





CUERNAVACA, MORELOS AGOSTO, 2018



RESUMEN

La dimensión fractal es un método versátil para estudiar y evaluar la degradación desde el punto de vista de las cualidades del metal, conociendo la rugosidad, mediciones electroquímicas e imágenes de microscopía. El propósito de este trabajo fue determinar de acuerdo con los resultados obtenidos, si la Dimensión Fractal como método es viable para la descripción de la rugosidad de un sustrato metálico (Al reciclado) en diferentes electrolitos agresivos de pH: ácido, neutro con y sin cloruros y soluciones básicas, utilizando técnicas convencionales y no convencionales. Se obtuvieron los resultados de Espectroscopia de Impedancia Electroquímica (EIS), Ruido Electroquímico, análisis de imágenes de micrografías de Microscopio Electrónico de Barrido (SEM) y reconstrucción de las imágenes con Microscopía Holográfica Digital (DHM). Para las diferentes técnicas y condiciones experimentales, se obtuvieron y presentaron correlaciones de dimensiones fractales. Además, se le aplicó una película de polímero reciclado (ABS) al Al reciclado con el fin de determinar la conductividad térmica del sistema con el Aparato de Placa Caliente con Guarda (APCG).

ABSTRACT

The fractal dimension is a versatile method to study and evaluate the degradation from the point of view of the qualities of the metal, the surface roughness, using electrochemical measurements and microscopy images. The purpose of this work was to determine according to the results obtained, if the Fractal Dimension as a method correlating the surface roughness of a metallic substrate (AI recycled) exposed to different pH electrolytes: acid, neutral with and without chlorides and basic solutions, using optic and electrochemical techniques. The results of Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS), Electrochemical Noise, analysis of Scanning Electron Microscope (DHM) were obtained. For the different techniques and experimental conditions, correlations of fractal dimensions were obtained and presented. In addition, a recycled polymer film (ABS) was applied to the recycled material to determine the thermal conductivity of the system using the Hot Plate with Guard Appliance (APCG).

AGRADECIMIENTOS

Extiendo un enorme agradecimiento a todas las personas que con su soporte científico y humano han colaborado en la realización de este trabajo de investigación. Quiero agradecer en primer lugar a las instituciones que han hecho posible la realización del presente trabajo como lo es, el Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por la ayuda económica brindada, al Centro de Investigación en Ingeniería y Ciencias Aplicadas (CIICAp) de la Universidad Autónoma del Estado de Morelos (UAEM), por darme la oportunidad de trabajar dentro de sus instalaciones. Gracias por el apoyo y confianza depositada en mi persona.

Especialmente a mis asesores, Dra. Elsa Camina Menchaca Campos y Dr. Jorge Uruchurtu Chavarín agradezco su orientación, soporte, discusión crítica y transmisión de su experiencia que me permitió un buen aprovechamiento para la conclusión de este trabajo de tesis. Mi más sincero agradecimiento a los doctores: Dr. Darwin Mayorga Cruz, Dr. Armando Domínguez Ortiz y al Dr. Marcos Esparza Schulz por sus aportaciones que han sido de gran importancia.

Agradezco al Dr. Oscar Sarmiento por permitirme trabajar con el programa Dfractal, el cual ha sido de gran ayuda para obtener datos relevantes. De igual manera, agradezco a la Dra. Miriam Flores Domínguez, quién me permitió trabajar con su Aparato de Placa Caliente con Guarda (APCG) para poder llevar a cabo parte de este trabajo.

A mis amigos y compañeros del CIICAp, agradezco su interés en mi trabajo y su simpatía, además; por todos los buenos momentos que compartimos.

DEDICATORIA

Dedico este trabajo de tesis primeramente a Dios, quién me permitió llegar a esta etapa de mi vida y puso en mi camino a todas las personas que me manifestaron su apoyo incondicional durante esta trayectoria. Especialmente, a mi madre Gabina Enciso Espinoza, quien inculcó en mí valores que me han ayudado a ser mejor persona, a mi esposo Octavio González Peralta quién ha estado a mi lado compartiendo alegrías, tristezas y demás emociones, por su apoyo y por creer en mí, a mi hijo Ancel Abdiel González Villalba, quien a su corta edad me ha motivado con sus palabras de aliento para no rendirme, a mis hermanas Dulce Griselda, Claudia y Silvia, quienes han creído en mí motivándome a seguir adelante y a mis amigos, que juntos en la trayectoria, nos hemos apoyado mutuamente y con quienes he compartido grandes momentos.

Contenido

Listado de tablas	vii
Listado de figuras	viii
Capítulo 1	
1. Introducción	2
1.1 Generalidades de la investigación	2
1.2 Estado del arte	5
1.3 Justificación	
1.4 Objetivos	13
1.4.1 Objetivo general	13
1.4.2 Objetivos específicos	13
1.5 Hipótesis	14
1.6 Alcances	14
Capítulo 2	15
2. Marco teórico	
2.1 Análisis de la superficie	
2.1.1 Fractales	
2.2.2 Dimensión fractal	17
2.2.2.1 La geometría euclidiana	17
2.2.2.2 La geometría fractal	17
2.2.3 Análisis de Hurst (exponente de Hurst)	
2.2.3.1 Análisis de rango reescalado (R/S)	
2.2.3.2 Valores del coeficiente de Hurst	
2.2 El aluminio	24
2.2.1 Características físicas	24
2.2.2 Características químicas	

	2.2.3 Características mecánicas	. 25
	2.2.4 Características ópticas	. 26
	2.2.5 Influencia de la capa de óxido	. 27
	2.2.6 Resistencia a la corrosión	. 27
	2.2.7 Termodinámica del proceso de corrosión atmosférica de aluminio	. 28
	2.3 Conductividad térmica	. 30
	2.4 Corrosión de metales	. 31
	2.4.1 Clasificación de los procesos de corrosión	. 32
	2.4.1.1 Clasificación en base al mecanismo	. 32
	2.4.1.2 Clasificación con base en las condiciones de operación	. 33
	2.4.1.3 Clasificación en función del tipo de deterioro del metal	. 33
	2.5 Acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS)	. 37
	2.6 Técnicas electroquímicas	. 39
	2.6.1 Métodos electroquímicos	. 39
	2.6.2 Espectroscopia de impedancia electroquímica	. 40
	2.6.2.1 Diagrama de Nyquist	. 44
	2.6.2.2 Ruido electroquímico	. 46
	2.7 Microscopía electrónica de barrido	. 48
	2.8 Microscopía holográfica digital	. 50
	2.9 Aparato de placa caliente con guarda (APCG)	. 52
Cap	pítulo 3	. 54
3	. Proceso experimental	. 55
	3.1 Preparación de las muestras	. 55
	3.2 Preparación de electrólitos.	. 56
	3.3. Preparación de recubrimiento polimérico	. 57
	3.4 Caracterización de las muestras	. 58
	3.4.1 Técnicas electroquímicas	. 58
	3.4.1.1 Espectroscopía de impedancia electroquímica	. 59
	3.4.1.2 Ruido electroquímico	. 60
	3.4.2 Microscopía electrónica de barrido	. 61
	3.4.3 Microscopía holográfica digital	. 62
	3.4.4 Conductividad térmica	. 63

Capítulo 4
4. Resultados y discusión65
4.1 Técnicas electroquímicas65
4.1.1 Potencial electroquímico65
4.1.2 Espectroscopía de impedancia electroquímica67
4.1.3 Ruido electroquímico71
4.2 Microscopía electrónica de barrido76
4.3 Microscopía holográfica digital81
4.4 Conductividad térmica84
CONCLUSIONES
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS
Referencias
Anexos
Anexo A
Anexo B 102
Anexo C
Anexo D 110
Anexo E
Anexo F 116
F-1 Para resultados a 500 aumentos116
F-2 Para resultados a 1000k aumentos 119
F-3 Para resultados a 2000k aumentos 123
F-4 Para resultados a 4000k aumentos 126
Anexo G 130
Anexo H
Apéndice
Apéndice A138

Listado de tablas

Capítulo 3. Proceso experimental

Tabla 1. Electrólitos utilizados para caracterización electroquímica. 57
Capítulo 4. Resultados y discusión
Tabla 2. Resultados electroquímicos para las pruebas de impedancia a diferente
pH70
Tabla 3. Resultados electroquímicos para las pruebas de ruido a diferente pH75
Tabla 4. Valores de dimensión fractal para los diferentes medios a 500 aumentos.
Tabla 5. Valores de dimensión fractal y Hurst obtenidos con FDIM a partir de la
reconstrucción superficial con DHM83
Tabla 6. Valores de conductividad térmica obtenidos de ambas muestras,
comparados con el valor de la literatura86
Anéralian A
Apenaice A
Apendice ATabla A- 1Valores de dimensión fractal para los diferentes medios a 1000k
Apendice ATabla A- 1Valores de dimensión fractal para los diferentes medios a 1000kaumentos
Apendice ATabla A- 1Valores de dimensión fractal para los diferentes medios a 1000kaumentos
Apendice ATabla A- 1Valores de dimensión fractal para los diferentes medios a 1000k aumentos
Tabla A- 1 Valores de dimensión fractal para los diferentes medios a 1000k aumentos

Listado de figuras

Capítulo 2. Marco teórico

Figura 1. Esquema para la comparación simplificada entre dimensión euclidiana
(De) y dimensión fractal (Df) (Ed. González, 2001)
Figura 2. Construcción de grupos en la metodología del (R/S)
Figura 3. Curvas espectrales de reflectividad de algunos metales (Ed. Maffía, 2013).
Figura 4. Diagrama de Pourbaix para los estados termodinámicos de aluminio en
solución acuosa con diferentes pH (Ed. corrosion-doctors.org)
Figura 5. Conductividad térmica en algunos sólidos típicos (Ed. Holman, 1999). 31
Figura 6. a-i. Formas de ataque básicas de corrosión, que conllevan a la
destrucción del metal
Figura 7. Estructura polímeros de acrilonitrilo-butadieno-estireno
Figura 8. Arreglo instrumental para el estudio del proceso de corrosión
Figura 9. Diagrama de fasor correspondiente al potencial alterno de la ecuación
(15)
Figura 10. Fasores de corriente (I) y potencial (E) separados por un ángulo de fase
Φ
Figura 11. Diagrama de Nyquist para un sistema electroquímico simple
Figura 12. Representación general del microscopio electrónico de barrido (SEM)
(Ed. Carmona, 2008)
Figura 13. Registro numérico de hologramas51
Figura 14. Componentes principales del instrumento para medir la conductividad
térmica de materiales sólido-aislantes52
Figura 15. Flujo de calor en dirección z53
Capítulo 3. Proceso experimental
Figura 16. Electrodos cilíndricos de aluminio reciclado
Figura 17. Equipo Gillac ACM Instruments

Figure 19 Ventene de presenteción del software origin 9.1 yeuerie individuel
rigura 16. Ventana de presentación del software origin o i usuano individual
GF355-9078-7125196 (valores de impedancia electroquímica)
Figura 19. Ventana de presentación del programa Dfractal (Sarmiento 2010)60
Figura 20. Ventana de presentación del programa FDIM61
Figura 21. Configuración experimental en DHM62
Figura 22. Aparato de placa caliente con guarda (APCG)63
Capítulo 4. Resultados y discusión
Figura 23. Potencial de corrosión respecto al tiempo de las probetas de Al en
diferentes electrólitos
Figura 24. Diagramas de Nyquist de las probetas de Al en diferentes electrólitos.
Figura 25. Impedancias totales para cada uno de los diferentes pH
Figura 26. Dimensión fractal en EIS vs valor de n respecto a los pH
Figura 27. Series de tiempo de ruido electroquímico en corriente
Figura 28. Dimensión fractal en corriente
Figura 29. Resistencia a la corrosión equivalente respecto al pH
Figura 30. Imágenes obtenidas con SEM a 500 aumentos
Figura 31. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 500
aumentos en pH 5
Figura 32. Comparación de la Df en EIS y la Df SEM a 500 aumentos para todos
los pH
Figura 33. Comparación de la Df en corriente y la Df SEM a 500 aumentos para
todos los pH
Figura 34. Valores de Df de SEM a diferentes magnificaciones para todos los pH.
Figura 35. Desenvolvimiento de fase y sus respectivos perfiles con DHM para la
muestra a pH 5
Figura 36. Valores de Df obtenidos a partir de la reconstrucción superficial con
DHM
Figura 37. Temperaturas caliente y fría para Al reciclado y Al recubierto con ABS.
84

Anexos

Anexo A

Figura A 1. Medición de potencial respecto al tiempo de las probetas de Al en
solución de ácido sulfúrico (pH 2)98
Figura A 2. Medición de potencial respecto al tiempo de las probetas de Al en
solución de ácido clorhídrico (pH 3)
Figura A 3. Medición de potencial respecto al tiempo de las probetas de Al en
solución de cloruro de sodio al 3% (pH 5)99
Figura A 4. Medición de potencial respecto al tiempo de las probetas de Al en agua
destilada (pH 7)100
Figura A 5. Medición de potencial respecto al tiempo de las probetas de AI en
solución de hidróxido de sodio (pH 10) 100
Figura A 6. Medición de potencial respecto al tiempo de las probetas de AI en
solución de hidróxido de sodio (pH 11) 101
Figura A 7. Medición de potencial respecto al tiempo de las probetas de Al en
solución de hidróxido de sodio (pH 12) 101
Anexo B

Figura B 1. Diagrama de Nyquist de la probeta de Al en solución a pH 2....... 102
Figura B 2. Diagrama de Nyquist de la probeta de Al en solución a pH 3........ 103
Figura B 3. Diagrama de Nyquist de la probeta de Al en solución a pH 5........ 103
Figura B 4. Diagrama de Nyquist de la probeta de Al en solución a pH 7........ 104
Figura B 5. Diagrama de Nyquist de la probeta de Al en solución a pH 10....... 104
Figura B 6. Diagrama de Nyquist de la probeta de Al en solución a pH 11....... 105
Figura B 7. Diagrama de Nyquist de la probeta de Al en solución a pH 12....... 105

Figura C 1. Serie de tiempo de ruido electroquímico en corriente para pH-2..... 106
Figura C 2. Serie de tiempo de ruido electroquímico en corriente para pH-3..... 107
Figura C 3. Serie de tiempo de ruido electroquímico en corriente para pH-5..... 107
Figura C 4. Serie de tiempo de ruido electroquímico en corriente para pH-7..... 108

Figura C 5. Serie de tiempo de ruido electroquímico en corriente para pH-10... 108
Figura C 6. Serie de tiempo de ruido electroquímico en corriente para pH-11... 109
Figura C 7. Serie de tiempo de ruido electroquímico en corriente para pH-12... 109
Anexo D

Figura D 1. Programa DFractal para calcular Df y H de la serie de tiempo de ruido electroquímico en corriente para la muestra a pH 2..... 110 Figura D 2. Programa DFractal para calcular Df y H de la serie de tiempo de ruido electroquímico en corriente para la muestra a pH 3...... 111 Figura D 3. Programa DFractal para calcular Df y H de la serie de tiempo de ruido electroquímico en corriente para la muestra a pH 5......111 Figura D 4. Programa DFractal para calcular Df y H de la serie de tiempo de ruido electroquímico en corriente para la muestra a pH 7..... 112 Figura D 5. Programa DFractal para calcular Df y H de la serie de tiempo de ruido electroquímico en corriente para la muestra a pH 10...... 112 Figura D 6. Programa DFractal para calcular Df y H de la serie de tiempo de ruido electroquímico en corriente para la muestra a pH 11...... 113 Figura D 7. Programa DFractal para calcular Df y H de la serie de tiempo de ruido electroquímico en corriente para la muestra a pH 12..... 113 Anexo E Figura E 1. Imágenes obtenidas con SEM a 1000k aumentos. 114 Figura E 2. Imágenes obtenidas con SEM a 2000k aumentos. 115 Figura E 3. Imágenes obtenidas con SEM a 4000k aumentos. 115 Anexo F Figura F 1. 1. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 500 aumentos en pH 2..... 116 Figura F 1. 2. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 500 aumentos en pH 3. 117 Figura F 1. 3. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 500 aumentos en pH 7......117 Figura F 1. 4. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 500 aumentos en pH 10. 118

Figura F 1. 5. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 500
aumentos en pH 11118
Figura F 1. 6. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 500
aumentos en pH 12119
Figura F 2. 1. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 1000k
aumentos en pH 2119
Figura F 2. 2. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 1000k
aumentos en pH 3120
Figura F 2. 3. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 1000k
aumentos en pH 5120
Figura F 2. 4. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 1000k
aumentos en pH 7121
Figura F 2. 5. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 1000k
aumentos en pH 10121
Figura F 2. 6. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 1000k
aumentos en pH 11122
Figura F 2. 7. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 1000k
aumentos en pH 12122
Figura F 3. 1. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 2000k
aumentos en pH 2 123
Figura F 3. 2. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 2000k
aumentos en pH 3 123
Figura F 3. 3. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 2000k
aumentos en pH 5 124
Figura F 3. 4. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 2000k
aumentos en pH 7124
Figura F 3. 5. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 2000k
aumentos en pH 10 125
Figura F 3. 6. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 2000k
aumentos en pH 11 125

Figura F 3. 7. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 2000k
aumentos en pH 12 126
Figura F 4. 1. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 4000k
aumentos en pH 2 126
Figura F 4. 2. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 4000k
aumentos en pH 3127
Figura F 4. 3. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 4000k
aumentos en pH 5127
Figura F 4. 4. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 4000k
aumentos en pH 7128
Figura F 4. 5. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 4000k
aumentos en pH 10128
Figura F 4. 6. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 4000k
aumentos en pH 11129
Figura F 4. 7. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 4000k
aumentos en pH 12129
Anexo G
Figura G 1. Desenvolvimiento de fase con DHM para la muestra a pH 2 130
Figura G 2 Desenvolvimiento de fase con DHM para la muestra a pH 3
Figura G 3 Desenvolvimiento de fase con DHM para la muestra a pH 7
Figura G 4 Desenvolvimiento de fase con DHM para la muestra a pH 10 132
Figura G 5 Desenvolvimiento de fase con DHM para la muestra a pH 11 132
Figura G 6 Desenvolvimiento de fase con DHM para la muestra a pH 12 133
Anexo H
Figura H 1. Programa FDIM para calcular Df y H de la reconstrucción obtenida con
DHM para pH 2 134
Figura H 2. Programa FDIM para calcular Df y H de la reconstrucción obtenida con
DHM para pH 3 135
Figura H 3. Programa FDIM para calcular Df y H de la reconstrucción obtenida con
DUM para pU 5

Figura H 4. Programa FDIM para calcular Df y H de la reconstrucción obtenida con
DHM para pH 7 136
Figura H 5. Programa FDIM para calcular Df y H de la reconstrucción obtenida con
DHM para pH 10 136
Figura H 6. Programa FDIM para calcular Df y H de la reconstrucción obtenida con
DHM para pH 11 137
Figura H 7. Programa FDIM para calcular Df y H de la reconstrucción obtenida con
DHM para pH 12 137

CAPÍTULO 1

Capítulo 1

INTRODUCCIÓN



Resumen

Este capítulo muestra la importancia que tiene el estudio de la corrosión del aluminio reciclado, apoyado del análisis de geometría fractal, describiendo brevemente técnicas ópticas y electroquímicas; con base en ello, se plantea la justificación, objetivo general, objetivos específicos e hipótesis del presente trabajo de investigación.

1. INTRODUCCIÓN

1.1 Generalidades de la investigación

En este trabajo se abarca el estudio, desarrollo experimental y resultados obtenidos para demostrar que la Dimensión fractal como método de análisis es viable para medir el grado de rugosidad que se presenta en la superficie de un material; al ser sumergido en soluciones ácidas, neutras y básicas siendo el aluminio objeto de la investigación con fines de reciclamiento; además de obtener la conductividad térmica del sistema AI-ABS con el fin de conocer su comportamiento para aplicaciones industriales.

Durante los primeros años de su existencia, los fractales eran meras curiosidades matemáticas, sin ninguna utilidad, pero con el paso del tiempo se han encontrado múltiples aplicaciones de la geometría fractal en campos muy diversos como pueden ser las matemáticas, la física, geografía, medicina, psicología, informática, finanzas, música, arte, entre otras (Batlle, 2009). La noción de dimensión fractal (fraccional) proviene de una manera de cuantificar cuan rugosa es una curva, la cual puede ser tan rugosa (que casi llene la superficie en la que se encuentra); superficies como el follaje de un árbol o el interior de un pulmón pueden efectivamente ser tridimensionales.

Se puede pensar en la rugosidad como un incremento en la dimensión; una curva rugosa tiene una dimensión entre 1 y 2 y una superficie rugosa la tiene entre 2 y 3 (Miranda, 2014).

Una de las pruebas más ampliamente usadas para determinar la dimensión fractal de una serie temporal dada es el análisis R/S introducido por Hurst. Según el análisis de rango de re-escalamiento de Hurst basado en su ley empírica propone:

$$\mathsf{R}/\mathsf{S}=(\tau/2)^{\mathsf{H}} \tag{1}$$

Donde R representa la diferencia entre el valor máximo y valores mínimos de la variable, S la desviación estándar de la serie de tiempo, T es el periodo de tiempo medido y H el exponente de Hurst (Uruchurtu, 2009). Una relación entre el exponente de Hurst (H) y la dimensión fractal (Df) está dada por la siguiente ecuación (Rehman, 2009):

$$\mathsf{D}\mathsf{f} = 2 - \mathsf{H} \tag{2}$$

Es importante recordar que de la superficie de cualquier metal como lo es el aluminio, dependen muchas de sus propiedades, ya que es la superficie la que está en contacto con el medio ambiente. El aluminio que se encuentra normalmente en forma de silicato de aluminio puro o mezclado con otros metales como sodio, potasio, hierro, calcio y magnesio, pero nunca como metal libre (Alcañiz, 2013), es 100% reciclable. Conocido por su baja densidad, excelente resistencia a la corrosión, eficiente para la transferencia y conservación de energía. Hoy en día existe una diversidad de procesos de manufactura en donde es utilizado este metal, en industrias tales como: transportación, construcción, aeroespacial, entre otras; motivo por el cual es importante el estudio de la degradación superficial (Ramírez, 2011).

El buen comportamiento a la corrosión del aluminio es debido a la presencia permanente sobre el metal de una capa de óxido natural constituido por óxido de aluminio (alúmina) que le hace protector (pasivo) a la acción del medio ambiente. Aunque de muy pequeño espesor, comprendido entre 50 y 100

CAPÍTULO 1

angströms (o sea de 50 a 100 mil millonésimas de metro) la película de óxido constituye una barrera entre el metal y el medio ambiente y se forma instantáneamente desde que el metal entra en contacto con un medio oxidante: el oxígeno aire, el agua, etc. La estabilidad fisicoquímica de la capa de óxido por tanto tiene una gran importancia sobre la resistencia a la corrosión del aluminio. Ella depende de las características del medio, uno de los cuales es el pH y también la composición de la aleación del aluminio (Celedonio, 2009).

Las técnicas electroquímicas constituyen una herramienta muy valiosa para hacer mediciones y estudios de procesos de corrosión e incluso al nivel de interfase entre el sustrato metálico y las capas de productos de corrosión formadas y su reacción con el medio.

Las técnicas de microscopia electrónica de barrido y de interferometría óptica permite analizar la superficie de la muestra una vez que ha sido expuesta en diferentes medios; como lo son el ácido, neutro (con y sin cloruros) y el básico, a fin de obtener información detallada de la morfología, así como datos cuantitativos (Paredes, 2005), que son útiles para la obtención de la Dimensión fractal correspondiente.

Es por lo anterior, que el presente trabajo de investigación se lleva acabo para comprobar que es viable utilizar la dimensión fractal como técnica para medir la rugosidad de los materiales, proporcionando un número que indique o se relacione con el grado de daño sufrido en la superficie del material como consecuencia de su exposición a diferentes medios agresivos.

1.2 Estado del arte

La geometría de fractales es la ciencia que pertenece a las matemáticas y como las otras geometrías, tiene que ver con las formas que toma lo material (Ortiz, 1998). Mandelbrot, fue quien introdujera a la comunidad científica de habla inglesa el concepto de dimensiones fractales en 1977 (Kaye, 1994), definiéndolas como un valor no entero, el cual logra describir la geometría fractal, así como la heterogeneidad de figuras irregulares; permitiendo capturar la información perdida al utilizar representaciones de geometría tradicional (López, 2017).

A finales del siglo XIX y durante el siglo XX, diversos matemáticos realizaron trabajos que permitieron elaborar la geometría fractal (Alonso, 1995), esto posteriormente a Mandelbrot, quien mostrara que para una curva auto-similar (por ejemplo, un modelo de costa), el exponente de la extensión coincide con todas las otras formas de la dimensión fractal, por ejemplo, las dimensiones de similitud (Mandelbrot, 1985).

La comunidad científica ha lidiado con el problema de caracterizar la geometría de superficies, usando una gran variedad de modelos matemáticos y técnicas de análisis (Vargas, 2006). Un ejemplo, es la fractalidad de cualquier línea costera de un país, su longitud depende de la escala y del patrón de medida; al aumentar o disminuir la escala, las sinuosidades se van repitiendo en formas análogas y en menor o mayor número, respectivamente (Munné, 1995).

La geometría fractal encuentra muchas aplicaciones en diversas ciencias y una de ellas es la de materiales, donde muchas estructuras poseen patrones observados en los fenómenos de corrosión con un orden geométrico particular en muchas escalas de longitud (Costa, 1991). Se puede encontrar a la Dimensión fractal (Df) en diversas investigaciones sobre materiales, como los que se enlistan a continuación:

- Estudios de fracturas frágiles en aleaciones (Zhang, 1994), en donde encontró relación experimental entre el factor de intensidad de estrés (KI) y la Df.
- Acerca del estudio de Rugosidad en picaduras de aluminio, encontrando un acuerdo cuantitativo entre los cálculos, las caracterizaciones que usaron, así como la rugosidad a partir de la Df (Balázs, 1996).
- En la evaluación no destructiva de la corrosión, en donde se llegó a la conclusión que la dimensión fractal se relacionó con el daño causado por la corrosión y la fatiga (Jin, 1996).
- Para buscar la relación entre las cantidades resultantes de la energía de la fractura y las que describen la estructura geométrica de una superficie. En donde encontraron discrepancia entre los resultados, lo cual atribuyeron a los métodos utilizados para calcular la dimensión fractal (Charkaluka, 1998).
- En el estudio de la disolución, pasivación y corrosión por picaduras del estaño en solución acuosa, en donde utilizaron técnicas de espectroscopia de impedancia electroquímica, para obtener resistencias y dimensiones fractales del electrodo de trabajo, correlacionando los resultados (Refaeya, 1998).
- Para obtener la relación teórica del área de contacto real entre superficies rugosas para perfilar parámetros de fractal, el resultado

calculado por esos modelos de desgaste fue consistente con los experimentos (Shironga, 1999).

- En extracciones inducidas por pulido de recubrimientos que se caracterizaron por microscopía electrónica de barrido y técnicas de análisis de imágenes, en donde dedujeron que el utilizar fractales parece ser prometedor para caracterizar las circunferencias de las extracciones inducidas por el pulido de algunos recubrimientos tratados térmicamente, con los que se puede correlacionar la tenacidad a la fractura de los recubrimientos (Li, 2000).
- Para obtener la modelación de una superficie, mediante AFM, la dispersión de rayos X y técnicas complementarias para estudiar los parámetros fractales de la superficie, demostrando que estas técnicas son bastante adecuadas para estudiar las primeras etapas de los procesos de oxidación de las muestras de Cu y Fe (Knoll, 2001).
- Para la comprensión de propiedades inhibidoras a partir del análisis fractal, en donde a partir de técnicas electroquímicas, los resultados que obtuvieron mostraron que se puede establecer una relación directa entre la dimensión fractal de la superficie del electrodo de trabajo y el exponente de Hurst calculado a partir de los registros de tiempo de ruido electroquímico (García, 2004).
- Para estimar las dimensiones fractales mediante un nuevo enfoque basado en el método de recuento de cajas D2d y D3d de las imágenes de corrosión, del cual dedujeron que su método es computacionalmente simple, conveniente y preciso (Xu, 2006).
- En la elaboración de un método eficiente basado en conteo de cajas para la mejora de la precisión de la estimación Df, en el cual los

experimentos que utilizaron imágenes de movimiento browniano sintetizadas, imágenes de textura real e imágenes de teledetección demostraron que su nuevo método podía superar el conocido método de conteo diferenciado de cajas (DBC) (Jian, 2009).

- En estudio de la inhibición de la corrosión utilizando análisis fractal, en donde llevaron a cabo una comparación de resultados con las técnicas que utilizaron, como lo fue espectroscopia de impedancia electroquímica y ruido electroquímico, obteniendo valores de Hurst y Df (Uruchurtu, 2008).
- Evaluación de la corrosión de la pátina de cobre mediante geometría fractal utilizando ruido electroquímico y análisis de imágenes; en donde obtuvieron una relación directa clara entre el análisis fractal de series temporales e imágenes de ruido electroquímico (García, 2010).
- En el uso de análisis de imágenes basado en transformadas de ondas y fractales para estudiar la morfología de la corrosión del metal de bronce de aluminio y níquel bajo diversas condiciones de corrosión y tensiones aplicadas, obtuvieron que existe correlación de los datos (Pidaparti, 2010).
- Para la comparación de las dimensiones fractales superficiales del revestimiento cromado y acero con el fin de estimar la resistencia a la corrosión (Naiming, 2014).
- En estudios para diferentes microestructuras de límite de grano, en el cual encontraron que el menor coeficiente de variación de la distribución de tamaño de grano, que sugiere una estructura de grano más homogénea, da como resultado una dimensión fractal inferior (Kobayashi, 2016).

- Para caracterizar la calidad de la superficie mediante la dimensión fractal. En donde los resultados que obtuvieron confirmaron que la dimensión fractal tiene un impacto en la calidad de la superficie y los parámetros tribológicos (Bourebia, 2017).
- En el análisis de fragmento de roca rota el cual, de acuerdo al trabajo, es una distribución fractal, y cuanto menor es la presión de impacto, menos fragmentos de muestra tiene, menor grado de fragmentación y menor dimensión fractal, la investigación mostró que la dimensión fractal aumenta con la fuerza de compresión dinámica de la roca (Yongsheng, 2018).

Y entre muchos otros trabajos de investigación que se han realizado, pudiendo comprobar que la Dimensión fractal es un método estadístico que se puede utilizar para obtener un valor de la rugosidad superficial de un material, apoyándose de diversas técnicas de caracterización y enfocadas a una gran variedad de materiales.

Los métodos de análisis para las series de tiempo obtenidas en las técnicas de ruido electroquímico incluyen: inspección visual; o el análisis de los datos utilizando métodos estadísticos o espectrales; esta técnica es una herramienta muy útil para estudiar el proceso de corrosión localizada o por picadura, por que registra los eventos instantáneos y aleatorios de potencial y de corriente (Corona, 2017).

Con la espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS), teniendo en cuenta el grado o ángulo de depresión del semicírculo en el diagrama de impedancia de Nyquist, es posible determinar la dimensión fractal de la superficie del electrodo de trabajo por medio de la ecuación 3:

$$Df = (1/n) + 1$$
 (3)

Donde Df es la dimensión fractal de la superficie, la cual puede tomar valores entre 2, para una superficie completamente lisa o valores cercanos a 3, para una superficie rugosa (Sarmiento, 2009). Usando el concepto de geometría fractal, el parámetro n, que a menudo se designa solo como un parámetro de ajuste, se caracteriza como un tamaño puramente geométrico. Si la superficie áspera tiene características de escala auto-similares, puede entenderse como una medida de irregularidades microscópicas (Reinhard, 1990).

Existen recubrimientos de barrera térmica que juegan un papel importante en aplicaciones aeronáuticas, aeroespaciales, plantas generadoras de energía, entre otras, debido a la combinación de propiedades que presentan, tales como baja conductividad y un alto coeficiente de expansión térmica (Hoyos, 2009).

La resina termoplástica de acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS) goza de amplio reconocimiento como material técnico que ofrece una excepcional fluidez, firmeza y estabilidad dimensional a temperaturas no muy altas. El acrilonitrilo da la resistencia química y térmica, el butadieno da la ductilidad y resistencia y el estireno da una apariencia brillante (González, 2005).

Para conocer la conductividad térmica del sistema AI-ABS, que es una medida de su tendencia a disipar energía, cuando se perturba desde un estado de equilibrio al imponerle un gradiente de temperatura, se utilizó un aparato placa caliente con guarda (APCG). Para optimizar o mejorar el diseño de diversos componentes se requieren una evaluación precisa de esta propiedad de transporte, en particular del equipo que involucra la transferencia de calor (Cáceres, 2013).

La ley básica que gobierna la conducción del calor se ilustra perfectamente cuando se considera un caso sencillo e ideal y se determina mediante la siguiente ecuación:

$$\dot{Q} = \mathbf{k} \cdot \mathbf{A} \cdot \frac{T_1 - T_2}{\Delta x} \tag{4}$$

Donde *Q* es la velocidad del flujo de calor (energía por unidad de tiempo) a través de la muestra en watts (W), despreciando cualquier efecto borde y considerando únicamente un flujo unidimensional; *A* es el área superficial en (m²), Δx el espesor de la muestra en metros (m), ($T_1 - T_2$) es la diferencia de temperaturas a través de la muestra en (°C) y *k* es la conductividad térmica de la muestra en (W/m °C) (Algarra, 2014).

Teniendo las bases de las técnicas y métodos estadísticos que han de utilizarse, se hace mención del procedimiento que se siguió en el desarrollo experimental de este trabajo de investigación, donde se describen cada uno de los pasos y caracterizaciones utilizadas de las muestras que se llevaron a cabo, además se anexan imágenes para definir con mayor claridad el contenido.

1.3 Justificación

Actualmente, los metales se cuentan entre los materiales más útiles que se conocen para la fabricación de diversos productos, es por ello la importancia de la calidad superficial que estos poseen (Suárez, 2002). Además, las industrias se están viendo obligadas a llevar a cabo una fabricación sostenible bajo una perspectiva marcada por los ejes de la denominada Triple Bottom Line (Triple Línea Base): *Economía, Medioambiente* -incluyendo en algunos casos los aspectos Energéticos- y *Sociedad* (Gómez, 2016). Para lo cual, el reciclaje de los metales contribuye significativamente a mitigar el proceso de contaminación ambiental.

De ahí la importancia de realizar estudios de la superficie en los materiales; para lo cual, la rugosidad es el parámetro más representativo para describir la textura superficial, debido a su influencia directa en la fricción, fatiga y resistencia (Correa, 2004).

El presente trabajo de investigación se enfoca hacia el estudio de la degradación del aluminio reciclado presentada en diferentes medios, con el fin de determinar la relación que existe entre la rugosidad del metal y los procesos de corrosión, utilizando diferentes técnicas de caracterización de la muestra y obteniendo una comparación de éstas con el análisis de dimensión fractal. Además, se evaluó el sistema Al recubierto con ABS obteniendo su conductividad térmica, comparando su valor con el que se obtuvo con el Al reciclado.

1.4 Objetivos

1.4.1 Objetivo general

Determinar la relación que existe entre la rugosidad del aluminio y los procesos de degradación, utilizando técnicas electroquímicas, microscopia óptica y análisis de dimensión fractal.

1.4.2 Objetivos específicos

- Modificar la superficie del Aluminio en diferentes medios corrosivos (ácido, neutro con y sin cloruros y básico).
- Determinar el nivel de daño infringido por la corrosión en el material metálico, a través de técnicas electroquímicas.
- > Evaluar la rugosidad superficial del Aluminio modificado.
- Determinar el grado de corrosión y protección en el material metálico relacionando los resultados electroquímicos, los parámetros de la dimensión fractal y del análisis de imagen.
- Determinar la conductividad térmica del sistema Al y Al-ABS con el aparato placa caliente con guarda (APCG).

1.5 Hipótesis

El método de Dimensión fractal es viable para medir el nivel de rugosidad superficial en metales provocada por la corrosión obtenida a partir de los datos electroquímicos correlacionados con imágenes de microscopía óptica.

1.6 Alcances

El presente trabajo está dirigido a profesionales de la ingeniería de materiales, que poseen conocimientos de degradación en metales, particularmente en aluminio en diferentes medios y en técnicas de caracterización superficial, se espera que el trabajo de investigación aquí expuesto sea de gran utilidad para el lector. Se describen brevemente las propiedades del aluminio, los tipos de corrosión que se pueden presentar, las técnicas convencionales y no convencionales utilizadas y los resultados obtenidos del análisis en cuanto al uso del método de Dimensión fractal.

Capítulo 2

MARCO TEÓRICO



Resumen

Este capítulo muestra información relevante, como el conjunto de ideas, procedimientos y teorías que sirvieron como base para la realización del presente trabajo de investigación.

2. MARCO TEÓRICO

2.1 Análisis de la superficie

2.1.1 Fractales

Los fractales fueron concebidos aproximadamente en 1880 por el francés Henri Poincare, sus ideas fueron extendidas más tarde fundamentalmente por dos matemáticos también franceses, Gaston Julia y Pierre Fatou, hacia 1918. Se trabajo mucho en este campo durante varios años, pero el estudio quedo congelado en los años 20. El estudio fue renovado a partir de 1974 en IBM y fue fuertemente impulsado por el desarrollo de la computadora digital. Mandelbrot, de la Universidad de Yale, con sus experimentos de computadora, es considerado como el padre de la geometría fractal (Adame, 2005).

Mandelbrot (1982) ofrece la siguiente definición tentativa de un fractal:

"Un fractal, por definición, es un conjunto para el cual la dimensión de Hausdorff-Besicovitch excede estrictamente la dimensión topológica."

Esta definición requiere una definición de los términos establecidos, la dimensión de Hausdorff-Besicovitch (D) y la dimensión topológica (Dt), que siempre es un número entero. De hecho, Mandelbrot (1986) se retractó de esta definición tentativa y, en cambio, propone lo siguiente:

"Un fractal es una forma hecha de partes similares al todo de alguna manera". Los fractales pueden considerarse como conjuntos de puntos incrustados en el espacio. Por ejemplo, el conjunto de puntos que componen una línea en el espacio euclidiano ordinario tiene la dimensión topológica Dt=1, y la Dimensión Hausdorff-Besicovitch D=1. Como D = Dt para la línea, no es fractal, según la definición de Mandelbrot. (Feder, 1988).

2.2.2 Dimensión fractal

2.2.2.1 La geometría euclidiana

La geometría de Euclides, además de ser un poderoso instrumento de razonamiento deductivo, ha sido extremadamente útil en muchos campos del conocimiento, sus ideas constituyen una considerable abstracción de la realidad. Considera que un punto no tiene tamaño, le asigna una dimensión nula o de cero. Una línea tiene solamente longitud, por lo que adquiere una dimensión igual a uno. Una superficie no tiene ancho, por lo que tiene dimensión dos. Finalmente, un cuerpo sólido, como un cubo, tiene dimensión tres. De hecho, en la geometría euclidiana las únicas dimensiones posibles son las que corresponden a los números enteros: 0, 1, 2 y 3 (Eliezer, 2008).

2.2.2.2 La geometría fractal.

La geometría fractal describe objetos geométricos que son auto semejantes o simétricos en escala. Esto significa que, cuando se amplifican tales objetos, sus partes guardan una semejanza exacta con el todo, prolongándose la similitud con las partes de las partes y así hasta el infinito. Los "fractales" que es el nombre que se da a estos objetos, carecen de simetría por traslación, esto es, carecen de la suavidad asociada con líneas, planos y esferas euclidianas. En cambio, mantienen en cualquier escala un contorno rugoso y mellado.

La geometría fractal es un nuevo lenguaje cuyos elementos son algoritmos que computacionalmente pueden expresarse en formas y estructuras. La esencia del mensaje de Mandelbrot es que, muchas estructuras naturales con una aparente complejidad (tales como nubes, montañas, costas marinas, fallas tectónicas, sistemas vasculares, superficies fracturadas de distintos materiales, etc.), están caracterizadas por una invariancia de escala geométrica cuya dimensión fractal provee una adecuada descripción matemática del fenómeno en cuestión. Sean naturales o geométricos, todos los fractales poseen dimensión euclidiana en la que está inmerso, esto es, la dimensión fractal es una medida de la irregularidad (Vera, 2003). La cual es una propiedad del objeto que indica qué tanto ocupa el espacio que lo contiene, y que puede adquirir valores continuos en el espacio de los números reales, entre 0 y 3.

Una explicación simplificada de la comparación entre geometría euclidiana y la geometría fractal se puede observar en la Figura 1 (González, 2001).



Figura 1. Esquema para la comparación simplificada entre dimensión euclidiana (De) y dimensión fractal (Df) (Ed. González, 2001).

Los métodos más usuales para evaluar la dimensión fractal son el *método de conteo de cajas (Box Counting)*, el *exponente de autocorrelación de Hurst*, o la *transformada de Fourier*. Todos estos métodos son en realidad generalizaciones de métodos en una dimensión, aplicados a dimensiones mayores.

El método de conteo de cajas se basa en estimar la correlación de la cantidad de cajas de longitud *r* en el conjunto, cuando *r* tiende a cero. El exponente de auto correlación de Hurst (*H*), caracteriza a una función de acuerdo con cómo se puede estimar su varianza ΔV dentro de entornos *r* de tamaño decreciente, a manera de obtener un ajuste de la forma $\Delta V = \Delta r H$. El exponente de Hurst (también llamado exponente de rugosidad) está relacionado a la dimensión fractal mediante:

$$H = 2 - Df ; \quad 0 \le H \le 1 \tag{5}$$

La estimación espectral de la dimensión fractal se basa en ajustar el espectro logarítmico de Fourier de la función con una regresión final de forma $E(F)=1/F\beta$.

La dimensión fractal de la función espectral es:

$$Df = \frac{5-\beta}{2}; \quad 1 \le \beta \le 3 \tag{6}$$

El método es muy sensible a la presencia de ruido espectralmente uniforme (blanco o rosa), además de que para obtener resultados significativos se requieren ventanas locales de tamaño mucho mayor que en los otros métodos (Nava, 2009).

2.2.3 Análisis de Hurst (exponente de Hurst)

El coeficiente o exponente de Hurst es una medida de independencia de las series de tiempo que fue estudiada inicialmente por el científico británico Harold Edwin Hurst (1880-1978) (Mandelbrot, 2001), como elemento para distinguir series fractales. Hurst descubrió que muchos fenómenos naturales exhiben un comportamiento que puede ser caracterizado por un proceso aleatorio sesgado, en el cual existe "memoria de largo plazo" entre las observaciones, es decir, que los eventos de un periodo influyen en todos los siguientes.

Posteriormente, las ideas de Hurst fueron retomadas por Benoit B. Mandelbrot quien generalizó su trabajo y lo llamó análisis de rango reescalado (R/S), definido como un método estadístico utilizado para evaluar la ocurrencia de eventos poco comunes, dando origen a una herramienta ideal para procesos físicos y financieros, aunque no se limita solamente a este tipo de eventos, por lo que puede ser usado en cualquier serie de tiempo (Gutiérrez, 2008).

2.2.3.1 Análisis de rango reescalado (R/S)

Permite encontrar el parámetro o exponente de Hurst, el cual es un valor numérico que hace posible determinar la autocorrelación en una serie de datos. A continuación, se describe la metodología desarrollada por Hurst:

1. Se inicia con una serie de tiempo de tamaño M, pero como interesa los rendimientos logarítmicos entonces la serie original se reduce a una nueva serie de tiempo de tamaño N=M donde cada rendimiento está definido por:

$$N_{i} = log\left(\frac{M_{i+1}}{M_{i}}\right)$$
, $i = 1, 2, 3, \dots N$ (7)

2. Este periodo de tiempo N se divide en A subperiodos contiguos de longitud n, tal que A * n = N. Se nombra cada uno de los subperiodos o subgrupos I_a, con a = 1,2,3,..., A. Cada elemento en I_a, es etiquetado N_{k,a}, tal que k = 1,2,3,..., n. Para cada subperiodo I_a de longitud n, el valor promedio está definido por la siguiente expresión:

$$e_a = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n Nk, a.$$
(8)

3. Las diferencias de cada elemento $N_{k,a}$ con respecto a la media e_a para cada subperiodo I_a se van sumando para obtener la serie de tiempo acumulada $(X_{k,a})$, definida como:

$$X_{k,a} = \sum_{i=1}^{k} (N_{i,a} - e_{a}), \quad k = 1, 2, 3, ..., n.$$
(9)

4. El rango Rl_a se define como l_a diferencia entre el valor máximo y el valor mínimo de $X_{k,a}$ para cada subperiodo l_a:

$$RI_{a} = M_{ax}(X_{k,a}) - M_{in}(X_{k,a}), \quad donde \ 1 \le k \le n.$$
(10)

5. Se calcula la desviación estándar muestral SI_a de la forma tradicional para cada periodo I_a:

$$SI_{a} = \left(\frac{1}{n} \sum_{k=1}^{n} (N_{k,a} - e_{a})^{2}\right)^{1/2}$$
(11)

6. Para cada periodo I_a, su rango RI_a se normaliza dividiendo por su desviación estándar muestral SI_a correspondiente. Por lo tanto, el rango reescalado para cada subperiodo I_a es igual a RI_a/SI_a. Como tenemos periodos continuos de
CAPÍTULO 2

longitud, entonces tomamos el valor promedio R/S para periodos de longitud y que está definido como:

$$(R/S)_{n} = (1/A \sum_{a=1}^{A} (RI_{a}/SI_{a}))$$
 (12)

7. La longitud n o el tamaño del subperiodo se incrementa al siguiente valor posible de tal forma que $\frac{M-1}{n}$ sea un valor entero. Iniciamos con el valor más pequeño de acuerdo a la condición anterior y se repiten los pasos del 1 al 6 hasta n= (M-1)/2 utilizando siempre la serie completa (Figura 2). Posteriormente aplicamos una regresión de mínimos cuadrados de $log(R/S)_n$ contra log(n). La ordenada al origen es el log(c) y la pendiente de la ecuación es la estimación del exponente Hurst (H) (Quintero, 2011).



Datos	R/S	Logaritmos	
n	$R/S_{(n)}$	log(n)	log(R/S _(n))
n/2	$R/S_{(n/2)}$	log(n/2)	$log(R/S_{(n/2)})$
n/3	R/S _(n/3)	log(n/3)	log(R/S _(n/3))
n/4	$R/S_{(n/4)}$	log(n/4)	$log(R/S_{(n/4)})$
n/5	R/S _(n/5)	log(n/5)	log(R/S _(n/5))
n/8	<i>R</i> /S _(n/8)	log(n/8)	$log(R/S_{(n/8)})$

Figura 2. Construcción de grupos en la metodología del (R/S).

2.2.3.2 Valores del coeficiente de Hurst

Si $0 \le H < 0.5$ se tienen series antipersistentes, a las que con frecuencia se les denomina con reversión a la media. Es decir, si la serie ha estado arriba de un determinado valor que hace las veces de media de largo plazo en el período siguiente y viceversa. Se considera que esta serie tiene ruido rosa, que es común en la naturaleza y está relacionado con procesos de relajación (equilibrio dinámico) y turbulencia.

Si H=0.5 los datos son independientes y decimos que no hay memoria. Se trata de una serie aleatoria que cumple con todas las características del movimiento browniano estándar, y se dice que tiene ruido blanco.

Si $0.5 < H \le 1$, la serie es persistente, refuerza la tendencia. Es decir, si la serie estaba arriba (o abajo) de su media de largo plazo en el período anterior, lo más probable es que continúe arriba (o abajo) en el período siguiente. Si H = 1 la serie es determinística. En este intervalo el color de ruido es negro y aparece en procesos cíclicos de largo plazo, como el nivel de los ríos, el número de manchas solares, el cambio de precios de las bolsas de valores, entre otros (Luengas, 2009-2010).

Se puede decir, que el exponente de Hurst es una medida de la información que la señal conserva al cabo de un cierto tiempo. Lógicamente en un sistema complejo, puede ser un parámetro que proporcione una buena información sobre su comportamiento. La estructura de las series de tiempo de ruido electroquímico se ha analizado en el dominio del tiempo y se ha descrito a través del exponente de Hurst (H). Por otra parte, se conjetura la posible aplicación del análisis fractal como herramienta de medición aplicado en superficies por medio del análisis de Hurst (Feder, 1988).

2.2 El aluminio

Etimológicamente, su nombre proviene del latín *alumen*, que significa alum o alumbre (un tipo de sulfato doble compuesto). Su descubrimiento como elemento químico se atribuye al científico alemán Friedrich Wohler (el mismo que descubrió el berilio), y que logró aislarlo en forma pura. Sir Humphry Davy, quien también participó en el descubrimiento del flúor, propuso llamar a este metal como aluminio (Badía, 1981).

Es el elemento metálico más abundante que está presente en la corteza terrestre y, dentro del grupo de los metales no férreos, el material más ampliamente utilizado tanto en la industria como en muchas aplicaciones de la vida cotidiana. Consiste en 13 protones, otorgándole así el número atómico 13 en la tabla periódica, 13 electrones y de 6 a 29 neutrones, dando lugar así a múltiples isótopos, de los cuales solamente el ²⁷Al y el ²⁶Al se encuentran en la naturaleza, siendo el ²⁷Al, el único isótopo estable, contando con 14 neutrones y una abundancia de más del 99.9% (Gonzaga, 2016).

2.2.1 Características físicas

- Es un metal ligero, cuya densidad es de 2.700 kg/m³ (2,7 veces la densidad del agua), un tercio de la del acero.
- Tiene un punto de fusión bajo: 660 °C (933 °K).
- El peso atómico del aluminio es de 26,9815 u.a.
- Es de color blanco brillante, con buenas propiedades ópticas y un alto poder de reflexión de radiaciones luminosas y térmicas.
- Tiene una elevada conductividad eléctrica comprendida entre 34 y 38 m/(Ω mm²) y una elevada conductividad térmica (80 a 230 W/(m•K)).
- Resistente a la corrosión, a los productos químicos, a la intemperie y al agua de mar, gracias a la capa de Al₂O₃ formada.

- Abundante en la naturaleza. Es el tercer elemento más común en la corteza terrestre, tras el oxígeno y el silicio.
- Fácil de reciclar.

2.2.2 Características químicas

- Debido a su elevado estado de oxidación, se forma rápidamente al aire una fina capa superficial de óxido de aluminio (Alúmina Al₂O₃) impermeable y adherente que detiene el proceso de oxidación, lo que le proporciona resistencia a la corrosión y durabilidad.
- El aluminio tiene características anfóteras. Esto significa que se disuelve tanto en ácidos (formando sales de aluminio) como en bases fuertes (formando aluminatos con el anión [Al (OH)₄]-) liberando hidrógeno.
- La capa de óxido formada sobre el aluminio se puede disolver en ácido cítrico formando citrato de aluminio.
- El principal y casi único estado de oxidación del aluminio es +III como es de esperarse por sus tres electrones en la capa de valencia.
- El aluminio reacciona con facilidad con HCl, NaOH, ácido perclórico, pero en general resiste la corrosión debido al óxido. Sin embargo, cuando hay iones Cu2+ y Cl- su pasivación desaparece y es muy reactivo.
- El óxido de aluminio es tan estable que se utiliza para obtener otros metales a partir de sus óxidos (cromo, manganeso, etc.) por el proceso aluminotérmico.

2.2.3 Características mecánicas

- De fácil mecanizado debido a su baja dureza.
- Muy maleable, permite la producción de láminas muy delgadas.
- Bastante dúctil, permite la fabricación de cables eléctricos.
- Material blando (Escala de Mohs: 2-3-4). Límite de resistencia en tracción: 160-200 N/mm² [160-200 MPa] en estado puro.

- Para su uso como material estructural se necesita alearlo con otros metales para mejorar las propiedades mecánicas, así como aplicarle tratamientos térmicos.
- Permite la fabricación de piezas por fundición, forja y extrusión.
- Material soldable.
- Con CO₂ absorbe el doble del impacto. (Martínez R., 2008).

2.2.4 Características ópticas

La superficie del aluminio puede ser altamente reflectante. La energía radiante, la luz visible, el calor radiante y las ondas electromagnéticas se reflejan de manera eficiente, mientras que las superficies anodizadas y oscuras pueden ser reflectantes o absorbentes. La reflexión de aluminio pulido, sobre un amplio rango de longitudes de onda, lo convierte en muy atractivo para una variedad de objetos decorativos (ver Figura 3) (Maffia, 2013).



Figura 3. Curvas espectrales de reflectividad de algunos metales (Ed. Maffía, 2013).

2.2.5 Influencia de la capa de óxido

El óxido de aluminio posee una estructura policristalina, con una densidad de 3.97 g/cm³, un índice de refracción de 1.76, un punto de fusión de 2,015 °C y un punto de ebullición de 2,980 °C. El espectro infrarrojo de las películas amorfas de óxido de aluminio se caracteriza por tener una amplia banda que se extiende en la región de ~590 a los 1,200 cm⁻¹, la cual se encuentra centrada en ~700 cm⁻¹ (Carmona, 2008).

Para el aluminio es característico que, debido a la gran afinidad que tiene por el oxígeno, en todas las superficies que se ponen en contacto con el aire se forma inmediatamente una capa de óxido, llamada alúmina. Esta puede ser eliminada por vía química mediante "fundentes", los cuales en su mayoría son cloruros y fluoruros que disuelven al óxido y lo transforman en impurezas fluidas y de baja densidad, que son arrastradas a la superficie (Hufnagel, 1992).

2.2.6 Resistencia a la corrosión

El aluminio, debido a sus características químicas, tiene un elevado estado de oxidación. En concreto, su capa de valencia dispone de tres electrones lo que le confiere que su estado normal de oxidación sea III. Este hecho se traduce en que el aluminio sea un elemento muy electropositivo y muy reactivo. De esta manera, una pieza de aluminio que entra en contacto con la atmósfera reacciona de manera inmediata con el oxígeno del ambiente y forma rápidamente una finísima capa superficial de un óxido de aluminio, la alúmina (Al₂O₃).

Esta capa de alúmina, que se genera de forma natural y casi instantánea nada más al entrar en contacto el aluminio con el oxígeno del aire, se distribuye con un espesor microscópico (del orden de 0,01 micras) de forma regular envolviendo la totalidad de la pieza, e impide al mismo tiempo que el proceso de oxidación pueda seguir avanzando. Además, esta capa es extremadamente resistente y es químicamente muy parecida a minerales como el corindón, rubí o zafiro, solo superado en resistencia por el diamante.

Por lo tanto, este hecho, la formación de manera espontánea e inmediata de la capa de alúmina es lo que le confiere al aluminio el poseer unas excelentes propiedades de protección frente a la oxidación y de anticorrosión por parte de los agentes químicos, ya que actúa como una barrera aislante contra la difusión de oxígeno hacia el metal, controlando la reacción entre el metal base y el medio oxidante Sólo algunos químicos como ácido sulfúrico, el clorhídrico, el nítrico diluido y las soluciones salinas, pueden afectarlo lentamente. El carácter protector de la capa de alúmina se debe a un crecimiento lento, a una adherencia inmejorable con el sustrato metálico y una alta estabilidad química (Martínez, 2011).

2.2.7 Termodinámica del proceso de corrosión atmosférica de aluminio

El aluminio es termodinámicamente muy activo, debido a su potencial estándar muy activo que está relacionado con el gran exceso de energía libre de Gibbs, por lo que inmediatamente se corroe una vez que es producido. El diagrama de Pourbaix (Figura 4) muestra tres estados posibles para este metal y sus aleaciones: pasivo, inmune y de corrosión (activo). Según este diagrama existe una región de pH y potenciales, donde el metal este pasivado y está protegido de la corrosión atmosférica, debido a la formación de una capa muy delgada y transparente de un óxido hidratado de aluminio (Al₂O₃H₂O), que se adhiere muy bien al metal, cuya porosidad es muy baja. Sin embargo, esta capa puede

ser destruida en la presencia de iones de cloruro presentes en el ambiente, cuya acción desarrollará corrosión localizada (picaduras).



Figura 4. Diagrama de Pourbaix para los estados termodinámicos de aluminio en solución acuosa con diferentes pH (Ed. corrosion-doctors.org).

El estado activo de corrosión del metal se presenta en atmósferas industriales ácidas, cuando el pH está por debajo de 2 así mismo en ambientes alcalinos, en un rango de potenciales muy amplio. Para alcanzar el estado inmune, el potencial del aluminio deberá ser desplazado hacia valores más negativos que su potencial estándar (-1.66 V), aplicando una corriente directa desde una fuente externa. El aluminio es corroído o disuelto por medio de ácidos liberando hidrógeno (García., 2014).

2.3 Conductividad térmica

La conductividad térmica de un material es una medida de su tendencia a disipar energía, cuando se perturba desde un estado de equilibrio, al imponerle un gradiente de temperatura. Para optimizar o mejorar el diseño de diversos componentes se requieren una evaluación precisa de esta propiedad de transporte, en particular del equipo que involucra la transferencia de calor (Mena., 2013).

La energía térmica puede ser conducida en los sólidos de dos modos: vibración de red y transporte por medio de electrones libres. En los buenos conductores eléctricos un gran número de electrones libres se mueven en la estructura de la red del material. De la misma manera que estos electrones pueden transportar carga eléctrica, también pueden llevar energía térmica de una región de alta temperatura a una de baja temperatura.

La energía también se puede transmitir como energía vibracional en la estructura de red del material. No obstante, en general, este último modo de transferencia de energía no es tan grande como el transporte por electrones y por esta razón los buenos conductores eléctricos son casi siempre buenos conductores de calor, a saber, cobre, aluminio y plata, y los aislantes eléctricos son casi siempre buenos aislantes del calor. En la Figura 5 se muestra la conductividad térmica de algunos solidos típicos (Holman, 1999).



Figura 5. Conductividad térmica en algunos sólidos típicos (Ed. Holman, 1999).

2.4 Corrosión de metales

El fenómeno de corrosión, por su naturaleza, es una reacción química o electroquímica heterogénea que ocurre en la interfase metal-medio ambiente (líquido o gas), que tiene como resultado la transformación irreversible del metal a un estado de oxidación (formación de iones). La causa principal para la corrosión de los metales es su inestabilidad termodinámica en condiciones determinadas.

La capacidad de los materiales para resistir la acción destructora del medio ambiente se denomina resistividad corrosiva o resistencia a la corrosión. La resistividad corrosiva de los metales, a diferencia de sus propiedades físicas y mecánicas, depende no solo de la naturaleza, composición y estructura del metal, sino también de los parámetros que caracterizan el medio ambiente: temperatura, humedad relativa, precipitación pluvial, velocidad del flujo y, especialmente, los agentes corrosivos (sustancia que, al estar en contacto con un metal dado, reacciona con éste provocando su corrosión).

2.4.1 Clasificación de los procesos de corrosión

La clasificación de los procesos de corrosión se puede hacer con base en mecanismo mediante el cual ocurre, las condiciones en las cuales se desarrolla o según el carácter de la destrucción del metal.

2.4.1.1 Clasificación en base al mecanismo

Pueden distinguirse dos tipos de corrosión en metales:

- Corrosión química: involucra la interacción del Metalcon el medio ambiente que está determinada por un mecanismo de reacciones químicas, por lo que obedece las leyes de la cinética de reacciones heterogéneas.
- 2) Corrosión electroquímica: es la interacción del metal en un medio ambiente de electrolito (medio en el cual la corriente eléctrica es transportada por iones), donde además de transferencia de masa, característica de una reacción química, ocurre transferencia de carga (iones y/o electrones), por lo que obedece a las leyes de reacciones electroquímicas. Tal corrosión se da principalmente en condiciones atmosféricas, en agua dulce o de mar, suelos, soluciones acuosas de

sales, ácidos o bases, sales o metales fundidos, y en solventes orgánicos polares.

2.4.1.2 Clasificación con base en las condiciones de operación

Algunos de estos tipos de corrosión son:

- 1) Corrosión atmosférica: ocurre cuando el metal se encuentra expuesto en la atmósfera terrestre, caracterizada por el complejo de parámetros climáticos dados por la temperatura ambiental. Su naturaleza es electroquímica y se da solo en presencia de capa húmeda de electrolito, formada en la superficie del metal, debido a procesos de condensación, precipitaciones pluviales, rocío, nieblas o nieve. Este es el caso más común difundido de corrosión, ya que la mayor parte de las estructuras metálicas e instalaciones están al servicio en condiciones atmosféricas.
- 2) Corrosión en electrolitos: corrosión que sufren los metales al estar expuestos a soluciones acuosas de sustancias que forman electrolitos tales como: ácidos, bases, sales, agua de mar, agua dulce, etcétera. Dependiendo del medio, la corrosión es algunas veces denominada ácida, alcalina, marina, en aguas, etcétera.

2.4.1.3 Clasificación en función del tipo de deterioro del metal

Se distinguen los siguientes tipos de corrosión (Figura 6):

 Corrosión general: cuando la corrosión procede sobre toda la superficie metálica expuesta a un ambiente corrosivo. Esta es la corrosión de los aceros al carbón, aceros patinables (aceros bajo aleados los cuales, al ser expuestos en ciertas atmósferas naturales, forman capa de herrumbre muy

CAPÍTULO 2

delgada con buenas propiedades protectoras, que de esta manera disminuye significativamente la velocidad del proceso de corrosión atmosférica de estos aceros).

La corrosión general puede presentar dos tipos de ataque: corrosión uniforme (acero al carbón en atmosfera o en ácidos) y corrosión no uniforme (acero al carbón en agua del mar).

- a) Corrosión uniforme: corrosión general que progresa con una velocidad (el efecto de corrosión sobre el metal por unidad de tiempo) aproximadamente igual en cada punto de la superficie del metal, que está expuesto en contacto con un ambiente corrosivo. Por ejemplo, la corrosión de aceros al carbón en ácido sulfúrico (Figura 6 a).
- b) Corrosión no uniforme: cuando se desarrolla con velocidad de corrosión distinta en diferentes áreas de la superficie metálica; por ejemplo, la corrosión de aceros al carbón en agua de mar (Figura 6 b).
- 2) Corrosión localizada: corrosión que se desarrolla en sitios discretos, ocupa lugares determinados de la superficie metálica, al ser expuesta en un ambiente corrosivo (Figuras 6 c-i). Este tipo de corrosión se manifiesta con diferentes características:
 - a) Manchas: la corrosión se extiende en áreas relativamente grandes, pero no se desarrolla mucho en la profundidad. Por ejemplo, la corrosión de latón en agua de mar (Figura 6 c).
 - b) Úlceras: la corrosión ocupa áreas pequeñas, desarrollándose en la profundidad. Por ejemplo, la corrosión de aceros al carbón en suelos (Figura 6 d).

- c) Puntos: la corrosión se presenta en una forma de puntos, con diámetro de 0.1 a 2mm. Por ejemplo, la corrosión de aceros con contenido de cromo y níquel en agua de mar (Figura 6 e) en puntos muy finos se presentan picaduras (*pitting*, en inglés), como corrosión que ocurre en pequeñas áreas de la superficie del metal, pequeña cavidad o pequeño orificio y los puntos de ataque se desarrollan hacia el interior del metal. Este es el caso típico de la *corrosión de aluminio* en ambientes húmedos, en presencia de iones de cloruros. Generalmente este tipo de corrosión es provocada por la presencia de ciertos tipos de aniones específicos.
- d) Corrosión intergranular: corrosión localizada que se desarrolla en los bordes de los granos de un metal o en su vecindario inmediato, promoviendo una pérdida significativa de resistencia mecánica y plasticidad del metal. Por ejemplo, la corrosión de acero a base de cromo y níquel, en algunos medios de electrolitos, después de calentamiento en un intervalo de temperatura de 400 a 800°C, seguido por un enfriamiento lento (Figura 6 f).
- e) Corrosión con agrietamiento: formación de grietas en el metal, bajo la acción conjunta de un ambiente corrosivo, en la presencia de tensiones mecánicas de estiramiento (Figura 6 g).
- f) Corrosión bajo depósito: corrosión asociada con la presencia de un depósito de productos de corrosión (sustancia formada como resultado del proceso de corrosión del metal) y otras sustancias, la cual se desarrolla por debajo de éste o en su vecindario inmediato (Figura 6 h). Por ejemplo, en el caso de depósito calcáreo, formado en las paredes de las tuberías de acero galvanizado, que transportan agua con alto grado de dureza.

- g) Corrosión filiforme (filiform corrosion, en inglés): corrosión que ocurre por debajo del recubrimiento, en forma de hilos finos o filamentos ramificados. Este tipo de corrosión la presenta, habitualmente, el acero pintado. La corrosión se inicia de manera preferencial, desde la superficie del metal.
- h) Corrosión selectiva: corrosión de aleaciones, cuyos diferentes metales constituyentes reaccionan en proporciones distintas que sus proporciones en el metal. Este tipo de corrosión se puede dividir en dos subcategorías:
- 3) Corrosión selectiva estructural (Figura 6 i), durante la cual se corroe preferencialmente una fase de una aleación heterogénea. Por ejemplo, la disolución selectiva de la fase ferrita del acero fundido en medios ácidos, fenómeno conocido también como grafitización de acero de fundición.
- 4) Corrosión selectiva de componente en la cual sufre ataque de corrosión de modo preferencial en uno de los componentes de la aleación. Por ejemplo, la disolución preferencial del zinc, durante la corrosión de latón de agua (Raichev, 2007).



Figura 6. a-i. Formas de ataque básicas de corrosión, que conllevan a la destrucción del metal.

2.5 Acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS)

Existen recubrimientos de barrera térmica que juegan un papel importante en aplicaciones aeronáuticas, aeroespaciales y plantas generadoras de energía, debido a la combinación de propiedades tales como baja conductividad y un alto coeficiente de expansión térmica que presentan (Amaya, 2009).

Un recubrimiento o pintura líquida es una mezcla heterogénea de productos que una vez aplicada y seca se transforma en una película continua sin

pegajosidad y con las características para las que ha sido concebida (Carbonell, 2009). La resina termoplástica de acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS) goza de amplio reconocimiento como material técnico que ofrece una excepcional fluidez, firmeza y estabilidad dimensional a temperaturas no muy altas máximo a 100°C.

El ABS es un termo polímero que se obtiene por copolimerización de 3 monómeros: acrilonitrilo, butadieno y estireno (Figura 7). El acrilonitrilo da la resistencia química y térmica, el caucho como butadieno da la ductilidad y resistencia y el estireno da una apariencia brillante fácil de maquinar a bajo costo.

Aunque en su origen, la industria de los tratamientos superficiales se orientó principalmente hacia fines decorativos, en la actualidad se tiende cada vez más hacia proceso que resultan en una mejora en las propiedades fisicoquímicas, resistencia a la corrosión y mecánica del sustrato (Rios, 2005).



Figura 7. Estructura polímeros de acrilonitrilo-butadieno-estireno.

2.6 Técnicas electroquímicas

La electroquímica de las reacciones de electrodo se basa en las reacciones anódicas y catódicas que caracterizan su naturaleza electroquímica. La respuesta electroquímica del proceso de corrosión se estudia con los métodos electroquímicos de corriente directa, corriente alterna y ruido electroquímico.

Los métodos electroquímicos están basados en las Leyes de Faraday que relacionan el flujo de masa por unidad de área y tiempo con el flujo de corriente generada por la transferencia de electrones que se desprenden de una superficie metálica en un medio electrolítico.

2.6.1 Métodos electroquímicos

El proceso de corrosión se compone de dos reacciones electroquímicas que ocurren al mismo tiempo cuando un metal se expone al ambiente en un electrolito, por ello constituyen una herramienta muy valiosa para hacer mediciones y estudios del proceso de corrosión e incluso al nivel de interfase entre el sustrato metálico y las capas de productos de corrosión formadas.

Para hacer mediciones electroquímicas se requiere de una celda electroquímica, la cual tiene los siguientes componentes:

- i. Electrodo de trabajo: usualmente se toma del material base sujeto a corrosión (para el caso de ruido electroquímico se utilizan dos).
- Electrodo de referencia: puede ser de Calomel saturado (Hg/HgSO₄), Cu/CuSO₄ o también de Ag/AgCl.
- iii. Electrodo auxiliar: se utiliza una barra de Grafito o un alambre de Platino.
- iv. Electrolito: tiene que ser un medio continuo que sea conductora de cargas eléctricas que pueden ser electrones o iones en solución.



Además, se requiere de un equipo electrónico de medición denominado potenciostato y/o una fuente de poder (Figura 8) (Uruchurtu, 2011).



Figura 8. Arreglo instrumental para el estudio del proceso de corrosión.

2.6.2 Espectroscopia de impedancia electroquímica

La espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS por sus siglas en inglés), es una técnica no destructiva que permite caracterizar el comportamiento electroquímico de una interfase electrodo-electrolito. Tiene por tanto aplicaciones importantes en la evaluación del desempeño de metales desnudos o recubiertos en diferentes ambientes, el seguimiento de procesos electroquímicos y la evaluación de su cinética, o en el estudio de procesos de interés tecnológico y científico como los de electrocatálisis, la obtención de productos electrodepositados, la corrosión entre otros (Piratoba, 2010).

En el procedimiento experimental más comúnmente usado, se aplica una pequeña señal de potencial (E) a un electrodo y se mide su respuesta en corriente (I) a diferentes frecuencias. El equipo electrónico usado procesa las mediciones de potencial-tiempo y corriente-tiempo, dando como resultado una serie de valores de impedancia correspondientes a cada frecuencia estudiada. Esta relación de valores de impedancia y frecuencia se denomina "espectro de impedancias".

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

En donde E se expresa en volts, I en amperes y R en ohms. En el caso de una señal alterna la expresión equivalente es la siguiente:

En la ecuación Z representa la impedancia del circuito, con unidades de ohm. Es necesario hacer notar que, a diferencia de la resistencia, la impedancia de un circuito de CA depende de la frecuencia de la señal que sea aplicada. La frecuencia (f) de un sistema de CA se expresa en unidades de Hertz (Hz) o número de ciclos por segundo (s-1) (Colorado, 2009).

En la comprensión de la teoría que soporta la técnica EIS, es conveniente describir a la corriente y al voltaje como vectores giratorios o "fasores", los cuales pueden ser representados en un plano complejo o "Diagrama de Argand".

Un voltaje sinusoidal puede ser representado por la siguiente expresión:

$$E = \Delta E \operatorname{sen} \omega t$$
 (15)

En donde E es el valor instantáneo del potencial, ΔE es la amplitud máxima y ω es la frecuencia angular, misma que se relaciona con la frecuencia f de acuerdo a:

$$\omega = 2\pi f \tag{16}$$

 ΔE puede entenderse como la proyección, sobre el eje 0 del fasor E en un diagrama polar (Figura 9).



Figura 9. Diagrama de fasor correspondiente al potencial alterno de la ecuación (15).

En la mayoría de los casos, la corriente (I) es asociada a una señal de potencial sinusoidal, con la misma frecuencia (ω) pero de amplitud y fase diferente a la del potencial. Esto puede ser representado de acuerdo con la siguiente expresión:

$$I = \Delta I \operatorname{sen} (\omega t + \Phi)$$
 (17)

Lo anterior significa que, en términos de fasores, los vectores giratorios están separados en el diagrama polar por un ángulo f. Esta situación se ilustra en la Figura 10.



Figura 10. Fasores de corriente (I) y potencial (E) separados por un ángulo de fase Φ .

La respuesta a un potencial E, de un circuito simple con una resistencia pura R, puede ser descrita por la Ley de Ohm (Ecuación 13). Esto, en términos de fasores, corresponde a una situación en donde el ángulo de fase Φ =0.

En sistemas reales los datos de EIS, representados en un diagrama de Nyquist, suelen mostrar una depresión por debajo del eje real. Este comportamiento suele ser asociado a fenómenos tales como: diseño de celda no adecuado, rugosidad superficial, porosidad superficial o reacciones que suceden en varios pasos (Genescá, 2002). Por lo tanto, cuando se obtiene un semicírculo deprimido, la impedancia compleja Z(jω) podría expresarse como:

$$Z = Z_{o}(j\omega)^{-n}$$
(18)

Donde n toma valores entre 0 y 1, dependiendo del elemento de circuito representado. La impedancia compleja Z(jω) de un semicírculo deprimido podría expresarse como:

$$Z = R_{s} + R_{ct} / [1 + (j\omega C_{dl} R_{ct})]^{n}$$
(19)

Siendo el ángulo de depresión ω (Uruchurtu., 2008):

$$\boldsymbol{\omega} = (1 - n) \times 90^{\circ} \tag{20}$$

Teniendo en cuenta el grado de depresión de semicírculo en el diagrama de impedancia de Nyquist, es posible determinar la dimensión fractal de la superficie del electrodo mediante la siguiente ecuación:

$$n = 1/(D_{\rm fs} - 1)$$
 (21)

Donde D_{fs} es la dimensión fractal de la superficie y puede adquirir valores entre 2 (para una superficie lisa) y 3 (para una superficie rugosa) (Uruchurtu, 2009).

2.6.2.1 Diagrama de Nyquist

El diagrama de Nyquist para un proceso de corrosión simple también es conocido como diagrama de impedancia en plano complejo y son curvas semicirculares o funciones en varios semicírculos. En este caso se grafica el componente imaginario de la impedancia (Z") contra el componente real de la impedancia (Z) para cada frecuencia a la que aplicó señal sinusoidal de voltaje, dando como resultado una semicircunferencia sobre el eje de la resistencia (Figura 11).



Figura 11. Diagrama de Nyquist para un sistema electroquímico simple.

Donde Rt: resistencia a la transferencia de carga, R Ω : resistencia del electrolito, Cdl: capacitancia de la doble capa electroquímica y ω : frecuencia angular máxima.

-Control por Resistencia de transferencia de carga Rt. La respuesta de impedancia del proceso de corrosión se dice que está controlado por activación cuando el fenómeno de transferencia de electrones en la interfase solución-metal, domina la velocidad de las reacciones anódica y/o catódica o ambas.

-Capacitancia de la Doble Capa Cdl. Se le considera al valor del capacitor que se forma de manera instantánea en la interfase metal-solución de todo proceso en corrosión, se forma por la polarización de las moléculas de agua adsorbidas y los iones en solución y se considera proporcional al área de exposición en el proceso de corrosión la cual puede ser del tipo anódico o catódico donde se llevan a cabo dichas reacciones. El valor de la Cdl se determina utilizando el valor de la ω max = 2π fmax, en el valor máximo de la Impedancia imaginaria Z" en el diagrama de Nyquist. La expresión utilizada es (Uruchurtu, 2013):

$$CdI = 1/(2\pi fmaxZ'')$$
 (22)

En la figura 11 se observa que, a altas frecuencias, la impedancia del sistema es casi enteramente causado por una resistencia óhmica, R Ω , la cual se asocia comúnmente a la resistencia del electrolito y productos de corrosión presentes en la superficie del metal que se estudia. La frecuencia angular alcanza su límite superior en el extremo izquierdo del semicírculo en donde esta toca al eje real. En el límite de bajas frecuencias, extremo derecho del semicírculo, la impedancia se aproxima nuevamente a una resistencia óhmica pero ahora el valor es Rp + R Ω , en donde la región es controlada por difusión.

2.6.2.2 Ruido electroquímico

Es una técnica no perturbativa que se usa con gran éxito en diferentes condiciones de corrosión. Los datos de Ruido Electroquímico se recopilan en forma de series de tiempo potenciales o actuales o conjuntos de longitud suficiente. Los métodos de análisis de los datos que se obtienen incluyen técnicas estadísticas y espectrales e inspección visual de registros de tiempo (Uruchurtu, 2003).

Consiste en la medición de los transitorios de potencial y de corriente de un proceso de corrosión, formando una respuesta que se denomina ruido electroquímico. El resultado de las oscilaciones espontáneas del potencial y de la corriente de reposo se mide entre dos electrodos del mismo material, los cuales no deben ser demasiado pequeños, ya que se debe asegurar que los

fenómenos de corrosión observados en los electrodos sean representativos del sistema de estudio (Sánchez, 2009) o también utilizando el electrodo de trabajo contra uno de referencia.

Para la medición se requiere de un multímetro de alta sensibilidad (de muy alta impedancia) y un amperímetro de resistencia cero (ZRA) y un adquisidor de datos en una computadora, se almacenan los datos por medio de un muestreo a intervalos de captura iguales. El análisis de los datos se hace utilizando métodos estadísticos o espectrales. El análisis espectral consiste en sacar la transformada de los datos al dominio de la frecuencia y se grafica logarítmicamente como amplitud espectral en función de la frecuencia.

La frecuencia de los eventos se relaciona con el área del electrodo y por lo tanto con la probabilidad de que ocurran rompimientos en las películas pasivas o capas de productos de corrosión que protegen a los metales de la agresividad del ambiente corrosivo (Corona, 2017).

Un registro de Ruido Electroquímico surge como consecuencia de la superposición en el tiempo de una serie de señales individuales. En general, los registros temporales de una determinada señal se pueden clasificar atendiendo a criterios de aleatoriedad. Surgen así dos tipos de procesos:

- Deterministas: en estos procesos puede establecerse una relación causa-efecto. Además, son descritos en función del tiempo, pudiendo ser periódicos o no periódicos.
- 2) No deterministas: también llamados aleatorios o estocásticos, se caracterizan porque no puede establecerse una relación causa-efecto, debido al elevado número de parámetros que influyen en los mismos. Por esta razón no pueden ser descritos en función del tiempo. La

evolución de las variables características de estos procesos se describe por funciones de densidad de probabilidad o distribución. Estos procesos se clasifican en estacionarios o transitorios.

Las señales de Ruido Electroquímico son registros temporales, por lo tanto, el carácter aleatorio o determinista de estos registros temporales vendrá condicionado por la posibilidad de establecer una relación entre los distintos parámetros que gobiernan el proceso de corrosión estudiado (Casquete, 2016).

2.7 Microscopía electrónica de barrido

La técnica de Microscopía Electrónica de Barrido o SEM (Scanning Electron Microscopy), se emplea para observar las cualidades morfológicas de los materiales, es capaz de amplificar la imagen que se está analizando (de 1nm a 30kV, 1.5 nm a 10 kV (Bajo vacío))., debido a que usa un cañón de electrones; estas imágenes además cuentan con la característica de presentar una apariencia de tres dimensiones, lo que permite establecer juicios alrededor de la superficie que presenta la muestra analizada. Cuenta con detector de electrones secundarios, retrodispersados y un sistema detector de energía dispersiva EDS (Energy Dispersive Spectrometer) permite colectar los Rayos X generados por la muestra y realizar diversos análisis e imágenes de distribución de elementos en superficies pulidas.

La formación de imágenes de las muestras se realiza mediante el barrido de electrones, los cuales al interactuar con la materia provocan diversos fenómenos y en general se dividen en elásticos e inelásticos.

Cuando los electrones inciden sobre la muestra e interactúan elásticamente, éstos no pierden casi energía y salen de la muestra cambiando su trayectoria. A estos electrones se les conoce como retro proyectados (BSE) y su intensidad es función principalmente del número atómico z medio de los elementos con los que colisiona. Los microscopios electrónicos de barrido cuentan con un detector de BSE, el cual se utiliza para encontrar diferencias composicionales en la muestra. Sin embargo, la intensidad y la trayectoria de estos electrones es función además del ángulo de incidencia entre el haz y la superficie de la muestra.

Cuando la interacción es inelástica, los electrones incidentes o electrones primarios pierden parte de la energía en la colisión con los electrones más externos de los átomos del material, de esa interacción se desprenden electrones secundarios de bajas energías (2 - 5 eV). Al interior del microscopio electrónico de barrido se cuenta con un detector de electrones secundarios (SEI), útil para tomar imágenes morfológicas, ya que la intensidad de los electrones secundarios es función de la orientación de la superficie de la muestra con respecto al haz de electrones.

Se debe tener cuidado con el análisis de las imágenes porque la intensidad se puede alterar por enlaces químicos o por efectos de carga. Dentro de las interacciones inelásticas también se generan fotones de rayos X característicos, la intensidad de estos fotones es función de la cantidad presente en la muestra de un determinado átomo y la energía del fotón depende de los elementos presentes en la muestra (Castaño, 2009).

En la figura 12 se observa un esquema básico con los componentes principales de un microscopio electrónico de barrido tradicional. Un sistema de este tipo tiene un principio de operación que se basa en realizar un barrido en un área determinada de la muestra por un haz de electrones, proveniente de un cañón de electrones situado en la parte alta de la columna del microscopio, este haz es concentrado por medio de un sistema de lentes y puede ser

dirigido en la dirección que se desee gracias al efecto de las bobinas de deflexión (Carmona, 2008).



Figura 12. Representación general del microscopio electrónico de barrido (SEM) (Ed. Carmona, 2008).

2.8 Microscopía holográfica digital

La microscopía holografica digital (DHM por sus siglas en inglés), es una técnica relativamente nueva basada en los conceptos de la holografía óptica, introducida por Dennis Gabor en 1948, que permite el acceso numérico a la información no solo de la amplitud sino también de la fase relacionada con el campo de onda. En la holografía digital, el patrón de interferencia holográfica se genera ópticamente mediante la superposición de objetos y haces de referencia, que se muestrea digitalmente mediante una cámara CCD y se transfiere a una computadora como matriz numérica, evitando la necesidad de

desarrollo químico tal como se utiliza en la holografía convencional (Marbán, 2013). La Figura 13 muestra el esquema básico para la grabación holográfica digital.



Figura 13. Registro numérico de hologramas.

El haz que emerge de la fuente de luz visible se divide en dos, uno se dirige hacia la superficie de referencia interna (perfectamente plana) y el otro hacia la muestra en estudio. Después de la reflexión los dos haces se recombinan dentro del interferómetro produciendo el fenómeno de interferencia constructiva y destructiva, el cual genera un patrón de franjas brillantes y oscuras, que dan cuenta de una imagen punto a punto de la muestra. La intensidad de luz de cada punto depende de la diferencia de trayectoria entre los dos haces. El patrón es registrado digitalmente por un arreglo de fotodiodos conectados a un microprocesador. Pequeños desplazamientos de la superficie de referencia producen cambios en el patrón de franjas lo que hace posible registrar y computarizar la variación de las diferentes alturas presentes en la superficie.

Los interferogramas almacenados en el computador, son procesados en forma individual para obtener los perfiles de la superficie a través de un software basado en la transformada de Fourier, con la cual es posible desarrollar altas velocidades de análisis (Paredes, 2005).

2.9 Aparato de placa caliente con guarda (APCG)

Es un aparato primario que se usa para medir la resistencia y la conductividad térmica aparente de materiales aislantes. Consta de dos platos, el plato caliente y el plato frío que mantienen las condiciones de frontera de temperatura constante en las superficies superior e inferior de la muestra (Figura 14) (Xamán, 1999).



Figura 14. Componentes principales del instrumento para medir la conductividad térmica de materiales sólido-aislantes.

En el caso ideal el flujo de calor es unidimensional a través de la muestra, desde la placa caliente hacia la placa fría en dirección z, como se observa en la Figura 15.



Figura 15. Flujo de calor en dirección z.

Bajo estas condiciones, el cálculo de la conductividad térmica aparente *k*, se puede realizar a partir del calor que se genera en el área de medición del plato caliente *Q*, las temperaturas de los platos calientes y frío, T₁ y T₂, el espesor de la muestra Δx , y el área *A* (Cortés, 2008).

Es por lo anterior, que el presente trabajo de investigación se lleva a cabo para comprobar que la Dimensión fractal es viable para medir la rugosidad superficial de la que será objeto el aluminio reciclado en diferentes medios y no solo para un medio en específico.

Capítulo 3

PROCESO EXPERIMENTAL



Resumen

Este capítulo describe e ilustra los materiales, equipo y cada una de las pruebas experimentales realizadas que intervinieron con la finalidad de desarrollar el presente trabajo de investigación.

3. PROCESO EXPERIMENTAL

En esta sección se describe de manera detallada, la forma en cómo se prepararon las probetas de aluminio que se utilizaron, el equipo requerido para realizar las pruebas ópticas y electroquímicas en diferentes electrolitos y el procedimiento experimental empleado.

3.1 Preparación de las muestras

Se prepararon electrodos cilíndricos de aluminio reciclado (ver figura 16), para lo cual se cortaron cinco pares de muestras cilíndricas de 1.76 cm² de área. Nueve muestras se pulen a espejo con lijas de diferentes granos, empezando desde el grano 60 hasta el 1200 y posteriormente con paño y alúmina, con el fin de darle ese acabado. La última muestra se lija con el grano 400, para que la superficie quede rugosa con la finalidad de aplicar un recubrimiento polimérico.





Electrodos terminados.

Figura 16. Electrodos cilíndricos de aluminio reciclado.

3.2 Preparación de electrólitos.

Para la preparación de los electrólitos utilizados para realizar las pruebas electroquímicas se hizo uso de las siguientes fórmulas (debido a que fueron preparados a diferentes pH):

Fórmula del pH:

- $pH = -log[H^+]$ para ácidos (23)
- $pH = -log[OH^{-}]$ para bases (24)
- $pH^+ + pOH^- = 14$ suma de pH (25)
- $[H^+] = 10^{-pH}$ (26)

Fórmula	del	peso	molecular:	,

Fórmula de la Molaridad:

PM=g/n (27) M=n/L (28)

Donde:

PM= Peso Molecular (g·mol⁻¹) g= gramo del soluto (g) n= número de moles M= Molaridad (mol·L⁻¹) L= Litros (L)

Despejando a "n" de la fórmula 27, se tiene:

Sustituyendo (29) en la fórmula 28:

$$M = g/(PM^*L) \tag{30}$$

Despejando "g" de la fórmula 30:

$$g = (M)^*(PM)^*(L)$$
 (31)

A partir de esto, se procedió a la preparación de las (500 ml para todos los casos), los cuales se clasificaron de acuerdo con su pH, como muestra la Tabla 1.

Electrolito	рН
H ₂ SO ₄	2
HCI	3
NaCl 3%	5
H ₂ O Destilada	7
NaOH	10
NaOH	11
NaOH	12

Tabla 1. Electrólitos utilizados para caracterización electroquímica.

3.3. Preparación de recubrimiento polimérico

Se preparó la solución con 2.2 g de ABS reciclado en 20 ml de acetona (agitado hasta su disolución), con la finalidad de utilizarlo para recubrir el electrodo de trabajo que fue lijado a 400 granos, la aplicación de la solución se hizo mediante inmersión (3 inmersiones a 20 segundos cada una), con el fin de recubrirlo de tal manera que funja como aislante para evaluar y comparar su conductividad térmica.
3.4 Caracterización de las muestras

3.4.1 Técnicas electroquímicas

Para determinar el nivel de daño infringido por la corrosión en el metal, se realizaron estudios de espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS) por sus siglas en inglés y ruido electroquímico, utilizando el equipo Gillac ACM Instruments, el cual se muestra en la Figura 17. Una vez que se pulieron las muestras, se procedió a colocar la celda electroquímica con tres electrodos: dos del material de trabajo con un área total de 1.76 cm², un electrodo de referencia de Ag/AgCl y una barra de grafito como contraelectrodo, utilizando siete diferentes electrólitos; los cuales se clasificaron de acuerdo con su pH, como muestra la Tabla 1.



Figura 17. Equipo Gillac ACM Instruments.

Una vez obtenidos los resultados de las mediciones electroquímicas, se continúa su tratamiento analítico con el software o*rigin 8.1 usuario individual GF355-9078-7125196* (Figura 18), con el fin de obtener los gráficos representativos que han de compararse con los obtenidos mediante la técnica de dimensión fractal.

1000 C															
0 🕑	riginPro 8 - C:\Us	ers\rocio erika\l	Documents\	Segundo Sem	estre\Pruebas	\Gráficas con (Drigin\IMPE	DANCIA - /Fol	der1/ - [Book1]					
<u>#</u>	ile Edit View	Plot Colum	n Workshe	eet Analysis	Statistics	Image Tools	Format	Window He	р						
			a 🗠 🛥	a 🗆 🗆	2 18 18 18 1		- & *	i 🖂 📝 📣	1.e 🔿 🛛	X 🗈 🛱					
JЦ		IN 18 4			' m m m		- 82 =			, n 48 48		J			
8	• .0 -	V 0 V		√ <i>∭</i> - ⊞	-										
]]															
		40(4)	DOVA	00/01	DAVO	50(2)	EAVO	00/0	110/0	10/5)	10/5)	140400	1.0(0)	110/70	NI0(7)
		A(A1)	D(T I)	C(A2)	D(12)	E(A3)	F(13)	G(A4)	H(14)	I(A5)	J(15)	N(N0)	L(10)	WI(A7)	IN(17)
①	Long Name	Z' (ohm.cm²)	Z"	Z'	Z"	Z' (ohm.cm²)	Z"	Z'	Z"	Z' (ohm.cm²)	Z"	Z'	Z"	Z'	Z"
\sim	Linita		(onm.cm ⁻)	(onm.cm ⁻)	(onm.cm ⁻)		(onm.cm-)	(onm.cm ⁻)	(onm.cm ⁻)		(onm.cm-)	(onm.cm-)	(onm.cm ⁻)	(onm.cm-)	(onm.cm ⁻)
9	Comments														
+	Commenta	pH-2	2	p⊢	1-3	pH	-5	pł	1-7	pH-	10	pH	-11	pH	-12
E3	1	20.59629	3.03229	170.45778	3.56056	37.19874	7.94938	5371.7595	1022.7258	2635.3902	285.37308	2494.631	248.19345	167.42136	6.33151
7	2	20.80034	3.43829	171.16937	4.13422	38.38887	8.73426	5401.1115	848.99994	2646.0821	212.60419	2514.883	173.15791	168.70526	5.8903
+	3	20.96064	3.81606	171.53326	4.69292	39.24594	9.54414	5421.663	727.85809	2685.2823	157.49117	2515.7527	143.37157	169.89271	4.98303
	4	21.13509	4.19207	171.43285	4.74938	39.826	10.46642	5436.9871	618.4713	2703.0919	136.15975	2497.3668	137.6261	170.18702	4.41614
+	5	21.39992	4.76997	171.53435	5.26675	40.44793	11.64913	5448.3341	515.97257	2713.3146	109.09766	2491.6582	108.08018	170.46729	3.53133
10	6	21.72725	5.40708	171.62132	5.25596	41.13862	13.20361	5461.4074	432.08781	2696.6048	84.46402	2489.8237	57.53625	169.96287	2.83803
21	7	22.05681	6.25069	172.37819	5.89209	41.80828	15.11799	5478.8098	365.20047	2717.9321	39.09163	2469.7904	44.48496	170.52147	2.52958
Т	8	22.42088	7.30566	172.74957	7.36442	42.45257	17.43886	5518.0424	304.65017	2714.4097	21.9293	2480.9135	33.81004	169.73245	3.16585
	9	22.80697	8.7153	173.93615	9.64967	43.22906	20.48969	5581.4497	229.0864	2681.9964	26.94769	2472.5712	60.94796	171.08165	4.08757
1	10	23.32451	10.44258	173.91092	12.34564	44.09551	24.30935	5662.5938	129.6513	2688.263	20.64621	2468.7341	49.49461	170.90072	4.73942
1.	11	23.9318	12.49403	174.32003	14.6602	45.18254	28.83861	5782.5145	11.03215	2717.7037	55.5708	2438.9203	67.29491	172.3772	5.44281
- L	12	24.82006	14.91075	175.12107	17.31716	46.54799	34.1116	5942.5837	-100.45958	2664.546	81.20269	2401.0576	96.01698	171.33691	6.43143
-	13	26.37371	17.87489	176.17351	20.5068	48.19193	40.60096	6196.515	-190.27666	2765.1849	23.74798	2481.1833	71.60124	173.79001	7.66806
	14	28.20559	21.28833	179.22501	23.98559	49.79431	48.70294	6495.0026	-273.12778	2770.2785	-25.82384	2521.7474	62.3352	173.21372	9.19979
	15	30.53072	25.25525	179.53267	28.165	51.4284	58.0035	6721.7917	-329.22925	2896.8877	-58.14621	2719.1395	-21.59385	176.64392	10.2741
	16	33.17079	29.65121	182.1586	31.74956	53.38687	69.35154	6755.6106	-349.2482	2868.7281	-65.9645	2687.6996	-19.76631	176.11332	10.05685
	17	36.88647	34.57485	182.12845	37.51736	55.93697	82.83692	6532.2467	-280.04983	2715.3363	-32.10172	2747.8666	41.40573	177.32044	11.0276
	18	41.86686	39.68856	188.03148	45.43795	58.9309	99.07585	6248.882	-141.68113	2630.801	-35.13301	2647.551	13.13453	180.24232	10.1306
	19	47.20122	44.16266	189.59668	54.02334	62.14308	117.32622	6009.313	28.64328	2563.282	51.32609	2650.8014	50.38475	182.82135	11.75902
	20	54.11733	48.51985	192.60575	65.03361	67.88801	143.3348	5889.8948	189.31833	2689.7528	54.56393	2608.1542	25.56952	186.64824	11.44986
	21	63.55635	52.65125	192.49384	76.16911	74.03114	174.0094	5818.4315	317.0266	2736.3295	89.30229	2585.4006	122.69359	186.43608	13.42163
	22	74.98027	55.58327	195.46852	92.22525	82.48671	213.24058	5771.4387	415.8954	2736.6022	127.09161	2577.965	165.69987	189.26011	13.29138
	23	86.39195	55.45572	199.5809	109.68179	91.50782	254.49636	5756.2936	491.06857	2748.0728	167.50192	2580.5415	180.7025	191.60528	12.73701

Figura 18. Ventana de presentación del software origin 8.1 usuario individual GF355-9078-7125196 (valores de impedancia electroquímica).

3.4.1.1 Espectroscopía de impedancia electroquímica

Las mediciones de EIS, las cuales fueron un total de 51, se realizaron a circuito abierto con una señal senoidal de amplitud de 15 mV en el rango de frecuencias de 10,000 kHz-0.5 mHz, a potencial a circuito abierto. La respuesta electroquímica obtenida se analizó con los diagramas de Nyquist, y de éste se obtuvo, y mediante el análisis de dimensión fractal el grado de rugosidad, con las cuales se logró observar la resistencia a la transferencia de carga, el grado de rugosidad y el comportamiento superficial para cada uno de los diferentes pH.

A través de la Dimensión fractal de los datos de impedancia electroquímica (ver capítulo 1) se hace un análisis estadístico.

3.4.1.2 Ruido electroquímico

Las mediciones de ruido electroquímico se realizaron con muestreos de 0.5 segundos y un monitoreo de 4096 segundos en total; obteniendo las series de tiempo de las muestras para cada diferente electrólito a las cuales se removió su tendencia (obteniendo la media estándar de los valores). Para analizar los resultados, éstos son guardados como archivo en formato de texto con extensión ".txt" para aplicar el método de análisis de dimensión fractal y Hurst con el programa de cómputo *DFractal (*Sarmiento, 2010), el cual se muestra en la Figura 19, con el objetivo de calcular el coeficiente de Hurst y la dimensión fractal y de esta manera, observar el comportamiento de la serie de datos con valores de la dimensión fractal obtenidos en comparación con el pH.



Figura 19. Ventana de presentación del programa Dfractal (Sarmiento 2010).

Posteriormente, mediante un análisis estadístico se obtuvo la resistencia de ruido electroquímico, para lo cual se dividió la desviación estándar de potencial entre la de corriente (Sánchez, 2010).

3.4.2 Microscopía electrónica de barrido

Para obtener imágenes se empleó el microscopio electrónico de barrido, las cuales se han utilizado con el fin de analizar la superficie de las muestras corroídas en los diferentes medios electrolíticos y confirmar los resultados obtenidos de la caracterización electroquímica. Los electrodos se cortaron y se fijaron al porta-muestras con cinta de carbón, seleccionando las obtenidas a diferentes aumentos 500, 1.00k, 2.00k y 4.00k; posteriormente se emplean gráficas bidimensionales de las imágenes que se obtuvieron, las cuales fueron recortadas a un tamaño de 1280x900 pixeles y con ayuda del software FDIM (el cual se muestra en la Figura 20), se obtuvieron los valores de Dimensión Fractal y Hurst, se graficaron respecto a las diferentes magnificaciones de las imágenes y se compararon entre éstos.



Figura 20. Ventana de presentación del programa FDIM.

3.4.3 Microscopía holográfica digital

Para obtener la reconstrucción digital de la superficie de las muestras, la cual corresponde a la propagación numérica de la información que esta contiene, se utilizó el microscopio holográfico digital en colaboración con el Laboratorio de Interferometría Láser y Física de Materiales del CIICAp, mediante un arreglo de reflexión (ver Figura 21). Las imágenes obtenidas se han utilizado con el fin de analizar la superficie de las muestras corroídas y confirmar los resultados obtenidos de la caracterización electroquímica. Estas se cortaron para que la información que contienen no afecte en los resultados y con ayuda del software FDIM (el cual se mostró en la Figura 20), se obtuvieron los valores de Dimensión Fractal y Hurst, los cuales posteriormente se graficaron con el fin de observar el comportamiento de la serie de datos con valores de la dimensión fractal obtenidos en comparación con el pH.



Figura 21. Configuración experimental en DHM.

3.4.4 Conductividad térmica

La determinación de la conductividad térmica de una de las muestras pulidas a espejo y la recubierta con una capa de 12.4 µm de ABS, se realizó con el aparato de placa caliente con guarda (APCG) (ver Figura 22), el cual consta de dos placas: una de temperatura caliente y otra de temperatura fría.



Figura 22. Aparato de placa caliente con guarda (APCG).

De acuerdo con esas condiciones, para calcular la conductividad térmica de la muestra, se despeja la conductividad térmica *(k)* de la ecuación 4 quedando de la siguiente manera:

$$k = \frac{Q \Delta x}{A (T_1 - T_2)}$$
(32)

Teniendo en cuenta el área de medición, las temperaturas de las placas, caliente (T_1) y fría (T_2), el espesor de la muestra Δx así como su área superficial A. Se realizó una posterior comparación de los valores de conductividad térmica obtenidos para ambas muestras y de su morfología; con análisis estadístico, microscopía electrónica de barrido y análisis de dimensión fractal, con el fin de observar cómo cambian sus propiedades del metal al aplicarle recubrimiento polimérico (ABS).

Capítulo 4

RESULTADOS Y DISCUSIÓN



Resumen

En este capítulo se muestran los resultados obtenidos al procesar los valores experimentales, producto de la caracterización de las muestras del material expuesto. Se utiliza el término de Dimensión Fractal y se ilustra el análisis de micrografía efectuado a las muestras de aluminio reciclado. Además, se desarrolla la discusión correspondiente a cada uno de los resultados que se exponen.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo se realiza un estudio detallado de los resultados obtenidos de las pruebas experimentales mostradas en el capítulo 3 y se discute sobre lo ya reportado en la literatura. Se aplican conceptos de análisis fractal, corrosión, técnicas electroquímicas, micrografía de imágenes y conductividad térmica del aluminio, mencionadas en el capítulo 2, que permiten describir el comportamiento del material (aluminio reciclado) bajo las condiciones a las que fue expuesto.

4.1 Técnicas electroquímicas

4.1.1 Potencial electroquímico

En la Figura 23 se muestra la variación del potencial de corrosión en función del tiempo para las muestras de Al reciclado en diferentes electrolitos (ver también Anexo A).



Figura 23. Potencial de corrosión respecto al tiempo de las probetas de Al en diferentes electrólitos.

En soluciones ácidas, se puede observar que los valores de los potenciales que se obtuvieron son los más nobles, presentando un valor estacionario en función del tiempo. De acuerdo con la literatura, la corrosión del aluminio en medios ácidos es menos agresiva que en medios básicos en presencia de la formación de algunos productos de corrosión en la superficie y desprendimiento de hidrógeno (Heredia, 2011). Para soluciones básicas, los valores presentados son muy activos, el más negativo es para el pH 12 y los pH 10 y 11 presentan valores menos negativos con un comportamiento estacionario típico para estos casos. El pH 5 presentan valores alrededor de -1200mV, alcanzando valores más nobles -700mV; mientras que para pH 7 con un comportamiento similar, pero comenzando con valores alrededor de -700mV, los potenciales ascienden a valores aún más nobles alrededor de -500mV, estabilizándose alrededor de los 900 segundos. Esto último, está de acuerdo con los potenciales encontrados en el diagrama de Pourbaix (Rodríguez, 2017) del aluminio a diferentes pH y se confirma con los resultados obtenidos.

4.1.2 Espectroscopía de impedancia electroquímica

En la Figura 24 se presentan los diagramas de Nyquist (ver Anexo B) obtenidos de las series de datos de las pruebas de EIS realizadas a las probetas de Al reciclado en diferentes medios electrolíticos.



Figura 24. Diagramas de Nyquist de las probetas de Al en diferentes electrólitos.

Se observan semicírculos deprimidos con diferente diámetro asociado al valor de la resistencia a la transferencia de carga a diferentes pH. Para los valores con menor transferencia de carga se presenta una ampliación de estos en la gráfica original, con la finalidad de apreciar los semicírculos correspondientes. A partir de esto; se obtuvo el valor de los parámetros electroquímicos, incluyendo el ángulo de depresión, con los cuales se procede a calcular la Dimensión Fractal (Df) y la irregularidad microscópica superficial (n) para cada una de las muestras a diferentes pH. En la gráfica se puede apreciar que, con valores menores de resistencia a la transferencia de carga, se da una mayor velocidad de corrosión; se presentan los diámetros menores para pH 2 y 12, seguidos de los diámetros para los pH 3, 10, 11 y siendo mayores para los pH 5 y 7.

En medios ácidos; conforme incrementa el pH incrementa el valor de impedancia y por lo tanto disminuye su velocidad de corrosión. Para pH-5 se observa a frecuencias bajas lo que podría ser un segundo semicírculo, el cual podría estar relacionado con los procesos de adsorción de cloruros en los defectos de la capa de alúmina por donde se inicia el ataque (Conde, 1998), lo cual se debe a que el metal a pH cercano al neutro sufre corrosión localizada. El caso del pH-7 el valor de impedancia es el mayor respecto a todas las muestras, debido a que el metal se pasiva en este medio. Para las soluciones básicas, el valor de la impedancia disminuye conforme aumenta el pH; además, se percibe una pequeña dispersión de datos, lo cual podría estar asociado al proceso de transporte de masa difusivos o adsorción de especies (Esparza, 2012).

En la Figura 25 se presenta el módulo de impedancia total que corresponde a cada uno de los diferentes pH.



Figura 25. Impedancias totales para cada uno de los diferentes pH.

Se observa que, en medios ácidos; conforme incrementa el pH incrementa el valor de impedancia y por lo tanto disminuye su velocidad de corrosión, siendo la de pH más cercano al neutro la de mayor ataque para el metal, a pH-7 el valor de impedancia es el mayor respecto a todas las muestras, debido a que el material no está siendo susceptible a la corrosión significativa y por la formación de la capa pasiva; para el caso de las soluciones básicas, el valor de la impedancia disminuye conforme aumenta el pH por lo tanto, se está presentando una mayor corrosión a pH 10 y 11, pero de manera más rápida conforme el pH aumenta (caso del pH 12).

En la tabla 2 se presentan los resultados electroquímicos para las pruebas de impedancia a diferente pH.

рН	n	Θ de Depresión	Rct	Cdl	Dimensión Fractal (Df en EIS)
2	0.807	17.34	1.23E+02	1.02E-03	2.238
3	0.922	7.02	3.88E+03	7.96E-02	2.084
5	0.947	4.76	7.50E+03	5.35E-02	2.055
7	0.675	29.21	1.31E+04	1.18E-01	2.480
10	0.855	13.03	9.77E+02	1.10E-02	2.169
11	0.816	16.55	9.84E+02	1.10E-02	2.225
12	0.927	6.55	3.57E+01	8.36E-04	2.078

Tabla 2. Resultados electroquímicos para las pruebas de impedancia a diferente pH.

La figura 26 muestra los valores de Df en EIS respecto a los Valores de n obtenidos para los diferentes pH y su relación inversa.



Figura 26. Dimensión fractal en EIS vs valor de n respecto a los pH.

Recordando que los valores de Df en EIS muestran la rugosidad superficial del metal para los diferentes pH, en la figura 26 se muestran con respecto a los valores obtenidos para n, la cual indica el grado de heterogeneidad superficial. Se puede observar que el comportamiento de los datos es inversamente proporcional y de acuerdo con Saitou, el grado de heterogeneidad de una superficie se da cuando n <1 (Saitou, 2000), los valores de n que se obtuvieron en los diferentes pH para todos los casos cumplen con lo mencionado. Además, cuando n=1 la superficie del metal es totalmente lisa. Por lo tanto, la dimensión fractal de la superficie está relacionada con este grado de heterogeneidad (Saremi, 2006).

De acuerdo con la figura 26; para el caso del pH 7, el valor de n es el menor respecto a todos los casos y el obtenido para su Df en EIS es el mayor, lo cual me indica que la heterogeneidad de la superficie es severa y por ende, la superficie es muy rugosa, lo cual se atribuye a su cobertura por la capa pasiva formada; para pH 5, el valor de n es el más cercano a 1 (el mayor de todos los casos) y el de Df en EIS es el valor menor; indicando que la superficie no es tan heterogénea y por lo tanto menos rugosa, ya que el Al en medio neutro con cloruros presenta corrosión localizada. El caso de los medios ácidos y básicos los valores de n tienden a 1 (pero siendo menores que el valor de n a pH 5) y los valores de Df en EIS son mayores comparados con el pH 5, lo cual indica que la superficie en esos casos es más rugosa que la de pH 5.

4.1.3 Ruido electroquímico

En la Figura 27 se presentan las series de tiempo en corriente que se obtuvieron para las muestras de aluminio sumergidas en los diferentes electrólitos.



Figura 27. Series de tiempo de ruido electroquímico en corriente.

La Figura 27 muestra el ruido en corriente, presentando los transitorios para las muestras sumergidas en algunos electrólitos u oscilaciones estocásticas en otros utilizados (ver Anexo C). La prueba en medio neutro no presenta mayor amplitud en transitorios, lo que indica que el material se encuentra pasivado, considerando el caso de la solución a pH-5 la cual presenta más transitorios que incrementan y disminuyen conforme trascurre el tiempo a partir de los 1000 segundos, muestra el efecto de los cloruros en el metal. El caso de medios ácidos; los transitorios decaen, se recuperan y vuelven a decaer, indicativo de la presencia de especies corrosivas que están corroyendo al metal. Finalmente, soluciones básicas, a pH-10 y 11 se percibe un comportamiento similar con transitorios de menor amplitud y alta frecuencia, esto puede ser atribuido a la presencia de hidróxidos los cuales disuelven el metal, pero en menor grado comparados con la prueba a pH-12, en la que los

transitorios son aún mayores y mayor amplitud en los primeros 500 segundos y conforme trascurre el tiempo se van reduciendo; el intervalo de corriente en la que se presenta el proceso de esta prueba es mayor, y está presentando un mayor ataque en la superficie metálica. Lo anterior, recordando que, para una mayor intensidad de la señal, se obtiene una película menos protectora porque los procesos farádicos de los fenómenos de corrosión son más intensos. Esto en total acuerdo con las leyes de Faraday y con la pérdida de material que ocurrió (García, 2010).

La Figura 28 muestra los gráficos de los valores obtenidos para dimensión fractal de la tendencia en función del pH del ruido electroquímico en corriente (ver Anexo D).



Figura 28. Dimensión fractal en corriente.

Se observa que, para el caso de los ácidos, la rugosidad incrementa, conforme el pH lo hace, en pH-5 se observa un caso especial, debido a que el valor de dimensión fractal es mayor que el de los ácidos, atribuyéndoselo al tipo de corrosión que se da en presencia de cloruros en el aluminio (corrosión por picadura). Para el pH-7 el valor de dimensión fractal decreció por presentar una corriente en bajas frecuencias y baja amplitud para esta solución; para las soluciones básicas a menores pH (10 y 11) el valor de dimensión fractal es mayor y disminuye conforme aumenta el pH, debido que, a mayor pH en soluciones básicas, se va aumentando el desprendimiento de hidrógeno durante la reacción.

La figura 29 muestra la resistencia a la corrosión equivalente respecto a cada uno de los pH en los diferentes medios.



Figura 29. Resistencia a la corrosión equivalente respecto al pH.

De acuerdo con la figura 29, se observa que en medio neutro y a pH 5 la Resistencia a la corrosión obtenida es mayor, debido a la pasividad que presenta el material en dicho medio, aunque es importante mencionar que en presencia de cloruros en cierto momento actúan como despasivantes y antagónicos a la formación de productos de corrosión protectora (Pancorbo, 2011), para medios ácidos la resistencia presentada es menor comparada con los otros casos y, en medios básicos quién presenta menor resistencia es el caso del pH 12, esto se debe a que en este medio el metal se disuelve rápidamente.

Como ha señalado Bertocci en uno de sus trabajos realizados; la resistencia al ruido (Rn) obtenida a través de mediciones de ruido electroquímico debe considerarse similar al módulo de impedancia | Z | de EIS cuando la frecuencia aplicada es mayor que cero (Bertocci, 1995). Comparando la figura 25 con la figura 29, corroboramos esa afirmación, porque los valores obtenidos para cada una de las técnicas muestran similitud en su comportamiento. En la tabla 3 se presentan los resultados electroquímicos para las pruebas de ruido electroquímico a diferente pH.

рН	Desviación Estándar (σ) en Corriente	Desviación Estándar (σ) en Potencial	Rn	Dimensión Fractal (Df)	Hurst (H)
2	6.85E-04	4.96E+02	6078	1.084	0.916
3	3.30E-03	6.12E+02	4688	1.111	0.889
5	1.99E-03	7.70E+02	68596	1.126	0.874
7	2.94E-04	5.16E+02	26417	1.038	0.962
10	1.47E-03	1.30E+03	10363	1.086	0.914
11	6.42E-04	1.30E+03	9064	1.021	0.979
12	1.37E-02	1.43E+03	1851	1.089	0.911

	Tabla 3. Resultados	electroquímicos	para las	pruebas c	de ruido a	diferente	pH.
--	---------------------	-----------------	----------	-----------	------------	-----------	-----



4.2 Microscopía electrónica de barrido

La Figura 30 presenta las imágenes obtenidas con el equipo SEM a 500 aumentos (recordando que las imágenes se obtuvieron a diferentes magnificaciones), con las cuales se pueden corroborar los resultados de las caracterizaciones anteriores, esto de acuerdo con el ataque superficial que se observa.



Figura 30. Imágenes obtenidas con SEM a 500 aumentos.

De acuerdo con las imágenes de SEM (ver Anexo E), se visualizan las muestras que se caracterizaron en las diferentes soluciones. En medios ácidos, el material sufrió corrosión de manera uniforme a diferencia de la muestra en solución con presencia de cloruros (pH-5), en donde se presentó corrosión mixta localizada, la cual se observa en la imagen en donde casi toda la superficie está cubierta por productos de corrosión a excepción de un pequeño agujero (picadura) (Pizarro, 2009); la muestra en agua destilada es la que presenta corrosión en menor grado, se le atribuye la parte rugosa al

lijado de la muestra y la capa pasiva y únicamente presenta impurezas en la superficie; sin embargo, las muestras en soluciones básicas, son las que presentan corrosión uniforme debido a la disolución de iones aluminato, esto en mayor grado conforme el pH es más básico (Abreu, 2009). La tabla 4 presenta los valores de Dimensión fractal obtenidos para los diferentes medios a 500 aumentos (Ver Apéndice A) a partir de los resultados mediante el programa FDIM (Figura 31) (Ver Anexo F).

Magnificaciones							
500							
рН	pH DF Hurts						
pH-2	2.111	0.99975					
pH-3	2.105	0.99995					
pH-5	2.124	0.99990					
pH-7	2.120	0.99988					
pH-10	2.067	1.00000					
pH-11	2.090	0.99991					
pH-12	2.062	0.99997					

Tabla 4. Valores de dimensión fractal para los diferentes medios a 500 aumentos.



Figura 31. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 500 aumentos en pH 5.

CAPÍTULO 4

Como se puede observar en la tabla, las muestras que presentan menor rugosidad son las tratadas en soluciones básicas, esto se debe a la disolución acelerada del material y el desprendimiento de hidróxidos en la superficie en mayor grado, respecto a los valores presentados para medios ácidos. Se deduce que la rugosidad que se presenta es mayor a diferencia de los medios básicos por que se da una corrosión generalizada menos severa en toda la superficie la cual para este caso, se presenta de manera más generalizada por la magnificación de la imagen. El caso de los medios casi o neutros; para pH 5 se obtiene una mayor rugosidad, debido a las picaduras que se produjeron en diferentes zonas de la superficie y respecto al pH 7 se atribuye su rugosidad al lijado de la muestra, debido a que en esta muestra solo se perciben impurezas en la superficie sobre la superficie pasiva. La figura 32 muestra una comparación de los valores obtenidos para la Df en EIS y los obtenidos de las muestras de SEM a 500 aumentos.



Figura 32. Comparación de la Df en EIS y la Df SEM a 500 aumentos para todos los pH.

CAPÍTULO 4

Se observa que los valores de la Df de ambas caracterizaciones tienen un comportamiento directamente proporcional, a excepción de los valores en solución a pH 5, donde su comportamiento es inverso; lo anterior, se atribuye al tipo de corrosión que presenta el Al en presencia de cloruros, la cual es mixta (generalizada y localizada), presentando picaduras en ciertos puntos.

La figura 33 muestra una comparación de los valores obtenidos para la Df en Corriente y los obtenidos de las muestras de SEM a 500 aumentos.



Figura 33. Comparación de la Df en corriente y la Df SEM a 500 aumentos para todos los pH.

Se puede observar que el comportamiento de los valores es inversamente proporcional para ambas caracterizaciones, a diferencia del caso a pH 5, en donde se da un comportamiento similar, esto se atribuye a que hay presencia

CAPÍTULO 4

de cloruros, los cuales juegan un papel muy importante. en la superficie de la muestra, a diferencia del pH 7, donde solamente se pasiva.

La figura 34 presenta el comportamiento de los valores de Df obtenidos de las imágenes de SEM a diferentes magnificaciones en todos los medios a diferente pH.





En la figura 34 A, se observan los valores de Df en medios ácidos (pH 2 y 3), medio en presencia de cloruros (pH 5) y el de medio básico a pH 11, para todos los casos, el valor de Df va en decremento conforme se incrementa la magnificación de las imágenes, debiéndose a que en menor magnificación, la superficie de la muestra es más generalizada que conforme se va haciendo a mayor escala y es por ello que la Df va disminuyendo; además, como las muestras presentaron corrosión uniforme, a diferencia de la de pH 5 (que presentó corrosión localizada), al ser más general la imagen de la superficie, se presenta mayor rugosidad, que cuando se toma un punto en particular. En la figura 34 B, se presentan los valores de Df en medio neutro (pH 7) y en medios básicos (pH 10, 12) para los tres casos, el valor de Df respecto a las magnificaciones muestra un comportamiento directamente proporcional, lo cual se atribuye a que a menor escala, donde el área superficial es más restringida no presenta rugosidad a diferencia de la imagen a mayor magnificación, en donde de manera particular se observa ciertas áreas de ataque de la superficie; siendo que para estos medios se presenta corrosión uniforme. Pero el caso de las bases con disolución del metal, la superficie es más homogénea a menor escala y respecto al pH 7, en la superficie a mayor magnificación se percibe mayormente la película de capa pasiva formada.

4.3 Microscopía holográfica digital

En la figura 35 se presenta como ejemplo el desenvolvimiento de fase que se obtuvo a partir del DHM para la muestra a pH 5, la cual sufrió corrosión localizada a diferencia de las otras muestras en donde el ataque fue de manera uniforme (ver Anexo G).



Figura 35. Desenvolvimiento de fase y sus respectivos perfiles con DHM para la muestra a pH 5.

Como se puede observar, la superficie presenta un comportamiento heterogéneo debido a la picadura que se formó, la cual se aprecia a los 600 pixeles respecto al eje X y 800 pixeles para el eje Y. En comparación con las imágenes obtenidas con SEM a diferentes magnificaciones la superficie de la muestra presenta el mismo comportamiento, excepto en un área localizada donde se presenta ataque por picadura.

En la tabla 5 se presentan los valores de Df y Hurst obtenidas con FDIM (ver Anexo H) a partir la reconstrucción de las superficies con DHM para las diferentes muestras, los cuales son los datos de los píxeles (barridos) que conforman el desenvolvimiento de fase para cada una de las muestras (Garcia, 2012).

Tabla 5. Valores de dimensión fractal y Hurst obtenidos con FDIM a partir de la reconstrucción superficial con DHM.

рΗ	Df	Н		
2	2.048	0.99990		
3 2.020 0.99		0.99988		
5	2.038	0.99983		
7	2.042	0.99993		
10	2.063	0.99996		
11	2.042	0.99994		
12	2.033	0.99990		

La figura 36 muestra el comportamiento de los valores de Df obtenidos a partir del DHM por el método de reflexión para la reconstrucción de la superficie de cada una de las muestras en los diferentes medios utilizados.



Figura 36. Valores de Df obtenidos a partir de la reconstrucción superficial con DHM.

De acuerdo con valores de Df obtenidos a partir del DHM; en medios ácidos el valor de Df es menor para un pH de 3, aumentando para pH 7. En medios básicos, el valor mayor es para el pH 10, conforme incrementa el pH, los valores de y Df en DHM disminuyen, debido a la disolución que se lleva a cabo en la superficie. En pH 12 se disuelve mucho más rápido la superficie metálica, atribuyéndose a la rapidez de disolución (a mayor pH mayor disolución). Sin embargo, todos los valores son muy cercanos a 2.0 que se considera completamente liso.

4.4 Conductividad térmica

La figura 37 presenta las gráficas de las temperaturas caliente y fría de las dos muestras a comparar (Al reciclado y Al recubierto con ABS).



Figura 37. Temperaturas caliente y fría para Al reciclado y Al recubierto con ABS.

Se observa que la temperatura de la placa caliente para el Al reciclado tuvo una disminución considerable desde el tiempo en que se inició la prueba y conforme transcurría el tiempo aumentaba y disminuía entre 25 y 35 °C, estabilizándose en un tiempo aproximado de 22500 segundos, la placa fría se mantuvo a temperatura constante de 25° C, utilizando un flujo de agua constante a esa temperatura, en consideración con la que se encuentra en el medio ambiente (López, 2001); el caso de las temperaturas para la prueba de Al recubierto con ABS, éstas se estabilizaron en un tiempo aproximado de 27000 segundos; siendo ésta última la que requirió más tiempo para presentar este comportamiento. Lo cual indica que para el Al recubiento aislante.

Además; se observa, que la temperatura de la placa caliente para la muestra de Al reciclado es menor respecto a la temperatura de la placa caliente del Al recubierto con ABS, presentando una diferencia de 1.53 °C en los valores de la temperatura caliente promedio de ambas muestras (ver los valores en la tabla 6).

El hecho de que la muestra de Al reciclado presente el valor menor en la temperatura caliente respecto a la otra muestra, se debe a que al estar en contacto la muestra con una placa de temperatura fría y otra de temperatura caliente la estabilidad de la temperatura entre las placas es mucho más rápida comparada con la muestra que esta recubierta con ABS, en donde el recubrimiento impide que la conducción térmica se dé de manera eficiente, es por ello por lo que Δ T. Al reciclado < Δ T. Al-ABS.

En la Tabla 6 se presentan los resultados estadísticos del valor de conductividad térmica (obtenidos a partir de la ecuación 32) para ambas muestras.

85

Muestras	T. Caliente Prom. (°C)	k (W/m °C)	%	
AI	25	238	100	
Al Reciclado	32.75	233.34	98.04	
Al recubierto con ABS	34.28	188.31	79.12	

Tabla 6. Valores de conductividad térmica obtenidos de ambas muestras, comparados con el valor de la literatura.

En la tabla se visualizan los valores obtenidos considerando como el 100% al valor que corresponde al Aluminio reportado en la literatura (Holman, 1999), (ver figura 5). De acuerdo con ello, se obtuvo el porcentaje correspondiente a la muestra de Aluminio reciclado y al Aluminio recubierto con ABS; teniendo una diferencia mínima del valor que se obtuvo en el Aluminio reciclado respecto al reportado en literatura, lo que sugiere que el aluminio reciclado presenta una excelente propiedad en conductividad térmica a diferencia que con recubrimiento de ABS que disminuye en un 18.92% su eficiencia respecto a este, ya que el ABS tiene la propiedad de ser un aislante.

La figura 38 presenta las imágenes obtenidas por SEM y los valores correspondientes de Df para las dos muestras caracterizadas por conductividad térmica.



Figura 38. Imágenes obtenidas por SEM y valores correspondientes de Df para las dos muestras caracterizadas por conductividad térmica.

De acuerdo con la figura anterior (figura 38), al obtener una relación de la morfología observada en las imágenes y el valor correspondiente de Df en Conductividad (Rehman., 2009),se deduce que el Al con recubrimiento de ABS tiene un valor menor en dimensión fractal, por ser éste un aislante y haber cubierto de manera homogénea la superficie metálica, lo cual no ocurre con el Al reciclado, quien presenta un valor mayor en Df debido a que la superficie es más rugosa comparada con la otra muestra, lo cual se atribuye a la capa protectora de alúmina que es formada inmediatamente al estar en contacto el metal con el medio ambiente.

CONCLUSIONES

Los resultados mostrados indican que la variación de pH modifica el comportamiento superficial del Aluminio reciclado y con ello la velocidad de corrosión; siendo esta última, mayor en medios básicos que en ácidos o neutros.

Los resultados obtenidos de las técnicas electroquímicas (EIS y Ruido Electroquímico), permitieron conocer el tipo de corrosión superficial que sufrió el material en cada uno de los diferentes electrólitos.

Con la comparación de los valores obtenidos con EIS, Ruido Electroquímico e imágenes de SEM y DHM, se deduce que el análisis de Dimensión fractal es viable para determinar el grado de rugosidad y velocidad corrosiva que está sufriendo el metal.

Existe un 1.96% de diferencia entre el valor reportado en la literatura y el obtenido para la muestra de Al reciclado a diferencia del sistema AI-ABS que presenta un 20.88% respecto al reportado; concluyendo con ello que el sistema AI-ABS por presentar bajo índice en conductividad térmica, podría jugar un papel importante en aplicaciones industriales.

El análisis digital de imágenes bidimensionales y tridimensionales obtenidas de superficies corroídas es una importante herramienta para el diagnóstico de las características formadas sobre la superficie del Aluminio.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Referencias

Abreu, C., Freire, L., Nóvoa, X., Pena, G. & Pérez, P. (2009). Estudio comparativo del comportamiento electroquímicodel hierro en medio alcalino en presencia de lodos rojos y lodos grises. Efecto del Al3+. Revista de metalurgia, vol. 45 (1), 5-13.

- Adame, A. (2005). Sistemas de funciones iteradas y los fractales, pág. 26. Colombia: Fundación Universitaria Konrad Lorenz.
- Alcañiz, E. (2013). Los elementos. España: Universidad de Alcalá. Obtenido de bibing.us.es: bibing.us.es/proyectos
- Algarra, I. & Ulibarrena, D. (2014). Estudio experimental de la resistencia térmica, en función de la relación entre el área de módulos peltier y el área de la base de un disipador de aletas. Panplona: UPNA.
- Alonso, C. (1995). Introduccion a los fractales. Buran No. 5, 17-19.
- Amaya, A. (2009). Recubrimientos de barrera térmica. Revista informador técnico 73, 27-33.
- Badía, J. (1981). Transformaciones estructurales. Madrid: Universidad Politécnica de Madrid. Obtenido de http://iava.mx: http://iava.mx/elaluminio/
- Balázs, L. (1996). Corrosion front roughening in two-dimensional pitting of aluminum thin layers. Phys. Rev. E 54 (2), 1183.
- Batlle, A. (2009). Fractales en los mercados financieros. Barcelona: Barcelona School of Management, UPF.
- Bertocci, U. & Huet, F. (1995). Noise analysis applied to electrochemical systems. Corrosion, 51, 131.
- Bourebia, M., Laouar, L., Hamadache, H., & Dominiak, S. (2017). Improvement of surface finish by ball burnishing: approach by fractal dimension Bourebia,. Journal Surface Engineering vol. 33 (4), 255-262.

- Bowler, L. K. (2013). Mundo BBC. Obtenido de Mundo BBC: http://www.bbc.com/mundo/noticias/2013/12/131208_aluminio_reciclar _jgc_finde
- Cáceres, M. & Neptalí, G. (2013). Guia y procedimiento para el control y aseguramiento de la calidad en la construcción de cascos de aluminio naval. Ecuador: Escuela Superior Politecnica del Litoral.
- Camargo, A., Aperador, W., Rios, A., & Vera, C. O. (2009). Caracterización mediante espectroscopia de impedancia electroquímica de películas anódicas crecidas sobre Al 2024-T3. Revista colombiana de física, vol. 41, No. 2, 261-263.
- Carbonell, J. (2009). Pinturas y recubrimientos introducción a su tecnología. Madrid: Diaz de Santos S.A.
- Carmona, S. (2008). Elaboración y caracterización de películas delgadas de óxido de aluminio: propiedades ópticas, estructurales y eléctricas. México; págs. 28-29: Instituto Politécnico Nacional (IPN).
- Casquete, A. (2016). Técnica del ruido electroquímico para el estudio del comportamiento frente a la corrosión de los aceros inoxidables (wrought y pulvimetalúrgicos). págs. 55-56. Valladolid: Universidad de Valladolid.
- Castaño, C. (2009). Efectos ópticos especiales de los recubrimientos de dióxido de titanio sobre mica. Colombia: Univesidad Nacional de Colombia.
- Celedonio, C. (2009). Efecto de la corrosión salina en el comportamientode la vida en fatiga de una aleación de aluminio 2024-T3 de apliación aeronáutica. México: Instituto Politécnico Nacional (IPN).
- Charkaluka, E., Bigerellea, M., & Iosta, A. (1998). Fractals and fracture. Engineering Fracture Mechanics vol.61 (1), 119-139.
- Colorado, D., Ortega, D., Hernández, J., González, G., & Uruchurtu, J. (2009). Neural networks for Nyquist plots prediction during corrosion inhibition of a pipeline steel. Journal of Solid State Electrochemistry, 13(11), 1715-1722.
- Conde, A., & Damborenea, J. (1998). Corrosión de la aleación 8090 en medios salinos de agresividad moderada. Rev. Metal. Madrid, 34 (mayo)., 75-78.

- Corona, L. (2017). Evaluación de inhibición de corrosión en aceros industriales con moléculas orgánicas de nopal. México: Universidad Autónoma del Estado de México.
- Correa, M., Ramírez, M., Alique, J. & Rodríguez, C. (2004). Factores que afectan el acabado superficial en los procesos de mecanizado: técnicas de analisis y modelos. XXV Jornadas de Automática.

Cortés, L., González, O. & Méndez, E. (2008). Medición de la conductividad térmica de algunos materiales utilizados en edificaciones. Santiago de Querétaro: Centro Nacional de Metrología.

- Costa, J., Sagués, F. & Vilarrasa, M. (1991). Fractal patterns from corrosion pitting. Corrosion Science vol.32 (Issues 5-6), 665-668.
- Eliezer, B. (2008). Caos, fractales y cosas raras págs. 10-11. USA: Fondo de Cultura Economica USA. Obtenido de www.librosmaravillosos.com : www.librosmaravillosos.com

Esparza, E., Veloz, M., Reyes, V. & Uruchurtu, J. (2012). Efecto del pH en la corrosión de acero al carbono en presencia de un medio amargo. Superf. vacío vol.25 no.2, 139-145.

- Feder, J. (1988). Fractals. New York: Plenum Press.
- García, E. & Corvo, F. (2010). Copper patina corrosion evaluation by means of fractal geometry using electrochemical noise (EN) and image analysis. Electrochemistry Communications vol. 12 (6), 826-830.
- García, E. & Genesca, J. (2004). Understanding the inhibiting properties of 3amino-1,2,4-triazole from fractal analysis. Surface and coatings technology vol. 184 (2-3), 322-330.
- Garcia, J., Trujillo, C., & Restrepo, J. (2012). Reconstrucción de hologramas de microscopía holografica digital en línea a velocidad de video. Dyna; Bogota Tomo 79, N.º 173, 25-31.
- García, R. (2014). Inhibidores de corrosión de acero en medios ácidos a partir de extractos naturales. Mexicali, B.C.: Universidad Autónoma de Baja California.
- Genescá, J. (2002). Técnicas electroquímicas para el control y estudio de la corrosión. Querétaro: Facultad de Química, UNAM.
- Gómez, Á. (2016). Estudio de la influencia del mecanizado en el rendimiento funcional de aleaciones de aluminio de uso estratégico en la industria aeronáutica. España: Universidad de Cádiz.

- Gonzaga, R. (2016). Producción de materiales nano-compuestos de matriz de base aluminio reforzados con partículas intermetálicas Fe-Al mediante molienda mecánica (MM). Cuernavaca, Morelos: Universidad Autónoma del Estado de Morelos (UAEM-CIICAp).
- González, V. (2001). Fractales: fundamentos y aplicaciones. Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica de la Universidad Autónoma de Nuevo León, vol. IV, Número 10, 53-59.
- González, E. (2005). Síntesis y caracterización de recubrimientos metalicos sobre acrilico-nitrilo-butadieno-estireno (ABS) obtenidos por evaporación. San Luis Potosí: Universidad Autonóma de San Luis Potosí.
- Gutiérrez, H. (2008). Estudio de geometría fractal en roca fracturada y series de tiempo. . Santiago de Chile: Departamento de Ingeniería Civil, Universidad de Chile.
- Heredia, S. (2011). Experiencias sobre corrosión en metales de uso cotidiano. Revista eureka sobre enseñanza y divulgación de las ciencias 8 (número extraordinario), 466-475.
- Holman, J. (1999). Transferencia de calor. México, págs. 23-27: Continental, S.A. de C.V.
- Hoyos, C. (2009). Recubrimientos de barrera térmica. Informador técnico, 73, 27-33.
- Hufnagel, W. (1992). Manual del aluminio segunda edición vol. 2; pág. 558. España: Reverté, S.A.
- Ignacio, C. & David, A. (2014). Estudio experimental de la resistencia térmica, en función de la relación entre el área de módulos peltier y el área de la base de un disipador de aletas. Pamplona: Universidad Pública de Navarra.
- Jian, L., Du, Q. & Sun, C. (2009). An improved box-counting method for image fractal dimension estimation. Pattern recognition vol.42 (11), 2460-2469.
- Jin, F. & Chiang, F. (1996). Nondestructive evaluation of corrosion by fractal geometry. Journal research in nondestructive evaluation vol. 7 (4), 229-238.
- Kaye, B. (1994). A random walk through fractal dimensions. New York: Dr. Peter Gregory and Dr. Ute Anton.

- Knoll A., Arnault, J., Smigiel, E. & Cornet, A. (2001). Roughness fractal approach of oxidised surfaces by AFM and diffuse X-ray reflectometry measurements. Applied surface science, vol. 171, Issues 3-4, 189-196.
- Kobayashi, S., Kobayashi, R. & Watanabe, T. (2016). Control of grain boundary connectivity based on fractal analysis for improvement of intergranular corrosion resistance in SUS316L austenitic stainless steel. Acta materialia vol. 102 (1), 397-405.
- Li, J. & Ding, C. (2000). Fractal character of circumferences of polishinginduced pull outs of plasma sprayed Cr3C2–NiCr coatings. Thin solid films vol. 376 (1-2), 179-182.
- López, A., Carrillo Y., Fuentes, C., López R. & López L. (2017). Una revisión de los métodos para estimar el exponente de Hurst y la dimensión fractal en series de precipitación y temperatura. Revista mexicana de física, , vol. 63, núm. 3, 244–267.
- López, R, Morales, J., Díaz, A. & Lizardi, A. (2001). Equipo para evaluar en forma experimental el coeficiente de conductividad térmicade los materiales de construcción. Revista mexicana de física vol. 47 (2), 148-152.
- Luengas, D., Ardila, E. & Moreno, J. (2009-2010). Metodología e interpretación del coeficiente de Hurst. Odeon °5, 274-276.
- Maffia, E. (2013). Estructura y propieades de las aleaciones; aluminio y sus aleaciones. Argentina: Facultad de Ingeniería UNLP.
- Mandelbrot, B. (2001). Harold Edwin Hurst. In statisticians of the centuries. Springer, New York, NY., 335-338.
- Mandelbrot, B. (1985). Self-affine fractals and fractal dimension. . Physica scripta, 32(4)., 257.
- Marbán, J. (2013). Quantification of corrosion products formation onto a copper sample by digital holographic microscopy. Óptica pura y aplicada, www.sedoptica.es., 49-54.
- Martínez. (2011). Análisis de la capa de alumina formadas a elevaa temperatura sobre las aleaciones Mcraliy y barreras térmicas (TBC). Madrid: Universidad Complutense de Madrid Favultad de Ciencias Químicas. Obtenido de Ingemecánica.com: http://ingemecanica.com/tutorialsemanal/tutorialn110.html
- Martínez, R. (2008). Acerca del thixomoldeo, significativo proceso de obtención de piezas vaciadas en condición semisólida. México: Instituto Politécnico Nacional (IPN). Obtenido de EcuRed.cu: https://www.ecured.cu/Aluminio
- Mena, G. (2013). Guia y procedimiento para el control y aseguramiento de la calidad en la construcción de cascos de aluminio naval. Ecuador: Escuela Superior Politécnica del Litoral.
- Miranda, Á., Palomino, R. & Huamani F.,(2014). Geometría euclidiana, fractal y contextual. Pérú: Universidad Nacional de San Antonio Abad del Cusco.
- Monsalve, A., Páez, M., Toledano+, M., Artigas, A., Parra, R., & Sepúlveda, Y. (2005). Curvas s-n-p en aleaciones de aluminio 2024-t3 y 7075-t7351 y su dependencia con los tratamientos superficiales. Canales de mecánica de la fractura Vol. 22, 107-112.
- Munné, F. (1995). Las teorías de la complejidad y sus implicaciones en las ciencias del comportamiento. Revista interamenricana de psicología 29, 1, 1-12.
- Naiming, L., Guo, J., Xie, F., Zou, J., Tian, W., Yao, X. & Tang, B. (2014). Comparison of surface fractal dimensions of chromizing coating and P110 steel for corrosion resistance estimation. Applied surface science vol. 311 (30), 330-338.
- Nava, C. (2009). Análisis de Hurst para medir la rugosidad de nylon 6,12 gamma-irradiado. México, noviembre: UAEM Facultad de Ciencias Químicas e Ingenierías, Tesis de licenciatura.
- Nesse, A. (2003). Aluminio: ¿culpable o inocente? Revista QuímicaViva, número 1, año 2.
- Ortiz, U. & Hinojosa, M. (1998). Geometría de fractales y autoafinidad en ciencias de materiales. Ingenierías, 1(1), 15-21.
- Pancorbo, F. (2011). Corrosión, degradación y envejecimiento de los materiales empleados en la edificación, pág. 67. España: marcombo.
- Paredes, S. & Hidalgo, B. (2005). El uso de la interferometría óptica para evaluar corrosión por picadura en la aleación comercial de aluminio 3003. Revista latinoamericana de metalurgia y materiales, 25 (2): 46-52.

- Pidaparti, R., Seyed, B., Whitfield, A., Rao, A. & Mercier, G. (2010). Classification of corrosion defects in NiAl bronze through image analysis. Corrosion sience vol. 52 (11), 3661-3666.
- Piratoba, U., Vera, E. & Ortíz, C. (2010). Aspectos básicos en la interpretación de diagramas de impedancia electroquímica. DYNA, vol. 77, número 162., 13-19.
- Pizarro, C., Galarreta, D., Costilla, F. & Ramos A. (2009). Estudio del efecto de diferentes medios sobre alecaciones de aluminio reciclado para uso doméstico. Rev. per. quím. vol. 12, núm. 1, 31-39.
- Przenioslo, R., Wagner, J., Natter, H., Hempelmann, R., & Wagner, W. (2001). Studies of the fractal microstructure of nanocrystalline and amorphous chromium obtained by electrodeposition. Journal of alloys and compounds vol. 328 (1-2), 259-263.
- Quintero, O. & Ruiz, J. (2011). Estimación del esponente de Hurst y la dimensión fractal de una superficie topográfica através de la extracción de perfiles. Revista geomática ud. geo N°5, 85-86.
- Raichev, L. (2007). Corrosión de metales y degradación de materiales. Mérida: CINVESTAV/UABC.
- Ramírez, M. (2011). Respuesta del tratamiento térmico T6 de una aleación 319 con variaciones en el contenido de cobre y magnesio. Nuevo León: Universidad Autónoma de Nuevo León. Obtenido de ventacan puertas y ventanas: hyyp://www.ventacan.com
- Refaeya, S. & Schwitzgebelb, G. (1998). Electrochemical impedance spectroscopic investigation of dissolution, passivation and pitting corrosion of tin in Na2CO3 solution and the effect of CI- and I- ions. Applied surface science vol. 135 (1-4), 243-253.
- Rehman,S. & Siddiqi, A. (2009). Wavelet based Hurst exponent and fractal dimensional analysis of Saudi climatic dynamics. Chaos, solitons & fractals. Chaos, solitons & fractals 40(3), 1081-1090.
- Reinhard, G. & Rammelt, U. (1990). On the applicability of a constant phase element (CPE) to the estimation of roughness of solid metal electrodes. Electrochimica acta volume 35, Issue 6, 1045-1049.
- Rios, E. (2005). Síntesis y caracterización de recubrimientos metálicos sobre Acrilo-Nitrilo-Butadieno-Estireno (ABS) obtenidos por evaporación. San Luis Potosí: Universidad Autonóma de San Luis Potosí.

- Rodríguez, H., Duque, Z. & Alciaturi, C. (2017). Influencia del biofouling en el OCP de aleaciones de aluminio inmersas en agua natural salobre. Universidad, ciencia y tecnología. vol. 21, N° 84, 104-110.
- Rodríguez, A. (2007). Interempresas net. Obtenido de Interempresas net: http://www.interempresas.net/MetalMecanica/Articulos/19655-Laimportancia-del-reciclado-del-metal.html
- Saitou, M. (2000). Scaling approach to galvanic current of stainless steel/silver atmospheric corrosion monitor. J. Electrochem. Soc., 147, 2133.
- Sánchez, W., Puebla, H., Palomar, M., Herrera, H., Romero, M. & Uruchurtu, J. (2010). Análisis de las series de tiempo obtenidas por la técnica de ruido electroquímico en un sistema de corrosión en aceros sintetizados. XXV Congreso de la sociedad mexicana de electroquímica 3RD meeting of the mexican section ECS.
- Sánchez, A., Bethencourt, M., González, L. & Botana, F. (2009). Medida de ruido electroquímico para el estudio de procesos de corrosión de aleaciones metálicas. Revista de metalurgía , vol. 45 (2), 143-156.
- Saremi, M., Dehghanian, C. & Mohammadi, M. (2006). The effect of molybdate concentration and hydrodynamic effect on mild steel corrosion inhibition in simulated cooling water. Corrosion science. volume 48, Issue 6, 1404-1412.
- Sarmiento, E., González, G., Uruchurtu, J., Sarmiento, O. & Menchaca, M. (2009). Fractal analysis of the corrosion inhibition of carbon steel in a bromide solution by lithium chromate. Int. J. Electrochem. Sci 4, 144-155.
- Shironga, G. & Gouan, C. (1999). Fractal prediction models of sliding wear during the running-in process. Wear vol. 231 (2), 249-255.
- Shujian, X., & Yongji, W. (2006). A new approach to estimate fractal dimensions of corrosion images. Pattern recognition letters, volume 27, issue 16, 1942-1947.
- Suárez, P.& Reyes, R. (2002). La incorporación de metales pesados. Red de Revistas científicas de América Latina y el Caribe, España y Portugal; vol. 27, No. 4, 160-164.
- Uruchurtu, J. & González, M. (2003). R/S Fractal analysis of electrochemical noise signals of three organic coating samples under corrosion conditions. The journal of corrosion science and engineering vol. 6, paper C117, 1-5.

Uruchurtu, J. & Reyes, J. (2011). Método experimental en la corrosión: Impedancia electroquímica. Alemania: Editorial Académica Española.

- Uruchurtu, J., Lopes, R., Dominguez, G. & González, G. (2013). Effect of flowing conditions on the corrosion inhibition of carbon steel by extract of buddleia perfoliata. Int. J. Electrochem. Sci., 8, 477 489.
- Uruchurtu, J., Sarmiento, E. & González, G. (2008). A study of the corrosion inhibition of carbon steel in a bromide solution using fractal analysis. Surface and Coatings Technology volume 203, issues 1–2, 46-51.
- Vargas, W., Pineda, L. & Santaella, E. (2006). Rugosidad y textura de superficies: experimentos y simulaciones. Ciencia e ingeniería neogranadina, vol. 16 No. 2, 54-63.
- Vera, S. (2003). Geometría fractal y geometría euclidiana. Revista educación y pedagogía vol. XV No.35 (enero-abril)., 85-87.
- Xamán, J. (1999). Análisis de la transferencia de calor de un aparato para determinar la conductividad térmica de materiales aislantes. México, Cuernavaca Págs. 10-11: Centro Nacional de Investigación y Desarrollo Tecnológico (CENIDET).
- Xu, S. & Weng, Y. (2006). A new approach to estimate fractal dimensions of corrosion images. Pattern recognition letters vol.27 (16), 1942-1947.
- Yong-sheng, L., Jin, L., Jia-yu, Z., Yun, W., & Shao-yong, L. (2018). Fragmentation fractal of sandstone under acid corrosion and coupled static-dynamic loads. Functional Materials, 25, No.1, 122-127.
- Zhang, Y., Bin Wang, Y., Jie Qiao, L., Yang Chu, W., & Mei Hsiao, C. (1994). Investigation of fractal dimensions of hydrogen-induced brittle fracture of titanium aluminide. Materials Science and engineering: A vol. 177 (issues 1-2), L1-L5.

Anexos

ANEXO A

Se muestra la variación del potencial de corrosión en función del tiempo para las muestras de Al reciclado en diferentes pH.



Figura A 1. Medición de potencial respecto al tiempo de las probetas de Al en solución de ácido sulfúrico (pH 2).



Figura A 2. Medición de potencial respecto al tiempo de las probetas de Al en solución de ácido clorhídrico (pH 3).



Figura A 3. Medición de potencial respecto al tiempo de las probetas de Al en solución de cloruro de sodio al 3% (pH 5).



Figura A 4. Medición de potencial respecto al tiempo de las probetas de Al en agua destilada (pH 7).



Figura A 5. Medición de potencial respecto al tiempo de las probetas de Al en solución de hidróxido de sodio (pH 10).



Figura A 6. Medición de potencial respecto al tiempo de las probetas de Al en solución de hidróxido de sodio (pH 11).



Figura A 7. Medición de potencial respecto al tiempo de las probetas de Al en solución de hidróxido de sodio (pH 12).

ANEXO B

Se presentan los diagramas de Nyquist obtenidos de las series de datos de las pruebas de EIS realizadas a las probetas de Al reciclado en diferentes electrolitos.



Figura B 1. Diagrama de Nyquist de la probeta de Al en solución a pH 2.



Figura B 2. Diagrama de Nyquist de la probeta de Al en solución a pH 3.



Figura B 3. Diagrama de Nyquist de la probeta de Al en solución a pH 5.



Figura B 4. Diagrama de Nyquist de la probeta de Al en solución a pH 7.



Figura B 5. Diagrama de Nyquist de la probeta de Al en solución a pH 10.



Figura B 6. Diagrama de Nyquist de la probeta de Al en solución a pH 11.



Figura B 7. Diagrama de Nyquist de la probeta de Al en solución a pH 12.

ANEXO C

Se presentan las series de tiempo en corriente que se obtuvieron para las muestras de aluminio sumergidas en los diferentes electrolitos.



Figura C 1. Serie de tiempo de ruido electroquímico en corriente para pH-2.



Figura C 2. Serie de tiempo de ruido electroquímico en corriente para pH-3.



Figura C 3. Serie de tiempo de ruido electroquímico en corriente para pH-5.



Figura C 4. Serie de tiempo de ruido electroquímico en corriente para pH-7.



Figura C 5. Serie de tiempo de ruido electroquímico en corriente para pH-10.



Figura C 6. Serie de tiempo de ruido electroquímico en corriente para pH-11.



Figura C 7. Serie de tiempo de ruido electroquímico en corriente para pH-12.

ANEXO D

Se muestran las capturas de pantalla del programa DFractal a partir del cual se obtuvieron los resultados de Df y H de los valores obtenidos de la serie de tiempo de Ruido Electroquímico en Corriente.



Figura D 1. Programa DFractal para calcular Df y H de la serie de tiempo de ruido electroquímico en corriente para la muestra a pH 2.



Figura D 2. Programa DFractal para calcular Df y H de la serie de tiempo de ruido electroquímico en corriente para la muestra a pH 3.



Figura D 3. Programa DFractal para calcular Df y H de la serie de tiempo de ruido electroquímico en corriente para la muestra a pH 5.



Figura D 4. Programa DFractal para calcular Df y H de la serie de tiempo de ruido electroquímico en corriente para la muestra a pH 7.



Figura D 5. Programa DFractal para calcular Df y H de la serie de tiempo de ruido electroquímico en corriente para la muestra a pH 10.



Figura D 6. Programa DFractal para calcular Df y H de la serie de tiempo de ruido electroquímico en corriente para la muestra a pH 11.



Figura D 7. Programa DFractal para calcular Df y H de la serie de tiempo de ruido electroquímico en corriente para la muestra a pH 12.

ANEXO E

Se presentan las imágenes obtenidas en SEM a 1000k, 2000k y 4000k magnificaciones de los diferentes pH.



Figura E 1. Imágenes obtenidas con SEM a 1000k aumentos.



Figura E 2. Imágenes obtenidas con SEM a 2000k aumentos.



Figura E 3. Imágenes obtenidas con SEM a 4000k aumentos.

ANEXO F

Se muestran las capturas de pantalla del programa FDIM a partir del cual se obtuvieron los resultados de Df y H de las diferentes imágenes de SEM.



F-1 Para resultados a 500 aumentos

Figura F 1. 1. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 500 aumentos en pH 2.



Figura F 1. 2. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 500 aumentos en pH 3.



Figura F 1. 3. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 500 aumentos en pH 7.

ANEXOS



Figura F 1. 4. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 500 aumentos en pH 10.



Figura F 1. 5. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 500 aumentos en pH 11.



Figura F 1. 6. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 500 aumentos en pH 12.



F-2 Para resultados a 1000k aumentos

Figura F 2. 1. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 1000k aumentos en pH 2.

ANEXOS



Figura F 2. 2. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 1000k aumentos en pH 3.



Figura F 2. 3. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 1000k aumentos en pH 5.



Figura F 2. 4. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 1000k aumentos en pH 7.



Figura F 2. 5. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 1000k aumentos en pH 10.

ANEXOS



Figura F 2. 6. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 1000k aumentos en pH 11.



Figura F 2. 7. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 1000k aumentos en pH 12.

F-3 Para resultados a 2000k aumentos



Figura F 3. 1. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 2000k aumentos en pH 2.



Figura F 3. 2. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 2000k aumentos en pH 3.



Figura F 3. 3. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 2000k aumentos en pH 5.



Figura F 3. 4. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 2000k aumentos en pH 7.



Figura F 3. 5. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 2000k aumentos en pH 10.



Figura F 3. 6. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 2000k aumentos en pH 11.



Figura F 3. 7. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 2000k aumentos en pH 12.



F-4 Para resultados a 4000k aumentos

Figura F 4. 1. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 4000k aumentos en pH 2.



Figura F 4. 2. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 4000k aumentos en pH 3.



Figura F 4. 3. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 4000k aumentos en pH 5.



Figura F 4. 4. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 4000k aumentos en pH 7.



Figura F 4. 5. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 4000k aumentos en pH 10.



Figura F 4. 6. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 4000k aumentos en pH 11.



Figura F 4. 7. Programa FDIM para calcular Df y H de la muestra de SEM 4000k aumentos en pH 12.
ANEXO G

Se presentan los desenvolvimientos de fase que se obtuvieron a partir del DHM para las muestras a diferentes pH.



Figura G 1. Desenvolvimiento de fase con DHM para la muestra a pH 2.



Figura G 2 Desenvolvimiento de fase con DHM para la muestra a pH 3.



Figura G 3 Desenvolvimiento de fase con DHM para la muestra a pH 7.



Figura G 4 Desenvolvimiento de fase con DHM para la muestra a pH 10.



Figura G 5 Desenvolvimiento de fase con DHM para la muestra a pH 11.



Figura G 6 Desenvolvimiento de fase con DHM para la muestra a pH 12.

ANEXO H

Se muestran las capturas de pantalla del programa FDIM a partir del cual se obtuvieron los resultados de Df y H de las reconstrucciones superficiales con DHM para los diferentes pH.



Figura H 1. Programa FDIM para calcular Df y H de la reconstrucción obtenida con DHM para pH 2.



Figura H 2. Programa FDIM para calcular Df y H de la reconstrucción obtenida con DHM para pH 3.



Figura H 3. Programa FDIM para calcular Df y H de la reconstrucción obtenida con DHM para pH 5.



Figura H 4. Programa FDIM para calcular Df y H de la reconstrucción obtenida con DHM para pH 7.



Figura H 5. Programa FDIM para calcular Df y H de la reconstrucción obtenida con DHM para pH 10.



Figura H 6. Programa FDIM para calcular Df y H de la reconstrucción obtenida con DHM para pH 11.



Figura H 7. Programa FDIM para calcular Df y H de la reconstrucción obtenida con DHM para pH 12.

Apéndice

APÉNDICE A

Se presentan los valores de Dimensión fractal obtenidos para los diferentes medios a diferentes aumentos (1000k, 2000k, 4000k).

Tabla A-1 Valores de dimensión fractal para los diferentes medios a 1000k aumentos.

Magnificaciones			
1000k			
рН	DF	Hurst	
pH-2	2.108	0.99974	
pH-3	2.104	0.99993	
pH-5	2.122	0.99990	
pH-7	2.122	0.99992	
pH-10	2.090	0.99996	
pH-11	2.088	0.99980	
pH-12	2.079	0.99995	

Tabla A-2 Valores de dimensión fractal para los diferentes medios a 2000k aumentos.

Magnificaciones			
2000k			
рН	DF	Hurst	
pH-2	2.105	0.99974	
pH-3	2.102	0.99992	
pH-5	2.090	0.99993	
pH-7	2.129	0.99991	
pH-10	2.111	0.99989	
pH-11	2.076	0.99984	
pH-12	2.083	0.99988	

Magnificaciones			
4000k			
рН	DF	Hurst	
pH-2	2.097	0.99977	
pH-3	2.096	0.99994	
pH-5	2.067	0.99999	
pH-7	2.136	0.99990	
pH-10	2.116	0.99987	
pH-11	2.058	0.99989	
pH-12	2.086	0.99989	

 Tabla A- 3 Valores de dimensión fractal para los diferentes medios a 4000k aumentos.