i>	<i>28</i>
<i>Figura 7. Metodología del proyecto.....</i>	<i>31</i>
<i>Figura 8. Síntesis de OG</i>	<i>34</i>
<i>Figura 9. Síntesis de PMMA/OG</i>	<i>35</i>
<i>Figura 10. Ensayo FTIR de óxido de grafeno.....</i>	<i>36</i>
<i>Figura 11. Evaluación SEM-EDS sobre las muestras.....</i>	<i>36</i>
<i>Figura 12. Preparación de las muestras para comenzar el ensayo DSC/TGA.....</i>	<i>37</i>
<i>Figura 13. Aplicación de la película anticorrosiva en el sustrato.....</i>	<i>38</i>
<i>Figura 14. Armado para evaluaciones Tafel.....</i>	<i>39</i>
<i>Figura 15. Ejemplo de una curva potenciodinámica</i>	<i>40</i>
<i>Figura 16. Daño estructural por corrosión de la tubería interna del pozo C5.....</i>	<i>44</i>
<i>Figura 17. Espectroscopía FTIR de los recubrimientos desarrollados.</i>	<i>45</i>
<i>Figura 18. Fotografía SEM de la morfología de OG.....</i>	<i>46</i>
<i>Figura 19. Morfología de la composición S_1.....</i>	<i>47</i>
<i>Figura 20. Morfología de la composición S_2.....</i>	<i>47</i>
<i>Figura 21. Morfología de la composición S_3.....</i>	<i>47</i>
<i>Figura 22. Análisis de OG en EDS</i>	<i>48</i>
<i>Figura 23. Análisis de S_1 en EDS.....</i>	<i>49</i>
<i>Figura 24. Análisis de S_2 en EDS.....</i>	<i>50</i>
<i>Figura 25. Análisis de S_3 en EDS.....</i>	<i>51</i>
<i>Figura 26. DSC/TGA de los compuestos S_1, S_2 S_3.....</i>	<i>52</i>
<i>Figura 27. Mediciones potenciodinámicas del sustrato y recubrimientos en agua de pozo C-5, a temperaturas del agua de 25 °C</i>	<i>54</i>
<i>Figura 28. Mediciones potenciodinámicas del sustrato y recubrimientos en agua de pozo C-5, a temperaturas del agua de 40 °C</i>	<i>54</i>
<i>Figura 29. Mediciones de potencial de corrosión del sustrato y recubrimientos en agua de pozo C-5: 56</i>	
<i>Figura 30. Cinéticas de R_p del sustrato y recubrimientos en agua de pozo C-5.....</i>	<i>57</i>
<i>Figura 31. Cinéticas de VC del sustrato y recubrimientos en agua de pozo C-5.....</i>	<i>58</i>
<i>Figura 32. Mediciones de LPR del sustrato y recubrimientos en agua de pozo C-5: potencial: tasa de corrosión</i>	<i>58</i>
<i>Figura 33. Mediciones de EIS de las muestras al inicio de la inmersión.</i>	<i>60</i>
<i>Figura 34. Mediciones de EIS de las muestras tras 24 horas de inmersión.</i>	<i>60</i>
<i>Figura 35. Modelo de circuitos analógicos equivalente: MCE.....</i>	<i>61</i>

Índice de tablas

<i>Tabla 1. Composición química de la tubería</i>	<i>32</i>
<i>Tabla 2. Proporciones de los compuestos</i>	<i>35</i>
<i>Tabla 3. Composición de OG medido en EDS</i>	<i>49</i>
<i>Tabla 4. Composición de S_1 medido en EDS</i>	<i>50</i>
<i>Tabla 5. Composición de S_2 medido en EDS</i>	<i>51</i>
<i>Tabla 6. Composición de S_3 medido en EDS</i>	<i>52</i>
<i>Tabla 7. Espesores de película</i>	<i>53</i>
<i>Tabla 8. Promedios de los parámetros de polarización</i>	<i>55</i>
<i>Tabla 9. Valores de los componentes eléctricos obtenidos después del ajuste utilizando el ECM propuesto ...</i>	<i>61</i>

CAPÍTULO 1

INTRODUCCIÓN

Introducción

Los nanomateriales y nanocompuestos han transformado varios campos de la ciencia y la tecnología gracias a sus propiedades singulares, que son notablemente diferentes de las de los materiales tradicionales. Estos materiales, que poseen al menos una dimensión en la escala nanométrica (1-100 nm), exhiben características físicas, químicas, ópticas y mecánicas superiores, lo que los convierte en opciones ideales para aplicaciones en áreas como la medicina, la electrónica, la energía y el medio ambiente. En particular, los nanocompuestos, que combinan una matriz polimérica con nanopartículas, han mostrado mejoras significativas en sus propiedades mecánicas y térmicas. Además, el grafeno, un material bidimensional formado por átomos de carbono, se ha destacado como uno de los nanomateriales más prometedores debido a su alta conductividad eléctrica, resistencia mecánica y propiedades ópticas excepcionales.

La corrosión es un proceso electroquímico que provoca la degradación progresiva de metales y aleaciones debido a su interacción con el medio ambiente. Este fenómeno implica la pérdida de masa y propiedades mecánicas del material como resultado de reacciones con agentes corrosivos, principalmente el oxígeno, aunque también intervienen otros factores como la composición química del material y las condiciones termodinámicas. La cinética del proceso corrosivo se ve intensificada en atmósferas con elevada humedad relativa, presencia de iones agresivos (como cloruros o sulfatos) y en entornos de alta temperatura, donde los mecanismos de oxidación y reducción se aceleran, incrementando la velocidad de deterioro del material, por lo que su control o disminución representa un desafío técnico y económico de gran importancia [1].

En la protección de tuberías de extracción de agua potable, el uso de recubrimientos ha demostrado ser una estrategia eficaz para mitigar la corrosión y preservar la integridad estructural del acero inoxidable. Este tipo de acero, aunque presenta una alta resistencia a la corrosión en comparación con otros materiales metálicos, puede verse afectado por condiciones ambientales agresivas, como la presencia de cloruros, variaciones de pH o altas concentraciones de oxígeno disuelto. Los recubrimientos aplicados sobre el acero inoxidable actúan como barreras protectoras, reduciendo la exposición directa del material a dichos agentes corrosivos y prolongando su vida útil [2]. Actualmente, los recubrimientos híbridos orgánico-inorgánicos han despertado un creciente interés debido a sus propiedades superiores, ya que combinan la flexibilidad y adherencia de los compuestos orgánicos con la resistencia térmica y química de los materiales inorgánicos [3]. Estos recubrimientos no solo proporcionan una excelente protección frente a la corrosión, sino que también pueden incorporar aditivos funcionales capaces de liberar inhibidores de corrosión de manera controlada ante cambios en el ambiente, lo que optimiza su desempeño y contribuye a la conservación del sistema de tuberías en aplicaciones de agua potable [4, 5].

Este documento examina las propiedades, clasificación y aplicaciones de los nanomateriales, con un enfoque especial en los nanocompuestos y el óxido de grafeno, siendo el recubrimiento PMMA-OG el que, por sus propiedades se identifica como un agente inhibidor de corrosión.

Planteamiento del problema

En la industria de la potabilización es de vital importancia cumplir con las normas y tener operaciones económicamente factibles y accesibles. Esto hace que cada vez más investigadores y empresas destinen recursos de investigación de nuevas tecnologías para poder aprovechar cada vez más dicho recurso y operatividad.

El agua proveniente del pozo C-5 ubicada en los límites del fraccionamiento Villas del Pedregal en la ciudad de Morelia, Michoacán se encuentra a una temperatura de 40 ± 0.5 °C, a una presión de 4 atm y pH de 8.44, características que hace que el interior de la tubería de extracción presente una mayor corrosión en comparación a los demás pozos con condiciones normales y sea de los más problemáticos del organismo operador de agua potable, alcantarillado y saneamiento (OOAPAS) de Morelia.

Hipótesis

Se puede diseñar y evaluar un recubrimiento anticorrosivo compuesto de polimetilmetacrilato (PMMA) y óxido de grafeno (OG) capaz de adherirse al interior de los tubos extracción de agua del pozo C-5, permitiendo que tengan una mayor vida útil.

Objetivos

Objetivo General

- Diseñar y caracterizar un recubrimiento anticorrosivo para tubos de tratamiento de agua compuesto por una matriz polimérica de polimetilmetacrilato (PMMA) reforzada con partículas de óxido de grafeno (OG).

Objetivos específicos

- Evaluar la composición fisicoquímica del agua potable extraída del pozo C5.
- Observar e identificar la estructura, composición y la corrosión del metal de la tubería.
- Sintetizar óxido de grafeno mediante el método de *Hummer's* modificado
- Realizar la síntesis y polimerización química del PMMA con partículas de OG.
- Caracterizar el recubrimiento por medio de técnicas de espectroscopía y microscopía
- Caracterizar el recubrimiento por pruebas electroquímicas

Justificación

El estudio de los nanomateriales y materiales nanoestructurados es crucial debido a su creciente uso en diversos sectores industriales y científicos. Los nanocompuestos, por ejemplo, ofrecen mejoras notables en propiedades mecánicas y térmicas en comparación con los materiales tradicionales, lo que los convierte en opciones ideales para fabricar productos más resistentes y ligeros. También, el óxido de grafeno, con sus características únicas como alta conductividad eléctrica y resistencia mecánica, ha abierto nuevas oportunidades en el desarrollo de dispositivos electrónicos avanzados y sistemas de almacenamiento de energía. Sin embargo, es esencial entender tanto los beneficios como los riesgos asociados con el uso de estos materiales, especialmente en relación con su impacto en la salud humana y el medio ambiente. Este trabajo tiene como objetivo contribuir al conocimiento científico sobre la aplicación del óxido de grafeno como material anticorrosivo, proporcionando una base sólida para futuras investigaciones y aplicaciones tecnológicas.

CAPÍTULO 2

ESTADO DEL ARTE Y ANTECEDENTES

Estado del arte y antecedentes

Para sustentar la presente investigación, es fundamental revisar estudios previos relacionados con el desarrollo de recubrimientos anticorrosivos, los cuales han abordado diversas alternativas y enfoques para mejorar la protección de metales frente a la corrosión. A continuación, se presentan investigaciones relevantes en este campo.

Un estudio reciente realizado en 2022, titulado “Polymerization and Applications of Poly (methyl methacrylate) Graphene Oxide Nanocomposites” [6], analizó el uso de nanocompuestos formados por polimetilmetacrilato (PMMA) y óxido de grafeno (OG). Este trabajo destacó cómo la incorporación de OG en la matriz polimérica mejora de manera significativa las propiedades térmicas, mecánicas, químicas y eléctricas del material. Además, se demostró que estos recubrimientos ofrecen una eficiencia anticorrosiva superior al 99 %, lo que los convierte en una opción viable para entornos industriales exigentes, como las industrias marina y petrolera.

En 2021, Yuanyuan Yu y Jing Wang [7] propusieron un método innovador para optimizar nanocompuestos de PMMA y grafeno mediante la combinación de ultrasonido con dióxido de carbono supercrítico (SC-CO₂). Su investigación demostró que este proceso facilita la fabricación sostenible de recubrimientos avanzados con propiedades mejoradas, como una mayor conductividad eléctrica, mejor estabilidad térmica y mejores propiedades mecánicas. La metodología empleada también permite ajustar las características del material a través del control de variables como el tiempo y la intensidad del ultrasonido, así como el contenido de grafeno.

Por otro lado, Merino-Durán *et.al.* [8] evaluaron en 2021 la eficacia de un recubrimiento híbrido de PMMA-SiO₂ aplicado sobre acero API-X52 expuesto a condiciones simuladas de agua de mar. Este recubrimiento, con un 1 % en peso de nanopartículas de sílice dispersas en la matriz polimérica, mostró un notable desempeño en términos de adhesión y resistencia a la corrosión. Los autores concluyeron que tanto la preparación superficial como las técnicas de aplicación influyen de manera directa en la protección proporcionada por este tipo de recubrimientos.

En investigaciones anteriores, Carbajal de la Torre *et.al.* [9] estudiaron en 2011 la resistencia a la corrosión de películas delgadas cerámicas desarrolladas a partir de una matriz de PMMA combinada con óxidos de titanio y circonio, aplicadas sobre aleación de aluminio A6061-T6. Los resultados evidenciaron que estos recubrimientos generan una barrera física y química efectiva, capaz de proteger a las aleaciones de aluminio en ambientes altamente salinos.

Asimismo, en 2013, Tong *et.al.* [10], de la Universidad de Loughborough en el Reino Unido, analizaron el potencial del grafeno y sus nanocompuestos como materiales para recubrimientos anticorrosivos. Su investigación destacó que el grafeno, debido a sus propiedades excepcionales, puede actuar como una barrera eficaz contra la corrosión y los daños mecánicos, lo cual lo posiciona como un material competitivo para su incorporación en revestimientos industriales de bajo costo y alto rendimiento.

Finalmente, un estudio desarrollado por Karanveer S. Aneja y sus colaboradores en el Instituto Indio de Tecnología de Bombay [11] propuso el uso de recubrimientos a base de grafeno como alternativa a los recubrimientos tradicionales de cromo hexavalente. Este trabajo reveló que el grafeno, gracias a su alta impermeabilidad y excelente conductividad eléctrica, actúa como una barrera protectora frente a la corrosión, ofreciendo caminos alternativos para el flujo de electrones, lo cual reduce el deterioro del acero en ambientes corrosivos.

CAPÍTULO 3

MARCO TEÓRICO

Nanomateriales

La nanotecnología se refiere al concepto general de creación y desarrollo de objetos que dependen de disposiciones particulares a escala nanométrica, generalmente definida como de 100 nanómetros o menos. Este campo abarca dispositivos o sistemas construidos mediante la alteración de átomos o moléculas individuales, junto con sustancias que poseen estructuras minúsculas [12].

Los nanomateriales que comparten una composición con sus contrapartes a granel pueden exhibir características fisicoquímicas distintas en comparación con esos mismos materiales a granel, y su comportamiento puede variar si se introducen en el cuerpo humano. En consecuencia, podrían presentar riesgos potenciales alternativos. En este contexto, los nanomateriales agregados también deberían evaluarse, ya que podrían demostrar cualidades similares a las nanopartículas individuales, en particular cuando poseen una superficie atípicamente grande en relación con su cantidad [12].

Como se puede observar en la figura 1 [13], un nanomaterial puede presentar diferentes estructuras, dependiendo su naturaleza o su aplicación, en este caso la figura presenta una estructura hexagonal simétrica.

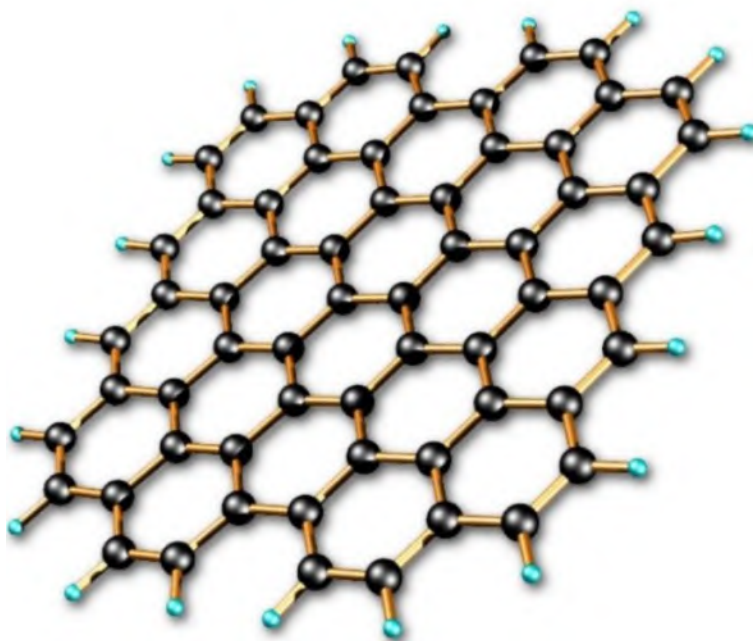


Figura 1. Estructura de un nanomaterial [13].

Clasificación de nanomateriales

Dimensiones

Los nanomateriales pueden ordenarse de acuerdo con su tamaño en categorías de 0D, 1D, 2D y 3D como se explica a continuación [14]:

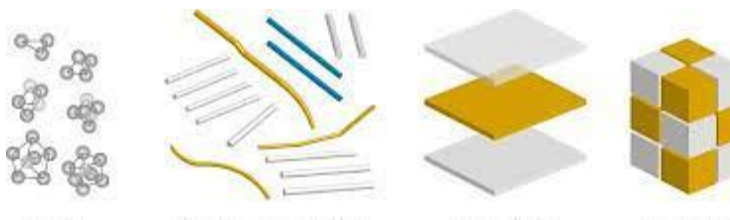


Figura 2. Dimensiones de los nanomateriales [14]

- *Nanomateriales 0D (cero dimensiones)*: se refiere a aquellos nanomateriales cuyas tres medidas están en la nanoescala, como es el caso de las nanopartículas y los puntos cuánticos.
- *Nanomateriales 1D (una dimensión)*: incluye a los nanomateriales que presentan al menos una de sus medidas en la escala nanométrica, tales como los nanorodillos, los nanotubos y los nanocables.
- *Nanomateriales 2D (dos dimensiones)*: abarca los nanomateriales que tienen dos dimensiones en la nanoescala, como son las nanopelículas, las nanocapas y los recubrimientos a nanoescala.
- *Nanomateriales 3D (tres dimensiones)*: se refiere a materiales cuyas tres dimensiones son mayores que la escala nanométrica. Ejemplos de esto son los nanocompuestos, estructuras núcleo-capa, múltiples nanocapas, agrupaciones de nanocables y nanotubos [14].

Naturales y sintéticos

Naturales

Los nanomateriales se encuentran y continúan presentes en la naturaleza en una variedad de materiales. Un ejemplo de nanomateriales naturales son las arcillas, que se asemejan a silicatos minerales en forma de láminas, apiladas unas sobre otras y unidas por enlaces muy fuertes. Además de las arcillas, los suelos también contienen sustancias húmicas que provienen de la descomposición del material vegetal. Estas sustancias húmicas se dividen en ácidos húmicos y ácidos fúlvicos.

Otros tipos de nanopartículas naturales que se pueden encontrar en los suelos son los óxidos de hierro, como la ferrihidrita, la magnetita y los óxidos de manganeso, cuyas partículas pueden llegar a medir hasta nanómetros en ciertas condiciones.

Sintéticos

En el ámbito de los nanomateriales artificiales, se puede afirmar que hay una existencia de estos, que incluyen nanopartículas de metal, óxidos, sulfuros, entre otros, y que cada día se incrementan más. Este proyecto de tesis menciona la clasificación de las nanopartículas según su naturaleza y si su procedencia es orgánica o inorgánica [14].

Orgánicos e Inorgánicos

Orgánicos

Este tipo de nanopartículas se fabrican utilizando lípidos como: liposomas, niosomas, transferosomas, dendrímeros o polímeros, y se emplean ampliamente en la medicina, cosmética y la industria farmacéutica [15]. Las nanopartículas orgánicas pueden ser adquiridas mediante el método *top-down* o descendente, o mediante el método *bottom-up* o ascendente, y pueden ser de origen natural o artificial. Existen nanopartículas orgánicas en la naturaleza, como proteínas, lípidos o estructuras más complejas como los virus [16].

Las partículas orgánicas son un componente esencial de numerosos procesos industriales, principalmente en el sector de alimentos y cosméticos. Los liposomas son bicapas lipídicas esféricas formadas por fosfolípidos, colesterol u otras moléculas lipídicas parecidas. Su uso principal es en el campo farmacéutico y en el de la nanomedicina [17] principalmente para la encapsulación y liberación de medicamentos.

Inorgánicos

Las nanopartículas inorgánicas pueden formarse a partir de elementos individuales o compuestos químicos, y su síntesis puede llevarse a cabo mediante diferentes métodos y utilizando una variedad de materiales, como sales inorgánicas o materiales macrométricos. En todos los casos, los nanomateriales inorgánicos están compuestos por átomos que se unen mediante enlaces covalentes, metálicos o iónicos, lo que da lugar a una estructura tridimensional. Esta estructura se repite de manera continua, alcanzando dimensiones que varían entre 1 y 100 nm [18].

Entre estos nanomateriales sobresalen las nanopartículas de Fe, Cu, Ag, Au, entre otros, todas con aplicaciones en diversas áreas. Por ejemplo, las nanopartículas de Fe se emplean en el tratamiento de aguas y aguas residuales a través de reacciones fentonianas para la degradación de contaminantes orgánicos, como hidrocarburos clorados [18], y para la disminución de Cr^{6+} a su forma menos dañina Cr^{3+} o perclorato (ClO_4^-) al ion cloruro (Cl^-) [19].

Nanocompuestos

Los nanocompuestos son materiales formados por dos o más fases donde al menos una de estas fases tiene una de tres dimensiones en escala nanométrica, los compuestos de polímero y silicato atraen la atención a causa de sus propiedades mecánicas y térmicas con respecto a polímeros puros y materiales compuestos con relleno convencional, y en función a la organización de láminas a la matriz polimérica, formando diferentes tipos de morfología. La morfología o estructura de los propios nanocompuestos no dependen solo de la compatibilidad entre fase orgánica e inorgánica sino también del método mezclado y su dispersión, dando origen a compuestos de materiales cuyas propiedades físicas son superiores al compuesto convencional [20].

Polímero

Los polímeros son macromoléculas formadas por la unión repetida de una o varias moléculas unidas por enlaces covalentes. Dependiendo de su origen, los polímeros pueden ser naturales o sintéticos. Los sintéticos contienen normalmente entre uno y tres tipos diferentes de unidades que se repiten, mientras que los naturales o biopolímeros (como celulosa, el ADN o las proteínas) presentan estructuras mucho más complejas [21].

Propiedades de los polímeros

Físicas

Es el punto de fusión que disminuye, generalmente, en consecuencia, a su gran área superficial específica y un mayor número de átomos en la superficie; que está afectando el comportamiento termodinámico de su volumen en las nano partículas. Los átomos ubicados en su superficie necesitan menos energía para moverse porque hay menos átomos en el interior de nano partículas y necesitando una menor energía para vencer las fuerzas intermoleculares de atracción.

Ópticas

Las propiedades ópticas de las nanopartículas metálicas como el oro y la plata, así como de los semiconductores, derivan de la interacción entre el plasmón superficial de la nanopartícula y la onda electromagnética incidente, tal como la luz natural o un láser. Esto genera un efecto cuántico debido a la modificación de la estructura electrónica provocada por las dimensiones y la forma de la nanopartícula. Cuando una nanopartícula es expuesta a un haz de luz blanca, que contiene todas las longitudes de onda en el rango visible de 400 a 700 nm con niveles de intensidad similares, aparece como blanca. Sin embargo, si la nanopartícula absorbe una longitud de onda específica (color), esto cambiará el color que el ojo humano puede detectar.

La energía que provoca que el plasmón de la superficie de la nanopartícula vibre con la misma longitud de onda que la onda absorbida es conocida como longitud de onda absorbida. La longitud de onda del grupo de electrones superficiales (plasmón) puede fluctuar dependiendo del tamaño y la forma de la resonancia plasmónica superficial.

Químicas

Las partículas nano metálicas o iónicas presentan características químicas muy importantes: el autoensamblaje y las notables propiedades que pueden tener como catalizadores. Su alta reactividad química se debe a su gran especificidad superficial y al elevado número de átomos en la superficie, lo que genera una alta energía superficial en las partículas nano.

La fotocatalisis es un caso específico del comportamiento catalítico de las nanopartículas. Cuando la luz tiene la energía adecuada, puede transferir un electrón de la banda de valencia a la banda de conducción de las nanopartículas de TiO_2 , creando pares electrón-agujero. Un exceso de carga negativa en la banda de conducción produce un efecto reductor, proporcionando electrones a las moléculas de oxígeno y generando un efecto reductor. Las partículas de tamaño nanométrico poseen significativas características catalíticas debido a la elevada actividad química de su superficie; al modificar su forma cristalina, adoptando formas poliédricas, se aumenta la cantidad de bordes y esquinas; se potencia su solubilidad y se potencia su capacidad para absorber.

La amplia superficie particular de un grupo de moléculas nano, así como sus fluctuaciones geométricas y de la estructura electrónica, influyen de manera significativa en las características catalíticas. La intensa actividad química de las partículas nano genera su autoensamblaje que da lugar a súper moléculas, las cuales pueden ser diseñadas con características particulares en forma de dendrímeros coloides, hidrogeles, sol-geles. Los dendrímeros se unen a través de fuertes enlaces covalentes; los coloides, hidrogeles y sol-geles se unen a través de enlaces débiles como puentes de hidrógeno y/o fuerzas de Van der Waals.

Mecánicas

Las características mecánicas de las partículas y materiales nano estructurados varían con el tamaño; a nivel nanoscópico, la estructura atómica de los nano cristales se altera, volviéndose más resistentes y obteniendo características mecánicas que superan a las de los materiales macroscópicos. A nivel nanoscópico, para un material específico, su dureza y resistencia se elevan, usualmente con un crecimiento inversamente proporcional a su diámetro.

Una característica significativa de ciertas partículas de tamaño nanométrico es su mayor habilidad para deformarse a tracción antes de la fractura, sin reducir su resistencia, lo que podría llegar a la resistencia máxima teórica del material. Esta conducta se debe a que la estructura del nano cristal prácticamente no presenta imperfecciones. Las partículas poseen la habilidad de resistir tensiones externas extremadamente altas, evitando la dislocación de la estructura del nanocristal y evitando la aparición de fisuras o fracturas. El procedimiento que conduce a la fractura frágil, sin área de transición dúctil [22].

PMMA

El PMMA también conocido como acrílico es un termoplástico transparente. A menudo se usa en forma de lámina debido a sus propiedades, como la resistencia liviana y la rotura como una alternativa al vidrio.

La densidad del acrílico varía entre 1.17- 1.20 g/cm³, que es la mitad menos que la del vidrio. La fuerza de impacto de PMMA es mayor que la del vidrio y poliestireno [22].

En este proyecto se eligió este polímero, ya que es una buena matriz polimérica para nuestro caso de estudio, es un polímero transparente, esto lo hace ideal para las aplicaciones en la tubería. Gracias a la facilidad de moldeo lo podemos ingresar al interior de la tubería; así mismo, posee una alta resistencia a la luz ultravioleta y a la intemperie, esto nos ayuda ya que estará en el subsuelo. Como la aplicación conlleva agua, se busca que tenga una baja absorción al agua, y el PMMA cumple con el requisito. Este polímero es más resistente al impacto que el vidrio, así que lo hace ideal para la elección de material a utilizar en el proyecto.

Materiales grafénicos

Los materiales grafénicos son nanomateriales bidimensionales con una estructura en capas de átomos de carbono. Destacan por sus propiedades excepcionales, incluyendo alta resistencia, flexibilidad, conductividad eléctrica y térmica, así como su transparencia.

Grafeno

El grafeno es una estructura nanométrica bidimensional de átomos de carbono fuertemente cohesionados en una superficie ligeramente plana, con ondulaciones, de un átomo de espesor, con una apariencia semejante a una capa de panal de abejas (figura 3). Por su configuración atómica hexagonal, esta laminilla compuesta por anillos de benceno desprovistos de sus átomos de hidrógeno, es considerada para el entendimiento de las propiedades de los alótropos de carbono. [23]

La característica más interesante del grafeno para el presente estudio está relacionada con su conductividad eléctrica. Se comporta simultáneamente como un metal y como un semiconductor, en el que los electrones se mueven a gran velocidad [24].

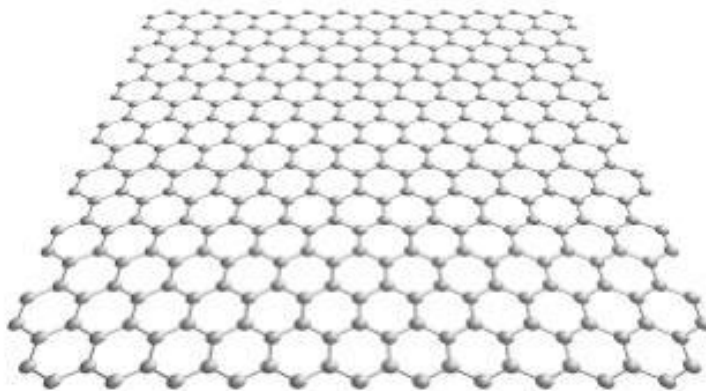


Figura 3. Representación del grafeno [24]

Oxido de grafeno reducido (OGr)

Consiste en un oxido de grafeno con baja funcionalización. Esto se consigue mediante métodos de reducción que eliminan gran parte de los grupos funcionales intercalados en la red de átomos del material, utilizando para ello agentes reductores como la hidracina que restablecen la estructura típica del grafito, mejorando así su conductividad eléctrica y cambiando el carácter aislante del GO en conductor eléctrico [23].

Óxido de grafeno

El óxido de grafeno es un material que proviene del grafito y está compuesto principalmente de carbono, oxígeno e hidrógeno. Se produce a través de la oxidación del grafito, lo que añade grupos funcionales oxigenados a su estructura, tales como epóxidos, hidroxilos y grupos carboxílicos (figura 4). Esto le otorga propiedades singulares, como una alta dispersión en agua, la capacidad de ser funcionalizado y una estructura laminar similar a la del grafeno, aunque con una mayor reactividad química [25,26].



Figura 4. Malla de grafeno [26]

Propiedades del óxido de grafeno

- El OG se dispersa fácilmente en agua mediante ultrasonidos o agitación mecánica. Además, también puede suspenderse en otros disolventes orgánicos como la dimetilformamida (DMF), la N-metil pirrolidona (NMP) o el tetrahidrofurano (THF) ya que es anfifílico, una propiedad de los tensoactivos que pueden tanto atraer como repeler el agua.
- Los grupos hidroxilo, epoxi y carbonilo presentes en la estructura del OG hacen que esté sea muy hidrofílico, de tal forma que las moléculas de agua adsorbidas tienden a acumularse entre las láminas del OG incluso después de largos periodos de secado. Esto puede dar lugar a la formación de enlaces por puentes de hidrogeno ente los grupos oxigenados y las moléculas de agua, lo que tendrá gran influencia en sus propiedades electrónicas, mecánicas y estructurales.
- El OG es en general un aislante, aunque su conductividad depende de sus propiedades químicas y estructurales, especialmente del desorden producido por los grupos Csp³. Sin embargo, al

reducirlo para obtener grafeno (u óxido de grafeno reducido OGr-) sus propiedades cambian, por lo que puede llegar a ser un semiconductor o incluso un semimetal como el grafeno.

- Se ha demostrado que las películas de OG son antibacterianas [25].

Corrosión

La corrosión es un término que se utiliza para describir el proceso de deterioro de materiales metálicos (incluyendo tanto metales puros, como aleaciones de estos), mediante reacciones químicas y electroquímicas [27]. La mayoría de procesos de corrosión involucran reacciones de reducción-oxidación (reacciones electroquímicas), donde para que se desarrollen estos procesos, es necesaria la existencia de tres constituyentes: (1) unos electrodos (un ánodo y un cátodo), (2) un electrolito, como medio conductor, que en la mayoría de casos corresponde de una solución acuosa, y (3) una conexión eléctrica entre los electrodos [28]. Las ecuaciones de las reacciones que ocurren en los electrodos son las siguientes:

En el ánodo



En el cátodo



Una manera representativa donde se muestran los componentes, se le conoce como celda electroquímica [28]. En la figura 5 se muestra una representación de las partes.

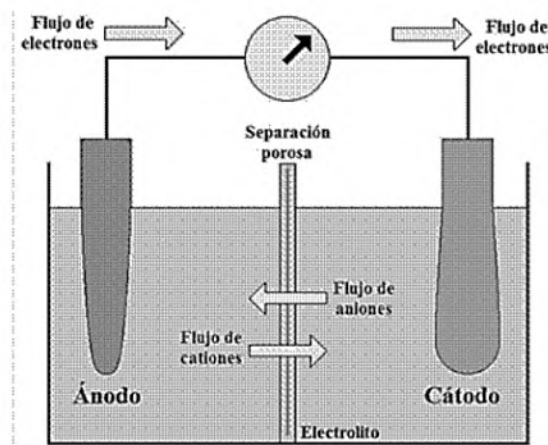


Figura 5. Representación de una celda electroquímica [28]

Ambas reacciones ocurren de forma simultánea [28]. Se observa que, en las ecuaciones, mientras reacciona, el ánodo cede electrones al sistema y su número de oxidación aumenta, pasando de su estado metálico base a cationes disueltos en el electrolito, y este es el material afectado por la corrosión, y los aniones metálicos absorben electrones en el cátodo y reducen el número de oxidación, por lo que los aniones pasan a su forma base. [28].

Es importante que el potencial electroquímico define la susceptibilidad o la resistencia de un material metálico a la corrosión. Su valor cambia según la composición del electrolito. Con un valor de potencial más positivo, los productos son más nobles y viceversa, con un soluto más negativo, el material es más reactivo. Los productos formados a partir del proceso de corrosión, que aparecen sobre la superficie del material, se pueden caracterizar en función de sus efectos adversos o beneficiosos en las propiedades del material, dependiendo de sus naturalezas y las circunstancias en que actúan. En el caso del hierro, o cualquier otro metal, el producto de formación en ese evento se conoce comúnmente como herrumbre: al igual que en él. Es menos denso que la matriz del metal mismo, permitiendo que se separe de la superficie del metal. Esto plantea un requisito para la corrosión adicional y permite que la corrosión continúe, degradando el material.

A continuación, se presentan algunos tipos de corrosión, siendo los que se pueden observar con mayor frecuencia. También se mencionarán los factores que mayor efecto tienen sobre la incidencia y la velocidad de este fenómeno. Y, finalmente, se presentarán algunos aspectos a tomar en cuenta respecto al control de la corrosión y la protección de materiales [28].

Tipos de corrosión

Existen muchos tipos de procesos de corrosión diferentes que se caracterizan dependiendo tanto de la naturaleza del material y de las condiciones del medioambiente, donde se desarrollen. Una forma común de clasificar los tipos de corrosión es mediante las siguientes cuatro categorías: corrosión generalizada, corrosión localizada, corrosión combinada con un fenómeno físico, y otros tipos [28]. Algunas de ellas pueden observarse en la figura 6.

Corrosión generalizada (uniforme)

La corrosión generalizada, también nombrada como corrosión uniforme, ocurre sobre toda la superficie del material de forma homogénea, deteriorándolo completamente. Este tipo de corrosión es el que mayor pérdida de material provoca, pero es relativamente fácil de predecir y controlar, por lo que un accidente producido por este es de rara ocurrencia [29]. Se puede observar comúnmente en materiales, sobre todo en la industria de la construcción, a base de hierro no aleado con metales inoxidables, como el níquel y el cromo. La velocidad de corrosión para estos casos es altamente influenciada por la existencia de impurezas y fases distintas en el material, ya que estas inducen a una variación en la energía potencial, formando electrodos a pequeña escala, propiciando el proceso de corrosión [28].

Corrosión localizada

La corrosión localizada, al contrario de la corrosión uniforme, representa un mayor riesgo potencial, debido a su difícil detectabilidad ya que se manifiesta en zonas específicas en el material, determinadas tanto por la naturaleza del material, la geometría de este, y las condiciones del medio al que se somete. Los procesos de corrosión localizada de mayor ocurrencia son galvánicos, por fisura, por picaduras, por cavitación e intergranular [17].

Corrosión galvánica

La corrosión galvánica ocurre cuando existe una unión, física o eléctrica, entre metales de diferente naturaleza, lo cuales, en la presencia de un electrolito, forman una celda electroquímica, donde el material de menor potencial electroquímico es el que se corroe [28].

Corrosión por fisuras

Este tipo de corrosión es similar a la corrosión galvánica, que se produce en zonas estrechas donde la concentración de oxígeno es mucho menor que en el resto del sistema, y cuyo efecto induce a que estas zonas de menor concentración de oxígeno actúen como un ánodo, propiciando el proceso de corrosión, en las fisuras.

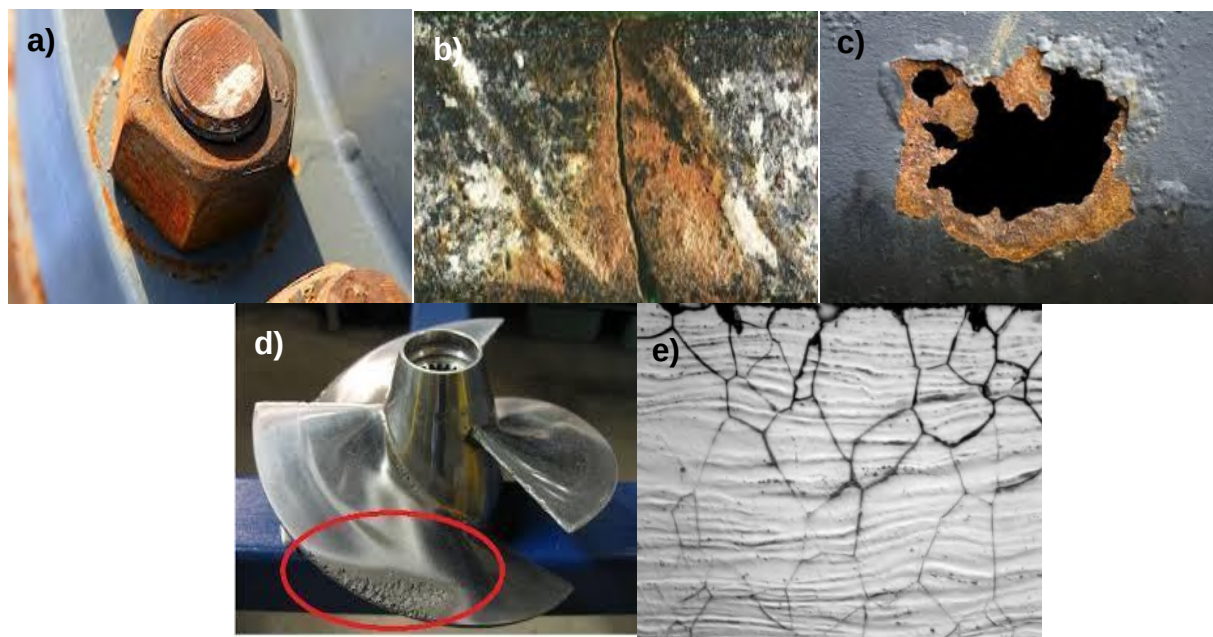


Figura 6. a) Corrosión galvánica, b) Corrosión por fisuras, c) Corrosión por picadura, d) Corrosión por cavitación, e) Corrosión intergranular [32]

Corrosión por picaduras

La corrosión por picadura, conocida también como “*pitting*” se presenta en materiales pasivados, debido a las características geométricas del sistema, existe una acumulación de agentes oxidantes y un incremento del pH del medio, lo que propicia el deterioro de la capa pasivada, permitiendo que la corrosión se desarrolle en estas zonas puntuales [28].

Corrosión por cavitación

La corrosión por cavitación ocurre en sistemas de transporte de líquidos, hechos de materiales pasivados, donde por cambios de presión en el sistema, se producen flujos turbulentos que forman burbujas de aire, las cuales implosionan contra el material del sistema, deteriorando la capa de pasivación, facilitando el desarrollo del proceso de corrosión, de forma similar a la corrosión por picaduras, cuya diferencia se observa, en que el efecto de la cavitación es de mayor tamaño [30].

Corrosión intergranular

Todos los metales están formados por pequeños cristales o granos, la superficie de un grano es adyacente a la de otro grano y, por lo tanto, forma límites de grano. Bajo ciertas condiciones, las áreas pequeñas cerca de los límites de los granos pueden volverse mucho más reactivas (porque son más anódicas) que la mayor parte de los granos. La corrosión penetra a través de los límites de grano, por lo que se conoce como corrosión intergranular. La corrosión intergranular puede conducir a la reducción de la resistencia mecánica de los elementos estructurales de las construcciones [31].

CAPÍTULO 4

METODOLOGÍA

Metodología

Para evaluar el comportamiento de la corrosión del sustrato en el medio acuoso, el proceso experimental se realizó en cinco etapas como se observa en la figura 7 y como se describe a continuación:

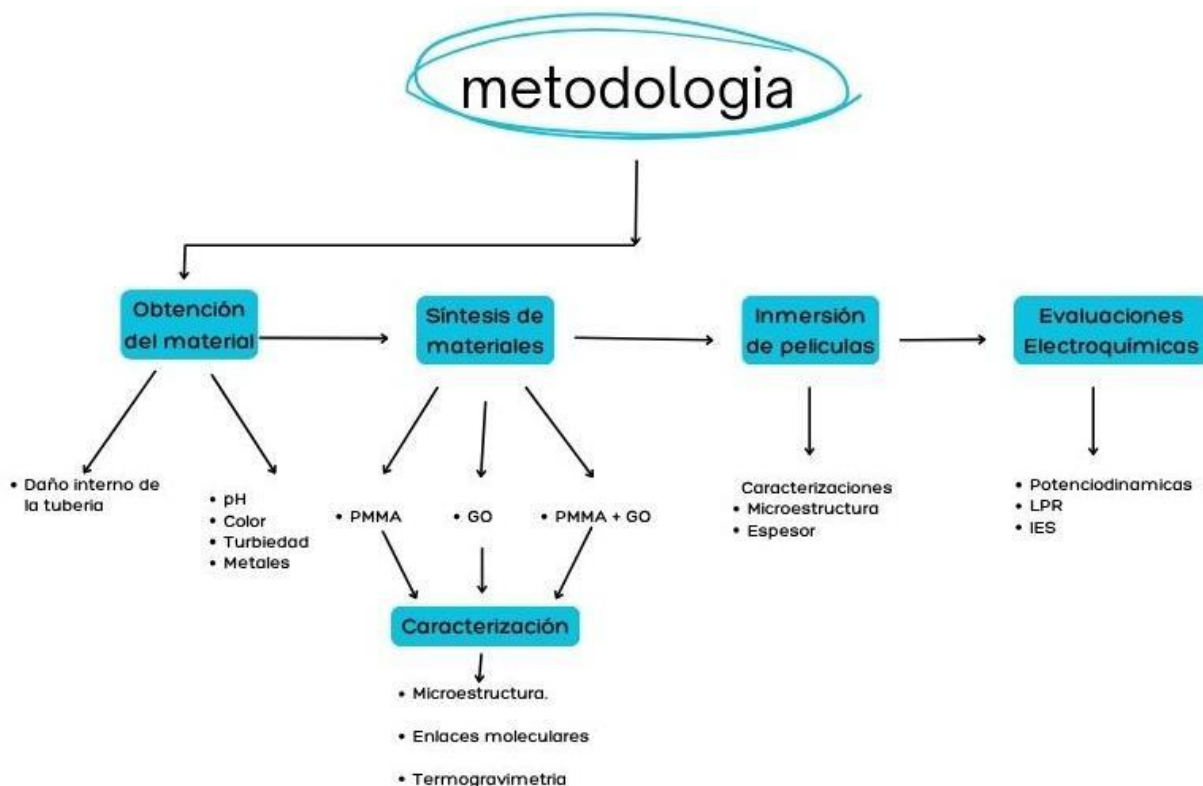


Figura 7. Metodología del proyecto

1. Evaluación de la calidad del agua, el informe puede consultarse en el anexo 1.
2. Análisis de la tubería que sufre el daño corrosivo.
3. Diseño y síntesis del recubrimiento anticorrosivo compuesto por polimetilmetacrilato (PMMA), óxido de grafeno (OG) y sus compuestos.
4. Evaluación morfológica y estructural mediante microscopía electrónica de barrido (MEB), espectroscopía de energía dispersiva (EDS), espectroscopía de infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR) y calorimetría diferencial de barrido con análisis termogravimétrico (DSC/TGA).
5. Adhesión de películas delgadas sobre algunas muestras de la tubería analizada.
6. Evaluación electroquímica de los recubrimientos en medio acuoso: evaluaciones potenciodinámicas (Tafel), ensayos de resistencia a la polarización lineal (RPL) y espectroscopia

electroquímica de impedancia (*electrochemical impedance spectroscopy*: EIS) para estimar el potencial de corrosión, la densidad de corrosión y la tasa de corrosión de la tubería en el medio.

Preparación del sustrato

Evaluación del material

En la primera etapa de la metodología se toma en cuenta el material con el cual el OOAPAS trabaja en su tubería, se trata de acero cédula 40 de 4" de diámetro sin costura, fabricada con una tubería lisa API 5lb/x42, según la norma ASTM 53. El acero para la fabricación del tubo ASTM A53 (para el tubo con o sin costura) debe estar en conformidad con los siguientes procesos: horno eléctrico, fogón abierto, o básico de oxígeno. Según la normativa, las propiedades químicas del tubo se identifican en la tabla 1.

Tabla 1. Composición química de la tubería

Grado	COMPOSICION QUIMICA (Max %)									
	Fe	C	Mn	F	S	Cu	Ni	Cr	Mo	V
Grado A	Tipo S									
	Bal.	0.25	0.95	0.05	0.045	0.4	0.4	0.4	0.15	0.08
Grado B	Bal.	0.3	1.2	0.05	0.45	0.4	0.4	0.4	0.15	0.08
Grado A	Tipo E									
	Bal.	0.25	0.95	0.05	0.045	0.4	0.4	0.4	0.15	0.08
Grado B	Bal.	0.3	0.12	0.05	0.045	0.4	0.4	0.4	0.15	0.08
Grado A	Tipo F									
	Bal.	0.3	0.12	0.05	0.045	0.4	0.4	0.4	0.15	0.08
Propiedades mecánicas										
Esfuerzos					Grado A			Grado B		
Resistencia a la tracción					48000 [330]			60000 [415]		
Limite elástico					30000 [205]			35000 [240]		
Elongación en 2 in o 50 mm					E= 625000 [1940] A ^{0.2} / U ^{0.9}					

Lavado de material y metalografía

Las secciones de tubería de acero del pozo C-5 se limpiaron, se cortaron en láminas pequeñas (aproximadamente 2 cm × 3 cm), se desbastaron con papel de lija y se pulieron hasta obtener un acabado de espejo.

Obtención del recubrimiento compuesto PMMA/OG

La síntesis química es el proceso de producción de compuestos químicos a partir de compuestos más simples o precursores. El propósito principal de la síntesis química, más que la preparación de sustancias nuevas o compuestos es el desarrollo de procedimientos en la preparación de nuevos compuestos, que sean más rentables, así como modificar su estructura para mejorar un material.

Síntesis de óxido de grafeno por método de Hummer's modificado

Reactivos

- Grafito (Adrich®)
- Nitrato de sodio (NaNO_3 , Meyer®)
- Ácido sulfúrico (H_2SO_4 J.T. Baker ®)
- Permanganato de Potasio (KMNO_4 , Golden Bell®)
- Agua oxigenada (H_2O_2 Meyer®)
- Hidróxido de sodio (NaOH Macron®)

La síntesis de óxido de grafeno comienza en un matraz de 3 bocas (figura 8) y se mezcla el grafito en polvo con de nitrato de sodio y después se agrega en una solución de ácido sulfúrico en un baño de hielo dentro de una tina de ultrasonido. Se homogeniza la mezcla en el ultrasonido por 5 minutos, debe de estar en un rango de temperatura de 0 a 10 °C. Posteriormente se agrega el permanganato de potasio cada 2 minutos a la suspensión homogénea y manteniendo una temperatura de 5 ± 2 °C durante 2 horas. Una vez concluida la sonicación, se retira el baño de hielo y la temperatura se debe de mantener constante a 35 ± 3 °C. Posteriormente se agrega lentamente otra medida de permanganato de potasio por minuto con agua desionizada a la pasta lentamente hasta llegar a solución, y elevar la temperatura, así se evita que la reacción exotérmica se salga de control. La suspensión resultante es sometida a varios procesos de lavado con agua desionizada caliente a 70 °C. El pH final de la muestra es de 7. Este material fue caracterizado por la técnica de microscopía electrónica de barrido, espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier, análisis termogravimétrico y calorimetría diferencial de barrido.



Figura 8. Síntesis de OG

Síntesis de PMMA vía radicales libres

Reactivos

- Metacrilato de metilo (MMA Aldrich®)
- Hidróxido de sodio (NaOH Macron®)
- Peróxido de benzoilo (PBO Aldrich®)
- Tetrahidrofurano (THF J.T. Baker ®)

La síntesis inicia al añadir el monómero MMA en un vaso de precipitado con perlas de NaOH con agitación vigorosa constante por 30 minutos. Se diluyó en relación de %v/v el MMA y el THF y se agregó el catalizador de peróxido de benzoilo. Para lograr la polimerización, se debe alcanzar la temperatura de 80 °C. Después de alcanzar la temperatura, la reacción cambio de transparente a amarilla, posteriormente se agregó el óxido de grafeno (OG) mientras las cadenas poliméricas estuvieran abiertas (figura 9), lo que hizo la unión de color negro. Asimismo, la viscosidad se incrementó gradualmente conforme crecían las cadenas poliméricas, hasta que la agitación dejó de ser vigorosa, la reacción fue suspendida y retirada del calentamiento para proceder al almacenamiento del polímero en frascos de vidrio ámbar a temperatura ambiente.



Figura 9. Síntesis de PMMA/OG

Este material se caracterizó por las técnicas MEB, FTIR, DSC/TGA. De igual manera se analizaron los recubrimientos por técnicas electroquímicas como las pruebas potenciodinámicas, resistencia a la polarización lineal y espectroscopía de impedancia electroquímica. Las proporciones de los recubrimientos y su identificación se observan en la tabla 2.

Tabla 2. Proporciones de los compuestos

Nombre	% de PMMA en peso	% de OG en peso
S ₀ (sustrato de acero)	0	0
S ₁	100	0
S ₂	99	1
S ₃	98	2

Caracterizaciones

Espectroscopía infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR)

La evaluación por espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) se realizó con un espectrofotómetro Bruker Vertex 70, figura 10. Los espectros se registraron con un rango de 3500 a 500 cm^{-1} de 2 cm^{-1} y 90 escaneos. Se utilizaron los compuestos en polvo.

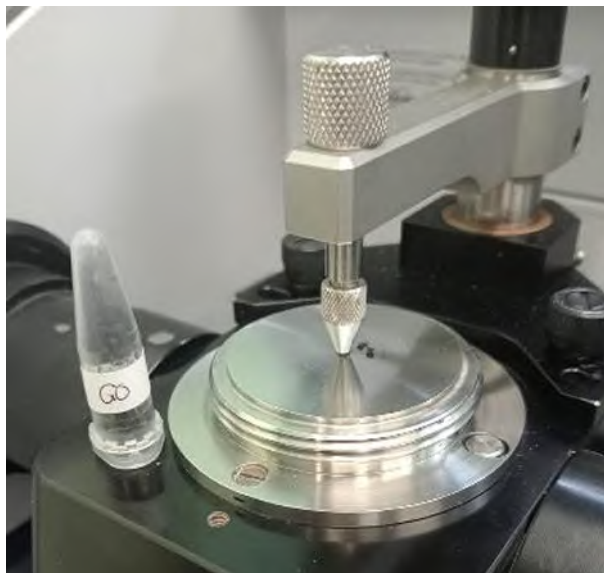


Figura 10. Ensayo FTIR de óxido de grafeno

Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

La microestructura se examinó utilizando un microscopio electrónico de barrido JEOL JSM-6610LV equipado con espectroscopía de energía dispersa, figura 11. En la microscopía electrónica de barrido se observa la morfología de los componentes Las muestras se metalizaron en un baño de oro marca DENTON VACUUM modelo Desk V.



Figura 11. Evaluación SEM-EDS sobre las muestras

Calorimetría diferencial de barrido/ Análisis termogravimétrico (DSC/TGA)

Para conocer la temperatura de transición vítrea del material compuesto, se evaluó el comportamiento calorimétrico utilizando un equipo Netzsch STA Júpiter, figura 12. Las evaluaciones iniciaron a una temperatura de 30 °C con una velocidad de calentamiento de 10 °C·min⁻¹. Por otra parte, la estabilidad térmica se evaluó por pérdida de masa con aumento de la temperatura utilizando el componente de TGA, medido en el mismo equipo con las mismas condiciones bajo una atmósfera inerte de nitrógeno.



Figura 12. Preparación de las muestras para comenzar el ensayo DSC/TGA

Depósito de películas sobre el sustrato

Una vez preparado el sustrato se aplica la película anticorrosiva por método de inmersión o “*Dip-Coating*”, figura 13. El *Dip-Coating* es un método que permite la formación de películas delgadas para diferentes espesores sobre un sustrato. El método involucra la inmersión de un sustrato en un reservorio de solución durante un corto periodo de tiempo, de manera de asegurar que el sustrato se moje totalmente y luego se retira de la solución. Después de que el solvente se haya evaporado, queda una película uniforme depositada sobre la superficie del sustrato [33].

Para este proceso se trabajó a una velocidad de 170 mm/min, con una duración de un minuto sumergidas. Una vez recubiertas se dejan secar 24 horas. Después, se someten a un tratamiento térmico a 60 °C por 4 horas.



Figura 13. Aplicación de la película anticorrosiva en el sustrato

Evaluaciones electroquímicas

Las evaluaciones electroquímicas permiten realizar una serie de pruebas a una celda electroquímica con el fin de determinar sus características eléctricas y químicas. Las evaluaciones electroquímicas se llevaron a cabo utilizando un potenciostato/galvanostato Gill-AC (ACM Instruments) con una configuración de tres electrodos: Ag/AgCl/KCl (saturado) como electrodo de referencia, una barra de grafito como electrodo auxiliar y la muestra como electrodo de trabajo, figura 14. El electrolito utilizado fue agua del pozo C-5, con las siguientes concentraciones de iones en mg/L: $\text{NO}_2^- < 0.01$, $\text{NO}_3^- < 0.1$, $\text{SO}_4^{2-} = 43.94$, $\text{Mg}^{2+} = 1.9$, $\text{Cl}^- = 174.8$, $\text{F}^- = 0.24$, $\text{CaCO}_3 = 10.2$ y metales traza ($\text{Fe} < 0.2$, $\text{Mg} < 0.1$, $\text{Hg} < 0.001$, $\text{Al} < 0.045$, $\text{Pb} < 0.005$ y $\text{As} = 0.016$). No se detectaron coliformes fecales. El pH del agua fue de 6,8 y la temperatura se controló a 39 ± 1 °C mediante una banda de calentamiento eléctrico y un controlador digital para todas las evaluaciones.

Ensayos potenciodinámicos (Tafel)

El análisis de Tafel es una técnica electroquímica importante que se utiliza para comprender la cinética de reacción. El estudio de la pendiente de Tafel revela los pasos que determinan la velocidad en las reacciones de los electrodos, lo que ayuda a campos como la corrosión y la investigación de las pilas de combustible. Este método ayuda a las industrias a optimizar los procesos y mejorar el rendimiento de los dispositivos adaptando los materiales y las condiciones para una mayor eficiencia.

Las curvas de polarización potenciodinamica se registraron en un rango de potencial de -500 mV a + 1500 mV frente al potencial de corrosión abierto (*open corrosion potential*: OCP) a una velocidad de barrido de 1 mV/s.



Figura 14. Armado para evaluaciones Tafel

El procedimiento para obtener i_{corr} , E_{corr} , β_a y β_c fue el método de los interceptos [34]:

- Obtención de la gráfica potencial vs intensidad de corriente
- Trazo de una línea horizontal en la intersección de las fases catódica y anódica
- Trazo de dos líneas tangenciales de cada fase, las cuales deben de encontrarse en la misma década (figura 15)
- Estimar las pendientes β_a y β_c , se eligió el valor mínimo y máximo de cada década, posteriormente se restan

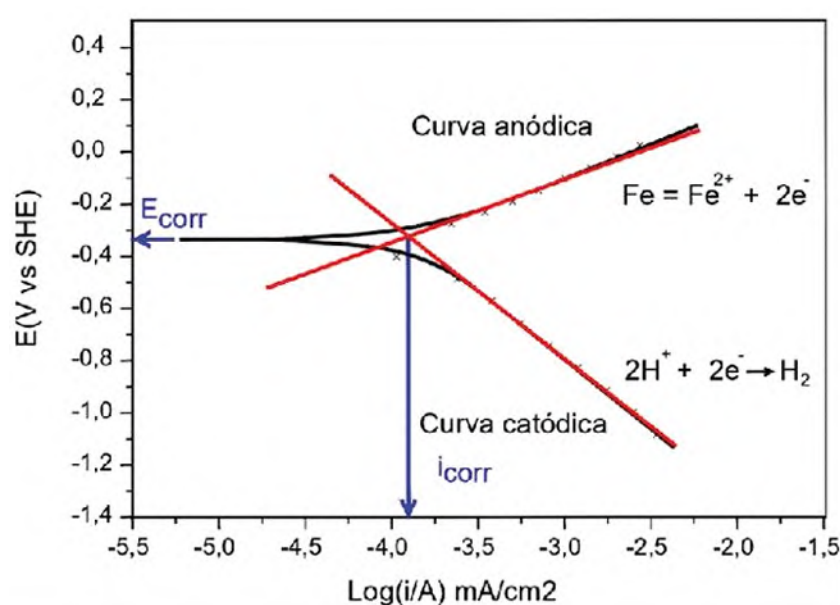


Figura 15. Ejemplo de una curva potenciodinamica [34]

Resistencia a la polarización lineal (LPR)

Se conoce comúnmente como la técnica LPR o de Resistencia de Polarización Lineal, a la única técnica para el seguimiento de la corrosión que facilita la medición directa y en tiempo real de las tasas de corrosión. A pesar de que su aplicación está restringida a medios conductivos líquidos, el tiempo de respuesta y la calidad de la información que proporciona este método es notablemente superior, donde sea relevante, a todos los demás métodos para el seguimiento de la corrosión.

Se utilizó un rango de potencial desde -15 mV hasta 15 mV con una tasa de barrido de 10 mV cada 15 min durante 24 horas.

Cálculo de la tasa de corrosión

Después de la estimación de los parámetros de corrosión resultantes del análisis de las curvas de Tafel y de la obtención de los datos de resistencia obtenidos de los ensayos potenciodinámicos LPR se calculó el perfil de la densidad de corriente de corrosión i_{corr} durante las 24 horas de prueba, usando la ecuación 3 [35].

$$i_{corr} = \frac{B}{R_p} \quad (3)$$

Aquí, R_p es la resistencia a la polarización y B es una constante de Stern & Geary que se calcula con la ecuación 4 [16].

$$B = \frac{\beta_a \beta_c}{2.303(\beta_a + \beta_c)} \quad (4)$$

Las constantes β_a y β_c son los promedios obtenidos a partir de los gráficos de Tafel [36].

Una vez que la i_{corr} fue calculada, se procedió a estimar la velocidad de corrosión, siguiendo el procedimiento estándar dado en la norma ASTM G102-89 [35], que establece el cálculo de la velocidad de corrosión CR a partir de la ley de Faraday (Ecuación 5).

$$CR = K_1 \frac{i_{cor}}{\rho} EW \quad (5)$$

En la ecuación anterior, K_1 es una constante de proporcionalidad igual a 3.27×10^{-3} mm g/ μ A cm año, ρ es la densidad promedio del material corroído en g/cm³ y EW es el peso equivalente de la masa del material que se oxida y que para este cálculo se considera adimensional [35]. La ρ es un promedio ponderado y se calcula como la sumatoria de los productos de la fracción en peso de cada elemento i en la aleación f_i y su densidad ρ_i (Ecuación 6).

$$\rho = \sum_i f_i \rho_i \quad (6)$$

EW es el inverso de la sumatoria de los productos $n_i f_i$ divididos por W_i para cada elemento i en la aleación (Ecuación 7). Donde n_i es la valencia de oxidación de cada elemento y W_i es el peso atómico de cada elemento [35].

$$EW = \frac{1}{\sum_i \frac{n_i f_i}{W_i}} \quad (7)$$

Espectroscopia electroquímica de impedancia (EIS)

La espectroscopia de impedancia electroquímica (*Electrochemical impedance spectroscopy*: EIS) es una técnica multidisciplinar ampliamente utilizada para caracterizar el comportamiento de sistemas electroquímicos complejos. Lo que distingue a EIS es su capacidad para aislar y distinguir la influencia de varios fenómenos físicos y químicos en un potencial aplicado dado, algo que no es posible con las técnicas electroquímicas “tradicionales”. EIS se emplea en el estudio de una variedad de sistemas complejos que incluyen baterías, catálisis y procesos de corrosión. En los últimos años, EIS también se ha vuelto más popular para investigar interfaces de semiconductores y la difusión de iones a través de membranas.

Se utilizó un rango de frecuencia de 30,000 Hz a 0.01 Hz con una lectura logarítmica, para la prueba se configuró a 30 mV/RMS de amplitud registrando 60 lecturas por prueba

CAPÍTULO 4

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Resultados

Calidad de agua

El pozo denominado C-5 presenta las siguientes características físicas y químicas en el agua: En los resultados del anexo 1 se observa el pH de 6.8 con una temperatura de 39 °C. Por otro lado, se aprecia presencia de hierro, fluoruros, sulfuros y nitratos en la evaluación de laboratorio. No se detectaron coliformes y se identifica una conductividad de 1754 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

Características de la tubería usada

El daño de la tubería del pozo de extracción “C5” se observó por microscopía óptica (figura 16), con un microscopio marca Labomed modelo Cxl. La tubería se seccionó para poder observar el daño estructural interno. En la figura 16a, se observa el daño de corrosión que sufre la tubería encontrándose las impurezas propias del ambiente tales como lodo, pasto y residuos de grasa. Posteriormente, la tubería se lavó con agua y jabón para que se pudiese observar la superficie sin impurezas observando el fenómeno de corrosión por picadura (figura 16b). Es importante mencionar que la parte exterior de la tubería no presenta signos de degradación por corrosión, siendo el mayor efecto en el interior del material.

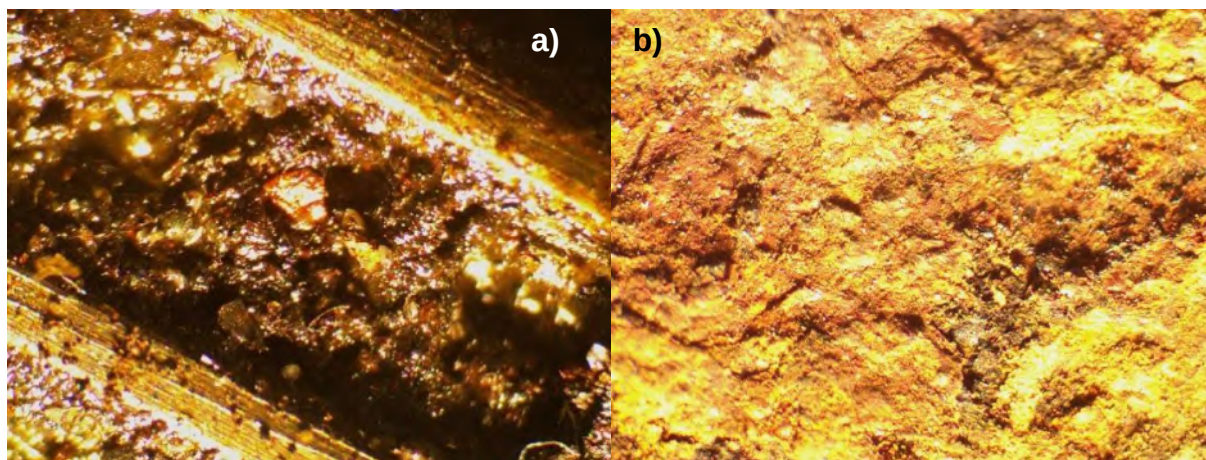


Figura 16. (a) Daño estructural por corrosión de la tubería interna sin lavar del pozo C5, (b) Daño estructural por corrosión de la tubería interna lavada del pozo C5

Análisis FTIR de los recubrimientos

El espectrograma de los recubrimientos se muestra en la figura 17. El recubrimiento S_1 (PMMA = 100 %) muestra los enlaces poliméricos característicos, con una banda a 2940 cm^{-1} asociada con el enlace C-H; el pico prominente a 1724 cm^{-1} representa el grupo carbonilo (C=O), y se observa una vibración de estiramiento asimétrica del grupo C-O-C en 1117 cm^{-1} . Las vibraciones de estiramiento del grupo metilcarbonilo (C-C-O) aparecen a 1275 cm^{-1} , junto con bandas a 746 , 837 y 987 cm^{-1} , lo que indica la presencia del grupo CH_2 [37]. En los materiales compuestos de PMMA-OG (S_2 y S_3), dos bandas

pequeñas a 3004 y 2945 cm^{-1} corresponden a las vibraciones de estiramiento del éster metílico C-H, mientras que el grupo C=O se identifica a 1731 cm^{-1} [38].

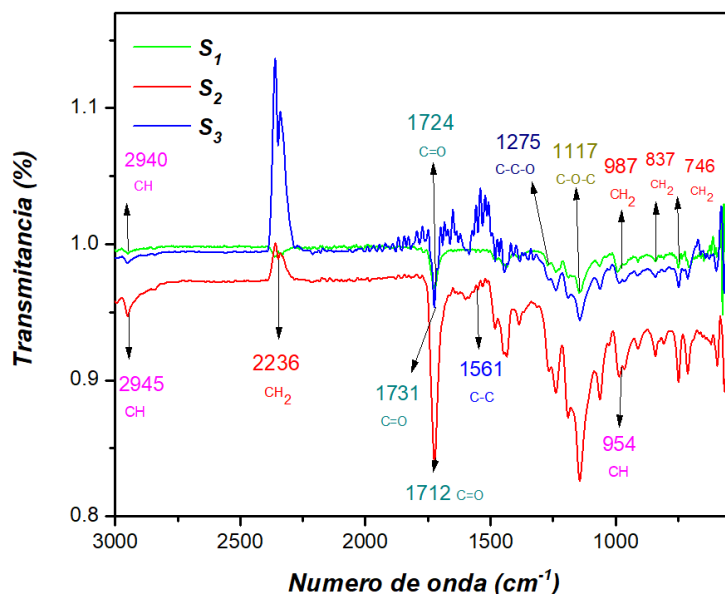


Figura 17. Espectroscopía FTIR de los recubrimientos desarrollados.

Tal como se observa, los recubrimientos S_1 , S_2 y S_3 presentan características similares. Los espectros del PMMA puro y de los recubrimientos compuestos muestran características similares, lo que indica que no existen interacciones entre la matriz polimérica de PMMA y las partículas de OG, fortaleciendo la apreciación encontrada por Tsagkalias *et al.* [39] en el que se puede observar una reducción de la velocidad de la reacción de polimerización y la posibilidad del aumento en el peso molecular promedio del polímero formado. Esta observación apoya la idea de que la adición de OG fortalece físicamente la matriz polimérica sin requerir enlaces químicos fuertes, mejorando propiedades como la temperatura de transición vítrea y la cohesión de la microestructura como lo confirman los resultados de DSC/TGA.

Microestructura de los recubrimientos

Para observar la microestructura de los materiales obtenidos se utilizó el microscopio electrónico de barrido. La figura 18 representa el óxido de grafeno sintetizado donde es posible observar la estructura laminada, debido a la exfoliación del grafito. Esta estructura tiene apariencia de escamas observando pliegues y enrollamientos posiblemente debido a la flexibilidad del material, la estructura bidimensional queda en evidencia al analizar las superficies lisas en las zonas donde no se observan las rugosidades. Aunque no se identifica adecuadamente su espesor, puede inferirse por la transparencia de las mismas que las láminas son delgadas, aunque se encuentran superpuestas.

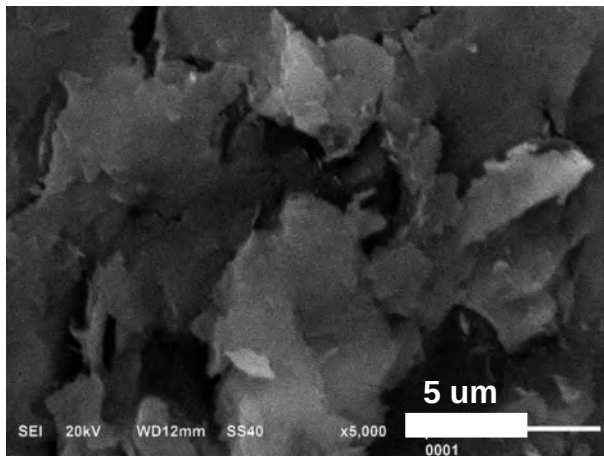


Figura 18. Fotografía SEM de la morfología de OG

La muestra S_1 , que contiene 100% PMMA (figura 19), muestra una superficie que muestra irregularidades con cierta rugosidad heterogénea, esta característica morfológica es característica de los polímeros ya que toman una rugosidad dependiendo el método de fabricación.

En las figuras 20 y 21 se sigue observando la estructura polimérica, sin embargo, las micrografías presentan pequeños granos debido a la adhesión del OG en el sistema. En la figura 21 se puede observar la integración del PMMA y OG dentro de la estructura con una capa más rugosa que resulta del aumento en el contenido de partículas de OG en la matriz polimérica. Se espera que el recubrimiento S_2 mejore el efecto de barrera contra la permeabilidad de iones y agua, aumentando así la resistencia a la corrosión. Las figuras 20 y 21 muestran las morfologías de los recubrimientos S_2 y S_3 , respectivamente. El recubrimiento de polímero PMMA y la integración de láminas de OG dentro de la estructura son visibles, con una capa más rugosa resultante del mayor contenido de partículas de OG.

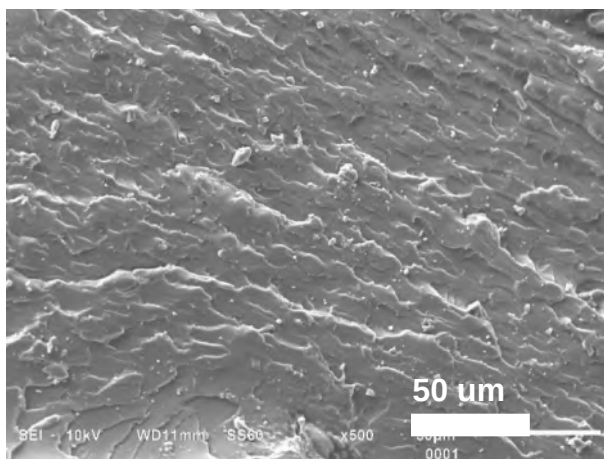


Figura 19. Morfología de la composición S_1

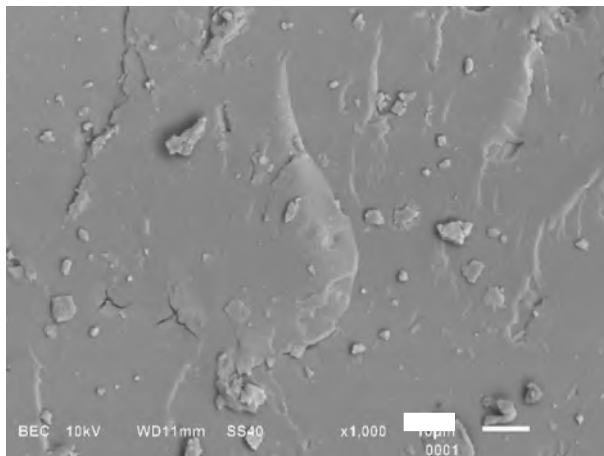


Figura 20. Morfología de la composición S₂

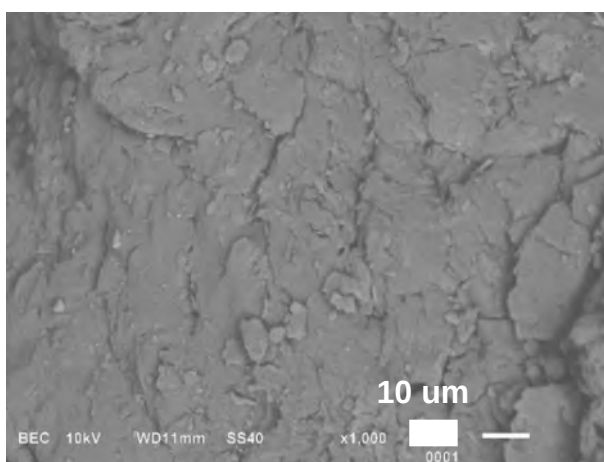
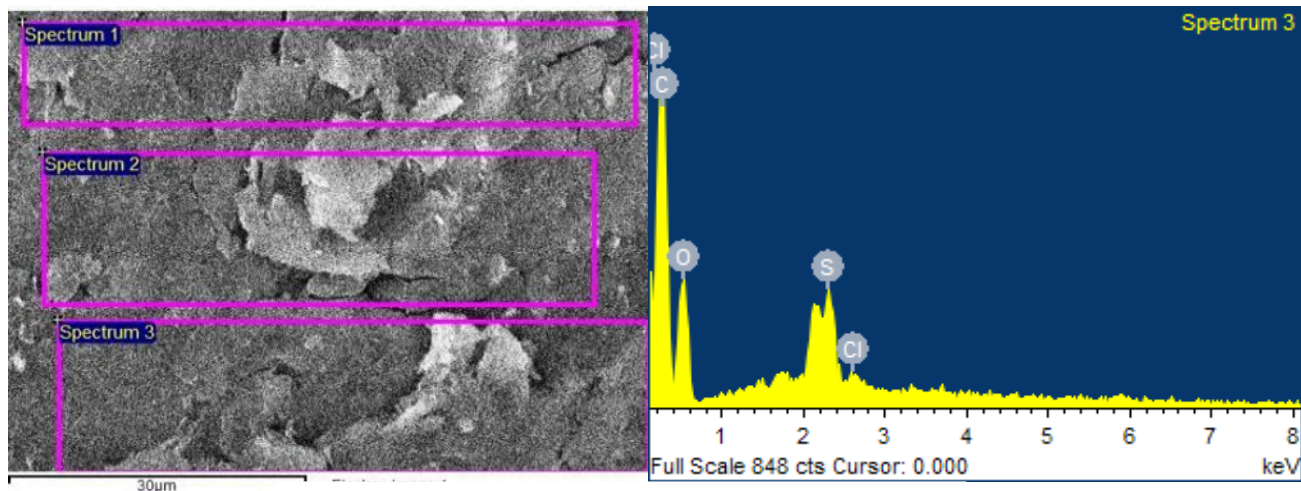


Figura 21. Morfología de la composición S₃

Caracterización por Espectroscopía de RX de Dispersión de energía (EDS)

Óxido de grafeno (OG)

En los ensayos realizados se observa la correcta exfoliación del grafito en la microestructura. Existe azufre y cloro, debido al residuo de ácido sulfúrico y ácido clorhídrico añadido a la síntesis, figura 22, tabla 3.



Quantitative results

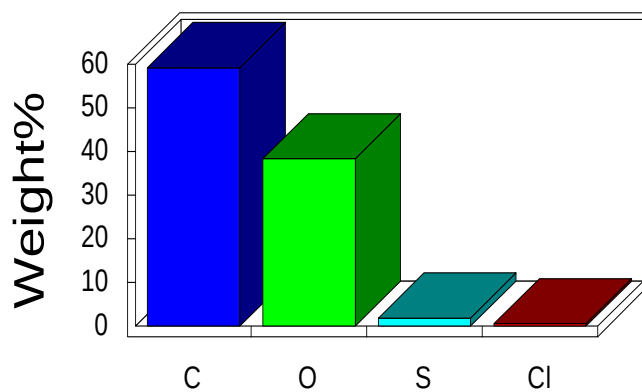


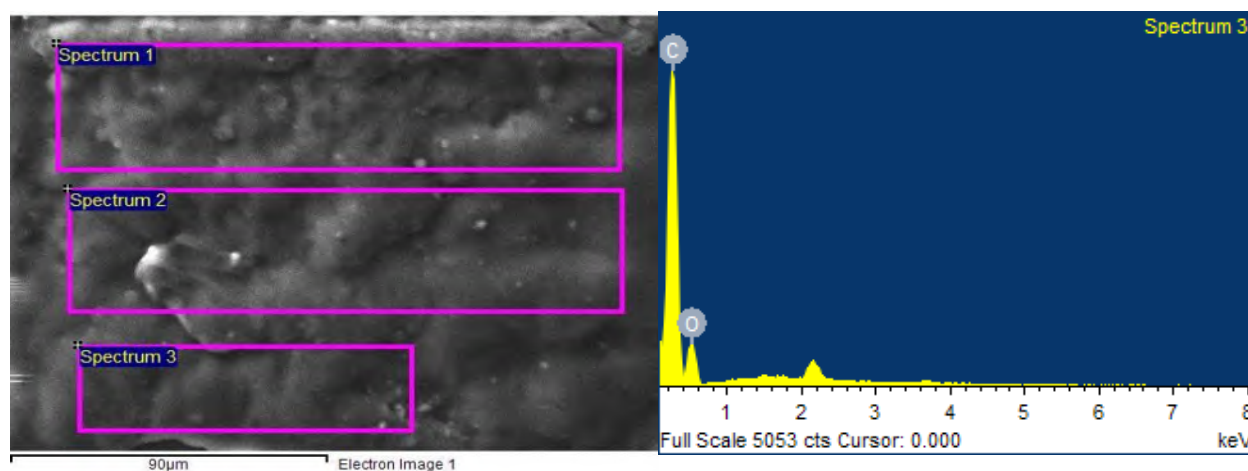
Figura 22. Análisis de OG en EDS

Tabla 3. Composición de OG medido en EDS

Espectro	In stats.	C	O	S	Cl	Total
Espectro 1	Yes	62.33	34.97	1.93	0.77	100
Espectro 2	Yes	61.38	36.16	1.96	0.50	100
Espectro 3	Yes	59.24	38.37	1.83	0.57	100
Promedio		60.98	36.50	1.90	0.61	100
Desviación std		1.58	1.72	0.07	0.14	
Max.		62.33	38.37	1.96	0.77	
Min.		59.24	34.97	1.83	0.50	

Muestra S₁

El estudio EDS nos confirma que la estructura del PMMA está unida correctamente, puesto que en su estructura se compone de carbono y oxígeno solamente, figura 23, tabla 4.



Quantitative results

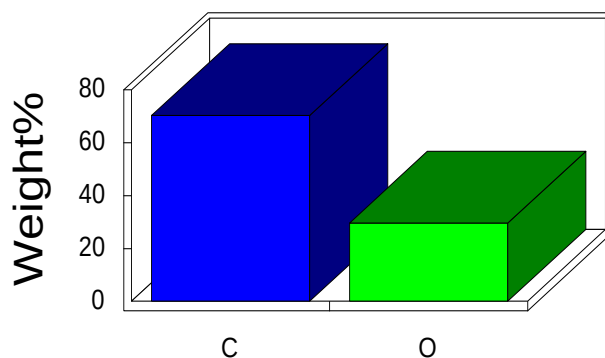


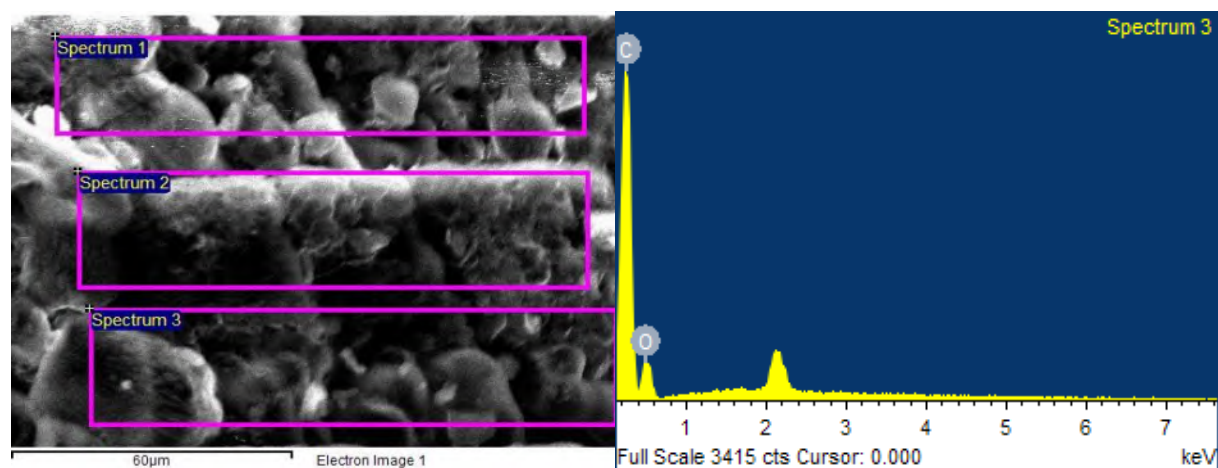
Figura 23. Análisis de S₁ en EDS

Tabla 4. Composición de S₁ medido en EDS

Espectro	In stats.	C	O	Total
Espectro 1	Yes	67.86	32.14	100
Espectro 2	Yes	67.73	32.27	100
Espectro 3	Yes	70.34	29.66	100
Promedio		68.64	31.36	100
Desviación std		1.47	1.47	
Max.		70.34	32.27	
Min.		67.73	29.66	

Muestra S₂

En la composición 2 observamos que el PMMA y el OG están unidos adecuadamente, debido a que no presenta algún otro elemento en su estructura, figura 24, tabla 5.



Quantitative results

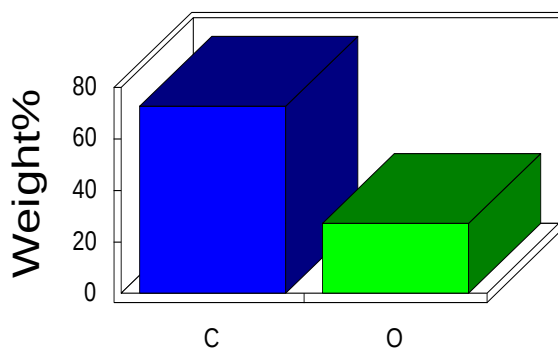


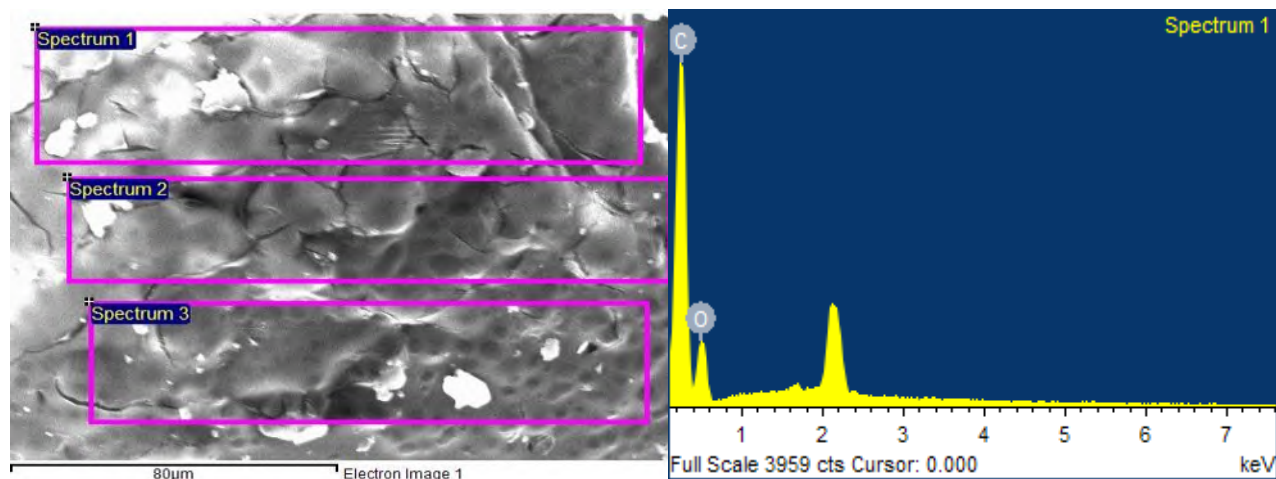
Figura 24. Análisis de S₂ en EDS

Tabla 5. Composición de S₂ medido en EDS

Espectro	In stats.	C	O	Total
Espectro 1	Yes	69.92	30.08	100
Espectro 2	Yes	76.60	23.40	100
Espectro 3	Yes	72.80	27.20	100
Promedio		73.11	26.89	100
Desviación std		3.35	3.35	
Max.		76.60	30.08	
Min.		69.92	23.40	

Muestra S₃

Como lo demostrado en las evaluaciones anteriores, la muestra S₃ presenta carbono y oxígeno, debido a su composición elemental, aunque aumento la concentración de OG, sigue siendo proporcional la cantidad de carbono – oxígeno, figura 25, tabla 6.



Quantitative results

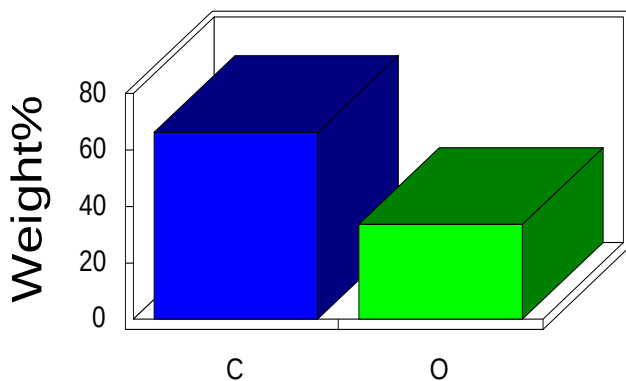


Figura 25. Análisis de S₃ en EDS

Tabla 6. Composición de S₃ medido en EDS

Espectro	In stats.	C	O	Total
Espectro 1	Yes	66.34	33.66	100
Espectro 2	Yes	67.11	32.89	100
Espectro 3	Yes	65.41	34.59	100
Promedio		66.28	33.72	100
Desviación std		0.85	0.85	
Max.		67.11	34.59	
Min.		65.41	32.89	

Degradación térmica de los recubrimientos

Los compuestos híbridos se evaluaron utilizando DSC/TGA para determinar su comportamiento térmico. Las curvas resultantes se muestran en la figura 26, donde la temperatura de transición vítrea (T_g) del recubrimiento S_3 aumenta significativamente debido a la incorporación de OG, alcanzando los 347 °C, en comparación con los 270 °C en S_2 y los 245 °C en S_1 . Esta mejora puede atribuirse a la movilidad restringida de la cadena polimérica, lo que sugiere una fuerte interacción y un acoplamiento adecuado entre las partículas de OG y la superficie de PMMA [40].

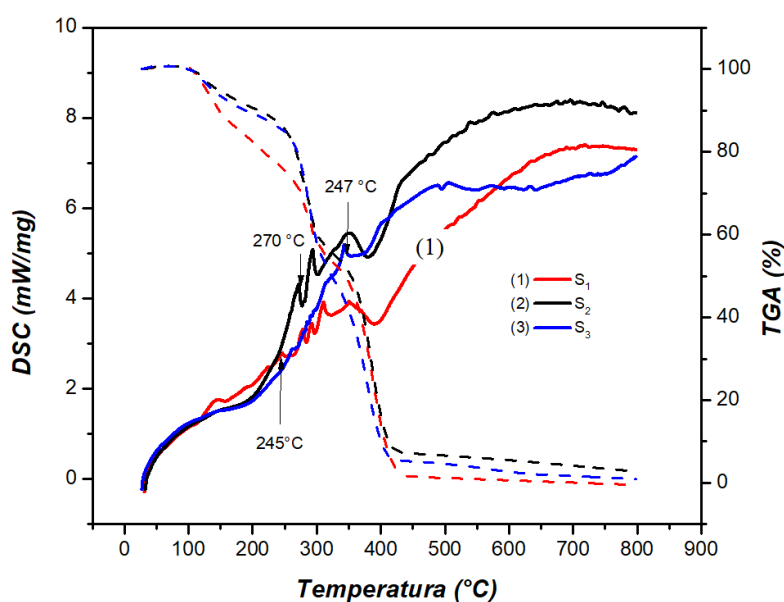


Figura 26. DSC/TGA de los compuestos S_1 , S_2 S_3

Espesor de la película

En esta medición se observa que gracias al método “*Dip Coating*” el espesor de las películas son uniformes, en consecuencia, las evaluaciones electroquímicas serán más precisas. Las mediciones se realizaron con un micrómetro analógico de 2”, las muestras fueron medidas con respecto a su eje transversal, en la tabla 7 se puede observar que el promedio de recubrimiento va desde 0.15 mm hasta los 0.25 mm.

Tabla 7. Espesores de película

Identificador	Área (mm ²)	Muestra sin recubrir (mm)	Muestra con recubrimiento (mm)
1S ₀	220.27	4.391	-
1S ₀	279.24	5.374	5.428

2S ₁	232.73	5.076	5.394
3 S ₁	302.27	4.401	4.521
1S ₂	226.43	5.958	5.971
2S ₂	221.79	5.375	5.392
3S ₂	246.71	5.901	5.915
1S ₃	206.21	5.229	5.403
2 S ₃	233.15	5.147	5.383
3 S ₃	220.27	5.057	5.172

Evaluaciones electroquímicas

Evaluaciones potenciodinámicas

Las mediciones potenciodinámicas basales de los recubrimientos se obtuvieron del acero de la tubería de extracción (sustrato), que mostró una densidad de corriente de corrosión (i_{corr}) de 3.52 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ y un potencial de corrosión (E_{corr}) de 802 mV vs. SCE (Figura 27) [41]. El efecto de la temperatura del agua en el comportamiento de la corrosión se ilustra en la figura 28. A 40 °C, los recubrimientos S₂ y S₃ presentaron valores de i_{corr} ligeramente inferiores a los del sustrato (2,34 y 2,18 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$, respectivamente), y sus valores de E_{corr} fueron más positivos (−751 y −750 mV vs. SCE). Sin embargo, a 25 °C, los recubrimientos S₁ y S₂ redujeron la densidad de corriente en 1 a 2 órdenes de magnitud (0,298 y 0,027 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$, respectivamente), con E_{corr} cambiando a valores más positivos que los observados a 40 °C (Figura 28) [41]. Las mediciones potenciodinámicas proporcionan una visión general del comportamiento de la corrosión durante los tiempos de inmersión iniciales. El aumento de la temperatura se correspondió con un aumento en la densidad de la corriente de corrosión, lo que concuerda con los problemas de corrosión observados en el pozo C-5 [41]. Los cálculos de las pendientes de Tafel obtenidos con el método del intercepto para cada una de las repeticiones experimentales son presentados en la tabla 8.

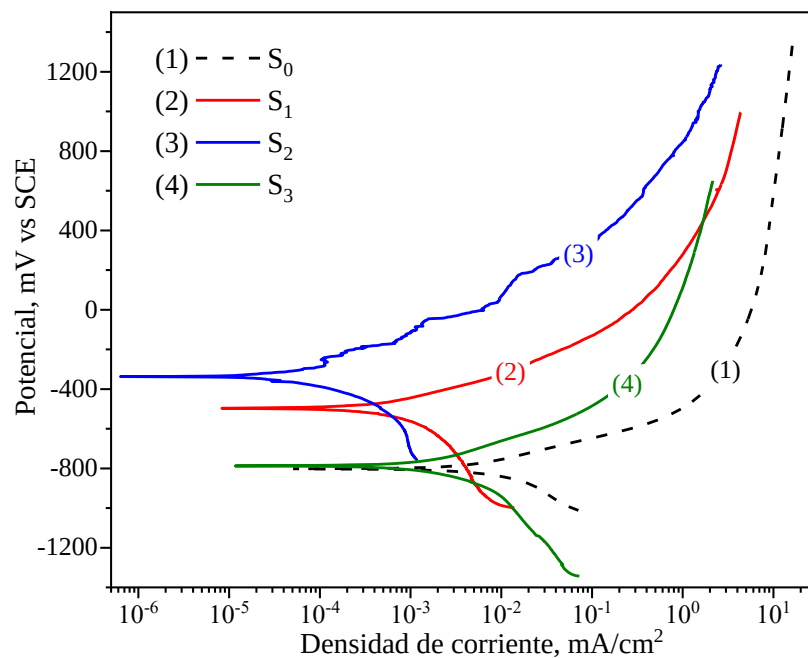


Figura 27. Mediciones potenciodinámicas del sustrato y recubrimientos en agua de pozo C-5, a temperaturas del agua de 25 °C [41]

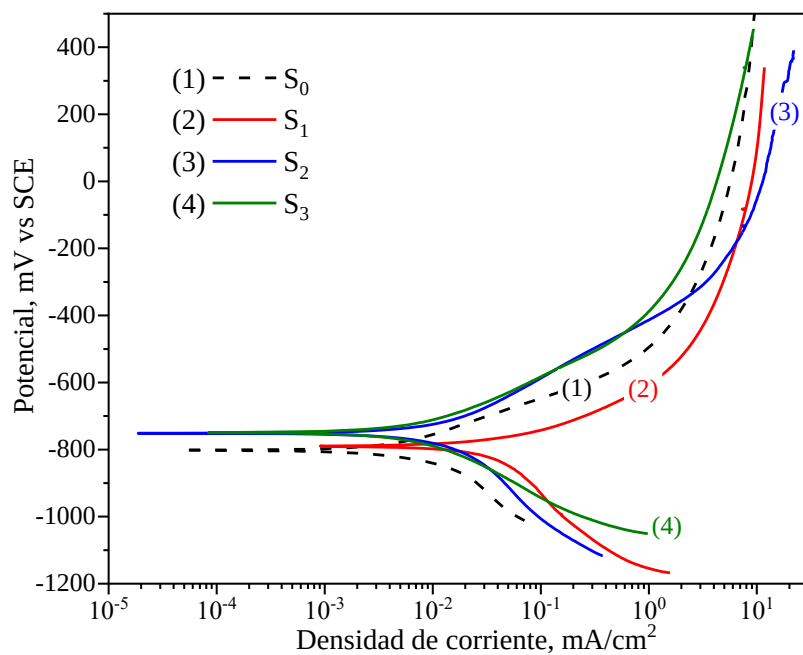


Figura 28. Mediciones potenciodinámicas del sustrato y recubrimientos en agua de pozo C-5, a temperaturas del agua de 40 °C [41]

Tabla 8. Promedios de los parámetros de polarización [41]

A 25 °C	i_{corr}	E_{corr}	β_c	β_a
	$\mu\text{A}/\text{cm}^2$	mV vs SCE	mV/década	mV/década
S ₀	3.520	-802	101	84
S ₁	0.298	-497	102	126
S ₂	0.027	-336	82	90
S ₃	1.312	-786	136	147
A 40 °C	i_{corr}	E_{corr}	β_c	β_a
	$\mu\text{A}/\text{cm}^2$	mV vs SCE	mV/década	mV/década
S ₀	3.520	-802	101	84
S ₁	13.477	-790	52	84
S ₂	2.374	-751	42	43
S ₃	2.183	-750	52	45

Velocidad de corrosión

Las cinéticas de potencial de corrosión E_{corr} derivados de las mediciones electroquímicas de LPR muestran que el potencial de corrosión más positivo del material en el agua de pozo (pH 8.44) fue observado sobre la muestra S₃ con valores de potencial que van desde los –786 mV y que llegan hasta los –690 mV. Después continua la cinética presentada por el recubrimiento S₁ que va desde los –740 mV hasta los –700 mV aproximadamente, por último, el más negativo fue la cinética de potencial de corrosión mostrada por el recubrimiento S₂ que va de –725 mV hasta –710 mV. En todos los casos las cinéticas del potencial de corrosión se desplazan a valores más positivos con el tiempo de inmersión, esto fue asociado con la formación de una capa de productos de corrosión en la interfase metal/recubrimiento.

En las figuras 34 y 35 se presentan las mediciones de potencial y resistencia a la polarización (R_p) de los recubrimientos a lo largo del tiempo a 40 °C. En la Figura 29 se observa que el potencial de media celda del sustrato no recubierto (S₀) cambió a valores más negativos con el tiempo, lo que indica una mayor actividad, mientras que su resistencia a la polarización se mantuvo más baja (figura 30). Mientras que, la aplicación de los recubrimientos estabilizó el potencial de media celda después de 7 horas de inmersión, manteniéndolo en aproximadamente –720 mV vs. SCE. Esta estabilización dio como resultado una alta resistencia a la corrosión, con el recubrimiento S₂ exhibiendo los valores más altos de R_p , lo que indicó el mejor rendimiento anticorrosivo (figura 30). Como resultado, el sustrato no recubierto (S₀) exhibió la mayor densidad de corriente (i_{corr}), oscilando entre 80 y 20 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ al inicio y al final de la inmersión, respectivamente. Por lo contrario, el recubrimiento S₂ tuvo el i_{corr} más bajo, alrededor de 1.1 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$, lo que representa una tasa de corrosión significativamente menor, como se informó anteriormente [42]. La resistencia a la corrosión mejorada del recubrimiento S₂ se atribuyó a la adición de 1 % en peso de OG en la matriz de PMMA, lo que fortaleció físicamente la matriz polimérica sin requerir enlaces químicos fuertes. Esta adición mejoró la cohesión microestructural, reduciendo las vías de permeación. Sin embargo, el aumento del contenido de OG podría ser potencialmente perjudicial, ya que puede promover áreas localizadas que carecen de cohesión,

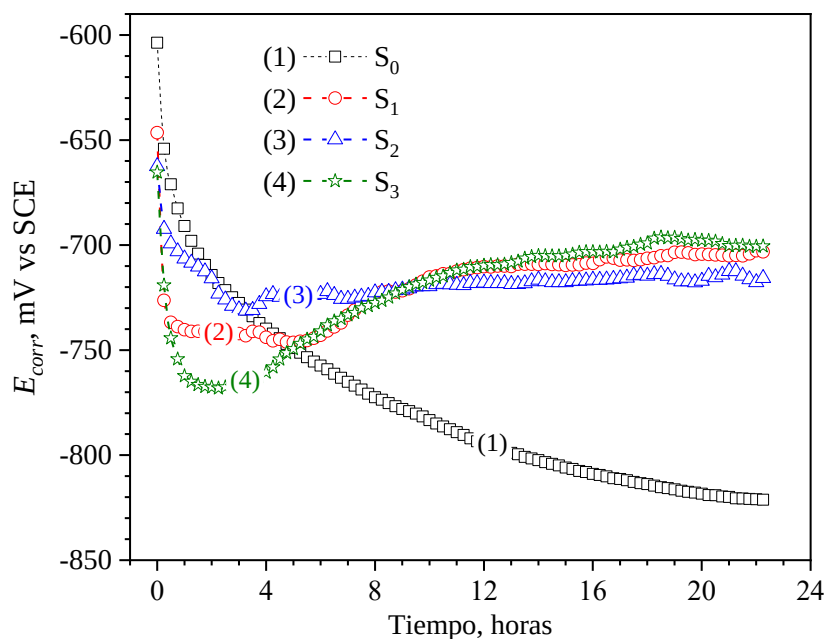


Figura 29. Cinéticas de E_{corr} del sustrato y recubrimientos en agua de pozo C-5

Los resultados de la resistencia a la polarización obtenidos mediante las mediciones de LPR (figura 35), de los recubrimientos inmersos con condiciones alcalinas en el agua de pozo, muestran al recubrimiento S_2 con valores superiores a $8000 \text{ Ohm}\cdot\text{cm}^2$ con un pico aproximadamente a las 3.5 horas, mientras que las muestras S_1 y S_2 oscilaron alrededor de $8000 \text{ Ohm}\cdot\text{cm}^2$ a las 5.5 horas, decayendo en sus valores hasta los $5000 \text{ Ohm}\cdot\text{cm}^2$ aproximadamente, al final de la inmersión. El sustrato presenta valores de R_p máximos a $1500 \text{ Ohm}\cdot\text{cm}^2$ a lo largo de la inmersión, inferiores a los observados con los recubrimientos, indicando el efecto protector de la aplicación del sistema PMMA/OG.

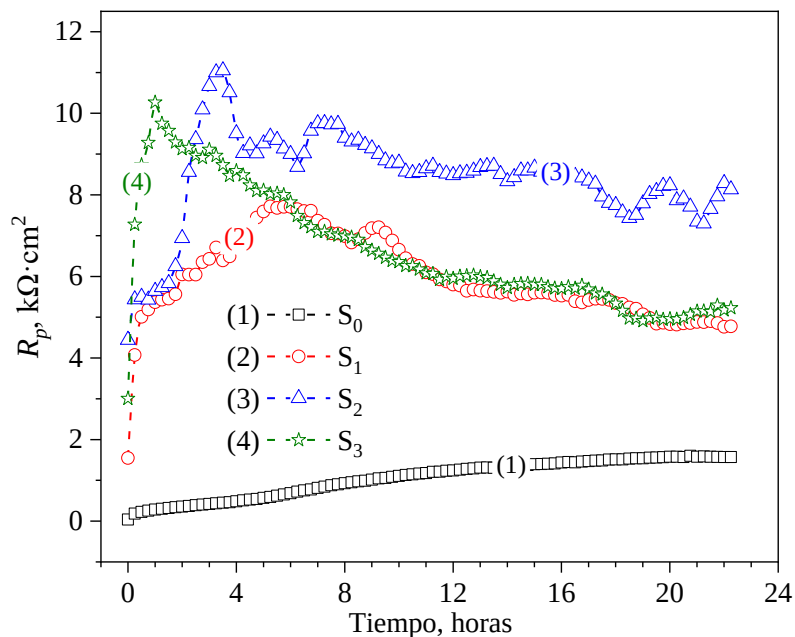


Figura 30. Cinéticas de R_p del sustrato y recubrimientos en agua de pozo C-5.

Los valores en la figura 31 muestra un incremento de la intensidad de la corrosión en S_1 , mientras que S_2 y S_3 aunque presentan condiciones similares, la muestra 3 una mayor estabilidad en el tiempo.

La velocidad de corrosión de la figura 32 muestra que S_1 desprende el polímero alrededor a 0.12 mm/año, caso contrario a S_2 y S_3 , que presentan un desprendimiento de la película de 0.06 mm al año, lo que hace que sean rentables para el proyecto.

Las cinéticas de densidad de corrosión (i_{corr}) (figura 31) calculadas a partir de los datos de densidad de muestran que al pasar el tiempo la i_{corr} va aumentando. La muestra S_1 presenta mayor densidad variando desde 2 $\mu A/cm^2$ hasta 3 $\mu A/cm^2$. Por su parte, la muestra S_2 presenta desde 0.9 $\mu A/cm^2$ hasta 1.9 $\mu A/cm^2$ con su mayor pico antes de las dos horas. Por último, la muestra S_3 tiene una densidad de disolución desde los 0.95 $\mu A/cm^2$ hasta 1.9 $\mu A/cm^2$.

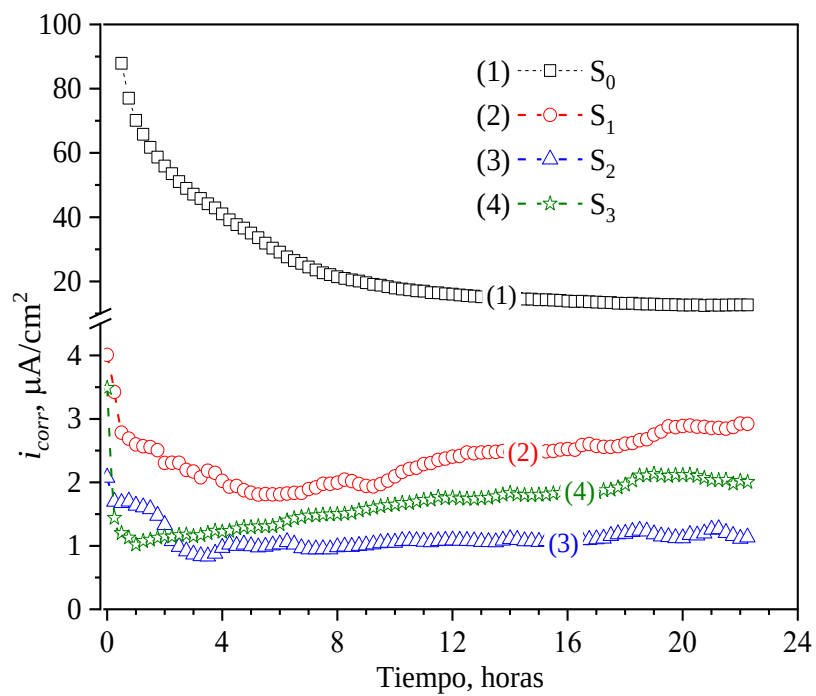


Figura 31. Cinéticas de i_{corr} y recubrimientos en agua de pozo C-5.

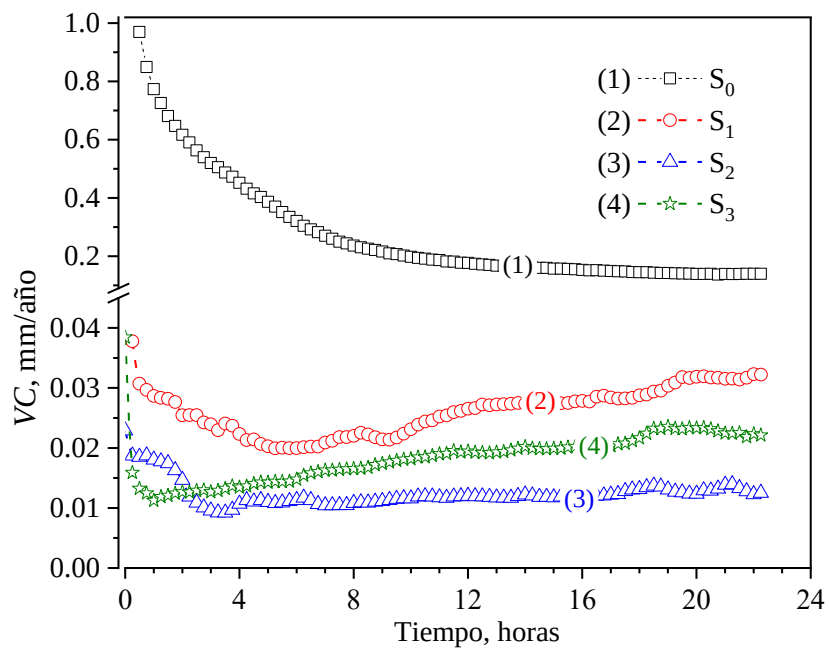


Figura 32. Cinéticas de VC del sustrato y recubrimientos en agua de pozo C-5.

Espectroscopia de Impedancia Electroquímica (EIS)

Los resultados de las mediciones de espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS) de las muestras sin recubrir (S_0) y recubiertas (S_1 , S_2 , S_3) al inicio y a las 24 horas de inmersión en agua de pozo a 40 °C, se muestran en las figuras 31 y 32, respectivamente. El Modelo de Circuitos Equivalentes (ECM) en la figura (33), ilustra la representación análoga de los mecanismos de corrosión gobernantes; que asocian los fenómenos de corrosión con elementos eléctrico.

A ambos tiempos de inmersión (al inicio y a las 24 horas), la muestra sin recubrir (S_0) presenta los valores más bajos del módulo de impedancia ($|Z|$), de 35 y 1000 $\text{Ohm}\cdot\text{cm}^2$ (a 10 mHz), al inicio y 24 horas de inmersión respectivamente (figura 31b y 32b). En contraste, los recubrimientos de base PMMA presentan un comportamiento resistivo mejorando la protección del sustrato de acero, y el efecto de la adición de OG promueven una mejora en la resistencia de impedancia ante la corrosión. En particular el recubrimiento S_2 presenta el valor más alto del $|Z|$ al inicio de la inmersión ($3500 \text{ Ohm}\cdot\text{cm}^2$), figura 31b; y a las 24 horas de inmersión presenta un incremento en la resistencia de impedancia, alrededor de $5670 \text{ Ohm}\cdot\text{cm}^2$, figura 39b. Al inicio de la inmersión, la muestra S_3 , también presenta valores superiores de resistencia de impedancia (alrededor de) comparada con la muestra del recubrimiento PMMA sin OG, alrededor de $3000 \text{ Ohm}\cdot\text{cm}^2$ y $920 \text{ Ohm}\cdot\text{cm}^2$, respectivamente. Un comportamiento similar se presenta para estas muestras después de 24 horas de inmersión, pero con un incremento en el módulo de impedancia a las bajas frecuencias.

Los diagramas de Nyquist (figuras 31a y 32a), muestran las formas características asociadas a los mecanismos de corrosión gobernantes. A ambos tiempos de inmersión, además del mecanismo de activación a altas frecuencias, se observa un mecanismo inductivo a frecuencias medias a bajas, asociado a mecanismos de adsorción de especies químicas y reacciones electroquímicas intermedias de óxidos en la interfase sustrato/recubrimiento (o sustrato/electrolito, para la muestra sin recubrir) que forman la capa de productos de corrosión hacia estados más estables. Consecuentemente, se observa un efecto en el incremento de los valores de impedancia al final de la inmersión; en el caso de las muestras recubiertas, por la barrera física que representa la fase polimérica PMMA.

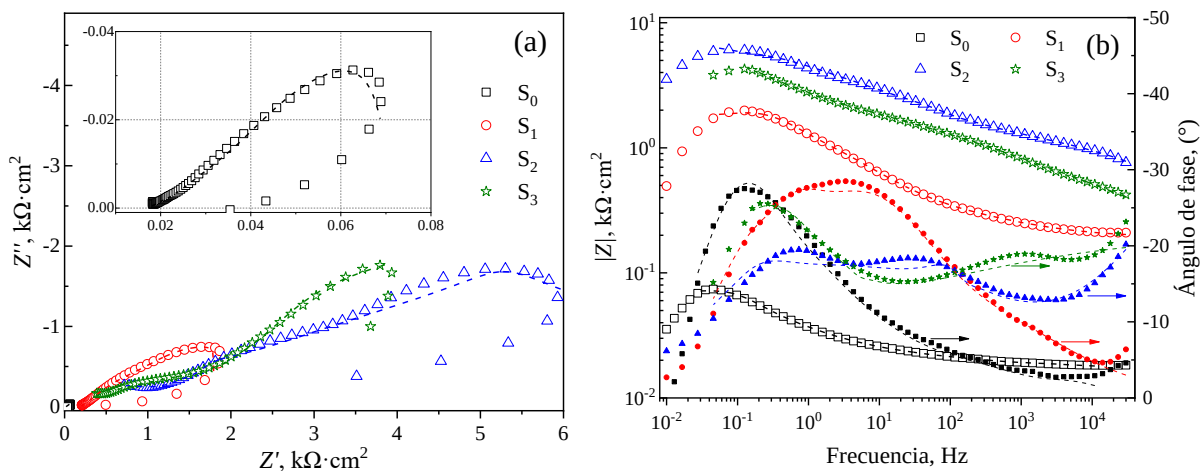


Figura 33. Mediciones de EIS de las muestras al inicio de la inmersión. Las curvas de dispersión y discontinuas corresponden a los datos experimentales y al ajuste mediante el ECM, respectivamente.

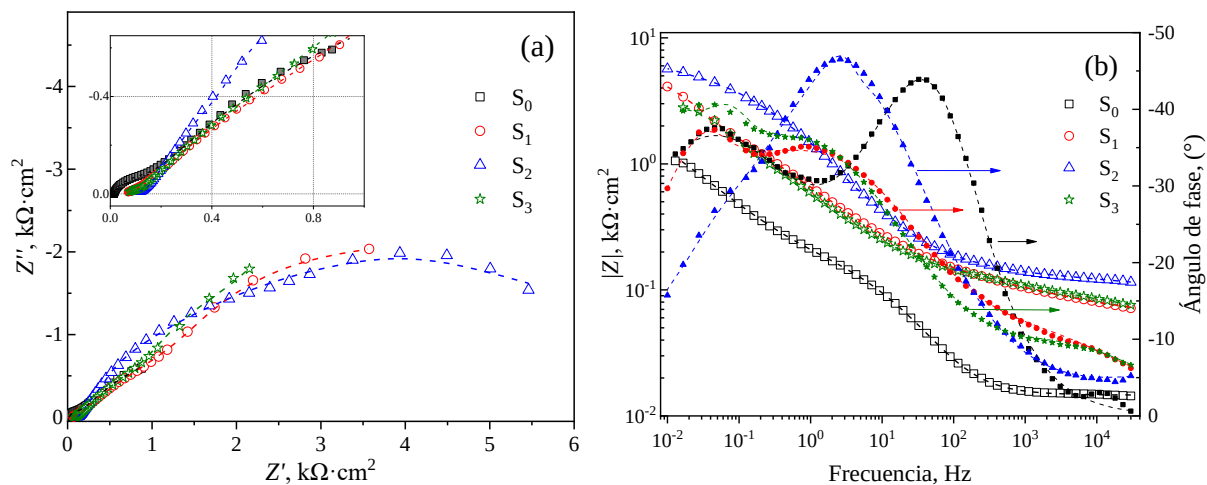


Figura 34. Mediciones de EIS de las muestras tras 24 horas de inmersión. Las curvas de dispersión y discontinuas corresponden a los datos experimentales y al ajuste mediante el ECM, respectivamente.

Las geometrías de los diagramas de Nyquist y la amplitud de las mesetas de los diagramas de Bode del ángulo de fase a las frecuencias medias (figura 31b y 32b), indican una combinación de mecanismos de corrosión asociados a la activación a altas frecuencias y una combinación de procesos cinéticos de difusión y adsorción a frecuencias bajas (este último asociado al semicírculo que regresa en el primer cuadrante). En la frecuencia intermedia, se observa una meseta amplia en los diagramas del ángulo de fase de entre 20° a 30° para las mediciones al inicio de la inmersión, y de 35° a 45° grados a las 24 horas de inmersión; asociados a la contribución de la capacitancia de la interface del recubrimiento polimérico a la interfase exterior electrolito/recubrimiento y al interior con la interfase recubrimiento/sustrato metálico.

El Modelo de Circuitos Equivalentes (MCE) en la figura 35, ilustra la representación análoga de los mecanismos de corrosión gobernantes; asocian los fenómenos de corrosión con elementos eléctrico. El MCE incluye la resistencia del electrolito (R_s) en serie con una disposición de en paralelo con: CPE_1 (que representa la capacitancia de doble capa), un elemento resistivo e inductivo para la adsorción (R_{ads} y L_{ads}), la resistencia del recubrimiento R_{coat} , y la disposición $CPE_2/(W_s+R_p)$ para la doble capa en la interfaz sustrato/capa formada; W_s , representa el espesor del recubrimiento o en su defecto, la capa de óxido protectora formada sobre la superficie de la aleación [43].

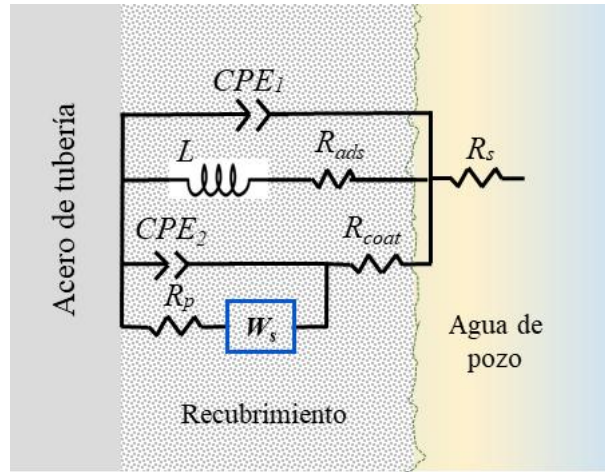


Figura 35. Modelo de circuitos analógicos equivalente: MCE

La impedancia correspondiente a cada elemento de los circuitos equivalentes se describe como sigue:

$$Z(R_i) = R_s, R_{ads}, R_{coat}, R_p \quad (8)$$

$$Z(CPE_i) = \frac{1}{Q_i(j\omega)^{n_i}} \quad (9)$$

$$Z_{W_s} = \sigma \frac{\tanh[(jT_D\omega)^P]}{(jT_D\omega)^P}, \quad (10)$$

$$Z_L = j\omega L \quad (11)$$

Dónde: R_s , R_p , R_{coat} y R_{ads} son elementos resistivos; Q_i y n_i es la capacitancia y el número de potencia adimensional ($0 < n \leq 1$) para cada número i . Para $n = 1$ supone que CPE es una capacitancia perfecta: C_{dl} . La frecuencia angular es: $\omega = 2\pi f$, con f = frecuencia lineal, el número complejo $j^2 = -1$, y W_s es la impedancia farádica en la interface metal/óxidos. Por lo tanto, el término T_D representa la relación entre el espesor de la capa de productos de corrosión t_p y el coeficiente de difusión efectivo D_{eff} de esa capa; $T_D = (t_p)^2 D_{eff}^{-1}$, donde la potencia esta entre $0 < P < 1$, y σ es la constante de difusión o el módulo de la resistencia de Warburg. Los elementos CPE se aplicaron en lugar de la capacitancia perfecta, debido al efecto de la superficie rugosa. La Tabla 9 presenta los valores de ajuste para cada elemento del ECM propuesto.

Tabla 9. Valores de los componentes eléctricos obtenidos después del ajuste utilizando el ECM propuesto.

Parámetro	S ₀		S ₁		S ₂		S ₃	
	1 h	24 h	1 h	24 h	1 h	24 h	1 h	24 h
$R_s (\Omega \cdot \text{cm}^2)$	17.8	14.6	191.9	61.3	0.6	20.0	1.0	64.6
$Q_1 (\text{F} \cdot \text{s}^n \cdot \text{cm}^{-2})$	2.35×10^{-5}	2.48×10^{-4}	9.59×10^{-5}	2.32×10^{-4}	1.63×10^{-6}	1.36×10^{-4}	1.19×10^{-4}	1.23×10^{-4}

n_1 ^(a)	1	0.824	0.535	0.463	0.485	0.246	0.242	0.504
R_{ads} ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	127.7	3627	4937.0	110890	39682	41680	38878	2114
L_{ads} ($\text{H} \cdot \text{cm}^2$)	-488	4	-8983	-13.4x10 ⁴	-35240	-167230	-14231	-114180
R_{coat} ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	1.4	142.2	220.5	93.7	1235.0	125.0	4343.0	69.9
Q_2 ($\text{F} \cdot \text{s}^n \cdot \text{cm}^{-2}$)	2.08x10 ⁻⁴	3.93x10 ⁻⁴	7.79x10 ⁻⁵	3.64x10 ⁻⁴	1.12x10 ⁻⁴	1.37x10 ⁻⁴	1.11x10 ⁻⁴	5.43x10 ⁻⁴
n_2 ^(a)	0.955	0.965	0.654	0.543	0.343	0.660	0.688	0.548
σ ($\Omega \cdot \text{cm}^2 \text{ s}$)	91.1	17456	1091	5879	11230	13514	23436	4196
T_D (s^p)	5.422	1022	0.53131	12.66	0.006052	0.19372	0.12012	4.945
P ^(b)	0.438	0.561	0.506	0.567	0.709	0.708	0.867	0.624
R_p ($\Omega \cdot \text{cm}^2$)	1.3	51.4	1338.0	3226.0	26.4	373.9	564.8	3316.0

a, b, P: número adimensional

De acuerdo a los resultados de los ajustes aplicando el modelo de circuitos equivalentes (MCE) propuestos, el arreglo en serie de los elementos L_{ads} - R_{ads} que corresponden al efecto de adsorción de especies y reformulación de compuestos de óxidos de hierro a la interfase sustrato/electrolito (para la muestra sin recubrir, tabla 9) y además de las reacciones secundarias ocurridas entre la microestructura polimérica y la fase de refuerzo, el GO, a través del espesor de recubrimiento. Los valores de L_{ads} - R_{ads} asociados al sustrato son relativamente bajos, comparados con los obtenidos con los recubrimientos, asociados al efecto del PMMA y la fase OG.

En este sentido, la permeación del agua de pozo hacia el sustrato metálico a través de los defectos microestructurales, así como la difusión de especies oxidantes presentes en el agua de pozo (O^{2-} , NO_2^- , NO_3^- , SO_4^{2-} , y Cl^-) hacia el sustrato, y de los cationes metálicos, Fe^{n+} principalmente hacia la interfase recubrimiento/electrolito, se asocia a la resistencia del recubrimiento (R_{coat}) y al elemento difusivo de Warburg (W_s), a través de la constante de difusión o el módulo de la resistencia de Warburg (σ). Los valores de σ se incrementan por efecto del recubrimiento, y por la formación de productos de corrosión en el caso de la muestra sin recubrimiento a las 24 horas de inmersión, tabla 9.

CAPÍTULO 5

CONCLUSIONES

Conclusiones

En este estudio, se desarrolló un recubrimiento anticorrosivo que consiste en una matriz de PMMA junto con partículas de OG en tres diferentes proporciones. Los hallazgos mostraron una adecuada integración de las fases, resultando en un protector de recubrimiento con potenciales aplicaciones para mitigar la corrosión en tuberías de extracción de pozos.

El recubrimiento producido mostró una mejora notable en la resistencia a la corrosión en las tuberías utilizadas para la extracción de agua de pozo. No obstante, un incremento en la temperatura del agua provocó una reducción en la resistencia a la corrosión, lo cual está relacionado con el problema de corrosión observado en el sistema de extracción del pozo C-5. Este comportamiento inicial de corrosión, que se evidencia en las evaluaciones potenciodinámicas, se atribuyó a defectos en el recubrimiento ocasionados por la evaporación del disolvente durante el proceso de sinterización y al espesor promedio relativamente bajo del recubrimiento, que es de aproximadamente 100 μm .

La inclusión de un 1 % en peso de OG reforzó de manera física la matriz polimérica, promoviendo una alta cohesión microestructural y logrando la mejor cinética de resistencia a la corrosión.

Trabajo futuro

Se comenzará por mejorar el recubrimiento (debido a las fallas de evaporación) y recubrir el sustrato con más capas del polímero, posteriormente evaluarlo en funcionamiento para ver las condiciones reales.

De igual manera, se harán pruebas de adhesión mecánicas para mejorar la eficiencia del recubrimiento y poder utilizarlo en otras aplicaciones.

Referencias

- [1] M. C. Díaz & Y.I. Chapoñan-Vidaurre (2020). Síntesis y caracterización de un recubrimiento anticorrosivo basado en óxido de grafeno para su aplicación en la industria marina. Universidad Nacional "Pedro Ruiz Gallo".
- [2] R. W. Revie & H. H. Uhlig (2011). Corrosion and Corrosion Control: An Introduction to Corrosion Science and Engineering, 4th ed. Hoboken, NJ, USA: Wiley.
- [3] C. Sanchez, B. Julián, P. Belleville, & M. Popall. (2005). Applications of hybrid organic–inorganic nanocomposites. *J. Mater. Chem.*, vol. 15, no. 35–36, pp. 3559–3592.
- [4] J. Zhang, Y. Ma, G. Zhang, and Y. Zhou (2018). Corrosion protection of metals by sol–gel coatings: A review. *Prog. Org. Coat.*, vol. 123, pp. 163–178.
- [5] M. D. Miller, M. Arifuzzaman, & J. Park (2019). Smart self-healing coatings for corrosion protection: Recent advances and future perspectives. *Prog. Org. Coat.*, vol. 132, pp. 82–99.
- [6] H. Chen, et al., (2022). Polymerization and Applications of Poly (methyl methacrylate) Graphene Oxide Nanocomposites: A Review. *Materials*, vol. 15, no. 1, pp. 1–25.
- [7] Y. Yu and J. Wang (2021). Facile preparation of graphene/PMMA nanocomposites with enhanced properties using supercritical CO₂ and ultrasound. *Composites Part B: Engineering*, vol. 224, pp. 109180.
- [8] M. S. Merino-Durán, et al., (2021). Assessment of the adhesion and corrosion resistance of PMMA-SiO₂ coatings in synthetic seawater. *Progress in Organic Coatings*, vol. 152, pp. 106020.
- [9] G. Carbajal de la Torre, et al., (2011). Resistencia a la corrosión de películas cerámicas delgadas basadas en PMMA con TiO₂ y ZrO₂ sobre aleación de aluminio A6061-T6. *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, vol. 10, no. 1, pp. 111–120.
- [10] X. Tong, et al., (2013). Graphene based materials and their composites as coatings: A review. *RSC Advances*, vol. 3, no. 26, pp. 9189–9220.
- [11] K. S. Aneja, et al. (2015). Graphene based anticorrosive coatings for Cr (VI) replacement. *Journal of Materials Chemistry A*, vol. 3, no. 18, pp. 9875–9890.
- [12] Repsol. Nanotecnología: qué es, sus aplicaciones y tipos. Repsol.com, 02-abr-2024. [En línea]. Disponible: <https://www.repsol.com/es/energia-futuro/tecnologia-innovacion/nanotecnologia/index.cshtml>. [Último acceso: 09-jul-2025].
- [13] Nuevas Tecnologías y Materiales. Estructura del Grafeno. Algunas de las principales nano partículas y sus propiedades. [En línea]. Disponible: <https://nuevastecnologiasymateriales.com/algunas-de-las-principales-nano-particulas-y-sus-propiedades/estructura-del-grafeno/>. [Último acceso: 09-jul-2025].
- [14] L. Cornejo (2015). Clasificación de los nanomateriales. Nuevas Tecnologías y Materiales: <https://nuevastecnologiasymateriales.com/clasificacion-de-los-nano-materiales/>. [Último acceso: 09-jul-2025].
- [15] J. E. Silva Yumi & C. A. Medina S. (2024). Materiales y nanomateriales: Principios, aplicaciones y técnicas de caracterización. Escuela Superior Politécnica de Chimborazo [En línea]. Disponible:

<http://cimogsys.esPOCH.edu.ec/direccion-publicaciones/public/docs/books/2024-07-24-131511-Materiales%20y%20nanomateriales.pdf>. [Último acceso: 09-jul-2025].

- [16] G. Romero & S.E. Moya (2012). Synthesis of Organic Nanoparticles. Metal Nanoparticles and Nanoalloys (1st ed., Vol. 4). Elsevier LTD. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-415769-9.00004-2>
- [17] A. Mitra, K. Cholkar, & A. Mandal (2017). Emerging nanotechnologies for diagnostics, drug delivery and medical devices. Elsevier. https://www.researchgate.net/publication/328248726_Emerging_nanotechnologies_for_diagnostic_s_drug_delivery_and_medical_devices
- [18] F. Sombra, F.R. Lago, & L. Yokoyama (2016). Synthesis and characterization of zero-valent iron nanoparticles supported on SBA-15. Integrative Medicine Research, 6(2), 178–183. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2016.11.004>
- [19] G. Fryxell, & G. Cao (2007). Environmental Applications of Nanomaterials Synthesis, Sorbents and Sensors. London: Imperial College Press.
- [20] Anónimo. (01 de octubre de 07). Obtenido de http://catarina.udlap.mx/u_dl_a/tales/documentos/leip/vega_m_d/capitulo-2.pdf
- [21] N.N. Zurita-Méndez, J. Sánchez-Ponce, M.A. Espinosa-Medina, M.L., Ballesteros-Almanza, G. Carbajal-De la Torre, MRS Adv., 7 (2022) 962-966. <https://doi.org/10.1557/s43580-022-00387-z>
- [22] E.P. Pawar, (2015). A Review Article on Acrylic PMMA. Journal of Mechanical And Civil Engineering, 13(2). <https://doi.org/10.9790/1684-1302010104>
- [23] C. M. Rodríguez González, K.O. Vasilievna (2008). Propiedades y aplicaciones del Grafeno. Ingenierías XI (38). pp. 17-23.
- [24] I. Fernández. (2017). Síntesis y caracterización de materiales grafénicos. comparación con otros materiales carbonosos [Fin de grado, Universidad de la Laguna]. <https://riull.ull.es/xmlui/bitstream/handle/915/3968/Sintesis+y+caracterizacion+de+materiales+grafenicos.+Comparacion+con+otros+materiales+carbonosos..pdf;jsessionid=2076CB769D93A7DA499AE9F30F350F2B?sequence=1>
- [25] V. Garcia, Martinez. (2013) Estudio de la estabilidad del oxido de grafeno con el tiempo (master's thesis).
- [26] México Minero. (13 de febrero de 2019). Obtenido de <https://mexicominero.org/grafeno-el-material-del-futuro/>
- [27] R.W. Revie & H.H. Uhlig (2008). Corrosion and Corrosion Control - An Introduction to Corrosion Science and Engineering. Wiley & Sons, Inc: USA.
- [28] J.A. Salazar-Jiménez. (2015). Introducción al fenómeno de corrosión: tipos, factores que influyen y control para la protección de materiales. Revista Tecnología en Marcha, 28(3), 127-136. Retrieved April 14, 2025, from http://www.scielo.sa.cr/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0379-39822015000300127&lng=en&tlng=es
- [29] M.L. Rivera Salazar (2019). Síntesis de un recubrimiento anticorrosivo PMMA-SiO₂, para su uso en ambientes marinos. México: Universidad Autónoma de México.
- [30] R.W. Revie (2011). Uhlig's Corrosion Handbook. Wiley & Sons, Inc: USA.

- [31] During & D.D. Evert. (2018). Corrosion Atlas A Collection of Illustrated Case Histories third, expanded and revised edition.
- [32] A. Leizi. (2024). Comprender la corrosión galvánica: Una guía completa. KDM Fabrication. <https://es.kdmfab.com/comprender-la-corrosion-galvanica-una-guia-completa/>
- [33] D. Leal, L. García, D. Moronta, & J. Mantilla. (s. f.). Diseño y construcción de un sistema automatizado para la elaboración de películas delgadas, por el método de inmersión. https://ve.scielo.org/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0798-40652011000100014#:~:text=El%20m%C3%A9todo%20de%20inmersi%C3%B3n%20o,la%20formaci%C3%B3n%20de%20la%20capa
- [34] M.A. Alfaro Guerra, I. Alfaro, & R. Guerra. (2021). Uso de un potencióstato de fuente abierta de bajo costo para estudios de inhibición de corrosión de acero: determinación de la velocidad de corrosión. *Educación Química*, 32(3) <https://revistas.unam.mx/index.php/req/article/download/76754/70526> DOI: <http://dx.doi.org/10.22201/fq.18708404e.2021.3.76754>
- [35] ASTM International, "ASTM G102-89(2015) e1; Standard Practice for Calculation of Corrosion Rates and Related Information from Electrochemical Measurements," West Conshohocken, PA, USA, 2023.
- [36] K.M. Nasir, N.A. Halim, H.A. Tajuddin, A.K. Arof, Z.H.Z. Abidin, *Pigment & Resin Technology*, 42 (2013) 137-145.
- [37] D. Raheem, Z. Nahi, *Chinese J. Biomed. Eng.* 29 (2020) 18-23. http://manu32.magtech.com.cn/Jwk_zgswyx_en/EN/Y2020/V29/I3/18
- [38] M. Rajabi, K. Mahanpoor, O. Moradi, *J. Appl. Polym. Sci.* 136 (2019) 47495. <https://doi.org/10.1002/app.474951>.
- [39] I.S. Tsagkalias, T.K. Manios, D.S. Achilias, *Polym.* 9(9) (2017) 432; <https://doi.org/10.3390/polym9090432>
- [40] Y. Huang, X. Wang, X. Jin, T. Wang, *J. Therm. Anal. Calorim.* 117, 755–763 (2014). <https://doi.org/10.1007/s10973-014-3794-3>
- [41] E. Campos García, G. Carbajal de la Torre, A.A. Hernández Domínguez, N.N. Zurita Méndez, M.A. Espinosa Medina, Development of PMMA-GO hybrid coatings applied as anti-corrosion coatings, *MRS Advances* 10 (6) (2025) 747–752. <https://doi.org/10.1557/s43580-024-01051-4>
- [42] M. S. Merino-Duran, M. Estévez, G. C.-D. La Torre, A. R. Hernández-Martínez, R. Esparza, y M. A. Espinosa-Medina, "Assessment of the adhesion and corrosion resistance of PMMA-SiO₂ coatings in synthetic seawater", *MRS Advances*, vol. 6, no 34-35, pp. 820-824, nov. 2021, doi: 10.1557/s43580-021-00156-4.
- [43] M.E. Orazem, & B. Tribollet. (2008). *Electrochemical Impedance Spectroscopy*. John Wiley & Sons, Inc.

ANEXO 1

INFORME DE MUESTREO DE AGUA POZO DE EXTRACCIÓN C5



ORGANISMO OPERADOR DE AGUA POTABLE, ALCANTARILLADO Y
SANEAMIENTO DE MORELIA

SUBDIRECCIÓN DE PRODUCCIÓN
DEPARTAMENTO DE CALIDAD DE AGUA
INFORME DE MUESTREO Y ENSAYOS



IDENTIFICACIÓN DEL INFORME DE ENSAYO

No. de Registro 1017 Fecha de emisión 13 de agosto de 2024

DATOS GENERALES DEL CLIENTE

Cliente Organismo Operador de Agua Potable, Alcantarillado y Saneamiento de Morelia
Dirección Av. Ray Tangaxoan II # 695 Col. Vista Bella C.P. 58090 Morelia Michoacán
Contacto Ing. Moisés Toledo Medrano

DATOS DEL MUESTREO

Identificación A un costado del ingreso C5, Villas del Pedregal, Pozo C5
Geoposición: Altitud: 19°41'07.30" N Longitud: 101°17'52.43" O
Muestra Agua de Pozo
Fecha de recepción 4 de septiembre de 2023
Hora de Recepción: 13:55
Adición, desviación o exclusión del método Ninguna
Fecha de muestreo: 4 de septiembre de 2023
Hora de muestreo: 10:00:00 a. m.
Muestreado por: LMM - EBRG
Procedimiento: P-TMA-M-01
Metodología de Muestreo: NOM-230-SSA1-2002
Plan de muestreo: 873
Orden de trabajo: DCA-MAP-891
Condiciones ambientales: CÁLIDO

RESULTADO DE ANÁLISIS DE CAMPO

PARÁMETROS	RESULTADO	UNIDADES	INCERTIDUMBRE (%)	METODOLOGÍA ANALÍTICA	FECHA DE ANÁLISIS	ANALISTA	FIRMA
pH*	6.8	pH	0.2	NMX-AA-008-SCFI-2016	04/09/2023	Cesar Antonio Izquierdo González	
Conductividad*	1754	µS/cm	0.44	NMX-AA-093-SCFI-2018			
Temperatura del Agua*	39	°C	1	NMX-AA-007-SCFI-2013			

RESULTADOS DE ANÁLISIS DE LABORATORIO

PARÁMETROS	RESULTADO	UNIDADES	INCERTIDUMBRE (%)	METODOLOGÍA ANALÍTICA	FECHA DE ANÁLISIS	ANALISTA	FIRMA	
Turbiedad**	<0.5	UTN	1.1	NMX-AA-038-SCFI-2001	05/09/2024	Ernesto Ponce de León Rodríguez Carmen Mara Vargas arías		
Color Apariente*	<5	U Pt/Co.	5.8	MÉTODOS ESTÁNDAR 2120 C	05/09/2024			
Color Verdadero**	<5	U Pt/Co.	5.8	MÉTODOS ESTÁNDAR 2120 C	05/09/2024			
Nitros*	<0.1	mg/L	No Aplica	NMX-AA-079-SCFI-2001	07/09/2024			
Sulfatos*	43.94	mg/L	14.5	NMX-AA-074-SCFI-2014	08/09/2024			
Nitros**	<0.01	mg/L	6.2	NMX-AA-099-SCFI-2021	08/09/2024			
Sólidos Disueltos Totales	1104.00	mg/L	No Aplica	NMX-AA-034-SCFI-2015	08/09/2024			
Dureza Total**	18.00	mg/L	8.5	MÉTODOS ESTÁNDAR 2340 C	04/09/2024			
Dureza de Calcio**	10.20	mg/L	6.5	MÉTODOS ESTÁNDAR 3500-Ca-B	04/09/2024			
Magnesio**	1.90	mg/L	No Aplica	MÉTODOS ESTÁNDAR 3500-Mg-B	04/09/2024			
Cloruros	174.68	mg/L	No Aplica	NMX-AA-073-SCFI-2001	05/09/2024	Blanca Estela Chávez Valdovinos		
Coliformes Totales	NO DETECTABLE	NAP/100mL	No Aplica	CCAYAC-AN004-11	04/09/2024			
Coliformes Fecales	NO DETECTABLE	NAP/100mL	No Aplica	CCAYAC-AN004-11				

PLANTA POTABILIZADORA VISTA BELLA
Av. Ray Tangaxoan II No. 695 Colonia Vista Bella CP. 58090 Tel. (443) 3-14-23-75 3-14-26-53 3-14-24-61 Ext. 507 y 509

PLANTA POTABILIZADORA LA MINTZITA (Determinación de todos los parámetros bajo la norma NMX-AA-051-SCFI-2016)
Parcela 27421P78 Poblado Mintzita CP. 58342 Tel. (443) 1-13-22-00 Ext. 805.
e-mail: maria.cano@coapas.gob.mx o roberto.zamora@coapas.gob.mx

RESULTADOS DE ANÁLISIS DE LABORATORIO

PARÁMETROS	RESULTADO	UNIDADES	INCERTIDUMBRE (%)	METODOLOGÍA ANALÍTICA	FECHA DE ANÁLISIS	ANALISTA	FIRMA
Flúoruros*	0.240	mg/L	3.5	NMX-AA-077-SCFI-2001	13/09/2024	Alejandro Franco Ricera	
Fierro [†]	<0.2	mg/L	No Aplica	NMX-AA-051-SCFI-2016	11/09/2024	Luis Antonio Salguero Guzmán	
Manganeso [†]	<0.1	mg/L	No Aplica	NMX-AA-051-SCFI-2016	12/09/2024		
Mercurio [†]	<0.001	mg/L	No Aplica	NMX-AA-051-SCFI-2016	07/09/2024		
Aluminio	0.045	mg/L	No Aplica	NMX-AA-051-SCFI-2016	20/09/2024		
Plomo [†]	<0.005	mg/L	No Aplica	NMX-AA-051-SCFI-2016	14/09/2024		
Arsénico	0.016	mg/L	No Aplica	NMX-AA-051-SCFI-2016	04/10/2024		

Notas:

* Parámetros Acreditados bajo la Acreditación No. AG-0781-084/16 y Aprobado ante CONAGUA bajo la Aprobación No. CNA-GCA-2750.

** Parámetros Acreditados bajo la Acreditación No. AG-0781-084/16.

[†]Es menor al CMC (Cantidad Mínima Cuantificable en Laboratorio).

[‡]Es Mayor al CMC (Cantidad Máxima Cuantificable en Laboratorio).

- Los Análisis Reportados se realizaron bajo las metodologías aquí asentadas.

- La información contenida en este documento es manejada de manera confidencial e imparcial de conformidad a lo establecido en nuestro aviso de privacidad el cual puede consultarse en la página web: www.ooapas.gob.mx.

MCIA. MARIA DEL CARMEN CANO CORREA
REPRESENTANTE AUTORIZADO Y SIGNATARIO ANTE LA ema.

ESTE INFORME DE PRUEBA NO PODRA SER ALTERADO, NI REPRODUCIDO PARCIALMENTE SIN LA AUTORIZACIÓN POR ESCRITO DEL LABORATORIO. EN CASO DE QUE LA MUESTRA HAYA SIDO SUMINISTRADA POR EL CLIENTE, EL LABORATORIO NO SE HARA RESPONSABLE DE LOS DATOS SUMINISTRADOS Y LOS RESULTADOS EMITIDOS SOLO AMPARAN A LAS MUESTRAS RECIBIDAS Y ANALIZADAS EN ESTE LABORATORIO.

PLANTA POTABILIZADORA VISTA BELLA

Av. Rey Tangaxoan II No. 695 Colonia Vista Bella CP. 58090 Tel. (443) 3-14-23-75 3-14-26-53 3-14-24-61 Ext. 507 y 509

PLANTA POTABILIZADORA LA MINTZITA (Determinación de todos los parámetros bajo la norma NMX-AA-051-SCFI-2016)

Parcela 274Z1P78 Poblado Mintzita CP. 58342 Tel. (443) 1-13-22-00 Ext. 805.

e-mail: maria.cano@ooapas.gob.mx o roberto.zamora@ooapas.gob.mx

ANEXO 2

ARTÍCULOS Y DIVULGACIÓN



XLV Encuentro Nacional de la AMIDIQ

DISEÑO Y EVALUACION DE UN RECUBRIMIENTO ANTICORROSIVO PMMA-GO-NiO-NiAl₂O₄ APLICADO EN TUBERIA DE EXTRACCION DE AGUA POTABLE

Jorge Eduardo Campos García¹, Cynthia Vázquez Padilla¹, Marco Antonio Espinosa Medina¹, Nancy Nelly Zurita Méndez¹, Georgina Carbajal de la Torre^{1*}

¹ Facultad de Ingeniería Mecánica, Laboratorio de Materiales, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo. Calle Santiago Tapia 403, Morelia, Michoacán, C. P. 58000, México.

*georginacar@gmail.com

Resumen

En el presente trabajo se diseñaron y evaluaron recubrimientos anticorrosivos compuestos de PMMA (polimetilmetacrilato)-óxido de grafeno (GO)-óxido de níquel-aluminato de níquel (NiO-NiAl₂O₄), con aplicación en tuberías empleadas en la extracción de agua potable. Los recubrimientos diseñados permitirán un ahorro económico, energético y de recurso natural. Se aplicarán sobre la tubería de extracción del pozo de agua "C-5" perteneciente al Organismo Operador de Agua Potable, Alcantarillado y Saneamiento de Morelia (OOAPAS) que se encuentra ubicado en Morelia, Michoacán. Esta agua presenta un pH = 8.66, temperatura de 40 °C y presión de 4 atm; condiciones que aumentan la velocidad de corrosión de las paredes internas de la tubería por lo que este proyecto pretende evitar los efectos corrosivos sobre el acero, aumentar el tiempo de vida útil, evitar que la maquinaria se dañe, y ahorrar recursos económicos, hídricos y operativos. Los recubrimientos sobre el sustrato de acero se hicieron mediante técnica "Dip-coating" evaluando su comportamiento anticorrosivo con polarizaciones potenciodinámicas, observando una adecuada efectividad de estos recubrimientos.

Introducción

Uno de los componentes más importantes (y menos valorados) son los tubos de extracción de agua, ya que sin este componente no es posible la extracción para su potabilización. Un recubrimiento de material compuesto evitara la corrosión del tubo manteniéndolos en un excelente estado y con propiedades adecuadas que le permitan una mayor vida útil de operación. En este proyecto se evalúa el recubrimiento compuesto por partículas de óxido de grafeno (GO), óxido de níquel- aluminato de níquel (NiO- NiAl₂ O₄) inmersas en una matriz polimérica de PMMA. El grafeno destaca por ser duro, flexible, ligero y con una alta resistencia. Se calcula que este material es 200 veces más resistente que el acero y unas 5 veces más ligero que el aluminio. Con estas propiedades, el grafeno tiene aplicaciones en el sector energético, el de la construcción, la salud y la electrónica [1]. Por otra parte, el NiO-NiAl₂O₄ posee alta resistencia a la corrosión, alta estabilidad térmica y conductividad eléctrica [2]. El desarrollo de recubrimientos anticorrosivos compuestos de PMMA-GO-NiO-NiAl₂O₄ permiten un ahorro económico, energético y de recurso natural al aplicarse sobre tuberías que extraen agua con condiciones corrosivas.

Metodología

El daño de la tubería del pozo de extracción "C5" se observó por microscopía óptica, donde se observaron todas las impurezas propias del ambiente donde se encontraba, tales como lodo, pasto y residuos de grasa. Después de analizarlo en el microscopio fue lavado con agua y jabón para encontrar las marcas y picaduras propiciadas por la corrosión, esto nos lleva a la conclusión de que se necesita un recubrimiento anticorrosivo que sea resistente a este ambiente.

La base polimérica del recubrimiento (PMMA) se polimerizó por apertura de anillo a partir de su monómero [3], dicha técnica de radicales libres es una polimerización que se lleva a cabo por medio de radicales, entendiéndose como radical una molécula o parte de una molécula en donde uno o varios átomos

The Organizing Committee
Acknowledges the Participation of

Jorge Eduardo Campos Garcia

in the
32nd International Materials Research Congress
held in Cancun, Mexico
from August 18 to 23, 2024



Dr. Jesús González Hernández
SMMater President



Development of PMMA-GO hybrid coatings applied as anti-corrosion coatings

J. E. Campos García¹ · G. Carbajal De la Torre¹ · A. A. Hernández Domínguez¹ · N. N. Zurita Méndez¹ · M. A. Espinosa Medina¹

Received: 18 September 2024 / Accepted: 5 December 2024
© The Author(s), under exclusive licence to The Materials Research Society 2024

Abstract

The development of anti-corrosion coatings based on graphene has garnered significant interest due to graphene's chemical and thermal stability, as well as its barrier properties, making it an ideal material for such applications. When dispersed within a polymeric matrix, graphene enhances coating efficiency by reducing the permeation of corrosive media. This study presents the synthesis of an anti-corrosion coating composed of a polymethyl methacrylate (PMMA) polymeric matrix combined with graphene oxide (GO) particles in three compositions. Results indicated that the S2 coating exhibited the highest corrosion resistance in well extraction pipes; however, elevated water temperatures led to a reduction in this resistance. The addition of 1 wt% of GO strengthened the polymeric matrix physically, resulting in improved microstructure cohesion and optimal corrosion resistance. Structural and morphological analyses were conducted using FTIR, SEM, and DSC/TGA techniques.

Introduction

The rapid growth in population and industry has significantly increased water demand, necessitating extensive use of steel components for water acquisition and distribution systems [1]. Additionally, water purification processes must comply with regional regulations [2], and it is advisable to establish cost-effective operational frameworks. Urban population expansion [3, 4] has driven an increased reliance on aquifer extraction wells for drinking water [4–6]. However, excessive exploitation has exacerbated purification challenges due to elevated mineral and contaminant concentrations [3–7] and increased corrosion of extraction pipes [8–11]. Corrosion of extraction infrastructure results in substantial losses, though its effects can be mitigated using protective systems such as inhibitors and coatings [12]. These challenges have spurred significant investment and research into new methodologies for improving extraction systems and optimizing water use [3, 7].

Functional coatings provide effective protection for metallic surfaces by forming a physical barrier against

environmental deterioration [13]. Graphene oxide (GO), widely evaluated for anti-corrosion applications, enhances the physical barrier of organic coatings by reducing corrosive media diffusion when used as reinforcement in polymer matrices [14, 15]. Polymethyl methacrylate (PMMA) is an ideal material for coatings due to its excellent optical and mechanical properties, hydrolytic stability, and resistance to many compounds [16].

This study focuses on water from the extraction well “C-5” in Morelia, Michoacán, Mexico, which contains ion concentrations in mg/L as follows: <0.01 of NO_2^- , <0.1 of NO_3^- , 43.94 of SO_4^{2-} , 1.9 of Mg^{2+} , 174.8 of Cl^- , 10.2 of CaCO_3 , and trace metals, with a pH of 6.8 and extraction temperature around 40 °C. Under these conditions, corrosion damage accelerates, necessitating premature pipe replacement and increasing maintenance costs for local companies. To address this, an anti-corrosion coating comprising a PMMA polymeric matrix with GO particles in three compositions was synthesized. Structural and morphological analyses were conducted using Fourier Transform Infrared (FTIR), Scanning Electron Microscope (SEM), and Differential Scanning Calorimetry and Thermo-Gravimetric Analysis (DSC/TGA) techniques, while electrochemical evaluations assessed the resistance of the coating applied to steel substrates using the dip-coating technique.

✉ M. A. Espinosa Medina
marespemd@gmail.com

¹ Facultad de Ingeniería Mecánica, Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, C.P. 58000 Morelia, Mich, Mexico





FUNEMA INTERNACIONAL

Diploma

Reconocimiento Especial:

Ing. Jorge Eduardo Campos García

Facultad de Ingeniería Mecánica de la UMSNH
(Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo)

Se entrega el presente diploma honorífico por su labor como ambientalista siendo promotor de la concientización global a favor del cuidado de la naturaleza, el medio ambiente, la flora y la fauna. Por su compromiso en ser transmisor acerca de la importancia de cuidar los recursos naturales en el planeta, un elemento para la vida de todas las especies de la Tierra, reconociendo por la vida y por la biodiversidad en un recurso Imprescindible que nos conduce a la paz.

Día Mundial del Medio Ambiente.

5 de Junio Puerto Nariño - Amazona - Colombia / 2024



Kimber Antonio Redondo de Armas
Presidente Premio Medalla Verde Internacional
Misión Ambiental por la Paz.

Gabriela Alcántar García
Vicepresidente de FUNEMA INTERNACIONAL



F
U
N
E
M
A

M
I
S
I
O
N

A
M
B
I
E
N
T
A
L

I
N
T
E
R
N
A
C
I
O
N
A
L



Reconocimiento

a

Adán Abdiel Hernández Domínguez

Por la presentación en póster de manera oral titulada “**Recubrimiento de óxido de grafeno-PMMA en acero API 5L-X52 para protección de la corrosión**”, cuyos autores son: **A.A. Hernández-Domínguez, J.E. Campos-García, M.A. Espinosa-Medina, N.N. Zurita-Méndez, M.L. Ballesteros-Almanza, G. Carbajal De la Torre**, la cual se llevó a cabo de manera virtual como parte de las actividades del **VIII Seminario Regional de Materiales Avanzados**, organizado por el **Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales**.

Mineral de la Reforma, Hgo., a 4 de octubre de 2024.

Mtro. Gabriel Vergara Rodríguez
Director del ICBi

Dr. Julio Cesar Juárez Tapia
Jefe de Área Académica de Ciencias de la
Tierra y Materiales

Dr. Ventura Rodríguez Lugo
Líder del Cuerpo Académico
de Materiales Avanzados y
Organizador Principal del
Seminario Regional de
Materiales Avanzados



ICBI Número de control: ICBi-D/R1492/2024

Jorge Eduardo Campos García

**DISEÑO Y CARACTERIZACIÓN DE UN RECUBRIMIENTO
ANTICORROSIVO PARA TUBOS DE EXTRACCIÓN DE AGUA.do...**

 Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo

Detalles del documento

Identificador de la entrega

tmoid::3117-679350139

Fecha de entrega

7 ago 2025, 10:18 a.m. GMT-6

Fecha de descarga

7 ago 2025, 10:22 a.m. GMT-6

Nombre de archivo

DISEÑO Y CARACTERIZACIÓN DE UN RECUBRIMIENTO ANTICORROSIVO PARA TUBOS DE EXTRAC...docx

Tamaño de archivo

12.4 MB

76 Páginas

13.524 Palabras

74.896 Caracteres

A quien corresponda,

Por este medio, quien abajo firma, bajo protesta de decir verdad, declara lo siguiente:

- Que presenta para revisión de originalidad el manuscrito cuyos detalles se especifican abajo.
- Que todas las fuentes consultadas para la elaboración del manuscrito están debidamente identificadas dentro del cuerpo del texto, e incluidas en la lista de referencias.
- Que, en caso de haber usado un sistema de inteligencia artificial, en cualquier etapa del desarrollo de su trabajo, lo ha especificado en la tabla que se encuentra en este documento.
- Que conoce la normativa de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, en particular los Incisos IX y XII del artículo 85, y los artículos 88 y 101 del Estatuto Universitario de la UMSNH, además del transitorio tercero del Reglamento General para los Estudios de Posgrado de la UMSNH.

Datos del manuscrito que se presenta a revisión		
Programa educativo	Maestría en ciencias de la ingeniería mecánica	
Título del trabajo	DISEÑO Y CARACTERIZACIÓN DE UN RECUBRIMIENTO ANTICORROSIVO PARA TUBOS DE EXTRACCIÓN DE AGUA	
	Nombre	Correo electrónico
Autor/es	Jorge Eduardo Campos Garcia	1613483k@umich.mx
Director	Georgina Carbajal de la Torre	Georgina.carbajal@umich.mx
Codirector	Marco Antonio Espinosa Medina	Marco.espinosa@umich.mx
Coordinador del programa	Laura Alicia Ibarra Bracamontes	Laura.ibarra@umich.mx

Uso de Inteligencia Artificial		
Rubro	Uso (sí/no)	Descripción
Asistencia en la redacción	No	

Uso de Inteligencia Artificial		
Rubro	Uso (sí/no)	Descripción
Traducción al español	Si	Sistema automatizado de Google
Traducción a otra lengua	No	
Revisión y corrección de estilo	No	
Análisis de datos	No	
Búsqueda y organización de información	No	
Formateo de las referencias bibliográficas	No	
Generación de contenido multimedia	No	
Otro		

Datos del solicitante	
Nombre y firma	Jorge Eduardo Campos Garcia 
Lugar y fecha	Morelia, Michoacán a 18 de julio de 2025