

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS**

**INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN CIENCIAS BÁSICAS Y APLICADAS**

**CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS**

**USO DE LA CURCUMINA PARA LA SÍNTESIS DE INHIBIDORES DE LA  
CORROSIÓN EN ACERO AL CARBÓN 1018 EN ÁCIDO SULFÚRICO**

**TESIS PARA OBTENER EL GRADO DE:  
DOCTORADO EN INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS**

**PRESENTA:**

**ELIZABETH AMÉRICA FLORES FRÍAS**

**ASESOR: DR. JOSÉ GONZALO GONZÁLEZ RODRÍGUEZ.**

**COASESOR: DR. VÍCTOR BARBA LÓPEZ**

**CUERNAVACA, MORELOS.**

**NOVIEMBRE 2019**



**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS**  
Instituto de Investigación en Ciencias Básicas y Aplicadas

**INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN CIENCIAS BÁSICAS Y APLICADAS**  
Mefatura de Posgrado en Ingeniería y Ciencias Aplicadas

"1919-2019: en memoria del General Emiliano Zapata Salazar"

Cuernavaca, Morelos, a 12 de noviembre de 2019.

**DR. ROSENBERG JAVIER ROMERO DOMÍNGUEZ**  
COORDINADOR DEL POSGRADO EN  
INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS  
P R E S E N T E

Atendiendo a la solicitud para emitir DICTAMEN sobre la revisión de la TESIS titulada "USO DE LA CURCUMINA PARA LA SÍNTESIS DE INHIBIDORES DE LA CORROSIÓN EN ACERO AL CARBÓN 1018 EN ÁCIDO SULFÚRICO" que presenta la alumna **ELIZABETH AMÉRICA FLORES FRÍAS**, para obtener el título de **DOCTORADO EN INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS**.

Nos permitimos informarle que nuestro voto es:

NOMBRE	DICTAMEN	FIRMA
DR. MYKOLA KAKAZYEY	Aprobado	
DR. SERGIO ALONSO SERNA BARQUERA	APROBADO	
DR. JORGE URUCHURTU CHAVARÍN	APROBADO	
DR. RENÉ GUARDIÁN TAPIA	APROBADA	
DR. ROY LÓPEZ SESENES (FCQel)	Aprobado	
DR. VÍCTOR BARBA LÓPEZ (CIQ)	Aprobado	
DR. JOSÉ GONZALO GONZÁLEZ RODRÍGUEZ	Aprobado	

PLAZO PARA LA REVISIÓN 20 DÍAS HÁBILES (A PARTIR DE LA FECHA DE RECEPCIÓN DEL DOCUMENTO)

NOTA. POR CUESTION DE REGLAMENTACIÓN LE SOLICITAMOS NO EXCEDER EL PLAZO SEÑALADO, DE LO CONTRARIO LE AGRADECEMOS SU ATENCIÓN Y NUESTRA INVITACIÓN SERÁ CANCELADA.

Av. Universidad 1001 Col. Chamilpa, Cuernavaca Morelos, México, 62209  
Tel. (777) 329 70 00, ext. 6208 / raquel.sotelo@uaem.mx

UAEM  
Una universidad de excelencia



## Índice.

Resumen.....	I
Abstract.....	II
Agradecimientos.....	III

<b>Capítulo 1. Introducción.....</b>	<b>1</b>
1.1. Antecedentes históricos.....	2
1.2. Surgimiento de la metalurgia.....	2
1.3. Historia de la electroquímica.....	3
1.4. Leyes electroquímicas de Faraday.....	5
1.6. Leyes de la electrolisis.....	9
1.7. Equilibrio químico.....	13
1.8. Procesos reversibles e irreversibles.....	16
1.9. Reacciones químicas reversibles .....	16
1.1.1. Equilibrio termodinámico.....	17
1.1.2. Corrosión un proceso espontaneo .....	17
1.1.3. Espontaneidad de un sistema redox.....	22
1.1.4. Calculo de potenciales estándar y no estándar.....	23
1.1.5. Cinética electroquímica.....	25
1.1.6. Resistencias y circuitos en una celda electroquímica.....	27



1.1.7. Diagrama de Pourbaix.....	34
1.1.8. Inhibidores en superficies metálicas.....	35
1.1.9. Inhibidores a partir de extractos de plantas .....	37
1.1.1.0. Cúrcuma y curcumina.....	38
1.1.1.1 Complejos metálicos.....	40
1.1.1.2. Bases de Schiff.....	41
1. Objetivo general.....	42
1.2. Objetivos particulares.....	42
1.3. Justificación.....	42
1.4. Alcance.....	43
1.5. Hipótesis.....	43
<b>Capítulo 2. Marco teórico.....</b>	<b>44</b>
2.1. Conceptos generales "polarización" .....	45
2.2. Evaluación de la corriente de corrosión.....	46
2.3. Impedancia. Evaluación de parámetros.....	48
2.4. Método gravimétrico.....	50
2.5. Isotermas de adsorción.....	50
2.6. Parámetros termodinámicos.....	52
2.7. Técnicas de caracterización.....	53
2.7.1. Espectrometría Infrarroja.....	53
2.8. Espectrometría de Resonancia Magnética Nuclear.....	55



2.8.1. Propiedades magnéticas del núcleo.....	56
2.9. Espectrometría de masas.....	57
2.9.1 Microscopia Electrónica de Barrido.....	58
2.9.2. Base teórica.....	58
<b>Capítulo 3. Metodología experimental.....</b>	<b>59</b>
3.1. Material utilizado.....	60
3.2. Preparación de los electrodos de trabajo.....	60
3.3. Inhibidor.....	62
3.4. Preparación del electrolito.....	63
3.5. Parámetros aplicados a técnicas electroquímicas .....	66
3.6. Procedimiento para pruebas de gravimetría.....	66
3.7. Preparación de ácido inhibido.....	68
3.8. Preparación de las muestras posterior al tiempo de inmersión.....	68
3.9. Inhibidor curcumina.....	69
3.1.1. Caracterización del compuesto obtenido curcumina.....	70
3.1.2. Obtención del complejo metálico a partir de la curcumina.....	71
3.1.3. Caracterización del complejo metálico.....	73
3.1.4. Obtención de la Imina-I.....	74
3.1.5. Caracterización de la Imina-I.....	75
3.1.6. Obtención de Bases de Schiff.....	76



<b>Capítulo 4. Resultado y discusión.....</b>	<b>77</b>
4.1. Resultados para curvas de polarización.....	78
4.2. Resultados de polarización (inhibidor cúrcuma).....	79
4.2. (a) Resultados para Espectroscopia de Impedancia Electroquímica.....	83
4.3 Análisis gravimétrico (inhibidor cúrcuma).....	90
4.4. Isotermas de Adsorción.....	91
4.4.(a) Microscopía electrónica de barrido.....	94
4.4. (b) Inhibidor curcumina.....	95
4.4. (c) Impedancia electroquímica (inhibidor curcumina).....	98
4.4. (d) Análisis gravimétrico inhibidor (curcumina).....	104
4.4. (e) Isotermas de adsorción.....	105
4.4. (f) Microscopia electrónica de barrido.....	107
4.5. Caracterización del inhibidor curcumina.....	108
4.5. (a) Inhibidor complejo metálico.....	110
4.5. (b) Impedancia electroquímica.....	112
4.5. (c) Test gravimétrico.....	115
4.5. (d) Isotermas de adsorción.....	116
4.5. (e) Microscopia electrónica de barrido.....	118
4.5. (f) Caracterización del complejo metálico.....	120
4.5. (g) Curvas de polarización (Inhibidor Imina-I).....	124
4.5. (h) Impedancia electroquímica.....	125



4.5. (i) Test gravimétrico.....	128
4.5. (j) Isotermas de adsorción.....	129
4.5. (k) Microscopia electrónica de barrido.....	131
4.5. (l) Caracterización de la Imina-I.....	133
4.5. (m) Curvas de polarización Bases de Schiff 1.....	135
4.5. (n) Impedancia electroquímica.....	136
4.5. (o) Análisis gravimétrico.....	139
4.5. (p) Isotermas de adsorción.....	140
4.5. (q) Microscopia electrónica de barrido.....	142
4.6. Curvas de polarización Base de Schiff 2.....	144
4.6. (a) Impedancia electroquímica.....	145
4.6. (b) Análisis gravimétrico.....	148
4.6. (c) Isotermas de adsorción.....	149
4.6. (d) Microscopia electrónica de barrido.....	151
4.6. (e) Curvas de polarización Base de Schiff 3.....	153
4.6. (f) Impedancia electroquímica.....	154
4.6. (g) Análisis gravimétrico.....	156
4.6. (h) Isotermas de adsorción.....	157
4.6. (i) Microscopia electrónica de barrido.....	159
4.7. Análisis de impedancia electroquímica por medio de circuitos.....	161
4.7. (a) Inhibidor cúrcuma.....	161
4.7. (b) Inhibidor curcumina.....	163



4.7. (c) Inhibidor complejo metálico.....	164
4.7. (d) Inhibidor Imina-I.....	165
4.7. (e) Base de Schiff 1.....	167
4.7. (f) Base de Schiff 2.....	169
4.7. (g) Base de Schiff 3.....	171

**Capítulo 5. Conclusiones.....173**

5. Conclusiones.....	174
----------------------	-----

5.1. Conclusiones Generales.....	181
----------------------------------	-----

**Referencias.....183**

**Lista de tablas.**

**Capítulo 1**

<b>Tabla 1.</b> Espontaneidad en un sistema redox.....	23
--	----

<b>Tabla 1.1</b> Formación de productos y reactivos.....	25
--	----

**Capítulo 2**

<b>Tabla 2.</b> Elementos usados en circuitos.....	49
--	----

<b>Tabla 2.1.</b> Tipos de adsorciones.....	51
---	----

**Capítulo 3.**

<b>Tabla 3.</b> Concentraciones para la preparación del electrolito.....	64
--	----

---





## Capítulo 4.

<b>Tabla 4.1.</b> Parámetros en curvas de Polarización (cúrcuma).....	83
<b>Tabla 4.2.</b> Parámetros electroquímicos en impedancia.....	89
<b>Tabla 4.3</b> Velocidad de corrosión y eficiencia de inhibición.....	90
<b>Tabla 4.4</b> Concentraciones de inhibidor y eficiencias.....	91
<b>Tabla 4.5</b> Parámetros de adsorción.....	93
<b>Tabla 4.6.</b> Parámetros de curvas electroquímicas (curcumina).....	98
<b>Tabla 4.6. (a)</b> Parámetros electroquímicos de impedancia.....	103
<b>Tabla 4.6. (b)</b> Velocidad de corrosión y eficiencia de inhibición.....	104
<b>Tabla 4.6. (c)</b> Parámetros de adsorción.....	106
<b>Tabla 4.6. (d)</b> Parámetros de resonancia magnética nuclear.....	109
<b>Tabla 4.6. (e)</b> Parámetros de polarización (inhibidor complejo metálico).....	112
<b>Tabla 4.6. (f)</b> Parámetros en impedancia electroquímica.....	115
<b>Tabla 4.6. (g)</b> Velocidad de corrosión y eficiencia.....	116
<b>Tabla 4.6. (h)</b> Parámetros de adsorción y energía.....	118
<b>Tabla 4.6. (i)</b> Parámetros de resonancia magnética nuclear.....	122
<b>Tabla 4.6. (j)</b> Parámetros electroquímicos de polarización.....	125
<b>Tabla 4.6. (k)</b> Parámetros electroquímicos de impedancia.....	127
<b>Tabla 4.6. (l)</b> Velocidad de corrosión y eficiencia.....	128
<b>Tabla 4.6. (m)</b> Parámetros de adsorción.....	130
<b>Tabla 4.6. (n)</b> Parámetros de curvas de polarización (Base de Schiff 1)....	136
<b>Tabla 4.6. (o)</b> Parámetros de impedancia electroquímica.....	138



<b>Tabla 4.6. (p)</b> Velocidad de corrosión y eficiencia.....	139
<b>Tabla 4.6. (q)</b> Parámetros de adsorción.....	141
<b>Tabla 4.7.</b> Parámetros de polarización (Base de Schiff 2).....	145
<b>Tabla 4.7. (a)</b> Parámetros de impedancia electroquímica.....	147
<b>Tabla 4.7. (b)</b> Velocidad de corrosión y eficiencia.....	148
<b>Tabla 4.7. (c)</b> Parámetros de adsorción.....	150
<b>Tabla 4.7. (d)</b> Parámetros de curvas de polarización Base de Schiff 3.....	154
<b>Tabla 4.7. (e)</b> Parámetros electroquímicos de impedancia.....	156
<b>Tabla 4.7. (f)</b> Velocidad de corrosión y eficiencia.....	157
<b>Tabla 4.7. (g)</b> Parámetros de adsorción.....	159

## Lista de figuras.

### Capítulo 1.

<b>Figura 1.</b> Ley de Ohm.....	7
<b>Figura 1.1.</b> Comportamiento de la corriente.....	8
<b>Figura 1.2.</b> Celda electroquímica.....	10
<b>Figura 1.3.</b> Celda electroquímica 2.....	11
<b>Figura 1.4.</b> Ley de Le Chateiler.....	14
<b>Figura 1.5.</b> Variaciones en el equilibrio.....	15
<b>Figura 1.6.</b> Diagramas de energía.....	19
<b>Figura 1.7.</b> Celdas electroquímicas.....	27
<b>Figura 1.8.</b> Celdas electroquímicas 2.....	28



<b>Figura 1.9.</b> Celda electroquímica 3.....	29
<b>Figura 1.1.1.</b> Moléculas de agua entre placas metálicas.....	30
<b>Figura 1.1.2.</b> Interfase electroquímica.....	31
<b>Figura 1.1.3.</b> Esquema de la corriente de intercambio.....	33
<b>Figura 1.1.4.</b> Celda electroquímica para polarización.....	33
<b>Figura 1.1.5.</b> Diagrama de Pourbaix.....	34
<b>Figura 1.1.6.</b> Clasificación de los inhibidores.....	36
<b>Figura 1.1.7.</b> Tautomería de la curcumina.....	39
<b>Figura 1.1.8.</b> Complejo metálico.....	40
<b>Figura 1.1.9.</b> Formación de Base de Schiff.....	41
<b>Capítulo 2.</b>	
<b>Figura 2.</b> Curvas características Tafel .....	47
<b>Figura 2.1.</b> Circuito equivalente Randles.....	48
<b>Figura 2.2.</b> Espectro de impedancias.....	49
<b>Figura 2.3.</b> Movimiento de carga en protón .....	56
<b>Capítulo 3.</b>	
<b>Figura 3.1.</b> Probetas acero al carbón 1018.....	60
<b>Figura 3.2.</b> Soldadura de alambre de cobre y acero 1018.....	61
<b>Figura 3.3.</b> Resina cristal, electrodos encapsulados.....	61



<b>Figura 3.4.</b> Curcuma en polvo.....	62
<b>Figura 3.5.</b> Rotavapor.....	62
<b>Figura 3.6.</b> Resina curcuma.....	63
<b>Figura 3.7.</b> Celda de 3 electrodos.....	65
<b>Figura 3.8.</b> Probetas para test gravimetría.....	66
<b>Figura. 3.9.</b> Desbaste.....	67
<b>Figura. 3.1.1.</b> Test de inmersión.....	67
<b>Figura 3.1.2.</b> Preparación de ácido inhibido.....	68
<b>Figura.3.1.3.</b> Probetas después de test de inmersión.....	68
<b>Figura. 3.1.4.</b> Probetas tratadas con ácido inhibido.....	69
<b>Figura. 3.1.5.</b> Obtención de la curcumina.....	70
<b>Figura. 3.1.6.</b> Microscopio Electrónico de Barrido.....	72
<b>Figura. 3.1.7.</b> Síntesis del complejo metálico.....	73
<b>Figura. 3.1.8.</b> Obtención de la Imina-I.....	74
<b>Figura. 3.1.9.</b> Preparación de la Imina-I.....	75
 <b>Capítulo 4</b>	
<b>Figura 4.</b> Curvas de polarización inhibidor cúrcuma.....	79
<b>Figura 4.1.</b> Curvas de polarización sin inhibidor.....	80
<b>Figura 4.1. (a)</b> Curvas de polarización 1000ppm.....	82
<b>Figura 4.1. (b)</b> Diagrama de Nyquist.....	83



<b>Figura 4.1. (c)</b> Diagrama de Nyquist 400ppm.....	84
<b>Figura 4.1. (d)</b> Diagrama de Bode 400ppm.....	85
<b>Figura 4.1. (e)</b> Diagrama de Bode modulo.....	86
<b>Figura 4.1. (f)</b> Diagrama de Bode 1000ppm.....	87
<b>Figura 4.1. (g)</b> Diagrama de carga y descarga.....	87
<b>Figura 4.1. (h)</b> Diagramas de Bode (ángulo de fase).....	88
<b>Figura 4.1. (j)</b> Diagrama gravimétrico.....	90
<b>Figura 4.1. (k)</b> Isoterma de adsorción Lagmuir.....	91
<b>Figura 4.1 (l).</b> Isoterma de adsorción Temkin.....	92
<b>Figura 4.1. (m)</b> Isotermas de adsorción Frumkin.....	92
<b>Figura 4.1.(n)</b> Microscopia electrónica de barrido.....	94
<b>Figura 4.1.1</b> Curvas de polarización curcumina.....	95
<b>Figura 4.1.1. (a)</b> Curvas de polarización 400ppm.....	96
<b>Figura 4.1.1. (b)</b> Curvas de polarización 1000ppm.....	97
<b>Figura 4.1.2. (a)</b> Curvas de Nyquist adición DMSO.....	98
<b>Figura 4.1.2. (b)</b> Diagrama de Nyquist.....	99
<b>Figura 4.1.2. (c)</b> Diagrama de Nyquist 800ppm.....	100
<b>Figura 4. 2.</b> Diagrama de Bode.....	101
<b>Figura 4.2. (a)</b> Diagrama Bode modulo.....	102
<b>Figura 4.2. (b)</b> Diagrama Bode ángulo de fase.....	102
<b>Figura 4.3.</b> Diagrama gravimétrico.....	104
<b>Figura 4.3. (a)</b> Isoterma de adsorción Lagmuir.....	105



<b>Figura 4.3. (b)</b> Isoterma de adsorción Temkin.....	105
<b>Figura 4.3. (c)</b> Isoterma de adsorción Frumkin.....	106
<b>Figura 4.4.</b> Microscopia electrónica de barrido.....	107
<b>Figura 4.5.</b> Microscopia electrónica de barrido.....	108
<b>Figura 4.6.</b> Resonancia magnética nuclear.....	109
<b>Figura 4.6. (a)</b> Curvas de polarización inhibidor complejo metálico.....	110
<b>Figura. 4.6. (b)</b> Curvas de polarización 100ppm.....	111
<b>Figura 4.6. (c)</b> Curvas de polarización 1000ppm.....	111
<b>Figura 4.6. (d)</b> Diagrama de Nyquist.....	112
<b>Figura 4.6. (e)</b> Diagramas de Bode.....	113
<b>Figura 4.6. (f)</b> Diagramas de Bode ángulo de fase.....	114
<b>Figura 4.6. (g)</b> Test gravimétrico.....	115
<b>Figura 4.6. (h)</b> Isoterma de adsorción Lagmuir.....	116
<b>Figura 4.6. (i)</b> Isoterma de adsorción Temkin.....	117
<b>Figura 4.6. (j)</b> Isoterma de adsorción Frumkin.....	117
<b>Figura 4.7.</b> Microscopia electrónica de barrido.....	118
<b>Figura 4.8.</b> Microscopia electrónica de barrido.....	119
<b>Figura 4.8. (a)</b> Espectros FT-IR.....	120
<b>Figura 4.8. (a)</b> Espectros FT-IR.....	120
<b>Figura 4.8. (b)</b> Espectro RMN.....	121
<b>Figura 4.8. (C)</b> Espectro de masas.....	123
<b>Figura 4.8. (d)</b> Curvas de polarización inhibidor Imina-I.....	124



<b>Figura 4.8. (e)</b> Diagramas de Nyquist.....	125
<b>Figura 4.8. (f)</b> Diagramas de Bode.....	126
<b>Figura 4.8. (g)</b> Diagramas de Bode ángulo de fase.....	127
<b>Figura 4.8. (h)</b> Test gravimétrico.....	128
<b>Figura 4.8. (i)</b> Isoterma de adsorción Lagmuir.....	129
<b>Figura 4.8. (j)</b> Isoterma de adsorción Frumkin.....	129
<b>Figura 4.8. (k)</b> Isoterma de adsorción Temkin.....	130
<b>Figura 4.9.</b> Microscopia electrónica de barrido.....	131
<b>Figura 4.9.1.</b> Microscopia electrónica de barrido.....	132
<b>Figura 4.9.1.(a)</b> Microscopia electrónica de barrido.....	133
<b>Figura 4.9.1. (b)</b> Espectro RMN.....	134
<b>Figura 4.9.1. (c)</b> Espectro de masas.....	134
<b>Figura 4.9.1. (d)</b> Curvas de polarización Bases de Schiff 1.....	135
<b>Figura 4.9.1. (e)</b> Diagramas de Nyquist .....	136
<b>Figura 4.9.1. (f)</b> Diagramas de Bode modulo .....	137
<b>Figura 4.9.1. (g)</b> Diagramas de Bode ángulo de fase.....	138
<b>Figura 4.9.1. (h)</b> Test gravimétrico.....	139
<b>Figura 4.9.1. (i)</b> Isoterma de adsorción Lagmuir.....	140
<b>Figura 4.9.1. (j)</b> Isoterma de adsorción Temkin.....	140
<b>Figura 4.9.1. (k)</b> Isoterma de adsorción Frumkin.....	141
<b>Figura 4.9.2.</b> Microscopia electrónica de barrido.....	142
<b>Figura 4.9.3.</b> Microscopia electrónica de barrido.....	142



<b>Figura 4.9.4. (a)</b> Curvas de polarización Base de Schiff 2.....	144
<b>Figura 4.9.4. (b)</b> Diagramas de Nyquist.....	145
<b>Figura 4.9.4. (c)</b> Diagramas de Bode modulo.....	146
<b>Figura 4.9.4. (d)</b> Diagramas de Bode ángulo de fase.....	147
<b>Figura 4.9.4. (e)</b> Test gravimétrico.....	148
<b>Figura 4.9.4. (f)</b> Isoterma de adsorción Lagmuir.....	149
<b>Figura 4.9.4. (g)</b> Isoterma de adsorción Temkin.....	149
<b>Figura 4.9.4. (h)</b> Isoterma de adsorción Frumkin.....	150
<b>Figura 4.9.5.</b> Microscopia electrónica de barrido.....	151
<b>Figura 4.9.6.</b> Microscopia electrónica de barrido.....	152
<b>Figura 4.9.6. (a)</b> Curvas de polarización Base de Schiff 3.....	153
<b>Figura 4.9.6. (b)</b> Diagramas de Nyquist.....	154
<b>Figura 4.9.6. (c)</b> Diagramas de Bode modulo.....	155
<b>Figura 4.9.6. (d)</b> Diagramas de Bode ángulo de fase.....	155
<b>Figura 4.9.6. (e)</b> Test gravimétrico.....	156
<b>Figura 4.9.6. (f)</b> Isoterma de adsorción Lagmuir.....	157
<b>Figura 4.9.6. (g)</b> Isoterma de adsorción Temkin.....	158
<b>Figura 4.9.6. (h)</b> Isoterma de adsorción Frumkin.....	158
<b>Figura 4.9.7.</b> Microscopia electrónica de barrido.....	159
<b>Figura 4.9.8.</b> Microscopia electrónica de barrido.....	160
<b>Figura 4.9.8. (a)</b> Circuito simple 100ppm curcuma.....	161
<b>Figura 4.9.8. (b)</b> Espectros de impedancia 100ppm.....	162





<b>Figura 4.9.8. (c)</b> Circuito 200ppm.....	162
<b>Figura 4.9.8. (d)</b> Espectros de impedancia.....	162
<b>Figura 4.9.8. (e)</b> Circuito simple 800ppm inhibidor curcumina.....	163
<b>Figura 4.9.8. (f)</b> Espectros de impedancia.....	163
<b>Figura 4.9.8. (g)</b> Circuito 1000ppm.....	163
<b>Figura 4.9.8. (h)</b> Espectros de impedancia.....	164
<b>Figura 4.9.8. (i)</b> Circuito complejo metálico 100ppm.....	164
<b>Figura 4.9.8. (j)</b> Espectro de impedancia.....	164
<b>Figura 4.9.8. (k)</b> Circuito 1000ppm.....	165
<b>Figura 4.9.8. (l)</b> Espectros de impedancia.....	165
<b>Figura 4.9.8. (m)</b> Circuito 100ppm Imina-I.....	165
<b>Figura 4.9.8. (n)</b> Espectros de impedancia.....	166
<b>Figura 4.9.8. (o)</b> Circuito 1000ppm.....	166
<b>Figura 4.9.8. (p)</b> Espectros de impedancias.....	166
<b>Figura 4.9.9. (a)</b> Circuito 100ppm Base de Schiff 1.....	167
<b>Figura 4.9.9. (b)</b> Espectros de impedancias.....	167
<b>Figura 4.9.9. (c)</b> Circuito 800ppm.....	167
<b>Figura 4.9.9. (d)</b> Espectros de impedancia.....	168
<b>Figura 4.9.9. (e)</b> Circuito 1000ppm.....	168
<b>Figura 4.9.9. (f)</b> Espectros de impedancia.....	168
<b>Figura 4.9.9. (g)</b> Circuito 400ppm Base de Schiff 2.....	169
<b>Figura 4.9.9. (h)</b> Espectro de impedancias.....	169



<b>Figura 4.9.9. (i)</b> Circuito 600ppm.....	169
<b>Figura 4.9.9. (j)</b> Espectros de impedancias.....	170
<b>Figura 4.9.9. (k)</b> Circuito 1000ppm.....	170
<b>Figura 4.9.9. (l)</b> Espectros de impedancias.....	170
<b>Figura 4.9.9. (m)</b> Circuito 100ppm Base de Schiff 3.....	171
<b>Figura 4.9.9. (n)</b> Espectros de impedancias.....	171
<b>Figura 4.9.9. (o)</b> Circuito 400ppm.....	171
<b>Figura 4.9.9. (q)</b> Espectros de impedancias.....	172
<b>Figura 4.9.9. (r)</b> Circuito 1000ppm.....	172

## Resumen.

El presente trabajo de investigación muestra una alternativa para reducir el proceso de corrosión en acero al carbón 1018, prolongado la vida útil de este material, debido a que el proceso de corrosión es irreversible y el metal tiende a regresar a su forma primitiva de menor energía. En este proyecto de inhibidores de corrosión, el punto de partida es procedente de una fuente



natural, la cual es una excelente opción, además de encontrarse cada vez más en diversos estudios de electroquímica sobre plantas y semillas, se está profundizando en la búsqueda de nuevos métodos que impliquen menores factores adversos hacia el medio ambiente. Este trabajo está enfocado en un inhibidor natural la curcumina extraído de la cúrcuma la cual es la principal materia prima para la elaboración de un complejo metálico y una base de Schiff, los cuales actúan como una barrera de protección contra la corrosión. La base de Schiff sintetizada a partir de la curcumina es comparada con 3 bases convencionales de Schiff, los inhibidores fueron sometidos a un medio ácido corrosivo por medio de pruebas electroquímicas (polarización, impedancia electroquímica y gravimetría), y por último se utilizó la microscopía electrónica de barrido para el análisis de la superficie. La caracterización de los inhibidores se realizó por medio de tres técnicas las cuales fueron Resonancia Magnética Nuclear del Protón, Espectroscopía Infrarroja y Espectrometría de Masas para corroborar su formación.

El inhibidor que mostro mayor eficiencia fue el complejo metálico con eficiencias superiores al 80% con una isoterma de adsorción perteneciente a Langmuir representando un proceso de quimisorción, este inhibidor es catódico y su eficiencia aumenta con la concentración del inhibidor, el orden de eficiencias que siguen estos inhibidores es la siguiente: imina-1 < curcumina < curcuma < Base de Schiff 2 < Base de Schiff 1 < Base de Schiff 3 < complejo metálico.

### **Abstract**

The present research work shows an alternative to reduce the corrosion process in steel to the carbon 1018, prolong the useful life of this material, because the process of corrosion is irreversible and the metal tends to return to its primitive form of lower energy. In this project of corrosion inhibitors the



starting material comes from a natural source which is an excellent option, besides that there are more electrochemical studies of plants and seed used as inhibitor corrosion, it is search for new methods that imply lower adverse factors towards the environment. This work is focused on a natural inhibitor, curcumin extracted from turmeric which it is the main material for the synthesis of metallic complex with a Schiff base which acts as barrier protection against corrosion. These inhibitors and each one of the raw materials that are used for its formation of Schiff base are compared with 3 conventional Schiff ba

ses, the inhibitors were tested in a corrosive medium acid by electrochemical tests (polarization, electrochemical impedance and gravimetry) and scanning electron microscopy for the analysis of the surface. The inhibitors characterization was carried out for three techniques, Nuclear Magnetic Resonance of Proton, Infrared Spectroscopy and Mass Spectrometry to corroborate the formation the each one. The inhibitor that showed greater efficiency was the complex metallic with efficiencies greater than 80% with an adsorption isotherm belonging to Langmuir representing a chemisorption process, this inhibitor is cathodic and its efficiency increases with the concentration of the inhibitor, the order of efficiencies of the inhibitors analyzed in this work are follows: imian-I < curcumin < curcuma < Schiff base 2 < Schiff base 1 < Schiff base 3 < metallic complex.

### **Agradecimientos.**



Y el principal a agradecimiento a Dios por ser mi fuerza motora en cada instante de mi vida, por darme la oportunidad de vivir y realizar este logro, por siempre ayudarme a salir adelante a pesar de todos los conflictos, porque sin tu ayuda esto no sería hoy posible.

**¡La ciencia es y siempre será la máxima expresión de Dios!**

# Capítulo 1



## Capítulo 1.

### 1. Introducción.

#### 1.1. Antecedentes históricos.

Desde que el hombre comenzó a utilizar los minerales extraídos de la naturaleza, la corrosión ha sido la causa más importante para el deterioro de estos materiales debido a que la corrosión convalida la ley universal de la entropía, en la cual todo tiende a un estado de mayor caos y desorden.

Actualmente ya existen diferentes sistemas de protección que nos ayudan a controlar los procesos de corrosión, fenómeno natural que sucede espontáneamente donde los costos de la corrosión implican una parte importante del producto interno bruto (PIB) ya que estos sucesos ocurren en un amplio campo de ejemplos, que van desde la corrosión de una gran estructura metálica colocada en un medio agresivo, a la de los implantes metálicos colocados en el cuerpo humano [1].

#### 1.2. Surgimiento de la metalurgia.

La metalurgia es una disciplina compleja en la que intervienen un elevado número de variables cuya relación se describe empleando generalmente la física y la química, pero además la ingeniería. Hace unos cien años se transformó la artesanía metalúrgica en actividad científica sentando las bases de una auténtica industria. A ello contribuyeron, principalmente, Sorby en Inglaterra, quien en 1863 emplea por primera vez el microscopio para el análisis de metales; Gibbs enuncia la regla de fases que posteriormente Bakhuis Roozeboom aplica en Alemania en 1885 al estudio de aleaciones, publicando en 1900 por primera vez el diagrama hierro-carbono. Además, se contaba con el primer termopar para medidas de altas temperaturas desarrollado por Le Chatelier. Posteriormente, hacia 1910, se aplican



técnicas como la microscopía metalográfica y en 1915 los rayos X se incorporan a la cultura metalúrgica. [2]

En la actualidad se ha ampliado el campo de la metalurgia tradicional, incluyendo no sólo a los metales y aleaciones, sino también a cerámicos, vidrios, polímeros, etc. Llamándose por ello con el nombre de ciencia de los materiales.

En la actualidad la tendencia es la de desarrollar productos donde la componente económica más importante sea, no la materia prima, como en el pasado, sino el Know-How que contiene. Estamos pasando de una era de la información, en la que estamos bombardeados de datos en la que aprendemos a sintetizar e integrar esta cantidad de información en conjuntos únicos y completos. [3]

### **1.3. Historia de la electroquímica.**

Los antecedentes acerca del conocimiento de la electricidad, Charles-Augustin de Coulomb (Teoría de atracción electrostática) en 1781 y los estudios de Joseph Priestley en Inglaterra, se logró pavimentar el camino para el nacimiento científico de la electroquímica.

Es durante finales del siglo XVIII, el anatomista y médico italiano Luigi Galvani marcó el nacimiento de la electroquímica de forma científica al descubrir el fenómeno que ocurría, al pasar electricidad por las ancas de rana y nuevamente al tocar ambos extremos de los nervios empleando el mismo escalpelo descargado. Dichas observaciones las publicó en su ensayo “De Viribus Electricitatis in Motu Musculari Commentarius” .

Faraday realizó varios experimentos electroquímicos que le permitieron relacionar de forma directa materia con electricidad tras observar cómo se depositan las sales presentes en una celda electrolítica al pasar una corriente





eléctrica través, determinó que la cantidad de sustancia depositada es directamente proporcional a la cantidad de corriente circulante, y que para una cantidad de corriente dada, los distintos pesos de sustancias depositadas están relacionados con sus respectivos equivalentes químicos.

Faraday propuso dar el nombre de electrólisis a la ruptura de moléculas por una corriente eléctrica. Llamó electrolito a la solución a través de la cual fluía la corriente, electrodos a las varillas de metal introducidas en la solución, y evitó llamarles polos opuestos, pues demostró que no eran polos de fuerza. Al electrodo positivo le llamó ánodo y al negativo cátodo. A las cargas en movimiento a través de la solución las llamó iones, que quiere decir viajero en griego. Y a los iones que viajan en dirección al ánodo los llamo aniones y a los que se dirigen al cátodo cationes.

En 1834, publica las leyes de Faraday de la electrólisis expresan relaciones cuantitativas basadas en sus investigaciones electroquímicas.

A partir del siglo XX, la electroquímica permitió el descubrimiento de la carga del electrón por Millikan, y el establecimiento de la moderna teoría de ácidos y bases de Brønsted y Lowry, así como el estudio de disciplinas tan importantes como las áreas médicas y biológicas con la electroforesis, desarrollada por Arne Tiselius en 1937.

Dichas contribuciones han permitido que en la actualidad la electroquímica se emparente a temas tan diversos que van desde la electroquímica cuántica de Revaz Dogonadze o Rudolph A. Marcus, hasta las celdas fotovoltaicas y quimioluminiscencia. [4]



#### 1.4. Leyes electroquímicas de Faraday y los antecedentes de la electroquímica

“Cuando la descomposición electroquímica tiene lugar, hay grandes razones para creer que la cantidad de materia descompuesta no es proporcional a la intensidad, si no a la cantidad de electricidad pasada” *Faraday*.

A Faraday le tomo gran trabajo distinguir entre la cantidad e intensidad de corriente eléctrica. Faraday encontró la nomenclatura electroquímica prevaleciente innecesariamente confusa y propuso el empleo del termino electrodo en lugar de polo, el sugirió el uso de los términos ánodo, cátodo, electrolito, electrolizar, ion, catión y anión. Faraday, primero hizo pruebas de la ley electrolítica definida en agua, bajo una variedad de condiciones. Cuando investigaba el efecto de la variación del tamaño de los electrodos, la intensidad de corriente y la concentración de la solución del ácido sulfúrico usada, halló que ninguno de estos tres factores afectó la magnitud de acción química si la cantidad de electricidad permanecía constante. También encontró que la ley de la acción electroquímica definida, era válida para otras soluciones acuosas aparte de las del ácido sulfúrico. Por lo tanto, Fáraday estableció sus conclusiones finales:

“que cuando era sometida a la influencia de la corriente eléctrica, una cantidad de ella (agua) era descompuesta, exactamente en proporción a la cantidad de electricidad que había pasado...”

Para establecer ampliamente la validez de la ley electroquímica, Fáraday recurrió al uso de electrodos de diferentes sustancias, así también como al uso de arreglos en los que el metal bajo investigación era empleado como electrodo positivo, de manera que habría una transferencia directa del metal de un electrodo al otro. De estos últimos experimentos felizmente Faraday encontró que el electrodo positivo perdía tanto peso como el electrodo



negativo lo ganaba y todo en proporción equivalente al agua descompuesta en el voltámetro, el poder químico de una corriente de electricidad está en proporción directa a la cantidad absoluta de electricidad que pasa. Ello demuestra, también, que no solo es cierto para una substancia como el agua, si no en general para todas las substancias electrolíticas. [5]

### 1.5. Ley de Ohm

La ley de ohm postulada en 1827 por el físico y matemático alemán Georg Simon Ohm postula que “la corriente que circula por un circuito eléctrico cerrado, es directamente proporcional a la tensión que tiene aplicada, e inversamente proporcional a la resistencia que ofrece a su paso la carga que tiene conectada”. Para esto debemos conocer tres conceptos. Corriente, Voltaje y Resistencia. La relación entre estos conceptos es la llamada ley.

Intensidad de corriente: La intensidad de corriente eléctrica (I) es la cantidad de electricidad o carga eléctrica (Q) que circula por un circuito en la unidad de tiempo (t). Para denominar la Intensidad de corriente se utiliza la letra I y su unidad es el Amperio(A).

$$I = \frac{Q}{t}$$

Dónde:

I: Intensidad de corriente expresada en Amperios(A)

Q: Carga eléctrica expresada en Culombios(C)

t: Tiempo expresado en segundos (seg.)

Voltaje: Es la fuerza que deja a los electrones que puedan tener movimiento a través del material conductor. Su unidad de medición son los voltios. El voltio puede ser definido como la diferencia de potencial existente entre dos



puntos tales que hay que realizar un trabajo de 1 Joule para trasladar la carga de 1Coulomb

$$V = \frac{J}{C}$$

Dónde:

V: Volt

J: Joule

C: Coulomb

Resistencia: Es la obstrucción que se le presenta a los electrones dentro de un conducto. Su unidad de medición son los ohmios ( $\Omega$ )

La ley de ohm dice que la intensidad que circula por un conductor de electricidad es directamente suministrada a la variación de voltaje y paralela e inversamente a la resistencia. Su importancia es debido a que en un circuito se puede saber desde antes la forma en que va funcionar antes de conectar. Teniendo en cuenta la información de dos de los tres elementos que se manejan.

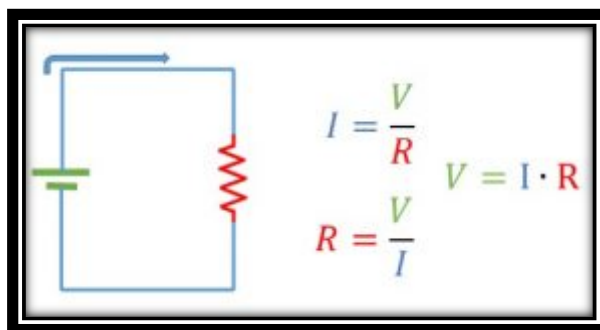


Figura 1.Ley de Ohm.



### Comportamiento de la corriente.

En las siguientes figuras representamos el eje vertical como la corriente y la horizontal es el voltaje. La línea azul explica como la corriente aumenta en cuanto se le va agregando más voltaje y caso contrario es que va disminuyendo. Por otro lado, en la segunda grafica representa el eje vertical como la corriente y la horizontal como la resistencia. La línea naranja nos muestra que cuando no hay resistencia la corriente tiende a llegar a infinito, pero cuando ya se le va agregando más resistencia hay una disminución de corriente que tiende a llegar muy cerca de cero. Hasta el momento todavía no existe ningún dispositivo que pueda soportar la corriente infinita, ya que solamente pueden soportar cierta cantidad de amperaje. Al hacer que un conductor tenga flujos muy altos de corriente que no alcancen a soportar hace que se fundan, saquen chispas o quemen debido a que no pueden almacenar tanta energía, a este fenómeno se le llama corto circuito. [6]

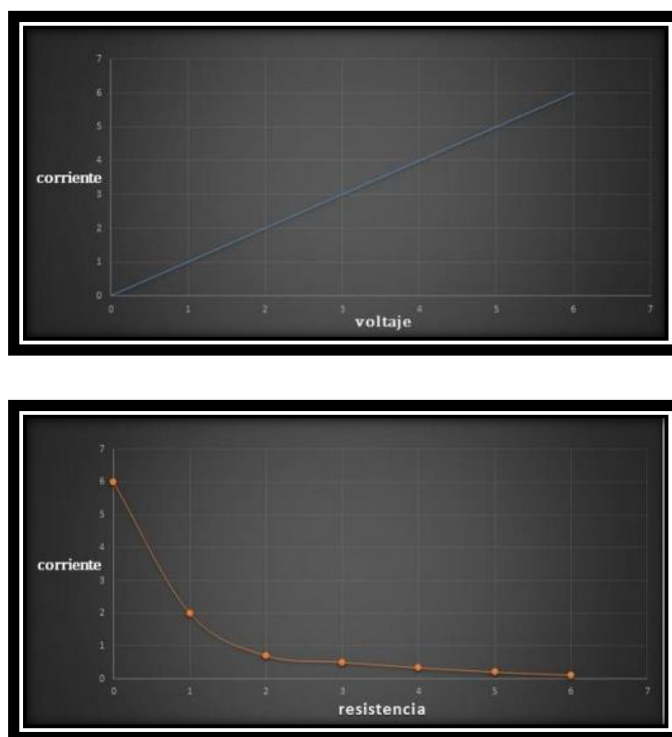


Figura 1.1 Comportamiento de la corriente.



## 1.6. Leyes de la Electrólisis

Los siguientes conceptos son referidos a la corriente eléctrica necesarios para comprender el significado de las leyes de Faraday:

1) La cantidad de electrones (electricidad) que circulan por un conductor se mide en Coulomb.

$$q = \text{carga} \rightarrow [q] = \text{coulomb}$$

2) La intensidad de la corriente (caudal de electrones) expresa la cantidad de electricidad que circula por un conductor por unidad de tiempo. La intensidad de la corriente se mide en Amperes.

$$i = q/t \Rightarrow q = i.t \rightarrow [i] = A$$

3) Cuando una fuente fuerza a los electrones a circular por un conductor, se presenta una resistencia al flujo de corriente y se produce una caída de potencial. La resistencia eléctrica se mide en Ohms, y la diferencia de potencial en Voltios.

$$E = i.R \rightarrow [E] = V \text{ y } [R] = \text{ohm}$$

Primera Ley de Faraday:

La masa de un elemento depositada en un electrodo es proporcional a la cantidad de electricidad que pasa a través de la solución del electrólito o del electrólito fundido.

Cuando se realiza, por ejemplo la electrólisis de una solución de sulfato cúprico (CuSO<sub>4</sub>) sucede lo siguiente (Figura 3.)

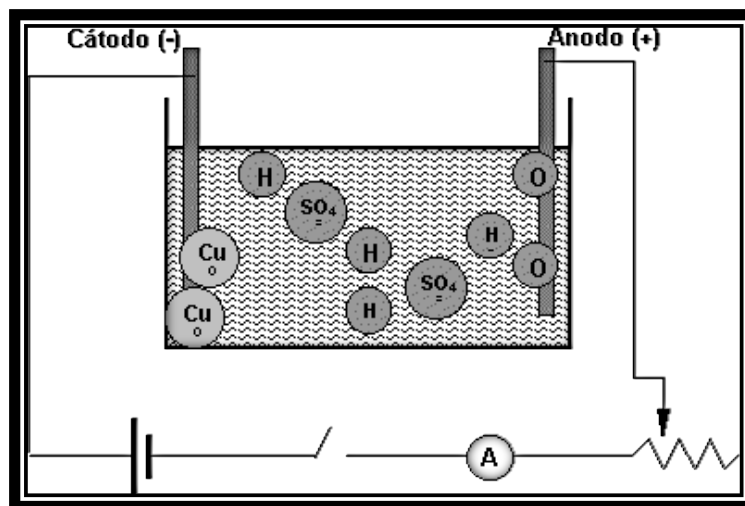
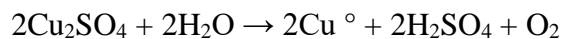
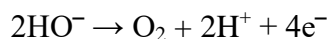
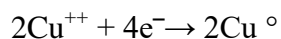
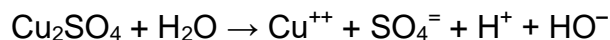


Figura 1.2 Celda electroquímica

Al aplicar una diferencia de potencial a los electrodos, el ion cobre se mueve hacia el cátodo, adquiere dos electrones y se deposita en el electrodo como elemento cobre. El ion sulfato, al descargarse en el electrodo positivo, es inestable y se combina con el agua de la disolución formando ácido sulfúrico y oxígeno.



Cuando circula más corriente (más coulombios) más cobre se deposita, pues más electrones han circulado permitiendo que más iones cobre (Cu<sup>++</sup>) se conviertan en elemento cobre (Cu<sup>°</sup>).



Segunda Ley de Faraday:

Las masas de elementos que se depositan en los electrodos son proporcionales a los equivalentes químicos. Recordemos que el equivalente químico de un elemento es el cociente entre el peso atómico grammo de ese elemento y su valencia:

$$Eq = Pa/V$$

Para probar esta segunda ley se hace pasar la misma cantidad de electricidad a través de varias cubas con diferentes soluciones salinas, como indica la Figura 4, midiendo la cantidad de plata y de cobre depositados en el cátodo se llega a la comprobación de la ley:

$$m_{Ag^+} / m_{Cu^{++}} = Eq_{Ag} / Eq_{Cu}$$

$$m_{Ag^+} / m_{Cu^{++}} = 107,8/31,75$$

de tal manera que las masas de plata y de cobre depositadas en los electrodos se hallan en relación de: 107,8 /31,75. [7]

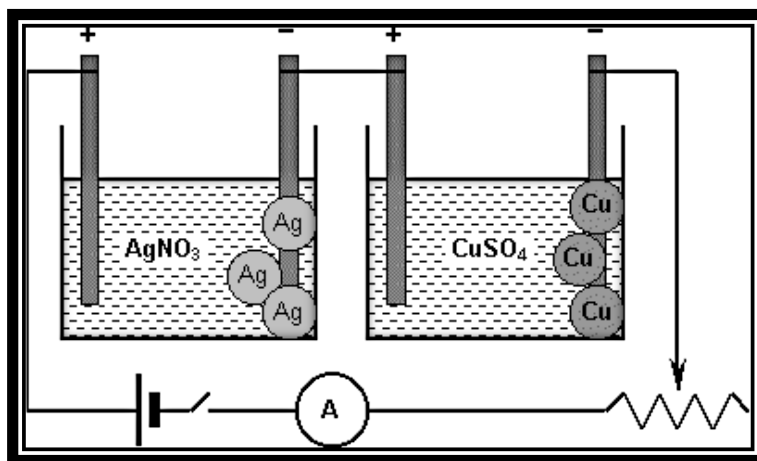


Figura 1.3 Celda electroquímica 2.





Número de Faraday:

Para depositar el equivalente químico de cualquier elemento se necesita la misma cantidad de electricidad. La constante o número de Faraday (F) es de 96500 coulomb/mol (96494).

Por ejemplo, para depositar: 1,008 gr de H<sup>+</sup>, 107,8 gr de Ag<sup>+</sup>, 63.5 gr de Cu<sup>+</sup> son necesarios 96500 coulomb/mol. Los siguientes ejemplos muestran la relación entre los moles de electrones transferidos y la constante de Faraday:

El Na<sup>+</sup> en disolución acuosa gana un electrón en el cátodo y se deposita 1 mol de Na metálico, consumiéndose 1 mol de electrones que corresponden a una carga de 96.500 coulomb (1 F).

El Mg<sup>2+</sup> en disolución acuosa gana dos electrones en el cátodo y se deposita 1 mol de Mg metálico, consumiéndose 2 moles de electrones que corresponden a una carga de 2×96.500 coulomb (2 F).

Vale aclarar que: 96500 coulomb = flujo de 6,02·10<sup>23</sup> electrones (número de Avogadro), de lo que se deduce que la carga de un electrón es 1,6·10<sup>-19</sup> coulomb.

$$F = N_A \cdot e^-$$

Equivalente electroquímico: Se llama equivalente electroquímico a la masa de un elemento depositada durante la electrólisis, por la carga de un coulomb.

$$E_E = E_q \cdot F$$

En todos los casos, la cantidad de material que se deposita en cada electrodo al pasar la corriente por un electrolito sigue las leyes de Faraday.



Todos los cambios químicos implican una reagrupación o reajuste de los electrones en las sustancias que reaccionan; por eso puede decirse que dichos cambios son de carácter eléctrico. Para producir una corriente eléctrica a partir de una reacción química, es necesario tener un oxidante, es decir, una sustancia que gane electrones fácilmente, y un reductor, es decir, una sustancia que pierda electrones fácilmente.[8]

### 1.7. Equilibrio químico.

El estado de equilibrio para un sistema químico está caracterizado por unas concentraciones o presiones parciales de reactivos y productos que permanecen inalteradas en el tiempo. Las concentraciones o presiones de equilibrio dependen de los valores iniciales y de la temperatura. Sin embargo, los equilibrios químicos son dinámicos y, por tanto, un cambio en las condiciones que los hacen posibles determina unas nuevas condiciones de equilibrio.

El principio de Le Chatelier

Cuando un sistema químico está en equilibrio ( $Q = K$ ) y se le somete a una perturbación, el sistema evoluciona espontáneamente hacia un nuevo estado de equilibrio, que se caracteriza por unas concentraciones de reactivos y productos que cumplen la condición de equilibrio  $Q = K$ .

Existen tres variables que afectan al estado de equilibrio:

- Cambios en la concentración de las especies reaccionantes.
- Cambios en la presión y el volumen.
- Efecto de la temperatura.

La constante de equilibrio permite analizar cuantitativamente las alteraciones del estado de equilibrio; sin embargo, muchas veces no se dispone de información suficiente para llevar a cabo cálculos cuantitativos, por lo que es



necesario un análisis cualitativo de la respuesta de un sistema ante una perturbación. El principio de Le Chatelier es una herramienta cualitativa que indica la dirección del desplazamiento del equilibrio. Establece que un cambio o perturbación en cualquiera de las variables que determinan el estado de equilibrio de un sistema químico, produce un desplazamiento del equilibrio en el sentido de contrarrestar o minimizar el efecto causado por la perturbación.[9]

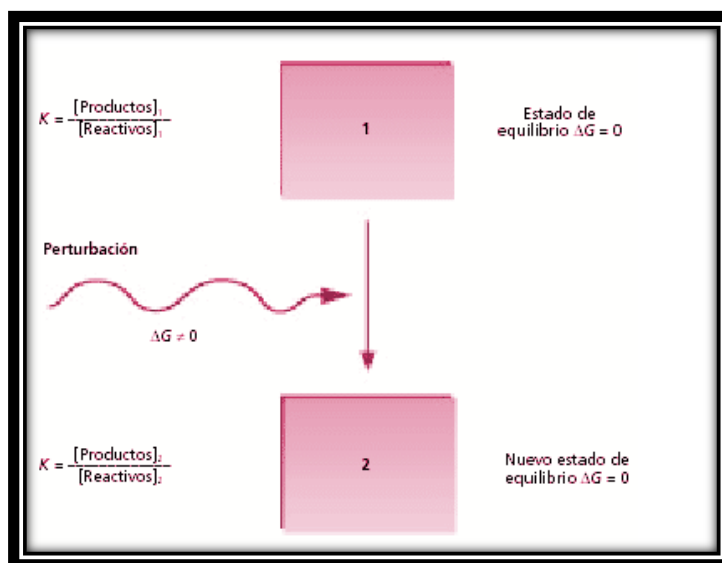
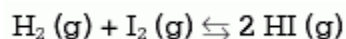


Figura 1.4. Ley de Le Chatelier

Cambios en las concentraciones de las especies reaccionantes

En el equilibrio químico:



El cociente de reacción es:

$$Q = \frac{[\text{HI}]^2}{[\text{H}_2][\text{I}_2]}$$



Si se añade hidrógeno,  $Q < K$  para que el equilibrio se restablezca, es necesario que se incremente la concentración de HI (g) y que se reduzcan las concentraciones de  $H_2$  (g) y  $I_2$  (g). Entonces, el equilibrio se desplaza en el sentido de formación de HI (g), ya que ésa es la dirección de la reacción en que se consume el hidrógeno introducido. Si se incrementa desde el exterior la concentración de HI, el equilibrio se desplaza en el sentido de la descomposición de HI, restableciéndose, ya que  $Q > K$ .

### Cambios en presión y volumen

Para una reacción química cualquiera, un aumento de la presión (o disminución del volumen) provoca un desplazamiento del equilibrio en el sentido en el que se produce un menor número de moles de gas. Una reducción de la presión (o un aumento del volumen) desplaza el equilibrio en el sentido en el que se produce un mayor número de moles de gas como se observa en la Figura 6. En las reacciones químicas en las que sólo participan sólidos y líquidos, los cambios de presión casi no afectan al estado de equilibrio, puesto que sólidos y líquidos son prácticamente incompresibles.

● $\Delta [\text{reactivos}] > 0$	→
● $\Delta [\text{reactivos}] < 0$	←
● $\Delta [\text{productos}] > 0$	←
● $\Delta [\text{productos}] < 0$	→
● $\Delta T > 0$ (exotérmicas)	←
● $\Delta T > 0$ (endotérmicas)	→
● $\Delta T < 0$ (exotérmicas)	→
● $\Delta T < 0$ (endotérmicas)	←
● $\Delta p > 0$ Hacia donde menos n° moles de gases	
● $\Delta p < 0$ Hacia donde más n° moles de gases	

Figura 1.5. Variaciones en el equilibrio



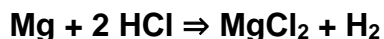
## Influencia de la temperatura

El valor de la constante de equilibrio depende de la temperatura. Si ésta se modifica en un sistema en equilibrio, se altera el valor numérico de la constante y el sistema abandona el estado de equilibrio. En las reacciones exotérmicas, la constante de equilibrio disminuye al aumentar la temperatura, mientras que en una reacción endotérmica la constante de equilibrio aumenta con la temperatura. [10]

## 1.8. Procesos reversibles e irreversibles

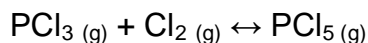
### Reacciones químicas irreversibles

Se producen cuando uno o más compuestos químicos reaccionantes se agotan y no es posible volver a obtener las sustancias originales, es una reacción que transcurre en un solo sentido. Se expresa con el símbolo  $\Rightarrow$ . Por ejemplo:



## 1.9. Reacciones químicas reversibles

Son aquellas en las que los reactivos dan lugar a productos (reacción directa) y que a su vez los productos reaccionan entre si generando de nuevo los reactivos (reacción inversa). La reacción transcurre en ambos sentidos y se expresa con el símbolo  $\leftrightarrow$ . Por ejemplo



Las reacciones reversibles pueden conducir a un estado de equilibrio químico. [11]



### 1.1.1. Equilibrio termodinámico.

Veamos ahora la característica del estado de equilibrio termodinámico: sistema que se halla en equilibrio mecánico si la resultante de las fuerzas que actúan sobre él es nula. Se halla en equilibrio térmico si todas las partes o cuerpos que lo forman están a la misma temperatura, y se halla en equilibrio químico si en su interior no se produce ninguna reacción química. De un sistema que está en equilibrio mecánico, térmico y químico se dice que está en equilibrio termodinámico. Esta definición implica que si un sistema no se halla en equilibrio termodinámico tenderá de modo espontáneo y con independencia de cualquier acción externa hacia un estado en que este equilibrio sea satisfecho.

Cuando se alcanza el equilibrio, la celda electrolítica no puede proporcionar más tensión, en una semicelda se está sufriendo la oxidación, cuanto más cerca del equilibrio se encuentra el ion/átomo con el estado de oxidación más positivo, tanto más potencial va a dar esta reacción. Del mismo modo, en la reacción de reducción, cuanto más lejos del equilibrio se encuentra el ion/átomo con el estado de oxidación más negativo, más alto es el potencial, es por eso que una pila se agota cuando la reacción química que la mantiene llega al equilibrio en ese momento el potencial es nulo, no hay transformación neta cuando se llega al equilibrio, no tiende a desplazarse hacia ningún sentido y el sistema permanecerá en ese estado hasta que vuelva a ser perturbado ya se modificó concentración, presión, temperatura etc. En una reacción en equilibrio ni la reacción directa ni la inversa son espontáneas. [12]

### 1.1.2. Corrosión un proceso espontáneo

Una característica importante de los procesos de corrosión es que los eventos ocurren espontáneamente en la naturaleza, en términos

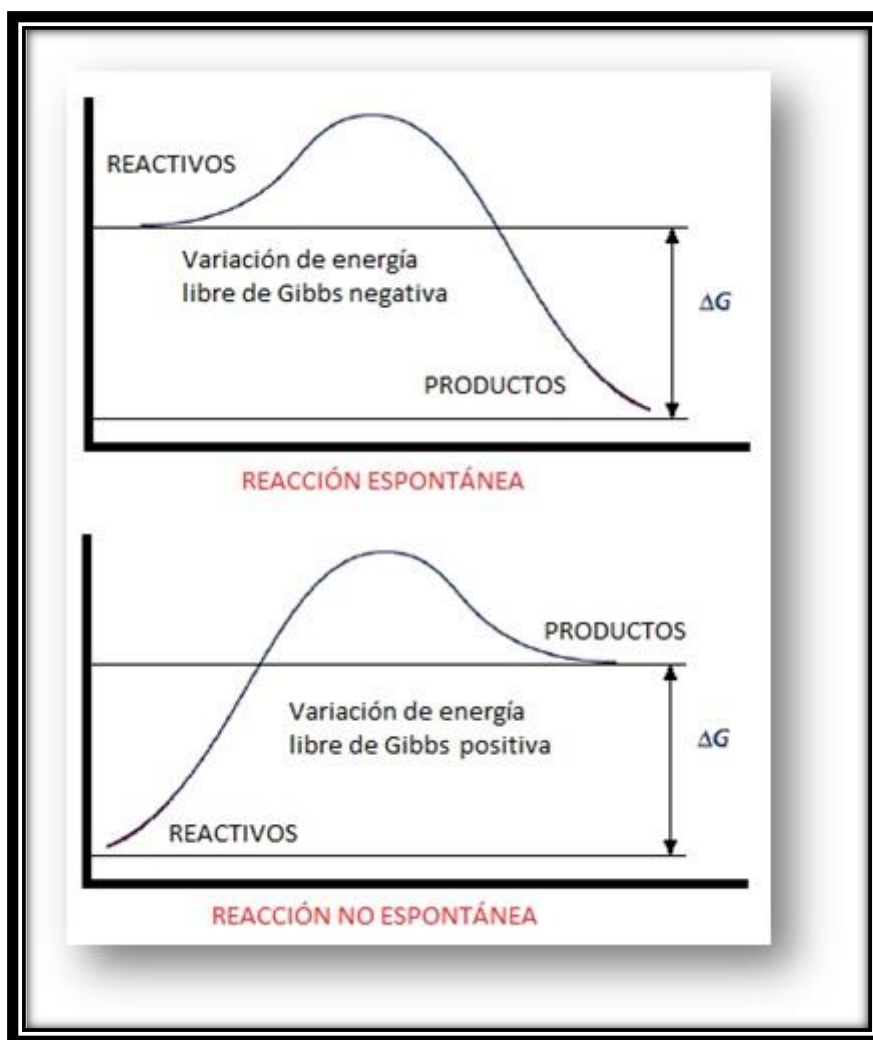


termodinámicos, esto equivale a decir que la variación de energía libre ( $\Delta G^0$ ) de la reacción global es menor que cero.

La corrosión ordinaria, es un proceso redox por el cual los metales se oxidan por medio del oxígeno  $O_2$ , en presencia de humedad. El oxígeno en estado gaseoso es un agente oxidante, y la mayoría de los metales tienen potenciales de reducción menores que éste, por lo tanto son fácilmente oxidables.

Se sabe que la oxidación de los metales tiene lugar más fácilmente en puntos donde la tensión es mayor (donde los metales son más “activos”). Así, un clavo de acero, que en su mayor parte es hierro, se corroe primero en la punta y en la cabeza. Un clavo doblado se corroe más fácilmente en el recodo.

La energía libre ( $\Delta G^0$ ) principalmente te indicara si es posible o no llevar a cabo una reacción a partir de su espontaneidad, si la energía libre es negativa la reacción ocurrirá (reacción exotérmica desprende calor) ya que en este tipo de reacciones el calor fluye afuera del sistema es decir hacia los alrededores, pero si es positiva (reacción endotérmica absorbe calor) la reacción no se producirá, también indica hacia donde se desplaza el equilibrio, si el equilibrio se desplaza hacia los productos habrá una mayor cantidad de estos en cambio sí se desplaza hacia los reactantes habrá más reactivo que no reacciona.[13]



**Figura 1.6 Diagramas de energía**

En la espontaneidad de un proceso influye el signo de la energía intercambiada y la variación en el desorden correspondiente a las partículas del sistema, de tal modo que, cualquiera que sea la temperatura a la que tenga lugar una reacción en la que se desprenda energía y aumente el desorden, dicha reacción será espontánea. Esta es la razón de que la mayor parte de las reacciones químicas que se verifican espontáneamente en condiciones estándar sean exotérmicas, es decir, se trate de reacciones en las que se desprende energía. En el caso de las reacciones exotérmicas la energía liberada se transforma, de energía en forma química, en otras formas





como son energía térmica, luminosa o sonora; con cierta frecuencia van además acompañadas de emisión de llamas y humo. Entonces como se analizó anteriormente el mejor parámetro para decidir si los procesos químicos son o no espontáneos es la variación de energía libre de Gibbs ya que esta mide el trabajo real y efectivo disponible para que una reacción efectúe una transformación bajo condiciones constantes de temperatura y presión. La diferencia de energía libre se calcula según la fórmula:

$$\Delta G = \Delta H - T\Delta S$$

ENTALPÍA                      ENTROPIA

Donde:

$\Delta G$ : diferencia de energía libre

$\Delta H$ : diferencia de entalpía

$\Delta S$ : diferencia de entropía

T: temperatura (K)

$\Delta H$  es el cambio en entalpía, la entalpía se refiere a la energía almacenada en los enlaces, y el cambio en la entalpía es la diferencia en la energía de los enlaces entre reactivos y productos. Un  $\Delta H$  negativo significa que se libera calor de reactivos a productos, mientras que un  $\Delta H$  positivo significa que se absorbe calor.  $\Delta S$  es el cambio de entropía del sistema durante la reacción. Si  $\Delta S$  es positivo, el sistema se vuelve más desordenado durante la reacción). Si  $\Delta S$  es negativo, significa que el sistema se vuelve más ordenado.

La temperatura ( $T$ ) determina el impacto relativo de los términos  $\Delta S$  y  $\Delta H$  en el cambio de energía libre total de la reacción. (A mayor temperatura, mayor es el impacto del término  $\Delta S$  en relación con el término  $\Delta H$ ).

Las reacciones con un  $\Delta G$  negativo liberan energía, lo que significa que pueden proceder sin adición de energía (son espontáneas). En contraste, las reacciones con  $\Delta G$  positivo necesitan un aporte de energía para llevarse a



cabo (no son espontáneas). Como puedes ver en la ecuación anterior, tanto el cambio en la entalpía como el cambio en la entropía contribuyen al signo y valor totales de  $\Delta G$ . Cuando una reacción libera calor ( $\Delta H$  negativo) o aumenta la entropía del sistema, estos factores vuelven más negativo el  $\Delta G$ . Por el contrario, cuando una reacción absorbe energía o disminuye la entropía del sistema, estos factores vuelven más positivo el  $\Delta G$ .

Podemos saber si una reacción será espontánea, si no será espontánea, o solo lo será a ciertas temperaturas si analizamos la  $\Delta H$  y la  $\Delta S$ . Si una reacción libera calor y aumenta la entropía, siempre será espontánea (tendrá una  $\Delta G$  negativa) sin importar la temperatura. De igual manera, una reacción que absorbe calor y disminuye la entropía no será espontánea ( $\Delta G$  positiva) a ninguna temperatura. Sin embargo, algunas reacciones tienen una mezcla de características favorables y desfavorables (liberan calor pero disminuyen la entropía o absorben calor pero aumentan la entropía). La  $\Delta G$  y la espontaneidad de estas reacciones dependen de la temperatura.

En otras ocasiones la  $\Delta G$  se puede calcular a partir de la constante de equilibrio de la reacción. En la relación:

$$\Delta G^\circ = - RT (\ln K)$$

El símbolo de  $^\circ$  hace referencia a las condiciones estándar que son a 1 atmósfera de presión y a 25 $^\circ$  o 298 K de temperatura. Cuando las condiciones no son estándares el  $\Delta G$  se calcula de la siguiente manera:

$$\Delta G = \Delta G^\circ - RT (\ln K)$$

Es importante recalcar que este proceso de espontaneidad al igual que la variación de la energía libre de Gibbs son características que determinan las condiciones necesarias para el desarrollo de una reacción química. [14]



### 1.1.3. Espontaneidad de un sistema redox.

La energía libre de Gibbs representa un potencial termodinámico que se utiliza para calcular el trabajo máximo.

$$\Delta G = W_{\max} \dots \dots \dots (1)$$

El trabajo máximo es igual al potencial eléctrico de la pila, el trabajo es realizado por el sistema.

$$E_e = -W_{\max} \dots \dots \dots (2)$$

La variación de energía libre Gibbs representa el trabajo máximo que puede realizar dicha reacción

$$\Delta G^\circ \text{ referido } E^\circ_{\text{PILA}}$$

La energía eléctrica (E<sub>e</sub>) suministrada de la pila depende de la carga (Q) que pasa a través de la pila por el potencia estándar (E°) de la pila.

$$E_e = QE^\circ_{\text{PILA}} \dots \dots \dots (3)$$

Relacionando las 3 formulas anteriores tenemos:

$$\Delta G = -E_e$$

$$\Delta G = -QE^\circ_{\text{PILA}}$$

Por lo tanto la variación de energía libre de Gibbs estándar es igual al número de electrones por la constante de Faraday por el potencial estándar de la pila (debido a que el potencial es estándar la variación de energía libre de Gibbs también es estándar).

$$\Delta G^\circ = -nFE^\circ_{\text{PILA}}$$

Cuando se alcanza el equilibrio termodinámico la energía libre deja de cambiar:  $\Delta G = 0$



**Tabla 1.** Espontaneidad en un sistema redox

Proceso espontáneo: $\Delta G^0 < 0 \rightarrow \varepsilon^0 > 0$
Proceso no espontáneo: $\Delta G^0 > 0 \rightarrow \varepsilon^0 < 0$
Proceso en equilibrio: $\Delta G^0 = 0 \rightarrow \varepsilon^0 = 0$

#### 1.1.4. Calculo de potenciales estándar y no estándar

Cuando las condiciones a las que se lleva la reacción son estándares lo que significa que no cambia la presión (1atm), temperatura (25°C) y concentración (1M) el potencial de la celda siendo la fuerza electromotriz ( $\varepsilon$ ) de la celda es el que resulta de las contribuciones del ánodo y cátodo está dada por;

$$E^{\circ}\text{celda} = E^{\circ}\text{cátodo} - E^{\circ}\text{ánodo}$$

como se observa en la tabla 1. si el potencial ( $\varepsilon$ ) es positivo indica que la reacción neta que tiene lugar en ella es espontanea.

Los estudios realizados sobre celdas galvánicas, han revelado que hay una dependencia entre la concentración de reactivos y productos en la reacción de la celda y la fem.

Cuando la concentración de los reactivos aumenta, la fem también lo hace; cuando la concentración de los productos aumenta la fem disminuye.

La mayoría de la reacciones, no se producen a condiciones estándar, ¿cómo encontrar la fem para celdas que no se encuentran a condiciones estándar?

La Ecuación de Nernst, nos permite calcular la fem, que se genera en condiciones diferentes al estándar.

Nernst, durante el desarrollo de su investigación, para encontrar la fem a condiciones diferentes del estándar formulo la famosa ecuación de Nernst,



la cual se obtiene a partir de la dependencia que existe entre la fem de la celda y el cambio de energía libre  $\Delta G$  en condiciones diferentes al estándar.

La ecuación de Nernst se obtiene, a partir de la:

$$\Delta G = \Delta G^0 + RT \ln Q$$

$RT \ln Q$ , no es un valor constante; la razón es que el cociente de reacción es función de la composición de la mezcla de reacción.

Dónde:

**R** es la constante de los gases expresada en términos de energía (8,314 J/K.mol)

**T** es la temperatura de la reacción, en grados Kelvin

**Q** es el cociente de reacción.

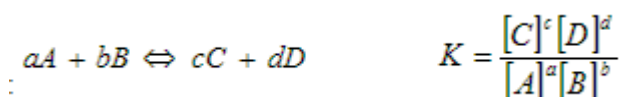
$$Q = \frac{[C]^c \cdot [D]^d}{[A]^a \cdot [B]^b}$$

siendo [ ], exceptuando los líquidos y sólidos puros:

- para disoluciones las concentraciones molares en cualquier instante,
- para gases la presión en atmósferas en cualquier instante,

Cuando se llega al equilibrio, el cociente anterior se denomina constante de equilibrio (K). Para reacciones en equilibrio  $Q=K$

K es la constante de equilibrio termodinámico.





$$\left. \begin{aligned} \Delta G &= \Delta G^0 + RT \ln K \\ \Delta G &= -nFE \\ \Delta G^0 &= -nFE^0 \end{aligned} \right\} -nFE = -nFE^0 + RT \ln K \Rightarrow \begin{aligned} E &= E^0 - \frac{RT}{nF} \ln K \\ E &= E^0 - \frac{RT}{nF} \ln \frac{[C]^c [D]^d}{[A]^a [B]^b} \end{aligned}$$

Si T = 25°C ⇔ 298 K

$$E = E^0 - \frac{(8.314 \text{ J / Kmol})(298 \text{ K})}{n(96500 \text{ J / Vmol})} \ln K \Rightarrow E = E^0 - \frac{0.0257 \{V\}}{n} \ln K$$

$$E = E^0 - \frac{0.059 \{V\}}{n} \log K$$

Por lo tanto la actividad o el paso del ion son determinantes para estos procesos, entonces el valor de K cambia al perturbar la concentración de especies, la ecuación de Nerst permite calcular la fem de una pila en condiciones diferentes a las estándar si se conocen las concentraciones de los reactivos. [15]

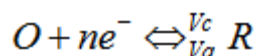
Este análisis se resume en la siguiente tabla:

**Tabla 1.1.** Formación de productos y reactivos

K	Ln K	ΔG°	Comentario
> 1	+	-	Favorece la formación de los productos
= 1	0	0	Igualmente favorecidos la formación de los reactivos y de los productos
< 1	-	+	Favorece la permanencia de los reactivos

### 1.1.5. Cinética Electroquímica

La cinética electroquímica se puede analizar tomando como base una reacción electroquímica de la siguiente forma general:



Donde; O y R representan el compuesto oxidado y reducido, V<sub>c</sub> es la velocidad de reacción en sentido catódico y V<sub>a</sub> es la velocidad de reacción en



sentido anódico. De forma análoga al caso de las reacciones químicas, se puede suponer una cinética sencilla de primer orden de este modo, la velocidad de reacción en el sentido catódico ( $O + ne^{-} \xrightarrow{vc} R$ ) se puede expresar como:

$$V_c = k_c C_O^s$$

y en el sentido anódico ( $O + ne^{-} \xrightarrow{va} R$ ) como:

$$V_a = k_a C_R^s$$

en que  $k_c$  y  $k_a$  son las constantes de reacción en cada sentido

Dado que la reacción electroquímica es una reacción heterogénea que ocurre en la superficie del electrodo,  $C_O^s$  y  $C_R^s$  representarán las concentraciones de O y R en la superficie del electrodo. La velocidad neta del proceso quedará determinada por lo tanto por:

$$V_{neta} = k_c C_O^s - k_a C_R^s = V_c - V_a \left[ \frac{\text{moles}}{\text{tiempo.área}} \right]$$

Debido a la existencia de una equivalencia directa entre el flujo másico de O y R en la superficie del electrodo y el flujo de electrones en el circuito exterior, se concluye de acuerdo con Faraday que para depositar un peso equivalente de una sustancia (Peso molecular/ $n^0$  electrones) se deben pasar 96.496±5 Coulombs de carga eléctrica; es decir, 1Faraday. Si se expresan los flujos másicos en términos de corriente eléctrica, se tiene que la densidad de corriente catódica es:

$$i_c = nFk_c C_O^s \left[ \frac{\text{Ampere}}{\text{Área}} \right]$$



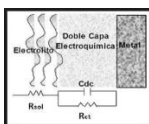
y la densidad de corriente anódica es:

$$i_a = nFk_a C_R^S \left[ \frac{\text{Ampere}}{\text{Área}} \right]$$

Por lo tanto la densidad corriente neta se puede expresar como:

$$i_{neta} = nFk_c C_O^S - nFk_a C_R^S = i_c - i_a \left[ \frac{\text{Ampere}}{\text{Área}} \right]$$

que puede ser medida fácilmente con un amperímetro.[16]



### 1.1.6. Resistencias y circuitos en una celda electroquímica

Como fue visto en la sección anterior, la electroquímica está vinculada a los sistemas químicos y ahora veremos que a los sistemas eléctricos también, ambos fenómenos inciden en un proceso electroquímico.

Las celdas electroquímicas se pueden clasificar, en tres tipos muy generales: (a) celdas galvánicas o voltaicas (b), celdas electrolíticas (c) y celdas de combustible.

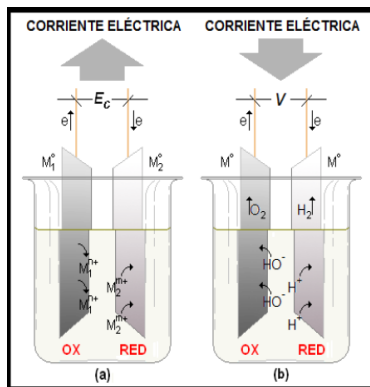
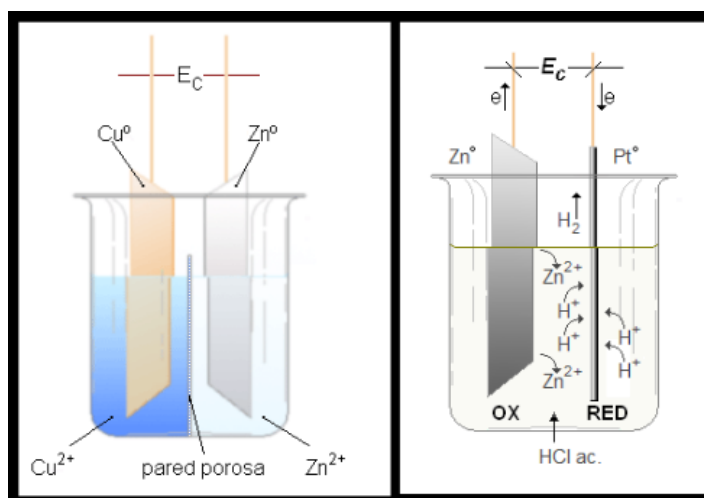


Figura 1.7. Celdas electroquímicas





Se puede hacer una distinción entre una celda galvánica y voltaica las dos se originan por reacciones espontaneas pero la celda galvánica también llamada la pila de Daniell está constituida por dos medias celdas que se encuentran separadas entre sí por un puente salino mientras la celda voltaica está constituida por un solo líquido. [17]



a) Celda de Daniell

b) Celda voltaica

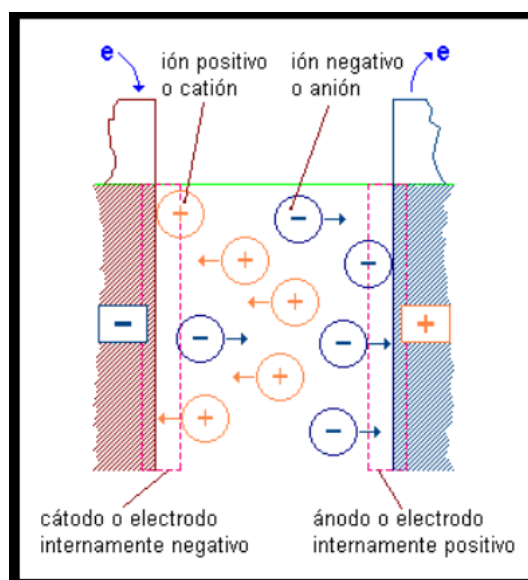
**Figura 1.8.** Celdas electroquímicas 2.

Por lo tanto en una celda galvánica o voltaica a partir de las reacciones parciales en los electrodos se genera una diferencia de potencial y se obtiene una corriente eléctrica. Inversamente en una celda electrolítica la cual es no espontanea al inducir una corriente eléctrica, se producen reacciones redox, por último se encuentran las celdas de combustible en las cuales son dispositivos que convierten la energía de una reacción electroquímica directa de oxidación en energía eléctrica para lo cual consumen oxígeno, son alimentadas con un combustible convencional como gas u otros químicos, no son espontaneas ya que solo producen energía eléctrica cuando se alimenta el combustible y el oxidante.



### Transporte iónico.

Los electrolitos son sustancias que se disocian en iones positivos (cationes) y iones negativos (aniones), cuando son disueltas en un solvente polar como el agua (disolución electrolítica). En general, el solvente está en una proporción mayor en la disolución, en relación con el soluto (proporción menor). Eventualmente, la existencia de un campo eléctrico entre los electrodos de una celda, provoca el movimiento de los iones debido a que poseen carga (migración iónica).



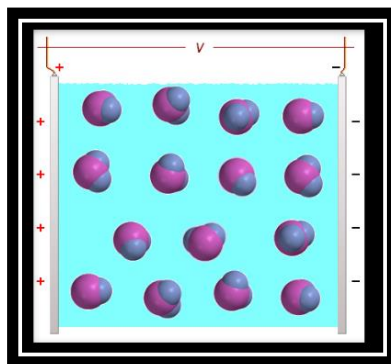
**Figura 1.9.** Celda electroquímica 3.

Comúnmente, las soluciones electrolíticas están constituidas por electrolitos y agua (solvente polar). Cuando el electrolito se disocia en iones (aniones y cationes), el agua separa, rodea (solvata) y dispersa los iones en el líquido. Los extremos positivo o negativo del  $H_2O$  se orientan hacia el ión negativo o positivo, respectivamente.

Si pudiéramos observar las moléculas de agua contenidas entre dos placas metálicas, susceptibles de ser cargadas, las moléculas se orientarían al azar en ausencia del campo eléctrico. [18]



Las moléculas de agua contenidas entre dos placas metálicas, después de ser cargadas, se alinearían en el campo eléctrico, con su extremo cargado orientado hacia la placa con carga opuesta a él, lo que es conocido como la doble capa electroquímica



**Figura.1.1.1.** Moléculas de agua entre placas metálicas

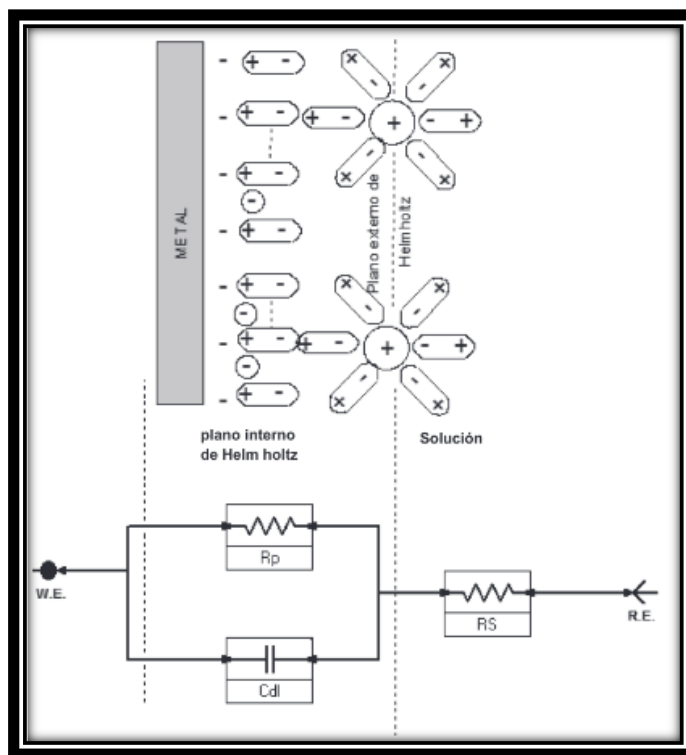
#### Interfase electroquímica de un metal

Cuando un metal se sumerge en un medio acuoso, se da inicio a un proceso de ordenamiento de cargas eléctricas. Los electrones libres del metal, modifican el espacio eléctrico y generan una interacción con iones y masa en la vecindad del metal. Este reacomodamiento de electrones libres en la superficie del metal y de iones y masa en el electrolito es debido a procesos de polarización influenciada por las cargas en esta vecindad; formándose la llamada interfase eléctrica. [19]

En la Figura 1.1.2. se esquematiza de manera detallada la formación eléctrica de esta interfase, diferenciando dos capas principales o planos de acomodación de cargas, denominada la doble capa electroquímica o interfase de Helmholtz (Hermann Ludwing Ferdinand Von Helmholtz 1821 – 1894) (publicado en 1879). Todas estas cargas distribuidas en el espacio son las encargadas de generar un campo eléctrico y por ende de un potencial eléctrico en esta vecindad del metal, o electrodo de trabajo (ET) [20,21]. Debido a que esta interfase presenta una acomodación de cargas, aparece



el concepto de potencial eléctrico (E). Este potencial fue ampliamente estudiado por Nernst (página 24-25) para determinar una relación entre la cantidad de cargas en esta interfase y el valor en voltios de esta.



**Figura 1.1.2.** Interfase electroquímica en función de elementos eléctricos

Como se observa de esta figura, existen dos elementos que describen tanto la termodinámica, como la cinética de lo que ocurre en esta interfase: El factor capacitivo (C) está asociado a la carga distribuida en esta interfase y por ende con el potencial eléctrico. Este factor capacitivo es llamado comúnmente, capacitancia de la doble capa electroquímica y es un parámetro termodinámico. El factor resistivo (R), se asocia al impedimento o resistencia que los protones ( $H^+$ ), así como el oxígeno tienen que vencer para poder llegar al contorno de la superficie del metal a recombinarse con los electrones que este posee. Teniendo en cuenta que esta resistencia controla la cantidad y velocidad de transporte a través de la doble capa electroquímica. Este factor resistivo es llamado en electroquímica la

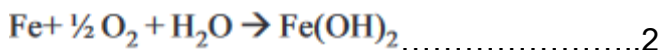


resistencia a la polarización (Rp) y determina la cinética de las reacciones.[22]

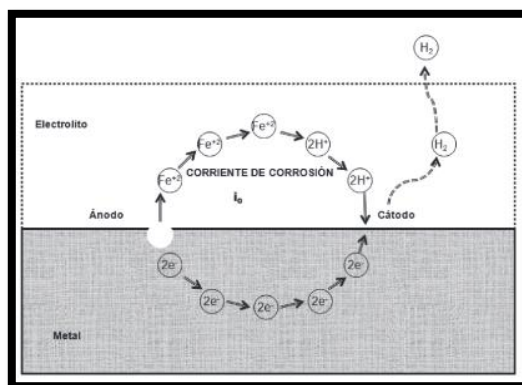
#### Corriente eléctrica en la interfase

La corriente eléctrica que se genera en la interfase, define la cinética, que en el caso de electroquímica como se analizó anteriormente, representa la velocidad con que ocurren los procesos de intercambio electrón/ión relacionado con las reacciones de óxido/reducción de la interfase del ET y por tanto, de la velocidad de deterioro de un material.

Dependiendo del medio en que se encuentre el material, pueden darse principalmente dos tipos de reacciones de óxido/reducción, las cuales se presentan en las siguientes dos ecuaciones; para presencia de un medio ácido (ecuación 1) y un electrolito alcalino con presencia de oxígeno (ecuación 2).

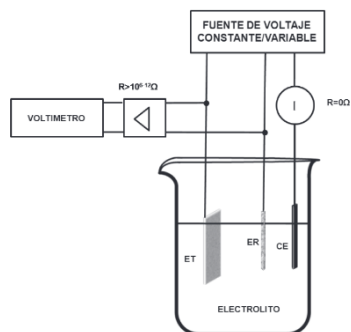


En la Figura 1.1.3. se presenta el mecanismo que ocurre en un proceso de óxido/reducción en la interfase (ejemplo de medio acuoso ácido). Es claro ver que existe una corriente neta negativa (electrones) y una positiva (iones en el electrolito) que generan una corriente llamada; corriente de intercambio ( $i_o$ ) o de corrosión ( $i_{\text{corr}}$ )



**Figura 1.1.3.** Esquema de la corriente de intercambio en una interfase electrificada.

Para poder medir los procesos de corriente eléctrica en la interfase, se hace necesario polarizar la interfase. Para esta polarización aparece el concepto de celda electroquímica, donde el concepto de contraelectrodo (CE), como material inerte (normalmente platino), que solo entrega corriente, ya sea esta positiva o negativa, hacen que se puedan estudiar los procesos que ocurren en un electrodo metálico (ET) bajo estudio. El complemento de la celda electroquímica, lo hace una fuente de voltaje o corriente que impulsa o retira electrones del ET. En la Figura 1.1.4. se observa de manera general lo que se conoce como una celda electroquímica con fuente de polarización.[23]



WE: Electrodo de trabajo.

RE: electrodo de referencia.

CE: contra electrodo

**Figura 1.1.4.** Celda electroquímica para realizar una polarización en el electrodo de trabajo.



### 1.1.7. Diagrama de Pourbaix

También es importante destacar que para analizar estos procesos se suele utilizar los diagramas de Pourbaix, a partir de la ecuación de Nerst fue así como Marcel Pourbaix definió la relación entre potencial y pH en los conocidos diagramas, estos diagramas decantaron la interpretación termodinámica del comportamiento de los metales en medios acuosos. El diagrama de POURBAIX para cada metal permite establecer la tendencia y el camino que tiene el metal para volver a su estado primitivo (óxidos o hidróxidos), según las condiciones del medio específico [24].

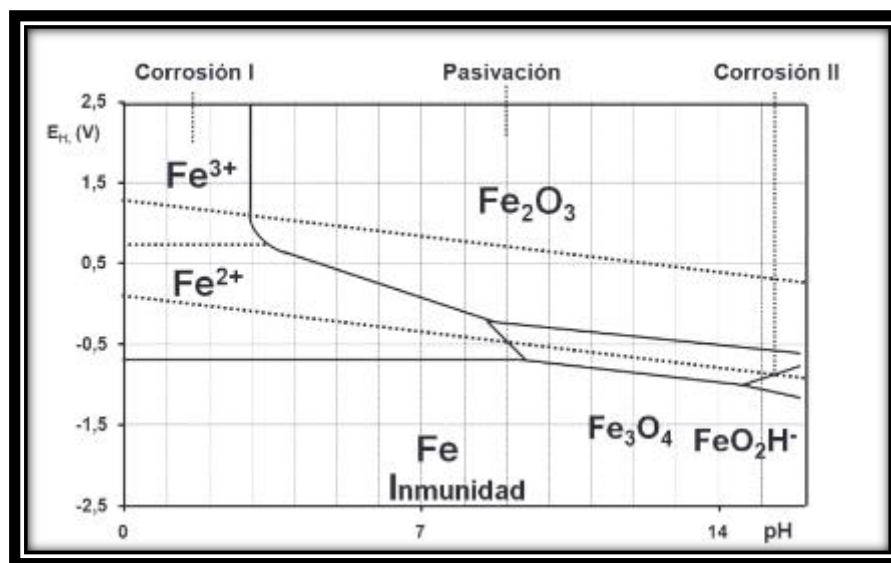


Figura 1.1.5. Diagrama de Pourbaix del Hierro

Como se mencionó anteriormente, el potencial eléctrico es indispensable para determinar la tendencia de estado del metal. Se conoce de los conceptos básicos de electrostática, que la medición del potencial eléctrico consiste en una medición diferencial entre dos puntos del espacio (diferencia de potencial eléctrico), por lo cual, para medir el potencial de una superficie, se hace necesario el uso de un punto de referencia. En los sistemas electroquímicos, esta referencia, se llama “electrodo de referencia – “ER”, el cual no es más que otro metal en condiciones especiales de estabilidad y de



carga en su entorno, que hace que las cargas en la interfase de este metal no varíen, por lo tanto cualquier variación en una diferencia de potencial es debido a variaciones en la interfase del metal (electrodo de trabajo) que se está inspeccionando. Un electrodo de referencia común, es el de Plata/Cloruro de Plata (Ag/AgCl).

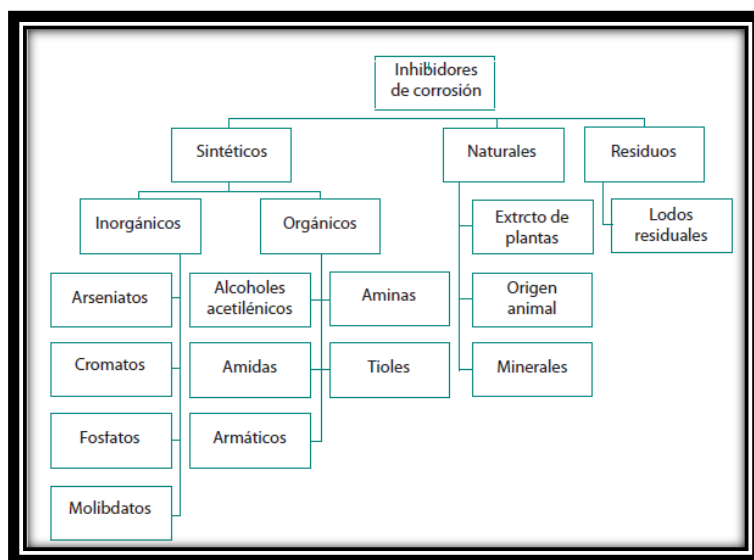
### 1.1.8. Inhibidores en superficies metálicas

Los inhibidores son sustancias que al ser agregadas en pequeñas concentraciones en el medio corrosivo, disminuyen o previenen la reacción entre el metal y el medio [25]. Estas sustancias retardan el proceso de corrosión incrementan el comportamiento de la polarización anódica y/o catódica, reducen el movimiento o difusión de los iones hacia la superficie metálica y aumenta la resistencia eléctrica de la superficie [26]. Sin embargo, los inhibidores de corrosión son eficaces sólo para un material metálico en particular en un entorno determinado. Los cambios menores en la composición de la solución o de aleación pueden alterar significativamente la eficacia de un inhibidor [27]. La selección y la cantidad de inhibidor utilizado dependen del medio, el tipo de metal, el tiempo de protección deseado y la temperatura esperada. El límite máximo de temperatura es uno de los papeles clave en la selección del inhibidor, ya que algunos componentes son sensibles a la descomposición térmica, es decir, pierden efectividad de la inhibición. La comunidad científica y la industria no entienden completamente el mecanismo o el papel de los inhibidores y es difícil, a veces imposible, predecir si un compuesto particular funcionará o no. En general, los inhibidores son eficaces para materiales ferrosos sólo a niveles de temperatura por debajo de 121 a 149 °C. [28] Existen distintas clases de inhibidores como los inorgánicos: sales de cromatos, fosfatos y molibdatos. En este tipo de compuestos los aniones son los responsables de la reducción de la velocidad de corrosión del metal. Los inhibidores orgánicos se utilizan en sistemas de enfriamiento y comúnmente son de tipo aniónico como el





mercaptobenzotiazol (MBT), sulfatos de sodio y fosfonatos [29]. La Figura 1 muestra los tipos de inhibidores de corrosión de acuerdo con su origen reportados en la literatura. Los inhibidores que contienen grupo mercapto (-SH) son capaces de formar complejos estables con los iones metálicos a través de la unión tiolato.



**Figura 1.1.6.** Clasificación de los inhibidores de corrosión

Dentro del grupo de inhibidores orgánicos se incluyen alcoholes acetilénicos, aldehídos aromáticos, alquenilfenones, aminas [15] amidas, imidazoles [30], nitrilos, sales de iminio, triazoles, piridina y sus derivados, derivados de quinolina, derivados de tiourea, tiosemicarbazida, tiocianatos, entre otros [17]. Los alcoholes acetilénicos son ampliamente utilizados debido a su disponibilidad y bajo costo. Los inhibidores más empleados en la industria de explotación de recursos naturales son el alcohol propargílico y sus derivados, como el cinamaldehído, y compuestos aromáticos como el cloruro de bencilo piridinio cuaternario [31]. La mayoría de estos inhibidores se modifican con un anillo aromático que tiene ciertos sustituyentes, con el fin de aumentar la hidrofobicidad en la parte superior de la capa protectora. El mecanismo de inhibición se basa en la absorción química de complejo entre iones de



inhibidor y el metal en la superficie. La eficiencia de inhibición se rige por la posición del grupo SH en el anillo, siendo orto > meta > para [32]. Los compuestos heterocíclicos es decir, aquellos que en el anillo poseen al menos un átomo diferente a carbono han sido útiles como inhibidores de corrosión [33] y su síntesis se ha realizado continuamente. La mayoría de estos compuestos contienen nitrógeno, azufre y oxígeno con un par solitario de electrones y adicionalmente poseen sistemas aromáticos [34]. Se cree que en los sitios donde se localizan estos átomos es donde ocurre la adsorción, debido a que pueden actuar en la superficie metálica por medio de adsorción y allí, mediante el bloqueo de los sitios activos, pueden reducir la velocidad de corrosión [35,36]. Las moléculas que contienen nitrógeno y los alcoholes acetilénicos forman además una película sobre la superficie del metal que retarda el proceso de disolución del metal en una reacción anódica, así como la evolución de hidrógeno en la reacción catódica [37].

#### **1.1.9. Inhibidores a partir de extractos de plantas.**

Los peligros de la mayoría de los inhibidores orgánicos sintéticos se conocen comúnmente y las nuevas legislaciones ambientales, como la Ley de Control de Sustancias Tóxicas de la Environmental Protection Agency (EPA) de los Estados Unidos y la Directiva de Restricción de Sustancias Peligrosas de la Unión Europea, generan la necesidad de desarrollar inhibidores de corrosión ambientalmente amigables, que no contengan metales pesados como el cromo y plomo o compuestos orgánicos. Debido a esta razón se ha sugerido el uso de extractos de plantas como inhibidores de corrosión. La mayoría de los inhibidores naturales no son tóxicos, son biodegradables y son abundantes en la naturaleza. Hasta el momento, ya se han utilizado extractos a partir de semillas, frutas, hojas, flores, etc. [38,39] y se ha encontrado que reducen notablemente la velocidad de corrosión. En los extractos de plantas, están presentes un gran número de compuestos químicos, especialmente heterocíclicos, que inhiben la corrosión de manera



eficiente [40,41]. El efecto inhibitor se atribuye a la adsorción de estas sustancias orgánicas sobre la superficie del metal, que bloquea los sitios activos o forman una capa protectora [42,43].

Los datos existentes demuestran que la mayoría de inhibidores orgánicos actúan por adsorción en la interfase metal/solución; mediante el desplazamiento de las moléculas de agua formando una película compacta que funciona como barrera [44]. La adsorción se ve influenciada por la naturaleza y la carga de la superficie del metal, el tipo de electrolito, la temperatura y la estructura química del inhibidor. De hecho, la interacción específica entre los grupos funcionales, la superficie del metal y heteroátomos como el nitrógeno, oxígeno, azufre y fósforo juegan un papel clave en la inhibición debido a los pares de electrones libres que poseen [31]. La disponibilidad de pares solitarios y electrones  $\pi$  en las moléculas del inhibidor facilita la transferencia de electrones desde el inhibidor hacia el metal, y forman un enlace covalente coordinado [45,46].

En general, los principales tipos de interacción entre un inhibidor orgánico y la superficie del metal, son la quimisorción y/o fisisorción. Se ha sugerido que las moléculas adsorbidas físicamente se unen al metal en cátodos locales y la disolución del metal se retarda cuando se impide la reacción catódica, mientras que las moléculas adsorbidas químicamente protegen las áreas anódicas [47].

#### 1.1.1.0. Cúrcuma y cúrcumina

##### Taxonomía y origen

La curcumina (1) (Figura 1) pertenece a la familia de los curcuminoides, pigmentos polifenólicos presentes en los rizomas o tallos subterráneos de la planta tropical Cúrcuma (*Curcuma longa* L, Zingiberaceae), conocida también como turmérico o haldi, nativa del sur y sudeste del Asia tropical que pertenece a la familia del jengibre. La planta es de tallo largo (cerca de un



metro de longitud) y sus flores son de color blanco. El rizoma de la planta, donde se encuentran los pigmentos curcuminoides, tiene unas dimensiones máximas de unos 7cm de largo por 2,5 cm de ancho.

Química estructural.

La curcumina (C<sub>21</sub>H<sub>20</sub>O<sub>6</sub>) es una molécula anfipática (molécula con grupos hidrófilos e hidrófobos, por lo cual es parcialmente soluble en agua y en disolventes orgánicos). Otra característica estructural importante es la tautomería ceto enólica presente en la curcumina). Hay que notar que hay dos formas enol **1b** idénticas, dependiendo del carbonilo que se enoliza, fenómeno común con la acetilacetona (pentano-2,4-diona) y con el dibenzoilmetano (1,3-difenilpropano-1,3-diona) [48].

En la curcumina, el cetoenol **1b** es el tautómero predominante, tanto en disoluciones acuosas como en disolventes orgánicos, y en especial en disolventes próticos polares (por ejemplo, alcoholes) y en disolventes apróticos polares (por ejemplo, dimetilsulfóxido). En disolventes apolares la forma ceto sigue siendo mayoritaria, pero el equilibrio ya no está tan desplazado hacia este tautómero y no existe una forma predominante clara.

En 2014, Antonov, L. *et al.* llevaron a cabo un detallado estudio experimental y teórico del efecto del agua sobre la tautomería ceto-enólica de la curcumina (20). Estos autores concluyen que en una mezcla 90% de agua - 10% de etanol, la forma dicetónica (**1a**) predomina.

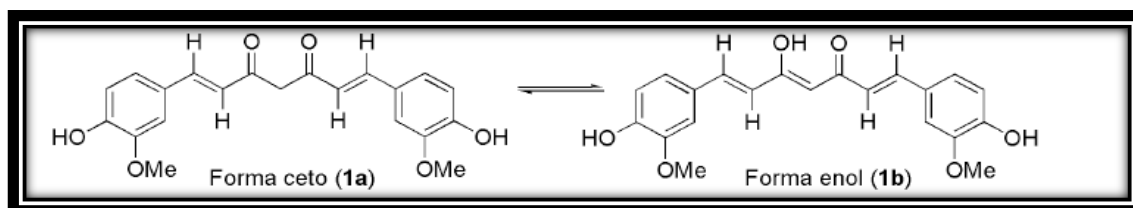
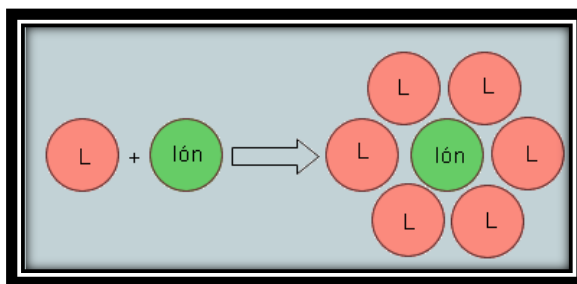


Figura 1.1.7. Tautomería de la curcumina.



### 1.1.1.1. Complejos metálicos.

Los elementos metálicos tienden a perder electrones en sus reacciones químicas, lo que da lugar a cationes metálicos, sin embargo éstos iones con carga positiva, o cationes, no existen en forma aislada; por lo regular interactúan con iones de carga negativa, aniones, que con sus electrones no compartidos actúan como bases de Lewis y se pueden asociar covalentemente al centro metálico. Estas especies se conocen como iones complejos o sencillamente complejos; los compuestos que los contienen se denominan compuestos de coordinación, y las moléculas o los iones que rodean a un ion metálico en un complejo se conocen como agentes acomplejantes o ligantes [49].



**Figura 1.1.8.** Complejo metálico

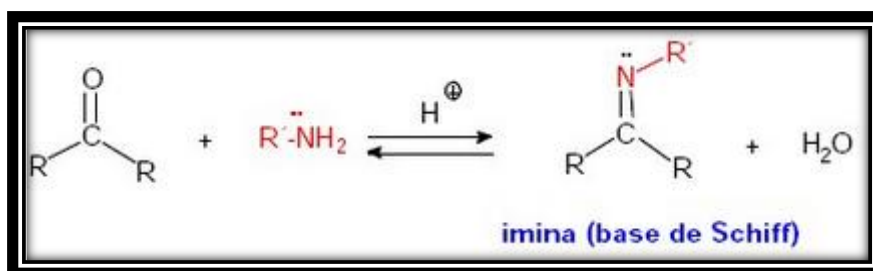
Los ligantes necesitan para su unión con el metal al menos un par de electrones sin compartir que sean capaces de coordinarse al ión metálico. Los átomos que son capaces de esto los podemos encontrar en la esquina superior derecha de la tabla periódica; los más importantes son el Oxígeno y el Nitrógeno, seguidos por el Carbono, Fósforo, Azufre, Cloro, Flúor, etc. A los ligantes los podemos clasificar de acuerdo al número de átomos donadores, como ligantes monodentados o polidentados.



**1.1.1.2.  $\text{R}^{\prime}\text{C}(\text{R}^{\prime})=\text{N}(\text{R}^{\prime\prime})$  Bases de Schiff (iminas)**

Una imina es un grupo funcional o compuesto orgánico con estructura general  $\text{RR}'\text{C}=\text{NR}''$ , donde  $\text{R}''$  puede ser un H o un grupo orgánico, siendo en este último caso conocida también como base de Schiff. Las iminas son el producto de condensación del amoníaco o una amina primaria con una cetona o un aldehído.

La formación de una imina es un ejemplo de un tipo muy amplio de reacciones conocidas como condensaciones, reacciones en las que dos o más compuestos orgánicos se combinan, con pérdida de agua. [50]



**Figura 1.1.9.** Formación de base de Schiff



# Capítulo 2



## Capítulo 2. Marco teórico.

### 2.1. Conceptos generales "polarización"

Como se vio en el capítulo anterior en las paginas 33,34 la medición de la corriente de intercambio o corriente de corrosión, no se hace tan fácil o lógica como se pensaría ya que el movimiento de cargas (positivas y negativas) se hace en un espacio tridimensional.

Si la fuente de voltaje (potenciostato) polariza de tal manera que impulsa electrones hacia el ET (sacándolos del contra-electrodo), se llevan a cabo reacciones de reducción prioritariamente sobre el ET. Si en caso contrario saca electrones para enviarlos al contra-electrodo, las reacciones predominantes sobre el ET, son de oxidación. Ambos casos fueron estudiados por Butler y Volmer, (John Alfred Valentine Butler 1899-1977) (Max Volmer 1885 – 1965) encontrado la ecuación que describe este mecanismo y es conocido como ecuación de Butler- Volmer (ecuación 2.1) [51].

$$i = i_0 \left( e^{\left[ -\frac{\beta F \eta}{RT} \right]} - e^{\left[ \frac{(1-\beta) F \eta}{RT} \right]} \right) \dots\dots\dots (2.1)$$

*i*: corriente que fluye entre el electrodo de trabajo y el contra-electrodo (Amperios).

*i*<sub>0</sub>: corriente de intercambio (A).

β: pendientes de Tafel (mV/década).

F: Constante de Faraday (96500 C/mol).

R: Constante Universal de los gases (8.31 J/mol °K).

T: temperatura (°K).

η: Sobre-potencial o potencial de polarización (V).

En esta ecuación el sobre-potencial (η), está definido

Como η= E-E<sub>corr</sub>.





Esta ecuación describe la relación entre voltaje y corriente que ocurre en la interfase del material en un rango de voltajes de ±200 mV de polarización (E-E<sub>corr</sub>= ±200 mV).

Por tanto, que la termodinámica nos diga que la corrosión es favorable es imprescindible, pero no suficiente. De hecho, desde un punto de vista termodinámico, no podríamos explicar que, por ejemplo, quedara algo de cobre en el mundo. El aspecto importante que queda por considerar es la cinética del proceso. [52].

A partir de la ecuación de Butler-Volmer, se derivan diferentes formas de excitar una interfase, en función de la amplitud de la señal y de las características de la misma [36,51].

## 2.2. Evaluación de la corriente de corrosión y otros parámetros de interfase

Si el rango de polarización respecto al potencial de equilibrio (potencial de corrosión) es amplio (± 200 mV), la relación entre Voltaje y Corriente corresponde a la ecuación de Butler-Volmer. Esta ecuación fue convertida por el científico Julius Tafel, a una forma semi-logarítmica tal como se presenta en la ecuación 2.2

$$\log I = \log I_0 + \frac{\alpha_a \eta F}{2.303 RT} \eta \dots \dots \dots$$

Y      b      pendiente x

$$\log(-I) = \log I_0 - \frac{\alpha_c \eta F}{2.303 RT} \eta \dots \dots \dots$$

ecuación Tafel (2.2)

Donde  $\alpha$  indica el coeficiente de transferencia ya sea anódica o catódica, dependiendo de la dirección de polarización.

Esta ecuación presenta una gráfica característica, que permite por extrapolación geométrica la determinación de la corriente de corrosión, lo cual es vital para determinar la cinética de deterioro de un material, tal y como se plasma en la figura 2.

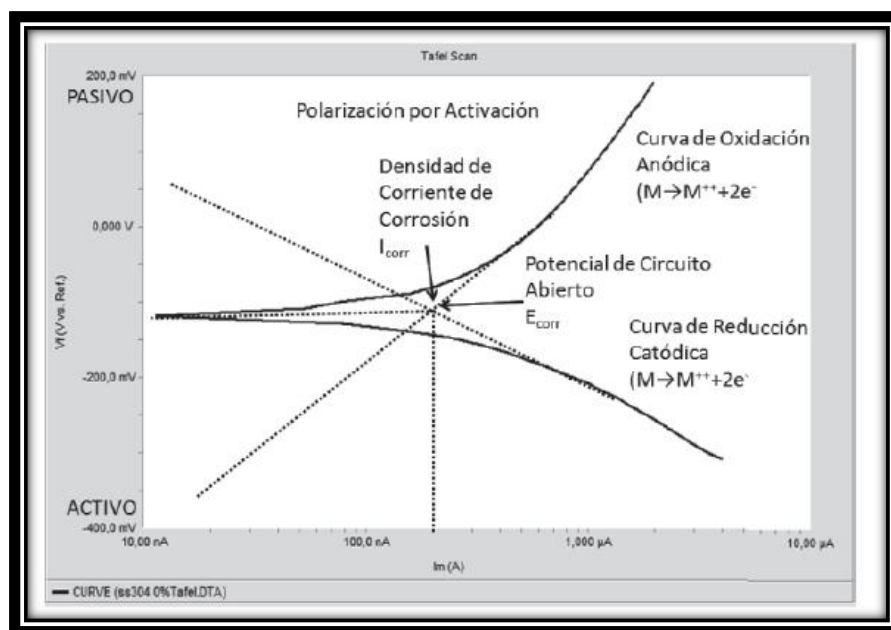


Figura 2. Curva característica de Tafel

Gráficamente las pendientes se pueden determinar mediante el trazado de una línea tangente a cada una de las curvas de polarización. Como muestra la figura 2, el punto donde se interceptan las rectas tangentes a las curvas (rectas que definen las pendientes de Tafel), permiten por extrapolación determinar el punto de corte en el eje de corriente, correspondiendo este punto a la corriente de intercambio ( $i_0$ ) o la corriente de corrosión ( $i_{corr}$ ).

Es importante anotar, que al excitar la interfase con las condiciones dadas por Tafel, se pierden las condiciones de equilibrio de esta, y la respuesta es por tanto no lineal a diferencia de la técnica LPR (Lineal Polarization Resistance) donde los rangos de polarización normal, tal que garantice la linealidad en la respuesta oscilan entre máximos de  $\pm 20$  mV respecto al potencial de equilibrio (de corrosión) del ET.



### 2.3. Impedancia. Evaluación de parámetros de interfase utilizando la corriente alterna como señal de excitación.

Si la interfase es equivalente a un circuito eléctrico, compuestos por elementos pasivos, esta responde también a excitaciones usando corriente alterna. Una técnica que se utiliza para evaluar los parámetros usando corriente alterna, se llama espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS Electrochemical Impedance Spectroscopy). [52,53].

Esta técnica consiste en excitar la interfase con una señal de voltaje AC de amplitud fija (pequeña, del orden de 20 mV pico a pico), pero variando la frecuencia en un rango que va desde los KHz hasta los mHz.

Cada elemento eléctrico presente en la interfase, presenta una respuesta característica según la frecuencia de la señal, lo que define el factor de impedancia del elemento. La suma de las impedancias de todos los elementos presentes en esta interfase representa la impedancia total, cuya función puede ser tan compleja, como complejo pueda ser este circuito eléctrico que forman todos los elementos.

En la Tabla 2.1, se muestra las funciones de impedancia para diferentes elementos eléctricos que se han definido y buscado interpretación física para los fenómenos que ocurren en la interfase cuando una señal alterna con una frecuencia dada pasa a través de esta. Para un circuito simple, que simula una interfase, tal como el descrito en la figura 2.1 (circuito de Randles)

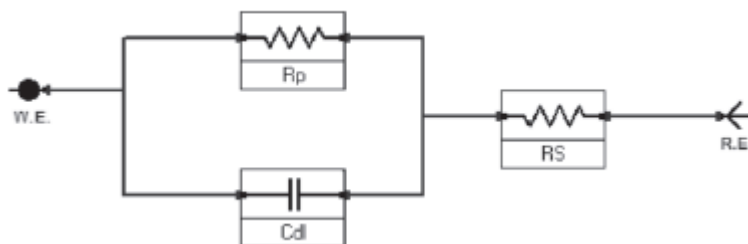


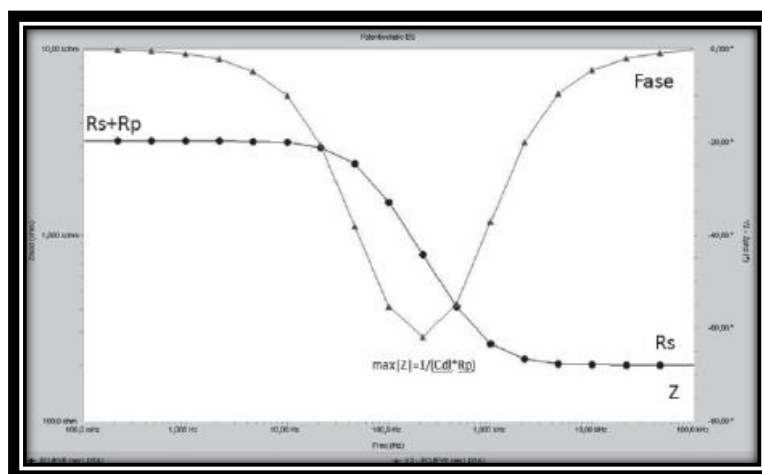
Figura 2.1. Circuito equivalente de Randles.



**Tabla 2.** Elementos usados en circuitos de impedancia electroquímica.

Elemento equivalente	Admitancia	Impedancia
Resistor (R)	$1/R$	$R$
Capacitor (C)	$j\omega C$	$1/j\omega C$
Inductor (L)	$1/j\omega L$	$j\omega L$
Elemento de fase constante (Q)	$Y(j\omega)^n$	$1/Y(j\omega)^n$
Warburg semi infinito (W)	$Y(j\omega)^{1/2}$	$1/Y(j\omega)^{1/2}$
Warburg límites porosos (O)	$Y(j\omega)^{1/2} \text{Cotgh}\{B (j\omega)^{1/2}\}$	$1/Y(j\omega)^{1/2} \text{Cotgh}\{B (j\omega)^{1/2}\}$
Warburg finito (T)	$Y(j\omega)^{1/2} \text{Tanh}\{B (j\omega)^{1/2}\}$	$1/Y(j\omega)^{1/2} \text{Tanh}\{B (j\omega)^{1/2}\}$

Esta función genera una respuesta de corriente, para cada voltaje a una frecuencia dada, dando un espectro de impedancias, tal como se muestra en la figura 2.2.



**Figura 2.2.** Espectro de impedancias de una interfase electrificada bajo el modelo de Randles.

De este diagrama se pueden obtener los parámetros de interfase, tales como la resistencia a la polarización Rp, la resistencia del electrolito Rs y la capacitancia de la doble capa electroquímica Cdl. Es importante anotar, que esta técnica, al igual que la LPR, permite determinar los parámetros de la interfase en estado de equilibrio de la misma [12].



#### 2.4. Método gravimétrico: Pérdida de masa

La técnica es tradicionalmente usada para evaluar velocidades de corrosión de metales y aleaciones, es la determinación de la pérdida de peso sufrida por el material, en un período determinado de tiempo. Es complemento de las técnicas electroquímicas para proporcionar un valor fiable de la velocidad de corrosión instantánea. En esta investigación se utilizó el método gravimétrico para evaluar la pérdida de masa sufrida por el metal, y se hizo de acuerdo a la norma de ASTM G-1-03.

Para evaluar la velocidad de corrosión se aplica la siguiente ecuación

$$v = \frac{\Delta W}{(A)(t)}$$

Donde  $v$  es la velocidad de corrosión,  $\Delta W$  es la diferencia de peso (antes y después del tratamiento, respectivamente),  $A$  corresponde al área de exposición y  $t$  es el tiempo que dura la prueba. [54]

#### 2.5. Isotermas de Adsorción.

Una isoterma de adsorción describe el equilibrio de la adsorción de un material en una superficie (de modo más general sobre una superficie límite) a temperatura constante. Representa la cantidad de material unido a la superficie (el sorbato). Las isotermas de adsorción se usan con frecuencia como modelos experimentales, que no hacen afirmaciones sobre los mecanismos subyacentes y las variables medidas. Se obtienen a partir de datos de medida por medio de análisis de regresión.[55]

La adsorción puede ser física (fisisorción) o química (quimisorción) como se observa en la Tabla 2.1



**Tabla 2.1.** Tipos de adsorciones.

ADSORCION FISICA	ADSORCION QUIMICA
1. Interacciones débiles adsorbato – adsorbente, del tipo Van der Waals, dipolo-dipolo, puentes de hidrógeno.	1. Enlaces fuertes, del tipo covalente (se forma un nuevo compuesto).
2. Adsorción reversible.	2. Generalmente irreversible.
3. Formación de mono o multicapas.	3. Formación de monocapas.
4. Calor de adsorción (entalpía) relativamente bajo, $\Delta H = 1 - 10$ kcal/mol.	4. Calor de adsorción elevado, $\Delta H = 50 - 100$ kcal/mol.
<b>Ejemplos:</b> adsorción de agua sobre el desecante sílica gel, vapores de disolventes sobre Cactivado, depósito de vapor de agua sobre vidrios, espejos, etc.	<b>Ejemplos:</b> formación de óxido de Fe, por la reacción del oxígeno con la superficie de objetos de Fe, algunas reacciones específicas de catálisis, reacciones covalentes para inmovilizar enzimas, etc.

La isoterma de Langmuir es un modelo teórico válido para la adsorción en una monocapa sobre una superficie completamente homogénea con un número finito de sitios idénticos y específicos de adsorción y con una interacción despreciable entre las moléculas, representado por la siguiente ecuación:

$$q_e = \frac{q_{max} K_L C_e}{1 + K_L C_e}$$

Donde el parámetro  $q_{m\acute{a}x}$  (mg g<sup>-1</sup>) es una constante que denota la capacidad máxima de adsorción, en tanto que la constante  $K_L$  (Lmg<sup>-1</sup>) define la afinidad del adsorbato por el adsorbente.

El Modelo de Temkin, caracterizado por una distribución uniforme de energía de unión, hasta una cierta máxima energía de unión, introduce las constantes cuyos valores dependen del calor de adsorción inicial y supone una disminución lineal del calor de adsorción con el grado de recubrimiento, expresada en la siguiente ecuación.



$$q_e = B \ln(AC_e)$$

Donde B es una constante que está relacionada con el calor de adsorción y A (Lmg<sup>-1</sup>) es la constante de unión en equilibrio correspondiente a la máxima energía de unión. [56]

## 2.6. Parámetros termodinámicos

Los parámetros termodinámicos reflejan la factibilidad y la naturaleza espontánea del proceso; así, el cambio de energía libre, el cambio de entalpía y el cambio de entropía de superficie pueden ser estimados usando el cambio de la constante de equilibrio con la temperatura absoluta.

El equilibrio heterogéneo que se alcanza puede ser representado con la constante aparente de equilibrio  $K'_c$  definida mediante la siguiente ecuación.

$$K'_c = \frac{C_{ad,e}}{C_e}$$

Particularmente con la isoterma de Langmuir se puede calcular  $K'_c$  como  $q_{max} \cdot KL$ . Con el valor de  $K'_c$  se calcula el cambio en la energía libre de adsorción  $\Delta G^\circ$  (kJ mol<sup>-1</sup>) en la respectiva temperatura. Donde R es la constante universal de los gases (8.314 J mol<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup>) y T (K) la temperatura absoluta. El cambio en la energía libre indica el grado de espontaneidad del proceso; valores más negativos reflejan una mayor favorabilidad de la adsorción y su variación puede expresarse en función del cambio en la entalpía  $\Delta H^\circ$  (kJ mol<sup>-1</sup>) y la entropía  $\Delta S^\circ$  (J mol<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup>) de adsorción con la temperatura, obteniéndose la recta de regresión con pendiente  $-\Delta S^\circ$  e intercepto  $\Delta H^\circ$ , tal como muestra la siguiente ecuación.

$$\Delta G^\circ = \Delta H^\circ - T \Delta S^\circ$$



Un valor negativo de  $\Delta H^\circ$  refleja que el proceso es de carácter exotérmico, mientras que valores negativos de  $\Delta S^\circ$  indican una disminución de la aleatoriedad en la interfase solución-sólido durante la adsorción. [57]

## 2.7. Técnicas de caracterización.

### 2.7.1 Espectrometría Infrarroja

La radiación infrarroja se refiere generalmente a la parte del espectro electromagnético entre la región visible y microondas. Es de mayor uso práctico para la química orgánica, está limitado en una porción entre 4000 y 400 cm<sup>-1</sup>, ha habido cierto interés en el infrarrojo (IR) cercano (14290- 4000 cm<sup>-1</sup>) y las regiones de infrarrojo (IR) lejano (700-200 cm<sup>-1</sup>).

La breve discusión teórica que sigue deja claro que una muy pequeña molécula puede proporcionar un espectro extremadamente complejo. La química orgánica toma ventajas de esta complejidad cuando coincide el espectro de un desconocido compuesto con el de la auténtica muestra. La correlación pico por pico es una excelente evidencia de identidad. Cualquiera de los dos compuestos excepto los enantiómeros son improbables de proporcionar exactamente el mismo espectro infrarrojo.

A pesar de que el espectro infrarrojo es característico de la molécula completa, es verdad que cierto grupo de átomos proporciona bandas elevadas en o cerca de la misma frecuencia a pesar de la estructura del resto de la molécula. Esas bandas características permiten al químico obtener información útil estructural por una inspección simple y referente para generalizar tablas de grupos de frecuencias. Se confiara en este característico grupo de frecuencias. Ya que no somos solo dependientes del espectro infrarrojo para identificación un análisis detallado del espectro, solo presentaremos la suficiente teoría para cumplir nuestro propósito utilizando el espectro infrarrojo en conjunto con otros datos espectrales en orden para





determinar la estructura molecular. La frecuencia de radiación infrarroja menores de aproximadamente 100cm<sup>-1</sup> es absorbida y convertida por una molécula orgánica en energía molecular de rotación, esta absorción es cuantificada por lo tanto un espectro de rotación molecular consiste en líneas discretas.

La radiación infrarroja está en un rango aproximadamente de 10000-100cm<sup>-1</sup> es absorbida y convertida por una molécula orgánica en energía molecular de vibración, esta absorción también es cuantificada pero aparece en un espectro vibracional mas bien como bandas que como líneas porque un solo cambio en la energía vibracional es acompañado por un numero de cambios en la energía rotacional, esto es con las bandas de rotación vibracional particularmente eso ocurre entre 4000-400cm<sup>-1</sup>. La frecuencia y la longitud de onda de absorción dependen de la masa relativa de los átomos de la fuerza constante de los enlaces y de la geometría de los átomos.

La posición de la banda en el espectro infrarrojo se representa como número de onda  $\bar{\nu}$  cuya unidad es reciproca a centímetros (cm<sup>-1</sup>) esta unidad es proporcional a la energía de vibración, la longitud de onda ( $\lambda$ ) fue usada en la antigua literatura en unidades de micrómetros ( $\mu\text{m}=10^{-6}\text{m}$  anteriormente llamados micras) el número de onda es relacionado recíprocamente con longitud de onda.

$$\text{cm}^{-1} = 10^4/\mu\text{m}$$

El número de onda es algunas veces llamado frecuencia sin embargo esto es incorrecto. Las intensidades de bandas pueden ser expresadas también como transmitancia ( $T$ ) o absorbancia ( $A$ ) la transmitancia es la proporción del poder de radianes transmitido por una muestra al poder de radianes incidente sobre la muestra, la absorbancia es el logaritmo para la base 10 del reciproco de la transmitancia:  $A=\log_{10}(1/T)$  en química orgánica usualmente reportan la intensidad en términos semicuantitativos (fuerte, medio y débil).



Hay dos tipos de vibraciones moleculares: estiramiento y flexión un estiramiento vibracional es un movimiento a lo largo del eje de enlace así como la distancia interatómica es creciente o decreciente.

El número teórico de vibraciones fundamental (frecuencias de absorción) rara vez será observada porque las connotaciones (múltiples de una frecuencia dada) y la combinación de tonos (suma de otras dos vibraciones) incrementa el número de bandas mientras otros fenómenos reducen el número de bandas, en las siguientes líneas se resume la teoría del número de bandas.

1. Las frecuencias fundamentales caen fuera de la región 4000-400cm<sup>-1</sup>
2. Las bandas fundamentales son tan débiles para ser observadas.
3. Las vibraciones fundamentales que son tan cercanas que ellas se juntan
4. La ocurrencia de una banda generada de varias absorciones a la misma frecuencia en moléculas altamente simétricas.
5. La falla o certeza fundamental de vibraciones a aparecer en el infrarrojo son debidos a la ausencia en los cambios de dipolo molecular.

Las frecuencias de estiramiento aproximado pueden ser asignadas por la Ley de Hooke

$$v = k/\mu$$

K=constante fuerza

μ=masa reducida

Por lo tanto la frecuencia de vibración de tensión depende de la fuerza de los enlaces y de las masas relativas de los átomos.

## 2.8. Espectrometría de Resonancia Magnética Nuclear (NMR).

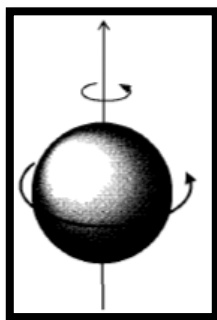
La resonancia magnética nuclear (NMR) es básicamente otra forma de espectrometría de absorción parecida al infrarrojo (IR) o espectrometría UV. Bajo condiciones apropiadas en una campo magnético, una muestra puede absorber radiación electromagnética en la frecuencia de radio (rf) región para



las frecuencias gobernadas por las características de una muestra, la absorción es una función de ciertos núcleos en la molécula, un gráfico de frecuencias de absorción constituye intensidades pico a pico en un espectro de resonancia magnético nuclear (NMR). La básica teoría o interpretación del NMR simplemente por inspección es usualmente factible para mayor detalle en el caso para IR o espectros de masas, la presente técnica satisficera de manera inmediata el objetivo limitado: identificación de compuestos orgánicos en conjunto con otra información espectrometría

### 2.8.1. Propiedades magnéticas del núcleo

Todos los núcleos tienen carga en algún núcleo esta carga (giros) en el eje nuclear y esta circulación nuclear de carga genera un dipolo magnético a lo largo del eje (figura 2...).



**Figura 2.3.** Movimiento de carga en protón generado por un dipolo magnético.

El momento angular del giro de carga puede ser descrito en términos de su número de giro cuantico  $l$ ; este número tiene un valor de 0, 1/2, 1, 3/2 de tal manera ( $l=0$  sin giro). La magnitud intrínseca del dipolo generado es expresada en términos de momento nuclear magnético,  $\mu$ .

Los espectros de varios núcleos pueden ser fácilmente obtenidos ya que tienen un número de spin  $l$  de 1/2 y una uniforme carga esférica distribuida (figura 2.3) el más ampliamente utilizado es la RMN de protón y carbón (<sup>1</sup>H y <sup>13</sup>C).



El resultado es un espectro de diversas frecuencias donde cada conjunto de núcleos específicos da origen a una señal única de RMN. Así pues, un espectro de RMN es una gráfica de la intensidad de señal en función de la frecuencia de la energía electromagnética que liberan los diversos núcleos de una muestra. Las variaciones en las frecuencias de absorción de resonancia magnética nuclear, que tienen lugar debido al distinto apantallamiento de los núcleos, reciben el nombre de desplazamientos químicos (unidades  $\delta$  o ppm).

### **2.9. Espectrometría de masas.**

El concepto de espectrometría de masas es relativamente simple un compuesto es ionizado( método de ionización) lo iones son separados de la base de su proporción masa/carga (método de separación del ion) y el número de iones representando cada unidad de masa/carga es registrado como un espectro, por ejemplo el comúnmente usado modo impacto de electrón (EI), el espectrómetro de masas bombardea moléculas en la fase vapor con un haz de electrones de alta energía y registra los resultados como un espectro de iones positivos los cuales han sido separados sobre la base masa/carga. Por lo tanto mediante esta técnica, se puede conocer la composición de un compuesto desconocido a partir de una muy pequeña cantidad de muestra, del orden de tan solo algunos picomoles. La característica común para todas las variantes de la espectroscopia de masas, es la ionización de la muestra, mediante la transferencia de algún tipo de energía para “devastar” la muestra, es decir, para que los iones se fragmenten. El patrón de esta fragmentación y los iones que han quedado sin fragmentar es lo que conforma el espectro de masas. Cada compuesto es único, y cada uno de los compuestos se ionizará y fragmentará de una determinada manera, y en este principio se basa la espectrometría de masas para identificar cada analito. En el caso de una desconocido compuesto, el ion molecular, el modelo de fragmentación y evidencia de otras formas de



espectrometría (IR, NMR) pueden dirigir para la identificación de un nuevo compuesto. [58]

### 2.9.1. Microscopia Electrónica de Barrido (MEB).

El Microscopio Electrónico de Barrido es una técnica de análisis de observación de todo tipo de materiales, tanto orgánicos como inorgánicos. La imagen entregada por el MEB es generada mediante el recorrido, a modo de barrido, de un haz muy fino de electrones en un área determinada de la superficie de la muestra.

### 2.9.2. Base teórica.

De Bröglie demostró que asociado a cualquier movimiento rápido de partículas, existe una nueva forma de radiación, de pequeña longitud de onda. De Bröglie extendió la idea de una naturaleza ondulatoria-corpúscular (cuántica) de la luz, a otros tipos de radiaciones, como los rayos catódicos, anódicos, iónicos, X, etc. En otras palabras comprobó que los electrones respondían también a las características de las radiaciones ondulatorias.

La ecuación fundamental de la mecánica cuántica expresa que la longitud de onda de una partícula en movimiento es función de su velocidad y de su masa:

\*h: cte. de Planck

$$\lambda = h / p$$

\*p: cantidad de movimiento de la partícula (momento).

\*Donde  $p = \sqrt{2mev}$

Por lo tanto:

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2mev}} = \frac{1.22nm}{\sqrt{v}}$$

Por medio de la ecuación de Broglie conocemos que a mayor voltaje, se obtiene una menor longitud de onda, como la velocidad depende del potencial acelerador en el caso de los electrones, se puede decir que la longitud de onda asociada al electrón es función del voltaje. [59]



## 1. Objetivo general.

Evaluar el extracto de la cúrcuma para la formación de un complejo metálico y una imina como inhibidores de la corrosión en acero al carbón 1018 en una solución de  $H_2SO_4$  0.5M, por medio de técnicas espectroscópicas y electroquímicas, así como también determinar su eficiencia en comparación con distintas bases de Schiff.

### 1.2. Objetivos específicos.

- Aislar los curcumina a partir de la cúrcuma
- Utilizar la curcumina como materia prima para la elaboración de un complejo metálico y una imina
- Caracterizar el complejo metálico e imina
- Utilizar 3 diferentes bases de Schiff como inhibidores de la corrosión en acero al carbón 1018 en 0.5M de  $H_2SO_4$ , estimar su eficiencia y comparar con los derivados de la curcumina.

### 1.3. Justificación.

La corrosión es un fenómeno natural y espontáneo que produce severos daños a los metales, el impacto económico de la corrosión es excesivo por tanto la importancia de estudiar nuevos inhibidores de corrosión que lo contrarresten, la obtención de la curcumina como inhibidor de la corrosión ha sido muy estudiada en diferentes medios y metales. Ahora con el uso de la curcumina como una de las materias primas para la fabricación de nuevos inhibidores debido a la sinergia se incrementará la eficiencia del inhibidor.



#### 1.4. Alcance

El propósito de este trabajo es la evaluación de inhibidores hechos a partir de una planta llamada cúrcuma, aislando el activo para sintetizar estos curcuminoides para la formación de un complejo metálico y una imina. Realizar las pruebas electroquímicas y estimar su eficiencia en comparación con diferentes bases de Schiff, toda las pruebas se realizaran en acero al carbón 1018 en una solución de  $H_2SO_4$  0.5M. Se llevaran a cabo estudios de microscopia electrónica de barrido (MEB) para hacer una comparación de la superficie del metal con inhibidor y sin inhibidor después de haber realizado el estudio gravimétrico. La Caracterización de la curcumina y sus derivados se analizara por técnicas de espectroscopia en el infrarrojo (IR), resonancia magnética nuclear de protón de hidrogeno ( $^1H$ -RMN) y espectrometría de masas.

#### 1.5. Hipótesis.

Se plantea que con la aplicación de los inhibidores derivados de la curcumina poder controlar la corrosión del acero al carbón 1018 en ácido sulfúrico.



# Capítulo 3





### Capítulo 3. Metodología experimental.

#### 3.1. Material utilizado.

En este trabajo, se utilizó un electrodo de trabajo de acero al carbón 1018 (Tabla a) [102] en forma de varilla de 6mm de diámetro, un electrodo auxiliar de grafito y un electrodo de referencia Ag/AgCl.

Tabla (a) Composición del acero al carbón.

Aplicable a los productos semielaborados para forjar, barras laminadas en caliente y barras acabadas en frío, varillas de alambre y tubos sin fisuras.

Número <b>UNS</b>	Número <b>SAE-AISI</b>	Rangos químicos y límites, %.			
		<b>C</b>	<b>Mn</b>	<b>P max</b>	<b>S max</b>
G10180	<b>1018</b>	0.15-0.20	0.60-0.90	0.040	0.050

El electrolito usado, fue una disolución de ácido sulfúrico 0.5 molar, preparado con una solución grado reactivo y agua destilada

#### 3.2. Preparación de los electrodos de trabajo.

Se preparó un par de arreglos de electrodos de trabajo para las técnicas electroquímicas de espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS) y curvas de polarización, los cuales constituyeron en una muestra de sección circular, con una longitud de 3 cm y un diámetro de 0.6 cm con un área expuesta de 0.282 cm<sup>2</sup> al medio corrosivo.



**Procedimiento:**

1. Se cortó el acero en cuatro secciones de 3 cm cada una.



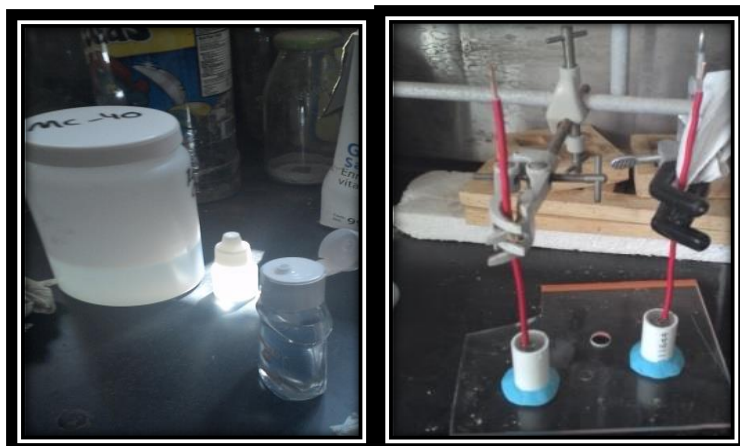
**Figura 3.1.** Probetas acero al carbón 1018.

2. En seguida la probeta de acero al carbón fue soldada con un alambre de cobre, con revestimiento aislante.



**Figura 3.2.** Soldadura de alambre de cobre y acero al carbón 1018.

3. Después se empleó resina comercial poliéster cristal, para encapsular cada uno de los electrodos.



**Figura 3.3.** Resina cristal, electrodos encapsulados.

4. Una vez solidificada la resina se desmontaron las muestras.
5. Por último, la cara expuesta de cada una de las probetas, fue devastada con lijas de SIC 80-600, y enjuagada con agua destilada y secada con aire caliente.

### **3.3. Inhibidor (cúrcuma)**

#### **Preparación del inhibidor (obtención de la resina cúrcuma)**

1. Se utilizó 1 kilogramo de cúrcuma en polvo la cual fue distribuida en partes iguales en 3 matraces Erlenmeyer de 1000mL cada uno. Posteriormente de acuerdo a la literatura [60] se utilizó el solvente más usado para macerar la cúrcuma el cual fue el etanol y se mantuvo en maceración por un mes.



**Figura 3.4.** Cúrcuma en polvo

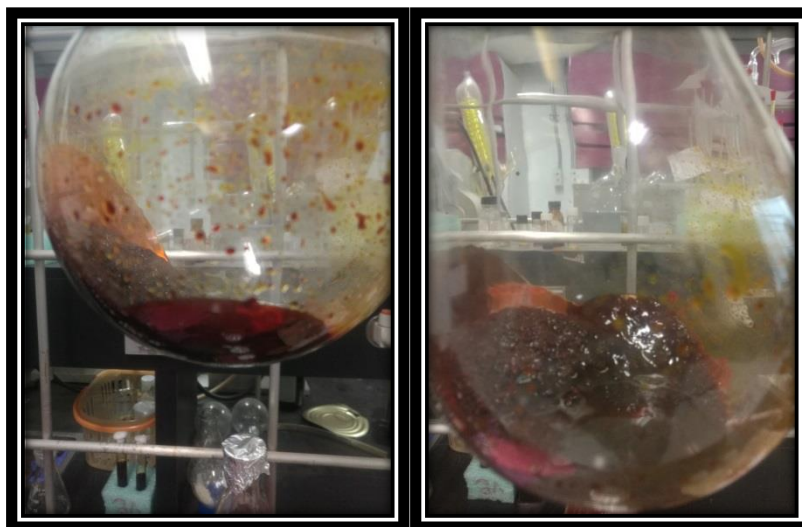


2. Al cabo de 1 mes fue filtrado a vacío todo el contenido de maceración perteneciente a los 3 matraces la parte líquida fue introducida al rotavapor para una rápida evaporación del disolvente



**Figura 3.5.** Rotavapor

3. Al finalizar la evaporación se obtuvo un sólido espeso y viscoso perteneciente a la resina de la curcumina.



**Figura 3.6.** Resina cúrcuma.



4. Esta resina perteneciente a la curcuma fue utilizada como inhibidor de la corrosión en el acero al carbón 1018 a 7 diferentes concentraciones (100-1000ppm).

5. Con esta resina como inhibidor se realizaron las pruebas electroquímicas correspondientes de polarización, impedancia electroquímica, gravimetría y por ultimo microscopia electrónica de barrido.

### 3.4. Preparación del electrolito.

1. Las concentraciones de la resina cúrcuma fueron expresadas en parte por millón (ppm).

$$ppm = \frac{\text{masa del soluto}(mg)}{\text{volumen de la solución}(l)}$$

2. Se pesaron 0.2gr de la resina cúrcuma y se utilizó como disolvente en 100mLde agua destilada para preparar la solución stock lo que equivale a 2000ppm.

$$ppm = \frac{200g}{0.1l} = 2000ppm$$

3. Se utilizaron concentraciones de 0, 100, 200, 400, 600,800 y 1000ppm de inhibidor en una celda de 50mL, para estimar la cantidad de inhibidor agregado para cada concentración se utilizó la siguiente formula:

$$V_1 C_1 = V_2 C_2$$

$$V_2 = \frac{V_1 C_1}{C_2}$$



$$V_2 = \frac{(50\text{mL})(100\text{ppm})}{2000\text{ppm}} = 2.5\text{mL}$$

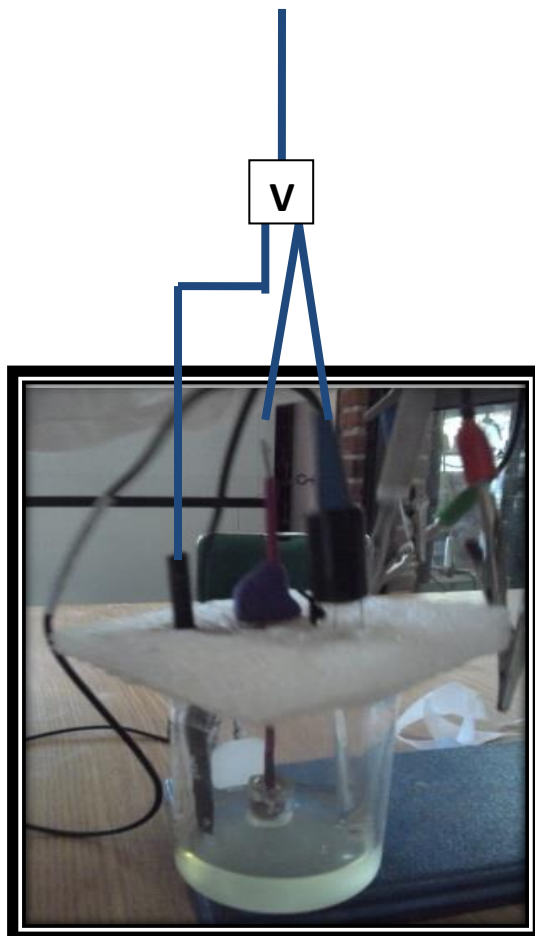
**Tabla 3.** Concentraciones para la preparación del electrolito.

Concentración del inhibidor (ppm)	Vol. Solución (inhibidor) (ml)	Vol. $H_2SO_4$ (ml)
0	0	50
100	2.5	47.5
200	5	45
400	10	40
600	15	35
800	20	30
1000	25	25

4. Para la preparación de 1litro del ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) 0.5 molar los cálculos para la estimación agregada se realizaron de la siguiente manera:

$$1\text{L} \times .5 \frac{\text{mol}}{\text{l}} \times 98.0716 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \times \frac{100\text{g}(\text{puro})}{98\text{g}(\text{puro})} \times \frac{1\text{mL}(\text{impuro})}{1.84\text{g}(\text{impuro})} = 27.19\text{mL } H_2SO_4$$

5. Finalmente se procedió a montar la celda electroquímica de tres electrodos anteriormente mencionados, con el electrolito a diferentes concentraciones para proceder a realizar las pruebas de impedancia electroquímica y polarización potenciodinámica.



**Figura 3.7.** Celda de 3 electrodos.

### **3.5. Parámetros aplicados a las técnicas electroquímicas.**

Por medio de la técnica de curvas de polarización potenciodinámica la cual se basa en perturbaciones provocadas por el potenciostato, el cual varía el potencial con una respuesta en densidad de corriente.

Todas las pruebas se llevaron a acabo a temperatura ambiente

Las pruebas se realizaron con una velocidad de barrido de 60mV/min. Se polarizo desde 1500-500 mV con respecto al potencial de corrosión ( $E_{CORR}$ ) excepto en la cúrcuma el rango de polarización utilizada fue de 1500mV a



1500mV. El equipo que se utilizó es un potencióstato/galvanostato conectado a una computadora de escritorio, con un software llamado Sequencer V3 (ACM Instruments 1996) versión 3.05.

### **3.5. (a) Equipo y especificaciones para Espectroscopia de Impedancia Electroquímica.**

En esta técnica se realiza un énfasis de elementos tanto capacitivos como resistivos resultantes de la aproximación a circuitos equivalentes. Se utilizó un equipo potencióstato/galvanostato Gamry 300 y amperímetro de resistencia cero (ZRA) al igual que el potencióstato este se encuentra controlado por una computadora de escritorio, la cual utiliza un software comercial para así llevar a cabo el monitoreo de las mediciones, y el gráfico para cada prueba.

Los parámetros de medición de las pruebas fue de un rango de 0.01 a 10000 Hz aplicando una señal sinusoidal de  $\pm 10$  mV.

### **3.5. (b) Especificaciones para pruebas de gravimetría.**

Las pruebas de pérdida de masa fueron realizadas a una temperatura durante un tiempo de inmersión de 72 horas. La preparación de cada una de las muestras de trabajo se realizó de acuerdo a la página 68 de este capítulo, después de la remoción de los productos de corrosión con el ácido inhibido se determinó la cantidad de masa perdida, la velocidad de corrosión y la eficiencia de inhibición del extracto.

Las muestras corroídas pertenecientes a 0 ppm y 1000 ppm para cada inhibidor fueron observados en el Microscopio Electrónico de Barrido LEO 1450VP. El análisis se llevó a cabo mediante electrones secundarios. Los resultados se muestran en el siguiente capítulo.

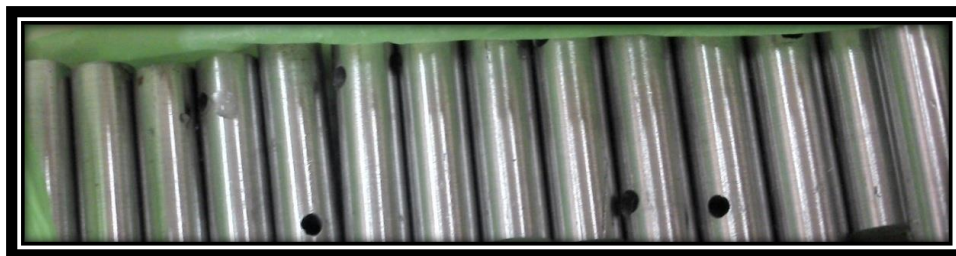




### 3.6. Procedimiento para pruebas de gravimetría.

Las muestras utilizadas de acero al carbón 1018 son barras cilíndricas que tienen un diámetro de 0.6 cm con un radio de barrenos 0.08 cm.

1. Se cortan las muestras de acero al carbón 1018 en varias secciones con una longitud de 1.5 cm.



**Figura 3.8.** Probetas para pruebas gravimétricas.

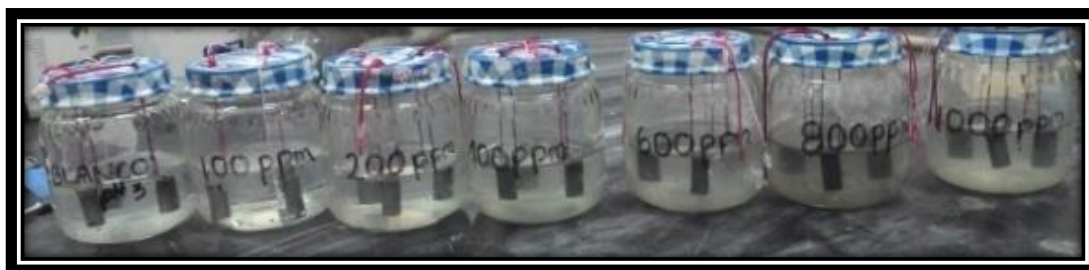
2. Posteriormente son sometidas a desbaste con lijas de SiC (320-600) con la finalidad de, minimizar los defectos de superficie.



**Figura. 3.9.** Desbaste.



3. Después de haber sometido a un proceso de desbaste cada una de las probetas a utilizar, estas se lavan y secan. Antes de proceder al test de inmersión se determina el área de cada una de las probetas.
4. Se pesa cada una de las probetas para obtener el peso inicial.
5. Se colocan en frascos de cristal cada una de las muestras por triplicado de tal manera que no tenga contacto con la base del recipiente.
6. Se agrega el electrolito con el inhibidor.
7. Se dejan inmersas en solución por un lapso de 72 horas.



**Figura. 3.1.1.** Test de inmersión

### 3.7. Preparación de ácido inhibido.

En ácido inhibido es utilizado para remover los productos de corrosión al término de las 72 horas del test de inmersión.

1. Se preparó 50 ml de ácido inhibido, para el cual se utilizan 50 ml de HCl, 1 g de trióxido de antimonio ( $Sb_2O_3$ ) y 2.5 g de cloruro estañoso ( $SnCl_2$ ).
2. En un vaso de precipitado se agregan los reactivos en el orden anterior, ayudando a disolver con una espátula.



**Figura 3.1.2.** Preparación de ácido inhibido.

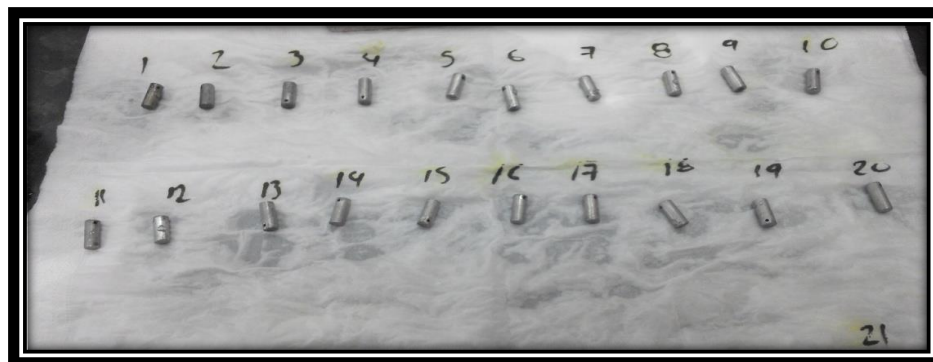
### 3.8. Preparación de las muestras posterior al tiempo de inmersión.

1. Se retiran las muestras de la solución, enseguida se enjuagan con agua exceptuando las probetas de 1000 ppm y 0 ppm las cuales serán analizadas posteriormente en Microscopia Electrónica de Barrido.



**Figura. 3.1.3.** Probetas después de test de inmersión.

2. Son frotadas con un cepillo de cerdas suaves para retirar los productos de corrosión adheridos al metal.
3. Se sumergen durante un minuto en ácido inhibido ( $HCl$ ,  $Sb_2O_3$ ,  $SnCl_2$ )
4. Se lavan nuevamente con agua de la llave frotando el cepillo, después se secan cuidadosamente con aire caliente.



**Figura. 3.1.4** Probetas tratadas con ácido inhibido.

5. Después se pesan en la balanza analítica para determinar su peso final, este peso debe ser invariable, de lo contrario se repetirá el paso 4 hasta que el peso sea constante.

La pérdida de peso es igual a  $(P_i - P_f)$  es reportado en promedio de la pérdida de peso de las tres probetas, para obtener la velocidad de corrosión se utiliza la fórmula reportada en la página 52.

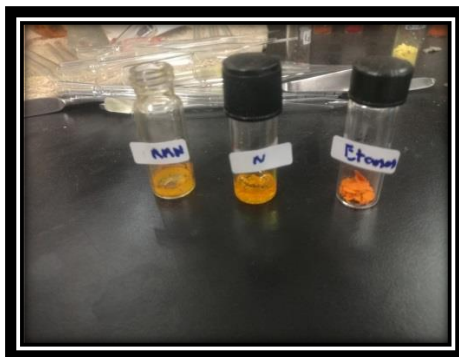
### 3.9. Inhibidor curcumina.

#### Obtención de la curcumina

2. Se utilizaron 920gr de cúrcuma en polvo estos fueron puestos a
3. macerar durante un mes en etanol (1L) el cual resulto ser el disolvente más soluble para la cúrcuma.
2. Posteriormente se filtró a vacío y el residuo liquido se llevó a rotavapor para eliminación del disolvente en la mayor proporción después de deajo enfriar y el residuo fue la resina perteneciente a la curucumina un sólido viscoso.
3. Este solido se volvió a disolver en 80mL de etanol para llevar a cabo una cristalización, se vuelve a filtrar y por último el producto filtrado es enjugado



con éter de petróleo para hacer una filtración final, el producto se deja secar por 24 horas.



**Figura 3.1.5. Obtención de la curcumina**

4. Se obtuvo un sólido anaranjado, el rendimiento obtenido fue de 6g.

#### **3.1.1 Caracterización de compuesto obtenido curcumina.**

1. Se realizaron pruebas de solubilidad donde se encontró que los solventes más adecuados para la curcumina fueron el diclorometano y Dimetilsulfoxido con mayor grado de solubilidad.

2. Posteriormente se realizó una prueba fusión donde el resultado fue  $184^{\circ}C$  correspondientes a los reportados en literatura acerca de la curcumina [61]

3. Las técnicas de caracterización para analizar la obtención de la curcumina fueron resonancia magnética nuclear de protón ( $H^1$ -NMR), espectroscopia infrarroja (IR) y espectrometría de masas, como disolvente se utilizó el diclorometano,

4. Se realizaron los experimentos electroquímicos pertenecientes a polarización, impedancia y gravimetría como se expuso en la sección anterior exceptuando el disolvente que se utilizó para preparar el inhibidor (agua) es este caso fue dimetil sulfoxido



5. Para preparar 2000ppm se pesó 0.2gr de curcumina estos fueron disueltos en 100mL de dimetilsulfoxido

$$V = \frac{M_{DMSO}}{\rho_{DMSO}}$$

$$V = \frac{110 \text{ g}}{1.1 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}} = 100\text{mL}$$

6. Las concentraciones para el inhibidor se hicieron de la misma manera que en 3.2.2.

### 3.1.2. Obtención del complejo metálico-I

1. Para la obtención de este complejo metálico-I se utilizaron 2 materias primas la curcumina y el óxido de dibutil estaño (Bu<sub>2</sub>SnO), el objetivo fue sintetizar un complejo metálico aprovechando la estructura de la curcumina con la finalidad de coordinación con el estaño.

2. Para ello de planeo utilizar una proporción 2-1 dos moléculas de curcumina y una de óxido de dibutil estaño como se observa en la Figura 3.1.6.

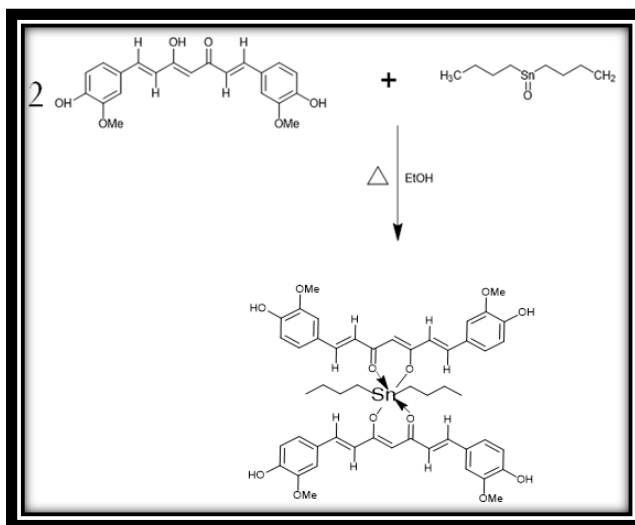


Figura 3.1.6. Obtención del complejo metálico-I



3. Se hicieron los correspondientes cálculos estequiométricos donde se utilizó 0.2gr de óxido de dibutil estaño.

$$n = \frac{m}{pm}$$

$$n = \frac{0.20gr}{248.9gr/mol} = 8.03 \times 10^{-4}mol$$

Se necesitan 2 moléculas de curcumina

$$m_2 = (n)(pm_2)$$

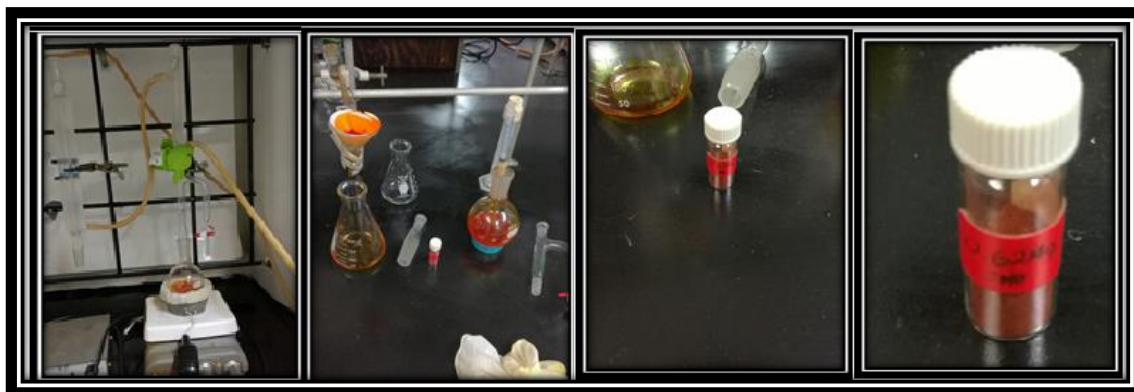
$$m_2 = 2(8.03 \times 10^{-4}mol) \left(368.38 \frac{gr}{mol}\right) = 0.5916gr$$

Para empezar la reacción se necesitan

0.2gr de óxido de dibutil estaño  
0.6gr de curcumina

4. Se utilizaron 0.6 gr (1.62mmol) de curcumina los cuales fueron disueltos en 25mL de etanol en un matraz de bola y puesto en agitación disolución, después 0.2 gr (0.80mmol) de óxido de dibutil estaño fueron añadidos después de 15 minutos transcurridos se observó la máxima disolución de las materias primas, después la reacción se llevó a reflujo por 7 horas.

5. Al finalizar las 7 horas se dejó enfriar y lo poco residuo del solvente fue filtrado y el sólido obtenido se dejó secar y de esta manera se obtuvo un sólido rojo producto de la completa extracción del solvente.



**Figura 3.1.7.**Síntesis del complejo metálico

### 3.1.3. Caracterización del complejo metálico-I

1. Se realizaron las pruebas de solubilidad encontrando que solo es soluble en dimetilsulfoxido.
- 2.- Se obtuvo su punto de fusión
3. Se realizaron mismas técnicas espectroscópicas y electroquímicas para analizar el compuesto observadas en la página 70,71 y la preparación del inhibidor para las pruebas electroquímicas fue igual al de la curcumina utilizando dimetilsulfoxido (DMSO)

### 3.1.4. Obtención de la imina-I

1. Las materias primas utilizadas para la obtención de la imina-I fueron la curcumina y la etanolamina. El objetivo era la formación de la imina con un solo ligante. Se realizaron los cálculos estequiométricos para la síntesis de la imina-I utilizando una proporción 1:1



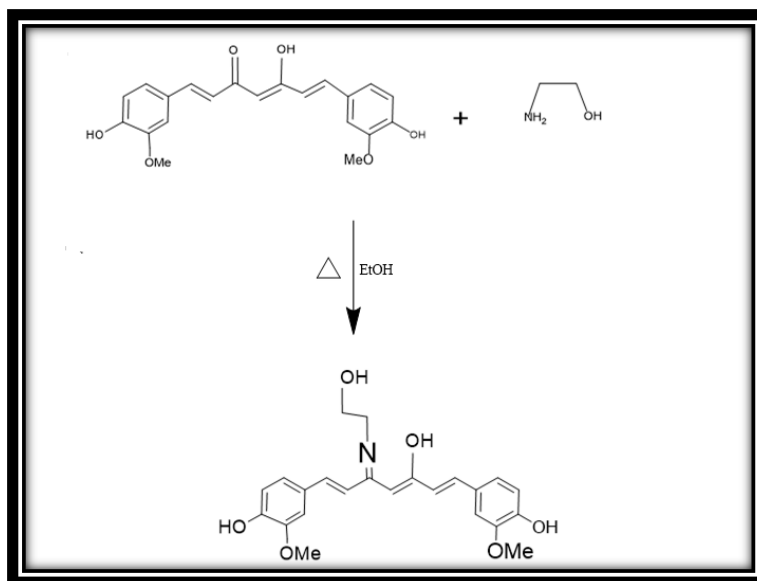


Figura 3.1.8. Obtención de la imina-I

2. Cálculos estequiométricos utilizando 0.1 gr (0.27 mmol) de curcumina

$$n = \frac{m}{pm}$$

$$n = \frac{0.1 \text{ gr}}{368.38 \frac{\text{gr}}{\text{mol}}} = 0.0002714 \text{ mol}$$

Se necesita una molécula de etanol amina

$$m_2 = (n)(pm_2)$$

$$m_2 = 1(0.0002714 \text{ mol}) \left( 61.08 \frac{\text{gr}}{\text{mol}} \right) = 0.01657 \text{ gr}$$

La etanol amina es líquida por lo tanto

$$V = \frac{m}{\rho}$$

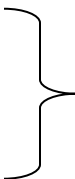
$$V = \frac{0.01657 \text{ gr}}{1.01 \frac{\text{gr}}{\text{cm}^3}} = 0.01641 \text{ cm}^3$$



Las cantidades agregadas para empezar la reacción fueron:

0.1gr curcumina

16.41 $\mu$ L de etanolamina



3. Se diluyo la curumina en 25mL de etanol y se puso en agitacion, en otro recipiente se diluye la etanolamina en 20mL de etanol, despues la etanol amina disuelta en etanol se agrega gota a gota a la curcumina disuelta en etanol, se deja en agitacion durante una hora hasta observar el cambio de color.

4. Se lleva a reflujo durante 6 horas , se dejo enfriar y por ultimo se filtro, el solido obtenido fue de color purpura.



**Figura 3.1.9.** Preparacion de la imaina-I

### 3.1.5. Caracterizacion de la imina-I

1. Se realizaron las puebas de solubilidad encontrando que es soluble en agua.

2.- Se obtuvo su punto de fusion

3. Se realizaron mismas tecnicas espectroscopias y electroquimicas para analizar el compuesto observadas en la (paginas 70,71) y la preparacion del inhibidor para las pruebas electroquimicas fue igual al de la curcuma utilizando agua (pagina 64)

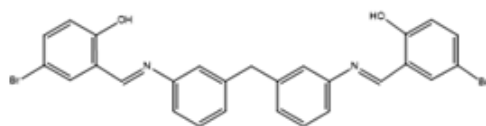


### 3.1.6. Obtencion de bases de Schiff

1. Se analizaron 3 bases de Schiff obtenidas apartir de la 3,3 metilendianilina [62].

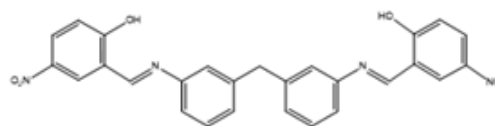
#### Base de Schiff 1

3,3'-Methylene-bis (5-bromo-N-salicylidene aniline)



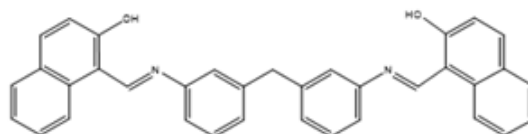
#### Base de Schiff 2

3,3'-Methylene-bis (5-nitro-N-salicylidene aniline)



#### Base de Schiff 3

3,3'-methylene-bis(N-naphthalen-2-ol)



2. Se les hicieron pruebas de solubilidad a cada una de las tres bases de Schiff donde se encontro ser soluble en dimetilsulfoxido.

3. La preparacion del inhibidor para cada una de las bases de Schiff se realizo de la misma manera que con la curcumina y el complejo metalico-I (pagina 71)

4. Se realizaron las pruebas electroquimicas para cada una de las bases de Schiff de la misma manera que para los inhibidores anteriores paginas (70-71)



# Capítulo 4



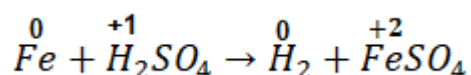
## Capítulo 4. Resultados y discusión.

### 4.1. Resultados para curvas de polarización.

Todas las pruebas electroquímicas fueron realizadas a temperatura ambiente, con una solución 0.5 molar de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

Como se observó en las páginas (20-25) los procesos electroquímicos se fundamentan en la termoquímica para empezar la explicación de los gráficos de polarización potenciodinámica calcularemos teóricamente el potencial de corrosión.

Reacción del proceso electroquímico



En esta reacción hay una transferencia de 2 electrones.

La energía libre de formación de Gibbs se obtiene mediante la siguiente ecuación [63]

$$\Delta G_r^\circ = \sum n_P \cdot \Delta G_{f(P)}^\circ - \sum n_R \cdot \Delta G_{f(R)}^\circ$$

$\Delta G_r^\circ$ : variación de energía libre de reacción

$n_P$  y  $n_R$ : coeficientes estequiométricos de productos y reactivos respectivamente.

$\Delta G_{f(P)}^\circ$  y  $\Delta G_{f(R)}^\circ$ : energías libres de Gibbs de productos y reactivos respectivamente.

$$\Delta G_r^\circ = \Delta G_{f(\text{FeSO}_4)} - \Delta G_{f(\text{H}_2\text{SO}_4)} = (-5940 \text{ J/mol}) - (-690100 \text{ J/mol})$$

$$\Delta G_r^\circ = 96100 \text{ J}$$

$$E = \frac{\Delta G}{-nF}$$

$$E = \frac{96100}{-(2)(96485)} = -0.498 \text{ V}$$



A mayor pérdida de e<sup>-</sup> el sistema se desplaza hacia un sistema más oxidante

$$E = \frac{96100}{-(3)(96485)} = -0.332 V$$

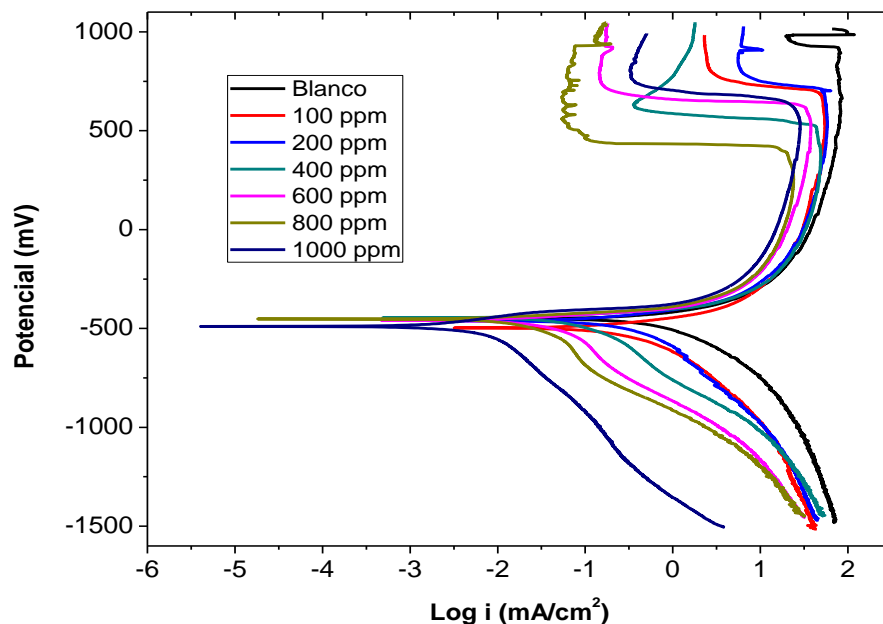
Y viceversa a menor concentración el sistema va hacia una zona más reductora

$$E = \frac{96100}{-(1)(96485)} = -0.996 V$$

Esta relación es analizada en el diagrama de Pourbaix visto en la página 34

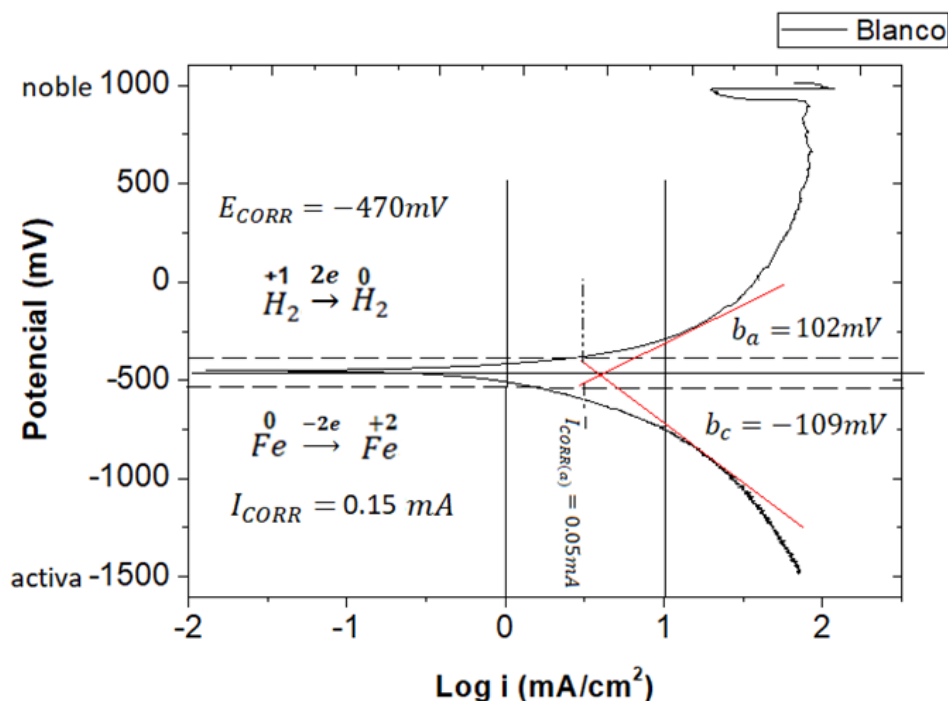
#### **4.2. Resultados de polarización (inhibidor cúrcuma)**

Se utilizó la cúrcuma como base para la preparación de los inhibidores debido a su composición química entre ellos los curcuminoides que incluyen la curcumina. La curcuma es un inhibidor de corrosión muy estudiado en diferentes medios y condiciones por lo tanto se utilizó como materia prima para las síntesis de inhibidores de la corrosión, los resultados de eficiencia que mostro este inhibidor (cúrcuma) expuesto a una solución de ácido sulfúrico 0.5M, presión de 1atm, y temperatura ambiente (25°C) son los siguientes:



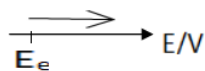
**Figura 4.** Curvas de polarización obtenidas para el acero 1018 expuesto a una solución 0.5 molar, con y sin curcumina.

En la figura 4. se puede observar el efecto de la concentración de la cúrcuma en las curvas de polarización observándose el desplazamiento de la densidad de corriente de corrosión ( $I_{CORR}$ ) a densidades de corrientes de corrosión ( $I_{CORR}$ ) menores, debido a la aplicación del inhibidor y al incremento de su concentración, además se observa un ligero cambio en el potencial de corrosión ( $E_{CORR}$ ) donde se desplaza hacia la zona activa del sistema lo que significa una ligera disminución del agente oxidante, por lo tanto el agente reductor aumenta, los electrones que son aceptados por el agente oxidante que ha disminuido afecta la reacción redox.

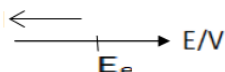


**Figura 4.1.** Curvas de polarización obtenidas para el acero 1018 expuesto a una solución 0.5 molar, sin inhibidor.

La figura 4.1. corresponde al blanco observado en la Figura 4. Se puede analizar dos zonas, activa y noble, las dos semireacciones (H<sub>2</sub>/H<sup>+</sup>, M/M<sup>+2</sup>) son independientes antes de polarizar, al empezar el proceso de polarización cada semireaccion empieza a desplazarse de su potencial de equilibrio (E<sub>e</sub>) debido a la influencia de un sobrepotencial  $\eta = E - E_e$  la dirección dependerá si es hacia la reducción o la oxidación, si el potencial es mayor a la potencial de equilibrio favorecerá la oxidación y la reducción se hace despreciable,



si al contrario favorecemos la reducción se hace despreciable la oxidación

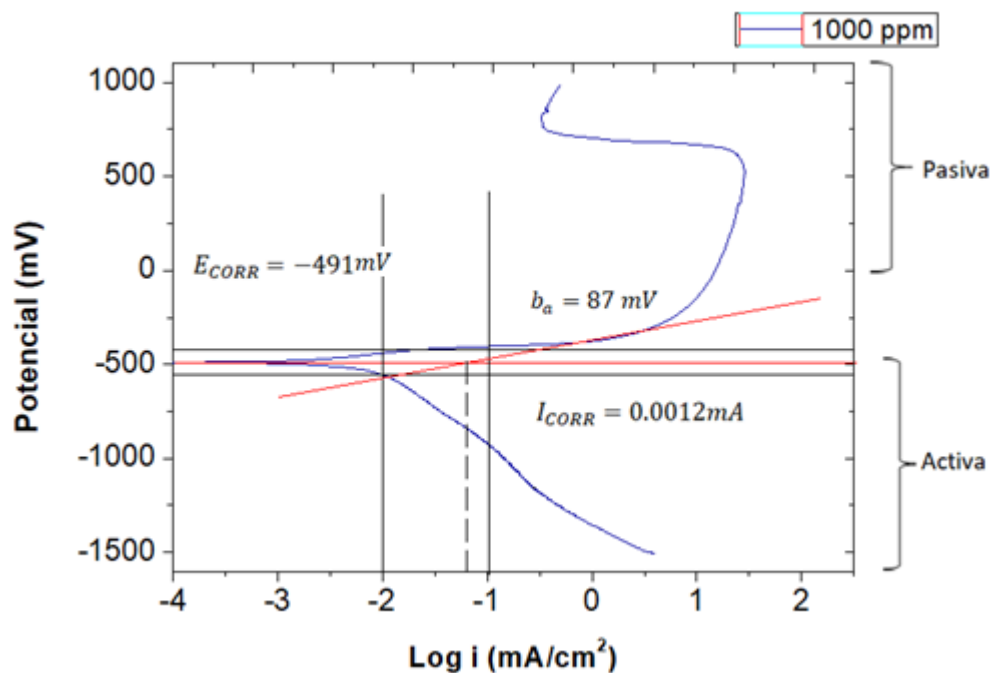


En el transcurso de la polarización estas dos semireacciones son polarizadas por un lado hacia la oxidación (M/M<sup>+2</sup>) y otra hacia la reducción





( $H_2/H^+$ ), existe un punto donde estas dos reacciones interceptan y son iguales en este punto de intercepción el cual es conocido como el potencial de corrosión o potencial mixto ( $E_{CORR}$ ) y se calcula en un intervalo de (50-70 mV) conocido como la zona pretafel, después las ramas tanto anódica como catódica se separan y pueden ser calculadas las pendientes tafel a partir de una unidad logarítmica como se observa en la figura 4.1, a partir de las pendientes tafel puede ser calculado la densidad de corriente de corrosión exactamente donde interceptan las dos reacciones con el potencial mixto de corrosión  $E_{CORR} = -470mV$ , obtenemos la densidad de corriente de corrosión  $I_{CORR} = 0.15mA$ , las pendientes observadas con valores  $b_a = 87mV$ ,  $b_c = -109mV$  pertenecen a pendientes tafel ( $50mV \leq b \leq 150mV$ ) lo que significa que son procesos faradaicos controlados por transferencia de carga.



**Figura 4.1. (a)** Curvas de polarización obtenidas para el acero 1018 expuesto a una solución 0.5 molar, con 1000ppm de cúrcuma.

En la Figura 4.1.(a) se observa la curva obtenida para la máxima concentración de inhibidor (1000ppm) donde la  $E_{CORR}$  disminuye su valor hacia la zona activa del sistema debido a la disminución de concentración del agente oxidante, donde la rama catódica se ve afectada y no existe pendiente tafel, el proceso es controlado por transferencia de masa, debido que a pesar que el agente reductor aumente (transferencia de electrones) la velocidad de aporte del reactivo es más lento (diminución del agente oxidante) y no es capaz de reponer las especies reaccionantes a la misma velocidad, es por esta razón que el proceso se ve ralentizado por procesos no faradaicos y el inhibidor favorece la reacción de disminuir la corrosión. En la Tabla 1. se observan los parámetros electroquímicos para las curvas de polarización, se analiza la disminución de la  $I_{CORR}$  la cual es inversamente proporcional a la concentración del inhibidor, además que se observa que la



rama catódica es afectada por pendientes que no corresponden a un comportamiento tafel, mientras las pendientes anódicas tienen valores pertenecientes a procesos farádicos. Por lo tanto se ve afectada la reacción de reducción. Estos datos son similares a distintas investigaciones de corrosión utilizando cúrcuma como inhibidor [64, 65, 66,67].

$$\eta = \frac{i^0_{corr} - i^i_{corr}}{i^0_{corr}} \times 100 \dots \dots \dots \text{eficiencia de inhibición}$$

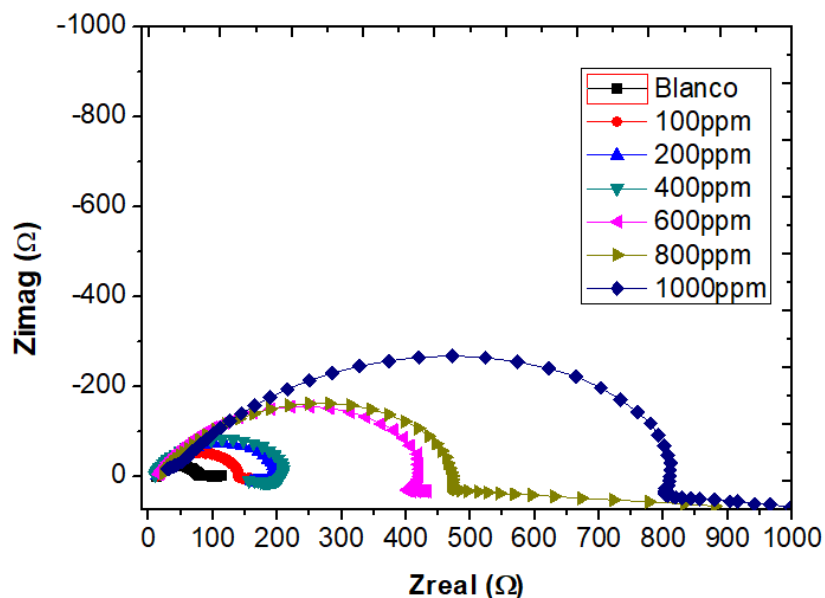
**Tabla 4.1.** Parámetros electroquímicos en curvas de polarización de acero 1018 en solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (0.5M) con y sin inhibidor de cúrcuma.

Concentración de Inhibidor (ppm)	E <sub>corr</sub> (mv)	I <sub>corr</sub> (mA/cm <sup>2</sup> )	β <sub>a</sub> (mV/dec)	β <sub>c</sub> (mV/dec)	E.I. (%)
0	-470	0.15	102	-109	
100	-510	0.079	75	-159	47
200	-461	0.044	99	-190	70
400	-467	0.0213	84	-200	85
600	-464	0.00932	73	206	93
800	-462	0.00371	94	207	97
1000	-491	0.001	87	-267	99

Los parámetros observados en la tabla 4.1 se puede concluir que para 100ppm y 1000ppm el inhibidor tiene un comportamiento catódico si tomamos en cuenta el desplazamiento del potencial de corrosión (E<sub>CORR</sub>) hacia la zona activa del sistema, y las diferencias en la rama catódica inhibida y no inhibida, donde se muestra que la rama catódica de la curva de polarización es afectada cuando el inhibidor es añadido al sistema, para las restantes concentraciones el inhibidor muestra un ligero desplazamiento en el potencial de corrosión hacia la zona noble del sistema más sin embargo las pendientes catódicas se ven afectadas al añadir inhibidor por lo que se concluye que el inhibidor es catódico también.



#### 4.2. (a) Resultados para Espectroscopia de Impedancia Electroquímica.

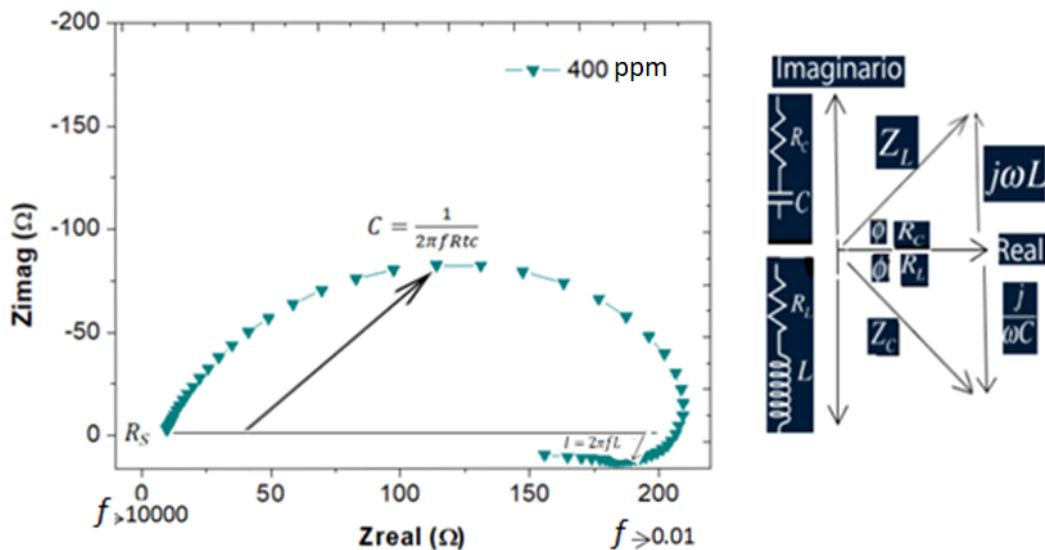


**Figura 4.1. (b)** Diagrama de Nyquist obtenidas para el acero 1018 expuestas en una solución de  $H_2SO_4$  con y sin cúrcuma a diferentes concentraciones.

En el diagrama de Nyquist figura 4.1 se observa el blanco formando un pequeño semicírculo capacitivo muy deprimido de  $9 \text{ ohm/cm}^2$ , el diámetro del semicírculo indica un proceso de corrosión controlado por transferencia de carga, a frecuencias más bajas la impedancia sigue aumentando lo que indica que el metal se sigue protegiendo con la formación de productos de corrosión, y como veremos en la siguiente sección el ajuste del circuito representara mejor estos procesos. Al ir añadiendo más concentración del inhibidor el diámetro del semicírculo aumenta con la concentración del inhibidor, en algunos de estos semicírculos de 200ppm-600ppm el semicírculo se ve afectado por otro proceso distinto al de transferencia de carga el cual es el efecto inductivo, siendo más notable en 400ppm como se puede ver en la Figura 4.1. (b) donde el inductor aparece al haber un cambio abrupto en la densidad de corriente de corrosión lo que provoca una disminución en la resistencia a la transferencia de carga, el cual se debe a un



proceso de adsorción/desorción de especies. El efecto disminuye al aumentar la concentración de inhibidor.

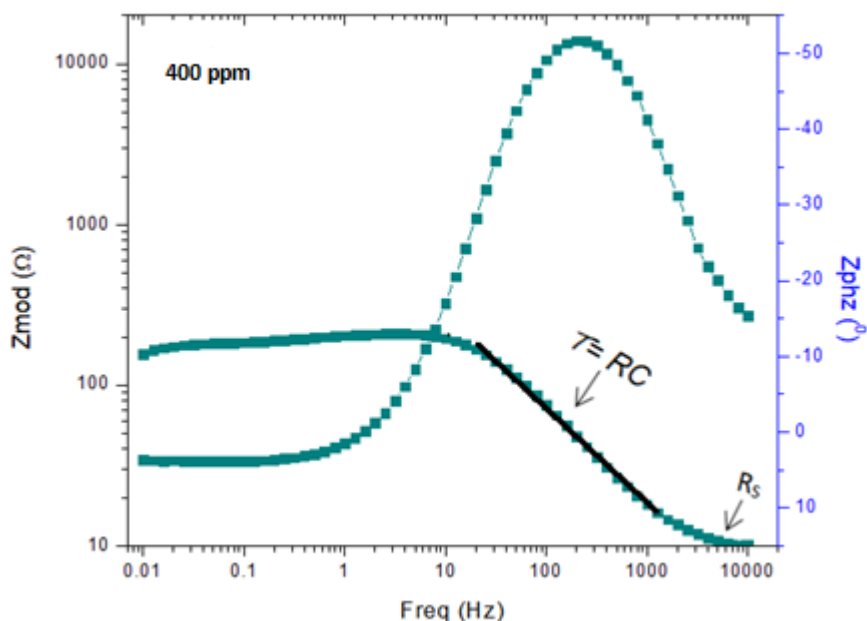


**Figura 4.1. (c)** Representación del diagrama de Nyquist 400ppm de curcumina y variables que afectan el proceso.

Todos los diagramas de Nyquist en electroquímica son representados como se observa en la figura 4.1.(c) por un eje real (x) y un eje imaginario (y) cada eje tiene una representación física donde el eje imaginario representa la reactancia capacitancia o reactancia inductiva dependiendo el caso, el eje real representa todas las resistencias involucradas en el proceso, cada punto o barrido de frecuencia va de un intervalo de 10000 hz a 0.01hz, el barrido siempre es de frecuencias mayores a menores, en el diagrama de Nyquist Figura 4.1(c) observamos que el valor de la reactancia inductiva dependerá de la frecuencia y el largo del inductor los cuales son directamente proporcionales, el valor de la reactancia capacitiva dependerá tanto de la frecuencia como de la resistencia a la transferencia de carga ya que son inversamente proporcionales, si el valor de la resistencia a la transferencia de carga es mayor el valor de la reactancia capacitancia disminuye debido a que un valor grande en resistencia me indica que la corriente es menor



debido a que la reactancia capacitiva representa la oposición al paso de la corriente alterna. Este valor de reactancia se obtiene a partir del punto máximo del semicírculo tomando su valor de frecuencia como se muestra en la imagen 4.2.



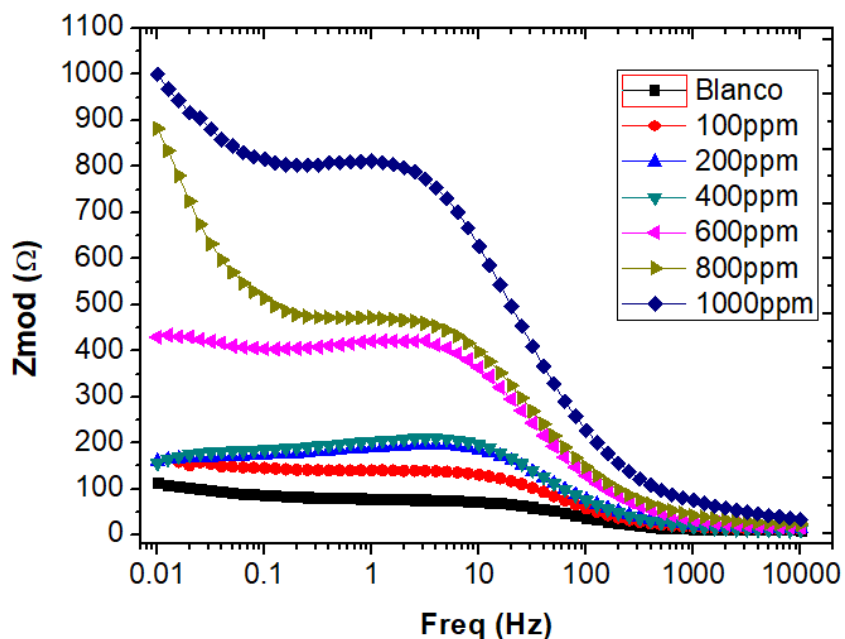
**Figura 4.1. (d)** Diagrama de Bode (modulo) obtenidas para el acero 1018 expuesto a una solución de  $H_2SO_4$  con 400ppm de curcumina.

La figura 4.1. (d) muestra la variaciones que producen cada uno de los procesos involucrados en el sistema corrosivo, se puede observar a altas frecuencias la resistencia a la solución ( $R_s$ ) con un ángulo de fase constante, conforme la frecuencia va desplazándose a valores intermedios se observa la constante de tiempo ( $T$ ) es representada por una pendiente negativa debido a un comportamiento capacitivo en el cual se observa un ángulo de fase apropiadamente de  $52^\circ$ . Tanto el módulo de la impedancia como el ángulo de fase son análogos a un vector, donde cada valor, a cada una de las frecuencias es obtenido con las siguientes formulas:



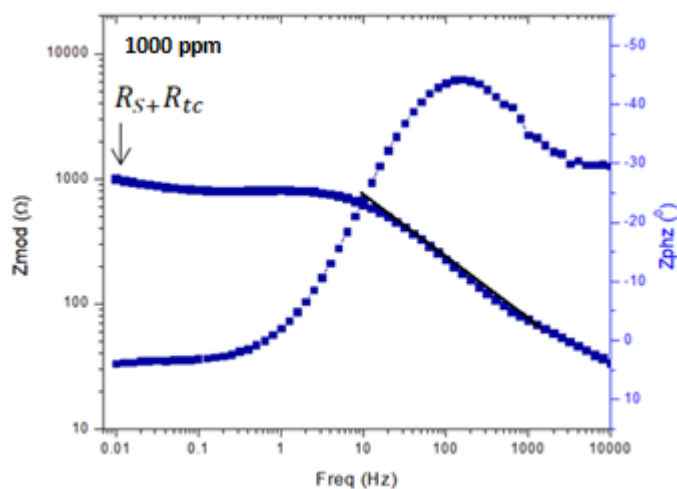
$$z = \sqrt{R^2 + (X_L - X_C)^2} \dots \text{modulo de la impedancia}$$

$$tg\theta = \frac{X_L - X_C}{R} \dots \dots \dots \text{ángulo de fase}$$



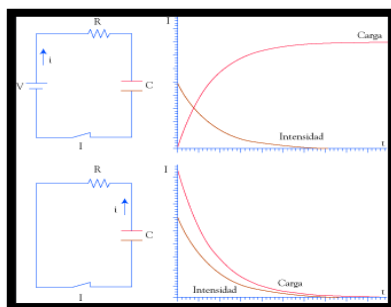
**Figura 4.1. (e)** Diagrama de Bode (modulo) obtenidas para el acero 1018 expuesto a una solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> con y sin cúrcuma a diferentes concentraciones.

En la figura 4.1. (e) se puede observar el aumento del módulo en función del aumento de la concentración del inhibidor, donde a partir de 600ppm se observan distintas constantes de tiempo.



**Figura 4.1. (f)** Diagrama de Bode (modulo) obtenidas para el acero 1018 expuesto a una solución de  $H_2SO_4$  con 1000ppm de curcumina

En la figura 4.1. (f) en la magnitud de la impedancia ( $Z_{mod}$ ) se observa una constante de tiempo RC la cual se genera a altas frecuencias, esta constante de tiempo depende del tiempo de carga o descarga del capacitor y por lo tanto determina que tan grande es la pendiente, una constante de tiempo grande indica que el tiempo de carga o descarga es lento y la corriente disminuye debido a un aumento en la resistencia del circuito.



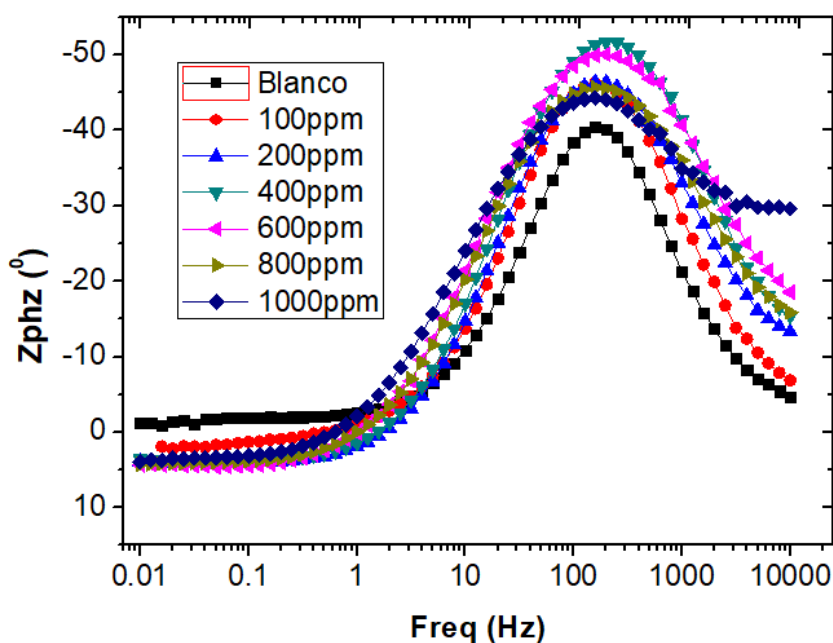
**Figura 4.1. (g)** Diagrama de carga y descarga de un circuito

La constante de tiempo  $T=RC$  depende del valor de la resistencia asociada al capacitor, mientras más pequeña sea la resistencia los tiempos de carga y





descarga serán menores. Inicialmente se muestran ángulos de fase mayores indicando un aumento en la resistencia, pero al ingresar la doble capa los ángulos de fase se hacen aún mayores observando una amplitud mayor e indicando que es más protector, al finalizar de nuevo el ángulo disminuye debido al barrido electroquímico donde el valor a bajas frecuencias el ángulo de fase es cercano a  $0^\circ$ . [73, 74, 75,]



**Figura 4.1. (h)** Diagramas de bode (ángulo de fase) obtenidas para el acero 1018 expuesto a una solución de  $H_2SO_4$  con y sin cúrcuma a distintas concentraciones.

Inicialmente se muestran ángulos de fase mayores en comparación al blanco indicando un comportamiento capacitivo, además se observa una amplitud mayor indicando que es más protector, al finalizar el barrido de frecuencias el cual finaliza a bajas frecuencias, el ángulo de fase disminuye debido al barrido electroquímico donde el valor a bajas frecuencias del ángulo de fase es cercano a  $0^\circ$ , esto significa que a medida que la frecuencia se acerca a 0 Hz la impedancia es infinita, si la impedancia es infinita el voltaje en las



terminales del condensador es el que corresponde a un circuito abierto no hay corriente que fluya a través de él.[73,74,75,]

$$\eta\% = \frac{R_{Ct}^i - R_{Ct}^0}{R_{Ct}^i} \times 100 \dots\dots \text{Calculo de eficiencia de inhibición.}$$

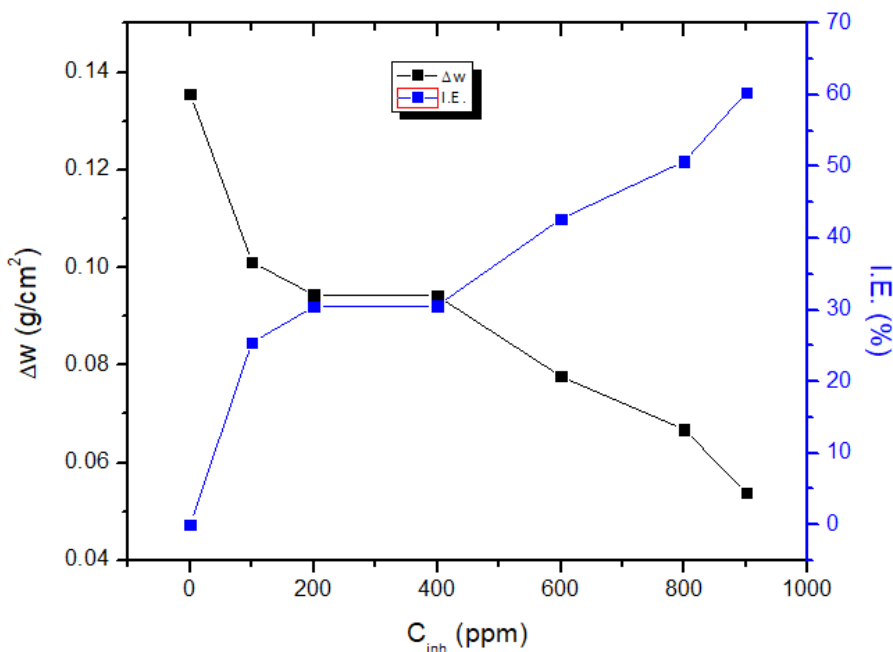
**Tabla 4.2** Parámetros electroquímicos presentados por la prueba de IES para acero al carbón 1018 en una solución 0.5M de ácido sulfúrico con sin inhibidor cúrcuma.

Concentración de inhibidor(ppm)	R <sub>SOL</sub> (ohm/cm <sup>2</sup> )	R <sub>TC</sub> (ohm/cm <sup>2</sup> )	Capacitancia (F/cm <sup>2</sup> )	R <sub>p</sub> (ohm/cm <sup>2</sup> )	R <sub>L</sub> (ohm/cm <sup>2</sup> )	L (H/cm <sup>2</sup> )	n	%
0	10	67	1.07x10 <sup>-4</sup>	102			0.85	
100	12	132	7.17x10 <sup>-5</sup>	159			0.84	49
200	13	194	6.84x10 <sup>-5</sup>	160	912	515	0.80	65
400	9	212	7.71x10 <sup>-5</sup>	155	576	325	0.81	68
600	14	438	5.19x10 <sup>-5</sup>	429	20978	800	0.84	84
800	21	478	5.15x10 <sup>-5</sup>	745			0.87	85
1000	26	873	5.68x10 <sup>-5</sup>	1000			0.86	92

En la tabla 4.2 se muestran los parámetros electroquímicos obtenidos donde la resistencia a la transferencia de carga (R<sub>TC</sub>) aumenta con la concentración del inhibidor, mientras los valores de la capacitancia disminuyen, la R<sub>p</sub> aumenta y la R<sub>L</sub> en 200ppm-600ppm aumenta su valor por lo tanto la concentración del inhibidor reduce el efecto inductivo.



### 4.3. Análisis gravimétrico (inhibidor cúrcuma)



**Figura 4.1. (i)** Efecto de la concentración de la cúrcuma en la pérdida de peso y eficiencia del inhibidor

La figura 4.1 (i) se observa una disminución en la pérdida de peso al ir aumentando la concentración del inhibidor, en 100ppm se observa un cambio abrupto en la disminución de pérdida de peso mientras en 200ppm a 400ppm la pérdida de peso es igual, y vuelve a disminuir de 600ppm-100ppm. La eficiencia aumenta con la concentración del inhibidor. Estos parámetros pueden ser observados en la tabla 4.3.

$$\eta\% = \frac{W_0 - W_i}{W_0} \times 100 \dots \dots \text{Eficiencia de inhibición}$$



**Tabla 4.3.** Velocidad de corrosión y eficiencia de inhibición obtenidos de las mediciones de gravimetría para el acero 1018 expuesto a una solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> con y sin inhibidor cúrcuma.

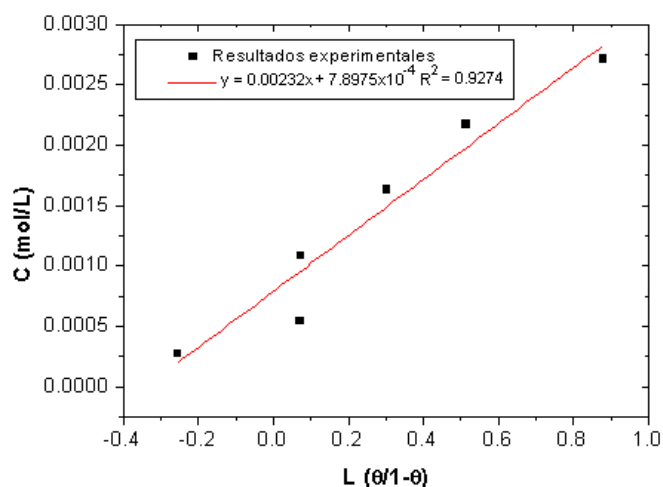
Concentración del inhibidor, C [ppm]	Altura de la muestra, h [cm]	Área de la muestra, A [cm <sup>2</sup> ]	Peso inicial, M0 [g]	Peso final, MF [g]	Velocidad de corrosión, V [g/cm <sup>2</sup> ]	Eficiencia de inhibición, E [%]
0	2.33	3.62178509	3.3695	2.8782	0.13565134	
200	1.48	3.47664351	3.3997	3.0481	0.10113203	25.4470869
100	1.53	3.9186656	3.5943	3.2244	0.09439438	30.4139732
400	1.46	3.44365679	3.3247	3.0003	0.09420219	30.5556532
600	1.48	3.48324086	3.4238	3.1531	0.07771498	42.7097572
800	1.33	3.19295769	3.1152	2.9019	0.06680327	50.7537003
1000	1.65	3.81970543	3.8181	3.6126	0.05379996	60.3395291

#### 4.4. Isotermas de adsorción

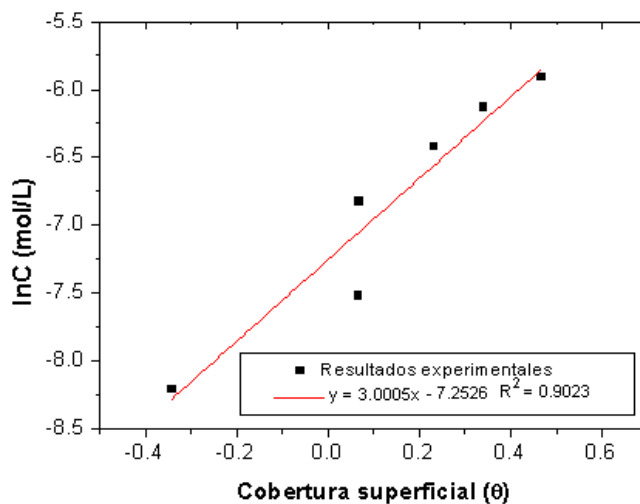
**Tabla 4.4.** Concentración del inhibidor, eficiencia de inhibición y cobertura superficial son obtenidos de las mediciones de gravimetría para el acero 1018 expuesto a una solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, con y sin inhibidor.

Concentración del inhibidor, C [ppm]	Concentración del inhibidor, C [g/L]	Concentración del inhibidor, C [mol/L o M]	Eficiencia de inhibición, E [%]	Cobertura superficial, $\theta$
0	0	0	0	0
100	0.1	0.00027	-34	0.34
200	0.2	0.00054	6	0.06
400	0.4	0.0010	6	0.068
600	0.6	0.00162	23	0.231
800	0.8	0.00217	33	0.33
1000	1	0.0027	46	0.468

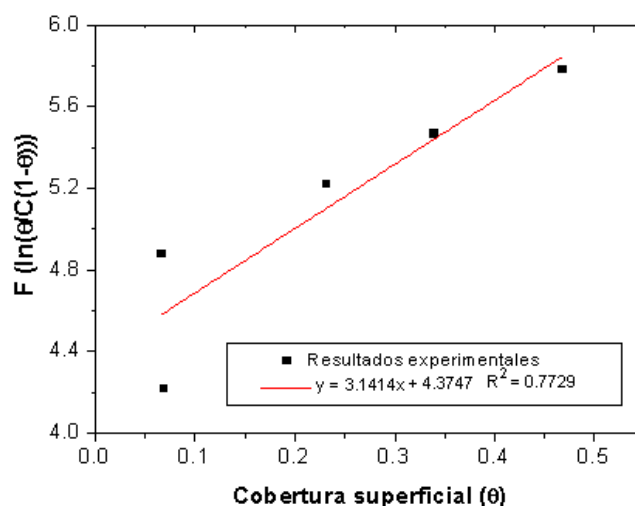
Las siguientes figuras 4.1 (j) a la - 4.1 (k) muestran los resultados de la regresión lineal para una isoterma de Langmuir, Temkin y Frunkin.



**Figura 4.1. (j)** Resultados experimentales de la isoterma de adsorción de Langmuir para el inhibidor cúrcuma a diferentes concentraciones en una solución de  $H_2SO_4$  en el acero 1018.



**Figura 4.1. (k)** Resultados experimentales de la isoterma de adsorción de Temkin para el inhibidor curcumina a diferentes concentraciones en una solución de  $H_2SO_4$  en el acero 1018.



**Figura 4.1. (I)** Resultados experimentales de la isoterma de adsorción de Frumkin para el inhibidor cúrcuma a diferentes concentraciones en una solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en el acero 1018.

Los datos pueden ajustarse bien a la isoterma de adsorción de Langmuir, obteniendo un coeficiente de correlación de  $R^2 \sim 0.92$ . Los valores calculados para son reportados en la tabla 4.5.

**Tabla 4.5.** Parámetros de adsorción y energía libre de adsorción de Gibbs obtenidas de las ecuaciones lineales de las isotermas para el acero 1018 expuesto a una solución con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

Langmuir		Temkin			Frumkin		
Kad L/mol	ΔGad kJ/mol	Kad L/mol	f adim.	ΔGad kJ/mol	Kad L/mol	f adim.	ΔGad kJ/mol
400	-14.8517	1411.7706	3.0005	-17.9778	79.3604	3.141	-10.8423

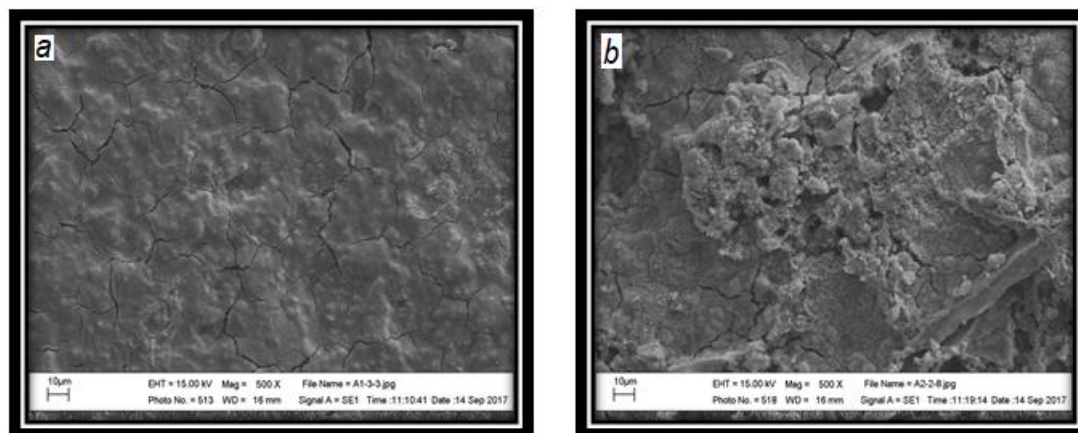
De acuerdo a lo referido en la Tabla 4.5. es la isoterma (Langmuir) la cual se ajustó mejor a los datos experimentales, se muestra el valor de la energía libre de Gibbs de adsorción con un valor negativo indicando que es un



proceso espontaneo y de acuerdo con un estudio realizado con distintos extractos naturales utilizados como inhibidores de corrosión se estableció que valores de la energía libre de Gibbs hasta  $-20KJ/mol$  corresponde al mecanismo de fisorción y valores de  $-40kJ/mol$  o más negativos indican una quimisorción [68] de acuerdo a estos datos se concluye que el mecanismo de adsorción corresponde a una fisorción lo que implica una rápida interacción entre el adsorbente y el adsorbato sin embargo el inhibidor puede ser fácilmente removido de la superficie metálica debido a que la unión se origina por fuerzas de Van der Waals( interacción electrostática).

De acuerdo a las técnicas electroquímicas aplicadas para la evaluación del inhibidor curcuma se concluye que el inhibidor es catódico, el proceso de corrosión es controlado por transferencia de carga para concentraciones de 0ppm, 100ppm, 800ppm y 1000ppm mientras para 200ppm, 400ppm y 600ppm el proceso es controlado por la adsorción y desorción de especies, la eficiencia aumenta con la concentración del inhibidor y este inhibidor se adsorbe siguiendo una isoterma de Lagmuir.

#### 4.4. (a) Microscopia electrónica de barrido.



**Figura 4.1. (n)** Microscopia electrónica de barrido muestras de acero al carbón 1018 corroído en 0.5 M de  $H_2SO_4$ , a) sin inhibidor b) 1000ppm.

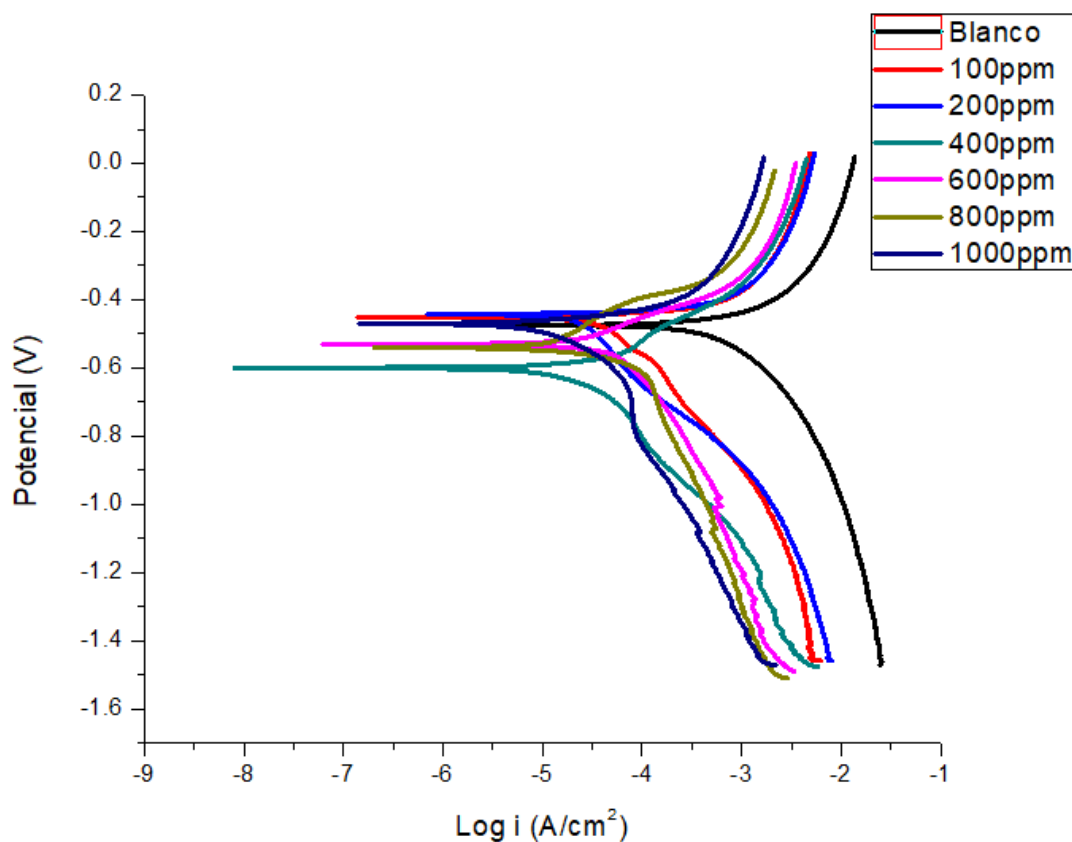


Al no aplicar inhibidor como se muestra en la figura 4.1(n) (a) la película de productos de corrosión muestra una gran cantidad de microgrietas que forman caminos para que la solución penetre y corroa el metal, por otro lado al analizar en presencia de 1000ppm de inhibidor (b) la película de productos de corrosión formada en la parte superior de la muestra es más compacta con una cantidad mucho menor de microgrietas protegiendo por lo tanto al metal de la acción de la acción agresiva del electrolito.[69]

#### **4.2. Resultados de polarización (inhibidor cúrcumina)**

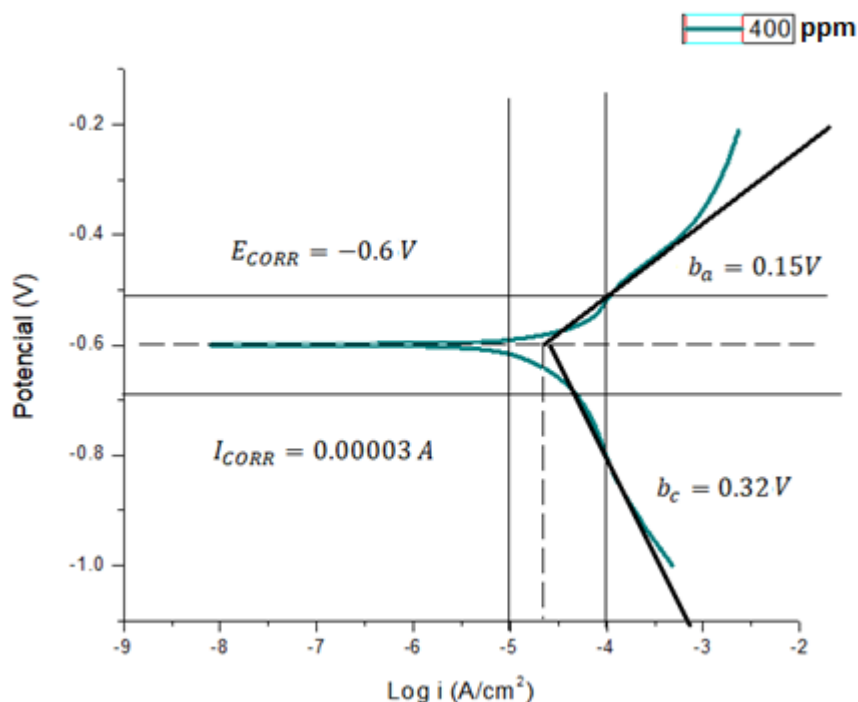
La curcumina es extraída de la cúrcuma con la finalidad de aprovechar sus propiedades estructurales tautómeras la ceto y enol la cual fácilmente se puede utilizar con la finalidad de coordinar otra molécula, para la formación de un nuevo compuesto, los resultados pertenecientes a la curcumina como inhibidor de la corrosión son los siguientes.





**Figura 4.1.1.** Curvas de polarización obtenidas para el acero 1018 expuesto a una solución 0.5 molar, con y sin inhibidor (curcumina).

Los resultados mostrados en la Figura 4.4.1. muestran un evidente cambio en la densidad de corriente de corrosión ( $I_{CORR}$ ) comparados con el blanco (0ppm), la rama catódica se ve más afectada, en concentraciones de inhibidor de 400ppm se desplazó hacia la zona activa (-0.60mV) del sistema (reducción), en 1000ppm la curva se encuentra en -0.46mV donde la rama catódica a medida que es polarizado hacia la reducción se ve influenciada por reacciones no farádicas.

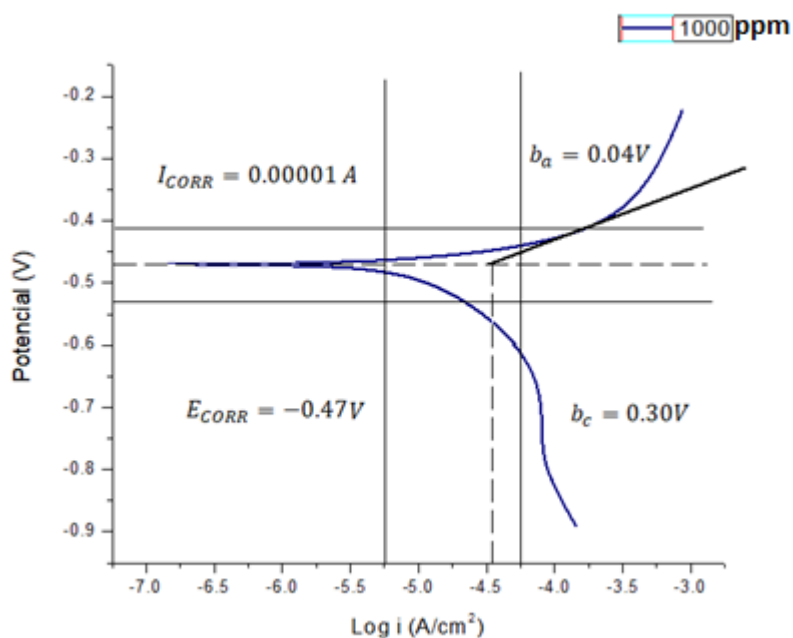


**Figura 4.1.1(a)** Curvas de polarización obtenidas para el acero 1018 expuesto a una solución 0.5 molar, con 400ppm de inhibidor (curcumina).

En la Figura 4.1.1(a) muestra un comportamiento en la rama anódica faradaico estando en los límites de pendiente tafel con un valor de 0.15 V mientras en la pendiente catódica el valor fue de 0.32 V indicando procesos no farádicos por lo tanto la densidad de corriente de corrosión fue estimada solo a partir de la rama anódica. También se observa un desplazamiento a un menor (potencial más negativo) potencial de corrosión (-0.6V) hacia una zona más activa indicándonos que el agente oxidante está disminuyendo, es por esta razón que se ven cambios en la rama catódica perteneciente a la reducción del hidrogeno, donde el paso limitante es el transporte de los iones a través de la solución esto puede ser debido que el inhibidor obstaculiza el paso de iones, por lo tanto se desplaza a valores más activos y la densidad de corriente de corrosión disminuye en referencia al blanco indica que la



reacción redox no puede ser completada debido a esta interacción inhibidor – agente oxidante.



**Figura 4.1.1 (b)** Curva de polarización obtenida para el acero 1018 expuesto a una solución 0.5 molar, con 1000ppm de curcumina.

En la Figura 4.1.1(b) muestra un comportamiento igual a las demás concentraciones donde la pendiente catódica no presenta comportamiento farádico más sin embargo el potencial de corrosión se mantuvo cercano al blanco esto quiere decir que no aumento el agente oxidante ni el agente reductor con respecto al blanco, pero la rama catódica se vio más notablemente afectada al ralentizar el proceso de transporte de iones ocasionado por el inhibidor pero no afectando la concentración del agente oxidante esto puede deberse que a mayor concentración de inhibidor este genere una barrera para el paso de iones en la solución mientras en 400ppm al ser una concentración media, no es suficiente para generar una barrera lo



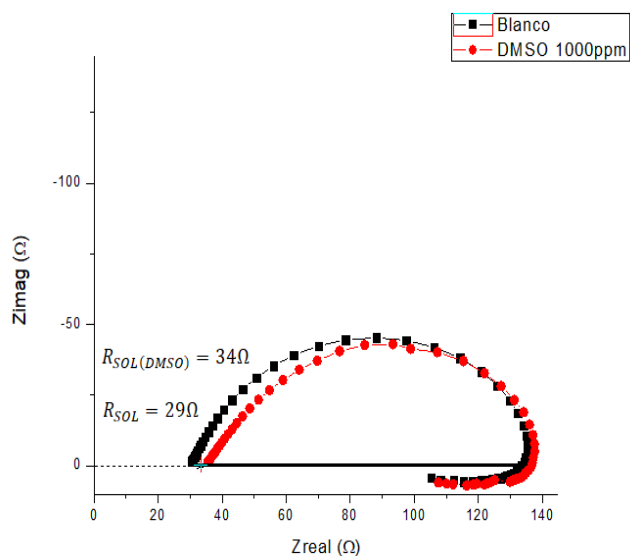
suficientemente grande para el paso de iones. Los datos para cada concentración pueden ser observados en la tabla 4.6.

**Tabla 4.6.** Parámetros electroquímicos en curvas de polarización de acero 1018 en solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (0.5M) con y sin inhibidor (curcumina)

Concentración de inhibidor (ppm)	E <sub>corr</sub> (V)	I <sub>corr</sub> <sup>2</sup> A/cm <sup>2</sup>	β <sub>a</sub> (V/dec)	β <sub>c</sub> (V/dec)	E.I. (%)
0	-0.47	1.5x10 <sup>-4</sup>	0.031	-0.075	
100	-0.44	4x10 <sup>-5</sup>	0.075	-0.242	68
200	-0.43	3.2x10 <sup>-5</sup>	0.056	-0.301	69
400	-0.60	3x10 <sup>-5</sup>	0.15	-0.32	70
600	-0.53	2x10 <sup>-5</sup>	0.04	-0.368	81
800	-0.54	1.6x10 <sup>-5</sup>	0.06	-0.316	84
1000	-0.48	1x10 <sup>-5</sup>	0.04	-0.30	91

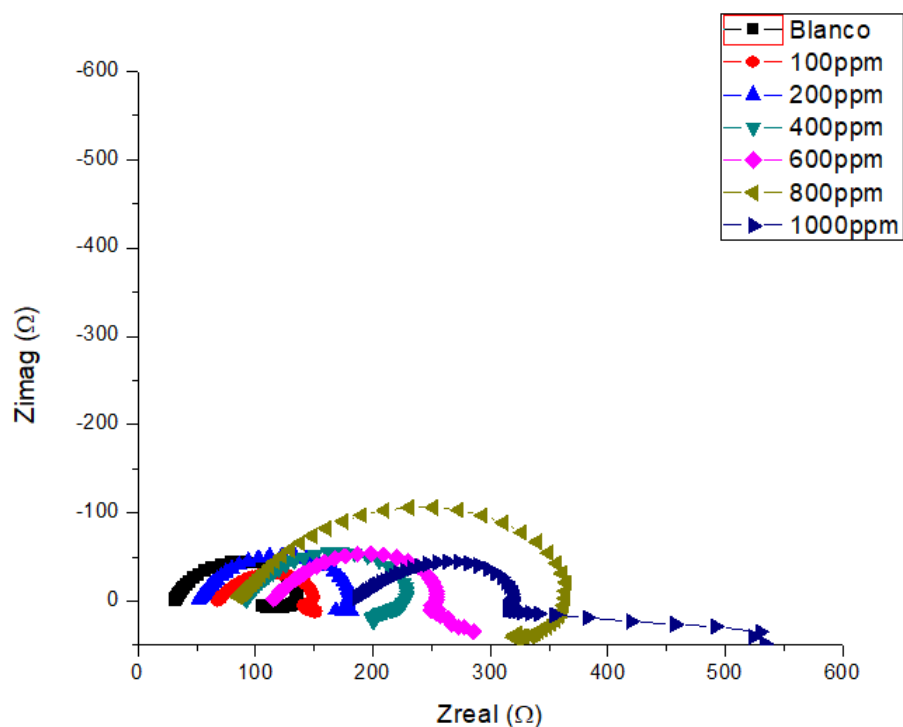
De acuerdo a los parámetros observados en la Tabla 4.6. al utilizar 100ppm-200ppm de inhibidor curcumina, se observa un comportamiento de inhibidor tipo anódico debido que se observa un ligero aumento en el potencial de corrosión a partir de 400ppm-1000ppm la curcumina presenta un comportamiento de inhibidor catódico ya que los valores del potencial de corrosión se encuentran desplazados hacia valores de potencial más negativos, ninguna concentración de inhibidor presenta pasivación, no presenta pendientes tafel catódicas solo anódicas, y la eficiencia aumenta con la concentración del inhibidor,

#### 4.4. (c) Impedancia electroquímica (inhibidor curcumina)



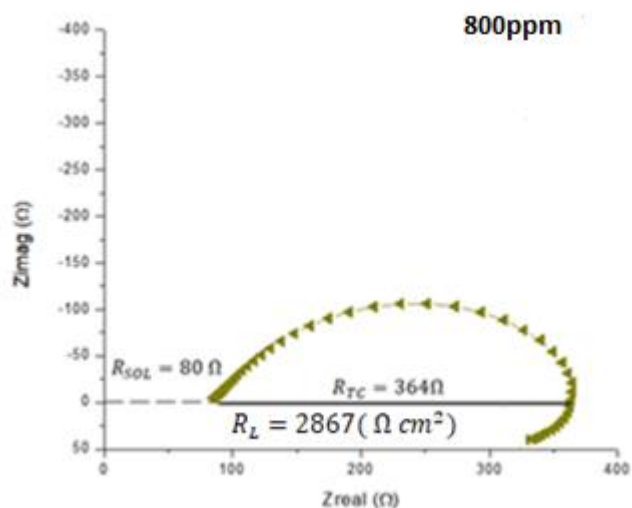
**Figura 4.1.2. (a)** Curva de Nyquist obtenidas para el acero 1018 expuestas en una solución de  $H_2SO_4$  sin inhibidor con adición de DMSO.

En el capítulo 3 se vio que para el inhibidor curcumina se utilizó como disolvente dmsó, en esta figura 4.1.2. (a) podemos analizar que al añadir dmsó la resistencia aumenta 5 omhs lo cual es poco significativo por lo tanto las altas resistencias a la solución que veremos en los siguientes gráficos no son ocasionadas por el Dmsó .



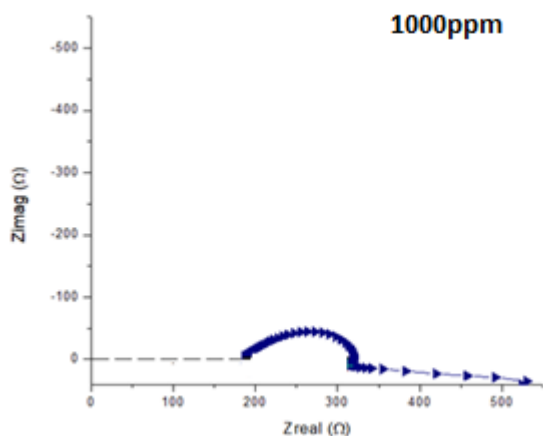
**Figura 4.1.2. (b)** Diagrama de Nyquist obtenidas para el acero1018 expuestas en una solución de  $H_2SO_4$  con y sin curcumina

Se observa en la figura 4.1.2. (b) semicírculos deprimidos capacitivos, incremento en el diámetro del semicírculo proporcional al aumento de la concentración del inhibidor, además de que la resistencia a la solución también aumenta por la adición del inhibidor. El semicírculo inductivo aparece significativo desde 0ppm hasta 200ppm, en 600ppm es mínima, en 800ppm vuelve a incrementar y 1000ppm disminuye al mismo tiempo que se observa que la impedancia sigue aumentando debido a la acumulación de productos de corrosión en la superficie del metal, los inductores indican cambios de la corriente que circula a través de los mismos generan una tensión en sentido contrario a su polaridad y contrarrestan este cambio.



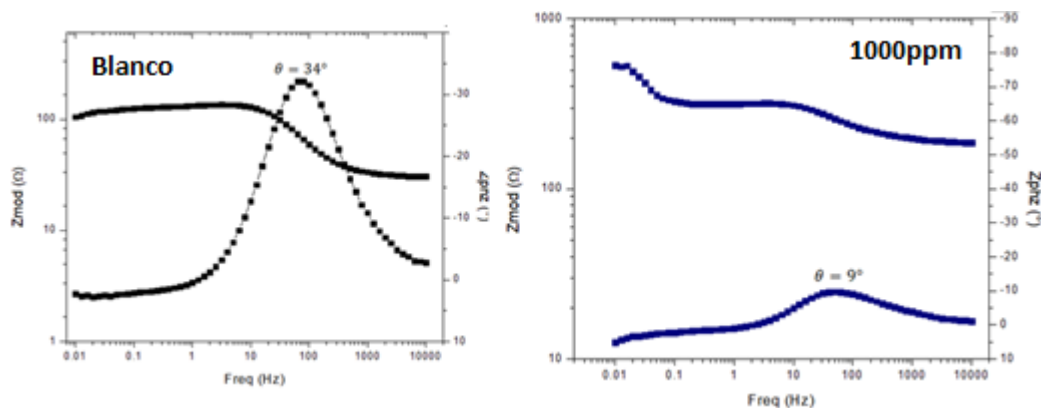
**Figura 4.1.2. (c)** Diagrama de Nyquist obtenidas para el acero1018 expuestas en una solución de  $H_2SO_4$  con 800ppm de inhibidor curcumina

Este diagrama 4.1.2. (c) se muestra el efecto inductivo el cual disminuye la resistencia a la transferencia de carga, este proceso se describirá más adelante en un arreglo de circuito en paralelo.



**Figura 4.1.2. (d)** Diagrama de Nyquist obtenidas para el acero1018 expuestas en una solución de  $H_2SO_4$  con 1000ppm de inhibidor curcumina.

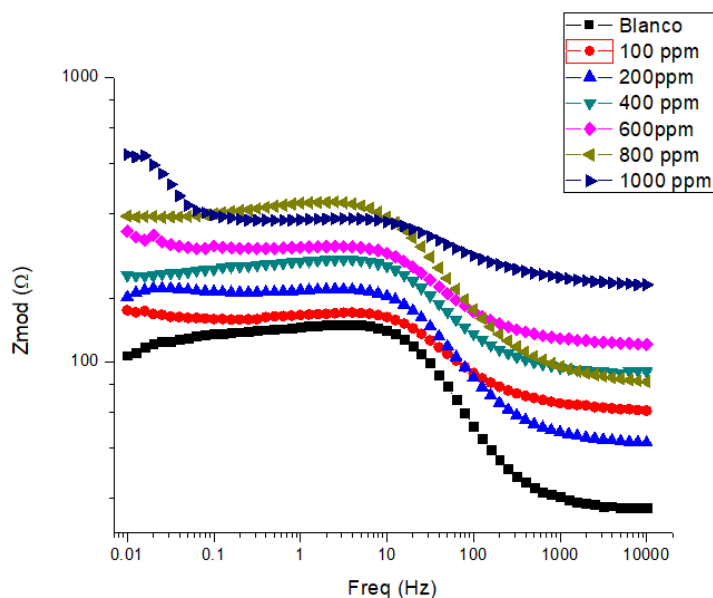
La figura 4.1.2. (d) indica un efecto resistivo prolongado donde el semicírculo capacitivo muestra una resistencia que se prolonga hasta 550Ω



**Figura 4.2** Diagramas de Bode (ángulo de fase) obtenidas para el acero 1018 expuesto a una solución sin inhibidor (blanco) y 1000ppm de inhibidor curcumina.

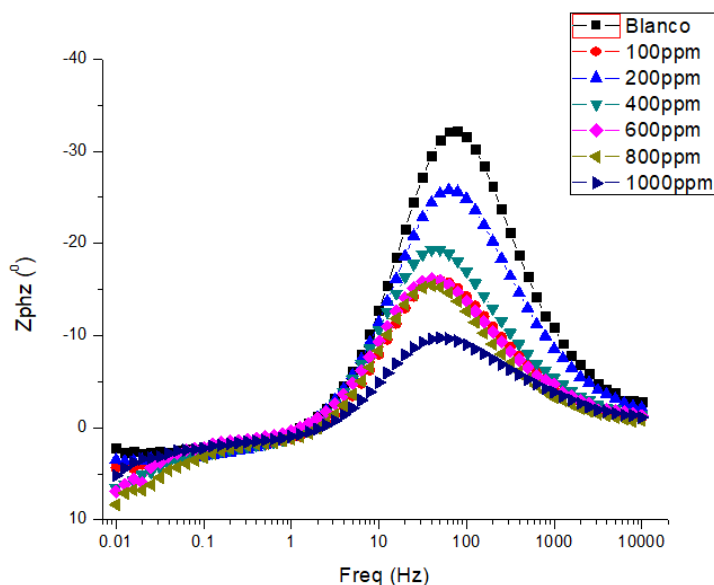
En esta figura 4.2 para el blanco se observa un ángulo de fase  $34^\circ$  se presenta a frecuencias medias (100Hz) con un valor de  $n= 0.86$  este valor de  $n$  está vinculado a la pendiente en  $Z_{mod}$  representando la constante de tiempo de una capacitor, en 1000ppm se observa un ángulo de fase de  $9^\circ$  donde  $n=0.76$  y se origina en frecuencias medias de 94Hz el valor de  $n$  disminuye en comparación al blanco indicando disminución en la constante de tiempo. Al igual que se observan resistencias a la solución elevadas respecto al blanco lo que significa que el inhibidor actúa incrementando la resistencia al paso de iones hacia el metal. [76, 77,78,]





**Figura 4.2. (a)** Curvas de Bode (modulo) obtenidas para el acero 1018 expuesto a una solución con y sin inhibidor.

Se observan los módulos de la impedancia aumentan su valor de forma constante con la adición del inhibidor, en 1000ppm a frecuencias bajas se puede observar la formación de una segunda constante de tiempo.



**Figura 4.2. (b)** Curvas de Bode (ángulo de fase) obtenidas para el acero 1018 expuesto a una solución con y sin inhibidor.



La figura 4.2. (b) muestra los ángulos de fase los cuales disminuyen por la adición del inhibidor también se observa que se origina en frecuencias medias respecto al blanco.

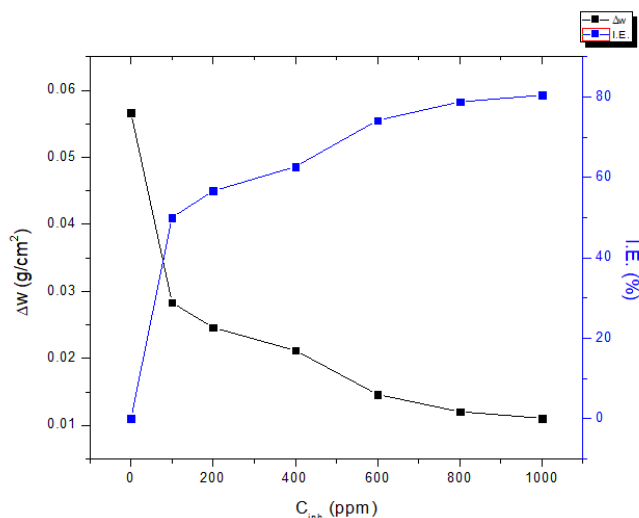
**Tabla 4.6. (a)** Parámetros electroquímicos presentados por la prueba de IES para acero al carbón 1018 en una solución 0.5M de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> con y sin inhibidor.

Concentración de inhibidor(ppm)	R <sub>SOL</sub> (ohm/cm <sup>2</sup> )	R <sub>TC</sub> (ohm/cm <sup>2</sup> )	Capacitancia (F/cm <sup>2</sup> )	R <sub>p</sub> (ohm/cm <sup>2</sup> )	R <sub>L</sub> (ohm/cm <sup>2</sup> )	L (H/cm <sup>2</sup> )	n	%
0	30	135	3.80x10 <sup>-5</sup>	75	168	95	0.86	
100	67	148	3.45x10 <sup>-5</sup>	81	178	100	0.81	8
200	51	180	2.820x10 <sup>-5</sup>	129	455	257	0.82	25
400	92	228	2.25x10 <sup>-5</sup>	136	337	190	0.82	40
600	115	285	2.79x10 <sup>-5</sup>	170	421	238	0.83	52
800	85	365	1.85x10 <sup>-5</sup>	364	279	157	0.76	63
1000	186	533	9.47x10 <sup>-5</sup>	533	347	196	0.75	74

En los parámetros mostrados en la tabla 4.6 (a) muestra que la R<sub>TC</sub> aumenta con la concentración del inhibidor sin embargo la R<sub>SOL</sub> también muestra valores que incrementan con la adición del inhibidor, mientras la capacitancia de 100ppm-600ppm disminuye su valor, en 800ppm y 1000ppm el valor capacitivo aumenta observándose en 1000ppm el mayor valor de la capacitancia y por lo tanto n disminuye.



#### 4.4. (d) Análisis gravimétrico inhibidor (curcumina)



**Figura 4.3.** Efecto de la concentración de la curcumina en la pérdida de peso y eficiencia del inhibidor

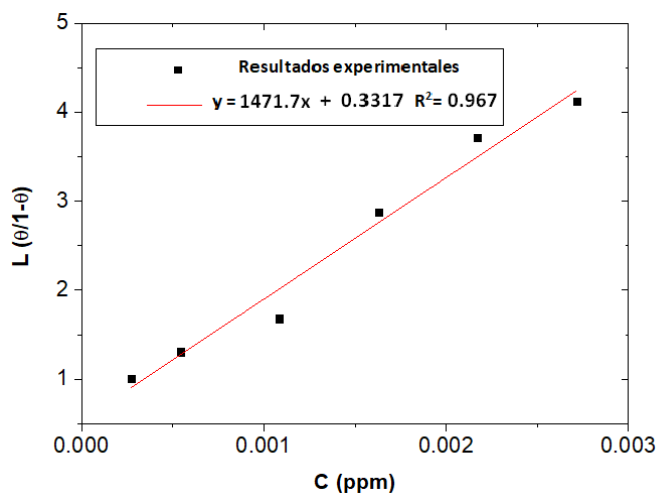
En la figura 4.3 se puede observar comportamientos inversamente proporcionales (pérdida peso – concentración) y (eficiencia - pérdida de peso), los resultados se muestran a la siguiente tabla.

**Tabla 4.6. (b)** Velocidad de corrosión y eficiencia de inhibición obtenidos de las mediciones de gravimetría para el acero 1018 expuesto a una solución de pH2, con y sin inhibidor.

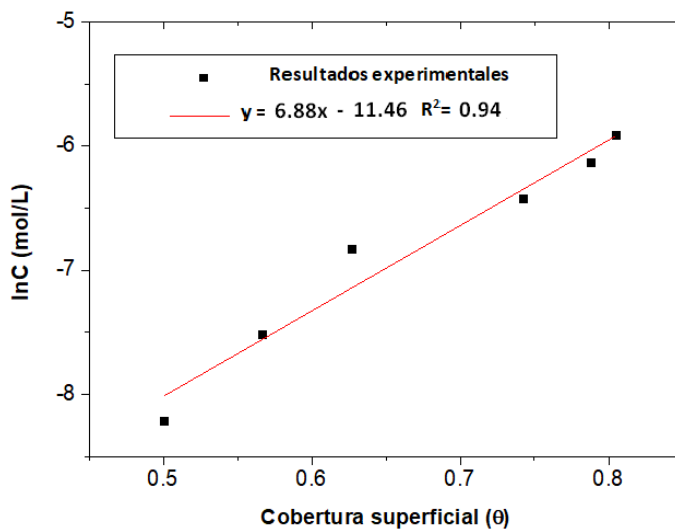
Concentración del inhibidor, C [ppm]	Altura de la muestra, h [cm]	Área de la muestra, A [cm <sup>2</sup> ]	Peso inicial, M0 [g]	Peso final, MF [g]	Velocidad de corrosión, V [g/cm <sup>2</sup> ]	Eficiencia de inhibición, E [%]
0	1.97	4.315	4.574	4.3293	0.05670915	0
100	1.96	4.296	4.6034	4.4817	0.02832868	50.0456703
200	1.96	4.2628	4.5637	4.4589	0.02458478	56.6475989
400	1.96	4.296	4.602	4.5111	0.02115922	62.6881793
600	1.95	4.2832	4.5138	4.4664	0.01461675	74.2250652
800	1.96	4.2896	4.6146	4.5519	0.01202419	78.7967435
1000	1.96	4.3163	4.5369	4.485	0.01106649	80.4855274



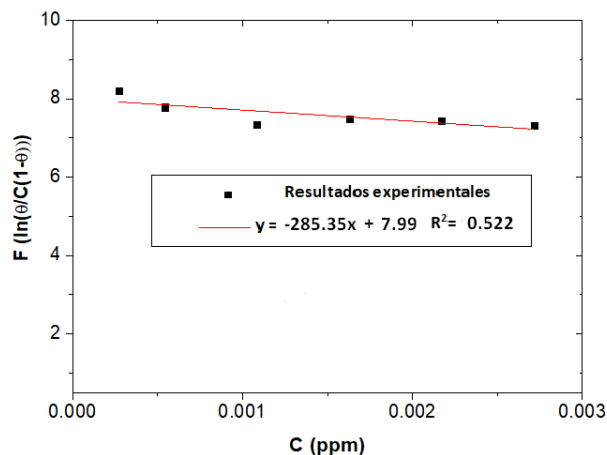
#### 4.4. (e) Isotermas de adsorción.



**Figura 4.3. (a)** Resultados experimentales de la isoterma de adsorción de Langmuir para el inhibidor cúrcumina a diferentes concentraciones en una solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en el acero 1018.



**Figura 4.3. (b)** Resultados experimentales de la isoterma de adsorción de Temkin para el inhibidor cúrcumina a diferentes concentraciones en una solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en el acero 1018.



**Figura 4.3. (c)** Resultados experimentales de la isoterma de adsorción de Frumkin para el inhibidor cúrcumina a diferentes concentraciones en una solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en el acero 1018.

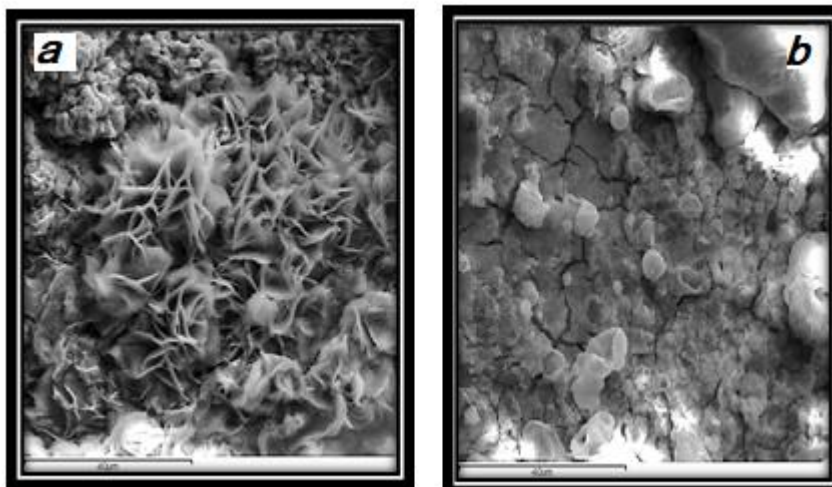
La isoterma de adsorción que más se ajustó a los datos experimentales fue la isoterma de Langmuir con un coeficiente de correlación de 0.96. De acuerdo al valor de la energía libre de Gibbs el proceso es no espontáneo y el valor de 18 kJ/mol corresponde a una fisiorción, además que la  $K_{ad}$  muestra valores muy pequeños debido a que es un proceso no espontáneo y la energía es insuficiente para que la molécula adsorbida se traslade dentro de la interfase.

**Tabla 4.6. (c)** Parámetros de adsorción y energía libre de adsorción de Gibbs para la isoterma de Langmuir inhibidor curcumina

Langmuir		Temkin			Frumkin		
K <sub>ad</sub> L/mol	ΔG <sub>ad</sub> kJ/mol	K <sub>ad</sub> L/mol	f adim.	ΔG <sub>ad</sub> kJ/mol	K <sub>ad</sub> L/mol	f adim.	ΔG <sub>ad</sub> kJ/mol
0.0006794	18.0809	94845.0703	6.88	-28.4072	2951.2969	285.35	-19.8057

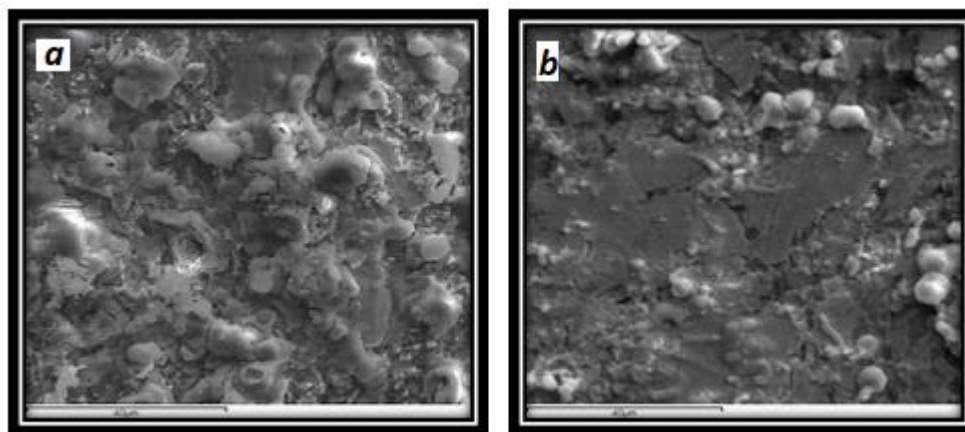


#### 4.4. (f) Microscopia electrónica de barrido.



**Figura 4.4.** Microscopia electrónica de barrido, muestras de acero al carbón 1018 corroído en 0.5 M de  $H_2SO_4$  sin remoción de productos de corrosión, a) sin inhibidor b) 1000ppm inhibidor

La figura 4.4 **(a)** representa la micrografía SEM en ausencia del inhibidor y está fuertemente corroída debido al ataque del ácido sobre el acero. La corrosión es uniforme e irregular. En la fig4.4 **(b)** se puede observar que las marcas visibles de agrietamiento y picadura en la superficie se deben a la formación de productos de corrosión y al ataque de la solución agresiva con la presencia del inhibidor. Este inhibidor es significativamente efectivo.



**Figura 4.5.** Microscopia electrónica de barrido muestras de acero al carbón 1018 corroído en 0.5 M de  $H_2SO_4$  con remoción de productos de corrosión, a) sin inhibidor b) 1000ppm inhibidor

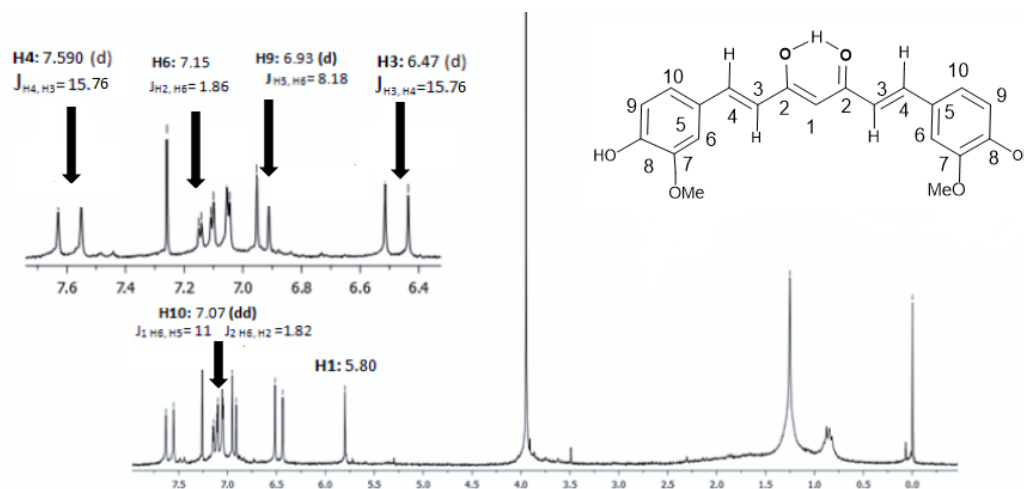
En la figura **sin inhibidor con remoción de productos de corrosión (a)** se puede ver que la superficie del acero presenta corrosión uniforme y regular. Las microfotografías de la superficie del acero en presencia del inhibidor mostrado en la figura **4.5. (b)** representa comparativamente una superficie relativamente lisa con picaduras o grietas minimizadas. Estos resultados indican que la presencia del inhibidor curcumina dificulta la disolución del acero debido a la formación de una película protectora por la adsorción de moléculas inhibidoras en la superficie, lo que disminuye la velocidad de corrosión del acero en solución de ácido sulfúrico.

#### 4.5 Caracterización del inhibidor curcumina.

El estudio de la curcumina se analizó solo por resonancia magnética debido a que la curcumina ya ha sido estudiada [70,71,72] y solo se hizo la comparación del espectro con los reportados en literatura, de esta manera demostramos que el compuesto estaba aislado. La Figura 1. muestra el espectro de  $^1H$ -RMN en el que se observa la posición de los hidrógenos expresados a través del desplazamiento de las señales, así como su constante de acoplamiento correspondiente. Como se ve en la Figura 1. la



señal para la posición H-1 tiene un valor de  $\delta$  5.80 se observa un singulete, la señal H-3 se observa en  $\delta$  6.47 como un doblete con una constante de acoplamiento de 15.76 Hz, en comparación con la señal para H-4 se desplaza a  $\delta$  7,590 ppm con la misma constante; Las señales de los hidrógenos aromáticos se desplazan de 6.90 a 7.15 ppm.



**Figura 4.6.** Resonancia magnetica nuclear (<sup>1</sup>H-RMN) para la caracterizacion de la curucumina en cloroformo.

**Table 4.6. (d)** Parametros de la resonancia magnetica nuclear(1H-NMR)

H( $\delta$ )	H-1: 5.80	H3:6.47 (d)	H4: 7.590 (d)	H6: 7.15	H9:6.93 (d)	H10: 7.07 (dd)
J (Hz)		J <sub>H3,H4</sub> = 15.76	J <sub>H4,H3</sub> = 15.76	J <sub>H2,H6</sub> = 1.86	J <sub>H5,H6</sub> = 8.18	J <sub>H6,H5</sub> =11 J <sub>H6,H2</sub> =1.82

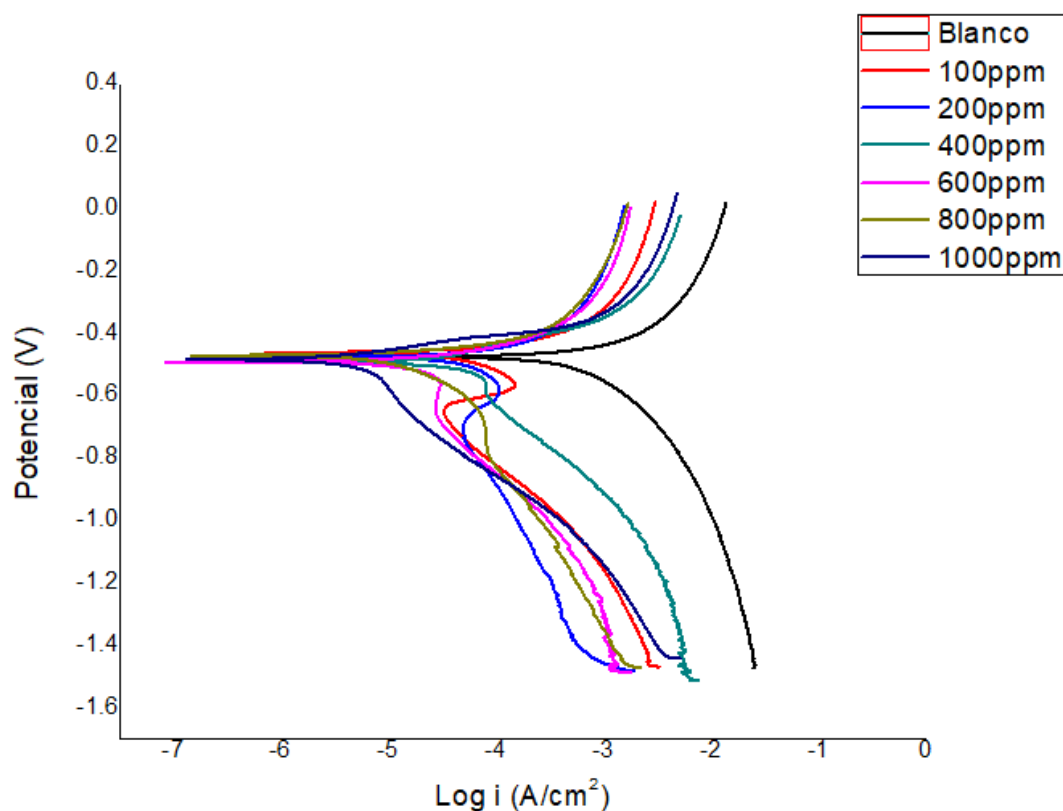




Inhibidor de la corrosión formado a partir de la curcumina y el óxido de dibutilestaño, la formación de este compuesto fue con el propósito de mejorar las propiedades inhibitorias de la curcumina, los resultados fueron los siguientes.

#### 4.2. Resultados de polarización (inhibidor complejo metálico-I)

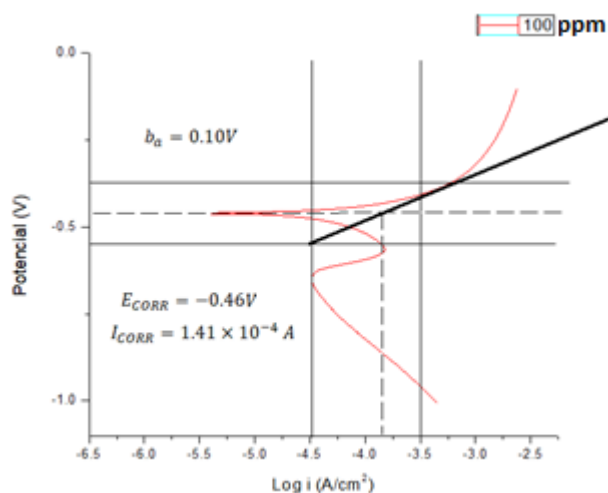
La finalidad de la formación del complejo metálico-I fue ampliar la superficie de la curcumina con la coordinación de otra molécula, de esta manera la probabilidad de agarre o contacto con la superficie del metal es mayor ya que se utiliza el Sn como conector y los grupos butilos móviles en los extremos de la molécula.



**Figura 4.6. (a)** Curvas de polarización obtenidas para el acero 1018 expuesto a una solución 0.5 molar, con y sin complejo metálico-I

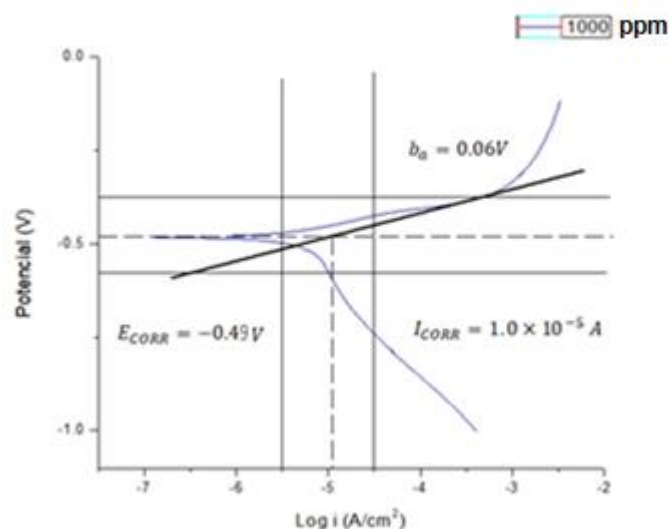


En la figura 4.6 (a) se puede observar que la densidad de corriente corrosión disminuye en función de la concentración del inhibidor, la rama que se ve más afectada es la rama catódica, donde se puede analizar a partir de 100ppm a 600ppm un cambio notable el rama catódica, cuando el potencial empieza a descender hacia la reducción este genera un comportamiento como inhibidor de tipo catódico, requiere una demanda de  $H^+$  para llevar acabo la reducción, por lo tanto inhiben la evolución de hidrogeno.



**Figura 4.6. (b)** Curva de polarización obtenida para el acero 1018 expuesto a una solución 0.5 molar, con 100ppm de complejo metálico-I

Analizando la concentración de 100ppm se encontró que solo hay pendiente Tafel en la rama anódica, de esta manera se obtuvo la densidad de corriente de corrosión, la rama catódica no está controlada por procesos faradaicos. El inhibidor tiene una interacción con las especies corrosivas del medio bloqueando el paso de iones para que se lleve a cabo la reducción.



**Figura 4.6. (c)** Curva de polarización obtenida para el acero 1018 expuesto a una solución 0.5 molar, con 1000ppm de complejo metálico-I.

En la gráfica 4.6 (c) se puede observar que en comparación a las demás concentraciones la corriente disminuye al máximo al agregar 1000ppm, la rama catódica es afectada inhibiendo la evolución de hidrogeno.

**Tabla 4.6. (e)** Parámetros electroquímicos en curvas de polarización de acero 1018 en solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (0.5M) con y sin inhibidor.

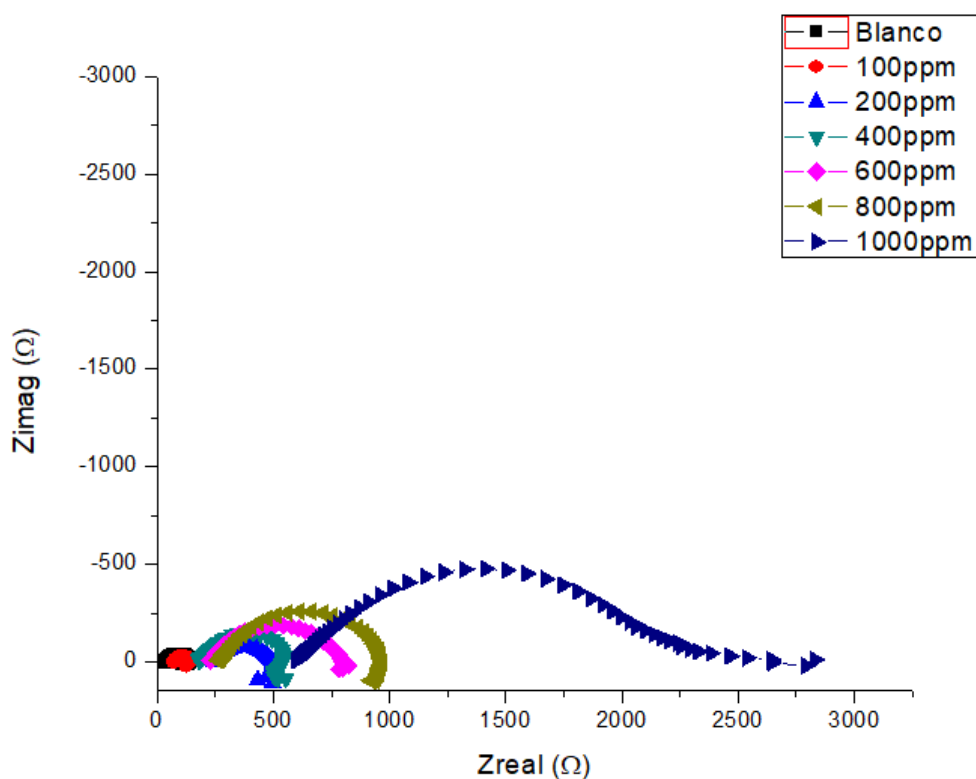
Concentración de inhibidor (ppm)	E <sub>corr</sub> (V)	I <sub>corr</sub> (A/cm <sup>2</sup> )	β <sub>a</sub> (mV/dec)	β <sub>c</sub> (mV/dec)	E.I. (%)
0	-0.47	1.5x10 <sup>-4</sup>	0.031	-0.075	
100	-0.46	1.4x10 <sup>-4</sup>	0.100	-0.260	6.6
200	-0.47	1.0x10 <sup>-4</sup>	0.056	-0.301	33
400	-0.47	9.0x10 <sup>-5</sup>	0.150	-0.320	40
600	-0.48	7.0x10 <sup>-5</sup>	0.040	-0.368	53
800	-0.48	3.0x10 <sup>-5</sup>	0.080	-0.316	80
1000	-0.49	1.0x10 <sup>-5</sup>	0.060	-0.300	93

En la tabla 4.6. (e) Muestra ligeros cambios en el potencial de corrosión (E<sub>CORR</sub>) en referencia al blanco, por ejemplo en 100ppm se observa un



desplazamiento del potencial de corrosión a  $-0.46$  V en referencia al blanco, también para 100ppm se muestra más afectada la pendiente catódica por procesos no farádicos, en 200ppm y 400ppm el potencial de corrosión se mantiene constante, las pendientes catódicas se muestran afectadas, de 600ppm-1000ppm el potencial de corrosión se desplaza a valores más negativos indicando disminución del agente oxidante comportándose como inhibidor catódico afectando la reacción de reducción. La eficiencia es directamente proporcional a la concentración del inhibidor, mientras la densidad de corriente de corrosión ( $I_{CORR}$ ) es inversamente proporcional a la concentración del inhibidor

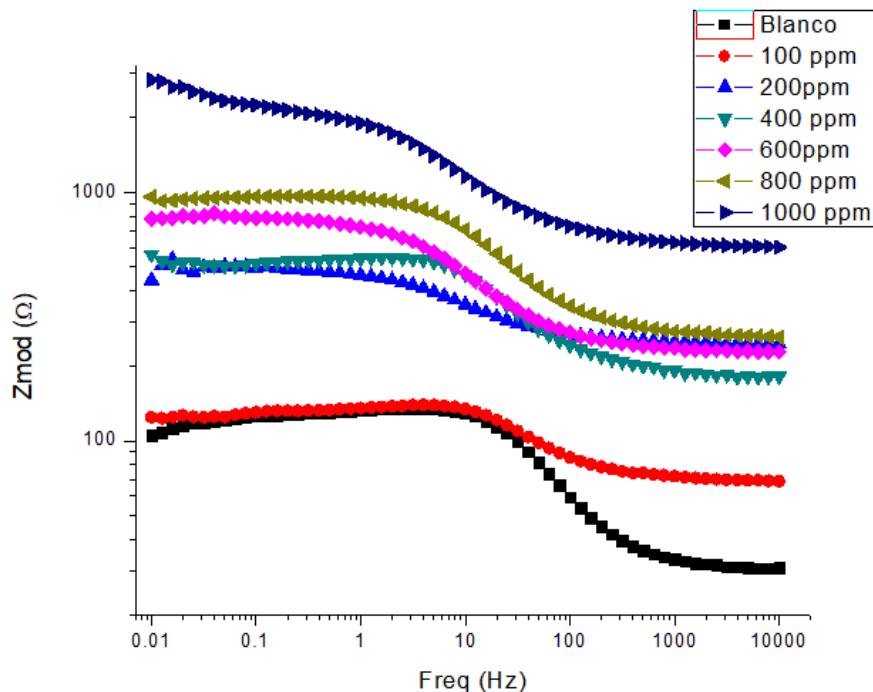
#### 4.5. (b) Impedancia electroquímica (inhibidor complejo metálico-I)





**Figura 4.6. (d)** Diagrama de Nyquist obtenidas para el acero 1018 expuesto a una solución con y sin complejo metálico-I.

En la figura 4.6. (d) se describen semicírculos con pseudo-inductancias para las concentraciones de 100ppm - 800ppm mostrando en 1000ppm la desaparición de este efecto. El inductor es un elemento contra los cambios en la corriente, esto quiere decir que se ve reflejado cuando la densidad de corriente aumenta y está relacionado con la adsorción y desorción del inhibidor sobre la superficie del electrodo. [79, 80, 81,82]

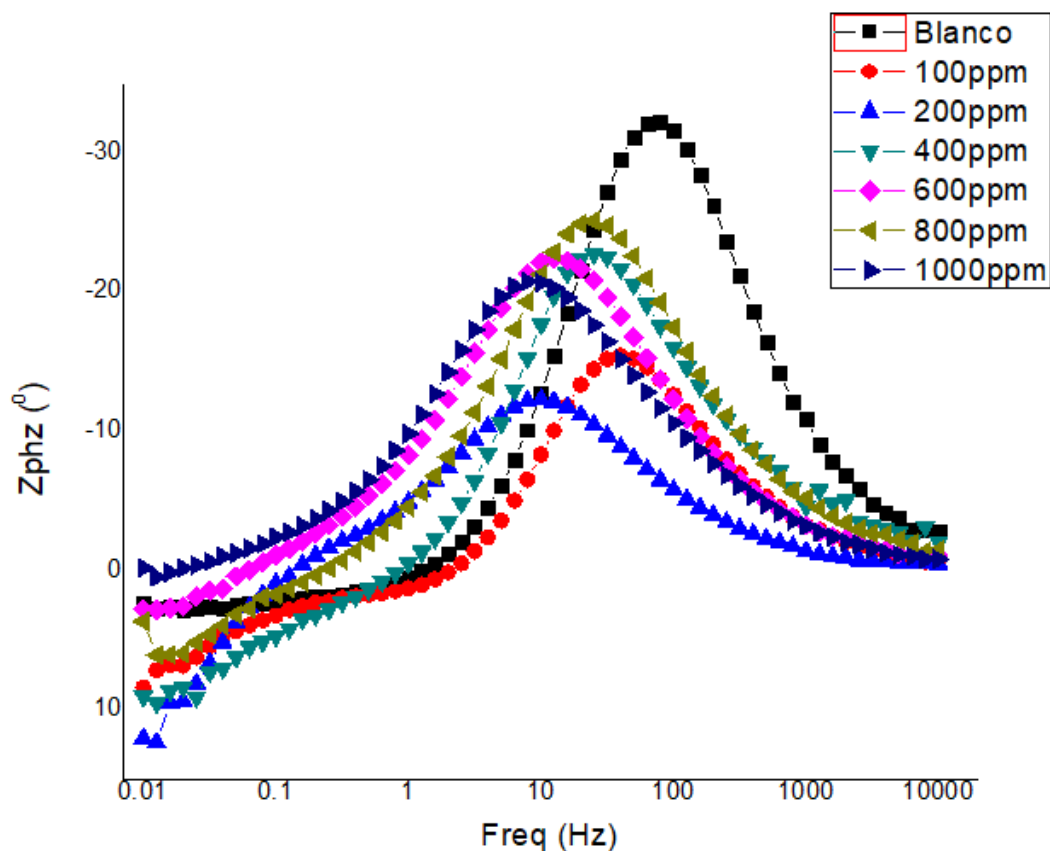


**Figura 4.6. (e)** Diagramas de Bode (modulo) obtenidas para el acero 1018 expuesto a una solución de ácido sulfúrico 0.5 molar con y sin inhibidor de complejo metálico-I.

En la figura 4.6. (e) se observa que la resistencia a la solución aumenta con la concentración del inhibidor, los valores de  $R_p$  aumentan, mientras las



constantes de tiempo se ven afectadas. Al agregar 100ppm de complejo metálico se observa una constante de tiempo pequeña en comparación al blanco, al agregar 200ppm la constante de tiempo disminuye, mientras la resistencia a la solución aumenta y en frecuencias bajas se observa un efecto inductivo debido a la desorción de especies la cual provoca la disminución de la  $R_p$ , de 400ppm-800ppm los valores de la constante de tiempo aumentan en comparación a 100ppm y 200ppm y en 1000ppm se muestran dos constantes de tiempo originadas en distintas frecuencias la primera se origina en frecuencias medias y la segunda en frecuencias bajas el valor de  $Z_{mod}$  aumenta significativamente para esta concentración de 1000ppm.





**Figura 4.6. (f)** Diagramas de Bode (ángulo de fase) obtenidas para el acero 1018 expuesto a una solución de ácido sulfúrico con y sin inhibidor de complejo metálico-I.

En la figura 4.6. (f) se observa que los ángulos de fase son menores en comparación al del blanco (0ppm), se nota un pequeño desplazamiento a frecuencias menores, esto también puede estar influenciado por el efecto pseudo-inductivo proceso que puede atribuirse a la adsorción específica de iones con mayor afinidad por la superficie metálica, el inhibidor bloquea el paso de H<sup>+</sup> hacia la superficies del metal, pero al mismo tiempo la adsorción es débil, se genera una desorción y los H<sup>+</sup> se acercan a la superficie del metal, por lo tanto el valor de n el cual está vinculado al ángulo de desfase disminuye.

**Tabla 4.6. (f)** Parámetros electroquímicos presentados por la prueba de IES para acero al carbón 1018 en una solución 0.5M de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> con y sin inhibidor

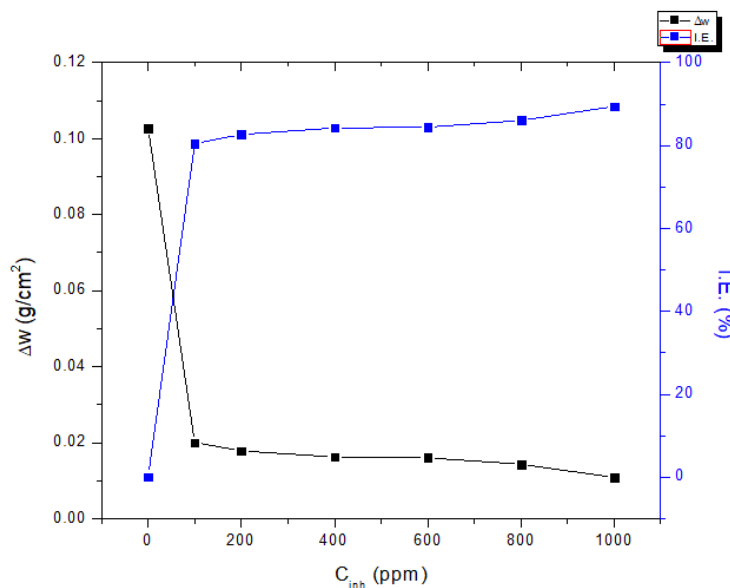
Concentración de inhibidor(ppm)	R <sub>SOL</sub> (ohm/cm <sup>2</sup> )	R <sub>TC</sub> (ohm/cm <sup>2</sup> )	Capacitancia (F/cm <sup>2</sup> )	R <sub>p</sub> (ohm/cm <sup>2</sup> )	R <sub>L</sub> (ohm/cm <sup>2</sup> )	L (H/cm <sup>2</sup> )	n	%
0	30	135	3.80x10 <sup>-5</sup>	75	168	95	0.86	
100	68	139	2.69x10 <sup>-5</sup>	71	145	18	0.64	2.8
200	245	500	3.30x10 <sup>-4</sup>	255	520	7466	0.53	73
400	181	543	6.44x10 <sup>-5</sup>	362	1086	9314	0.75	75
600	227	821	9.23x10 <sup>-5</sup>	594	2148	10000	0.75	83
800	260	964	4.66x10 <sup>-5</sup>	704	2610	1500	0.74	85
1000	599	2831	7.40x10 <sup>-5</sup>	2232			0.61	95

En la tabla 4.6 se observan los parámetros electroquímicos en el cual se analiza un incremento en la resistencia a la solución (R<sub>SOL</sub>) al ir aumentando la concentración del inhibidor debido a que el inhibidor actúa como una barrera sobre el medio electrolítico impidiendo el paso de iones agresivos hacia el metal, por otra parte la resistencia a la transferencia de carga(R<sub>TC</sub>)



también aumenta con la concentración del inhibidor este se debe a la absorción del inhibidor sobre el metal, los datos observados para la reactancia capacitiva muestran en 100ppm una disminución comparado al blanco pero a ir aumentando la concentración a partir de 200ppm de inhibidor la reactancia capacitiva aumenta en comparación al blanco, si la reactancia capacitiva aumenta significa que existen procesos corrosivos fuertes los cuales se generan la ir disminuyendo la frecuencia.

#### 4.5. (c) Test gravimétrico inhibidor complejo metálico-I.



**Figura 4.6. (g)** Efecto de la concentración del complejo metálico en la pérdida de peso y eficiencia del inhibidor

En la figura 4.6. (g) se observa un cambio abrupto al añadir 100ppm del inhibidor, la velocidad de corrosión disminuye y la eficiencia aumenta y el cambio permanece constante hasta 1000ppm con una variación mínima al ir aumentando la concentración.

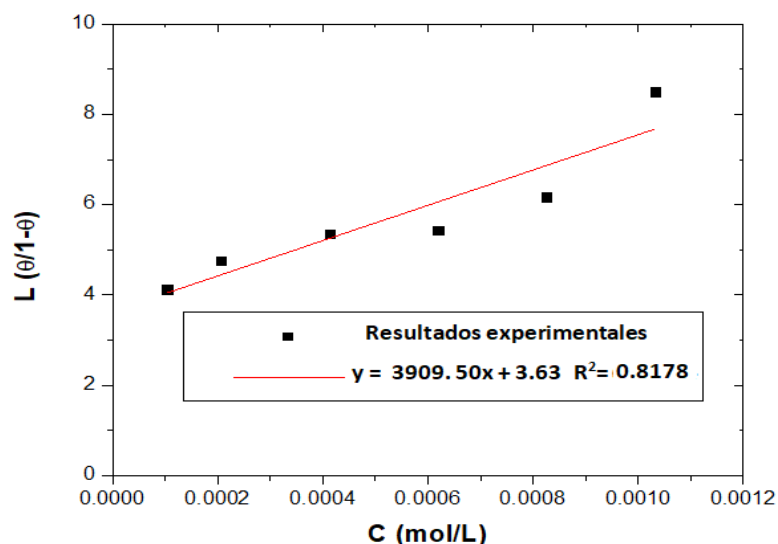




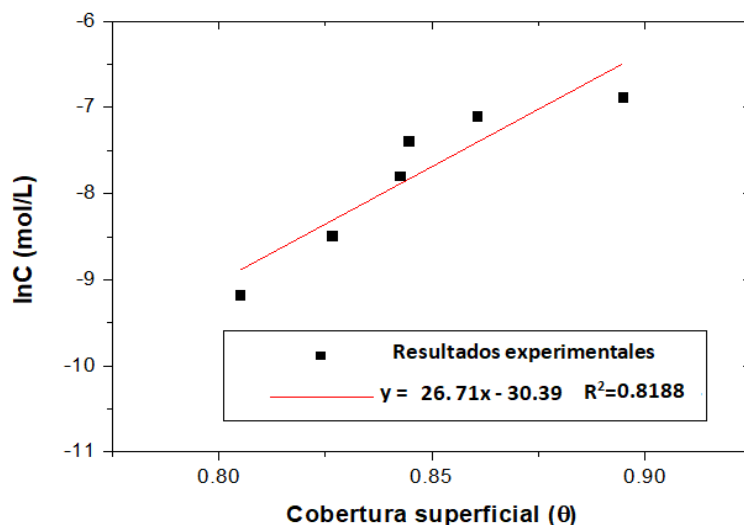
**Tabla 4.6. (g)** Velocidad de corrosión y eficiencia de inhibición obtenidos de las mediciones de gravimetría para el acero 1018 expuesto a una solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, con y sin inhibidor.

Concentración del inhibidor, C [ppm]	Altura de la muestra, h [cm]	Área de la muestra, A [cm <sup>2</sup> ]	Peso inicial, M <sub>0</sub> [g]	Peso final, M <sub>F</sub> [g]	Velocidad de corrosión, V [g/cm <sup>2</sup> ]	Eficiencia de inhibición, E [%]
0	1.97	4.2896	4.5557	4.1149	0.10276016	0
100	1.94	4.2905	4.5286	4.4408	0.02002966	80.508345
200	1.97	4.3152	4.5512	4.4743	0.01782073	82.6579425
400	1.96	4.2896	4.534	4.4646	0.01617527	84.2592009
600	1.95	4.3369	4.5398	4.4705	0.01597916	84.4500486
800	1.97	4.39	4.5836	4.5207	0.01432802	86.056836
1000	1.96	4.3835	4.5816	4.5352	0.01081686	89.4736842

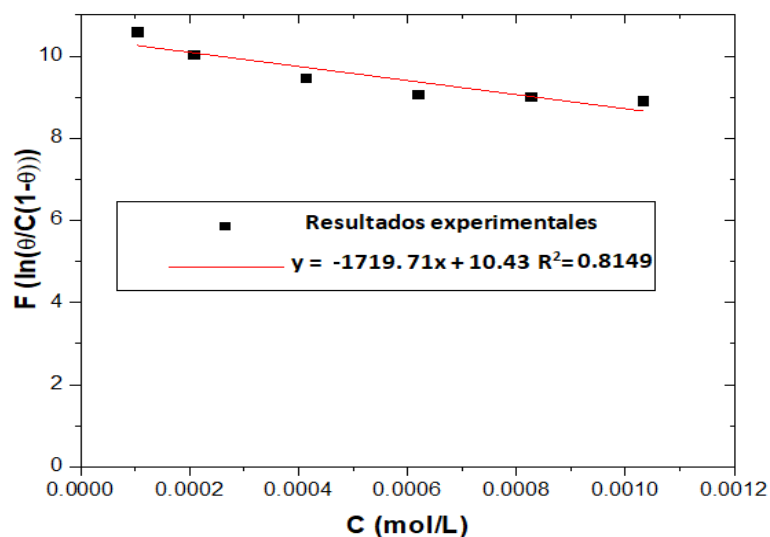
#### 4.5. (d) Isotermas de adsorción inhibidor complejo metálico-I.



**Figura 4.6 (h)** Resultados experimentales de la isoterma de adsorción de Langmuir para el inhibidor complejo metálico a diferentes concentraciones en una solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en el acero 1018.



**Figura 4.6. (i)** Resultados experimentales de la isoterma de adsorción de Temkin para el inhibidor complejo metálico a diferentes concentraciones en una solución de  $H_2SO_4$  en el acero 1018.



**Figura 4.6. (j)** Resultados experimentales de la isoterma de adsorción de Frumkin para el inhibidor complejo metálico a diferentes concentraciones en una solución de  $H_2SO_4$  en el acero 1018.



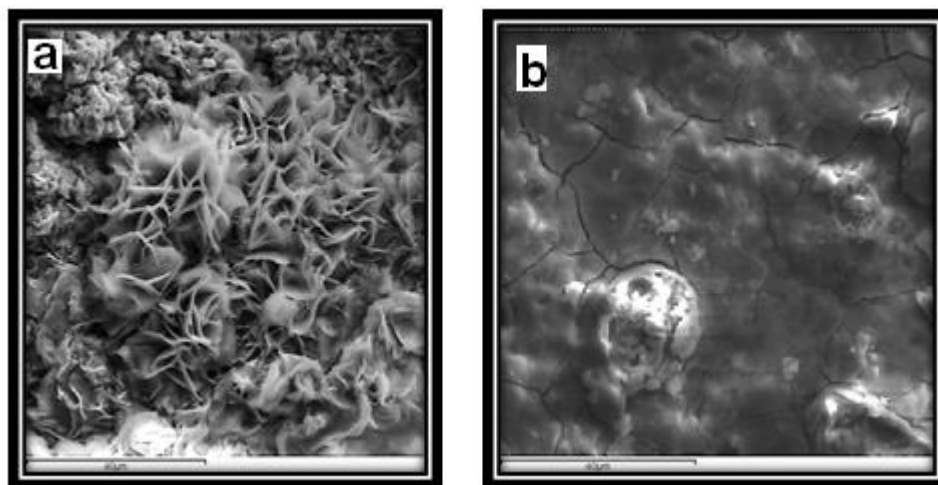
La figura 4.6. (i) es la isoterma (Temkin) que más se ajusta a los resultados de datos experimentales con un coeficiente de correlación 0.8188.

**Tabla 4.6. (h)** Parámetros de adsorción y energía libre de adsorción de Gibbs para las isotermas inhibidor complejo metálico-I.

Langmuir		Temkin			Frumkin		
Kad L/mol	ΔGad kJ/mol	Kad L/mol	f adim.	ΔGad kJ/mol	Kad L/mol	f adim.	ΔGad kJ/mol
0.00025579	20.5027212	1.58E+13	26.71	-75.3313124	33860.3503	1719.71	-25.8540832

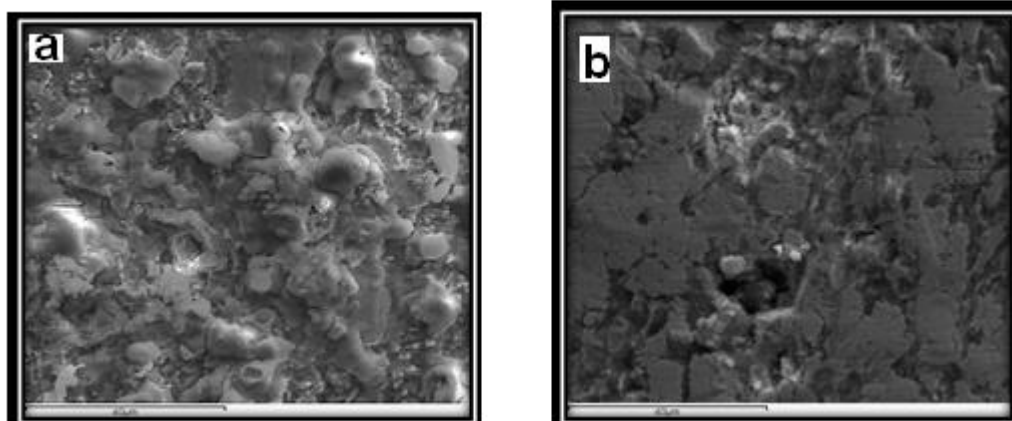
De acuerdo a los datos de la tabla 4.6. (h) la energía libre de Gibbs es negativa indicando un proceso espontaneo su valor representa una quimisorcion y su coeficiente de adsorción es de  $1.57 \times 10^{13}$  L/ mol. En este caso el adsorbato sufre una interacción química con el adsorbente, las energías de adsorción son elevadas del orden de un enlace químico debido que el adsorbato forma un enlace fuerte localizado en los centros activos del adsorbente por lo tanto mientras la función de los butilos es repeler el agua debido a sus propiedades hidrofobias el resto de la molécula debido a los electrones libres y diversos enlaces dobles en todo el compuesto puede cubrir con mayor facilidad el metal formando enlaces químicos.

#### 4.5. (e) Microscopia electrónica de barrido (complejo metálico-I)



**Figura 4.7** Microscopia electrónica de barrido muestras de acero al carbón 1018 corroído en 0.5 M de  $H_2SO_4$  sin remoción de productos de corrosión, a) sin inhibidor b) 1000ppm inhibidor

En la figura (a) (**Sin inhibidor y sin remoción de productos de corrosión**) se puede observar claramente que la superficie del acero está seriamente dañada (corrosión uniforme e irregular) en comparación con la superficie con inhibidor. Sin embargo, en presencia del inhibidor, el daño de la superficie del acero se reduce significativamente (Ver figura (b)... **complejo metálico sin remoción**). Además, esta imagen muestra que la presencia del inhibidor conduce a la formación de menor cantidad de productos de corrosión, también se puede observar depósitos irregulares en ciertos lugares (corrosión por picadura), y también, la superficie del acero presenta grietas irregulares (probablemente debido al secado de los productos de corrosión).



**Figura 4.8** Microscopia electrónica de barrido muestras de acero al carbón 1018 corroído en 0.5 M de  $H_2SO_4$  con remoción de productos de corrosión, a) sin inhibidor b) 1000ppm inhibidor

En la figura **Sin inhibidor con remoción de productos de corrosión** se puede ver que la superficie del acero presenta corrosión uniforme y regular. Mientras que las imágenes **complejo metálico con remoción de productos** muestran que hubo mucho menos daño en la superficie del acero y solo presenta corrosión por picadura. Además, la superficie del acero muestra zonas suavemente pulidas. Este resultado demuestra que los inhibidores forman películas protectoras por adsorción en la superficie de acero y reducen el contacto entre las superficies de acero y las soluciones ácidas y, como resultado, reducen la corrosión.

#### 4.5. (f) Caracterización del complejo metálico.

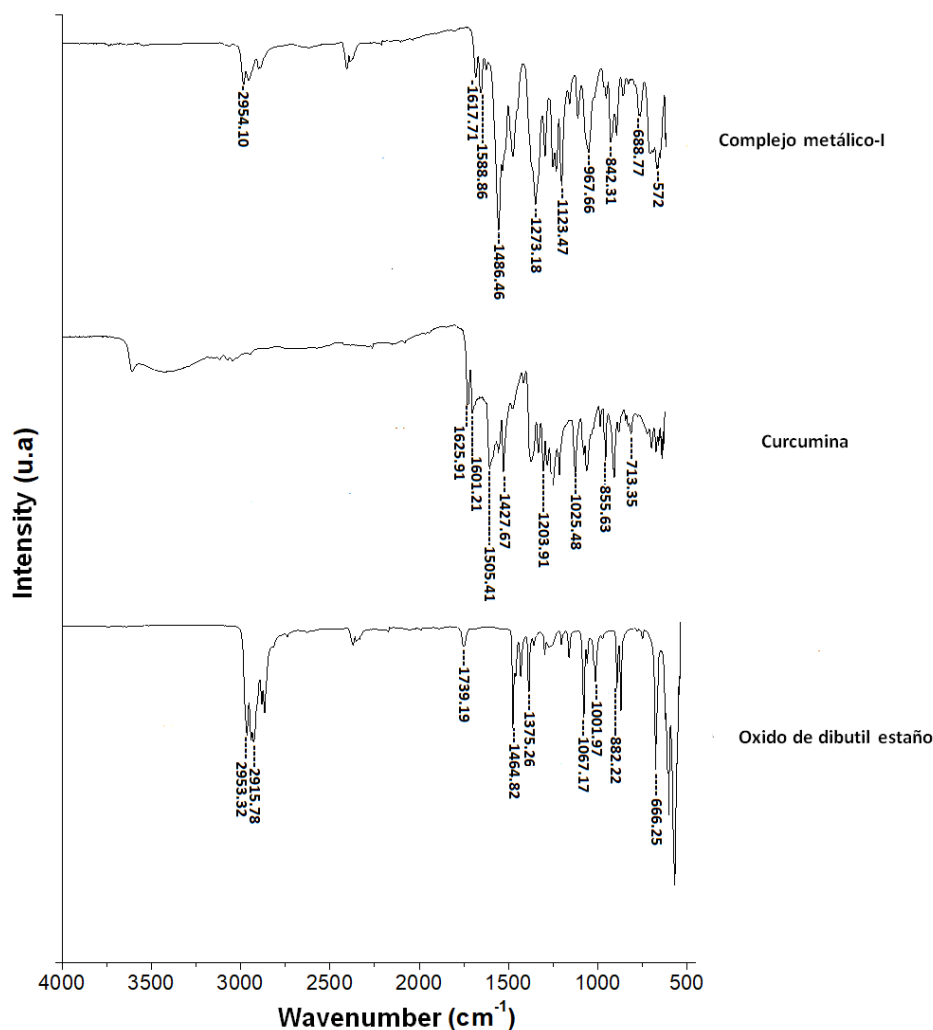


Figura 4.8.(a) Espectros FT-IR de complejo metálico-I, curcumina y óxido de dibutilestaño.

La Figura 4.8. (a) muestra los espectros de infrarrojo respectivos pertenecientes al complejo metálico-I y a los materiales de partida (óxido de dibutilestaño y curcumina). Se observan los diferentes picos de absorción para los grupos carbonilo. Por lo tanto, los picos de absorción para los grupos carbonilo en la curcumina se muestran en  $1601cm^{-1}$  y  $1625cm^{-1}$ , mientras que para los mismos grupos en el complejo metálico muestran un desplazamiento hacia un número de onda más pequeño ( $1588cm^{-1}$ ,  $1617cm^{-1}$ ). Por lo tanto, se observó que la unión del centro de



metal de estaño a los grupos carbonilo de la curcumina debilita el doble enlace carbono-oxígeno por coordinación debido a la formación del complejo metálico.

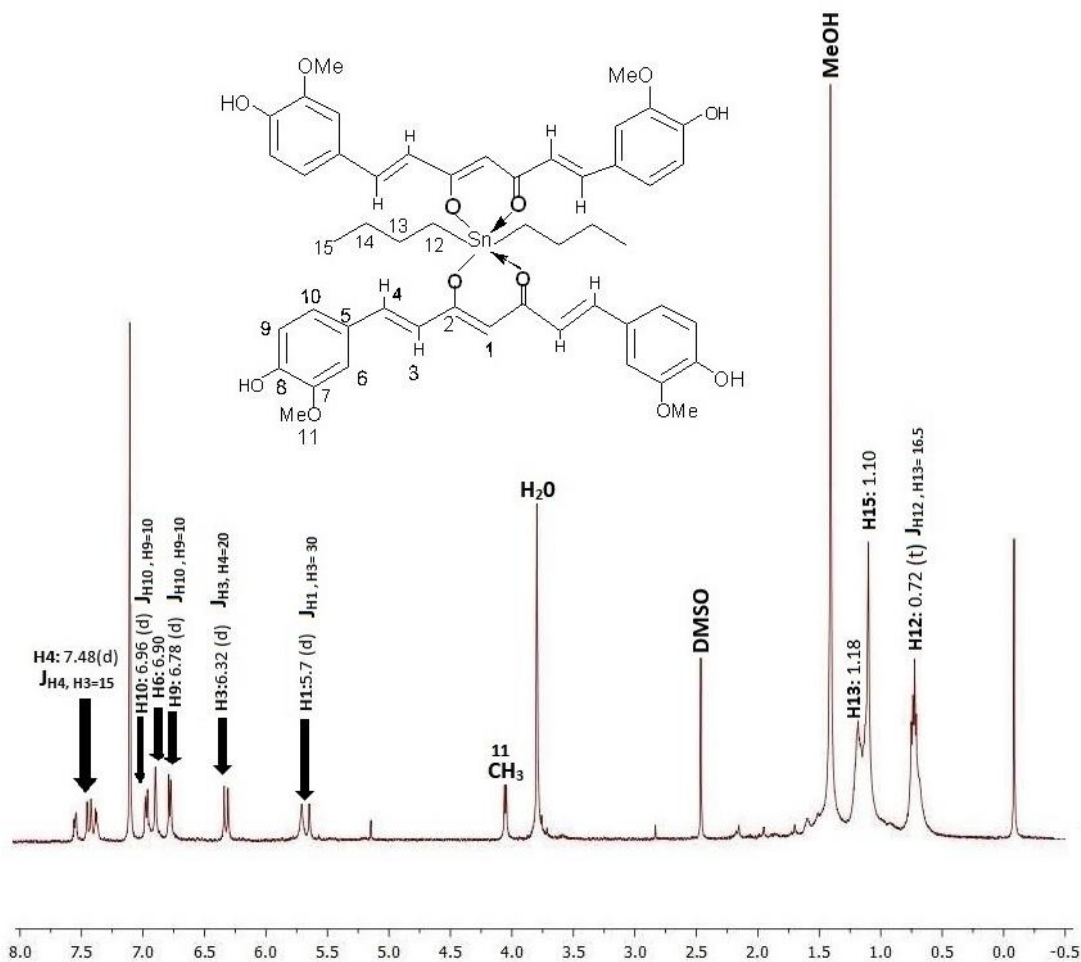


Figura 4.8. (b) Espectro de RMN <sup>1</sup>H en DMSO d<sub>6</sub> para complejo metálico-I.

El espectro de <sup>1</sup>H NMR se muestra en la Figura 4.8. (b) La señal para H-1 se desplazó a  $\delta = 5,7$  ppm como un doble y consecuencia de la coordinación del estaño, esta señal se observó como singlete para la curcumina libre. La señal H-3 se observa en  $\delta = 6.32$  ppm como doble debido al acoplamiento con H4. La parte aromática muestra señales en el campo inferior, por ejemplo, la señal para H-6 se desplaza a  $\delta = 6.90$  ppm como singlete, H-10



se desplaza a  $\delta = 6.96$  ppm como doblete y H-9 se desplaza a  $\delta = 6.78$  ppm. Estos valores son similares a los observados para la curcumina debido a que la interacción del átomo de estaño se lleva a cabo en los grupos carbonilo, las señales restantes de los hidrógenos corresponden a los hidrógenos observados en los grupos butilo. En la Tabla 4.6 (i) se muestran los desplazamientos y el acoplamiento constante de los átomos de hidrógeno para el complejo metálico.

**Tabla 4.6. (i) <sup>1</sup>HRMN en DMSO d6 para complejo metálico-I.**

H( $\delta$ )	H- 1:5.7(d)	H- 3:6.3(d)	H- 4:7.4(d)	H-6:6.90	H- 9:6.7(d)	H10:6.9(d)	H- 13:1.18	H- 15:1.10	H12:0.7(t)
J(Hz)	J <sub>H1,H3</sub> =20	J <sub>H3,H4</sub> =20	J <sub>H4,H3</sub> =15		J <sub>H,H10</sub> =10	J <sub>H10,H9</sub> =10			J <sub>H12,H13</sub> =16.5



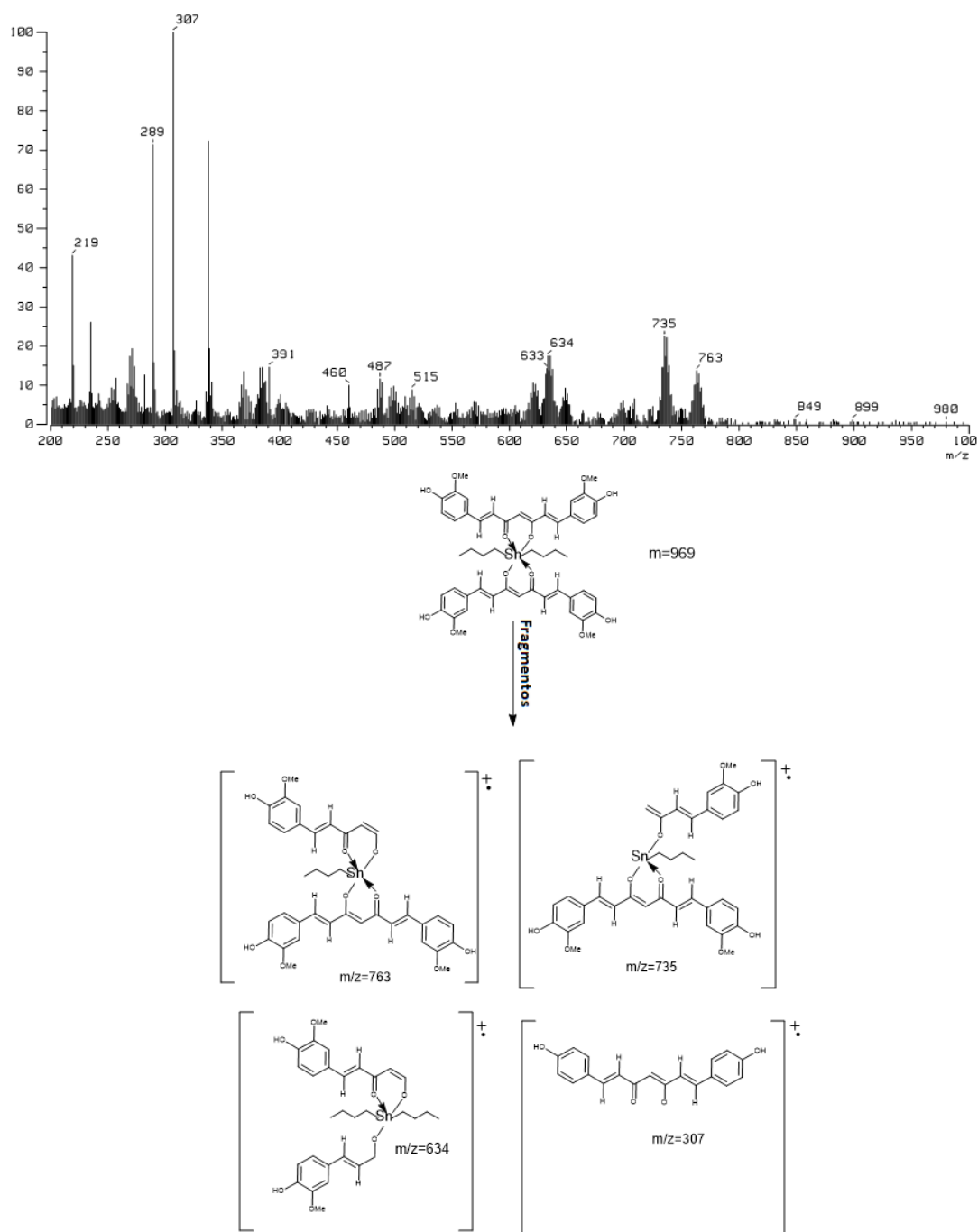


Figura 4.8. (c) Espectro de masas para el complejo metálico-I.

El espectro de masas para el complejo metálico-I se muestra en la Figura 4.8(c), el peso molecular es  $m / z = 969 \text{ g / mol}$  el cual no se observó. Sin embargo, se detectaron algunos fragmentos debido a la presencia de estaño,

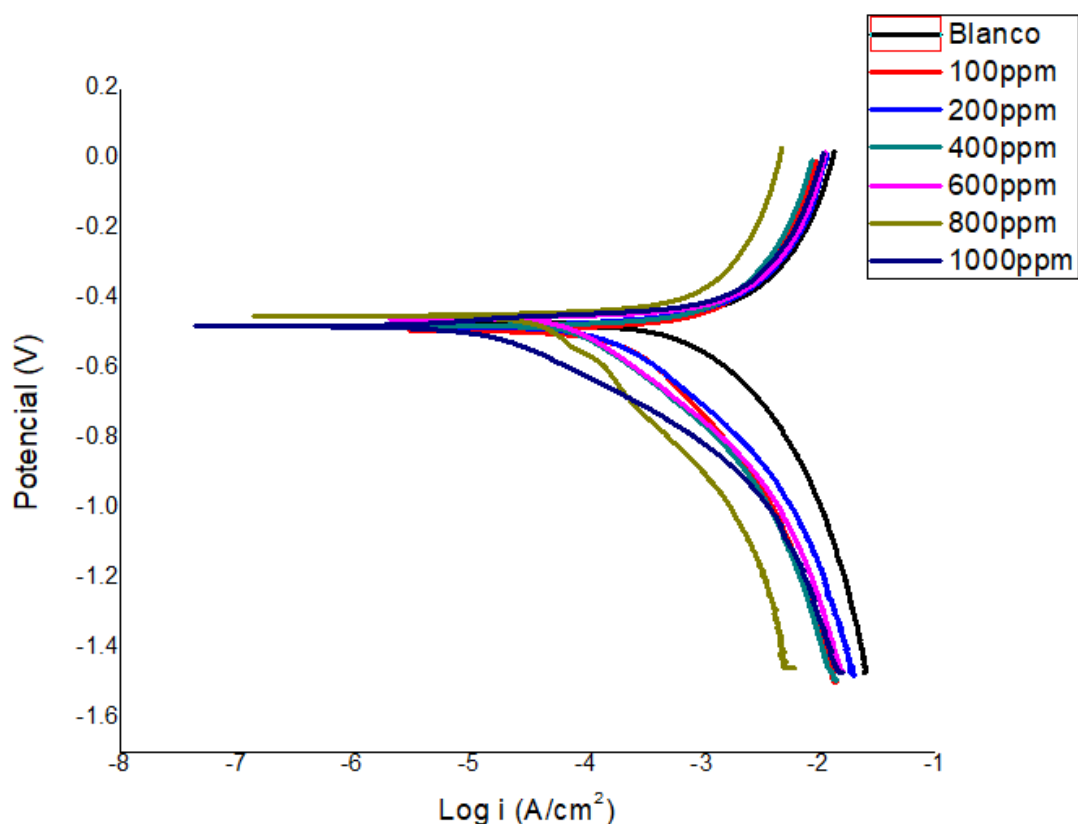


que se muestran en la figura. Por ejemplo, un pico en  $m / z = 763$  correspondiente y asignado a la ruptura de una molécula de curcumina, el pico más abundante se observó en 307, que es la molécula de curcumina con la pérdida de los grupos metoxi.

Este inhibidor al igual que el complejo metálico-I se sintetizó a partir de la curcumina pero utilizando como materia prima la etanol-amina, el resultado fue la unión del nitrógeno al grupo carbonilo para la formación de la Imina-I los resultados fueron los siguientes:

#### **4.5. (g) Curvas de polarización (Inhibidor Imina-I.)**

La finalidad de la formación de la imina-I al igual que el complejo metálico-I fue ampliar la superficie de la molécula de curcumina en la cual se decidió utilizar una amina debido a sus grupos funcionales como el Nitrógeno y OH.



**Figura 4.8. (d)** Curvas de polarización obtenidas para el acero 1018 expuesto a una solución 0.5 molar, con y sin Imina-I.

En la figura 4.8. (d) se observan cambios en la rama catódica, su pendiente no corresponde a pendientes tafel, los procesos no están controlados por transferencia de carga, sin embargo en 1000ppm se vuelven a observar pendientes tafel tanto en la rama catódica como anódica. La eficiencia aumenta con la concentración del inhibidor, en la tabla 4.6. (j) muestra potenciales de corrosión para 200ppm, 400ppm y 1000ppm las cuales mantienen invariables al blanco el cual es una característica de un inhibidor del tipo mixto, al agregar 100ppm el agente oxidante disminuye y vuelve aumentar en 600ppm y 800ppm, la rama que se ve más afectada en todas las concentraciones es la rama catódica ya que es evidente que esta se ve afectada cuando el inhibidor es añadido al sistema afectando la reacción de reducción disminuyendo la densidad de corriente de corrosión ( $i_{corr}$ ) e  $i_r$

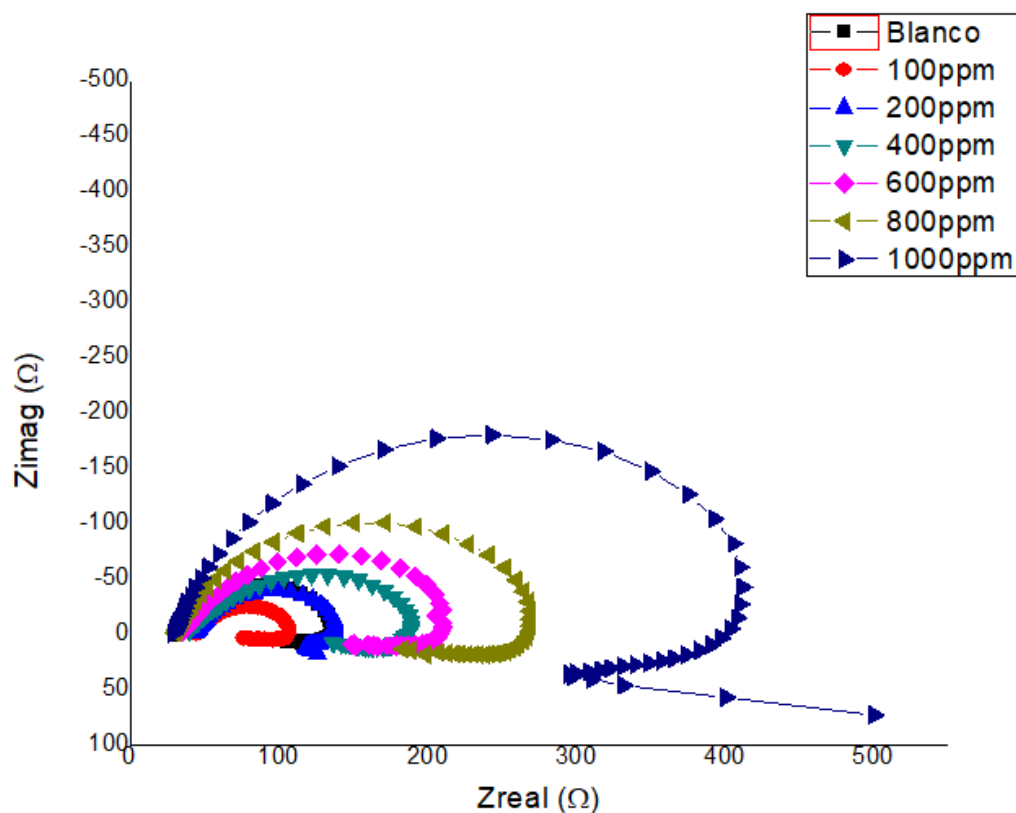


aumentando la eficiencia de inhibición al incrementar la concentración del inhibidor . [83,84]

**Tabla 4.6. (j)** Parámetros electroquímicos en curvas de polarización de acero 1018 en solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (0.5M) con y sin inhibidor

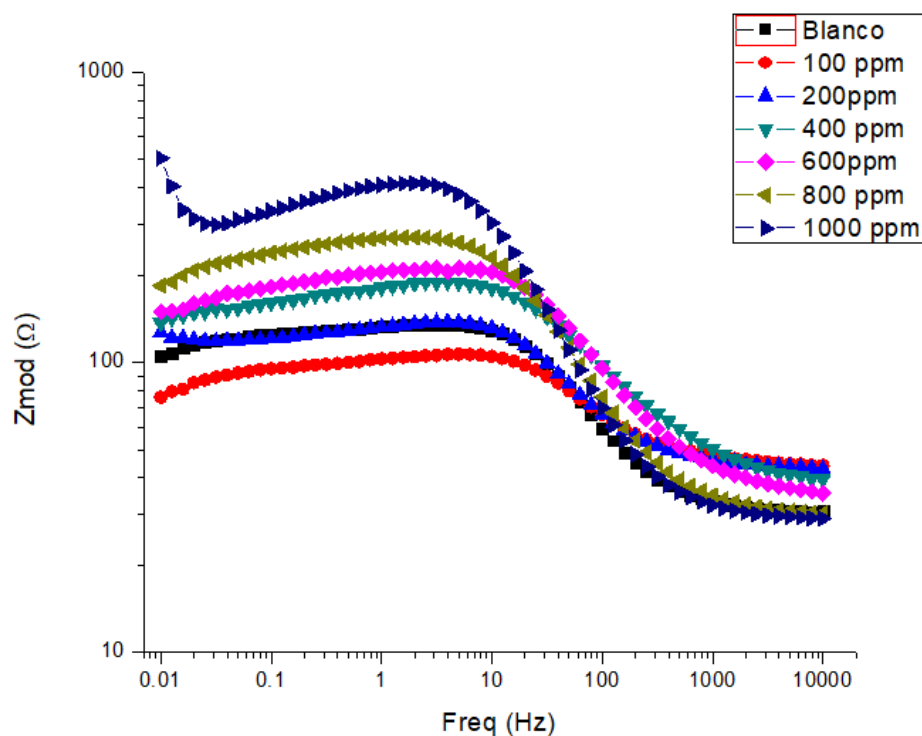
Concentración de inhibidor (ppm)	E <sub>corr</sub> (V)	I <sub>corr</sub> (A/cm <sup>2</sup> )	β <sub>a</sub> (V/dec)	β <sub>c</sub> (V/dec)	E.I. (%)
0	-0.47	1.5X10 <sup>-4</sup>	0.031	-0.075	
100	-0.48	1.4X10 <sup>-4</sup>	0.054	-0.268	6.8
200	-0.47	1.4X10 <sup>-4</sup>	0.030	-0.259	6.8
400	-0.47	1.3X10 <sup>-4</sup>	0.80	-0.320	13
600	-0.45	1.2X10 <sup>-4</sup>	0.100	-0.330	20
800	-0.45	5.4X10 <sup>-5</sup>	0.120	-0.316	64
1000	-0.47	1.2X10 <sup>-5</sup>	0.120	-0.148	92

#### 4.5. (h) Impedancia electroquímica inhibidor (imina-i)



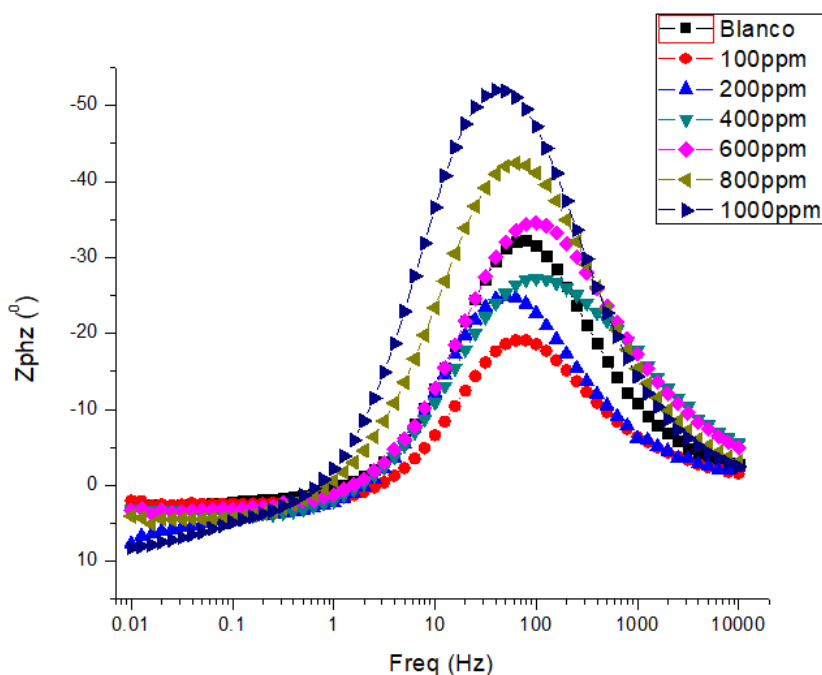
**Figura 4.8. (e)** Diagramas de Nyquist obtenidas para el acero 1018 expuesto a una solución con y sin imina-I

La figura 4.8 muestra semicírculos con efectos inductivos para todas las concentraciones, la adición del inhibidor no suprime este efecto para ninguna concentración más sin embargo se puede observar un incremento de la resistencia a la transferencia de carga ( $R_{TC}$ ) a partir de 200ppm.



**Figura 4.8. (f)** Diagramas de Bode (modulo) obtenidas para el acero 1018, con y sin imina-I.

En la figura 4.8. (f) se puede observar la magnitud de la impedancia disminuye al agregar 100ppm de imina-I en comparación al blanco, al ir aumentando la concentración la magnitud de la impedancia incrementa de manera constante hasta 800ppm, cuando se agregan 1000ppm del inhibidor, se observa un crecimiento máximo de la impedancia del sistema, donde se aprecian dos constantes de tiempo, aumentando la resistencia a la transferencia de carga ( $R_{TC}$ )



**Figura 4.8. (g)** Diagramas de Bode (ángulo de fase) obtenidas para el acero 1018 expuesto a una solución con y sin imina-I.

En la figura se muestra un ángulo de fase de 100ppm-400ppm más pequeños en comparación al blanco, este ángulo empieza a incrementar a partir de 600ppm, estos valores están influenciados por los valores de  $n$  el cual representa el ángulo de desfase entre el potencial y la corriente. [85, 86, 87,88]

**Tabla 4.6. (k)** Parámetros electroquímicos presentados por la prueba de IES para acero al carbón 1018 en una solución 0.5M de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> con y sin inhibidor.

Concentración de inhibidor(ppm)	R <sub>SOL</sub> (ohm/cm <sup>2</sup> )	R <sub>TC</sub> (ohm/cm <sup>2</sup> )	Capacitancia (F/cm <sup>2</sup> )	R <sub>P</sub> (ohm/cm <sup>2</sup> )	R <sub>L</sub> (ohm/cm <sup>2</sup> )	L (H/cm <sup>2</sup> )	n	Eficiencia %
0	30	135	3.80x10 <sup>-5</sup>	75	168	84	0.86	
100	44	106	6.03x10 <sup>-5</sup>	31	43	27	0.83	
200	42	137	5.39x10 <sup>-5</sup>	83	210	131	0.84	1.45
400	39	188	2.06x10 <sup>-5</sup>	97	200	125	0.87	28
600	35	210	1.42x10 <sup>-5</sup>	114	249	156	0.80	35
800	30	269	1.53x10 <sup>-5</sup>	153	354	222	0.85	49
1000	28	411	3.88x10 <sup>-5</sup>	472	822	350	0.88	67



En la tabla 4.6. se puede observar que la resistencia a la solución no es afectada en un rango grande como en los inhibidores anteriores, la resistencia a la transferencia de carga aumenta con la concentración del inhibidor a partir de 200ppm , la reactancia capacitiva es variante, con valores más altos en 100ppm y 200ppm disminuyendo posteriormente con la concentración del inhibidor,  $R_L$  aumenta con la concentración del inhibidor el valor de  $n$  se mantiene 0.80-0.87, los procesos están controlados por la adsorción y desorción de especies excepto en 1000ppm donde se plantean dos etapas la primera controlada por la adsorción y desorción de especies y la segunda la cual se origina a bajas frecuencias por transferencia de carga.

#### 4.5. (i) Test gravimétrico inhibidor Imina-I

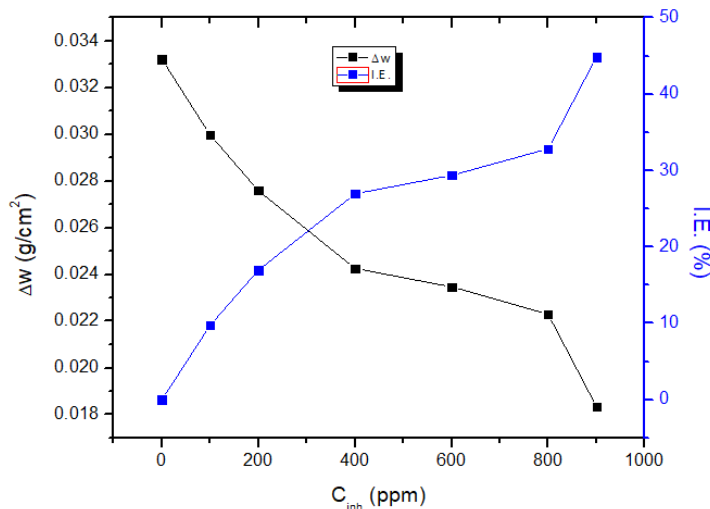


Figura 4.8. (h) Efecto de la concentración de la Imina-I en la pérdida de peso y eficiencia del inhibidor

Se observa en la figura que la pérdida de peso es proporcional a la concentración del inhibidor, de la misma manera la eficiencia aumenta al



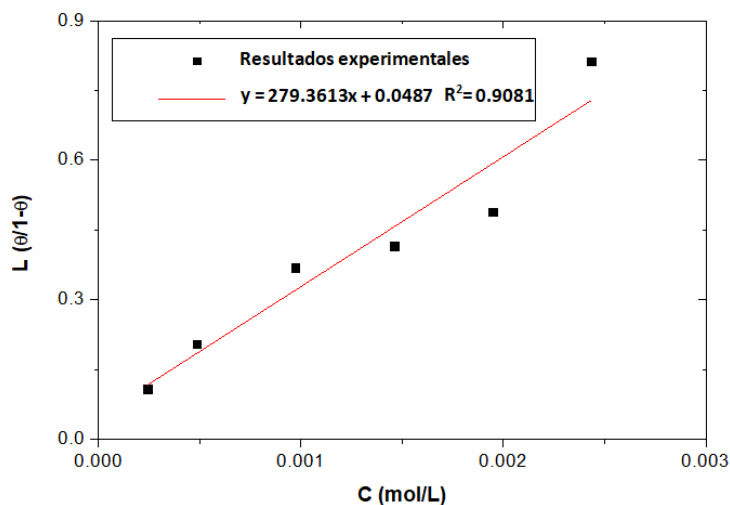


aumentar la concentración del inhibidor, los cambios al ir agregando inhibidor son constantes 100ppm-400ppm, 600ppm-800ppm el cambio es mínimo volviendo a incrementar la eficiencia en mayor proporción en 1000ppm.

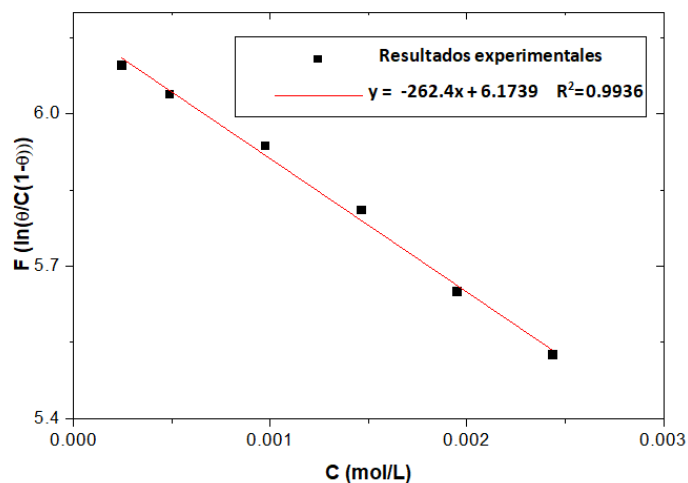
**Tabla 4.6. (I)** Velocidad de corrosión y eficiencia de inhibición obtenidos de las mediciones de gravimetría para el acero 1018 expuesto a una solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, con y sin inhibidor.

Concentración del inhibidor, C [ppm]	Altura de la muestra, h [cm]	Área de la muestra, A [cm <sup>2</sup> ]	Peso inicial, M <sub>0</sub> [g]	Peso final, MF [g]	Velocidad de corrosión, V [g/cm <sup>2</sup> ]	Eficiencia de inhibición, E [%]
0	1.96	4.43985582	4.55006667	4.40256667	0.0332218	0
100	1.98	4.4662452	4.5882	4.4543	0.02998044	9.75672216
200	1.95	4.41346644	4.55486667	4.4331	0.0275898	16.9527156
400	1.96	4.43985582	4.5822	4.47446667	0.02426505	26.960452
600	1.98	4.47284254	4.6033	4.49833333	0.02346755	29.3609837
800	1.99	4.49923192	4.58603333	4.48566667	0.02230751	32.8527908
1000	1.99	4.48603723	4.627	4.5448	0.01832352	44.8448855

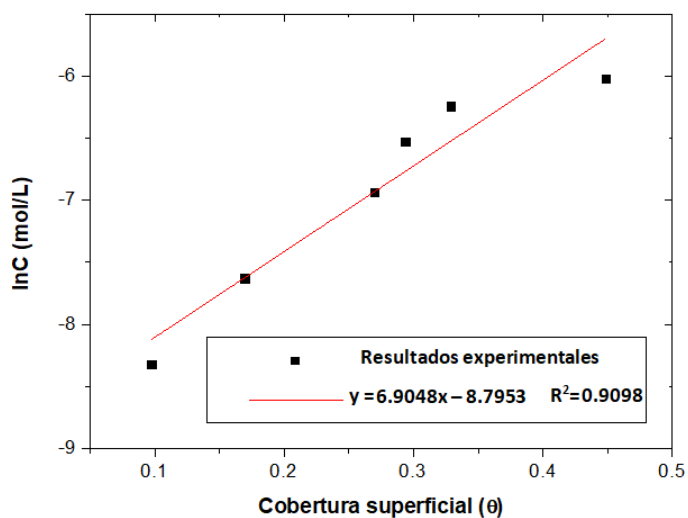
#### 4.5. (j) Isotermas de adsorción inhibidor imina-I.



**Figura 4.8. (i)** Resultados experimentales de la isoterma de adsorción de Langmuir para el inhibidor imina-I a diferentes concentraciones en una solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en el acero 1018.



**Figura 4.8. (j)** Resultados experimentales de la isoterma de adsorción de Frumkin para el inhibidor imina-I a diferentes concentraciones en una solución de  $H_2SO_4$  en el acero 1018.



**Figura 4.8. (k)** Resultados experimentales de la isoterma de adsorción de Temkin para el inhibidor imina-I a diferentes concentraciones en una solución de  $H_2SO_4$  en el acero 1018.



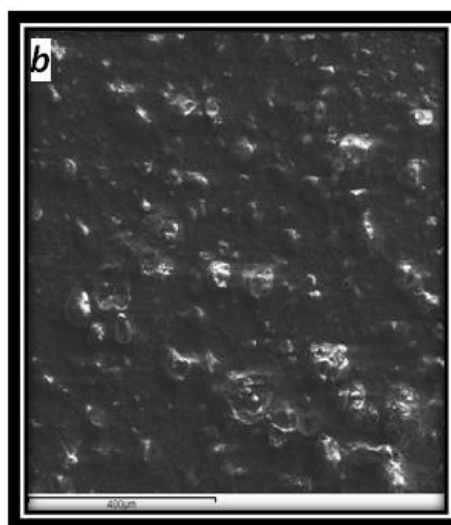
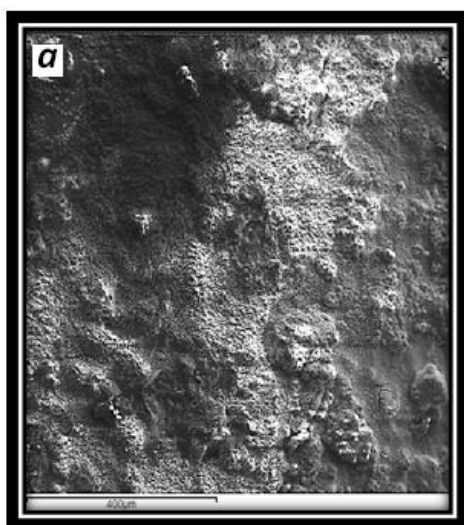
La figura 4.8.(J) es la isoterma (Frumkin) que más se ajusta a los resultados de datos experimentales con un coeficiente de correlación 0.99.

**Tabla 4.6. (m)** Parámetros de adsorción y energía libre de adsorción de Gibbs para la isotermas

Langmuir		Temkin			Frumkin		
Kad L/mol	$\Delta G_{ad}$ kJ/mol	Kad L/mol	f adim.	$\Delta G_{ad}$ kJ/mol	Kad L/mol	f adim.	$\Delta G_{ad}$ kJ/mol
0.00357959	13.9619	6603.1362	6.9048	-21.8019	480.0546	262.4	-15.3039

De acuerdo a la tabla 4.6 (m) se observa que la isoterma Frumkin la cual se ajustó más al proceso tiene una energía libre de Gibbs de adsorción de -15.30kJ/mol indicando un proceso espontaneo de fisorcion con un coeficiente de adsorción de 480 L/mol , lo que significa que la interacción del adsorbato con el adsorbente es débil, esto puede deberse a la insuficiente afinidad entre el adsorbato con el adsorbente o el medio dispersante( soluto-disolvente)

#### 4.5. (k) Microscopia electrónica de barrido (imina-l).

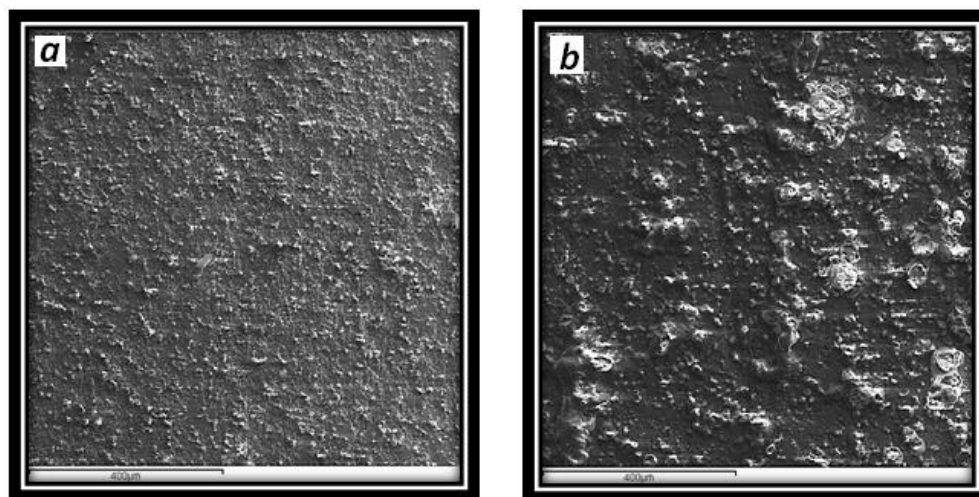




**Figura 4.9** Microscopia electrónica de barrido muestras de acero al carbón 1018 corroído en 0.5 M de  $H_2SO_4$  sin remoción de productos de corrosión, a) sin inhibidor b) 1000ppm inhibidor.

La imagen SEM del acero que fue sumergido en  $H_2SO_4$  durante 72 horas sin inhibidor y sin remoción de productos de corrosión se muestra en la Fig. (**Sin inhibidor y sin remoción de productos de corrosión**). La capa de productos de corrosión (fases de oxidación compuesta por sulfato ferroso y óxido de hierro) formada en la superficie del acero por la interacción con  $H_2SO_4$  se puede ver en esta figura. Se observa que el sulfato ferroso y el óxido de hierro formado no podrían proteger completamente la superficie, además, se produce corrosión uniforme con hendiduras en la superficie.

Las imágenes SEM del acero con inhibidor se muestran en la Fig. **imina-I sin remoción de productos corrosión**. Se forma una película protectora en presencia de imina-I. Sin embargo, las grietas observadas en la superficie de la película en la micrografía obtenida muestran que la eficiencia de la película es débil. La película protectora es débil exponiendo lugares localizados donde se precipitan los productos de corrosión.





**Figura 4.9.1.** Microscopia electrónica de barrido muestras de acero al carbón 1018 corroído en 0.5 M de  $H_2SO_4$  con remoción de productos de corrosión, a) sin inhibidor b) 1000ppm

En la figura **Sin inhibidor con remoción de productos de corrosión** se puede ver que la superficie del acero esta corroída, lo que resulta como corrosión uniforme y regular se observa una estructura granular distribuida sobre la superficie del acero. Mientras que en las imágenes **imina-I con remoción de productos de corrosión** se observa que la corrosión es relativamente uniforme con cierta evidencia de ataque por picaduras.

#### 4.5. (I) Caracterización de la imina-I.

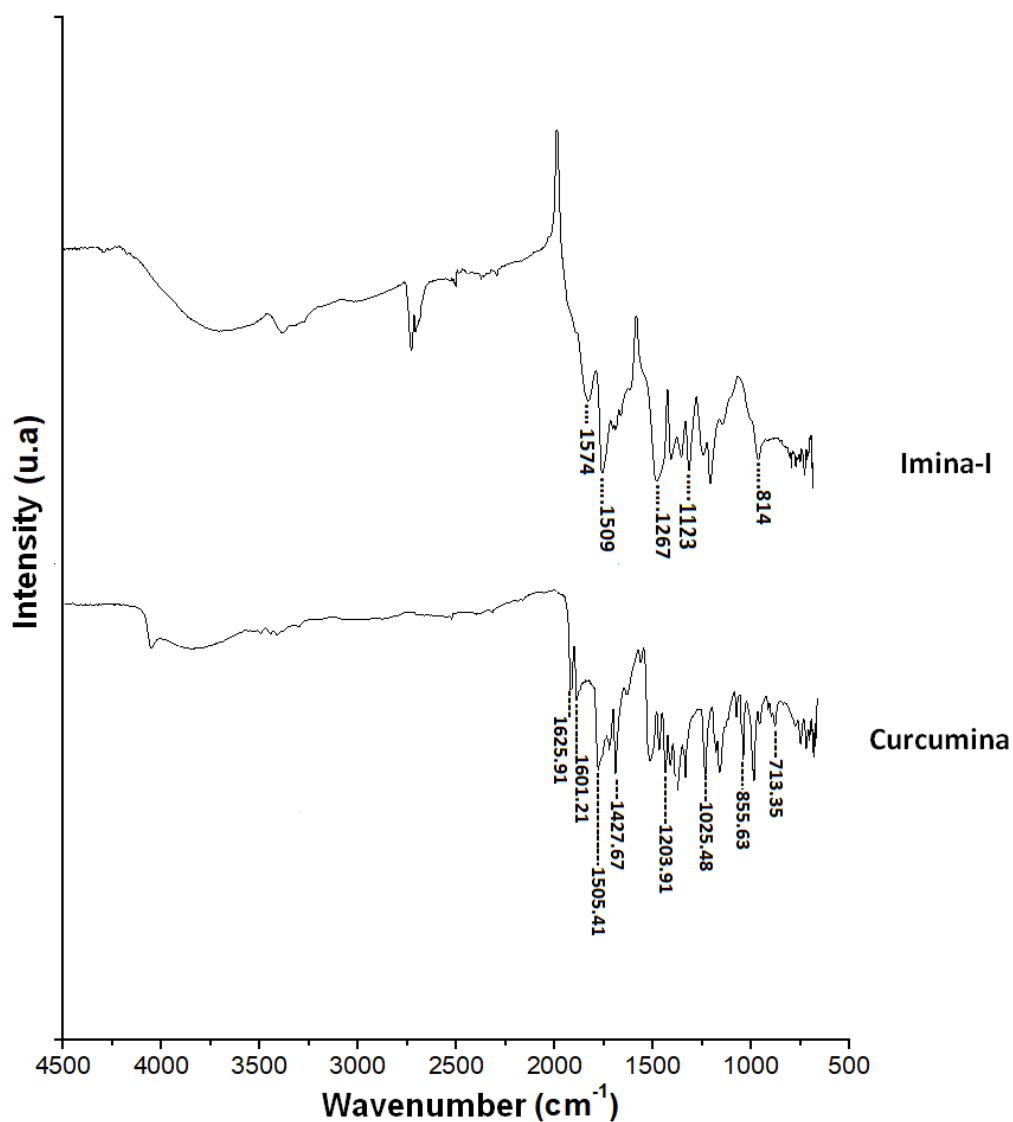
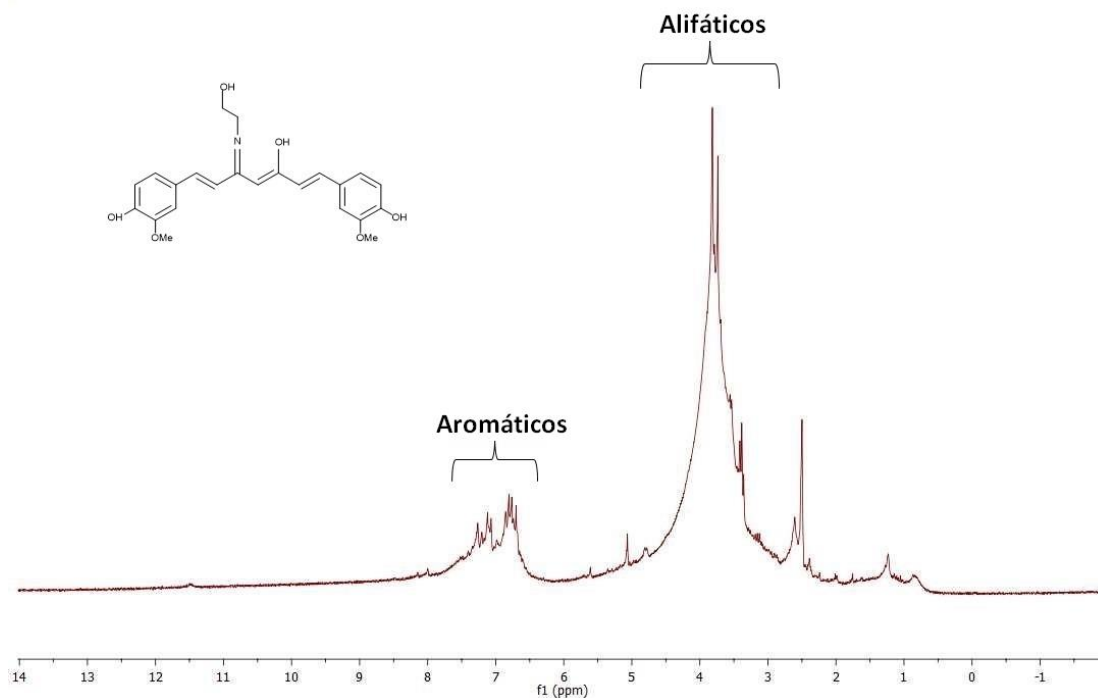


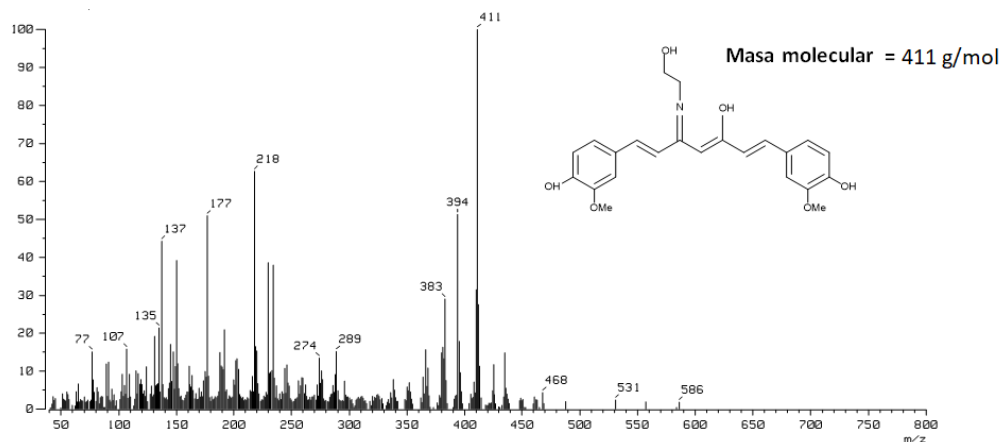
Figura 4.9.1. (a) Espectros FT-IR de curcumina e imina-I.

La Figura 4.9.1 (a) muestra los espectros infrarrojos comparativos para la imina-I y la curcumina. El pico de absorción perteneciente al grupo carbonilo se observó a  $1625\text{ cm}^{-1}$  para el espectro de curcumina, mientras que para el espectro imina-I este pico desaparece, al lado se observa un nuevo pico a  $1574\text{ cm}^{-1}$  correspondiente al grupo  $C = N$  confirmando así la reacción entre la etanolamina dentro de la curcumina.



**Figura 4.9.1. (b)** Espectro de RMN <sup>1</sup>H en DMSO d6 para imina-I.

El espectro de <sup>1</sup>HRMN se muestra en la Figura 4.9.1(b). El espectro se observó con señales amplias y las mediciones claras de las señales y las constantes de acoplamiento correspondientes para los átomos de hidrógeno fueron difíciles de observar. Por lo tanto, solo las regiones para el hidrógeno alifático se administran de 2.0 a 4.5 ppm y para los hidrógenos aromáticos están en 6.5 a 7.5 ppm.



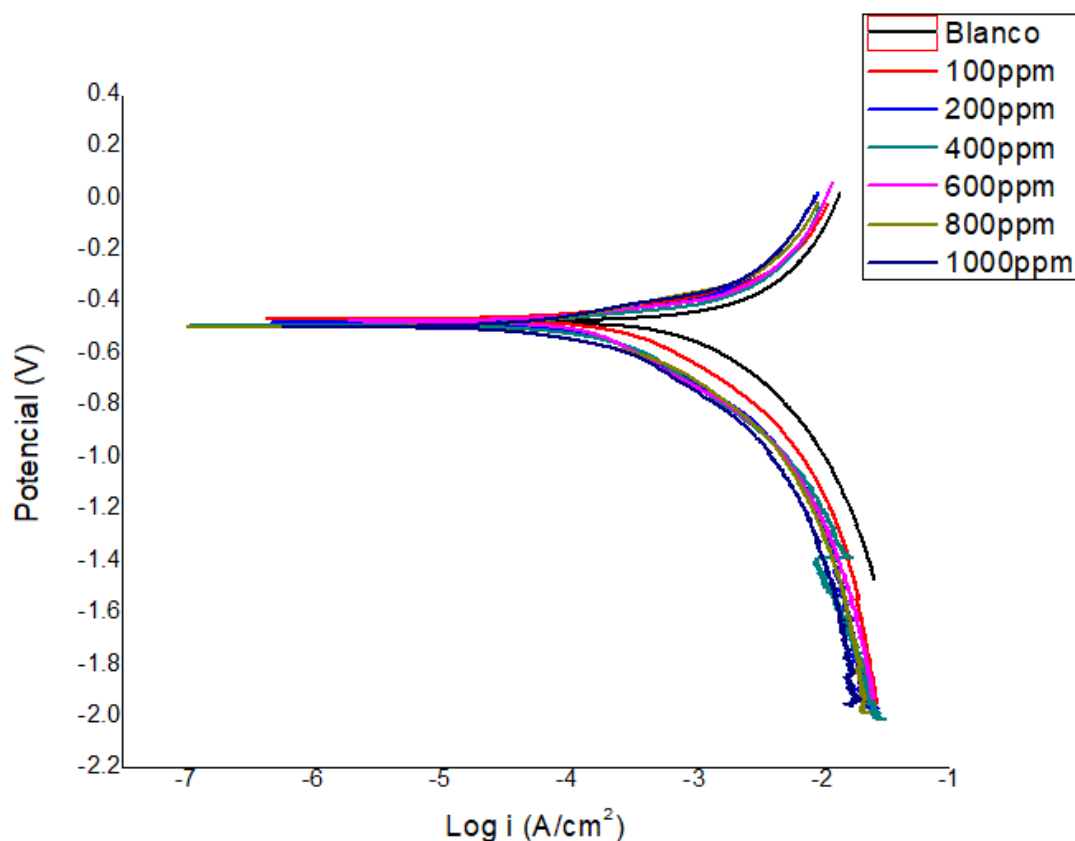
**Figura 4.9.1. (c)** Espectro de masas para la imina-I.

El espectro de masas para la imina se muestra en la Figura 4.9.1. (c) El pico más abundante se observó a  $m/z = 411$ , que corresponde al peso molecular de la imina-I, lo que proporciona evidencia adicional para la formación de este compuesto.

Las siguientes bases de Schiff utilizadas como inhibidores de corrosión son comparadas con los inhibidores de corrosión anteriores, éstas fueron utilizadas solo como punto de referencia de los distintos tipos de inhibidores orgánicos utilizados en este trabajo, los resultados fueron los siguientes:

#### **4.5. (m) Curvas de polarización base de Schiff 1.**





**Figura 4.9.1. (d)** Curvas de polarización obtenidas para el acero 1018 expuesto a una solución 0.5 molar, con y sin Base de Schiff 1.

De acuerdo a lo que se observa en la figura 4.9.1.(d) y los datos obtenidos de la tabla 4.4 los cambios en la disminución de la densidad de corriente de corrosión son proporcionales al aumento de la concentración del inhibidor, además que se observa que todas las pendientes son tafel lo que significa que los procesos que lo controlan son farádicos, se observan pequeños cambios en 800ppm y 1000ppm en el potencial de corrosion ( $E_{CORR}$ ) un ligero desplazamiento a la zona activa lo que podría significar un ligero incremento del agente reductor.



**Tabla 4.6 (n)** Parámetros electroquímicos en curvas de polarización de acero 1018 en solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (0.5M) con y sin inhibidor.

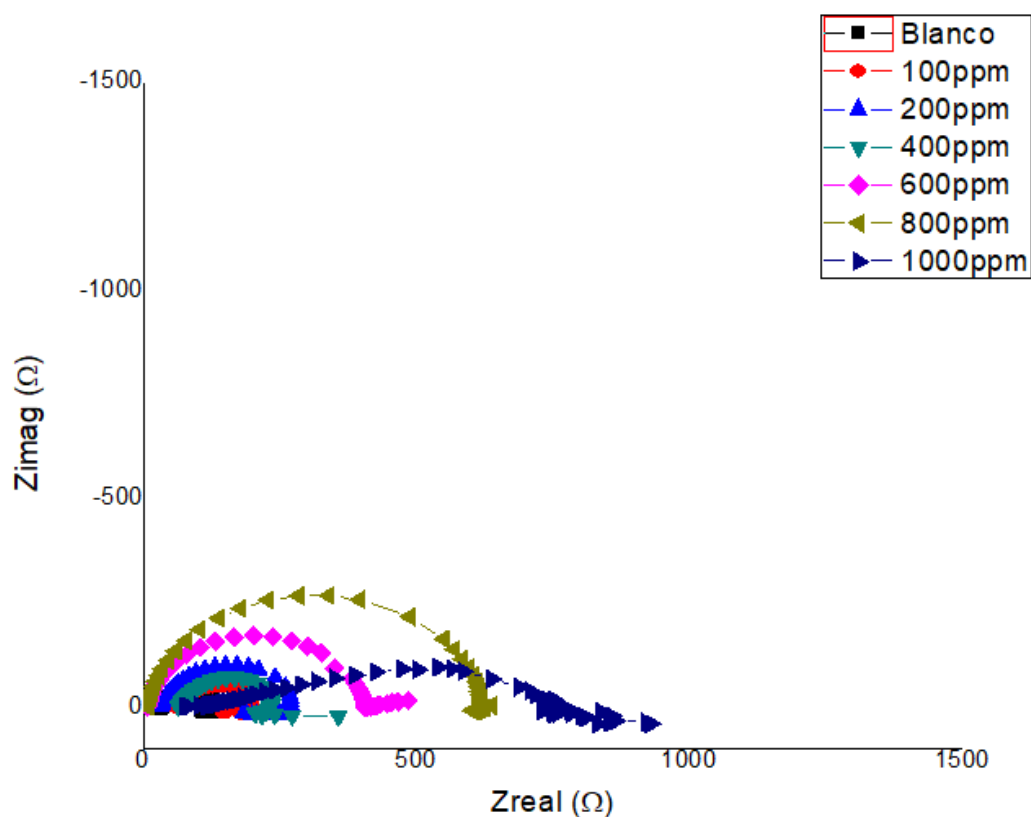
Concentración de Inhibidor(ppm)	E <sub>corr</sub> (V)	I <sub>corr</sub> (A/cm <sup>2</sup> )	β <sub>a</sub> (V/dec)	β <sub>c</sub> (V/dec)	E.I. %
0	-0.47	0.00015	0.031	-0.075	
100	-0.46	0.00010	0.085	-0.131	33
200	-0.47	0.000098	0.108	-0.160	35
400	-0.48	0.000074	0.067	-0.133	50
600	-0.47	0.000058	0.049	-0.125	61
800	-0.49	0.000040	0.071	-0.119	73
1000	-0.49	0.000038	0.073	-0.108	75

De acuerdo a la tabla 4.6 concluimos que la densidad de corriente de corrosión (I<sub>CORR</sub>) disminuye al incrementar la concentración del inhibidor, en cuanto al potencial de corrosión (E<sub>CORR</sub>) se observa que al agregar 100ppm del inhibidor el agente oxidante aumenta sin embargo las pendientes tafel se mantienen tanto para la rama anódica como catódica, en 200ppm y 600ppm se mantiene constante, en 800ppm y 1000ppm es donde más disminuye el agente oxidante y el sistema sigue controlado por transferencia de carga.

Las siguientes bases de Schiff utilizadas 1,2 y3 se utilizaron con la finalidad de medir su eficiencia en comparación a los anteriores inhibidores (cúrcuma, curcumina, complejo metálico-I y imina-I estas bases tienen la propiedad de poseer una cadena larga de anillos aromáticos y grupos funcionales con electrones libres.

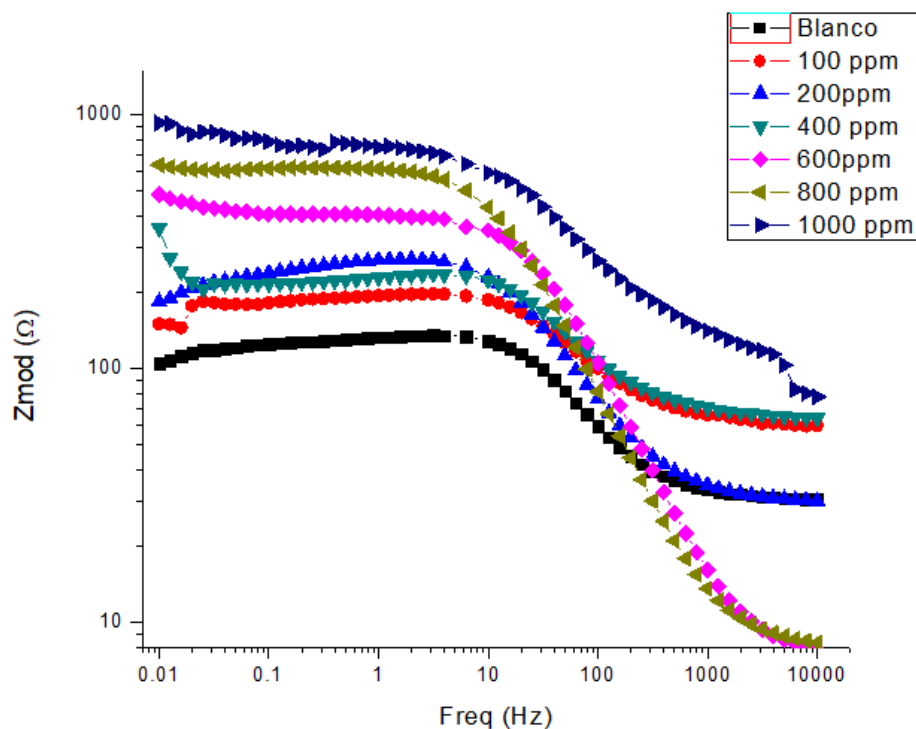


#### 4.5. (n) Impedancia electroquímica base de Schiff 1.



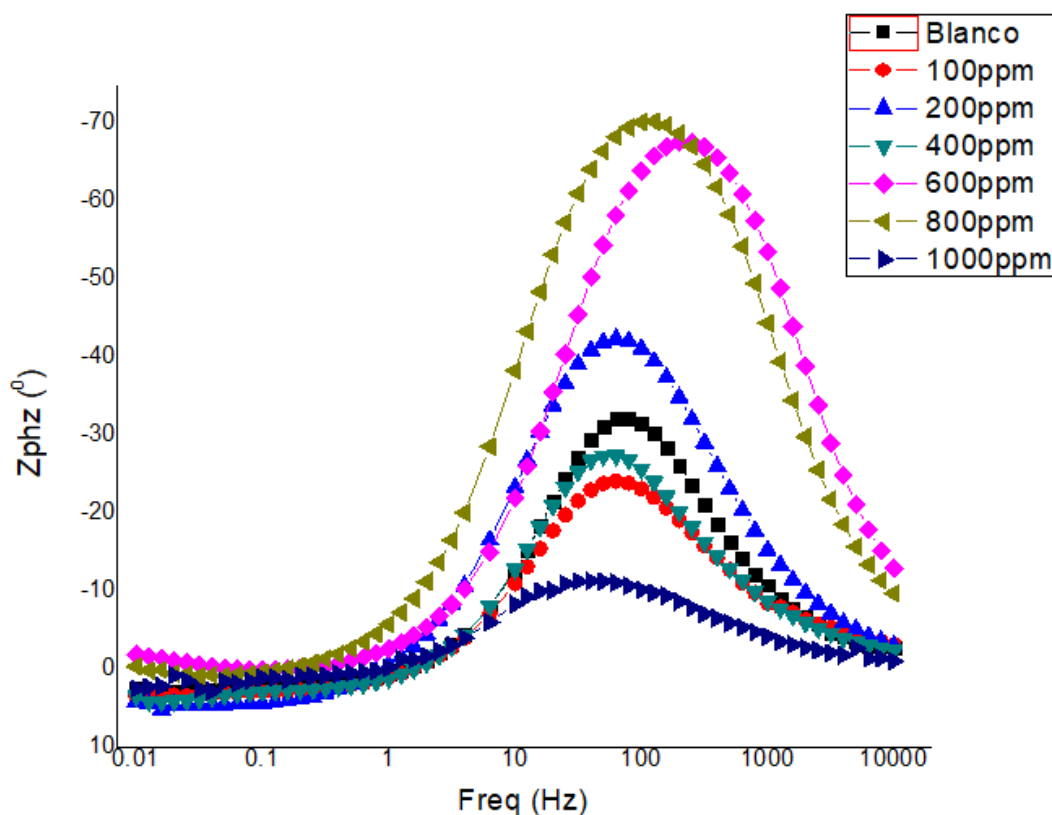
**Figura 4.9.1. (e)** Diagramas de Nyquist obtenidas para el acero al carbón 1018 expuesto a una solución de  $H_2SO_4$  con y sin Base de Schiff 1.

En el diagrama de Nyquist se observa un incremento en el diámetro del semicírculo al ir incrementando la concentración del inhibidor lo que significa que estos procesos están controlados por transferencia de carga. También se puede observa semicírculos menos deprimidos en 600ppm y 800ppm la  $Z_{Imaginaria}$  incrementa su valor, este valor alcanza su valor mínimo en 1000ppm pero  $Z_{real}$  incrementa su valor maximo.



**Figura 4.9.1. (f)** Diagramas de Bode modulo obtenidas para el acero 1018 expuesto a una solución de  $H_2SO_4$  con inhibidor y sin Base de Schiff 1.

En la figura de Bode modulo se observan concentraciones de 100ppm a 400ppm de inhibidor la resistencia a la solución aumenta, volviendo a disminuir al agregar 800ppm y 600ppm donde sus respectivas constantes de tiempo son mayores lo que indica que el tiempo de carga o descarga del capacitor es lento. Por ultimo en 1000ppm aumenta la resistencia a la solución y la constante de tiempo disminuye. [89, 90,91,103]



**Figura 4.9.1. (g)** Diagramas de Bode (ángulo de fase) obtenidas para el acero 1018 expuesto a una solución de  $H_2SO_4$  con y sin Base de Schiff 1.

La **Figura 4.9.1. (g)** muestran desplazamientos en los ángulos de fase respecto al blanco, se observa que en 1000ppm se desplaza a una frecuencia menor de 42Hz en 600ppm y 800ppm el desplazamiento es a frecuencias mayores 200Hz-255Hz.



**Tabla 4.6. (o)** Parámetros electroquímicos presentados por la prueba de IES para acero al carbón 1018 en una solución 0.5M de ácido sulfúrico con inhibidor y sin inhibidor.

Concentración de inhibidor(ppm)	R <sub>SOL</sub> (ohm/cm <sup>2</sup> )	R <sub>TC</sub> (ohm/cm <sup>2</sup> )	Capacitancia (F/cm <sup>2</sup> )	R <sub>p</sub> (ohm/cm <sup>2</sup> )	R <sub>L</sub> (ohm/cm <sup>2</sup> )	L (H/cm <sup>2</sup> )	n	%
0	30	135	3.80x10 <sup>-5</sup>	75	168	95	0.86	
100	59	196	6.60x10 <sup>-5</sup>	91	169	180	0.84	31
200	30	235	5.12x10 <sup>-5</sup>	122	354	3500	0.89	41
400	63	269	5.40x10 <sup>-5</sup>	153	253	2800	0.86	49
600	7	406	2.47x10 <sup>-5</sup>	477			0.91	66
800	8	620	2.44x10 <sup>-5</sup>	628			0.93	78
1000	77	781	7.05x10 <sup>-5</sup>	852			0.64	82

En la tabla 4.6. se observa que al añadir el inhibidor la resistencia a la transferencia de carga aumenta, la capacitancia adquiere sus valores más bajos en 600ppm y 800ppm pero en 1000ppm este valor incrementa, la R<sub>L</sub> disminuye al incrementar la concentración del inhibidor hasta suprimirla por completo en 600ppm por lo tanto la concentración del inhibidor es proporcional a la eficiencia y el sistema es controlado por transferencia de carga.

#### 4.5. (o) Análisis gravimétrico. Base de Schiff 1

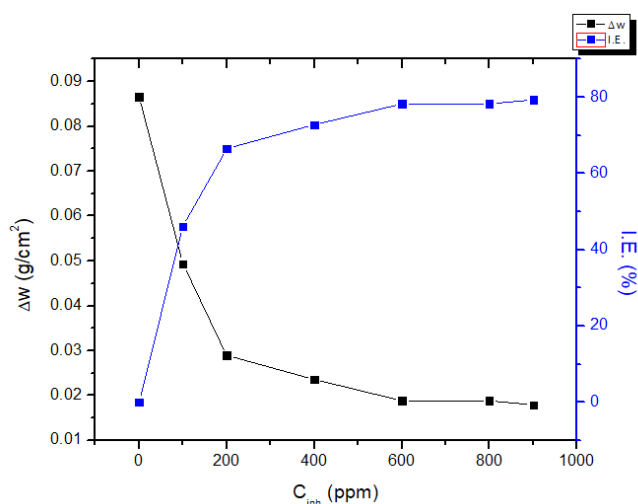


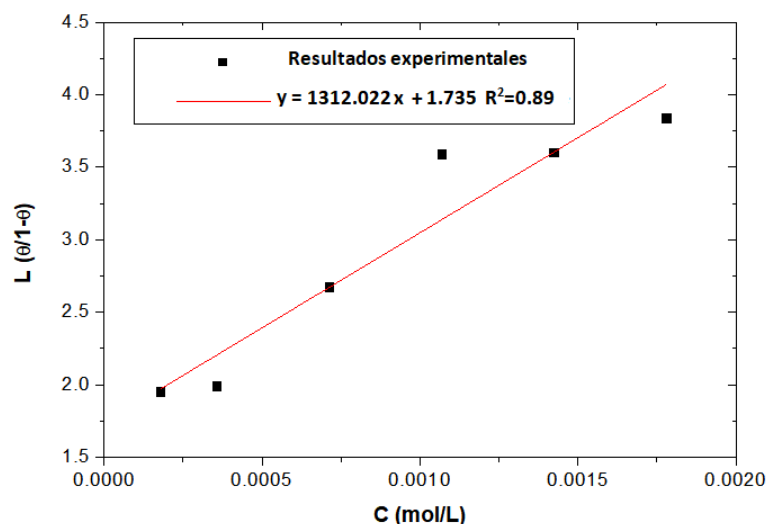
Figura 4.9.1. (h) Efecto de la concentración de la Base de Schiff 1 en la pérdida de peso y eficiencia del inhibidor

Se observa una variación grande al agregar 100ppm disminuye la pérdida de peso y aumenta la eficiencia, después se observa que es constante la disminución de pérdida de peso y eficiencia, hasta 1000ppm donde la pérdida de peso y eficiencia es mínima.

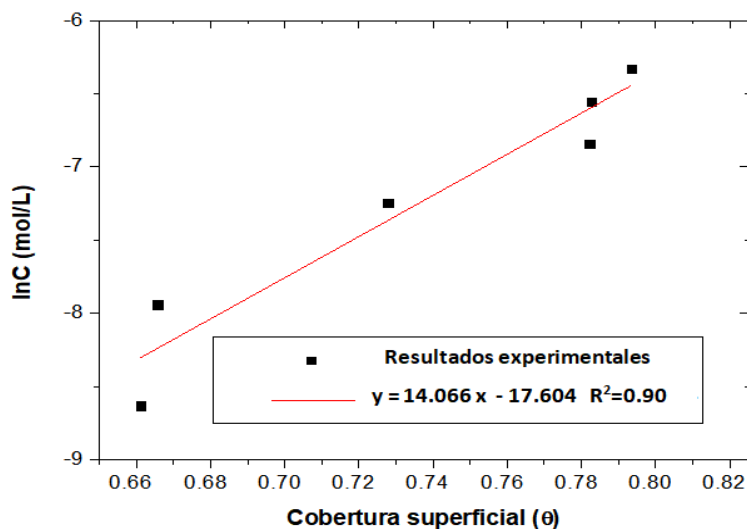
**Tabla 4.6. (p)** Velocidad de corrosión y eficiencia de inhibición obtenidos de las mediciones de gravimetría para el acero 1018 expuesto a una solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, con y sin inhibidor.

Concentración del inhibidor, C [ppm]	Altura de la muestra, h [cm]	Área de la muestra, A [cm <sup>2</sup> ]	Peso inicial, M0 [g]	Peso final, MF [g]	Velocidad de corrosión, V [g/cm <sup>2</sup> ]	Eficiencia de inhibición, E [%]
0	1.97	4.44645316	4.57526667	4.19035	0.08656712	0
100	1.96	4.43985582	4.5618	4.43156667	0.04933278	50.1155613
200	1.94	4.4068691	4.57856667	4.45105	0.02893589	66.5740463
400	1.99	4.49263457	4.5816	4.47576667	0.02355708	72.7875035
600	1.98	4.4662452	4.53393333	4.4492	0.0188605	78.2128611
800	1.98	4.48603723	4.55616667	4.47176667	0.01881393	78.2666548
1000	1.99	4.49263457	4.62666667	4.5468	0.01788228	79.342869

#### 4.5. (p) Isotermas de adsorción.

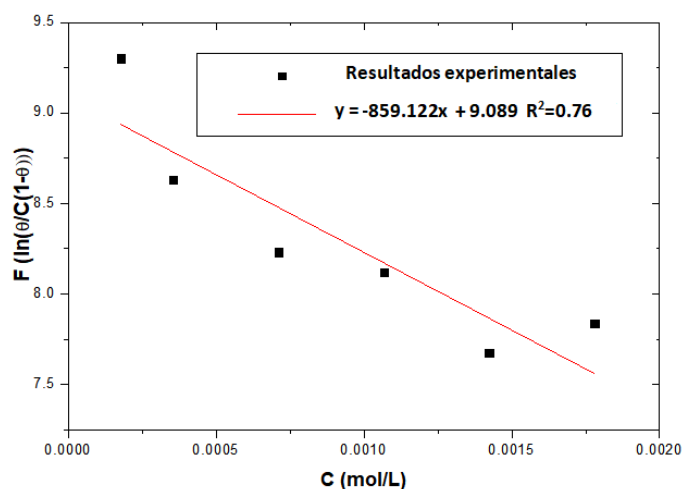


**Figura 4.9.1. (i)** Resultados experimentales de la isoterma de adsorción de Langmuir para el inhibidor base de Schiff 1 a diferentes concentraciones en una solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en el acero 1018.



**Figura 4.9.1. (j)** Resultados experimentales de la isoterma de adsorción de Temkin para el inhibidor base de Schiff 1 a diferentes concentraciones en una solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en el acero 1018.





**Figura 4.9.1. (k)** Resultados experimentales de la isoterma de adsorción de Frumkin para el inhibidor base de Schiff 1 a diferentes concentraciones en una solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en el acero 1018.

Los datos pueden ajustarse mejor a la isoterma de adsorción de Temkin, obteniendo un coeficiente de correlación de  $R^2 \sim 0.90$ . Los valores calculados para son reportados en la siguiente tabla

**Tabla 4.6. (q)** Parámetros de adsorción y energía libre de adsorción de Gibbs obtenidas de las ecuaciones lineales de las isotermas para el acero 1018 expuesto a una solución con pH2.

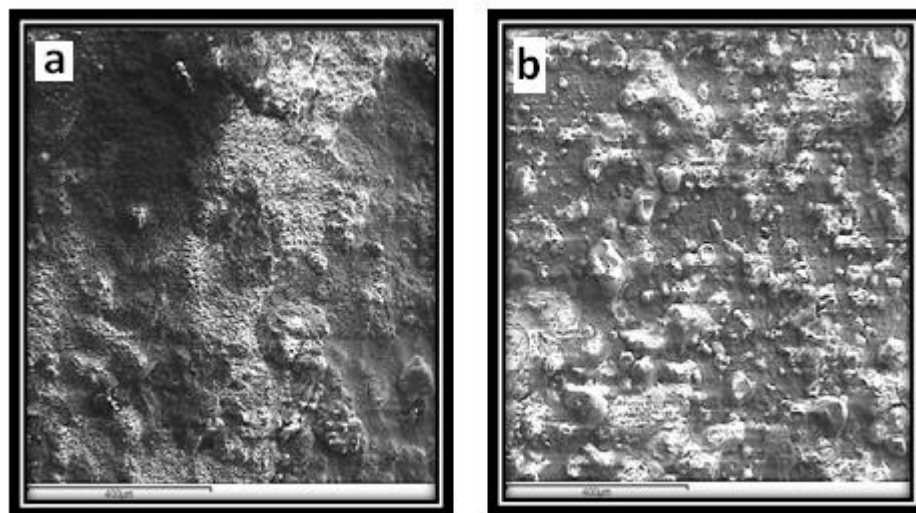
Langmuir		Temkin			Frumkin		
Kad L/mol	$\Delta G_{ad}$ kJ/mol	Kad L/mol	f adim.	$\Delta G_{ad}$ kJ/mol	Kad L/mol	f adim.	$\Delta G_{ad}$ kJ/mol
0.00075	-17.815	44189598.9	14.066	-43.6371	8857.3243	859.22	-22.5299

De acuerdo a los valores calculados en la tabla 4.6. (q) el proceso es espontaneo con un valor de energía libre de adsorción -43.63kJ/mol, coeficiente de adsorción de  $4.418 \times 10^7$  L/mol representando un proceso de



quimisorción. La afinidad entre el adsorbato y adsorbente es considerable llevado a la formación enlaces químicos.

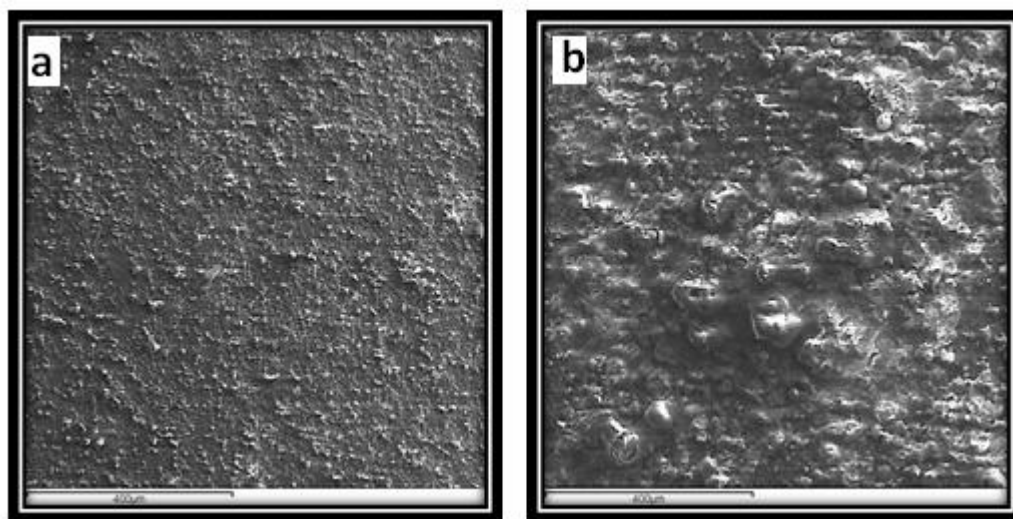
4.5. (q) Microscopia electrónica de barrido (base de Schiff 1).



**Figura 4.9.2** Microscopia electrónica de barrido muestras de acero al carbón 1018 corroído en 0.5 M de  $H_2SO_4$  sin remoción de productos de corrosión, a) sin inhibidor b) 1000ppm inhibidor

Las micrografías electrónicas de barrido obtenidas de la superficie del acero al carbón 1018 en presencia y ausencia del inhibidor base de Schiff 1

En la figura (**Sin inhibidor y sin remoción de productos de corrosión**) se puede observar que la superficie del acero se dañó fuertemente en la ausencia del inhibidor presentando corrosión uniforme e irregular. Sin embargo, la figura (b) **sin remoción de productos de corrosión con inhibidor de base de Schiff 1** muestra una capacidad inhibitoria apreciable de la corrosión en la superficie del acero, presentando corrosión uniforme y por picadura. Ciertas zonas de la superficie del acero absorben mejor el inhibidor (mejor interacción acero-inhibidor) y las zonas que no lo hacen presentan más productos de corrosión (corrosión por picadura).

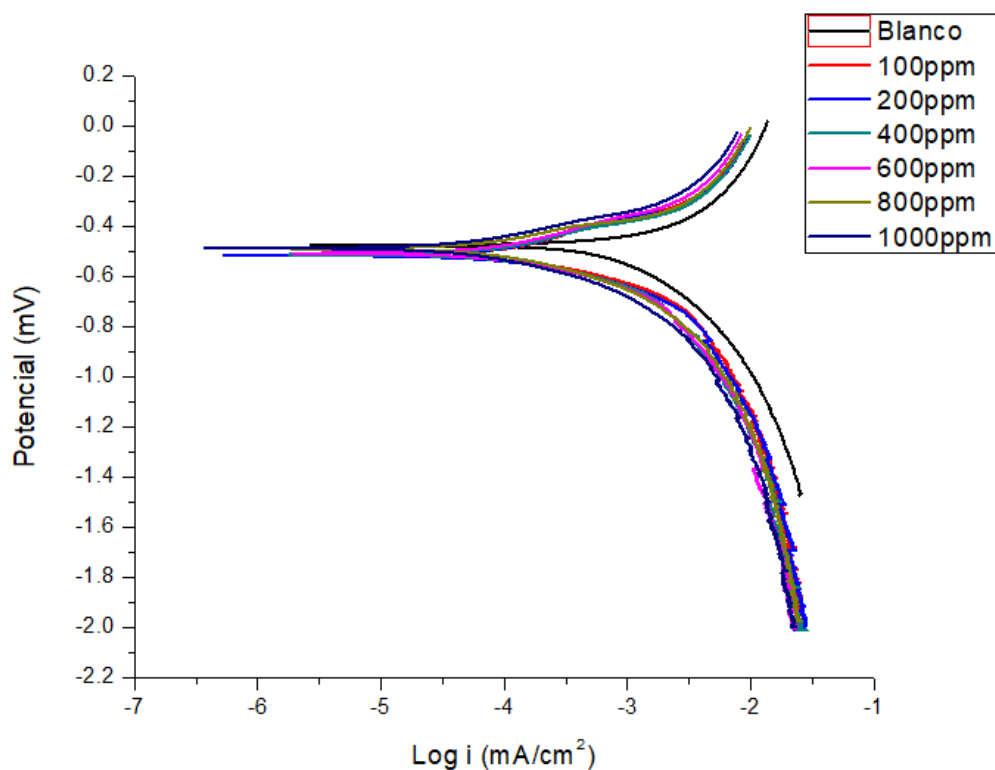


**Figura 4.9.3.** Microscopia electrónica de barrido muestras de acero al carbón 1018 corroído en 0.5 M de  $H_2SO_4$  con remoción de productos de corrosión, a) sin inhibidor b) 1000ppm.

En la figura **Sin inhibidor con remoción de productos de corrosión** se puede ver que la superficie del acero presenta corrosión uniforme y regular. Mientras que las imágenes **con remoción inhibidor base de Schiff 1** presenta una corrosión uniforme y por picadura. Debido a que en un inicio había una capa protectora absorbida en la superficie del acero, responsable de la inhibición de la corrosión, al hacer el lavado la superficie queda más expuesta, junto con las zonas donde no se creó la capa protectora, esto genera más productos de corrosión, más localizados, esto se conoce como corrosión por picadura.



#### 4.6. Curvas de polarización. Base de Schiff 2



**Figura 4.9.4. (a)** Curvas de polarización obtenidas para el acero 1018 expuesto a una solución 0.5 molar, con y sin Base de Schiff 2.

En la figura se observa que la densidad de corriente de corrosión ( $I_{corr}$ ) disminuye respecto al blanco al ir aumentando la concentración del inhibidor, las pendientes catódicas como anódicas se encuentran en los rangos establecidos tafel por lo tanto el inhibidor no modifica las pendientes, el potencial de corrosión tiene un desplazamiento a la zona activa, de acuerdo a los resultados mostrados en la Talaba 4.7 el inhibidor podría ser catódico afectando la reacción de reducción del sistema, la eficiencia es directamente proporcional a la concentración del inhibidor por lo tanto tomando como

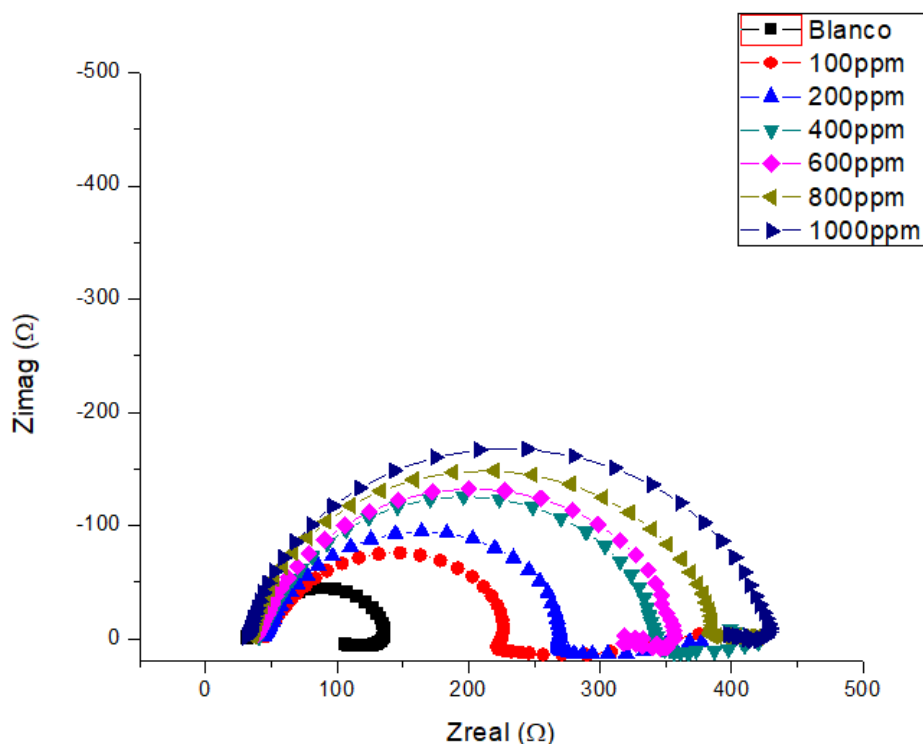


referencia los valores del potencial de corrosión podemos concluir que este inhibidor es de tipo catódico y control por transferencia de carga.

**Tabla 4.7.** Parámetros electroquímicos en curvas de polarización de acero 1018 en solución de  $H_2SO_4$  (0.5M) con y sin Base de Schiff 2.

Concentración de Inhibidor(ppm)	$E_{corr}$ (V)	$I_{corr}$ ( $A/cm^2$ )	$\beta_a$ (V/dec)	$\beta_c$ (V/dec)	E.I. %
0	-0.47	$1.5 \times 10^{-4}$	0.031	-0.075	
100	-0.51	$1.0 \times 10^{-4}$	0.166	-0.100	33
200	-0.51	$7.2 \times 10^{-5}$	0.108	-0.100	52
400	-0.51	$7.4 \times 10^{-5}$	0.135	-0.100	50
600	-0.50	$5.1 \times 10^{-5}$	0.100	-0.083	66
800	-0.48	$4.7 \times 10^{-5}$	0.088	-0.090	68
1000	-0.48	$3.0 \times 10^{-5}$	0.097	-0.108	80

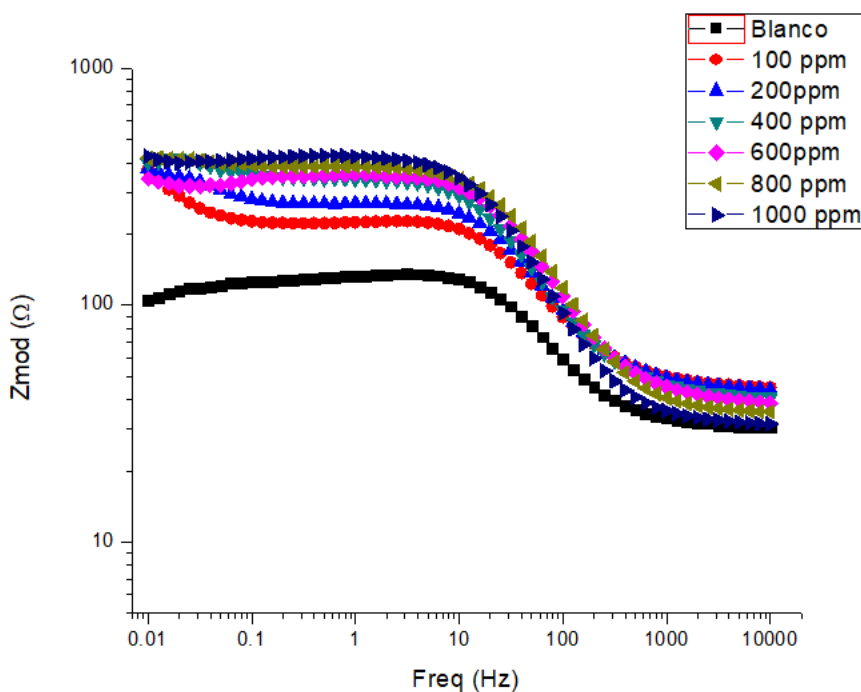
#### 4.6. (a) Espectroscopia de impedancia electroquímica (Base de Schiff 2)



**Figura 4.9.4. (b)** Diagramas de Nyquist obtenidas para el acero al carbón 1018 expuesto a una solución de  $H_2SO_4$ .

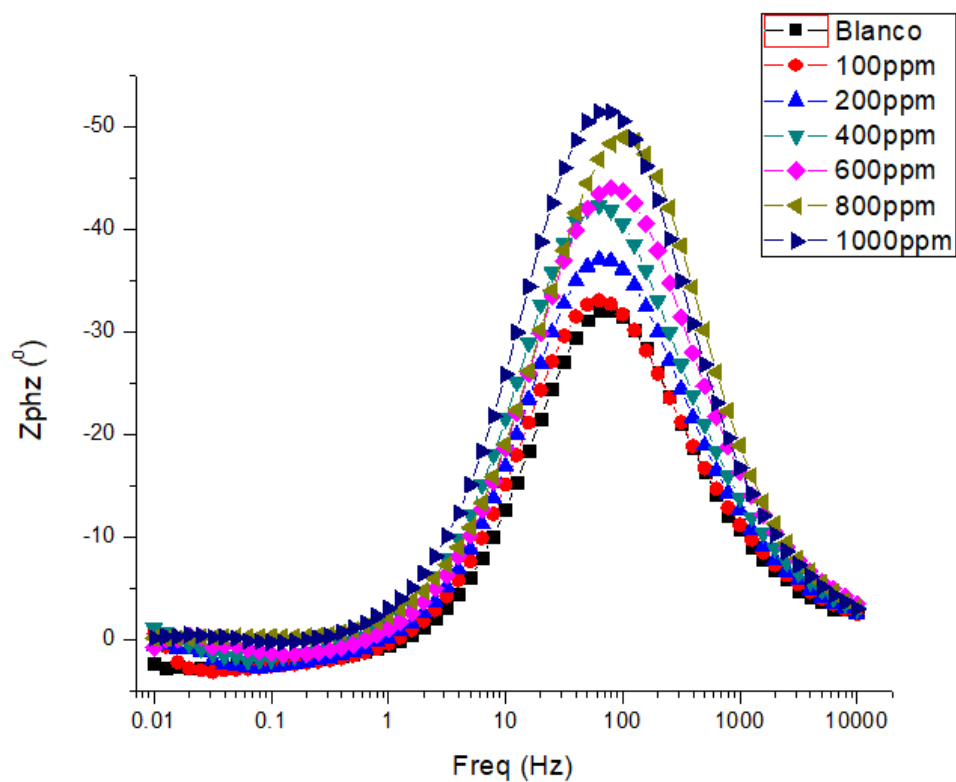


En el diagrama de Nyquist se observa un aumento en  $Z_{real}$  y  $Z_{imaginaria}$ , en 100ppm la gráfica muestra un comportamiento a frecuencias bajas donde la impedancia sigue aumentando lo que significa que el metal sigue protegiéndose debido a la formación de productos de corrosión al metal esto se ve reflejado hasta 375ohms, al agregar 200ppm se observa un mismo comportamiento, en 400 ppm se observa un pequeño efecto inductivo, en 600ppm este efecto inductivo incrementa y por último en 800ppm y 1000ppm el efecto inductivo disminuye. [92, 93,94,95,104]



**Figura 4.9.4. (c)** Diagramas de Bode modulo obtenidas para el acero 1018 expuesto a una solución de  $H_2SO_4$  con inhibidor y sin inhibidor.

Podemos analizar de acuerdo a esta grafica que las constantes de tiempo son mayores respecto al blanco, la mayor constante de tiempo es en 1000ppm.



**Figura 4.9.4. (d)** Diagramas de Bode (ángulo de fase) obtenidas para el acero 1018 expuesto a una solución de  $H_2SO_4$  con y sin inhibidor.

Los ángulos de fase tienen una variación mínima en cuanto al desplazamiento a frecuencias, se mantienen en un rango de 755-100Hz.



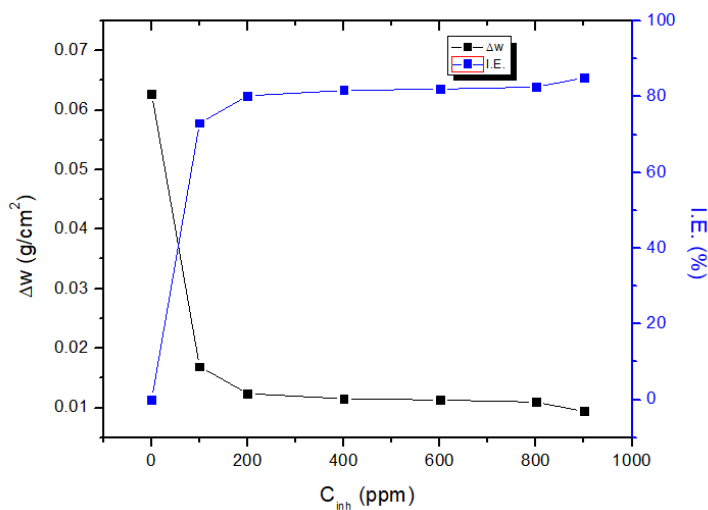
**Tabla 4.7. (a)** Parámetros electroquímicos presentados por la prueba de IES para acero al carbón 1018 en una solución 0.5M de ácido sulfúrico con inhibidor y sin inhibidor.

Concentración de inhibidor(ppm)	R <sub>SOL</sub> (ohm/cm <sup>2</sup> )	R <sub>TC</sub> (ohm/cm <sup>2</sup> )	Capacitancia (F/cm <sup>2</sup> )	R <sub>p</sub> (ohm/cm <sup>2</sup> )	R <sub>L</sub> (ohm/cm <sup>2</sup> )	L (H/cm <sup>2</sup> )	n	%
0	30	135	3.80x10 <sup>-5</sup>	75	168	95	0.86	
100	45	226	6.56x10 <sup>-5</sup>	330			0.84	45
200	44	269	5.37x10 <sup>-5</sup>	333			0.85	49
400	40	420	5.80x10 <sup>-5</sup>	359	2471	195	0.83	67
600	38	356	3.48x10 <sup>-5</sup>	304	2081	1294	0.88	62
800	35	385	3.04x10 <sup>-5</sup>	384	147840	9289	0.88	64
1000	31	428	3x10 <sup>-5</sup>	395	5123	2253	0.90	68

De acuerdo a los datos mostrados en la tabla 4.7. la resistencia a la transferencia de carga aumenta con la adición del inhibidor de forma constante hasta 400ppm, en 600ppm disminuye la resistencia a la transferencia de carga, volviendo aumentar en 800ppm y alcanzando su eficiencia máxima en 1000ppm eso es resultado del efecto inductivo el cual se genera a partir de 400ppm al ir agregando el inhibidor, la capacitancia aumenta a partir de 100ppm-400ppm y vuelve a disminuir en 600ppm-1000ppm a la par que el efecto inductivo, este sistema está controlado por la adsorción y desorción de especies.

#### 4.6. (b) Análisis gravimétrico. Base de Schiff 2





**Figura 4.9.4 (e)** Efecto de la concentración de la Base de Schiff 2 en la pérdida de peso y eficiencia del inhibidor

Se observa un cambio abrupto al agregar 100ppm disminuye la perdida peso y aumenta la eficiencia, de 200ppm-800ppm se mantiene constante y en 1000ppm se observa un pequeño aumento en eficiencia y por lo tanto en perdida de peso.

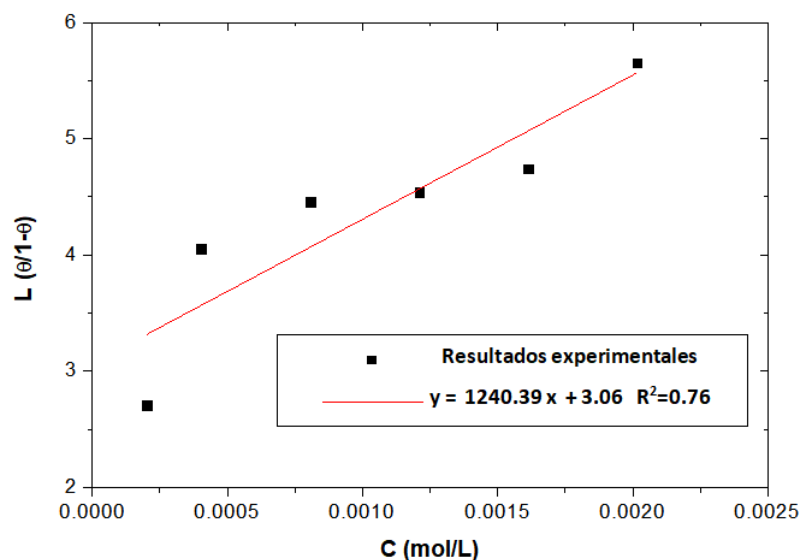
Concentración del inhibidor, C [ppm]	Altura de la muestra, h [cm]	Área de la muestra, A [cm <sup>2</sup> ]	Peso inicial, M0 [g]	Peso final, MF [g]	Velocidad de corrosión, V [g/cm <sup>2</sup> ]	Eficiencia de inhibición, E [%]
0	1.98	4.47284254	4.5742	4.29365	0.06272298	0
100	1.96	4.42666113	4.54263333	4.46776667	0.01691267	73.0359231
200	1.96	4.43985582	4.5276	4.47248667	0.01241332	80.2093003



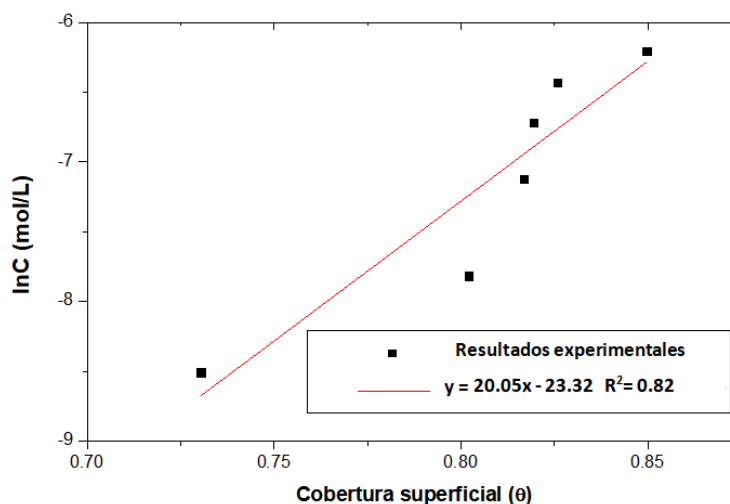
400	2.91	4.42006378	4.6047	4.5539	0.01149305	81.6764966
600	2.91	4.48603723	4.6047	4.5539	0.01132403	81.9459693
800	2.97	4.48603723	4.56526667	4.51626667	0.01092278	82.5856791
1000	1.99	4.49263457	4.60186667	4.5595	0.00943025	84.9652387

**Tabla 4.7. (b)** Velocidad de corrosión y eficiencia de inhibición obtenidos de las mediciones de gravimetría para el acero 1018 expuesto a una solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, con y sin inhibidor.

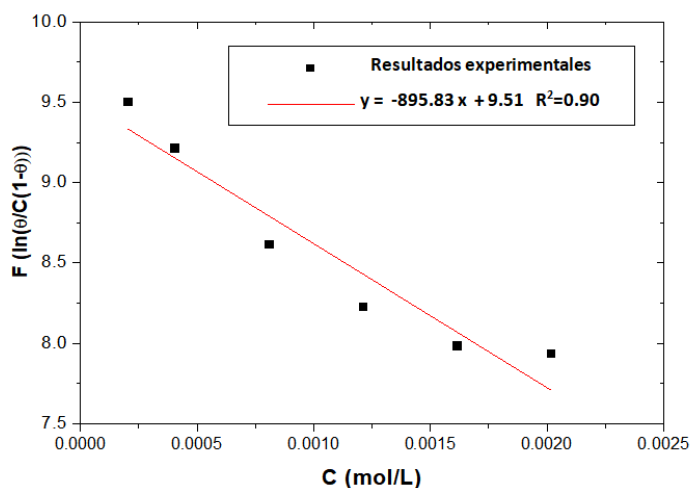
#### 4.6. (c) Isotermas de adsorción.



**Figura 4.9.4. (f)** Resultados experimentales de la isoterma de adsorción de Langmuir para el inhibidor base de Schiff 2 a diferentes concentraciones en una solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en el acero 1018.



**Figura 4.9.4. (g)** Resultados experimentales de la isoterma de adsorción de Temkin para el inhibidor base de Schiff 2 a diferentes concentraciones en una solución de  $H_2SO_4$  en el acero 1018.



**Figura 4.9.4. (h)** Resultados experimentales de la isoterma de adsorción de Frumkin para el inhibidor base de Schiff 2 a diferentes concentraciones en una solución de  $H_2SO_4$  en el acero 1018.

De acuerdo a los datos de las isotermas, el grafico que más se ajusto fue la isoterma de Frumkin con un coeficiente de correlación 0.90, los valores obtenidos se muestran en la siguiente tabla 7, donde se puede observar que el proceso es espontaneo y pertenece a una fisisorción con un coeficiente de

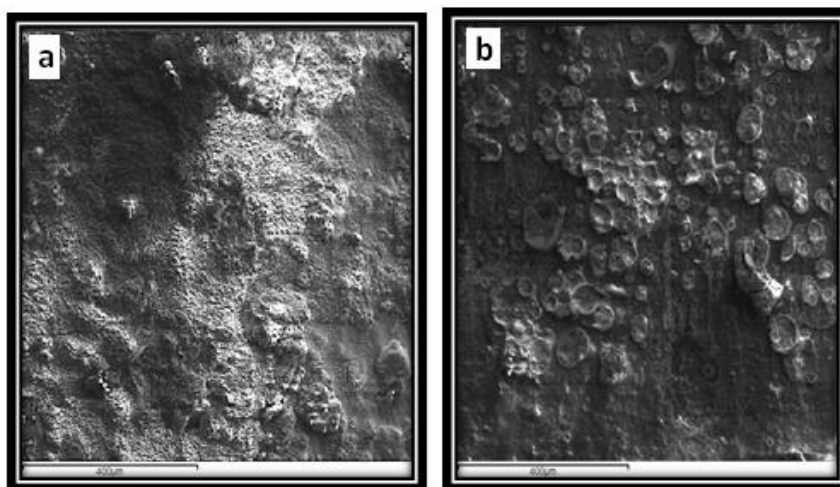


adsorción de 13493 L/mol este valor es mayor en comparación a las anteriores fisorciones mostradas, lo cual puede estar atribuida a una adsorción por intercambio, mediante el cual los iones de una sustancia se concentran en la superficie del metal por atracción electrostática en los lugares cargados de la superficie.

**Tabla 4.7. (c)** Parámetros de adsorción y energía libre de adsorción de Gibbs obtenidas de las ecuaciones lineales de las isothermas para el acero 1018 expuesto a una solución con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

Langmuir		Temkin			Frumkin		
Kad L/mol	$\Delta G_{ad}$ kJ/mol	Kad L/mol	f adim.	$\Delta G_{ad}$ kJ/mol	Kad L/mol	f adim.	$\Delta G_{ad}$ kJ/mol
0.0008062	17.657	1.34E+10	20.05	-57.806	13493.9943	895.83	-23.5735

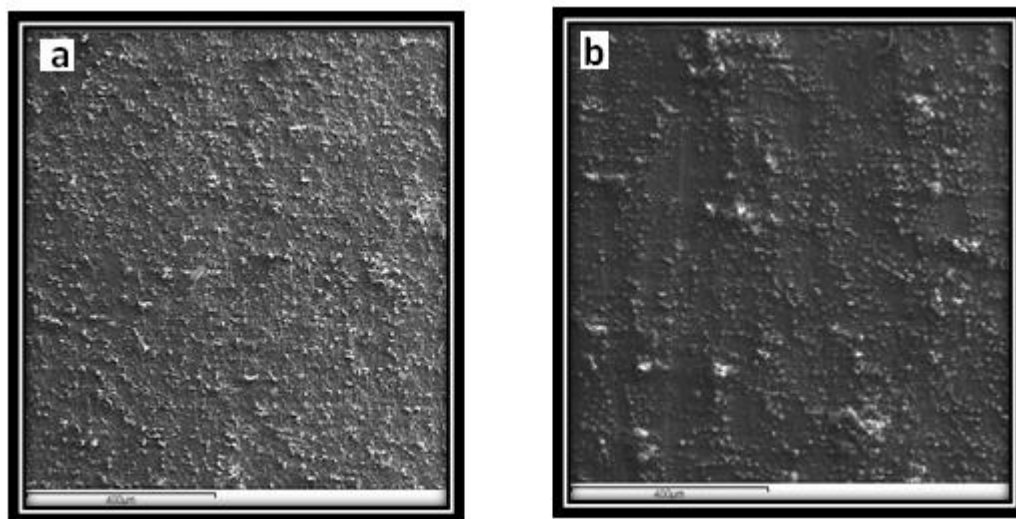
#### 4.6. (d) Microscopia electrónica de barrido (base de Schiff 2).



**Figura 4.9.5.** Microscopia electrónica de barrido muestras de acero al carbón 1018 corroído en 0.5 M de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> sin remoción de productos de corrosión, a) sin inhibidor b) 1000ppm inhibidor



Se puede ver claramente en la figura (a) (**Sin inhibidor y sin remoción de productos de corrosión**) que la superficie del acero se dañó fuertemente en ausencia de inhibidor debido a la disolución del metal en una solución agresiva. Se ve una corrosión uniforme e irregular. Sin embargo, en la figura (b) **sin remoción de productos de corrosión base de Schiff 2** las moléculas inhibitoras absorbidas sobre sitios activos de la superficie del acero limita la corrosión, pero al igual fue observada corrosión por cavitación (corrosión por picadura) muy marcada. Esta es producida por la formación y colapso de burbujas en la superficie del acero (en contacto con un líquido). Además, se puede ver que se generó una serie de picaduras en forma de panal.

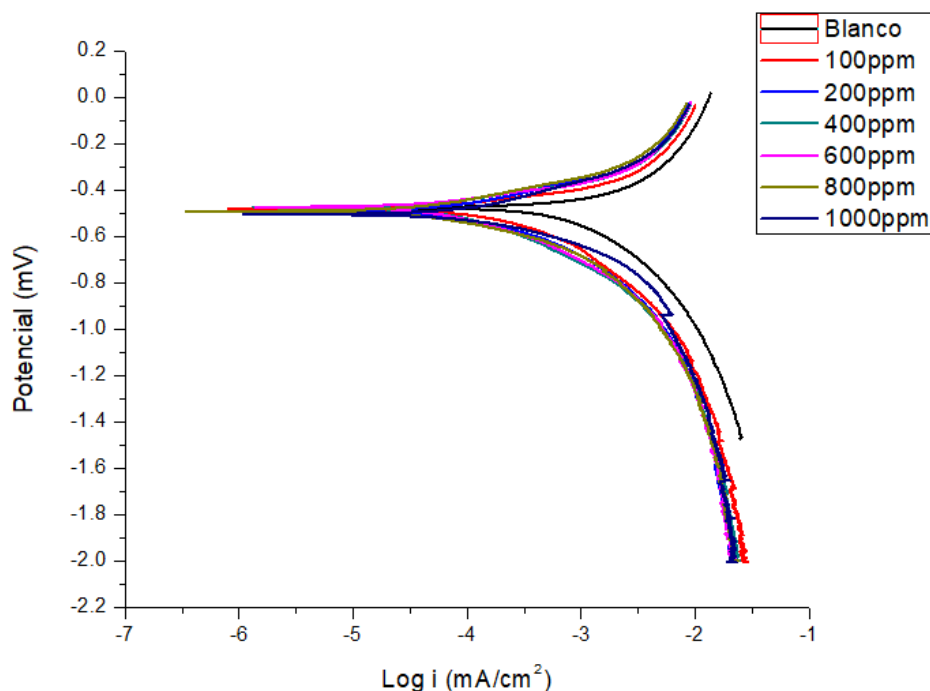


**Figura 4.9.6.** Microscopia electrónica de barrido muestras de acero al carbón 1018 corroído en 0.5 M de  $H_2SO_4$  con remoción de productos de corrosión, a) sin inhibidor b) 1000ppm



En la figura (a) **Sin inhibidor con remoción de productos de corrosión** se puede ver que la superficie del acero presenta corrosión uniforme y regular. Mientras que la imagen (b) **con remoción base de Schiff 2** presenta de la misma manera una corrosión uniforme, pero de menor grado de productos de corrosión. A pesar de que se le hizo lavado a esta muestra, el daño en la superficie ha disminuido en presencia de inhibidores. Debido a que hay una buena película protectora absorbida en la superficie del acero la cual es responsable de la inhibición de la corrosión.

#### 4.6. (e) Curvas de polarización base de Schiff 3.



**Figura 4.9.6 (a)** Curvas de polarización obtenidas para el acero 1018 expuesto a una solución 0.5 molar, con y sin Base de Schiff 3.

En los resultados obtenidos para el inhibidor base de Schiff 3 se observa disminución en la densidad de corriente de corrosión al incrementar la concentración del inhibidor, las pendientes anódicas como catódicas se encuentran en los rangos tafel representando procesos controlados por transferencia de carga de acuerdo a lo analizado en la tabla 4.7(d) de acuerdo al potencial de corrosión para 200ppm,800ppm y 1000ppm existe un incremento en el agente reductor característica de un inhibidor catódico, para las demás concentraciones los potenciales de corrosión se mantienen invariables, la eficiencia aumenta con la concentración del inhibidor.

**Tabla 4.7 (d)** Parámetros electroquímicos en curvas de polarización de acero 1018 en solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (0.5M) con y sin Base de Schiff 3

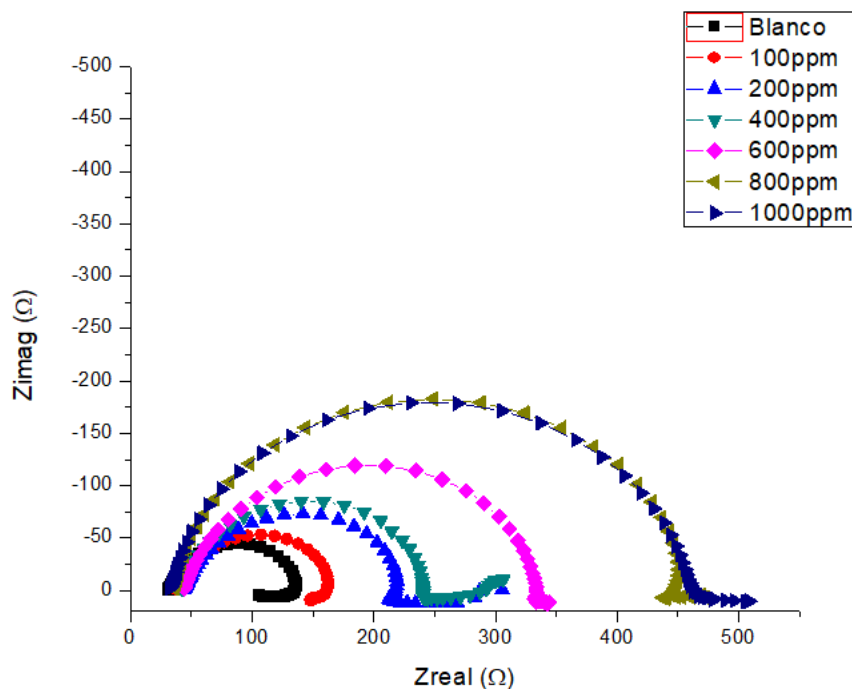
Concentración de Inhibidor(ppm)	E <sub>corr</sub> (V)	I <sub>corr</sub> (A/cm <sup>2</sup> )	β <sub>a</sub> (V/dec)	β <sub>c</sub> (V/dec)	E.I. %
---------------------------------	-----------------------	--	------------------------	------------------------	--------

CIICAP



0	-0.47	1.0x10 <sup>-4</sup>	0.031	-0.075	
100	-0.47	6.9x10 <sup>-5</sup>	0.086	-0.138	54
200	-0.48	5.6x10 <sup>-5</sup>	0.113	-0.107	62
400	-0.47	4.6x10 <sup>-5</sup>	0.083	-0.107	69
600	-0.47	3.4x10 <sup>-5</sup>	0.066	-0.119	77
800	-0.48	3.0x10 <sup>-5</sup>	0.084	-0.111	80
1000	-0.50	2.7x10 <sup>-5</sup>	0.089	-0.075	82

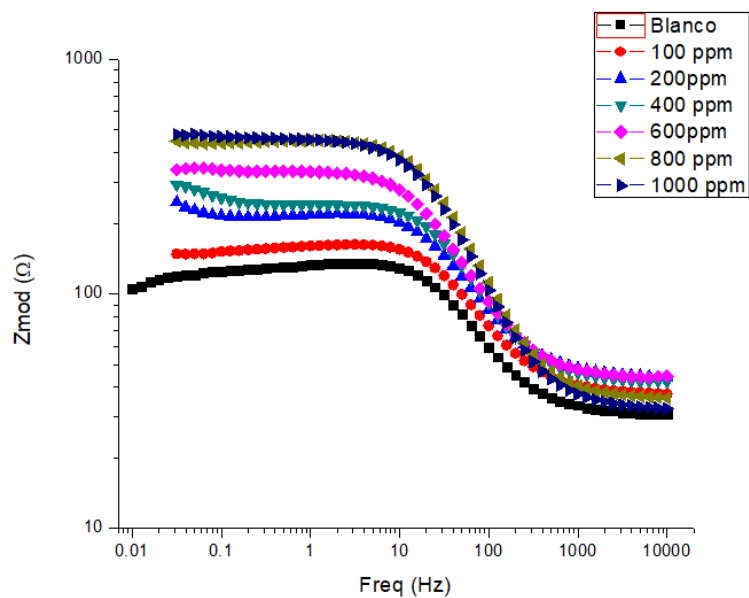
#### 4.6. (f) Impedancia electroquímica base de Schiff 3



**Figura 4.9.6. (b)** Diagramas de Nyquist obtenidas para el acero al carbón 1018 expuesto a una solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> con y sin Base de Schiff 3.

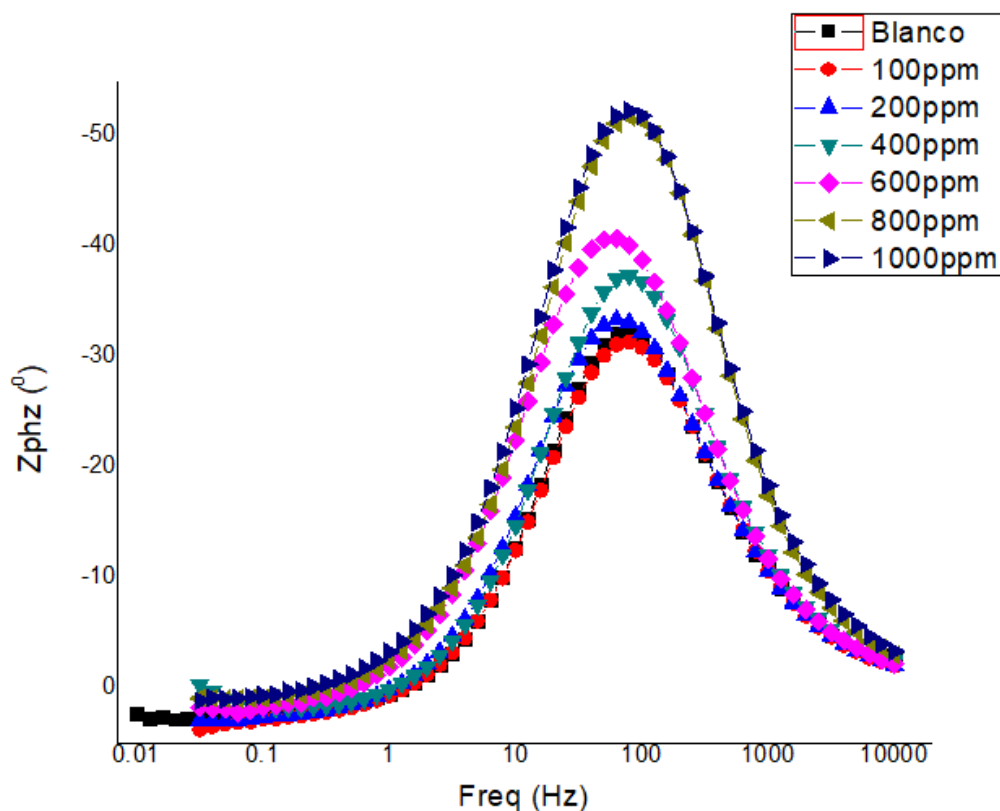
En el diagrama de Nyquist se observa un incremento tanto en la reactancia capacitiva como en la resistencia, esto es proporcional al aumento en la concentración del inhibidor, se observan mínimos efectos inductivos que disminuyen al aumentar la concentración del inhibidor.





**Figura 4.9.6. (c)** Diagrama de Bode modulo obtenidas para el acero 1018 expuesto a una solución de  $H_2SO_4$  con inhibidor y sin inhibidor.

Se observan constantes de tiempo que incrementan en su máximo al añadir 800ppm y 1000ppm inhibidor



**Figura 4.9.6. (d)** Diagramas de Bode (ángulo de fase) obtenidas para el acero 1018 expuesto a una solución de  $H_2SO_4$  con y sin inhibidor.

En la figura 4.9.6. (d) se observa un incremento del ángulo de fase al añadir inhibidor, estos ángulos de fase se originan en un rango de 65- 85 Hz no hay un cambio significativo en el desplazamiento de frecuencias. [96, 97, 98,99]

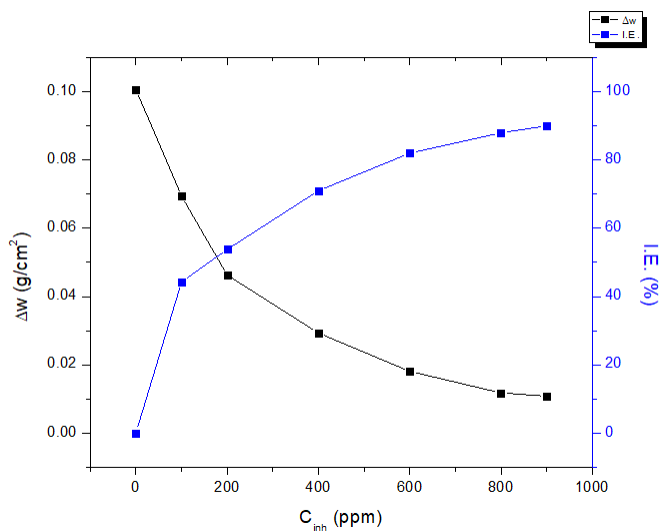
. De acuerdo a los parámetros mostrados en la Tabla 4.7. (e) los valores de la resistencia a la transferencia de carga aumentan con la concentración de inhibidor, los valores de la resistencia a la inductancia aumentan con la concentración del inhibidor lo que significa que disminuye este efecto con la adición del inhibidor , en 1000ppm el efecto inductivo es nulo los valores de n se mantienen en valores mayores a 0.80, la capacitancia disminuye su valor en referencia al blanco excepto en 600ppm,. [105,106]



**Tabla 4.7. (e)** Parámetros electroquímicos presentados por la prueba de IES para acero al carbón 1018 en una solución 0.5M de ácido sulfúrico con inhibidor y sin inhibidor.

Concentración de inhibidor(ppm)	R <sub>SOL</sub> (ohm/cm <sup>2</sup> )	R <sub>TC</sub> (ohm/cm <sup>2</sup> )	Capacitancia (F/cm <sup>2</sup> )	R <sub>p</sub> (ohm/cm <sup>2</sup> )	R <sub>L</sub> (ohm/cm <sup>2</sup> )	L (H/cm <sup>2</sup> )	n	%
0	30	135	3.80x10 <sup>-5</sup>	75	168	95	0.86	
100	37	162	3.77x10 <sup>-5</sup>	109	333	16	0.86	16
200	44	219	3.38x10 <sup>-5</sup>	261	-1360	300	0.83	38
400	42	241	3.20x10 <sup>-5</sup>	264	-2767	765	0.84	43
600	44	333	4.06x10 <sup>-5</sup>	289	2187	961	0.86	59
800	36	450	2.85x10 <sup>-5</sup>	436	14014	3289	0.91	70
1000	32	508	3.11x10 <sup>-5</sup>	476			0.88	73

#### 4.6. (g) Análisis gravimétrico. Base de Schiff 3



**Figura 4.9.6. (e)** Efecto de la concentración de la Base de Schiff 3 en la pérdida de peso y eficiencia del inhibidor

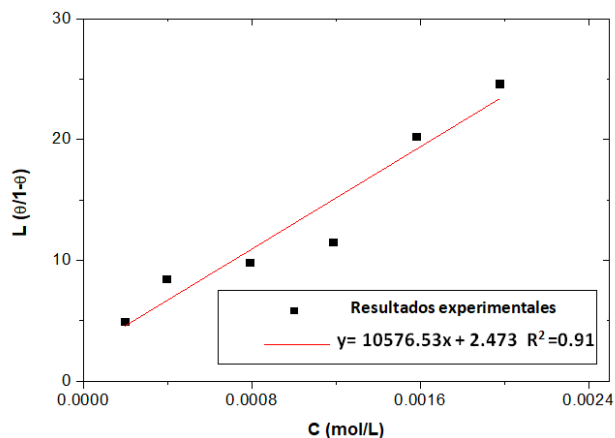


De acuerdo al test gravimétrico se observa un cambio grade al agregar 100ppm disminuyendo la pérdida de peso y aumentando la eficiencia, en 200ppm el cambio es mínimo, aumenta de forma constante de 400ppm-800ppm y en 1000ppm la eficiencia y pérdida de peso es mínima en comparación a 800ppm.

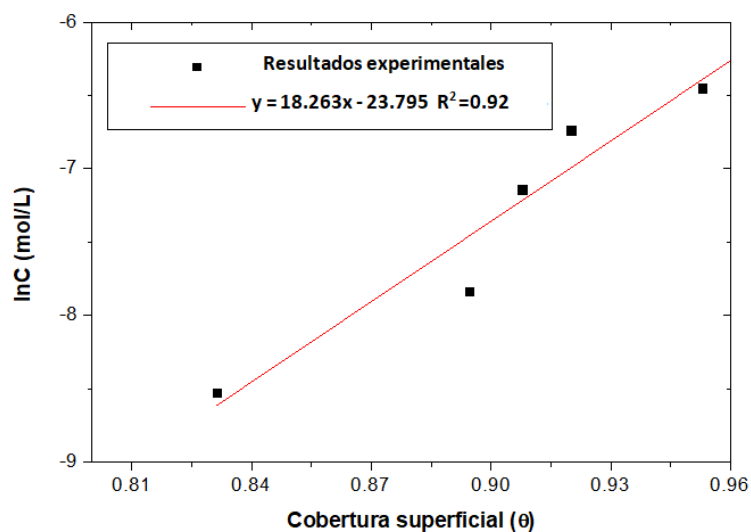
**Tabla 4.7. (f)** Velocidad de corrosión y eficiencia de inhibición obtenidos de las mediciones de gravimetría para el acero 1018 expuesto a una solución de pH2, con y sin inhibidor.

Concentración del inhibidor, C [ppm]	Altura de la muestra, h [cm]	Área de la muestra, A [cm <sup>2</sup> ]	Peso inicial, M0 [g]	Peso final, MF [g]	Velocidad de corrosión, V [g/cm <sup>2</sup> ]	Eficiencia de inhibición, E [%]
0	1.98	4.47943989	4.5742	4.1231	0.10070455	0
100	1.98	4.47614121	4.60186667	4.5258	0.0169938	83.125089
200	2	4.50582926	4.6047	4.55683333	0.01062328	89.4510474
400	1.98	4.47284254	4.5276	4.48606667	0.00928567	90.7792964
600	1.98	4.47943989	4.54263333	4.50656667	0.0080516	92.0047292
800	1.98	4.48603723	4.56526667	4.544	0.00474064	95.2925314
1000	2	4.50582926	4.6047	4.587	0.00392824	96.0992383

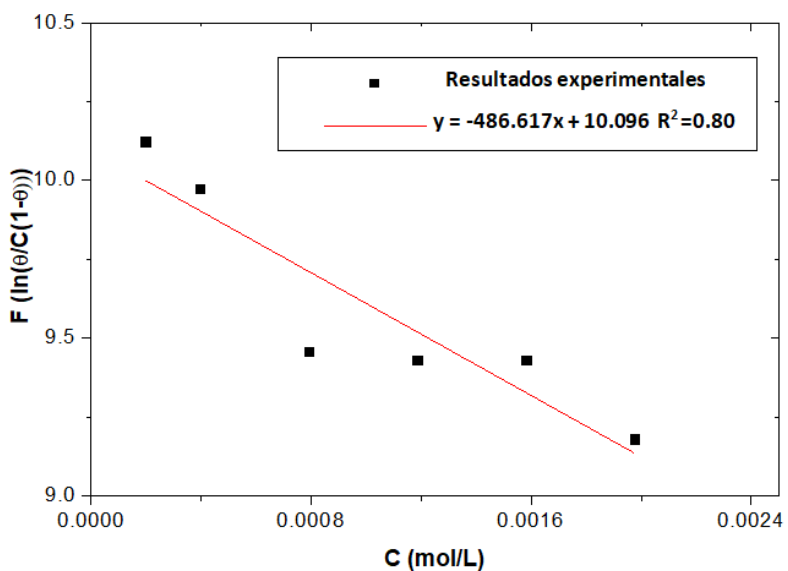
#### 4.6. (h) Isotermas de adsorción. Base de Schiff 3



**Figura 4.9.6. (f)** Resultados experimentales de la isoterma de adsorción de Langmuir para el inhibidor base de Schiff 3 a diferentes concentraciones en una solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en el acero 1018.



**Figura 4.9.6. (g)** Resultados experimentales de la isoterma de adsorción de Temkin para el inhibidor base de Schiff 3 a diferentes concentraciones en una solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en el acero 1018.



**Figura 4.9.6. (h)** Resultados experimentales de la isoterma de adsorción de Frumkin para el inhibidor base de Schiff 3 a diferentes concentraciones en una solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> en el acero 1018



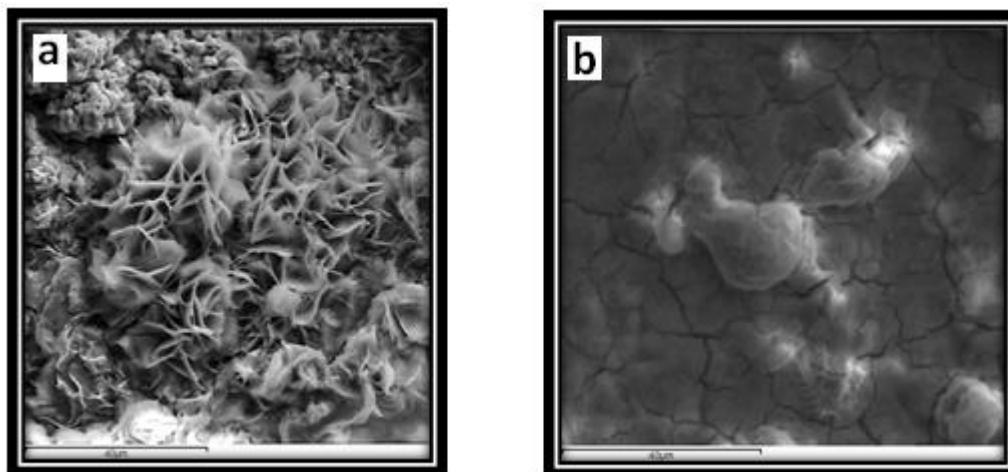
Los datos pueden ajustarse bien a la isoterma de adsorción de Temkin, obteniendo un coeficiente de correlación de  $R^2 \sim 0.92$ . Los valores calculados son reportados en la siguiente tabla.

**Tabla 4.7. (g)** Parámetros de adsorción y energía libre de adsorción de Gibbs obtenidas de las ecuaciones lineales de las isothermas para el acero 1018 expuesto a una solución con H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Langmuir		Temkin			Frumkin		
Kad L/mol	$\Delta G_{ad}$ kJ/mol	Kad L/mol	f adim.	$\Delta G_{ad}$ kJ/mol	Kad L/mol	f adim.	$\Delta G_{ad}$ kJ/mol
9.45E-05	22.969	2.16E+10	18263	-58.983	24245.8319	486.617	-25.026

De acuerdo a los en la tabla 4.7. (g) el procesos es espontaneo resultando una quimisorcion con una constate de adsorción  $2.15 \times 10^{10}$  L/mol indicando la formación de enlaces químicos en sitios específicos de la superficie del metal.

#### 4.6. (i) Microscopia electrónica de barrido (base de Schiff 3).

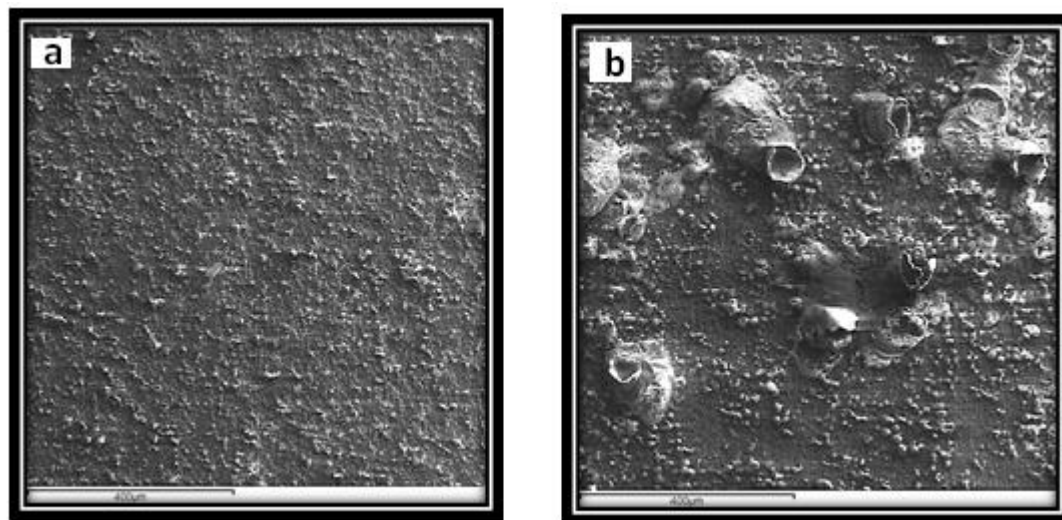


**Figura 4.9.7** Microscopia electrónica de barrido muestras de acero al carbón 1018 corroído en 0.5 M de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> sin remoción de productos de corrosión, a) sin inhibidor b) 1000ppm inhibidor.



Las micrográficas electrónicas de barrido obtenidas de la superficie del acero al carbón 1018 en presencia y ausencia del inhibidor base de Schiff 3

En la figura (a) (**Sin inhibidor y sin remoción de productos de corrosión**) se puede ver que la superficie del acero está muy fuertemente dañada en la ausencia de inhibidor (corrosión uniforme e irregular). Además, presenta cristales que son parecidos a listones, alargados y estriados, que son la forma comúnmente reportada para los óxidos de hierro como lepidocrocita. En presencia del inhibidor base de Schiff 3 se puede ver que la velocidad de corrosión se suprime, y hay menos producto de corrosión en la superficie del acero. Es posible que, en presencia del inhibidor, este interactúe sobre la superficie del acero, inhibiendo la corrosión (Ver figura (b) **sin remoción de productos de corrosión inhibidor base de Schiff 3**). Además, esta imagen no solo muestra claramente que la presencia del inhibidor conduce a la formación de menor cantidad de productos de corrosión, sino también, la superficie del acero presenta grietas irregulares (probablemente debido al secado de los productos de corrosión).



**Figura4.9.8.** Microscopia electrónica de barrido muestras de acero al carbón 1018 corroído en 0.5 M de  $H_2SO_4$  con remoción de productos de corrosión, a) sin inhibidor b) 1000ppm



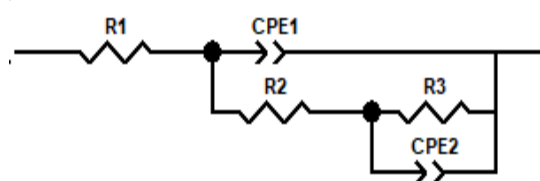
En la figura (a) **Sin inhibidor con remoción de productos de corrosión** se puede ver una superficie rugosa y homogénea de productos de corrosión con una estructura granular, es decir, la superficie del acero presenta corrosión uniforme y regular. Mientras que en la imagen **con remoción e inhibidor** presenta de manera más marcada una corrosión por picadura. Debido a que existen grietas sobre la superficie del acero y después de hacer el lavado, la corrosión penetra más fácilmente por ese lugar generando más productos de corrosión y más localizados.

#### 4.7. Análisis de Espectroscopia de Impedancia Electroquímica por medio de circuitos simples.

Se analizan los principales datos de impedancia electroquímica usando circuitos eléctricos equivalentes a partir de los diagramas de Nyquist y utilizando el programa Zview.

##### 4.7 (a) Inhibidor cúrcuma

Para el inhibidor cúrcuma donde se observa semicírculos RTC, el circuito que se ajusta al semicírculo al tener una concentración de 100 ppm es el siguiente:



Dónde:

$R_1$  = Resistencia a la solución.

$CPE_1$  = Capacitancia de la doble capa electroquímica.

$R_2$  = Resistencia a la transferencia de carga.

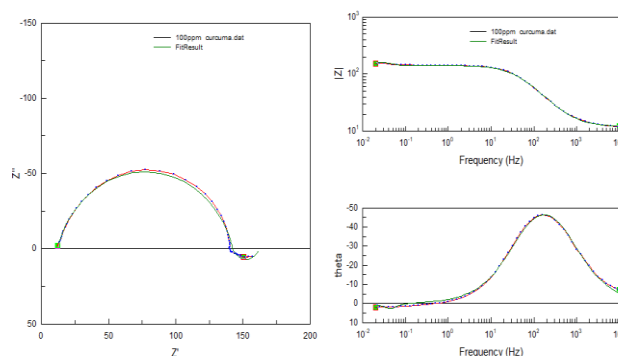
**Figura 4.9.8. (a)** Circuito simple RTC representando el espectro de impedancias a 100ppm.

Llega la corriente a las placas del condensador  $CPE_2$  el cual representa la capacitancia de la doble capa electroquímica la cual establece la región que incluye la interfaz electrodo solución se genera una distribución de cargas de forma espontánea, esta corriente se distribuye a través



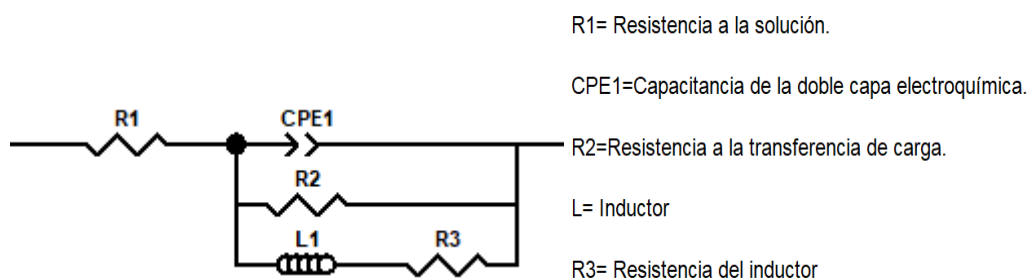


de todo el circuito se bifurca pasa por el capacitor CPE2 el cual tiene asociado una resistencia en paralelo R3 la cual representa la resistencia de la interfaz electrodo-solución además todo esto está conectado a una resistencia en serie la cual representa la resistencia en la interfase metal inhibidor en el cual tiene lugar los procesos de corrosión, esta resistencia R2 mientras más grande sea incrementara la impedancia del sistema, después la corriente pasa al capacitor CPE1( el cual representa la capacitancia de la película debido al inhibidor o los productos de corrosión generados) el cual acumula menos carga que el CPE2 hay más paso de corriente debido que solo dependerá el tamaño de su resistencia interna el cual parece ser pequeño de acuerdo al diagrama de Nyquist en donde no son observados dos semicírculos, ni el diagrama de bode no son perceptibles dos constantes de tiempo. Y finalmente la impedancia es la suma de las resistencias  $R_2$  y  $R_3$



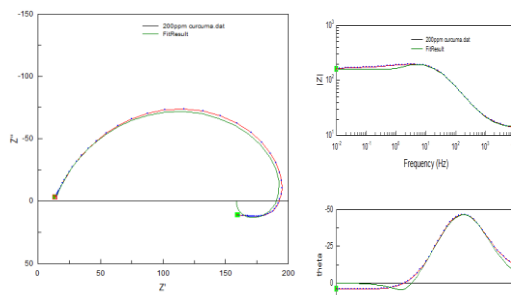
**Figura 4.9.8. (b)** Espectros de Impedancia ajustados a circuitos simples 100ppm.

Se analiza la concentración de 200 ppm donde el proceso inductivo disminuye la  $R_2$ . El circuito que mejor se ajusta a los espectros de impedancia es el siguiente



**Figura 4.9.8. (c)** Circuito simple representando el espectro de impedancias a 200ppm.

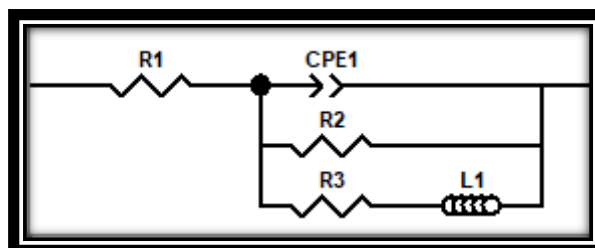
La corriente pasa a través del capacitor CPE1 la cantidad de corriente que fluye a través de este capacitor solo dependerá de su resistencia interna y este se ve reflejado en el diagrama de Bode si la pendiente es grande significa que el capacitor tarda más tiempo en descargarse. Después observamos una resistencia en paralelo R2 la cual representa la resistencia en la interfaz electrodo solución mientras más grande sea R2 menos corriente dejará pasar a través del circuito, después aparece un inductor el cual representa la adsorción-desorción del inhibidor en la interfase metal-inhibidor a diferencia del primer caso donde se observa un capacitor en lugar de un inductor, el inductor indica un proceso inverso este se genera debido a un cambio abrupto en la corriente lo que hace el inductor es retrasar la corriente ya que almacena energía eléctrica en forma de un campo magnético, y eso sucede cuando la corriente aumenta y la devuelve cuando esta disminuye la magnitud de la inductancia dependerá del tamaño de la resistencia R3 mientras más grande sea más se opone a los cambios bruscos de corriente.





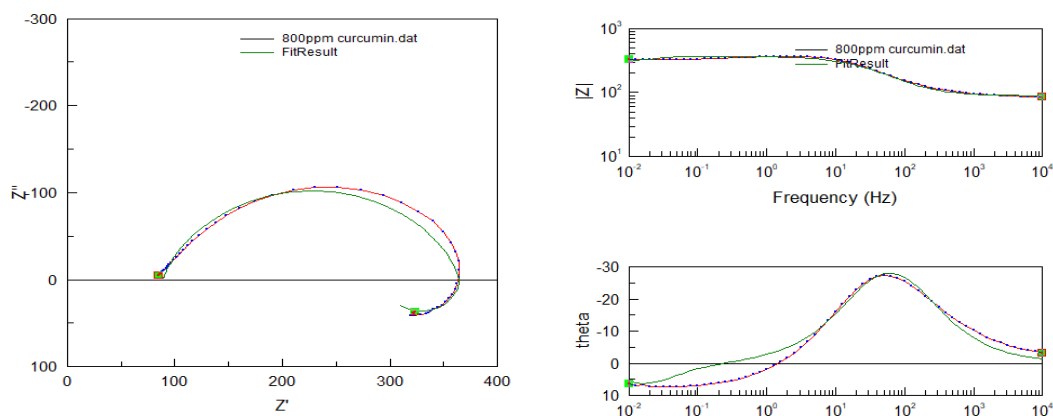
**Figura 4.9.8. (d)** Espectros de Impedancia ajustados a circuitos simples en paralelo con un inductor.

**4.7. (b) Inhibidor curcumina.**

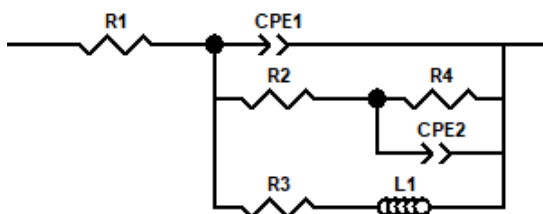


**Figura 4.9.8. (e)** Circuito simple representando el espectro de impedancias a 800ppm.

Se observa un circuito simple en paralelo con la inductancia, donde se observa una resistencia en serie asociada a la inductancia la cual magnifica su valor. [100,101]

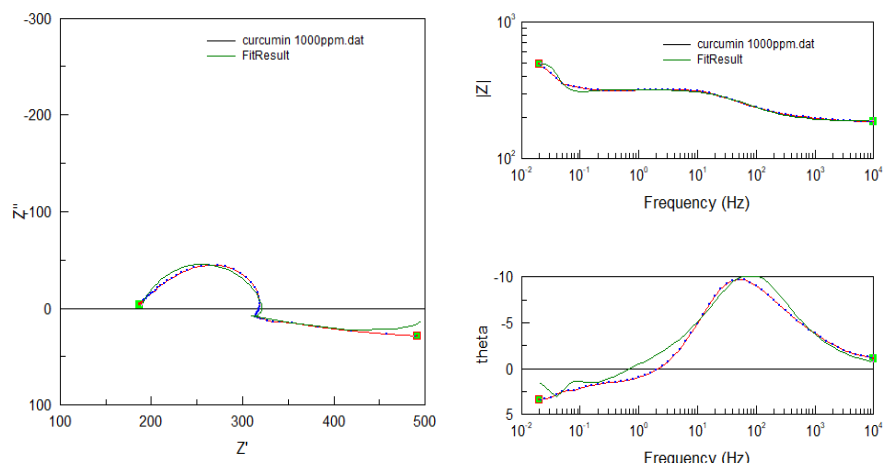


**Figura 4.9.8. (f)** Espectros de Impedancia ajustados a circuitos simples en paralelo con un inductor.



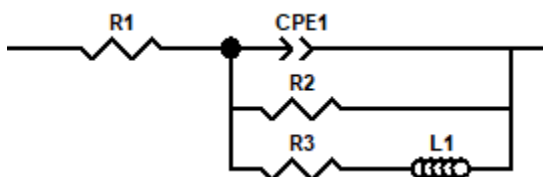


**Figura 4.9.8. (g)** Circuito representando el espectro de impedancias a 1000ppm.

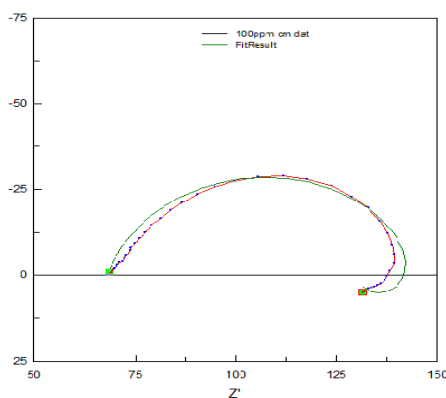


**Figura 4.9.8. (h)** Espectros de Impedancia ajustados a circuitos en paralelo con la inductancia.

**4.7. (c) Inhibidor complejo metálico.**

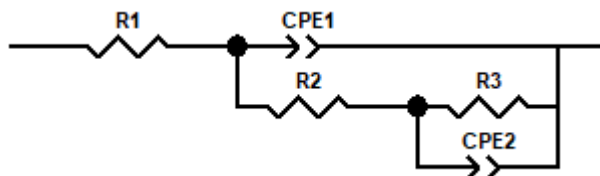


**Figura 4.9.8.(i)** Circuito representando el espectro de impedancias a 100ppm.

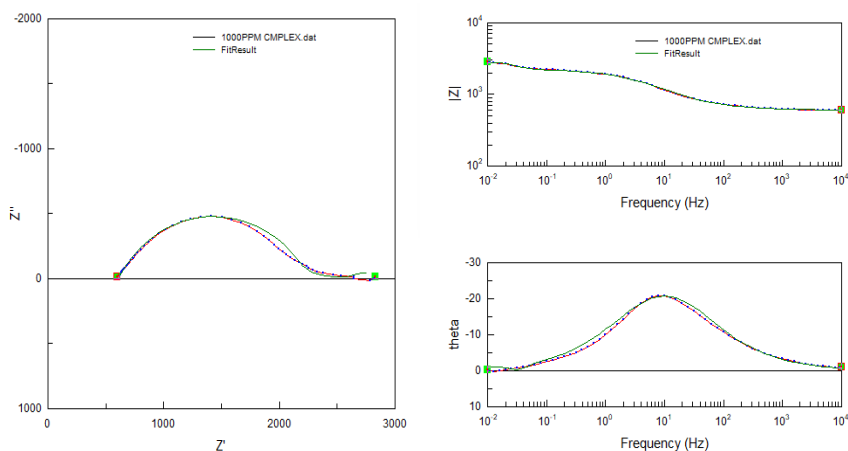




**Figura 4.9.8. (j)** Espectros de Impedancia ajustados a circuitos simples en paralelo con la inductancia

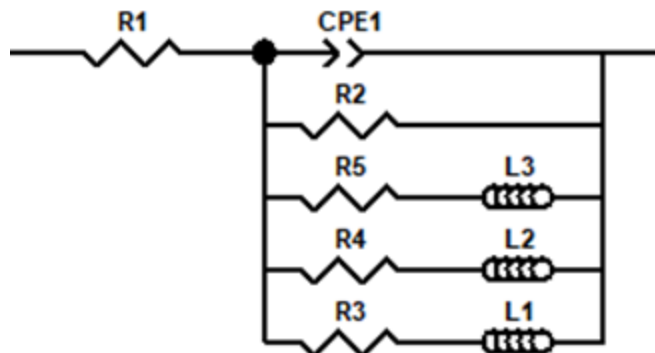


**Figura 4.9.8 (k)** Circuito representando el espectro de impedancias a 1000ppm.



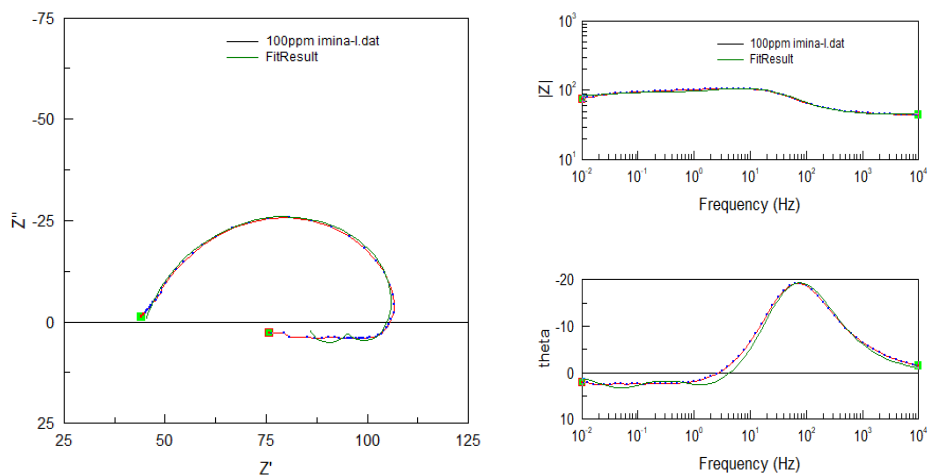
**Figura 4.9.8. (l)** Espectros de Impedancia ajustados a circuitos.

#### 4.7. (d) Inhibidor Imina-I

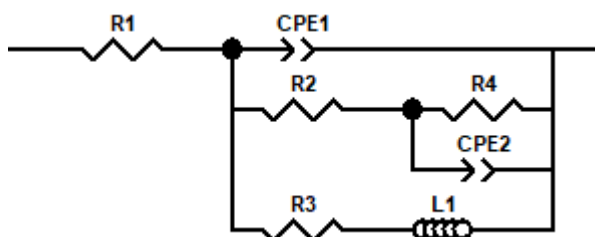




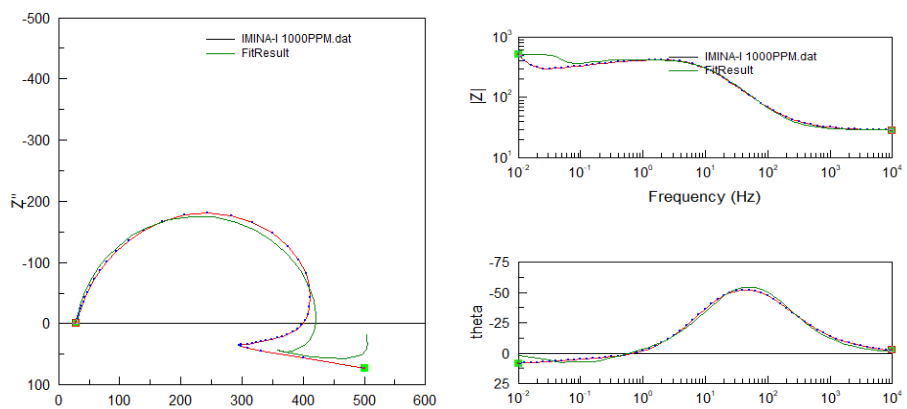
**Figura 4.9.8. (m)** Circuito representando el espectro de impedancias a 100ppm.



**Figura 4.9.8. (n)** Espectros de Impedancia ajustados a circuitos.



**Figura 4.9.8. (o)** Circuito representando el espectro de impedancias a 1000ppm



**Figura 4.9.8. (p)** Espectros de Impedancia ajustados a circuitos.



#### 4.7. (e) Base de Schiff 1

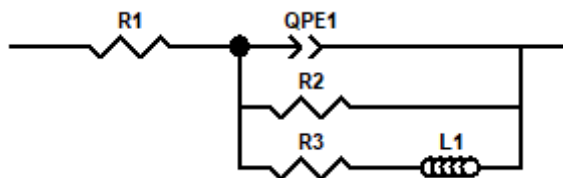


Figura 4.9.9. (a) Circuito representando el espectro de impedancias a 100ppm

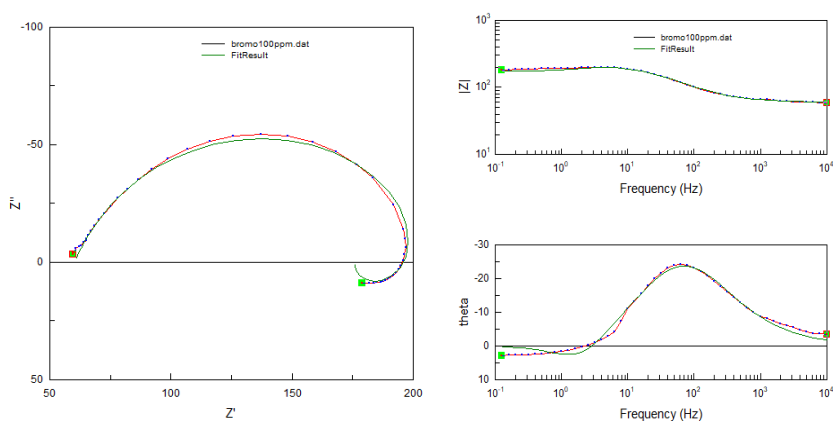


Figura 4.9.9. (b) Espectros de Impedancia ajustados a circuitos.

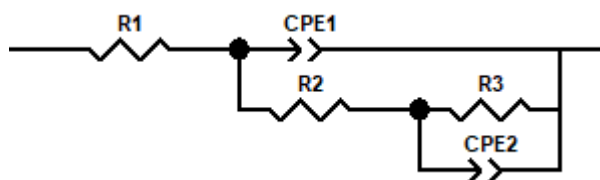


Figura 4.9.9. (c) Circuito representando el espectro de impedancias a 800ppm

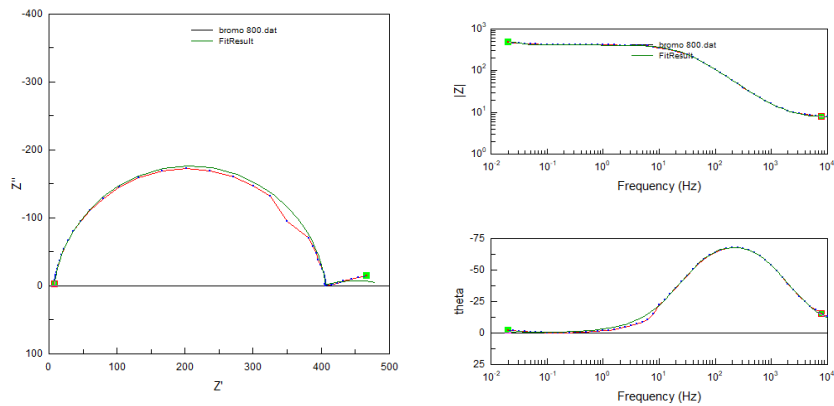


Figura 4.9.9. (d) Espectros de Impedancia ajustados a circuitos.

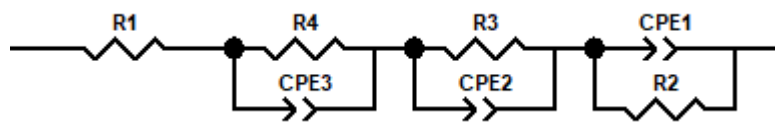


Figura 4.9.9. (e) Circuito representando el espectro de impedancias a 1000ppm

La intensidad de corriente sigue solo un camino de circulación debido a que se encuentran 3 resistencias en serie conectadas en el circuito, si el voltaje que entra al sistema es el mismo el número de resistencias que añade modificará el valor total de la corriente ya que la corriente es la misma para cada resistor por lo tanto la corriente que circule a través de él disminuye



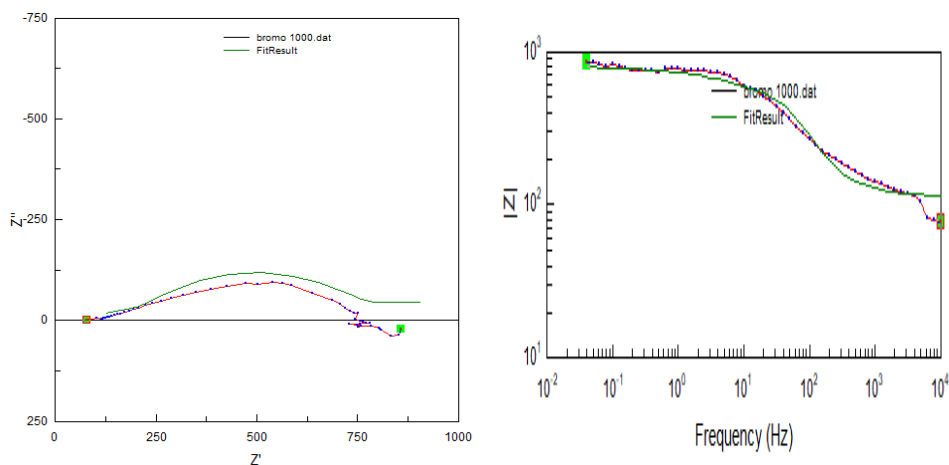


Figura 4.9.9. (f) Espectros de Impedancia ajustados a circuitos.

4.7. (f) Base de Schiff 2.

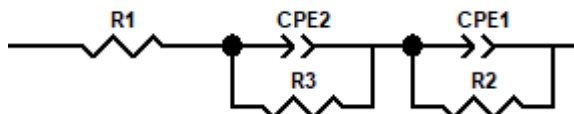


Figura 4.9.9. (g) Circuito representando el espectro de impedancias a 400ppm.

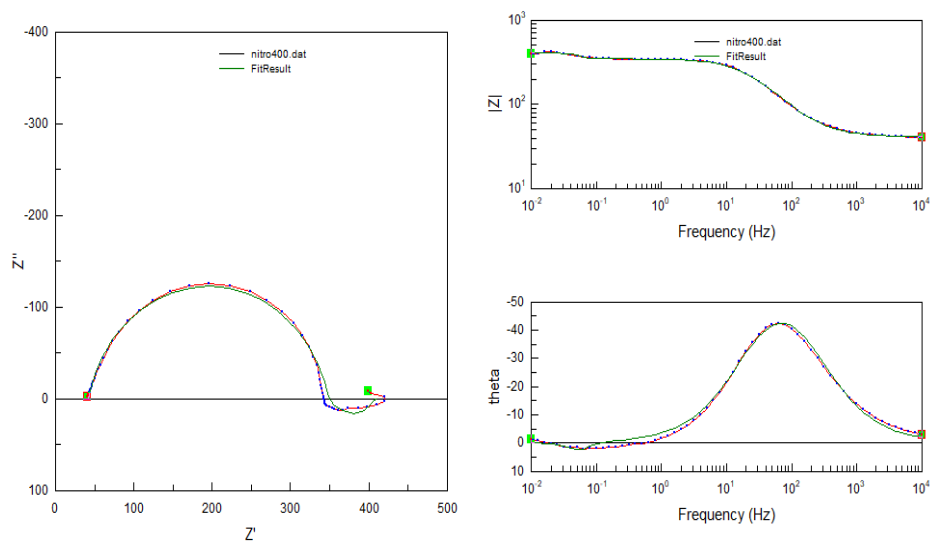


Figura 4.9.9 (h) Espectros de Impedancia ajustados a circuitos.

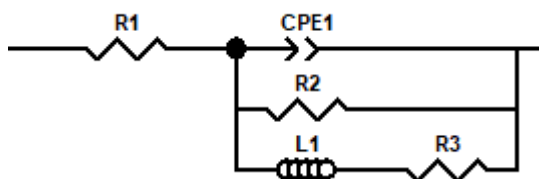


Figura 4.9.9. (i) Circuito representando el espectro de impedancias a 600ppm

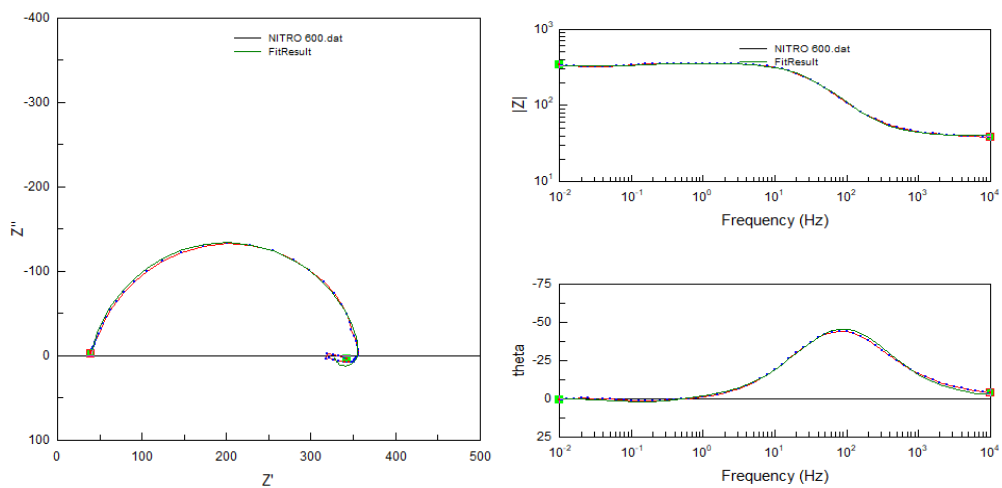


Figura 4.9.9. (j) Espectros de Impedancia ajustados a circuitos.

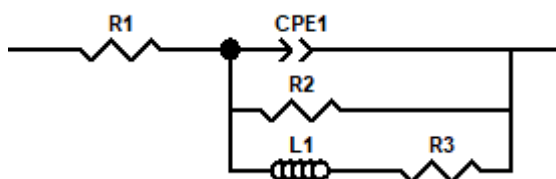


Figura 4.9.9. (k) Circuito representando el espectro de impedancias a 1000ppm.

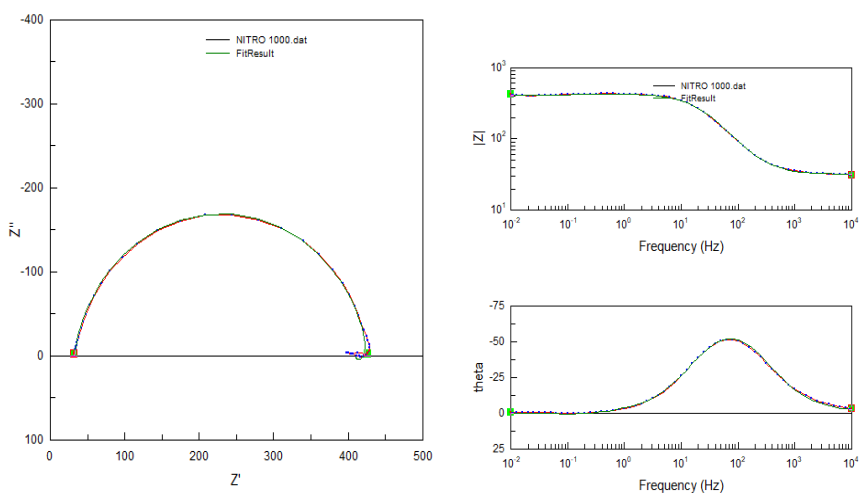


Figura 4.9.9. (l) Espectros de Impedancia ajustados a circuitos.

#### 4.7. (g) Base de Schiff 3.

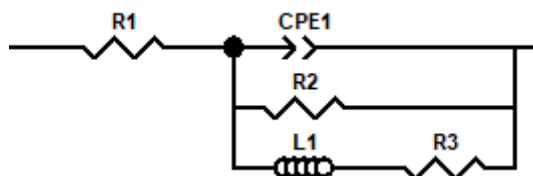


Figura 4.9.9. (m) Circuito representando el espectro de impedancias a 100ppm

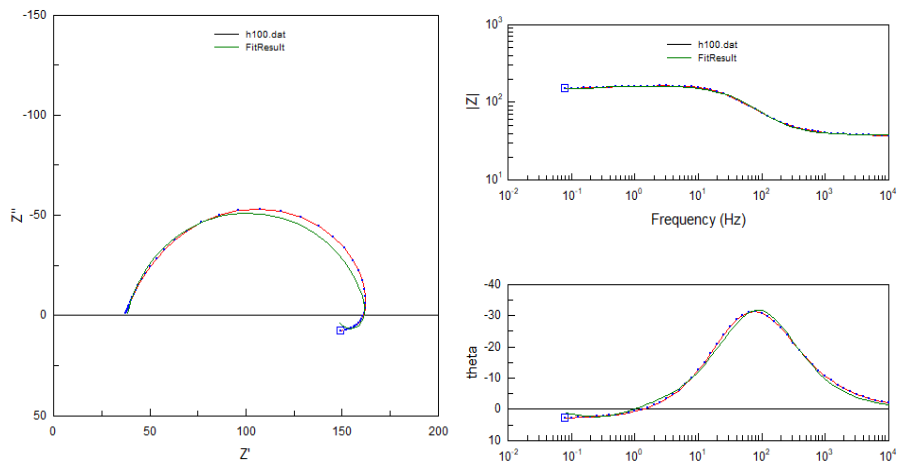


Figura 4.9.9. (n) Espectros de Impedancia ajustados a circuitos.

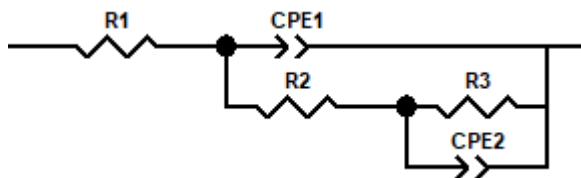


Figura 4.9.9. (o) Circuito representando el espectro de impedancias a 400ppm

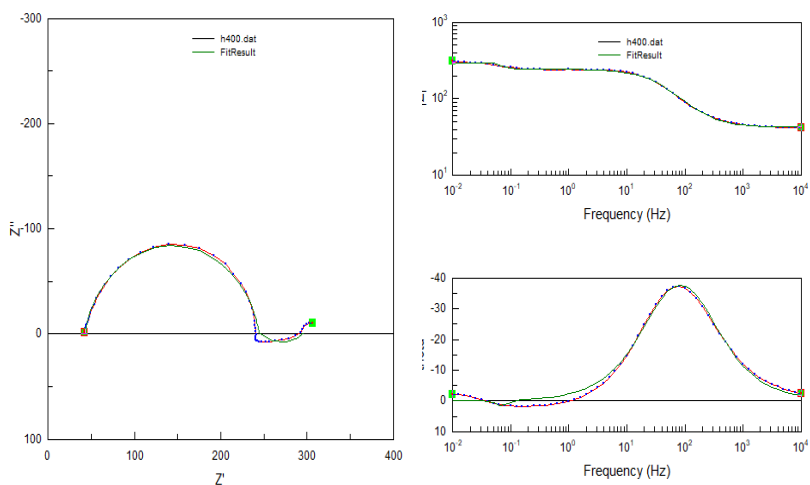




Figura 4.9.9. (q) Espectros de Impedancia ajustados a circuitos.

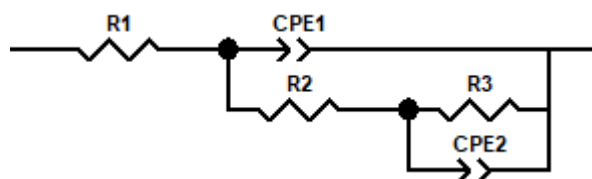


Figura 4.9.9. (r) Circuito representando el espectro de impedancias a 1000ppm.

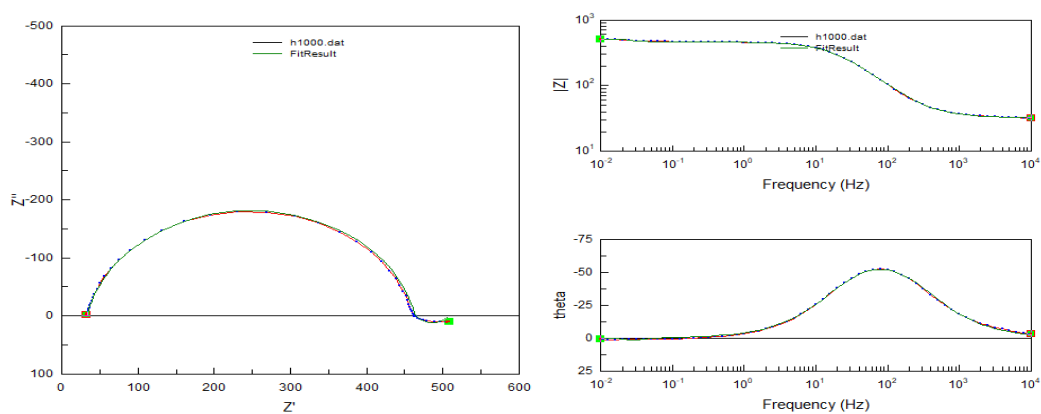


Figura 4.9.9. (s) Espectros de Impedancia ajustados a circuitos.



# Capítulo 5



## 5. Conclusiones.

Análisis de los resultados obtenidos por medio de diferentes técnicas electroquímicas para la evaluación de la cúrcuma, curcumina, derivados y bases de Schiff.

### Inhibidor cúrcuma

Los resultados en las curvas de polarización muestran una disminución del agente oxidante además que las pendientes catódicas incrementan su valor al ir aumentando la concentración del inhibidor por lo tanto se ve afectado la reacción de reducción, esto se resume en que el inhibidor es adsorbido sobre la superficie del metal, de tal manera que impide el paso de cierta cantidad de  $H^+$  lo cual ralentiza la oxidación del hierro. La menor eficiencia se muestra en 100ppm con un valor de 44% y la mayor eficiencia en 1000ppm con un valor del 99%.

En impedancia electroquímica el efecto inductivo disminuye al ir incrementando la concentración del inhibidor, en 800ppm y 1000ppm el efecto inductivo es nulo. Rango de eficiencias de 49%-92%. En el test gravimétrico el rango de eficiencias fue del 25%-60%. El ajuste fue a la isoterma de Lagmuir describiendo un proceso espontaneo con un valor de  $-14\text{kJ/mol}$ , perteneciente a una fisiorcion con un valor de adsorción de  $400\text{L/mol}$ . La microscopia electrónica de barrido muestra película de productos de corrosión compacta con una menor cantidad de microgrietas en comparación al blanco.

### 2. Inhibidor curcumina

En las curvas de polarización el comportamiento es similar al de la cúrcuma, donde las pendientes catódicas incrementan su valor, al agregar 100ppm y 200ppm el agente oxidante incrementa ligeramente debido que la adsorción del inhibidor no es suficiente para frenar la reacción oxidación, de 400ppm



a 800ppm disminuye el agente oxidante esto significa que estas concentraciones la adsorción del inhibidor es máxima y en 1000ppm la  $E_{CORR}$  permanece igual al blanco, el cambio más visible para 1000ppm fue observado en la pendiente, siendo máxima en comparación a las demás concentraciones, indicando que el inhibidor bloquea el paso de iones desde la solución. La eficiencia en 100ppm = 68% y en 1000ppm= 91%.

En impedancia electroquímica se observó que al añadir inhibidor el efecto inductivo disminuye, pero se observan cambios en 800ppm donde el efecto inductivo vuelve a incrementar, en 1000ppm el valor de  $n$  disminuye de igual manera el efecto inductivo. Rango de eficiencias 8%-74%. Test gravimétrico se obtuvo un rango de eficiencias de 50%-80%. El ajuste fue a la isoterma de Langmuir el cual presenta un proceso no espontáneo con un valor de 18kJ/mol, perteneciente a una fisisorción, el coeficiente de adsorción es igual a  $6.7 \times 10^{-4}$ . En microscopia electrónica de barrido se observa agrietamiento y picadura sobre la superficie en presencia del inhibidor.

### **Inhibidor complejo metálico**

Los cambios son observados en las curvas de polarización para las pendientes catódicas, el mecanismo de protección es similar al de la cúrcuma, pero se observan cambios más pronunciados en la reacción de reducción donde el inhibidor está actuando en la solución inhibiendo el paso de iones y por lo tanto la evolución de hidrógeno. Eficiencia de 100ppm = 6% en 1000ppm= 93%. En impedancia electroquímica los valores de  $n$  disminuyen al añadir inhibidor, sus valores se encuentran en un rango de 0.6 - 0.75, el efecto inductivo disminuye al incrementar la concentración del inhibidor con un rango de eficiencias de 2.8% - 95%. El test gravimétrico muestra un rango de eficiencias de 80%- 89%. El ajuste se obtuvo a la isoterma Temkin describe un proceso espontáneo con un valor de -75kJ/mol





pertenciente a una quimisorción, coeficiente de adsorción es de  $1.5 \times 10^{13}$  L/Mol.

En microscopia electrónica de barrido muestra una menor cantidad de productos de corrosión disminución del daño en comparación al blanco.

### **Inhibidor imina-I**

En las curvas de polarización los cambios son mínimos para la  $E_{CORR}$ , las pendientes catódicas se ven afectadas, la reacción de reducción es alterada debido a la adsorción del inhibidor sobre la superficie del metal, en 1000ppm se puede observar una pendiente tafel catódica indicando que ambos procesos son controlados por transferencia de carga. Eficiencia en 100ppm es de 6.8% y en 1000ppm de 92%. En impedancia electroquímica se observan semicírculos capacitivos con efectos inductivos que disminuyen al incrementar las concentraciones del inhibidor rango de eficiencias 1.45%-67%. El test gravimétrico mostro un rango de eficiencia de 9% - 44%. El ajuste fue a la isoterma Frumkin describe un proceso espontaneo con un valor de -15.3 kJ/mol perteneciente a una fisorción con un valor de adsorción de 480L/mol. La microscopia electrónica de barrido muestra una eficiencia de la película formada es débil, lugares localizados que precipitan en productos de corrosión.

### **Inhibidor Base Schiff 1**

Las curvas de polarización mostraron cambios mínimos tanto en pendientes anódicas como catódicas ambos procesos son controlados por transferencia de carga, se observan  $E_{CORR}$  ligeramente desplazadas a la zona activa en 800ppm y 1000ppm, existe un bloqueo del paso de iones en la solución. Eficiencias: 100ppm 33%, 1000ppm 75%. En impedancia electroquímica muestra un rango de concentraciones de 0ppm-400ppm se generan procesos inductivos fuertes, estos desaparecen al añadir más inhibidor, en



1000ppm se observa un procesos resistivo fuerte el valor de  $n$  desciende y por lo tanto Zimg disminuye. Rango de eficiencias 31%-82%

En el test gravimétrico mostro un rango de eficiencias: 50% - 79%. El ajuste fue a la isoterma Temkin describiendo un proceso espontaneo, perteneciente a una quimisorcion con un valor de  $-43.63Kj/mol$  y un coeficiente de adsorción de  $44189598.9L/mol$ . Los resultados en microscopia electrónica de barrido muestran en presencia del inhibidor ciertas zonas presentan picadura y el resto corrosión uniforme.

### **Inhibidor base de Schiff 2**

En curvas de polarización se analizaron cambios en la  $E_{CORR}$  de 100ppm-400ppm donde el agente oxidante disminuye impidiendo la que transferencia de carga aumente. De 600ppm a 1000ppm el valor de la  $E_{CORR}$  disminuye ligeramente, pero no alcanza al blanco, la adsorción de iones disminuye, la densidad de corriente de corrosión se mantiene disminuyendo. Eficiencias: 100ppm 33%, 1000ppm 80%. Los resultados mostrados en impedancia electroquímica se observan semicírculos capacitivos que incrementan con la concentración del inhibidor, al mismo tiempo pequeño efectos inductivos que aparecen al incrementar la concentración de inhibidor. Rango de eficiencias de 45%-68%. El test gravimétrico mostro eficiencias 73%-84%. El Ajuste fue a la isoterma Frumkin, representando un proceso espontaneo perteneciente a una fisorcion con un valor de  $-23kj/mol$  y una adsorción de  $13493 L / mol$ . Al observar los resultados en microscopia electrónica de barrido se concluye que al añadir inhibidor las moléculas adsorbidas sobre la superficie del metal limitan la velocidad de corrosión, pero se observa corrosión por picadura en ciertas zonas



### **Inhibidor base de Schiff 3.**

En curvas de polarización se observan pendientes tafel en 400ppm, 800ppm y 1000ppm, la  $E_{CORR}$  se desplaza disminuyendo el agente oxidante, por lo tanto disminuye la densidad de corriente corrosión. Eficiencias: 100ppm 54%, 1000ppm 82%. En impedancia electroquímica la resistencia a la transferencia de carga aumenta con la concentración del inhibidor y el efecto inductivo disminuye. Eficiencias: 100ppm 16%, 1000ppm 73%. Test gravimétrico muestro eficiencias 48%- 90%. El ajuste fue a la isoterma Temkin, representando un proceso espontaneo de quimisorción con un valor de  $-58$  KJ/mol y una adsorción de  $2.1 \times 10^{10}$  L /mol. Los resultados mostrados para microscopia electrónica de barrido sin remoción de productos de corrosión y sin inhibidor corrosión se observa la disolución del metal, al agregar 1000ppm se observa una superficie agrietada debido a que el inhibidor impidió la disolución pero si llego a interactuar en ciertas zonas provocando el agrietamiento.

### **5.1. Conclusiones Generales.**

Al comparar las técnicas utilizadas para evaluación de los inhibidores se concluye que la cúrcuma tiene un alto valor de eficiencias, tanto en la técnica de polarización como impedancia electroquímica, más sin embargo disminuye su eficiencia en el test gravimétrico, en los resultados de los isotermas nos muestran una adsorción media del inhibidor, la interacción se genera por fisorción, por ultimo las micrografías solo muestran una capa compacta que protege algunas secciones del metal, la desventaja de este inhibidor es que solo es una resina y no es fácilmente de manipular al añadirlo al electrolito. La curcumina tuvo buenos resultados para polarización al añadir la menor cantidad de inhibidor aumenta hasta 60% la eficiencia estos resultados son similares al test gravimétrico que presenta una eficiencia de 50% a 100ppm, en impedancia electroquímica estos valores de



eficiencia disminuyeron, los isoterma mostraron un proceso no espontaneo lo que se traduce a una fisisorción débil, la adsorción sobre la superficie del metal es mínima, en las micrográficas presentan agrietamiento y picadura. El complejo metálico mostro resultados semejantes en casi todas las pruebas con eficiencias similares para polarización e impedancia electroquímica donde la eficiencia aumenta gradualmente, en el test gravimétrico la menor concentración es alta, pero la máxima concentración es cercano al valor de la otras dos técnicas, los isoterma muestran valores altos de adsorción, perteneciente a una quimisorción. Las micrográficas muestran disminución del daño en comparación al blanco. Al comparar estos 3 inhibidores los resultados nos muestra que el complejo metálico mejora la eficiencia de la curcumina y perfecciona las características de la cúrcuma por el fácil manejo al agregarlo al medio electrolítico.

La imina-I muestra valores altos en polarización, para impedancia y el test gravimétrico estas eficiencias disminuyen, la isoterma de adsorción arroja valores medios de adsorción pertenecientes a una fisisorción, las micrográficas electrónicas de barrido muestran lugares localizados que precipitan en productos de corrosión. La imina-I no supera los valores de eficiencia del complejo metálico. La base de Schiff 1 muestra valores que concuerdan en las 3 técnicas, para los isoterma muestra valores altos de adsorción pertenecientes a una quimisorción, la base de Schiff 2 muestra valores parecidos en polarización y test gravimétrico, en impedancia estos valores disminuyen, los isoterma muestran que es una fisisorción con valores altos de adsorción pero menores que en la base de Schiff 1. Por ultimo para la base de Schiff 3 muestra valores altos para polarización y el test gravimétrico, en la técnica de impedancia estos valores disminuyen, los valores más altos de eficiencia se obtienen en el test gravimétrico, la isoterma muestra una quimisorción con valores muy altos de adsorción al igual que el complejo metálico.



Se llega a la conclusión que al formar un complejo metálico a partir de la cúrcuma la eficiencia es mejorada.

La imina-I formada a partir de la curcumina no mostro resultados que mejorarán las propiedades de una base convencional de Schiff.

La base de Schiff que mejores resultados dio de acuerdo a todas las pruebas realizadas fue la base de Schiff 3.

Por lo tanto los dos mejores inhibidores en este estudio electroquímico son el complejo metálico derivado de la curcumina y la base de Schiff 3.



## Referencias.

- [1] B.B. Damaskin., O.A. Petri, Fundamentos de la electroquímica teórica, tercera ed., MIR, Moscú, 1993.
- [2] Scully. J. C, The fundamentals of corrosión, segunda ed., Pergamon Press, Michigan, (1975).
- [3] Sanchez Gomez Julio, Minería y metalurgia en la edad moderna, tercera ed., Ediciones Akal, España, 1997.
- [4] Falchetti Ana Maria, Lo humano y lo divino. Metalurgia y cosmogonía en la América antigua, primera ed., Universidad de los Andes, Colombia, 2018
- [5] Flix .S.A, Historia de electro-química, cuarta ed., Roses Rondon, Barcelona, 1966
- [6] Fernandez.D.J., Rojas.A.G, La historia química de una vela, segunda ed., S.L, Madrid, 2014
- [7] Hippolyte F, Electrolyse, sexta ed., Francesa, Paris, 1892.
- [8] Diaz.H.M,J., El gran cambio en la física. Faraday, tercera ed., Nivola, España, 2001
- [9] Kurilo., Friedrich Karl, George Simon Ohm, tercera ed., koln,Alemania, 1976
- [10]Hermosa D.A, Principios de electricidad y electrónica I, cuarta ed., S.A. Marcombo, Barcelona, 2004
- [11] Ohm S. G., Francis W, The Galvanic Circuit Invesigated Matematically, quinta ed., Literary Licensing, LLC, United States, 2014
- [12] Inocente A.C, Electrolisis, segunda ed.Lumbreras, Peru, 2013
- [13]Solaz. P.J.J, Termodinámica y equilibrio químico, segunda ed., Centro Francisco Tomas Valiente, Valencia, 2002
- [14] Naser.C.M.,Speltini.C, ¿Principio de Le Chatelier? ¿Engaño o mala praxis?, segunda ed., Eae Editorial Academia Española, España, 2012
- [15] Bard J.A, Chemical equilibrium, primera ed., Harper & Row, New York, 1966.
- [16] Khun. H., Forsterling.D.H., Waldec.H.D, Principios de fisicoquímica, segunda ed. Cengage Learning, Alemania, 2011.
- [17] King.L.E, Como ocurren las reacciones químicas, primera ed.,Reverte, Barcelona, 1969.
- [18] Adkins.J.C, Termodinámica del equilibrio, primera ed.,Reverte, Cambridge University Press, 2018.



- [19] Vazquez. M.V, Fundamentos de electroquímica y aplicaciones seleccionadas, primera ed. EAE Editorial Academia Española, España, 2013.
- [20] Masterton.L.W., Hurley.N.C, Principios y reacciones, cuarta ed., Paraninfo, España, 2003.
- [21] Benson. S, Cinética en las reacciones termoquímicas, primera ed. John Wiley & Sons, New York ,1976.
- [22] Cengel. A.Y., Boles. A.M, Termodinámica, séptima ed., Mc Graw Hill, New York, 2011.
- [23] Carrion.C.E., Navarro.P.J., Termoquímica 1, tercera ed. Publicaciones de la universidad de Valencia, Valencia, 2010.
- [24] Martínez, Termodinámica básica y aplicada, primera ed. Desata, España, 1992
- [25] Conde.N.E.F., Mota.J.A, Reacciones de transferencia de electrones (Redox). Electroquímica, segunda ed., África Pérez De Haro (Academia Félix), España, 2005.
- [26] Claret.J., Sagues.F, Termodinámica química i electroquímica, primera ed., Llibres de l'index, Barcelona, 2003
- [27] Ammam M, Applications of Nerst equation, primera ed., Createspace Independent Pub. Paris, 2018.
- [28] Oldham.K., Mylad.J., Bond.A, Electrochemical Science and Technology, primera ed. Wiley, Estados Unidos de America, 2011
- [29] Walsh.F, Ingeniería Electroquímica, primera ed. ECU, España, 2019
- [30] Acuña. G, Fundamentos de cinética electroquímica parte1, CHEM. Comm. 14(2003) 3-4.
- [31] Bockris.M.O.J., Reddy.N.K.A, Electroquímica moderna, segunda ed., reverté, Barcelona, 2003
- [32] Mantell.C.L, Ingeniería electroquímica, primera ed., reverté, Barcelona, 1962
- [33] Velasco. G.J, Electroquímica iónica, primera ed. Círculo rojo, Madrid, 2014
- [34] Kaesche, H, Die Korrosion der Metalle; Physikalisch-Chemische Prinzipien und aktuellen Probleme, Springer-Verlag.(1990)1-4.
- [34] Bockris, O'M. J., Conway. B. E. and White. R, Modern Electrochemistry; No. 34, primera ed., Kluwer Academic Publisher, New York, 2002.
- [35] Hamann, C. H, Vielstich. V, Elektrochemie, primera ed., Wiley-VCH Verlag. Alemania, 1997



- [36] Pérez, N, *Electrochemical and Corrosion Sciences*, primera ed. Kluwer Academic Publishers. New York, 2004
- [37] Reay, R. J., Kounaves S. P. and Kovacs.G.T, “An Integrated CMOS Potentiostat for Miniaturized Electroanalytical Instrumentation”. *Sensors and Display Electronics, International Solid State Circuits Conference*, department of chemistry, Stanford, 1994, pp. 162-163.
- [38] Pourbaix, M. “Atlas d’équilibres électrochimiques a 25°C”, segunda ed., Gauthiers-Villars, Paris., (1963).
- [39] European Federation of Corrosion, *Guidelines on Electrochemical Corrosion Measurements*, primera ed., CRC press, New York (1990).
- [40] Raja, P., Sethuraman, M, Natural products as corrosion inhibitor for metals in corrosive media, *Mater Letters*. (2008) 113 –11.
- [41] Finšgar, M., Jackson, J. Application of corrosion inhibitors for steels in acidic media for the oil and gas industry: A review, *Corrosion Science*, 86(2014)17-41.
- [42] Tansuğ, G., Tüken, T., Giray, E., Fındıkkıran, G., Siğircık, G., Demirkol, O., Erbil, M. A new corrosion inhibitor for copper protection, *Corrosion Science*, 84(2014). 21-29.
- [43] Quraishi, M., Jamal, D. Corrosion inhibition of N-80 steel and mild steel in 15% boiling hydrochloric acid by a triazole compound—SAHMT. *Mater. Chem. Phys.*, 68(2001) 283–287
- [44] Raja, P. y Sethuraman, M. Studies on the Inhibition of Mild Steel Corrosion by *Rauvolfia serpentina* in Acid Media. *J. Mater. Eng. Perform.*19 (2010). 761–766.
- [45] Popova, A., Christov, M. Evaluation of impedance measurements on mild steel corrosion in acid media in the presence of heterocyclic compounds. *Corros. Sci.*, 48(2006). 3208-21.
- [46] Barmatov, E., Geddes, J., Hughes, T., Nagl, M. Research on corrosion inhibitors for acid stimulation, in: NACE, C2012–0001573. (2012).
- [47] Singh, A., Ahamad, I., Singh, V. K., Quraishi, M. H. Inhibition effect of environmentally benign Karanj (*Pongamia pinnata*) seed extract on corrosion of mild steel in hydrochloric acid solution. *J Solid State Electrochem*, 15(2010). 1087–1097
- [47] Chauhan, L. y Gunasekaran,G. Corrosion inhibition of mild steel by plant extract in dilute HCl médium. *Corros. Sci.*, 49 (2007). 1143–1161.
- [48] Oguzie, E.E. Evaluation of the inhibitive effect of some plant extracts on the acid corrosion of mild steel. *Corros. Sci.*, 50(2008). 2993–2998.





- [49] Manolova Y, Deneva V, Antonov L, Drakalska E, Momekova D, Lambov N. The effect of water on the curcumin tautomerism. A quantitative approach. *Spectrochim Acta* 2014; Part A 132: 815-20.
- [50] Autino C.J., Romanelli.G., Ruiz.M.D., *Introducción a la química orgánica*, primera ed., Libros de cátedra, Argentina, 2013
- [51] Hackerman. N, Snavely. E.S, *Corrosion basic, an introduction*, first ed., Nace Press Book 1984.
- [52] Raistrick, I. D. Application of Impedance Spectroscopy to Materials Science. *Ann. Rev. Mater.* (1986) 343-370.
- [53] Boukamp, B. A.. Non-Linear Least Squares Fit of AC Impedance Measurements, in *Computer Aided Acquisition and Analysis of Corrosion Data*, first ed., edited by Kendig M. W. and Bertocci U. Electrochemical Society. (1985)
- [54] American Society for Testing and Materials, *Standard Guide for Conducting Corrosion Tests in Field Applications*, West Conshohocken, PA: ASTM International, 2008.
- [55] V. Vadivelan and K. V. Kumar, "Equilibrium, kinetics, mechanism, and process design for the sorption of methylene blue onto rice husk", *Journal of colloid and interface science*, vol.286, n.º 1,(2005), pp. 90-100
- [56] Y.-S. Ho, W.-T. Chiu, and C.-C. Wang, "Regression analysis for the sorption isotherms of basic dyes on sugarcane dust", *Bioresource technology*, vol. 96, n.º 11, (2005), pp. 910,
- [57] I. a W. Tan, a L. Ahmad, and B. H. Hameed, "Adsorption isotherms, kinetics, thermodynamics and desorption studies of 2, 4, 6-trichlorophenol on oil palm empty fruit bunch-based activated carbon", *Journal of Hazardous Materials*, vol. 164, n.º 2-3, pp.82, 2009.
- [58] Silverstein. M.Robert, Webster. X. Francis, Kiemle.J.David, *Spectrometric Identification of Organic Compounds*, seventh edition., Jhon Wiley and Sons, Inc. United States of America 2005.
- [59] Sahagún Ojeda L. José. *Métodos de microscopía electrónica de barrido en biología*; 1 edición., Ed. de la universidad de Cantabria (1997).
- [60] Rafael Cosquillo F., Medina Placencia D., Figueroa G, R., Huamani Tarazona P., *Caracterización físico-química y capacidad antioxidante de extractos del rizoma de Curcuma longa L*, *Rev Peru Med Integrativa*.160 (2018)3-5
- [61] Cos de Saiz. P., *Curcuma l ( Curcuma longa L.)*, RE serie botánica, (2024)84-99



- [62] Hernandez G.A., Martinez L.M., Barba. V., Synthesis, characterization and structural analysis of bis-schiff bases using 3,30-methyldianiline and salicylaldehyde derivatives, Journal of molecular structure ,1182(2019) 308-3016
- [63] Leroy G., Garcia.E.J.,Peteers D., Wilante C.,Elementos de termoquímica teorica, segunda ed.,Universidad estremadura de servicio,España, 2001.
- [64] R. M. A. Shahba, A. El-Aziz. Fouda, Azza.El-Shenawy, A .S .M .Osman, Effect of Catharanthus roseus (Vince rosea) and Turmeric (Curcuma longa) Extracts as Green Corrosion Inhibitors for Mild Steel in 1 M HCl, Materials Sciences and Applications, (2016) 654-671.
- [65] S. Shanmugapriya, S. Rajendran, P. Prabhakar, R.J. Rathish, A.C.Mary, R. Devi, Influence of extractof Curcumalongaon the corrosion resistance of mild steel immersed in SimulatedConcrete Pore Solution preparedin well wáter, Int. J. Nano. Corr. Sci. Engg. (2015)70-83
- [66] Kairi N.I., Kassim J., The effect of temperature on the corrosion inhibition of mild steel in 1M HCl solution by Curcuma longa extract, International Journal of Electrochemical Science , (2013), 7138-7155.
- [67] Raja P.B., Sethuraman M.G., Natural products as corrosion inhibitor for metals in corrosive media - A review, Materials Letters, (2008)113-116.
- [68] Quartarone. G, Ronchin. L, Vavasori. A, Tortato, Bonaldo.L, Inhibitive action of gramie towards corrosion of mild Steel in deareted 1.0M hydrochloric acid solutions, Corrosion Science, (2012) 82-89.
- [69] Flores-Frias E.A., Barba. V, Lucio-Garcia M.A., Lopez-Cecenes. R, Porcayo-Calderon. J , Gonzalez-Rodriguez J.G, Use of Curcuma and Curcumin as a Green Corrosion Inhibitors for carbon Steel in Sulfuric Acid, Int. J. Electrochem. Sci., 14 (2019) 5026–5041
- [70] E. Ríos. V, Duque. C. L, León. R, Spectroscopy and chromatography characterization of curcumin extracted from the rhizome of turmeric crops in the department of Quindío. Rev. invest. univ. Quindio, (2009)18- 22.
- [71] Torres.Rodríguez, Guillén. González, Robinson.H. C. Quirino, Arias Vogel, Saavedra. A, Use of ultrasound in the extraction of curcumin from its natural source, Rev Cubana Plant Med (2014) 15-19
- [72] Arias. S, Uso de la resonancia magnética nuclear para la determinación de curcuminoides, Rev. Ciencia y tecnología (2013) 1-12
- [73] A.K.Singh, M.A.Quraishi, Effect Cefazolin on the corrosion of mild Steel in HCl solution, Corrosion Science. 52 (2010) 152-160



- [74] I.Ahamad, M.A.Quraishi, Mebendazole : New and efficient corrosion inhibitor for mild Steel in acid médium, Corrosion Science. 52 (2010) 651-656
- [75] M.A.Hegazy, M. Abdallah, H. Ahmed, Novel cationic gemini surfactants as corrosion inhibitors for carbón Steel pipelines, Corrosion Science. 52 (2010) 2897-20904
- [76] A.Donner, R. Solmaz, M.Ozcan, G. Kardas, Experimental and Theoretical studies of thiazoles as corrosion inhibitors for mild steel in sulphuric acid solution, corrosion science. 53(2010) 2902-2913.
- [77] N.A.Negm, N.G.Kandile, E.A.Bard, M.A.Mohammed, Gravimetric and electrochemical evaluation of environmentally friendly nonionic corrosion inhibitors for carbón Steel in 1M HCl, corrosion science. 65(2012) 94-103.
- [78] M.A.Hegazy, A.M.Hazan, M.M.Emara, M.F. Bakr, A.H.Youssef, Evaluating four synthesized Schiff bases as corrosion inhibitors on the carbón Steel in 1 M hydrochloric acid, corrosion science. 65(2012) 67-76.
- [79] M.Bobina, A.Kellenberger, J-P.Millet, C.Muntean, N.Vaszilcsin, Corrosion resistance of carbón Steel in weak acid solutions in the presence of L-histidine as corrosion inhibitor, corrosion science. 69(2013) 389-395.
- [80] A.E.Bribri, M.Tabyaoui, B. Tabyaoui, H.E.Attari, F.Bentiss, The use of Euphorbia falcata extract as eco-friendly corrosion inhibitor of carbón Steel in hydrochloric acid solution, materials Chemistry and physics. 141(2013) 240-247
- [81] J.Aljourani, M.A.Golozar, K.Raessi, The inhibition of carbón Steel corrosion in hydrochloric and sulfuric acid media using some benzimidazole derivatives, Materials chemistry and physics. 121(2010) 320-325.
- [82] S.Aribo, S.J.Olusegun, L.J.Ibhadiyi, A.Oyetungi, D.O.Folorunso, Green Inhibitors for corrosion protection in acidizing oilfield environment, JAAUBAS. 24 (2017) 34-38.
- [83] A.M.A - Faki, M.Aziz, H.M.Sirat, Turmeric and ginger as Green inhibitors of mild Steel corrosion in acidic médium, J.Mater.environ.Sci. 6 (5) (2015) 1480-1487.
- [84] A.M.Ruiz, J.M.Hernandez, H.H.Hernandez, E.C.Almazan, M.J.Gacia, Evaluacion del comportamiento electroquímico del extracto del nopal (opuntia ficus indica) como posible inhibidor de la corrosion, revista de metalurgia. (2017).
- [85] A.Nahale, I.A.Abdoun, I.A.Rahman, M.A.Kayhat, UAE Neem Extract as a Corrosion Inhibitor for Carbon Steel in HCl solution, international journal of corrosion. (2010) 1-9
- [86] A.Singh, E.E.Ebenso, M.A.Quraishi, Corrosion Inhibition of Carbon Steel in HCl Solution by some plant extracts, international journal of corrosion. (2012) 1-20




- [87] N.I.Kairi, J.Kassin, The effect of temperatura on the corrosion inhibition of mild Steel in 1M HCl solution by Curcuma Longa extract, I.J.electrochem.sci. 8(2013) 7138-7155
- [88] H.Hernandez, M.I.Franco, J.G.Miranda, E.H.Sanchez, A.E.Vazquez, G.Fajardo Gel aloe-vera como potencial inhibidor de la corrosión del acero de refuerzo estructural, Avances en ciencias e ingeniería.3(2015) 9-23
- [89] E.E.Oguzie, C.K.Enenebeaku, C.O.Akalezi, S.C.Okoro, A.A.Ayuk, E.N.Ejike, Adsorption and corrosion-inhibiting effect of Dacryodis edulis extracto on low carbón Steel corrosion in acidic media, journal of colloid and interface science.349(2010) 283-292
- [90] H.Elmsellem, M.H.Youssouf, A.Aouniti, T.Ben Hadda, A.Chetouani, B.Hammouti, Adsorption and inhibition effect of curcumin on mild Steel corrosion in hydrochloric acid, russian journal of applied chemistry.87(2014) 74-753
- [91] S.Rajendran, S.Shanmugapriya, T.Rajalakshmi, A.J.Amal, corrosion inhibition by an aqueous extract of rhizome podwer, SciTech Premium collection.61(2005)685-692
- [92] E.E.Ebenso, N.O.Eddy, O.A.Odiongengy, Corrosion inhibitive properties and adsorption behaviour of etanol extract of piper guinensis as a Green corrosion inhibitor for mild Steel in H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, african journal of pure and applied chemistry.11(2008) 107-115
- [93] N.K.Gupta, M.A.Quraishi, P.Singh, K.Srivastava, Curcumine longa: Green and sustainable corrosion inhibitor for aluminum in HCl médium, analitycal and bionalitycal electrochemistry.2(2017) 245-265
- [94] N.O.Eddy, E.E.Ebenso, Adsorption and inhibitive properties of ethanol extracts of musa sapientum peles as a green a corrosion inhibitor for mild Steel in H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, african journal of pure and applied chemistry.6(2008) 46-54
- [95] K.C.Emregul, O.Atakol, Corrosion inhibition of mild Steel with Schiff base compounds in 1M HCl, materials chemistry and physic.82(2003)188-193
- [96] A.Yurt, A.Balaban, S.U.Kandemir, G.Bereket, B.Erk, Investigation on some Schiff bases as HCl corrosion inhibitors for carbón Steel, materials chemistry and physic.85(2004) 420-426
- [97] Mohammed Qasim Mohammed, Synthesis and characterization of new Schiff bases and evaluation as corrosion inhibitors, journal of basrah researches. 37(2011)116-130
- [98] A.Kumar.Singh, M.A.Quraishi, Study of some bidentate Schiff bases of isatin as corrosion inhibitors for mild Steel in hidrochloryc acid solution, int.j.electrochemen.sci. 7(2012) 3222-3241.




- [99] Mieczislaw Scendo, Joanna Trela, Corrosion inhibition carbon Steel in acid chloride solution by Schiff base of N-(2-chlorobenzylidene)-4-acetylaniline, *int.j.electrochemen.sci.*8(2013)8329-8347
- [100] H.D.Lece, K.C.Emregul, O.Atakol, Difference in inhibitive effect of some Schiff base compounds containing oxygen, nitrogen, and sulfur donors, *corrosion science.* 50(2008) 1460-1468
- [101] M.Itagaki, A.Taya, K.Watanabe, K.Noda, Deviations of capacitive and inductive loops in the electrochemical impedance of a dissolving iron electrode, *analytical science.*18(2002)641-644
- [102] ASM Metals Handbook, Volume 1. (2005). Properties and Selection: Irons, Steels, and High Performance Alloys. Section: Carbon and Low-Alloy Steels. Classification and Designation of Carbon and Low-Alloy Steels. Page.249.
- [103] Sayed.S, Hamdi.H.Hassan, Mohammed.A. Amin, Corrosion inhibition study of pure Al and some of its alloys in 1.0 M HCl solution by impedance technique, *Corrosion Science.* 46 (2004) 5-25.
- [104] S.A.Umoren, Y.Li, F.H. Wang, Synergistic effect of iodide ion and polyacrylic acid on corrosion inhibition of iron in H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> investigated by electrochemical techniques, *Corrosion Science.*52 (2010) 2422-2429.
- [105] F.El-Taib Heakal, A.M.Fekry, M.Abd, Electrochemical behavior of the Mg alloy AZ91D in borate solutions, *Corrosion Science.* 53 (2011) 1174-1185.
- [106] H. M. Abd, Ahmed. M, L.H.Rahman, E.C. Sañudo, N.L.Alcande, Electrochemical and theoretical quantum approaches on the inhibition of C1018 carbon steel corrosion in acidic medium containing chloride using some newly synthesized phenolic Schiff's bases compounds, *Journal of Electroanalytical Chemistry.* 743 (2015) 120-133.





**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS**

**Instituto de Investigación en Ciencias Básicas y Aplicadas**

**INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN CIENCIAS BÁSICAS Y APLICADAS**  
Defatutura de Posgrado en Ingeniería y Ciencias Aplicadas

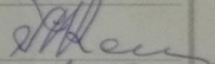

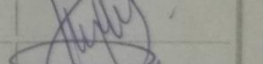
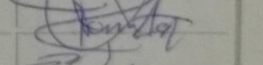
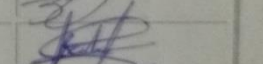
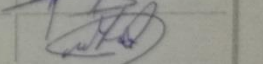
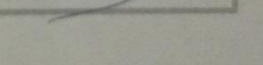
*"1919-2019: en memoria del General Emiliano Zapata Salazar"*

Cuernavaca, Morelos, a 12 de noviembre de 2019.

**DR. ROSENBERG JAVIER ROMERO DOMÍNGUEZ**  
**COORDINADOR DEL POSGRADO EN INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS**  
**PRESENTE**

Atendiendo a la solicitud para emitir DICTAMEN sobre la revisión de la TESIS titulada "USO DE LA CURCUMINA PARA LA SÍNTESIS DE INHIBIDORES DE LA CORROSIÓN EN ACERO AL CARBÓN 1018 EN ÁCIDO SULFÚRICO" que presenta la alumna **ELIZABETH AMÉRICA FLORES FRÍAS**, para obtener el título de **DOCTORADO EN INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS**.

Nos permitimos informarle que nuestro voto es:

NOMBRE	DICTAMEN	FIRMA
DR. MYKOLA KAKAZYEY	Aprobado	
DR. SERGIO ALONSO SERNA BARQUERA	APROBADO	
DR. JORGE URUCHURTU CHAVARÍN	APROBADO	
DR. RENÉ GUARDIÁN TAPIA	APROBADA	
DR. ROY LÓPEZ SESENES (FCQel)	APROBADO	
DR. VÍCTOR BARBA LÓPEZ (CIQ)	Aprobado	
DR. JOSÉ GONZALO GONZÁLEZ RODRÍGUEZ	Aprobada	

PLAZO PARA LA REVISIÓN 20 DÍAS HÁBILES (A PARTIR DE LA FECHA DE RECEPCIÓN DEL DOCUMENTO)

NOTA. POR CUESTION DE REGLAMENTACIÓN LE SOLICITAMOS NO EXCEDER EL PLAZO SEÑALADO, DE LO CONTRARIO LE AGRADECEMOS SU ATENCIÓN Y NUESTRA INVITACIÓN SERÁ CANCELADA.

Av. Universidad 1001 Col. Chamilpa, Cuernavaca Morelos, México, 62209  
Tel. (777) 329 70 00, ext. 6208 / raquel.sotelo@uaem.mx

Una universidad de excelencia 