

**DEPOSICIÓN ELECTROLÍTICA DE ÁCIDO POLILACTICO/ BIOVIDRIO SOBRE
UNA ALEACION DE Ti6Al4V PARA FINES BIOMÉDICOS**

**JAIME ALBERTO SOSSA ECHEVERRIA
IVAN ORLANDO CABEZA ROJAS**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIAS FISICOQUIMICAS
ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA
BUCARAMANGA
2007**

**DEPOSICIÓN ELECTROLÍTICA DE ACIDO POLILACTICO/ BIOVIDRIO SOBRE
UNA ALEACION DE Ti6Al4V PARA FINES BIOMÉDICOS**

**JAIME ALBERTO SOSSA ECHEVERRIA
IVAN ORLANDO CABEZA ROJAS**

**Trabajo presentado como requisito para optar al titulo de
Ingeniero Químico**

**Director
DIONISIO LAVERDE CATAÑO
Ingeniero Químico Ph.D**

**Codirector
HUGO ARMANDO ESTUPIÑAN DURAN
Ingeniero Metalúrgico M.Sc**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERIAS FISICOQUIMICAS
ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA
BUCARAMANGA
2007**

AGRADECIMIENTOS

Los autores expresan sus más sinceros agradecimientos a:

Dionisio Laverde Cataño Ingeniero Químico Ph.D, director de esta investigación.

Hugo Armando Estupiñán Ingeniero Metalúrgico Ph.D, Codirector de esta investigación.

Custodio Vásquez y Dario Yesid Peña, miembros directivos del Grupo de Investigaciones en el área de Corrosión (GIC- Guatiguará).

Todos los miembros del Grupo de Investigaciones en Corrosión (GIC – UIS)

Guillermo Aceros, Ingeniero Químico Escuela de Ingeniería Química UIS.

Y en general a todas las personas que participaron e hicieron posible la ejecución de este proyecto.

Dedico mis esfuerzos a todos los que me ayudaron y ayudan a estar más cerca de mis metas profesionales, especialmente a Dios, a mis padres y hermanos que me han apoyado incondicionalmente y a mi amigo Iván por estar siempre ahí.

Jaime H

Dedico esta meta alcanzada a Dios por ser quien me da fuerzas día a día, a mis padres, hermanos y a mi abuelita Zoraida quienes con su confianza y apoyo hacen más fácil el camino para alcanzar mis logros, a Yuly y a Bibi por su paciencia y amistad brindada en todos los momentos difíciles atravesados durante este proceso, a Jaime mi "hermano mayor" por compartir conmigo las alegrías y tristezas de la vida y finalmente a todas las personas que estuvieron presentes con la palabra adecuada en el momento exacto motivándome a seguir adelante.

Jván ©

RESUMEN

TITULO: DEPOSICIÓN ELECTROLÍTICA DE ACIDO POLILACTICO/ BIOVIDRIO SOBRE UNA ALEACION DE Ti6Al4V PARA FINES BIOMÉDICOS.*

AUTORES: JAIME ALBERTO SOSSA ECHEVERRIA
IVAN ORLANDO CABEZA ROJAS.**

PALABRAS CLAVE: Electrodeposición Catódica, Recubrimientos, ácido poliláctico, biovidrio, Biomateriales, Materiales Compuestos, Aleación Ti6Al4V, Caracterización Electroquímica, Espectroscopia Infrarroja, Microscopía Electrónica de Barrido.

DESCRIPCIÓN

La poca compatibilidad que los implantes metálicos tienen con el cuerpo humano, específicamente con el tejido óseo, hacen necesario que se realicen numerosos esfuerzos para encontrar materiales que mejoren las propiedades de dichos implantes. La forma más común es utilizando recubrimientos, en su mayoría biocerámicos o poliméricos.

En esta investigación se utiliza la técnica de electrodeposición catódica con el fin de obtener un recubrimiento formado por ácido poliláctico (un polímero degradable) y por Biovidrio (un cerámico con composición similar al hueso), con el fin de obtener un recubrimiento con propiedades superiores a las de cada material por separado, que disminuya los inconvenientes que se presentan con los implantes metálicos.

Para desarrollar este trabajo fueron fijadas las variables y parámetros a tener en cuenta, se realizó el diseño de experimentos respectivo y fueron efectuadas las pruebas de electrodeposición sobre sustratos de Ti6Al4V a diferentes voltajes, tiempos y concentración de Biovidrio, manteniendo constante la agitación, calidad del polímero, temperatura, pH, entre otros. Los resultados positivos de la etapa de electrodeposición, comprobados por la diferencia de peso obtenida, permitieron la posterior caracterización electroquímica del recubrimiento obtenido y su caracterización morfológica y cualitativa utilizando la microscopía electrónica de barrido y la espectroscopia de Infrarrojo respectivamente.

* Trabajo de Grado

** Facultad de Ingenierías Físico-Químicas, Escuela de Ingeniería Química, Ph D.
Dionisio Laverde Cataño

ABSTRACT

TITLE: ELECTROLYTIC DEPOSITION OF POLYLACTIC ACID / BIOGLASS ON ALLOYS OF Ti6Al4V FOR BIOMEDICAL PURPOSES*.

AUTHORS: JAIME ALBERTO SOSSA ECHEVERRIA
IVAN ORLANDO CABEZA ROJAS.**

KEY WORDS: Cathodic Electrodeposition, Coatings, Polylactic Acid, Bioglass, Biomaterials, Compound materials, Ti6Al4V Alloys, Electrochemical Characterization, Infrared spectroscopy, Scanning electron microscopy.

DESCRIPCIÓN

The few compatibility that the metallic implants have with the human body, specifically with the osseous tissue, make necessary that numerous efforts are realized to find materials that improve the properties of the above mentioned implants. The most common form is using coatings, in the main bioceramics or polymeric.

In this research is used the technique of cathodic electrodeposition in order to obtain a coating formed by polylactic acid (a biodegradable polymer) and bioglass (a ceramic material with a composition similar to the bones), in order to obtain a coating with superior properties to those of every material separately, that diminishes the disadvantages that they present with the metallic implants.

To develop this work the variables and parameters to bearing in mind were fixed, the respective experimental design was realized and the electrodeposition proofs were carried out on substrates of Ti6Al4V to different voltages, times and bioglass concentration, keeping constant the agitation, polymer quality, temperature, pH, between others. The positive results of the stage of electrodeposition, verified by the difference of weight obtained, allowed the posterior electrochemical characterization of the coating obtained and its morphologic and qualitative characterization using the Scanning Electron Microscopy and the infrared Spectroscopy respectively.

* Degree work

** Faculty of Physical-Chemical Engineering, School of Chemical Engineering, PhD. Dionisio Laverde Cataño

TABLA DE CONTENIDO

INTRODUCCION	1
1. MARCO TEORICO	3
1.1. GENERALIDADES	3
1.1.1. Aleación Ti6Al4V	4
1.1.2. Ácido Poliláctico	4
1.1.3. Biovidrio (Fosfato Tricálcico – hidroxiapatita)	5
1.1.4. Materiales Compuestos	6
1.2. CONCEPTOS TEÓRICOS	7
1.2.1. Electrólisis	7
1.2.2. Electrodeposición	8
1.2.3 Técnicas de Caracterización del Recubrimiento	10
2. DESARROLLO EXPERIMENTAL	13
2.1. REVISION BIBLIOGRAFICA Y ANTECEDENTES	13
2.2. IDENTIFICACION DE LAS VARIABLES FIJAS, MANIPULABLES Y DISEÑO DE EXPERIMENTOS.	14
2.3.3. Montaje final	17
2.5.1. Espectroscopía de Infrarrojo (IR)	19
2.5.3. Scanning Electron Microscopy (SEM)	19
3.1. ELECTRODEPOSICION CATODICA DEL COMPUESTO ACIDO POLILACTICO/BIOVIDRIO.	21
3.2. EVALUACION ELECTROQUIMICA DEL DEPÓSITO POR ESPECTROSCOPIA DE IMPEDANCIAS (EIS) Y VOLTAMETRIA CICLICA EN SUERO FISIOLÓGICO SIMULADO	22
3.3. CARACTERIZACION POR ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO (IR) .. Y SCANNING ELECTRON MICROSCOPY (SEM)	30
3.3.1. Espectroscopía de Infrarrojo (IR)	30
3.3.2. Análisis morfológico de la superficie del material por SEM	31
CONCLUSIONES	34
RECOMENDACIONES	35
BIBLIOGRAFIA	36

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Composición porcentual de Ti6Al4V según diferentes normas. [3]	4
Tabla 2 . Condiciones de la probeta utilizada en la Voltametría cíclica	18
Tabla 3. Condiciones de electrodeposición de la probeta utilizada para el análisis IR	19
Tabla 4. Condiciones de electrodeposición de la probeta utilizada para el análisis SEM	19
Tabla 5. Valores de las Variables y parámetros de la investigación	20
Tabla 6. Diseño de experimentos y pruebas adicionales.	20
Tabla 7. Diferencia de Pesos Después de la Electrodeposición Catódica de la Mezcla	21
Tabla 8. Condiciones de la Prueba Adicional de Poliláctico para Comparación	22
Tabla 9. Resistencias y capacitancias de los ensayos realizados.	24
Tabla 10. Espesores de los recubrimientos obtenidos a partir de los datos de EIS	25
Tabla 11. Composición de la probeta analizada por SEM	32

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Ciclo de Vida del Acido Poliláctico	5
Figura 2. Diferentes presentaciones de Biovidrio disponibles en el mercado.	6
Figura 3. Esquema de la Electrodeposición Catódica	9
Figura 4. Esquema eléctrico del ensayo de caracterización electroquímica	11
Figura 5. Señal de excitación en Voltametría Cíclica	12
Figura 6. Diagrama de bloques del proceso. Fuente: El autor	13
Figura 7. Esquema General del Montaje.	15
Figura 8. Fuente de potencia.	15
Figura 9. Celda electrolítica	15
Figura 10. Proceso de Lijado de los sustratos	16
Figura 11. Gránulos de Biovidrio	16
Figura 12. Esquema del montaje realizado para EIS y celda plana utilizada.	18
Figura 13. Probetas con recubrimiento obtenidas	21
Figura 14. Circuito Equivalente tentativo para el sistema obtenido por electrodeposición catódica.	23
Figura 15. Diagrama de Bode y sus parámetros.	24
Figura 16. Linealización de la zona de Recubrimiento del diagrama de Bode	26
Figura 17. Gráfico de pareto estandarizado para la variable respuesta Rp	27
Figura 18. Gráfico de Efectos Principales para Rp.	28
Figura 19. Gráfico de residuos para Rp.	28
Figura 20. Voltametría Cíclica realizada al recubrimiento poliláctico – Biovidrio.	29
Figura 21. Espectro infrarrojo de ácido poliláctico, biovidrio y de recubrimiento	30
Figura 22. Morfología del recubrimiento Poliláctico - Biovidrio	31
Figura 23. Espectro e imagen obtenidos por SEM de la zona estudiada	32
Figura 24. Micrografía del Recubrimiento	33
Figura 25. Núcleos de Biovidrio en la Matriz	32
Figura 26. SEM del recubrimiento obtenido mediante inclinación de la muestra	33

LISTA DE ANEXOS

Anexo A. Procedimiento de Preparación de la Solución Ringer.

Anexo B. Resultados Obtenidos en la Caracterización Electroquímica mediante EIS.

Anexo C. Protocolo del Potenciostato GAMRY para las pruebas de caracterización electroquímica.

INTRODUCCION

Los implantes metálicos son ampliamente usados en muchos tratamientos terapéuticos con gran éxito. Sin embargo, estos implantes presentan muchos inconvenientes tales como, problemas en la recuperación del paciente, inflamación crónica causada por corrosión, fatiga y pérdida del implante; necesitando muchas veces una segunda operación, lo cual incrementa los costos y genera inconformidad en el paciente, produciendo millonarias demandas a las empresas productoras de dichos implantes.

Esto se debe fundamentalmente a la poca compatibilidad que los implantes metálicos tienen con el cuerpo humano, específicamente con los huesos; es por esta razón que se han realizado innumerables esfuerzos para encontrar materiales que mejoren las propiedades y eviten los inconvenientes mencionados, la forma más común es utilizando recubrimientos, en su mayoría biocerámicos o polímeros degradables, los cuales también pueden ser usados simultáneamente para introducir en el cuerpo drogas terapéuticas que pueden ayudar a acelerar el crecimiento del nuevo hueso.

Esta investigación se basa específicamente en recubrimientos en los cuales se utiliza el ácido poliláctico, un polímero sintético de la familia de los alfa-hidroxiácidos o poliésteres alifáticos, el cual es biocompatible (no provoca rechazo), biodegradable (se elimina naturalmente), inmunológicamente inerte (no produce alergias), atóxico y reabsorbible (con reabsorción completa), entre otras propiedades importantes en este tipo de implantes.

En general los polímeros utilizados en los implantes son empleados en combinación con otros cerámicos inorgánicos bioactivos, especialmente fosfatos de calcio, para aumentar la eficiencia de los tejidos regenerativos y la

osteoconductividad. En este caso específico se empleó un material muy conocido en esta área de investigación como lo es el biovidrio, cuyos orígenes se remontan a 1967 y desarrollado por el Army Medical Research and development command en los Estados Unidos, más específicamente por Hench y colaboradores [1]. Entre los componentes del sistema se tienen SiO_2 , CaO , Na_2O y P_2O_5 . Estos materiales se caracterizan por no contener elementos extraños o venenosos al organismo, contener calcio y fósforo y presentar una red vítrea estable debida al silicio, que es el elemento formador de la misma, además, pueden ser adaptados a diferentes aplicaciones clínicas debido a que existen en un amplio rango de concentraciones [1].

Los estudios sobre la aplicación del ácido poliláctico y el biovidrio, como recubrimiento en prótesis, son nulos, y sólo se encuentra información de la caracterización de dichos materiales por separado y en conjunto para ser utilizados como material, mas no como recubrimiento; Es por esta razón que se decidió estudiar estos materiales en conjunto y como recubrimiento electrodepositado, de modo que al final de la investigación se pudiera iniciar el camino de futuras investigaciones que permitan encontrar las condiciones óptimas de formación del recubrimiento para las distintas aplicaciones posibles.

En esta investigación se obtienen, por el mecanismo de electrodeposición catódica, recubrimientos compuestos de ácido poliláctico y Biovidrio (fosfatos de calcio) sobre sustratos de Ti6Al4V , identificando las variables electrolíticas que influyen en dicho proceso, para realizar la evaluación del efecto de la carga estequiométrica del polímero de ácido poliláctico en solución, con respecto a la relación de fosfatos de calcio electrodepositada sobre los sustratos mencionados, y así concluir con la caracterización del recubrimiento por medios electroquímicos y físicos; los resultados obtenidos pretenden abrir las puertas a investigaciones futuras sobre un tema poco estudiado a nivel mundial y que puede generar muchos beneficios para la industria de los biomateriales.

1. MARCO TEORICO

1.1. GENERALIDADES

En la actualidad se utilizan varios materiales para la elaboración de dispositivos que son empleados para la sustitución y reparación de los componentes del sistema músculo-esqueleto.

En el tratamiento de las fracturas, los materiales metálicos son actualmente los más utilizados gracias a sus elevadas propiedades mecánicas y a su gran estabilidad mecánica "in vivo". Sin embargo, los dispositivos metálicos presentan también graves inconvenientes debido a su interacción superficial. Esto trae como consecuencia la pérdida de masa ósea y la atrofia del hueso u osteopenia, lo cual debilita enormemente al hueso e incrementa el riesgo de fractura de éste e incluso del implante [2].

Con el fin de superar este tipo de limitaciones, en los últimos años se han desarrollado nuevos materiales biodegradables, representados principalmente por un grupo de polímeros, los cuales conllevarían un mejor tratamiento de las fracturas. Además, un implante constituido por este tipo, se degrada en un cierto tiempo después de ser implantado hasta desaparecer, lo cual evita las segundas intervenciones debidas a la extracción del dispositivo metálico.

El desarrollo de los polímeros biodegradables a principio de los años 60 ha sido de gran interés en el ámbito ortopédico. Se han desarrollado exitosamente barras, agujas y clavos basados en PLA (Ácido poliláctico) y PGA (Ácido poliglicólico) para la fijación de fracturas maxilofaciales, zigomáticas o maleolares de tobillo [2].

Desde hace unas décadas, se han desarrollado los llamados materiales compuestos, que tienen como finalidad combinar las ventajas de ambas fases (polimérica y cerámica o vítrea) para obtener un material con propiedades superiores a las de cada material por separado. De esta forma se busca obtener materiales que sean mecánicamente similares al hueso y al mismo tiempo degradables y bioactivos.

1.1.1. Aleación Ti6Al4V

En las prótesis, uno de los materiales usados como soporte debido a su resistencia y demás propiedades, es la aleación Ti6Al4V con una composición porcentual como se muestra en la tabla 1 según diferentes normas [3, 9].

Tabla 1. Composición porcentual de Ti6Al4V según diferentes normas. [3]

	Composición [%peso]							
	Al	V	Fe	C	O	N	H	Ti
UNE-7301	5,5-6,5	3,5-4,5	0,25	0,08	0,13	0,05	0,012	Bal.
ISO 5832-3	5,5-6,75	3,5-4,5	0,30	0,08	0,20	0,05	0,015	Bal.
ASTM F136	5,5-6,5	3,5-4,5	0,25	0,08	0,13	0,05	0,012	Bal.

1.1.2. Ácido Poliláctico

El ácido láctico o 2 hidroxipropiónico es un ácido orgánico que se halla en la naturaleza en forma de L(+) o D(-) ácido láctico. El isómero L(+) es producido por los músculos humanos ante una actividad física intensa y ha sido usado en una gran variedad de aplicaciones que incluyen la industria de los alimentos, la farmacéutica y la de los cosméticos. El D(-) ácido láctico no es asimilable por el organismo humano, pero su polímero, el ácido poliláctico, como ya se dijo anteriormente, presenta altas velocidades de biodegradabilidad y propiedades físico-mecánicas comparables con la de los plásticos convencionales producidos a partir de reservas fósiles de energía [4].

El ácido poliláctico (APL) (figura 1) es un polímero basado en el ácido láctico producido por la fermentación de azúcares simples. Los materiales basados en APL se han comportado bien en aplicaciones médicas, comerciales, tales como suturas e implantes bioabsorbibles.

El APL puede hidrolizarse fácilmente a ácido láctico, mediante la utilización únicamente de agua y por lo tanto puede ser repolimerizado. Esto podría suministrar algunas ventajas en el reciclaje del APL. El APL tiene propiedades mecánicas similares al poliestireno. La modificación del peso molecular resulta en propiedades que pueden imitar el polipropileno, polietileno y el PVC [10].

Entre las técnicas de polimerización más comunes para la elaboración del ácido poliláctico se encuentran:

- Policondensación
- Polimerización de Adición
- Polimerización de Anillo Abierto (ROP)

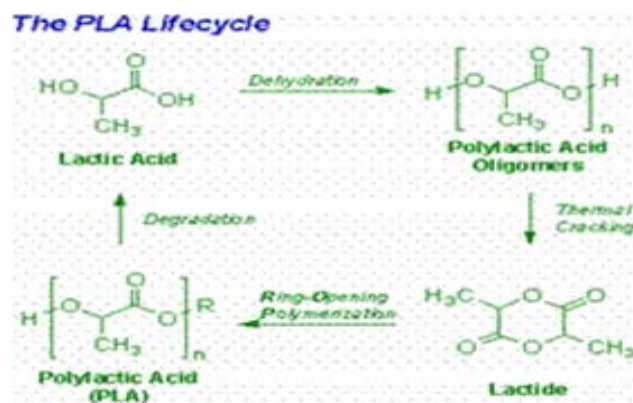


Figura 1. Ciclo de Vida del Acido Poliláctico

1.1.3. Biovidrio (Fosfato Tricálcico – hidroxiapatita)

Otro de los materiales que han demostrado ser buenos candidatos para aplicaciones biomédicas relacionadas con la regeneración del tejido óseo son las vitrocerámicas y los biovidrios. Estos últimos han ocupado un lugar importante en el área de la medicina regenerativa ósea, principalmente a partir de los años 80. Los biovidrios se pueden dividir en aquellos que son en base SiO_2 y vidrios en base P_2O_5 (Figura 2).

En las últimas décadas, los vidrios de fosfato, específicamente los de fosfato de calcio, han sido ampliamente estudiados no sólo por su composición química, la cual se asemeja a la de la fase mineral ósea, sino también por su solubilidad, que varía según la composición del vidrio. La elevada solubilidad de algunas

composiciones, que inicialmente fue causa del rechazo de este tipo de vidrios, puede ser de gran provecho en el campo biomédico, ya que le confiere al material la propiedad de ser biodegradable y servir así de soporte en las primeras etapas del proceso de reparación ósea y de disminuir sus propiedades mecánicas gradualmente mientras el tejido óseo se regenera. Debido a la solubilidad, este tipo de vidrios puede ser considerado como un material reabsorbible o biodegradable [2].



Figura 2. Diferentes presentaciones de Biovidrio disponibles en el mercado.

1.1.4. Materiales Compuestos

En la actualidad, existen un gran número de estudios dirigidos al desarrollo de materiales compuestos para aplicaciones ortopédicas. La diversidad de los materiales utilizados y de los procesos de manufactura, permiten la obtención de implantes con un amplio espectro de propiedades físicas y mecánicas. De hecho, las propiedades mecánicas de un material compuesto dependen no sólo de las características iniciales de la matriz polimérica, sino que también dependen en gran parte del material utilizado como fase de refuerzo, de su morfología, dimensiones, orientación del refuerzo de la matriz, del porcentaje de refuerzo incorporado y del grado de unión entre el polímero y la fase de refuerzo [2].

La geometría de la fase de refuerzo, y concretamente, la utilización del refuerzo en forma de partículas o en forma de fibras, también juega un papel de importancia en las propiedades del material. Las fibras pueden ser orientadas, lo cual le confiere al material, mayores propiedades que las partículas. Muchos de los trabajos dirigidos a este fin, han utilizado hidroxapatita como refuerzo. Los

compuestos reforzados con HA como aquellos reforzados con otras cerámicas de fosfato de calcio, deben considerarse como materiales semi-degradables [2].

Si bien este tipo de cerámicas de fosfato de calcio tienen un efecto bioactivo sobre el material, hay que tener en cuenta su alta estabilidad química, la cual impide la total reabsorción del mismo.

En especial el ácido poliláctico (PLA) y el ácido poliglicólico (PGA) son muy utilizados como matrices poliméricas para el desarrollo de materiales compuestos, ya que dentro del grupo de los polímeros biodegradables, poseen las mejores propiedades mecánicas, además de haber sido aprobados por la FDA (*Food and Drug Administration*) [13].

1.2. CONCEPTOS TEÓRICOS

La electroquímica es la rama de la química que comprende el diseño, caracterización y operación de los aparatos y procesos en los que se produce interconversión de energía química y eléctrica. Los procesos electroquímicos son reacciones redox en las cuales la energía liberada por una reacción espontánea se convierte en electricidad (par galvánico) o la energía eléctrica se aprovecha para provocar una reacción química no espontánea (electrolisis).

1.2.1. Electrólisis

La electrólisis es la producción de una reacción redox no espontánea, mediante el paso de una corriente eléctrica. El resultado para la celda de electrólisis es de dos reacciones, una de electro oxidación y una de electro reducción, las cuales mantienen la neutralidad eléctrica en el circuito global. Si se coloca un par de electrodos en una disolución de un electrolito (compuesto ionizable) y se conecta una fuente de corriente continua entre ellos, los iones positivos de la disolución se mueven hacia el electrodo negativo y los iones negativos hacia el positivo. Al llegar a los electrodos, los iones pueden ganar o perder electrones y transformarse en átomos neutros o moléculas; la naturaleza de las reacciones del electrodo depende de la diferencia de potencial o voltaje aplicado.

El electrodo de polaridad positiva dentro de la solución electrolítica, es decir, el que se conecta al positivo de la fuente generadora de corriente eléctrica, se conoce como ánodo, mientras que el electrodo que se conecta al polo negativo de la fuente generadora de electricidad, se denomina cátodo. Este proceso sigue las leyes de Faraday sobre la electrólisis, que indican que la cantidad de un elemento químico depositado sobre un electrodo es proporcional a la cantidad de carga eléctrica que atraviesa la disolución, y que el peso de los distintos elementos que deposita en los electrodos una cantidad constante de electricidad, es proporcional a los equivalentes químicos de las sustancias consideradas.

1.2.2. Electrodeposición

Es la precipitación de un material en un electrodo como resultado del paso de una corriente eléctrica a través de una solución o suspensión del material. Una ventaja importante de la electrodeposición es la facilidad de recubrir formas complejas que posean cavidades pequeñas e irregulares, ya que la electrodeposición tendrá lugar en las áreas todavía no recubiertas debido a que la corriente siempre busca la menor resistencia. Este proceso se lleva a cabo en una celda electroquímica, en donde la pieza a ser recubierta se coloca dentro de un baño conductivo de la solución a depositar y como es de esperarse se producen fenómenos electroquímicos en la celda que hacen posible la formación de dicho recubrimiento, entre los que se destacan la reducción del cátodo y la oxidación del ánodo.

Existen varios tipos de electrodeposición, siendo los más destacados el anódico y el catódico. Estos se llevan a cabo en tres etapas:

1. Formación de la capa límite.
2. El crecimiento de la película, que depende del número de equivalentes electroquímicos requeridos para neutralizar los grupos de iones solubilizantes, del voltaje y de las características de la conducción de la capa.

3. La finalización del crecimiento que ocurre cuando la corriente que pasa a través del baño es cercana a cero debido al aislamiento progresivo que ocasiona el recubrimiento en la pieza.

Los parámetros de estudio en un proceso de electrodeposición son generalmente: voltaje, densidad de corriente, distancia entre electrodos, tiempo, temperatura, agitación, pH, tipo de celda, tipo de sustrato y concentración de especies activas [5].

Electrodeposición Catódica: En este proceso de electrodeposición las partículas de la solución presente en la celda cargadas positivamente se desplazan hacia el material del sustrato que actúa como cátodo (carga negativa), las cuales están conectadas a un determinado potencial (Figura 3).

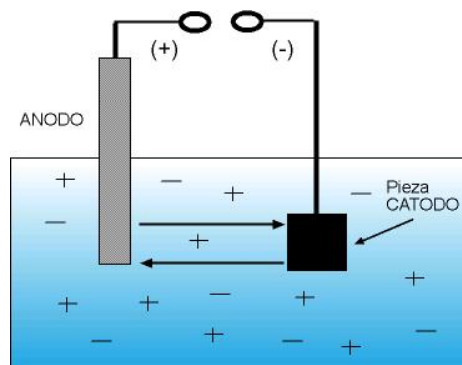


Figura 3. Esquema de la Electrodeposición Catódica

La técnica de electrodeposición se utiliza para la formación de películas de materiales muy diversos. Presenta múltiples ventajas respecto a otros métodos de deposición, por su simplicidad y economía, pues no requiere equipos o materiales caros, y por el hecho de que permite un buen control sobre el grosor de las películas, la uniformidad de las mismas y la velocidad de deposición. Así mismo, permite llevar a cabo la deposición sobre sustratos con forma compleja, e incluso sobre áreas seleccionadas de los mismos. Por último, el proceso puede ser transformado fácilmente de la escala de laboratorio a la de producción.

La electrodeposición Anódica se basa fundamentalmente en la oxidación de un metal, aleación o iones metálicos solubles, para dar lugar a un precipitado de óxido (o hidróxido) sobre la superficie del mismo metal o aleación oxidados o sobre el sustrato conductor utilizado como electrodo.

1.2.3 Técnicas de Caracterización del Recubrimiento

Las técnicas más usadas en la caracterización de recubrimientos formados por electrodeposición en sustratos, son las siguientes:

Espectroscopia Infrarroja (IR): Esta técnica es usada generalmente para identificar un compuesto e investigar la composición de una muestra, así como para confirmar la presencia de los componentes esperados en los recubrimientos obtenidos por electrodeposición [6].

Scanning Electron Microscopy (SEM): La Visión Artificial es una herramienta que permite establecer la relación entre el mundo tridimensional y las vistas bidimensionales tomadas de él. Por medio de esta teoría se puede hacer, por una parte, una reconstrucción del espacio tridimensional a partir de sus vistas y, por otra parte, llevar a cabo una simulación de una proyección bidimensional de una escena tridimensional en la posición deseada [11].

Además de las anteriores técnicas, es necesario evaluar la biocompatibilidad del recubrimiento mediante procedimientos de evaluación electroquímica como lo son:

Espectroscopia de Impedancia Electroquímica (EIS): La espectroscopia de impedancias, también conocida como EIS (*Electrochemical Impedance Spectroscopy*) es una técnica relativamente moderna, ya que se comenzó a aplicar en los años setenta. Debe su existencia a la aparición de circuitos

electrónicos suficientemente rápidos y sensibles para generar y analizar una señal de frecuencia y fase variable.

La espectroscopia de impedancias es una técnica electroquímica muy versátil, y que es muy adecuada para el estudio de los materiales de uso habitual como biomateriales, ya que permite el estudio tanto de la corriente como de la impedancia de transferencia del sistema estudiado. [7]

La técnica consiste en la aplicación de un potencial eléctrico de frecuencia variable al material estudiado y en la medición en el campo complejo de la intensidad resultante. En este tipo de pruebas se mide el decalaje de fase respecto a la frecuencia del potencial aplicado, lo que requiere el uso de un analizador de frecuencias. (Ver Figura 4)

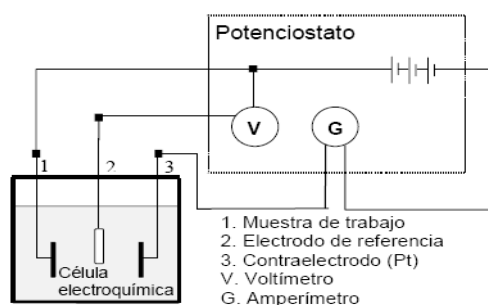


Figura 4. Esquema eléctrico del ensayo de caracterización electroquímica

A partir de las mediciones de decalaje y de amplitud de la corriente resultante, es posible obtener la impedancia de transferencia electroquímica del material estudiado, en forma de número complejo, del cual pueden ser separadas las componentes real e imaginaria mediante un análisis matemático apropiado.

La interpretación de los resultados experimentales en términos de parámetros de corrosión requiere el uso de una analogía entre el sistema material–medio estudiado y un circuito eléctrico. Existe una amplia variedad de circuitos que modelan diferentes comportamientos electroquímicos, si bien en los materiales comúnmente usados como biomaterial el número de circuitos aplicables se reduce en gran medida.

Voltametría Cíclica: La voltametría comprende un grupo técnicas electroquímicas que se basan en la respuesta *corriente-potencial* de un electrodo polarizable en la solución que se analiza. En estas técnicas, se estudian los cambios de corriente como una función del potencial aplicado a través de la celda electrolítica. El proceso involucra la electrólisis de una o más especies electroactivas, el cual comprende: reacción de la especie electroactiva en el electrodo y mecanismo de transferencia de masa. Actualmente se han desarrollado numerosas técnicas voltamétricas de alta sensibilidad, que tiene cada día mayor campo de aplicación en las diversas áreas de la ciencia y la tecnología.

En la voltametría cíclica, la variación de potencial en un electrodo estacionario colocado en una disolución no agitada, es provocada por una señal de forma triangular, tal como se muestra en la figura 5.

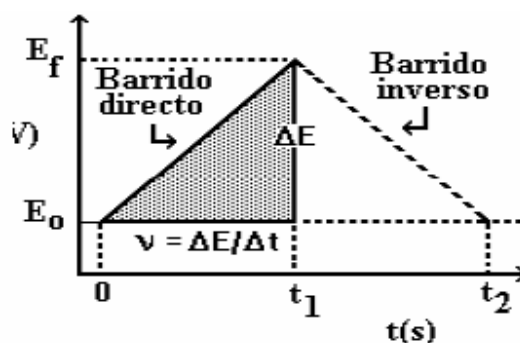


Figura 5. Señal de excitación en Voltametría Cíclica

El potencial se varía linealmente desde E_0 hasta E_f , cuando se ha alcanzado este valor el sentido de barrido se invierte y el potencial vuelve a su valor original E_0 , este ciclo de excitación puede ser repetido cuantas veces lo requiera la experiencia. El intervalo de potenciales de cambio elegido para un experimento dado, es aquel en el que tiene lugar la oxidación o reducción controlada por difusión de una o más especies. Cuando se utiliza la voltametría cíclica para estudiar un sistema por primera vez es usual comenzar a llevar a cabo experimentos cualitativos con la finalidad de conocer al mismo, procediendo luego con los semi-cuantitativos y finalmente cuantitativos para poder así obtener los parámetros cinéticos de interés [15].

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

El proyecto de investigación se realizó teniendo en cuenta la metodología mostrada en la figura 6, seguido de una explicación para cada uno de los pasos.

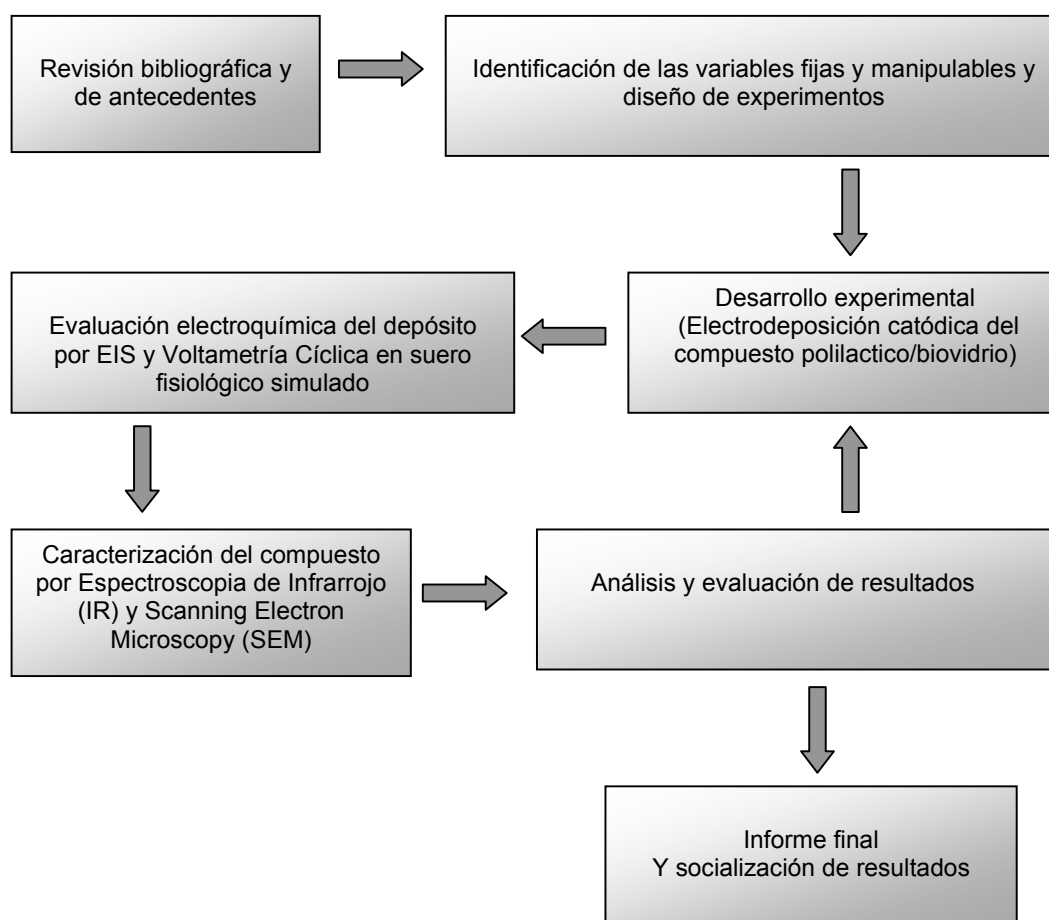


Figura 6. Diagrama de bloques del proceso. Fuente: El autor

2.1. REVISION BIBLIOGRAFICA Y ANTECEDENTES

En esta etapa del proyecto de investigación se realizó la revisión de la bibliografía correspondiente al tema, como propiedades de los materiales, evaluación electroquímica de los recubrimientos, condiciones de deposición más favorables,

diferentes técnicas para realizar los recubrimientos en la aleación de titanio, métodos para la caracterización de la capa depositada, y materia prima necesaria; así como los antecedentes referentes a este tipo de investigación realizados a nivel mundial.

2.2. IDENTIFICACION DE LAS VARIABLES FIJAS, MANIPULABLES Y DISEÑO DE EXPERIMENTOS.

Se definieron las variables a medir de acuerdo a su influencia en el proceso, estableciendo los parámetros y el respectivo diseño de experimentos.

Se realizó el diseño de experimentos sobre tres variables: Voltaje, concentración de biovidrio y tiempo de electrodeposición utilizando un diseño multinivel factorial 2^3 , con la ayuda de un programa estadístico. El pH, agitación del baño, distancia entre electrodos, temperatura, características del ácido poliláctico, tamaño de la celda y áreas de operación se mantuvieron constantes durante la ejecución de la parte experimental de esta investigación. La selección de las variables se realizó teniendo como horizonte los resultados de investigaciones anteriores y simultáneas realizadas en el Grupo de Investigación en Corrosión de la UIS (GIC) [8], los materiales disponibles y las propiedades fisicoquímicas de la materia prima. Es por esta razón, que la temperatura se mantuvo ambiente durante el procedimiento experimental, ya que el solvente de la solución de trabajo fue acetona, que presenta una alta volatilidad, la agitación se fijó en un valor alto, constante para garantizar una suspensión de biovidrio y la electrodeposición de este.

2.3. ELECTRODEPOSICION CATODICA DEL COMPUESTO ACIDO POLILACTICO/BIOVIDRIO.

En esta investigación se realizó una electrodeposición catódica potencioestática de una mezcla de Acido Poliláctico/ fosfato de calcio, sobre una aleación de Ti6Al4V ELI; el diseño general del montaje se esquematiza en la figura 7.



Figura 7. Esquema General del Montaje.

Se dispuso de una fuente de potencia (Figura 8) EC5070-90 de *Thermo Electron Corporation*, una celda electroquímica de vidrio (Figura 9), una plancha con agitador magnético, un agitador de vidrio, una cámara extractora, una probeta de Ti6Al4V ELI y la solución a trabajar (ácido poliláctico/HA). Luego de realizada la electrodeposición se utilizó un microestereoscópio marca Carlzeiss del laboratorio del Grupo de Investigaciones en Corrosión de la UIS para dar un veredicto inicial sobre la presencia de partículas de biovidrio en la matriz de ácido poliláctico del recubrimiento obtenido por electrodeposición.



Figura 8. Fuente de potencia.



Figura 9. Celda electrolítica

2.3.1 Tratamiento de las probetas.

El pre-tratamiento de las probetas se hizo con el fin de lograr las condiciones óptimas para la electrodeposición, de esta manera se realizó sobre ellas un procedimiento de refinación y pulido sobre sus superficies con una serie de 6 lijas 3M, desde la lija grano 80 hasta la grano 600 (figura 10), seguido de una limpieza en baño de ultrasonido, con agitación y temperatura (35 °C aprox.) durante 15

minutos, con el fin de alcanzar una rugosidad uniforme y suficiente para lograr capturar sobre la superficie la solución en estudio. Finalmente cada probeta fue pesada y almacenada en un desecador.



Figura 10. Proceso de Lijado de los sustratos

2.3.2 Preparación de la solución

- **Preparación del Ácido Poliláctico**

Para la preparación del polímero utilizado en la electrodeposición del compuesto interés de esta investigación, se realizó el acompañamiento en una parte del proceso de polimerización del proyecto simultáneo nombrado anteriormente [8], finalmente se extrajo una muestra de aproximadamente 50 ml de ácido poliláctico sometido a 20 horas de polimerización y con una concentración de zinc de 0.5 % p/p.

- **Pulverización del Biovidrio**

Se pesó la cantidad necesaria de biovidrio para cada experimentación en la balanza analítica, luego se maceró durante 15 minutos hasta lograr pulverizar completamente los gránulos de biovidrio (Figura 11).



Figura 11. Gránulos de Biovidrio

El biovidrio utilizado para preparar la solución de trabajo tiene las siguientes especificaciones:

Biostetic synthetic bone graft substitute tricalcium phosphate – hydroxyapatite granules, 5 ml, producidas por Berkeley advanced Biomateriales INC. con un tamaño de partícula de 3 – 6 mm, cabe anotar que este no fue el tamaño de partícula utilizado debido al tratamiento descrito anteriormente.[12]

- **Preparación de la solución**

Se llevaron 30 mL de ácido poliláctico hasta una temperatura entre 100-120°C con el fin de fundirlo; finalmente se mezcló con el polvo de biovidrio y la solución era aforada con acetona hasta 150 mL.

2.3.3. Montaje final

Para el montaje final se agregó la solución final en la celda de electrodeposición con un pseudo-electrodo, se colocó la probeta en el baño conductivo con un gancho de titánio, luego se situó la celda sobre la plancha de calentamiento dentro de la cámara extractora, se adicionó el agitador magnético, se realizaron las conexiones respectivas con la fuente de voltaje, de tal forma que el procedimiento se pudo realizar de forma catódica y pontencioestáticamente. Luego de ser retirada la probeta del baño se secó, se pesó cada una.

2.4. EVALUACION ELECTROQUIMICA DEL DEPÓSITO POR ESPECTROSCOPIA DE IMPEDANCIA ELECTROQUIMICA (EIS) Y VOLTAMETRIA CICLICA EN SUERO FISIOLÓGICO SIMULADO

En esta etapa del proyecto se realizó una evaluación de las propiedades electroquímicas (resistencia de la solución electrolítica, resistencia a la polarización e impedancia de transferencia de carga eléctrica en función de la frecuencia) del sustrato formado, en un ambiente biológico simulado. Esta evaluación se realizó utilizando la Espectroscopia de Impedancia Electroquímica (EIS), ya que permite el estudio tanto de la corriente como de la impedancia de

transferencia del sistema estudiado. Estas pruebas se realizaron mediante la imposición de un potencial eléctrico sinusoidal entre la muestra estudiada y el electrodo de referencia con una amplitud de 30 mV, y con un barrido de frecuencias desde 0.01 Hz hasta 100000 Hz. El equipo utilizado fue un potenciostato *Gamry* (Ver protocolo en anexo c) y se dispuso de una celda plana con su respectiva probeta y suero biológico simulado (solución Ringer, ver anexo A) tal como se muestra en la Figura 12.



Figura 12. Esquema del montaje realizado para EIS y celda plana utilizada.

Para las pruebas de voltametría cíclica, se realizó el montaje de forma similar a la prueba de EIS, utilizando el mismo equipo de análisis y empleando una probeta con las condiciones descritas en la tabla 2.

Tabla 2 . Condiciones de la probeta utilizada en la Voltametría cíclica

Voltaje	Tiempo	Concen. biovidrio % p/v
150 V	6 m	0.5

Se realizó una variación de potencial en un rango entre -1 y 1 mV con una velocidad de barrido de 5 mV/s, generando 6 ciclos a las condiciones descritas.

2.5. CARACTERIZACION POR ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO (IR) Y SCANNING ELECTRON MICROSCOPY (SEM)

La caracterización del compuesto formado como recubrimiento en los sustratos de Ti6Al4V ELI, se realizó utilizando:

2.5.1. Espectroscopía de Infrarrojo (IR).

Esta técnica realiza un análisis cualitativo de la composición del recubrimiento. Debido a la mezcla existente en la capa electrodepositada, se escogió la espectroscopía de infrarrojo como técnica de caracterización, ya que permite confirmar y validar la presencia de los dos componentes principales de la mezcla conductora (biovidrio/ ácido poliláctico) comparando el espectro con sus respectivos patrones. La caracterización por infrarrojo se realizó en el laboratorio de Ingeniería Química de la UIS, en el equipo FTIR – 8400S Fourier Transform Infrared Spectrophotometer marca Shimadzu.

La espectroscopía de infrarrojo (IR) se realizó sobre una probeta electrodepositada a las condiciones mostradas en la tabla 3.

Tabla 3. Condiciones de electrodeposición de la probeta utilizada para el análisis IR

Voltaje	Tiempo	Concen. biovidrio % p/v
100 V	4 m	1

2.5.3. Scanning Electron Microscopy (SEM)

Se generó la imagen ampliada de la superficie del material en el sustrato utilizando un microscopio electrónico de barrido, esta prueba se realizó en la Universidad de Nacional de Colombia sede Medellín.

La microscopía electrónica de barrido se realizó sobre una probeta con un recubrimiento obtenido bajo las condiciones mostradas en la tabla 4.

Tabla 4. Condiciones de electrodeposición de la probeta utilizada para el análisis SEM

Voltaje	Tiempo	Concen. biovidrio % p/v
150 V	4 m	1

3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

A continuación se presentan los resultados obtenidos después de ejecutar la metodología expuesta para esta investigación.

En la tabla 5 se muestran los valores finales tomados para las variables y los parámetros después de realizar su identificación.

Tabla 5. Valores de las Variables y parámetros de la investigación

Variable o Parámetro	Valores
Voltaje	100,150,200 V
Tiempo	4,6,8 min
Concentración	0.5,1 %p/v
Agitación	750 rpm
Temperatura	22 °C aprox.

En la tabla 6 se muestra el diseño de experimentos resultante utilizado para la ejecución de las pruebas de esta investigación.

Tabla 6. Diseño de experimentos y pruebas adicionales.

Prueba No	Voltaje (V)	Tiempo (min)	Concentración Biovidrio (%w/v)
1	200	4	0,5
2	200	6	0,5
3	200	8	0,5
4	150	6	0,5
5	100	8	0,5
6	150	4	0,5
7	100	4	0,5
8	100	6	0,5
9	150	8	0,5
10	100	8	1,0
11	200	8	1,0
12	200	4	1,0
13	150	8	1,0
14	150	6	1,0
15	100	4	1,0
16	100	6	1,0
17	100	4	0,5

Como se puede observar en la tabla anterior, el diseño de experimentos sugiere realizar 8 pruebas a diferentes condiciones de electrodeposición, sin embargo se decidió realizar 9 pruebas adicionales, 8 pruebas para valores intermedios (prueba 2,4,6,8,9,13,14,16) y una repetición (prueba 17), con el fin de optimizar la respuesta del análisis estadístico.

3.1. ELECTRODEPOSICION CATODICA DEL COMPUESTO ACIDO POLILACTICO/BIOVIDRIO.

El proceso de electrodeposición catódica del recubrimiento arrojó resultados satisfactorios a simple vista, observándose una diferencia de pesos considerable con respecto a la probeta después de ser pulida. (Figura 13)



Figura 13. Probetas con recubrimiento obtenidas

En la tabla 7 se muestra la diferencia de pesos obtenida después de realizar la electrodeposición de la mezcla polímero – biovidrio.

Tabla 7. Diferencia de Pesos Después de la Electrodeposición Catódica de la Mezcla

Prueba No	Diferencia de Pesos (g)
1	0,00574
2	0,00676
3	0,00480
4	0,00514
5	0,00535
6	0,00567
7	0,00559
8	0,00504
9	0,00570
10	0,00330
11	0,00387
12	0,00450
13	0,00466
14	0,00668
15	0,00630
16	0,00462
17	0,00551

Cabe anotar que se realizó una prueba adicional a las condiciones del proyecto simultáneo ejecutado en el GIC UIS [8], con el fin de realizar una comparación de las características del recubrimiento formado en presencia de biovidrio en la solución a electrodepositar. Las condiciones de esta prueba adicional se muestran en la tabla 8.

Tabla 8. Condiciones de la Prueba Adicional de Poliláctico para Comparación

Variable o Parámetro	Valores
Voltaje	100 V
Tiempo	4 min
Agitación	400 rpm

La revisión de las probetas con el microestereoscopio descrito en la metodología de esta investigación, permitió confirmar la presencia de biovidrio en los sustratos electrodepositados, ya que se observaron diferencias considerables en el aspecto de la superficie del recubrimiento polimérico, después de realizar una comparación con el recubrimiento presente en el sustrato conseguido a las condiciones descritas en la tabla 8. Cabe anotar que esta afirmación es simplemente una confirmación inicial, ya que a pesar de que se notan diferencias en los sustratos electrodepositados utilizando la suspensión de biovidrio, es necesario recurrir a las técnicas de caracterización descritas en la metodología de la investigación.

3.2. EVALUACION ELECTROQUIMICA DEL DEPÓSITO POR ESPECTROSCOPIA DE IMPEDANCIAS (EIS) Y VOLTAMETRIA CICLICA EN SUERO FISIOLÓGICO SIMULADO.

3.2.1. Espectroscopia de Impedancias (EIS)

Como se ha explicado anteriormente, la interpretación de los resultados obtenidos requiere una analogía de dichos datos mediante un circuito eléctrico análogo al sistema físico estudiado, también llamado circuito equivalente (figura 14). El modelo asumido es un circuito equivalente simple, tomado así debido a la ausencia de investigaciones anteriores sobre el tipo de materiales compuestos

como recubrimiento, lo que no permitía realizar una simulación del comportamiento de la degradación del recubrimiento y con base en el tipo de material electrodepositado que se esperaba obtener [12].

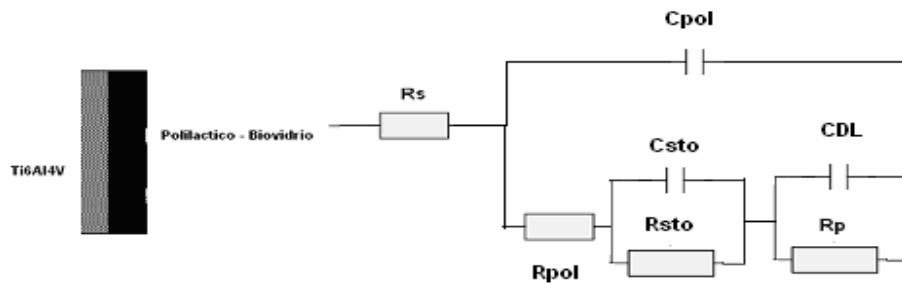


Figura 14. Circuito Equivalente tentativo para el sistema obtenido por electrodeposición catódica.

El circuito equivalente en la figura 14 muestra, tal como se aprecia en los diagramas de Bode en el anexo B, a altas frecuencias los elementos de fase del recubrimiento polimérico y del soluto (biovidrio). A bajas frecuencias se define la doble capa electroquímica y la resistencia a la corrosión del sistema.

Los datos obtenidos mediante la prueba de espectroscopia de impedancias de los recubrimientos de ácido poliláctico – Biovidrio, se muestran en el Anexo B. Los valores de resistencias y capacitancias para cada una de las probetas realizadas se pueden observar en la tabla 9. Como se puede apreciar en la figura 15, estos datos fueron obtenidos a partir del diagrama de Bode y la ecuación 1, mediante un análisis gráfico y utilizando la tabla resultante del EIS asociada al mismo.

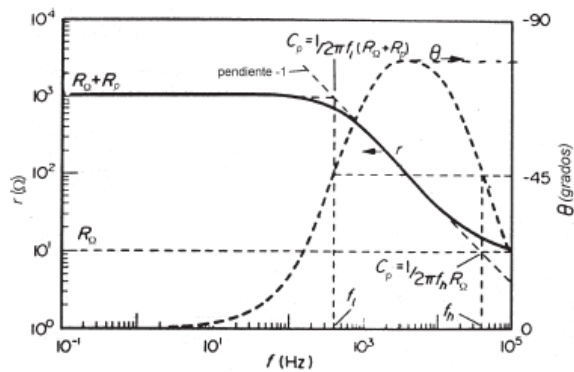


Figura 15. Diagrama de Bode y sus parámetros.

$$w = 2 * \pi * f$$

$$C = \frac{1}{wz}$$

Ec.1

Donde: **w** : Velocidad angular.
f : Frecuencia
C: Capacitancia
z : Impedancia

Tabla 9. Resistencias y capacitancias de los ensayos realizados.

Prob.	Rs (Ω)	Cpol (F)	Rpol (Ω)	CDL (F)	Rp (Ω)	Csto	Rsto
1	231,620	7,3399E-06	8095,4	1,0942 E-04	145438
2	75,6815	6,3386E-06	3473,3885	5,41881E-05	293678
3	131,963	8,0777E-06	14179,537	3,74034E-05	425466	4,48E-06	1832,91
4	480,951	5,6644E-07	14517,049	2,00731E-05	792797
5	271,687	1,09E-05	3905,133	9,1479E-05	173962
6	1450,97	1,2869E-06	12368,43	2,02651E-05	785286
7	2415,19	2,2509E-06	18970,91	0,00015211	104619
8	542,444	2,1245E-06	38821,956	3,71987E-05	427807
9	3162,84	2,2591E-06	18902,16	0,00021163	75193,8
10	231,852	6,39E-07	480757,14	1,51561E-06	43555
11	134,961	8,7183E-07	945,219	0,00030248	52610,6
12	230,604	3,4636E-06	23812,396	2,25494E-05	705734
13	125,641	2,3944E-06	1772,159	0,00034365	46307,4
14	255,807	6,5726E-06	4679,703	0,00061603	25832,6
15	209,351	2,08E-05	10635,749	8,69254E-05	183075
16	163,167	1,866E-06	2273,943	0,00031409	50666,6	8,24 E-07	517,971
17	544,181	4,23E-06	14063,219	0,00013455	118161

Donde: **Rs**: Resistencia de la solución
Cpol: Capacitancia del recubrimiento

Rpol: Resistencia del recubrimiento
CDL: Capacitancia de la doble capa
Rp: Resistencia de la doble capa
Csto: Capacitancia del Soluta
Rsto: Resistencia del Soluta

Para las probetas 3 y 16 se realizó el cálculo de los elementos representativos de capacitancia y resistencia del soluto presente en la matriz polimérica. En general las gráficas de impedancia contra la frecuencia mostraron saltos en el ángulo de fase y pendiente resistiva, indicando la presencia de estos elementos eléctricos. En la tabla 10 se muestran los espesores de los recubrimientos obtenidos, calculados con la ecuación 2, y a partir de los datos de espectroscopia de impedancia.

$$d = \frac{A * \epsilon * \epsilon_0}{C}$$

Ec.2.

Donde: **d:** Espesor
A: Area de la probeta
ξ: Permisividad eléctrica del material [16]
ξ₀: Permisividad eléctrica del vacío.
C: Capacitancia

Tabla 10. Espesores de los recubrimientos obtenidos a partir de los datos de EIS

Probeta	Espesor (nm)
1	0,977
2	1,13
3	0,887
4	12,655
5	0,655
6	5,57
7	3,184
8	3,374
9	3,173
10	11,215
11	8,222
12	2,069
13	2,993
14	1,09
15	0,344
16	3,841
17	1,696

Comparando los datos mostrados en las tablas 9 y 10, se puede apreciar que a un mayor espesor del recubrimiento obtenido, se tiene una mayor resistencia al paso de corriente. Además, se observa que los parámetros asociados con el recubrimiento, mantienen una cierta estabilidad en todas las muestras, con valores de resistencia de transferencia del orden de los 10^3 y $10^4 \Omega$.

Los ligeros cambios calculados en los parámetros del sistema obtenido, se deben probablemente a variaciones en el espesor y el área de la capa resultante y a las diferentes condiciones de electrodeposición trabajadas en la investigación, estos efectos se estudiarán con mayor detalle en el análisis estadístico posterior.

Cabe anotar que los valores obtenidos de resistencia de la solución (R_s), fueron calculados con el fin de realizar la representación completa del circuito equivalente asociado al sistema físico estudiado, pero no se utilizaron para la caracterización del recubrimiento, ya que esta resistencia es una propiedad de la solución utilizada para realizar la prueba, así como de la geometría de la celda empleada. [13]

Luego de analizar la zona de recubrimiento presente en los diagramas de Bode obtenidos, se concluye que el material depositado presenta un comportamiento no conductor o resistivo, ya que la pendiente de la línea de tendencia de dicha zona es mayor que -1 para todas las probetas en las cuales se realizó la electrodeposición (figura 16). Lo que confirma los valores altos de resistencia asociada al recubrimiento calculados mediante EIS.

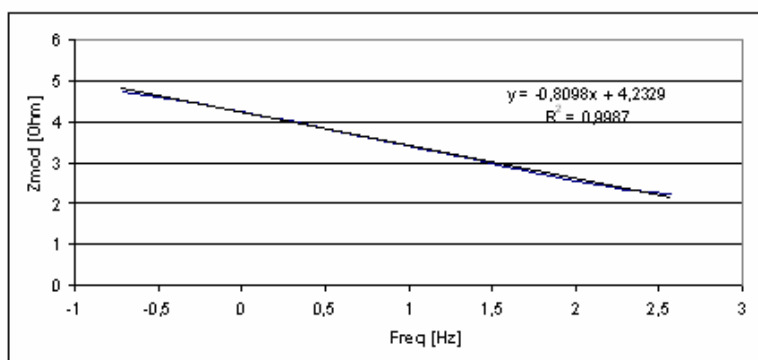


Figura 16. Linealización de la zona de Recubrimiento del diagrama de Bode

Los diagramas de Nyquist obtenidos muestran un solo domo en la mayoría de las pruebas realizadas, lo que permite afirmar que el sistema de interés no presenta más de una capa en su estructura. Sin embargo, en algunos casos no se observa la tendencia completa de la grafica, debido a que el rango de frecuencias utilizado para la prueba no permitía la construcción completa de la misma

El análisis estadístico de la influencia de las variables consideradas en el proceso realizado mediante estadística, arrojó los resultados ilustrados en las siguientes figuras 17,18,19.

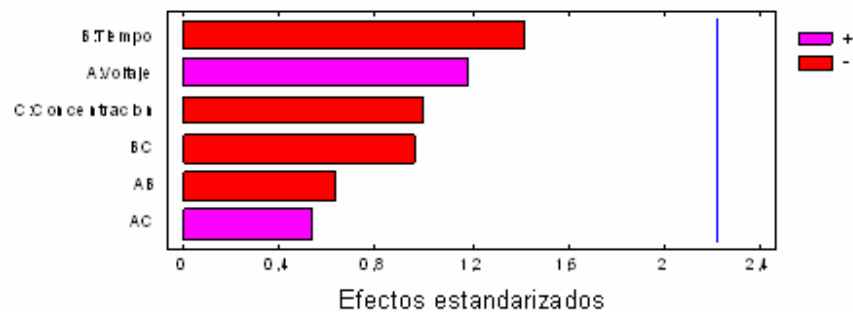


Figura 17. Gráfico de Pareto estandarizado para la variable respuesta Rp

En la figura 17 se ilustran el efecto de las diferentes variables con respecto a la resistencia de la doble capa electroquímica Rp.

Al momento de analizar los efectos de los factores sobre la Rp, se aprecia que la concentración de Biovidrio, el tiempo y las interacciones BC y AB presentan una correlación negativa sobre la variable Rp, esto quiere decir que al aumentar los niveles de estas variables, se obtienen bajos valores de dicha resistencia para el sistema; caso contrario se da con el voltaje, que presenta una correlación positiva, lo cual quiere decir que a bajos valores de ésta, se obtienen bajos niveles en la variable respuesta Rp. Sin embargo, al observar la figura 17, se puede apreciar que ningún factor por sí solo es significativo sobre la variable respuesta, ya que no traspasan la línea vertical que representa la prueba de significación. Además, se puede decir que el efecto de las interacciones AB y AC pueden ser eliminadas del respectivo análisis, debido a su baja influencia en la variable respuesta.

Otro dato estadístico importante es el R^2 , siendo en este caso un igual a 38,22 por ciento, lo que muestra que el grado de correlación entre los factores es muy pequeño.

De la figura 18 se puede decir que las condiciones de electrodeposición del recubrimiento que garantizan la maximización de la variable R_p , se encuentran en los valores de mayor voltaje, menor tiempo y menor concentración.

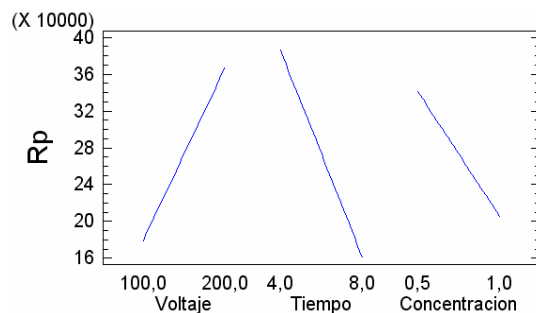


Figura 18. Gráfico de Efectos Principales para R_p .

En la figura 19 se tiene el gráfico de residuos para R_p , donde no se aprecia ninguna anomalía clara que haga dudar que las condiciones del modelo no se cumplan.

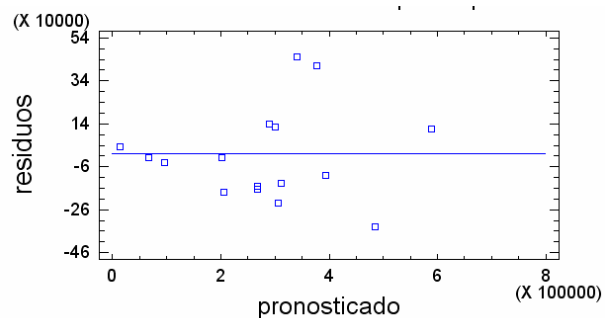


Figura 19. Gráfico de residuos para R_p .

3.2.2. Voltametría Cíclica

Los resultados obtenidos al realizar la prueba de voltametría cíclica a la probeta con las condiciones descritas, se muestran en la figura 20.

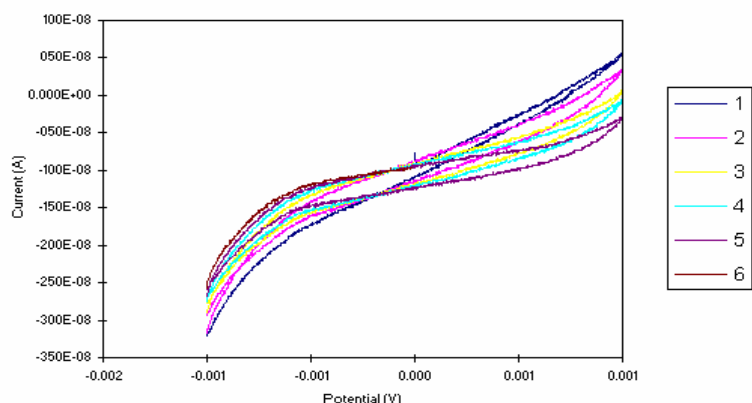


Figura 20. Voltametría Cíclica realizada al recubrimiento poliláctico – Biovidrio.

En la figura 19 se observan los seis ciclos realizados por el equipo, en cada ciclo se ven claramente las zonas de reducción y oxidación del proceso ocurrido durante la prueba. Cabe anotar, que se distingue solo un pico en dichas zonas, lo que significa que el proceso de degradación del material está representada por una reacción principal desconocida hasta el momento y que no es interés de este estudio.

Es importante resaltar que a medida que el equipo realizaba los ciclos programados, estos se iban graficando a una corriente menor, lo que significa que el material pierde capacidad para consumir carga ocasionando la descomposición. De la figura 20 se puede decir además, que la solubilidad del material ocurre en forma uniforme, ya que no se presentan picos marcados en la misma. La degradación del material puede estar ocasionada por la formación de productos solubles en la superficie del material posiblemente debido a los núcleos de biovidrio presentes en el recubrimiento.

3.3. CARACTERIZACION POR ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO (IR) Y SCANNING ELECTRON MICROSCOPY (SEM).

3.3.1. Espectroscopía de Infrarrojo (IR)

La espectroscopia de Infrarrojo realizada a las condiciones mostradas en el desarrollo experimental arrojaron los siguientes resultados. En la figura 21 se presenta una comparación de tres espectros infrarrojos realizados a diferentes materiales pertenecientes al sistema de interés, la línea púrpura representa el espectro obtenido para un recubrimiento alcanzado bajo las condiciones de electrodeposición mostradas en la metodología, la línea roja muestra el espectro de una probeta recubierta solamente con ácido poliláctico, y la línea verde corresponde al espectro del biovidrio; esto con el fin de confirmar la presencia de los dos componentes de interés de esta investigación (HA y biovidrio), sobre una de las probetas electrodepositadas.

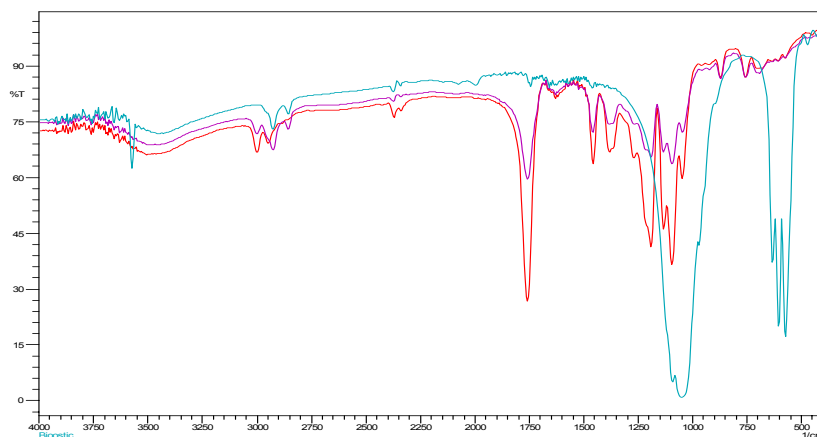


Figura 21. Espectro infrarrojo de ácido poliláctico, biovidrio y de recubrimiento

En la figura 21, se observa una similitud en las longitudes de onda de los picos de los espectros realizados sobre la muestra de ácido poliláctico-biovidrio con respecto a la de ácido poliláctico puro, sin embargo los picos comprendidos sobre

la curva verde en el rango de 1300 cm^{-1} y 500 cm^{-1} que corresponden a las vibraciones P-O del compuesto representativo del biovidrio (hidroxiapatita trifosfato de calcio) no muestran concordancia con el espectro de la mezcla de interés, posiblemente por un solapamiento con los picos característicos del polímero en la longitud de onda de 1200cm^{-1} a 1000cm^{-1} y a la baja concentración de biovidrio, la cual disminuye la intensidad de los picos del espectro.

3.3.2. Análisis morfológico de la superficie del material por SEM

El análisis mostró interesantes resultados en la morfología de la superficie del material compuesto como se puede observar en la figura 22. Es importante resaltar, que en la realización de la prueba fue necesario utilizar un voltaje inferior al valor promedio usado para este tipo de análisis, ya que se observó degradación del recubrimiento para voltajes superiores a 7kV.

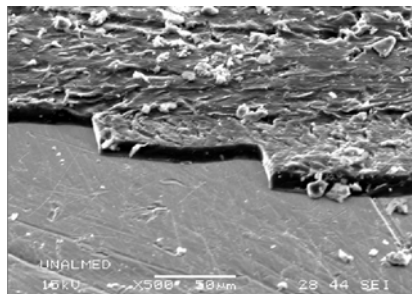


Figura 22. Morfología del recubrimiento Poliláctico - Biovidrio

En el reporte de la prueba no se observó la presencia de fosfatos debido a la diferencia entre el voltaje utilizado y el establecido para el desarrollo de este tipo de análisis (tabla 11). En la figura 23, se observan los picos representativos de cada uno de los componentes encontrados en la probeta analizada así como una imagen de la zona estudiada

Tabla 11. Composición de la probeta analizada por SEM

Elemento	Peso %	Atomico %
C K	50.10	64.10
O K	30.31	29.11
Al K	1.54	0.88
K K	0.73	0.29
Ca K	1.10	0.42
Ti K	16.23	5.21
Totales	100.00	

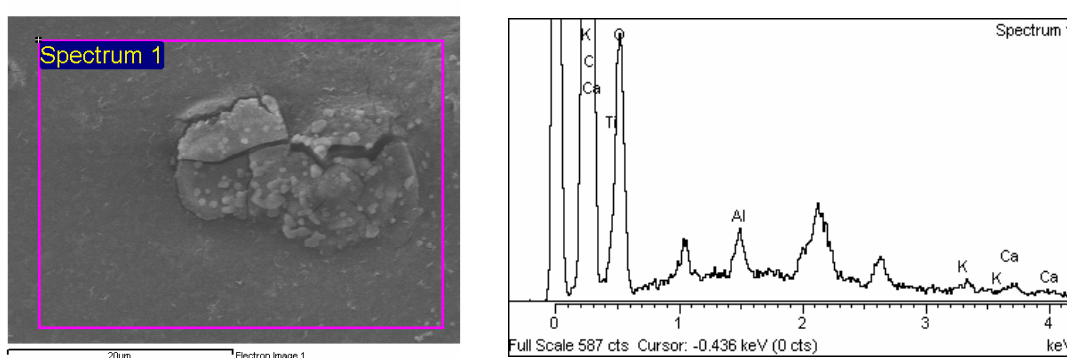


Tabla 12

Figura 23. Espectro e imagen obtenidos por SEM de la zona estudiada

La figura 24 muestra el recubrimiento obtenido en el proceso de electrodeposición, confirmando la presencia de ácido poliláctico y del biovidrio en toda el área del recubrimiento, en la figura 25, se señalan los núcleos de biovidrio sobre la matriz polimérica;

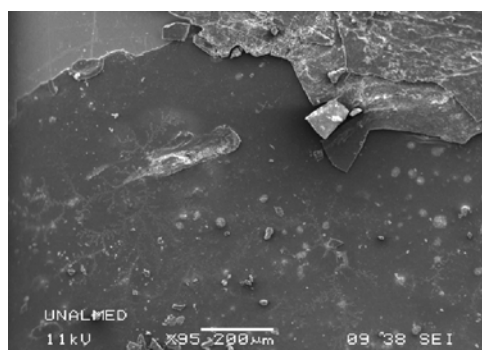


Figura 24. Micrografía del Recubrimiento

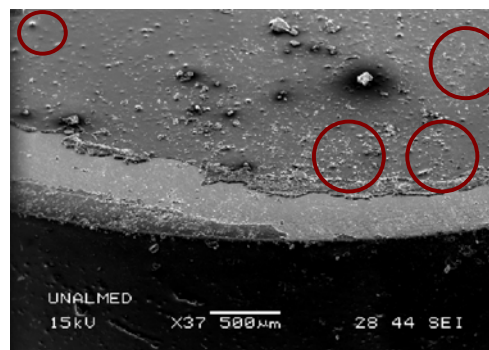


Figura 25. Núcleos de Biovidrio en la Matriz Polimerica.

Aunque la presencia del biovidrio en la superficie es uniforme, se presenta mayor concentración en algunas zonas, lo cual se confirma con las micrografías obtenidas y con el análisis por EDS realizado.

Al realizar el barrido electrónico con la probeta inclinada, se logra apreciar el espesor alcanzado por el recubrimiento (figura 26), aunque no sea una medida cuantitativa se percibe un espesor considerable que se comprueba en los ensayos de espectroscopia de impedancia electroquímica.

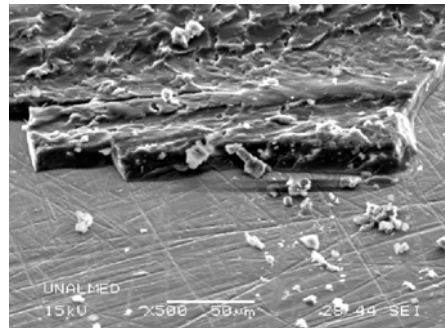


Figura 26. SEM del recubrimiento obtenido mediante inclinación de la muestra

CONCLUSIONES

- Considerando los resultados favorables obtenidos en esta investigación, se puede decir que es importante resaltar que la misma, abre las puertas a nuevos trabajos en el área de los biomateriales, donde se podrían generar aplicaciones importantes con fines biomédicos, ya que como se dijo anteriormente, se han realizado varios estudios sobre materiales compuestos donde se involucran el ácido poliláctico y el Biovidrio, pero no se tienen registros de procesos de electrodeposición utilizando dichos materiales.
- La concentración de biovidrio en la solución utilizada para realizar la electrodeposición, afecta las propiedades de degradación del recubrimiento obtenido de forma directa, esto causado posiblemente por las discontinuidades en la matriz polimérica debido a la presencia de las partículas de vidrio, que conllevan a la penetración del fluido en la interfaz Acido poliláctico - Biovidrio y por lo tanto al aceleramiento del proceso de degradación.
- Se logró obtener por electrodeposición, recubrimientos de Ácido Poliláctico/Biovidrio (fosfato de calcio) sobre sustratos de Ti6Al4V, realizando la caracterización electroquímica, morfológica y de composición del recubrimiento satisfactoriamente, generando de esta forma una nueva alternativa de recubrimientos con propiedades interesantes para el sector biomédico.
- Debido a la ausencia de investigaciones anteriores del sistema de interés, los resultados de la prueba de voltametría cíclica sirvieron solamente para generar observaciones cualitativas importantes de la mecánica de degradación del recubrimiento, que dan una idea general de lo que en el proceso ocurrido durante la prueba.

RECOMENDACIONES

- Se recomienda para futuras investigaciones ampliar el rango de trabajo de las variables del proceso de electrodeposición, con el fin de encontrar un efecto más claro de las mismas, en las propiedades finales del recubrimiento.
- Los resultados cualitativos obtenidos en la prueba de voltametría cíclica son el punto de partida para futuras investigaciones que permitan cuantificar las propiedades de degradación del recubrimiento y obtener las reacciones que ocurren durante dicho proceso.
- Futuros estudios pueden estar enfocados al análisis de los efectos del biovidrio en variables respuesta diferentes a la de esta investigación, con el fin de poder optimizar las mejores condiciones de trabajo para obtener un recubrimiento con propiedades óptimas de acuerdo a su aplicación final.
- Se recomienda realizar un análisis estadístico de las pruebas de caracterización morfológica y de composición, que generaría una visión más amplia del proceso de electrodeposición de esta clase de materiales compuestos.

BIBLIOGRAFIA

- [1]. SPRINGER N. The story of Bioglass[®] . Journal of Materials Science: Materials in Medicine. 2006
- [2]http://www.tdx.cesca.es/TESIS_UPC/AVAILABLE/TDX-0315106%20144530//02Mnt02de11.pdf
- [3] RODRIGUEZ RUIZ, Daniel. Obtención de capas de nitruro de titanio mediante tratamiento termoquímico en titanio y Ti6Al4V y caracterización de sus propiedades para aplicaciones biomédicas.
- [4] BELLO GIL, Daniel. Revisión sobre plásticos biodegradables con especial énfasis en los polilactatos. Revista ICIDCA Volumen 38 No 3. Cuba, 2004.
- [5] GOMEZ MESA, Victor Javier. CARUBO MANTILLA, Laura Andrea. Electrodeposición magnética en materiales conductores. Escuela de Ingeniería Química, Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga. 2005.
- [6] http://es.wikipedia.org/wiki/Espectroscopia_infrarroja
- [7]http://www.tdx.cesca.es/TESIS_UPC/AVAILABLE/TDX-0529101-130232//07CAP5.pdf
- [8] GONZALEZ Pilar, PARADA Diana. Obtención, Electrodeposición y Caracterización de un Polímero Bioabsorbible a partir de Ácido L – Láctico para Aplicaciones Biomédicas. Escuela de Ingeniería Química. Universidad Industrial de Santander. 2007
- [9]http://www.stratasys.com/uploadedFiles/North_America/Products/Arcam/Ti6Al4V%20ELI%20matspecFIN.pdf
- [10]<http://materiales.eia.edu.co/ciencia%20de%20los%20materiales/articulo-materiales%20biodegradables.htm>
- [11] <http://mse.iastate.edu/microscopy/>
- [12] <http://www.hydroxyapatite.com/>
- [13]. URAL E, KESENCI K, FAMBRI L, MIGLIARESI C, PISKIN E. Poly(D,L-lactide/ε-caprolactone)/ hydroxyapatite composites. Biomaterials 2000.

[14] KELLEY BS, DUNN RL, CASPER RA. Totally resorbable high-strength composite materials. In: Gebelein GC, editor. Advances in Biomedical Polymers. New York: Plenum Press, 1987.

[15] ORTIZ Reynaldo, MARTINEZ Yris. Pràcticas de Electroanalítica. Universidad de los Andes. Mèrida 2003.

[16] Marcos J.L. SANTOS Emerson, M. Girotto , NOGUEIRA Ana. Photoelectrochemical properties of poly(terthiophene) films modified with a fullerene derivative. Departamento de Quìmica, Universidade Estadual de Maringà, UEM. Universidade Estadual de Campinas, UNICAMP. 2006

ANEXOS

Anexo A. Procedimiento de Preparación de la Solución Ringer.

Para la preparación de la solución utilizada en las pruebas de caracterización electroquímica se utilizan los siguientes reactivos para preparar un litro de solución Ringer:

Tabla A1. Reactivos Utilizados en la Preparación de la solución Ringer

Reactivo	Cantidad (g)
NaCl	8.6
KCl	0.374
CaCl ₂	0.374

Luego de aforar con agua desionizada hasta 1000 ml se procede a ajustar el pH de dicha solución con 2.44 g/L de NaHCO₃ a un valor entre 6 y 7.4.



Figura A1. Reactivos utilizados para la preparación de la solución Ringer.

Anexo B. Resultados Obtenidos en la Caracterización Electroquímica mediante EIS.

En las siguientes tablas y graficas se muestran los resultados obtenidos.

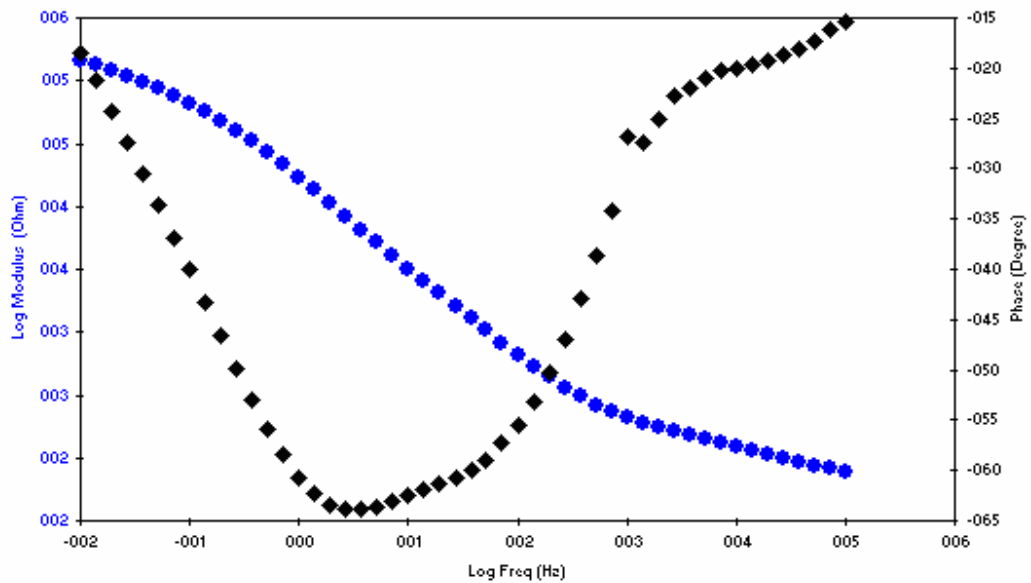


Figura B1. Diagrama de Bode probeta 1

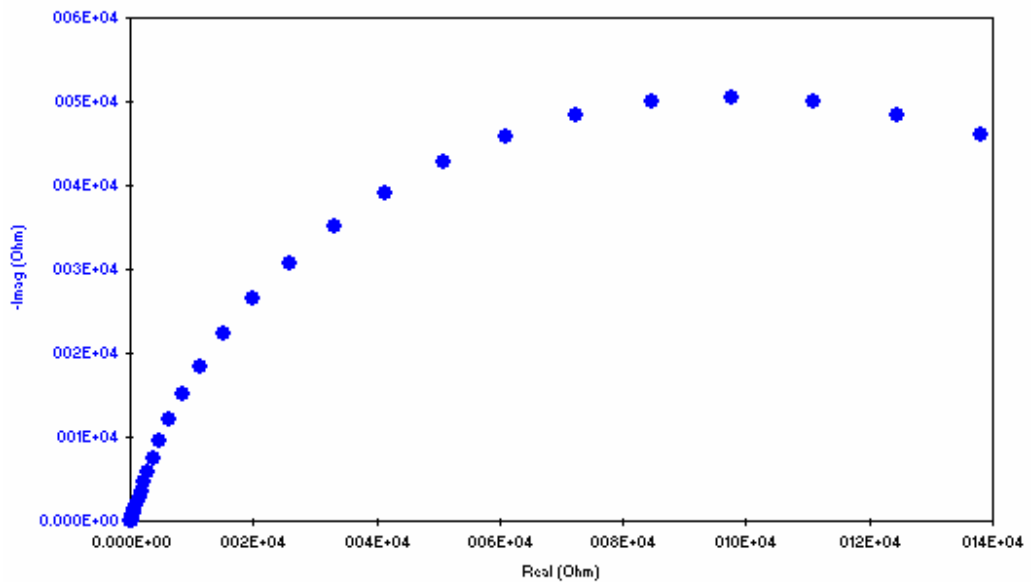


Figura B2. Diagrama de Nyquist probeta 1

Tabla B1. Datos de la prueba EIS para la probeta 1

Pt	Time	Freq	Zreal	Zimag	Zsig	Zmod	Zphz	Idc	Vdc	IRange
0	4	100007	75,6562	-20,7181	1	78,4417	-15,3147	-0,000149	-0,107745	10
1	7	71972,7	79,0208	-22,9083	1	82,2744	-16,167	-0,000157	-0,109035	10
2	9	51803,4	83,1045	-25,8589	1	87,0348	-17,2841	-0,000158	-0,109623	10
3	12	37285,2	88,4165	-28,736	1	92,9691	-18,0045	-0,000159	-0,109608	10
4	14	26829,4	94,4393	-31,9042	1	99,683	-18,6664	-0,000159	-0,109607	10
5	17	19300,3	100,934	-35,2343	1	106,907	-19,2432	-0,000154	-0,108388	10
6	21	13899,7	108,48	-38,7923	1	115,207	-19,677	-1,49E-05	-0,107357	9
7	23	9998,2	115,98	-42,3743	1	123,478	-20,0703	-1,48E-05	-0,108431	9
8	26	7195,04	124,204	-45,873	1	132,405	-20,271	-1,50E-05	-0,108436	9
9	29	5180,17	132,678	-51,1008	1	142,178	-21,0642	-1,48E-05	-0,108413	9
10	32	3727,36	141,365	-57,1499	1	152,48	-22,0121	-1,53E-05	-0,108366	9
11	35	2682,1	151,267	-63,3547	1	163,998	-22,7253	-1,28E-05	-0,109035	9
12	38	1930,38	159,763	-74,9079	1	176,452	-25,1204	-1,50E-05	-0,108438	9
13	41	1389,32	169,264	-87,9383	1	190,744	-27,4534	-1,64E-05	-0,107314	9
14	44	999,95	189,691	-95,633	1	212,434	-26,7551	-1,49E-05	-0,108476	9
15	47	719,657	191,695	-130,004	1	231,62	-34,1444	-1,48E-05	-0,108438	9
16	51	517,851	205,541	-164,486	1	263,254	-38,6688	-1,55E-05	-0,108382	9
17	55	372,626	223,734	-207,89	1	305,41	-42,8976	-1,50E-05	-0,108412	9
18	57	268,321	248,06	-265,165	1	363,106	-46,9088	-1,50E-05	-0,108413	9
19	59	193,132	280,404	-338,429	1	439,5	-50,3568	-1,51E-05	-0,108409	9
20	61	138,97	322,064	-430,496	1	537,636	-53,199	-1,51E-06	-0,108418	8
21	63	100,009	376,19	-547,277	1	664,102	-55,496	-1,58E-06	-0,10841	8
22	65	71,9782	445,512	-694,874	1	825,428	-57,3345	-1,57E-06	-0,108411	8
23	68	50,0083	544,97	-904,494	1	1055,98	-58,9305	-1,63E-06	-0,10841	8
24	70	37,5081	645,245	-1112,42	1	1286,01	-59,8847	-1,62E-06	-0,108403	8
25	72	27,2784	784,071	-1396,99	1	1601,98	-60,6963	-1,63E-06	-0,108404	8
26	74	19,3547	973,16	-1781,86	1	2030,29	-61,3588	-1,67E-06	-0,10841	8
27	76	13,9512	1198,87	-2245,64	1	2545,62	-61,9038	-1,61E-06	-0,108403	8
28	79	9,9987	1482,82	-2846,26	1	3209,35	-62,4818	-1,59E-06	-0,108403	8

29	82	7,22893	1829,09	-3594,39	1	4033,02	-63,0296	-1,58E-06	-0,108413	8
30	85	5,17443	2281,09	-4587,29	1	5123,14	-63,5606	-2,43E-07	-0,108412	7
31	87	3,72715	2872,26	-5850,91	1	6517,9	-63,8532	-2,35E-07	-0,10841	7
32	90	2,67848	3677,7	-7470,86	1	8327,02	-63,7902	-2,48E-07	-0,108413	7
33	93	1,9297	4762,32	-9496,78	1	10624	-63,3677	-1,65E-07	-0,107948	7
34	98	1,38953	6300,63	-11995,3	1	13549,3	-62,2889	-1,65E-07	-0,107943	7
35	103	1,00006	8430,17	-15005,3	1	17211,3	-60,6722	-1,42E-07	-0,107779	7
36	107	0,719184	11322,5	-18480,3	1	21673	-58,505	-1,50E-07	-0,107773	7
37	113	0,517933	15116,2	-22338,9	1	26972,6	-55,9148	-1,53E-07	-0,107778	7
38	119	0,372716	19962,3	-26490,1	1	33169,6	-52,9992	-1,54E-07	-0,107779	7
39	129	0,268139	25942,2	-30772,3	1	40248,4	-49,8679	-1,54E-07	-0,107775	7
40	141	0,193101	33070,7	-35000,4	1	48152,8	-46,6238	-4,79E-08	-0,107776	6
41	158	0,138983	41353,6	-39022,5	1	56858,4	-43,3388	-4,86E-08	-0,107774	6
42	180	0,099994	50759,4	-42694,5	1	66327,5	-40,0677	-4,78E-08	-0,107777	6
43	201	0,071978	61146,2	-45829,4	1	76414,6	-36,8517	-4,79E-08	-0,107778	6
44	230	0,051781	72514,2	-48295,9	1	87125,2	-33,6644	-4,87E-08	-0,107781	6
45	270	0,037261	84733,8	-49923,1	1	98347	-30,5056	-4,80E-08	-0,107775	6
46	325	0,026835	97523	-50495,4	1	109821	-27,3741	-4,72E-08	-0,107777	6
47	401	0,019303	110815	-50015,7	1	121579	-24,2919	-4,55E-08	-0,107778	6
48	505	0,0139	124364	-48435,7	1	133463	-21,2793	-4,50E-08	-0,107779	6
49	650	0,010001	137976	-45986,2	1	145438	-18,4328	-4,43E-08	-0,107786	6

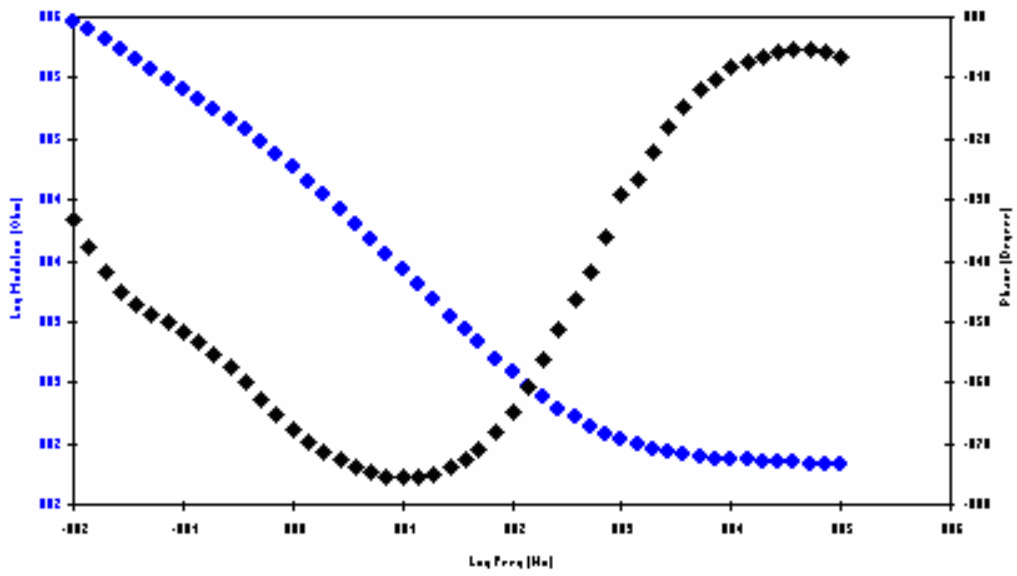


Figura B3. Diagrama de Bode probeta 2

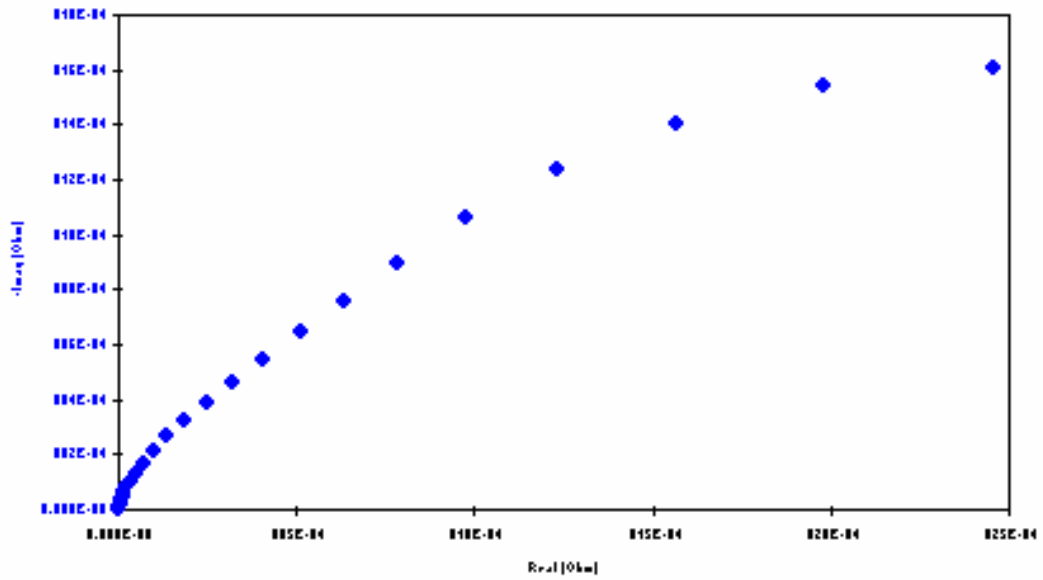


Figura B4. Diagrama de Nyquist probeta 2

Tabla B2. Datos de la prueba EIS para la probeta 2

Pt	Time	Freq	Zreal	Zimag	Zsig	Zmod	Zphz	Idc	Vdc	IRange
0	5	100007	67,843	-7,6306	1	68,2708	-6,41733	-1,27E-05	-0,130007	9
1	7	71972,7	67,9375	-6,91663	1	68,2887	-5,81318	-0,00015	-0,129932	10
2	10	51803,4	68,5942	-6,6296	1	68,9138	-5,52046	-0,000156	-0,130128	10
3	12	37285,2	69,2577	-6,58407	1	69,5699	-5,43058	-0,000158	-0,129141	10
4	15	26829,4	69,9354	-6,92207	1	70,2772	-5,65261	-0,000149	-0,129006	10
5	17	19300,3	70,8558	-7,99453	1	71,3054	-6,43735	-0,000154	-0,129121	10
6	21	13899,7	72,2213	-9,37154	1	72,8268	-7,39347	-0,000148	-0,129006	10
7	23	9998,2	73,1586	-10,8052	1	73,9523	-8,40163	-0,000154	-0,129075	10
8	27	7195,04	74,4362	-13,6726	1	75,6815	-10,4082	-0,000154	-0,129029	10
9	29	5180,17	76,0147	-16,2243	1	77,7268	-12,0482	-0,000152	-0,129106	10
10	33	3727,36	77,6551	-20,6124	1	80,3441	-14,8655	-1,33E-05	-0,129089	9
11	36	2682,1	79,764	-26,1461	1	83,9399	-18,1488	-1,24E-05	-0,129124	9
12	38	1930,38	82,7827	-33,5605	1	89,3268	-22,0679	-1,51E-05	-0,129071	9
13	41	1389,32	86,157	-43,0423	1	96,31	-26,5458	-1,59E-05	-0,128072	9
14	43	999,95	94,4509	-52,5403	1	108,081	-29,0859	-1,46E-05	-0,129079	9
15	46	719,657	96,662	-70,9682	1	119,916	-36,2858	-1,45E-05	-0,129075	9
16	49	517,851	103,294	-92,0101	1	138,331	-41,6933	-1,45E-05	-0,129073	9
17	52	372,626	112,113	-117,595	1	162,474	-46,367	-1,49E-05	-0,12908	9
18	54	268,321	121,772	-151,817	1	194,619	-51,2671	-1,51E-05	-0,129062	9
19	56	193,132	132,812	-197,702	1	238,17	-56,1076	-1,50E-05	-0,129076	9
20	58	138,97	145,996	-259,835	1	298,042	-60,6691	-1,50E-05	-0,129079	9
21	60	100,009	162,502	-343,952	1	380,408	-64,7114	-1,51E-05	-0,129065	9
22	63	71,9782	184,202	-457,767	1	493,438	-68,0805	-1,49E-05	-0,129072	9
23	65	50,0083	216,911	-629,292	1	665,627	-70,9814	-1,48E-06	-0,129074	8
24	67	37,5081	252,991	-811,446	1	849,97	-72,6837	-1,63E-06	-0,129075	8
25	69	27,2784	307,278	-1075,09	1	1118,14	-74,0491	-1,62E-06	-0,129062	8
26	71	19,3547	390,479	-1455,1	1	1506,58	-74,9784	-1,69E-06	-0,129064	8
27	73	13,9512	503,023	-1938,52	1	2002,72	-75,4532	-1,58E-06	-0,129061	8

28	76	9,9987	667,449	-2591,6	1	2676,17	-75,5577	-1,56E-06	-0,129069	8
29	79	7,22893	896,564	-3433,96	1	3549,07	-75,3674	-1,53E-06	-0,129067	8
30	82	5,17443	1241,77	-4569,04	1	4734,77	-74,7954	-1,61E-06	-0,129073	8
31	85	3,72715	1727,34	-6026,79	1	6269,44	-74,0072	-1,99E-07	-0,129069	7
32	87	2,67848	2450,73	-7898,95	1	8270,4	-72,7629	-2,45E-07	-0,129073	7
33	91	1,9297	3463,64	-10266,2	1	10834,7	-71,3564	-1,36E-07	-0,128598	7
34	95	1,38953	4932,62	-13231,2	1	14120,7	-69,5544	-1,37E-07	-0,128596	7
35	100	1,00006	6995,41	-16885,1	1	18276,9	-67,4961	-1,19E-07	-0,128444	7
36	105	0,719184	9837,7	-21250,7	1	23417,3	-65,159	-1,25E-07	-0,128435	7
37	110	0,517933	13615,5	-26349,6	1	29659,4	-62,6735	-1,27E-07	-0,128443	7
38	117	0,372716	18514,8	-32190,6	1	37135,4	-60,0941	-1,29E-07	-0,128444	7
39	126	0,268139	24650,2	-38761,8	1	45935,9	-57,5461	-1,30E-07	-0,128443	7
40	138	0,193101	32030,2	-46095,8	1	56131,6	-55,206	-2,42E-08	-0,128448	6
41	155	0,138983	40724,1	-54424,4	1	67974	-53,1936	-2,54E-08	-0,128449	6
42	178	0,099994	50928,9	-64171	1	81924,8	-51,563	-2,60E-08	-0,128451	6
43	199	0,071978	63047,6	-75771,1	1	98571	-50,2369	-2,64E-08	-0,128451	6
44	228	0,051781	78134,5	-89741,4	1	118990	-48,9551	-2,67E-08	-0,128453	6
45	267	0,037261	97721	-106055	1	144212	-47,3419	-2,69E-08	-0,12845	6
46	322	0,026835	123526	-123795	1	174882	-45,0621	-2,74E-08	-0,128442	6
47	398	0,019303	157023	-140671	1	210819	-41,856	-2,79E-08	-0,128455	6
48	503	0,0139	198348	-154064	1	251152	-37,8378	-2,78E-08	-0,128443	6
49	648	0,010001	245904	-160555	1	293678	-33,1411	-2,69E-08	-0,128459	6

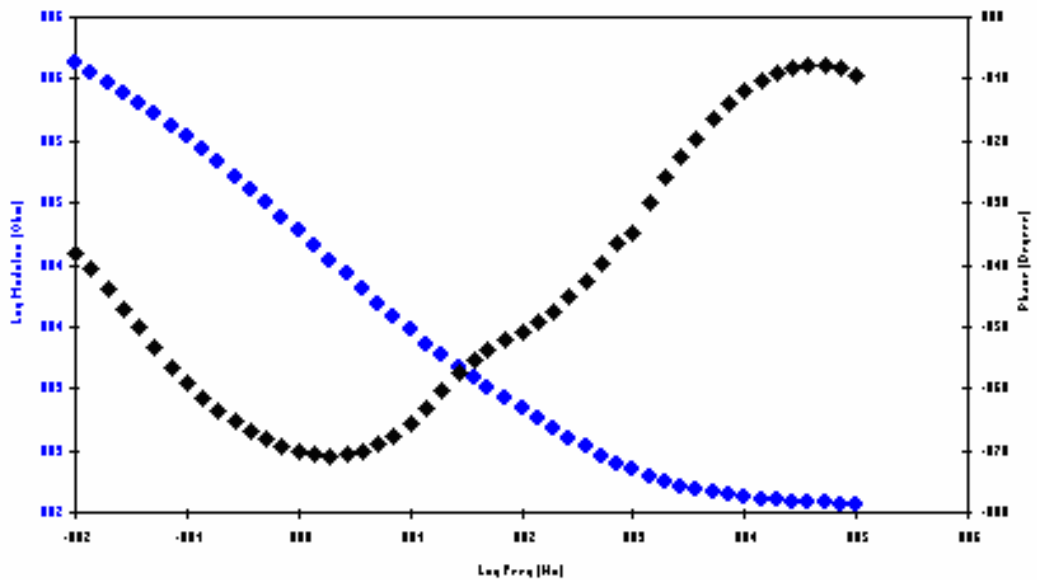


Figura B5. Diagrama de Bode probeta 3

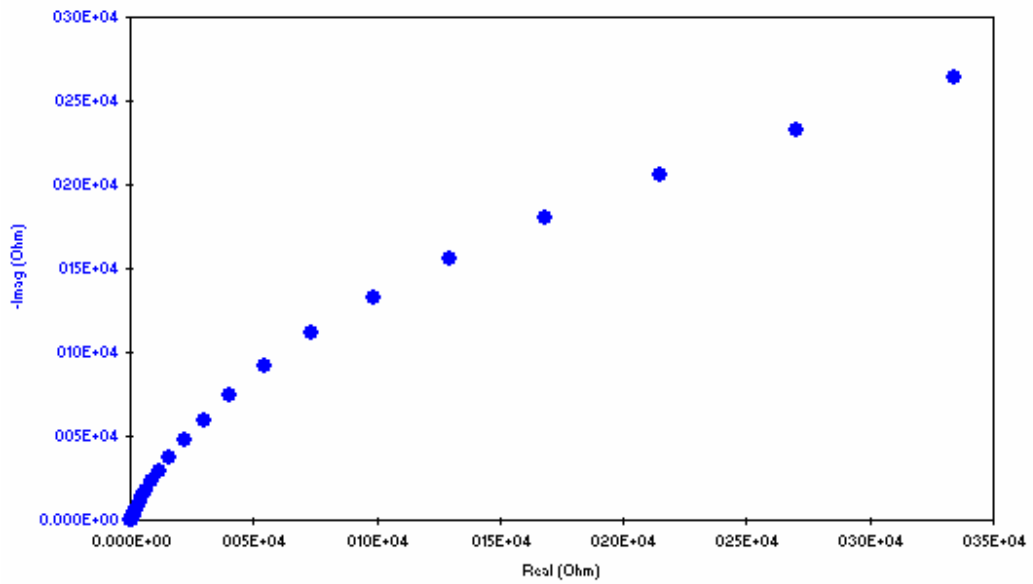


Figura B6. Diagrama de Nyquist probeta 3

Tabla B3. Datos de la prueba EIS para la probeta 3

Pt	Time	Freq	Zreal	Zimag	Zsig	Zmod	Zphz	Idc	Vdc	IRange
0	4	100007	114,174	-19,095	1	115,759	-9,49458	-1,47E-05	-0,179235	9
1	7	71972,7	115,741	-16,7484	1	116,947	-8,23385	-1,67E-05	-0,18013	9
2	9	51803,4	117,853	-15,9304	1	118,925	-7,6981	-1,65E-05	-0,180106	9
3	11	37285,2	119,536	-16,2891	1	120,641	-7,75987	-1,64E-05	-0,180131	9
4	14	26829,4	121,146	-17,6649	1	122,427	-8,29614	-1,43E-05	-0,181005	9
5	16	19300,3	123,608	-19,7339	1	125,173	-9,07068	-1,45E-05	-0,180208	9
6	19	13899,7	125,734	-22,6575	1	127,759	-10,2152	-1,59E-05	-0,179169	9
7	21	9998,2	129,132	-27,1898	1	131,963	-11,8904	-1,52E-05	-0,180199	9
8	24	7195,04	132,788	-32,7651	1	136,77	-13,8607	-1,52E-05	-0,180186	9
9	27	5180,17	136,883	-40,7189	1	142,811	-16,5663	-1,51E-05	-0,180193	9
10	29	3727,36	142,61	-50,4697	1	151,277	-19,4888	-1,54E-05	-0,180179	9
11	32	2682,1	149,395	-62,1357	1	161,801	-22,5832	-1,46E-05	-0,181022	9
12	35	1930,38	158,379	-77,4167	1	176,287	-26,0497	-1,50E-05	-0,180183	9
13	38	1389,32	168,986	-96,568	1	194,632	-29,7462	-1,68E-05	-0,180114	9
14	40	999,95	183,662	-127,328	1	223,481	-34,7326	-1,52E-05	-0,180187	9
15	43	719,657	199,649	-148,481	1	248,81	-36,6385	-1,52E-05	-0,180223	9
16	46	517,851	221,443	-185,687	1	288,993	-39,9809	-1,49E-05	-0,180201	9
17	50	372,626	248,18	-228,274	1	337,198	-42,6077	-1,52E-05	-0,1802	9
18	52	268,321	281,197	-283,067	1	398,997	-45,1899	-1,52E-05	-0,1802	9
19	54	193,132	322,416	-350,94	1	476,562	-47,4256	-1,52E-05	-0,180196	9
20	56	138,97	373,008	-433,629	1	571,987	-49,2978	-1,46E-06	-0,180209	8
21	58	100,009	436,204	-535,349	1	690,56	-50,8267	-1,59E-06	-0,180207	8
22	60	71,9782	511,024	-659,004	1	833,926	-52,2083	-1,58E-06	-0,180205	8
23	63	50,0083	606,598	-829,664	1	1027,77	-53,8281	-1,59E-06	-0,180193	8
24	65	37,5081	689,199	-999,57	1	1214,14	-55,4139	-1,61E-06	-0,180198	8
25	67	27,2784	787,582	-1241,96	1	1470,63	-57,6194	-1,59E-06	-0,180192	8
26	69	19,3547	906,402	-1593,11	1	1832,91	-60,3622	-1,60E-06	-0,180203	8

27	71	13,9512	1041,99	-2048,42	1	2298,21	-63,0383	-1,59E-06	-0,1802	8
28	74	9,9987	1217,24	-2674,45	1	2938,42	-65,528	-1,56E-06	-0,180189	8
29	77	7,22893	1441,6	-3483,82	1	3770,31	-67,5203	-1,55E-06	-0,180189	8
30	80	5,17443	1761,37	-4591,07	1	4917,35	-69,0106	-1,57E-06	-0,180204	8
31	82	3,72715	2193,11	-6026,2	1	6412,86	-70,0021	-1,96E-07	-0,180197	7
32	85	2,67848	2791,09	-7913,03	1	8390,84	-70,5712	-2,23E-07	-0,1802	7
33	89	1,9297	3598,07	-10351,8	1	10959,3	-70,8336	-1,42E-07	-0,179725	7
34	93	1,38953	4745,43	-13501,9	1	14311,5	-70,6352	-1,42E-07	-0,179723	7
35	98	1,00006	6324,77	-17583	1	18685,9	-70,2159	-1,29E-07	-0,179566	7
36	102	0,719184	8576,75	-22751,6	1	24314,5	-69,3448	-1,36E-07	-0,179557	7
37	108	0,517933	11678,3	-29253,2	1	31498,2	-68,2374	-1,37E-07	-0,179562	7
38	115	0,372716	15962,6	-37379,5	1	40645,2	-66,8755	-1,38E-07	-0,179564	7
39	124	0,268139	21834,8	-47407,3	1	52193,9	-65,2702	-3,31E-08	-0,179555	6
40	136	0,193101	29832,8	-59539,2	1	66595,1	-63,3863	-3,24E-08	-0,179555	6
41	153	0,138983	40465,9	-74145,1	1	84468,8	-61,3758	-3,59E-08	-0,179561	6
42	175	0,099994	54767,2	-91337,1	1	106498	-59,0524	-3,67E-08	-0,179563	6
43	197	0,071978	73669,2	-111050	1	133264	-56,4403	-3,77E-08	-0,179559	6
44	226	0,051781	98729	-132463	1	165209	-53,3016	-3,78E-08	-0,179566	6
45	265	0,037261	129749	-155961	1	202876	-50,2419	-3,82E-08	-0,179566	6
46	320	0,026835	168419	-180451	1	246835	-46,9754	-3,81E-08	-0,179559	6
47	396	0,019303	215028	-205775	1	297625	-43,7404	-3,90E-08	-0,179559	6
48	501	0,0139	269903	-233135	1	356650	-40,8196	-3,95E-08	-0,179558	6
49	646	0,010001	334057	-263490	1	425466	-38,2649	-3,94E-08	-0,179562	6

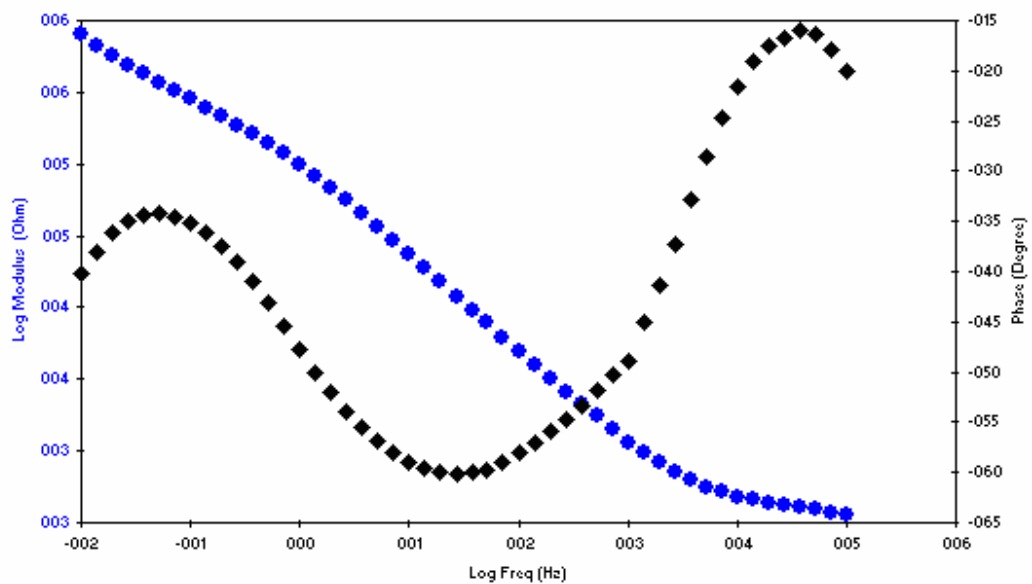


Figura B7. Diagrama de Bode probeta 4

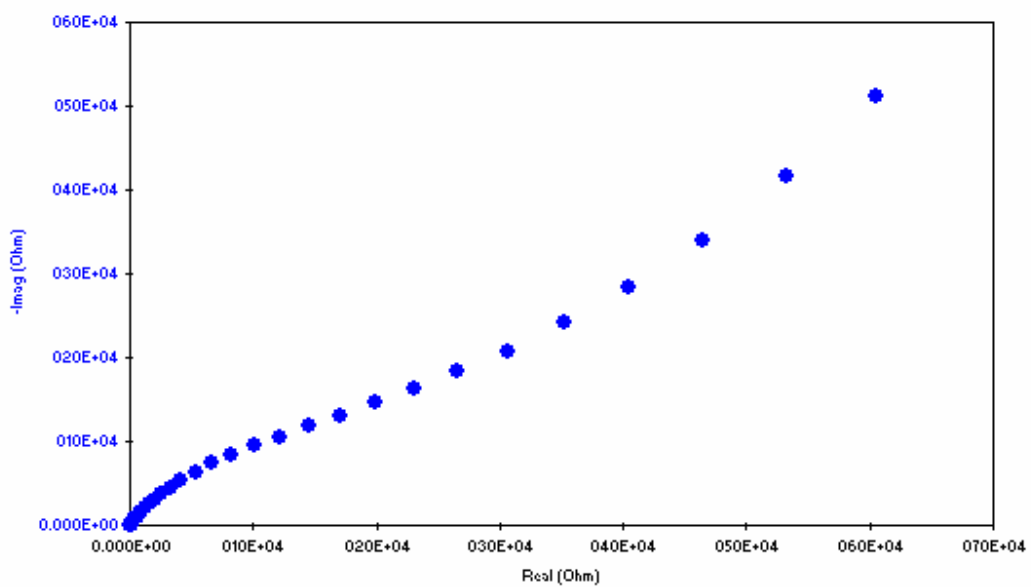


Figura B8. Diagrama de Nyquist probeta 4

Tabla B4. Datos de la Prueba EIS para la Probeta 4

Pt	Time	Freq	Zreal	Zimag	Zsig	Zmod	Zphz	Idc	Vdc	IRange
0	4	100007	339,579	-123,954	1	361,495	-20,0533	-1,52E-05	-0,138273	9
1	6	71972,7	356,662	-114,751	1	374,667	-17,8349	-1,44E-05	-0,137843	9
2	8	51803,4	372,447	-109,821	1	388,3	-16,4289	-1,45E-05	-0,139526	9
3	10	37285,2	386,841	-110,422	1	402,292	-15,9311	-1,51E-05	-0,137723	9
4	12	26829,4	399,564	-119,661	1	417,098	-16,6719	-1,43E-06	-0,139117	8
5	14	19300,3	414,935	-131,224	1	435,191	-17,5497	-1,53E-06	-0,138553	8
6	17	13899,7	429,601	-148,647	1	454,591	-19,0862	-1,57E-06	-0,137814	8
7	19	9998,2	447,143	-177,137	1	480,951	-21,6112	-1,43E-06	-0,138532	8
8	21	7195,04	467,678	-214,133	1	514,37	-24,6014	-1,50E-06	-0,138557	8
9	23	5180,17	490,172	-267,286	1	558,31	-28,6032	-1,41E-06	-0,138555	8
10	26	3727,36	520,89	-336,273	1	620,005	-32,8452	-1,48E-06	-0,138577	8
11	28	2682,1	561,257	-427,46	1	705,501	-37,2934	-1,03E-06	-0,139431	8
12	31	1930,38	617,121	-544,245	1	822,824	-41,4094	-1,57E-06	-0,138557	8
13	34	1389,32	692,724	-694,646	1	981,02	-45,0794	-9,36E-07	-0,13946	8
14	36	999,95	745,201	-854,059	1	1133,46	-48,894	-1,56E-06	-0,138568	8
15	40	719,657	916,073	-1100,93	1	1432,21	-50,2364	-1,48E-06	-0,138573	8
16	43	517,851	1073,53	-1368,92	1	1739,66	-51,8957	-1,58E-06	-0,13857	8
17	47	372,626	1268,68	-1707,27	1	2127,04	-53,3838	-1,51E-06	-0,138579	8
18	49	268,321	1505,14	-2122,76	1	2602,22	-54,6615	-1,52E-06	-0,138571	8
19	51	193,132	1792,26	-2645,32	1	3195,29	-55,8815	-1,50E-06	-0,13858	8
20	53	138,97	2144,51	-3307,03	1	3941,49	-57,0378	-1,50E-06	-0,138578	8
21	56	100,009	2582,58	-4147,08	1	4885,49	-58,0876	-1,51E-06	-0,138572	8
22	58	71,9782	3135,71	-5213,77	1	6084,09	-58,9761	-1,50E-07	-0,138573	7
23	60	50,0083	3935,6	-6728,6	1	7795,06	-59,6763	-1,64E-07	-0,138579	7
24	62	37,5081	4747,99	-8226,99	1	9498,78	-60,0097	-1,64E-07	-0,138569	7
25	64	27,2784	5891,65	-10266,4	1	11836,9	-60,1496	-1,64E-07	-0,138562	7
26	67	19,3547	7502,84	-12986,4	1	14998	-59,983	-1,67E-07	-0,138576	7
27	69	13,9512	9505,3	-16200,3	1	18783	-59,5983	-1,61E-07	-0,138567	7

28	71	9,9987	12160,6	-20189,8	1	23569,2	-58,9388	-1,62E-07	-0,138568	7
29	74	7,22893	15510,5	-24881,8	1	29320,3	-58,0619	-1,60E-07	-0,138565	7
30	78	5,17443	19949,6	-30622,2	1	36547,3	-56,9168	-1,67E-07	-0,138553	7
31	80	3,72715	25589,4	-37288,9	1	45224,7	-55,5402	-1,65E-07	-0,138561	7
32	83	2,67848	32804,9	-44970,4	1	55664,2	-53,8901	-3,14E-08	-0,138565	6
33	86	1,9297	41769,8	-53655,8	1	67997,5	-52,1001	-2,31E-08	-0,138086	6
34	90	1,38953	53023	-63156,7	1	82463,4	-49,985	-2,33E-08	-0,138082	6
35	96	1,00006	66686,6	-73361,7	1	99142	-47,7288	-1,75E-08	-0,137931	6
36	100	0,719184	82723,6	-83810,9	1	117760	-45,3741	-1,93E-08	-0,13793	6
37	105	0,517933	101112	-94553,7	1	138435	-43,0802	-1,99E-08	-0,137932	6
38	112	0,372716	121880	-105704	1	161332	-40,9344	-2,03E-08	-0,137927	6
39	121	0,268139	145224	-117889	1	187051	-39,0688	-2,06E-08	-0,137921	6
40	134	0,193101	170992	-130958	1	215379	-37,4475	-2,08E-08	-0,137923	6
41	150	0,138983	199582	-145727	1	247122	-36,1354	-2,11E-08	-0,137932	6
42	173	0,099994	231242	-162686	1	282736	-35,1276	-2,10E-08	-0,137931	6
43	194	0,071978	265977	-182656	1	322656	-34,4787	-2,12E-08	-0,137927	6
44	223	0,051781	305821	-207856	1	369771	-34,2026	-2,13E-08	-0,137935	6
45	263	0,037261	351825	-240755	1	426314	-34,384	-2,13E-08	-0,137938	6
46	318	0,026835	404340	-283437	1	493789	-35,0299	-1,13E-08	-0,137931	5
47	393	0,019303	464033	-339629	1	575043	-36,2007	-1,14E-08	-0,137939	5
48	498	0,0139	532140	-417226	1	676203	-38,0983	-1,13E-08	-0,137938	5
49	643	0,010001	604983	-512369	1	792797	-40,2618	-1,11E-08	-0,137928	5

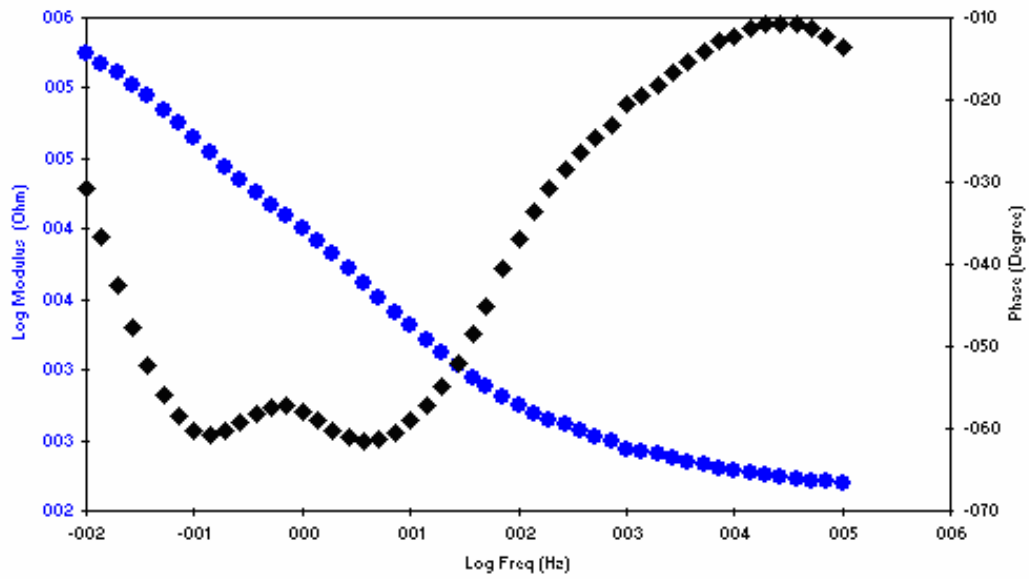


Figura B9. Diagrama de Bode probeta 5

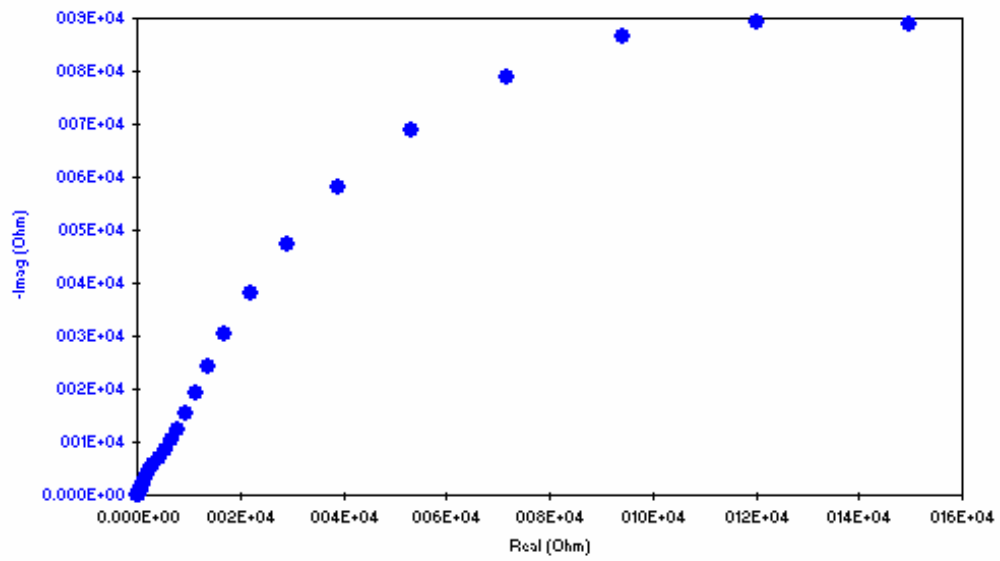


Figura B10. Diagrama de Nyquist probeta 5

Tabla B5. Datos de la Prueba EIS para la Probeta 5

Pt	Time	Freq	Zreal	Zimag	Zsig	Zmod	Zphz	Idc	Vdc	IRange
0	5	100007	152,354	-36,5885	1	156,686	-13,5041	-1,59E-05	-0,34875	9
1	7	71972,7	157,405	-33,9855	1	161,033	-12,1837	-1,64E-05	-0,348489	9
2	10	51803,4	161,318	-32,2646	1	164,513	-11,3103	-1,62E-05	-0,348078	9
3	12	37285,2	166,846	-31,5768	1	169,808	-10,7169	-1,72E-05	-0,348577	9
4	15	26829,4	171,985	-32,6092	1	175,049	-10,7361	-1,44E-05	-0,348273	9
5	17	19300,3	177,649	-34,0604	1	180,885	-10,8535	-1,56E-05	-0,348516	9
6	20	13899,7	183,647	-36,6836	1	187,275	-11,2962	-1,69E-05	-0,348596	9
7	23	9998,2	189,734	-41,3461	1	194,186	-12,2935	-1,55E-05	-0,348516	9
8	26	7195,04	196,653	-44,8558	1	201,704	-12,8491	-1,55E-05	-0,348517	9
9	29	5180,17	204,754	-51,2643	1	211,074	-14,0562	-1,54E-05	-0,348515	9
10	32	3727,36	214,236	-59,0101	1	222,215	-15,3999	-1,58E-05	-0,348524	9
11	35	2682,1	224,811	-67,3388	1	234,679	-16,6748	-1,62E-05	-0,34877	9
12	38	1930,38	237,249	-77,8091	1	249,682	-18,1576	-1,60E-05	-0,348481	9
13	42	1389,32	250,649	-89,124	1	266,022	-19,574	-1,60E-05	-0,348727	9
14	45	999,95	254,505	-95,084	1	271,687	-20,4858	-1,56E-05	-0,348508	9
15	49	719,657	283,687	-121,198	1	308,492	-23,1333	-1,59E-05	-0,348521	9
16	53	517,851	304,579	-139,847	1	335,15	-24,6622	-1,59E-05	-0,348494	9
17	57	372,626	329,36	-164,417	1	368,118	-26,5284	-1,57E-05	-0,348511	9
18	59	268,321	355,128	-192,894	1	404,134	-28,5093	-1,57E-05	-0,348508	9
19	61	193,132	382,495	-228,078	1	445,334	-30,8072	-1,55E-06	-0,348506	8
20	63	138,97	412,599	-273,448	1	494,986	-33,5342	-1,65E-06	-0,3485	8
21	66	100,009	445,393	-333,178	1	556,221	-36,7985	-1,64E-06	-0,348513	8
22	68	71,9782	482,221	-413,036	1	634,93	-40,581	-1,63E-06	-0,348497	8
23	70	50,0083	532,279	-533,706	1	753,766	-45,0767	-1,67E-06	-0,348496	8
24	72	37,5081	582,493	-659,087	1	879,599	-48,5302	-1,68E-06	-0,348493	8
25	74	27,2784	654,325	-836,674	1	1062,15	-51,9727	-1,69E-06	-0,348509	8
26	77	19,3547	758,03	-1082,31	1	1321,36	-54,9933	-1,69E-06	-0,348503	8
27	79	13,9512	888,671	-1381,31	1	1642,48	-57,2446	-1,64E-06	-0,348505	8

28	81	9,9987	1060,17	-1768,26	1	2061,72	-59,055	-1,64E-06	-0,3485	8
29	84	7,22893	1277,85	-2250,51	1	2587,99	-60,4118	-1,62E-06	-0,348504	8
30	88	5,17443	1579,85	-2885,62	1	3289,79	-61,2998	-1,70E-06	-0,348516	8
31	90	3,72715	1990,45	-3672,04	1	4176,82	-61,5399	-1,65E-06	-0,348498	8
32	93	2,67848	2557,31	-4627,57	1	5287,18	-61,0739	-2,62E-07	-0,348497	7
33	96	1,9297	3301,88	-5749,09	1	6629,82	-60,13	-1,62E-07	-0,348027	7
34	100	1,38953	4246,19	-7036,29	1	8218,24	-58,8903	-1,64E-07	-0,348025	7
35	106	1,00006	5367,95	-8535,1	1	10082,8	-57,8331	-1,33E-07	-0,347877	7
36	110	0,719184	6621,49	-10299,2	1	12244,1	-57,2624	-1,45E-07	-0,347876	7
37	115	0,517933	7983,57	-12486,6	1	14820,7	-57,4063	-1,49E-07	-0,347884	7
38	122	0,372716	9507,7	-15342,3	1	18049,5	-58,2133	-1,52E-07	-0,347881	7
39	131	0,268139	11341,6	-19123,5	1	22233,8	-59,3291	-1,54E-07	-0,34788	7
40	143	0,193101	13730,7	-24060,7	1	27702,9	-60,2878	-1,56E-07	-0,347877	7
41	160	0,138983	16996,5	-30291,4	1	34734	-60,7033	-1,58E-07	-0,347874	7
42	183	0,099994	21888,8	-38111,1	1	43949,7	-60,1295	-1,59E-07	-0,347873	7
43	204	0,071978	29033,9	-47418,5	1	55601,1	-58,5213	-5,09E-08	-0,347884	6
44	233	0,051781	39160,4	-57937,1	1	69930,3	-55,9447	-5,31E-08	-0,34788	6
45	273	0,037261	53217,5	-68887,6	1	87049,4	-52,3129	-5,47E-08	-0,347874	6
46	327	0,026835	71694,8	-78984,1	1	106671	-47,7696	-5,58E-08	-0,347877	6
47	403	0,019303	94359	-86393,1	1	127935	-42,4766	-5,61E-08	-0,34788	6
48	508	0,0139	120352	-89291,8	1	149859	-36,5726	-5,73E-08	-0,347879	6
49	653	0,010001	149595	-88792,1	1	173962	-30,6912	-5,99E-08	-0,347889	6

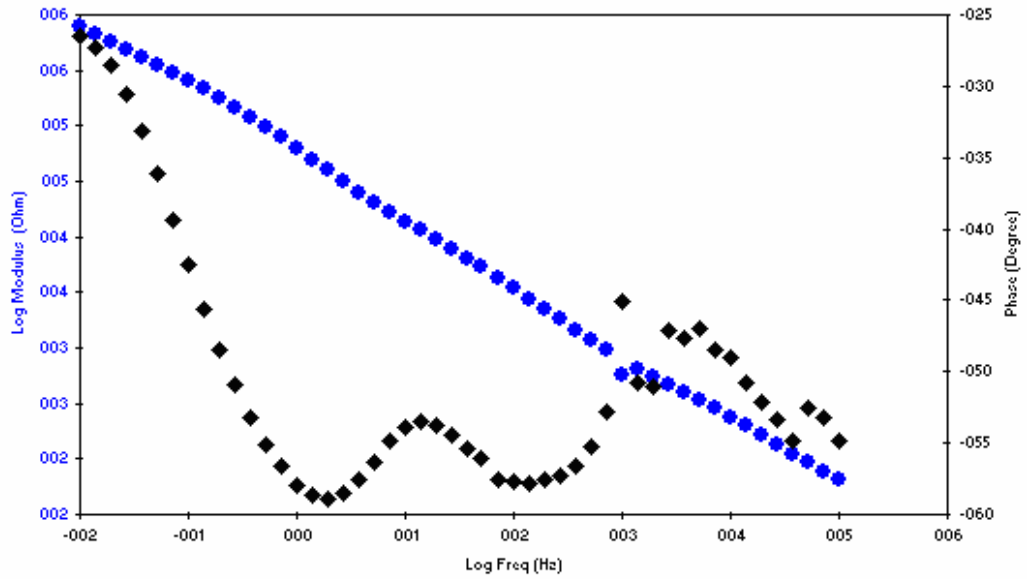


Figura B11. Diagrama de Bode probeta 6

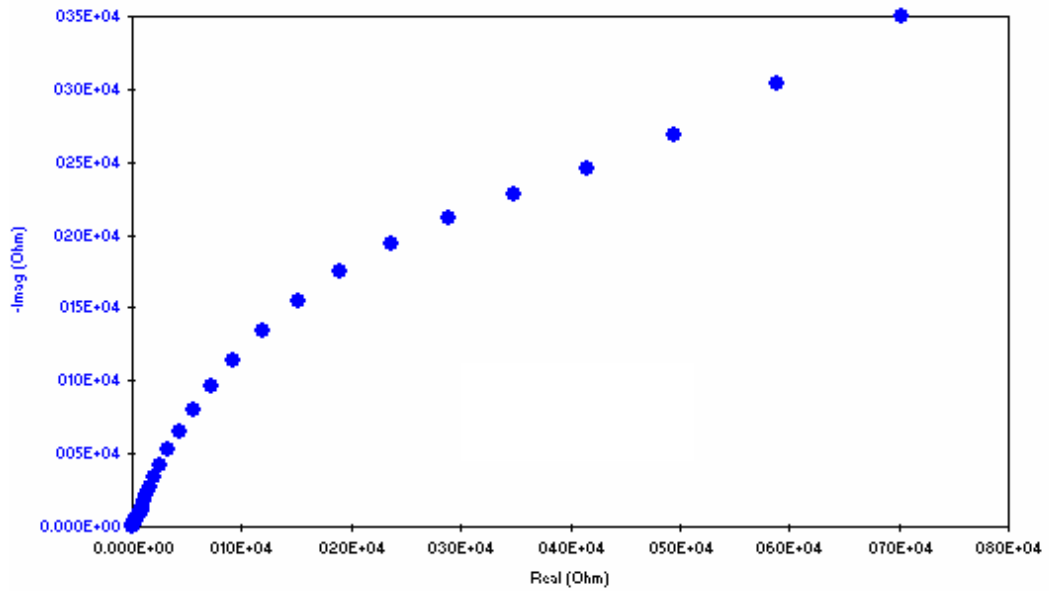


Figura B12. Diagrama de Nyquist probeta 6

Tabla B6. Datos de la Prueba EIS para la Probeta 6

Pt	Time	Freq	Zreal	Zimag	Zsig	Zmod	Zphz	Idc	Vdc	IRange
0	8	100007	36,874	-52,3003	1	63,9923	-54,8145	-0,000158	-0,049951	10
1	12	71972,7	46,5734	-62,4445	1	77,8999	-53,2831	-0,000149	-0,050395	10
2	14	51803,4	56,7374	-73,9801	1	93,2318	-52,5144	-0,000158	-0,046991	10
3	16	37285,2	64,1926	-90,9521	1	111,324	-54,7861	-1,58E-05	-0,0493	9
4	19	26829,4	80,8322	-108,78	1	135,525	-53,3848	-1,55E-05	-0,049274	9
5	23	19300,3	100,507	-129,565	1	163,978	-52,1984	-1,45E-05	-0,048787	9
6	27	13899,7	125,65	-153,71	1	198,531	-50,7358	-1,16E-05	-0,049942	9
7	31	9998,2	155,816	-179,214	1	237,479	-48,995	-1,54E-05	-0,048602	9
8	35	7195,04	187,345	-211,821	1	282,783	-48,5089	-1,44E-05	-0,048781	9
9	40	5180,17	226,311	-242,747	1	331,877	-47,0069	-1,47E-05	-0,048739	9
10	44	3727,36	264,428	-289,698	1	392,234	-47,6111	-1,32E-05	-0,048757	9
11	48	2682,1	313,029	-336,475	1	459,568	-47,0674	-1,74E-05	-0,047773	9
12	52	1930,38	346,644	-429,454	1	551,899	-51,0904	-1,75E-06	-0,048623	8
13	56	1389,32	405,414	-495,94	1	640,56	-50,7351	-9,13E-07	-0,048026	8
14	60	999,95	408,603	-409,898	1	578,768	-45,0906	-1,55E-05	-0,048647	9
15	65	719,657	585,73	-770,579	1	967,92	-52,761	-1,51E-05	-0,048741	9
16	69	517,851	667,719	-963,16	1	1171,97	-55,2679	-1,55E-05	-0,048632	9
17	74	372,626	799,31	-1210,96	1	1450,97	-56,5727	-1,42E-06	-0,048742	8
18	76	268,321	972,64	-1510,93	1	1796,93	-57,2292	-1,51E-06	-0,048745	8
19	78	193,132	1196,29	-1884,78	1	2232,38	-57,5963	-1,48E-06	-0,048738	8
20	80	138,97	1477,63	-2347,65	1	2773,96	-57,8133	-1,51E-06	-0,048747	8
21	82	100,009	1842,8	-2919,67	1	3452,59	-57,7412	-1,53E-06	-0,048731	8
22	84	71,9782	2301,34	-3617,11	1	4287,14	-57,534	-1,51E-06	-0,048747	8
23	86	50,0083	3008,69	-4468,09	1	5386,65	-56,0448	1,23E-07	-0,048743	7
24	89	37,5081	3668,72	-5314,06	1	6457,46	-55,3796	1,56E-08	-0,04874	7
25	91	27,2784	4553,63	-6383,89	1	7841,53	-54,4998	-1,34E-08	-0,048743	7
26	93	19,3547	5662,86	-7710,45	1	9566,6	-53,705	-2,70E-08	-0,048739	7
27	95	13,9512	6844,01	-9226,06	1	11487,4	-53,4315	-2,54E-08	-0,048734	7

28	97	9,9987	8150,9	-11159,7	1	13819,4	-53,8562	-2,66E-08	-0,048739	7
29	100	7,22893	9573,9	-13613,4	1	16642,8	-54,8825	-2,87E-08	-0,048738	7
30	104	5,17443	11324,1	-16966,2	1	20398,2	-56,2789	-3,86E-08	-0,048744	7
31	106	3,72715	13539,8	-21291,2	1	25231,7	-57,5464	-3,80E-08	-0,048735	7
32	109	2,67848	16511,9	-26934,2	1	31592,6	-58,4898	-4,03E-08	-0,048736	7
33	112	1,9297	20465	-33955,6	1	39646	-58,9227	-1,28E-09	-0,048264	7
34	116	1,38953	25934,8	-42611,5	1	49883,4	-58,6739	-3,66E-09	-0,04826	7
35	122	1,00006	33291,7	-53103,3	1	62676,1	-57,9154	1,05E-07	-0,048109	6
36	126	0,719184	43015,7	-65414,7	1	78290,8	-56,6717	1,02E-07	-0,048108	6
37	131	0,517933	55579,7	-79705,6	1	97170	-55,1115	1,00E-07	-0,048107	6
38	138	0,372716	71842,7	-96069	1	119961	-53,2099	9,79E-08	-0,048105	6
39	147	0,268139	92708,7	-114395	1	147245	-50,9778	9,57E-08	-0,04811	6
40	160	0,193101	118956	-134144	1	179290	-48,4341	9,31E-08	-0,048107	6
41	176	0,138983	151371	-154754	1	216476	-45,6331	8,99E-08	-0,048107	6
42	199	0,099994	190505	-174803	1	258550	-42,5388	8,62E-08	-0,048109	6
43	220	0,071978	236198	-193570	1	305383	-39,3356	8,31E-08	-0,048114	6
44	249	0,051781	288691	-210986	1	357572	-36,1607	7,93E-08	-0,048114	6
45	289	0,037261	348183	-227724	1	416040	-33,1861	7,47E-08	-0,0481	6
46	343	0,026835	415723	-245361	1	482729	-30,5493	7,79E-08	-0,048132	5
47	419	0,019303	495204	-268489	1	563305	-28,4656	7,04E-08	-0,048129	5
48	524	0,0139	587912	-304395	1	662040	-27,3731	6,11E-08	-0,048128	5
49	669	0,010001	702990	-349970	1	785286	-26,4656	5,18E-08	-0,048122	5

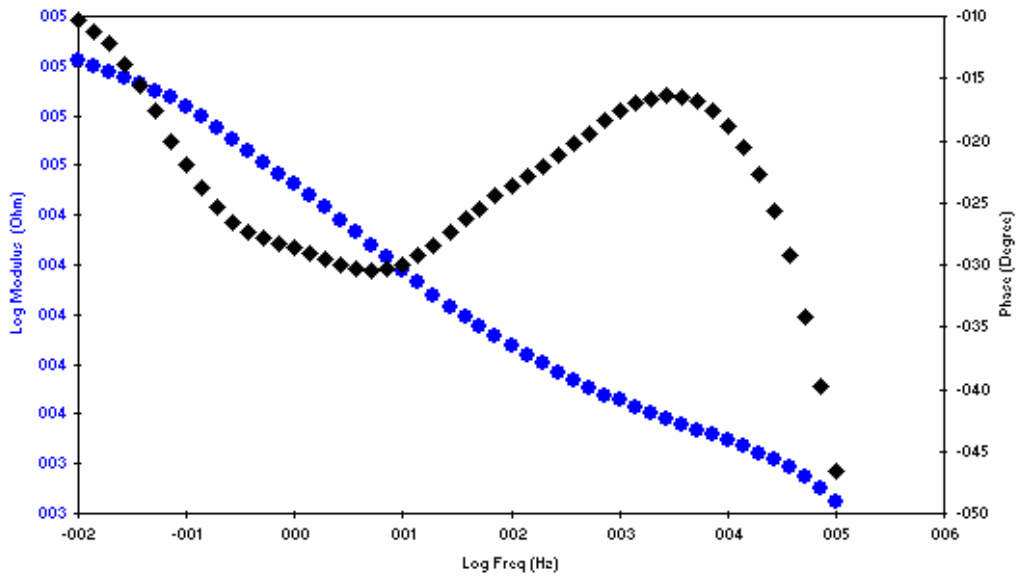


Figura B13. Diagrama de Bode probeta 7

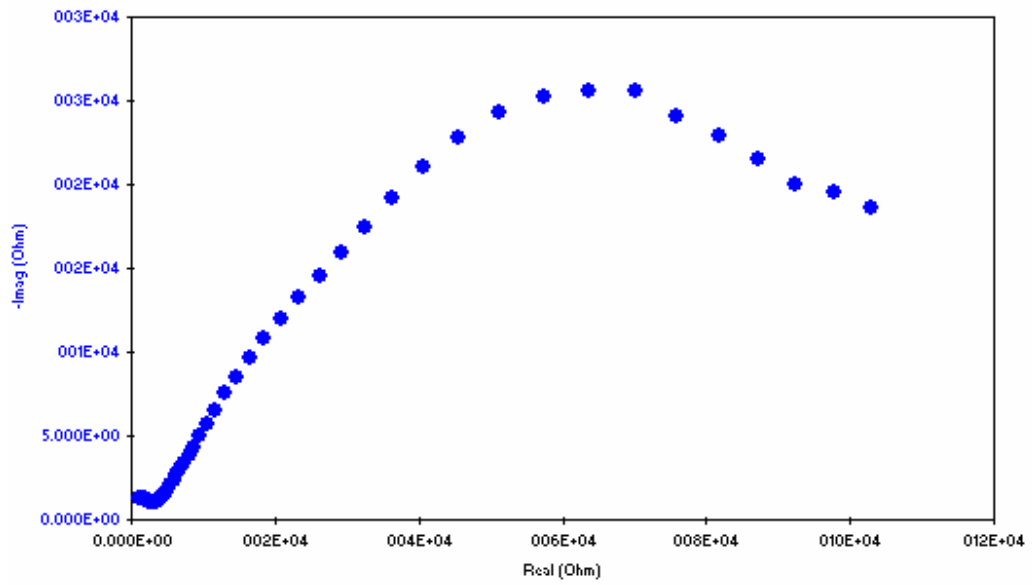


Figura B14. Diagrama de Nyquist probeta 7

Tabla B7. Datos de la prueba EIS para la probeta 7

Pt	Time	Freq	Zreal	Zimag	Zsig	Zmod	Zphz	Idc	Vdc	IRange
0	4	100007	1212,43	-1279,02	1	1762,35	-46,5311	-1,45E-05	-0,101438	9
1	6	71972,7	1531,09	-1274,75	1	1992,29	-39,7799	-1,48E-05	-0,102491	9
2	8	51803,4	1836,04	-1244,24	1	2217,93	-34,1246	-1,81E-06	-0,101898	8
3	10	37285,2	2106,36	-1181,69	1	2415,19	-29,2928	-1,36E-06	-0,102402	8
4	12	26829,4	2347,96	-1127,57	1	2604,68	-25,652	-1,56E-06	-0,101112	8
5	14	19300,3	2564,38	-1072,99	1	2779,81	-22,7055	-1,61E-06	-0,101794	8
6	17	13899,7	2761,34	-1033,5	1	2948,41	-20,5196	-1,34E-06	-0,101469	8
7	19	9998,2	2946,26	-1002	1	3111,98	-18,7827	-1,62E-06	-0,101806	8
8	21	7195,04	3126,59	-995,88	1	3281,36	-17,6676	-1,60E-06	-0,101804	8
9	23	5180,17	3294,64	-996,69	1	3442,1	-16,8316	-1,61E-06	-0,101801	8
10	25	3727,36	3467,74	-1025,74	1	3616,27	-16,4779	-1,59E-06	-0,101809	8
11	27	2682,1	3645,03	-1070,25	1	3798,9	-16,3632	-1,87E-06	-0,101901	8
12	29	1930,38	3836,7	-1143,92	1	4003,6	-16,6021	-1,58E-06	-0,101798	8
13	31	1389,32	4035,57	-1232,11	1	4219,47	-16,9781	-7,86E-08	-0,102299	7
14	33	999,95	4311,06	-1373,62	1	4524,6	-17,6733	-2,08E-07	-0,101803	7
15	35	719,657	4504,44	-1499,99	1	4747,63	-18,4179	-2,02E-07	-0,101831	7
16	37	517,851	4783,5	-1684,7	1	5071,5	-19,4017	-2,02E-07	-0,101798	7
17	39	372,626	5108,59	-1886,74	1	5445,87	-20,2705	-2,00E-07	-0,101815	7
18	41	268,321	5472,65	-2119,24	1	5868,65	-21,1685	-1,99E-07	-0,101811	7
19	43	193,132	5889,09	-2383,04	1	6352,98	-22,0308	-2,05E-07	-0,101816	7
20	45	138,97	6353,92	-2677,13	1	6894,88	-22,8474	-2,05E-07	-0,101804	7
21	47	100,009	6871,5	-3007,63	1	7500,89	-23,6388	-2,04E-07	-0,10181	7
22	49	71,9782	7444,89	-3385,51	1	8178,51	-24,4533	-2,04E-07	-0,101807	7
23	52	50,0083	8153,93	-3879,69	1	9029,87	-25,4454	-2,04E-07	-0,101815	7
24	54	37,5081	8781,77	-4343,5	1	9797,2	-26,3172	-2,04E-07	-0,101802	7
25	56	27,2784	9567,9	-4948,28	1	10771,7	-27,347	-2,04E-07	-0,101814	7
26	58	19,3547	10562	-5715,49	1	12009,3	-28,4195	-2,07E-07	-0,101819	7
27	60	13,9512	11684,4	-6553,15	1	13396,6	-29,2857	-2,06E-07	-0,101818	7

28	63	9,9987	13035,2	-7503,18	1	15040,4	-29,9252	-2,02E-07	-0,101807	7
29	66	7,22893	14568,3	-8512,52	1	16873	-30,2985	-2,00E-07	-0,101813	7
30	69	5,17443	16403,2	-9642,4	1	19027,4	-30,4486	-2,11E-07	-0,101808	7
31	72	3,72715	18459,5	-10798,7	1	21386,1	-30,3274	-2,07E-07	-0,101815	7
32	74	2,67848	20790,5	-12003,1	1	24006,7	-29,9993	-2,10E-07	-0,101816	7
33	78	1,9297	23344,8	-13248,3	1	26842,1	-29,5752	-1,67E-07	-0,10134	7
34	82	1,38953	26153,8	-14536,9	1	29922,2	-29,0663	-1,67E-07	-0,10134	7
35	87	1,00006	29247,6	-15952,9	1	33315,4	-28,6099	-1,50E-07	-0,101185	7
36	91	0,719184	32577,9	-17499,6	1	36980,4	-28,243	-1,54E-07	-0,101184	7
37	97	0,517933	36335,9	-19218,3	1	41105,3	-27,8746	-1,56E-07	-0,101186	7
38	104	0,372716	40659	-21026,3	1	45774	-27,3452	-5,10E-08	-0,101182	6
39	113	0,268139	45630,5	-22775,4	1	50998,7	-26,5249	-5,18E-08	-0,101182	6
40	125	0,193101	51161,4	-24268,3	1	56625,4	-25,3772	-5,20E-08	-0,101185	6
41	142	0,138983	57302,8	-25256,9	1	62622,1	-23,786	-5,36E-08	-0,101191	6
42	164	0,099994	63705,2	-25590,6	1	68652,9	-21,8855	-5,41E-08	-0,101195	6
43	186	0,071978	70129,7	-25533,5	1	74633,3	-20,006	-5,67E-08	-0,101192	6
44	215	0,051781	75967,1	-24017,3	1	79673,3	-17,5445	-6,80E-08	-0,101197	6
45	254	0,037261	81846,3	-22890,6	1	84987	-15,6252	-5,96E-08	-0,101199	6
46	309	0,026835	87299,1	-21519,1	1	89912,2	-13,8472	-5,02E-08	-0,101197	6
47	385	0,019303	92473,9	-20021,3	1	94616,5	-12,2164	-3,55E-08	-0,101191	6
48	489	0,0139	97715	-19521,6	1	99646	-11,2978	-2,23E-08	-0,101196	6
49	634	0,010001	102945	-18637,1	1	104619	-10,2616	-5,26E-09	-0,101193	6

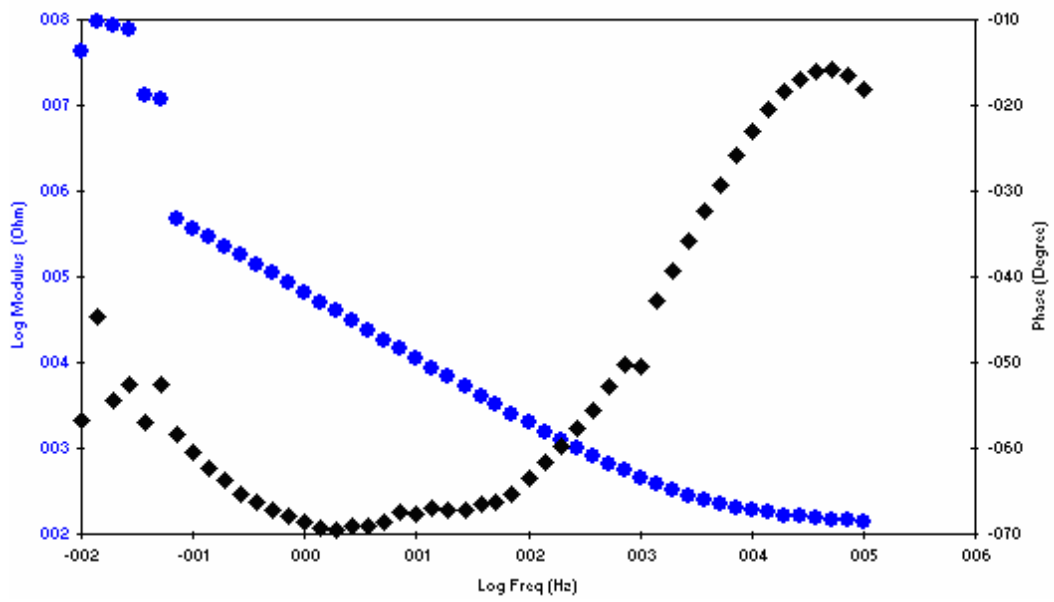


Figura B15. Diagrama de Bode probeta 8

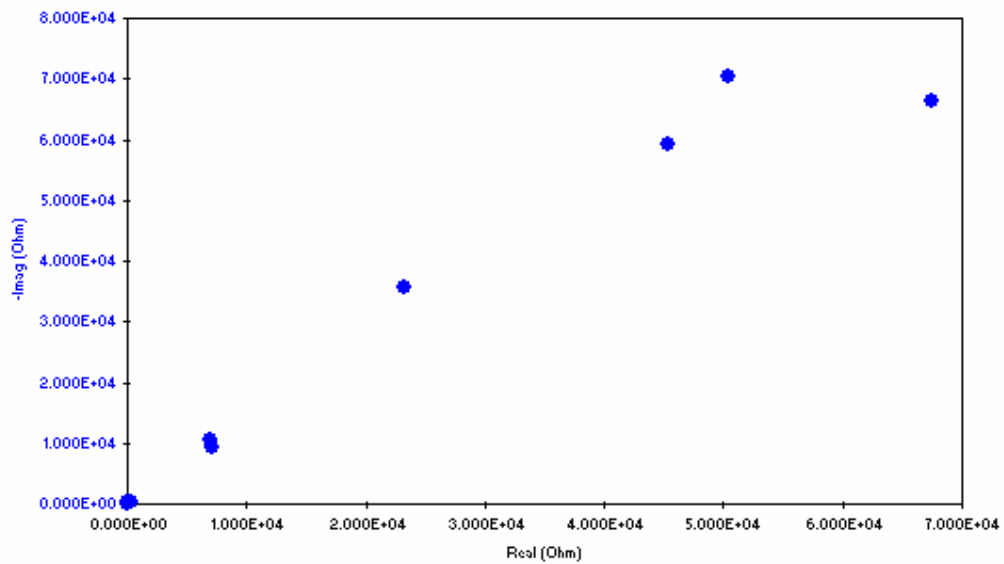


Figura B16. Diagrama de Nyquist probeta 8

Tabla B8. Datos de la prueba EIS para la probeta 8

Pt	Time	Freq	Zreal	Zimag	Zsig	Zmod	Zphz	Idc	Vdc	IRange
0	6	100007	131,74	-43,3855	1	138,7	-18,2281	-1,21E-05	-0,132677	9
1	9	71972,7	136,289	-40,5414	1	142,191	-16,566	-1,45E-05	-0,132786	9
2	11	51803,4	141,043	-39,7828	1	146,547	-15,7517	-1,18E-05	-0,132828	9
3	15	37285,2	146,016	-41,9822	1	151,932	-16,0408	-1,25E-05	-0,131374	9
4	18	26829,4	151,755	-46,3471	1	158,674	-16,9831	-1,73E-05	-0,130677	9
5	22	19300,3	157,486	-52,398	1	165,974	-18,4031	-1,51E-05	-0,131518	9
6	26	13899,7	165,185	-61,3594	1	176,213	-20,378	-1,42E-05	-0,132793	9
7	29	9998,2	172,941	-73,8415	1	188,046	-23,1212	-1,45E-05	-0,131608	9
8	33	7195,04	183,693	-88,5257	1	203,912	-25,7304	-1,51E-05	-0,131527	9
9	38	5180,17	195,023	-109,643	1	223,731	-29,345	-1,54E-05	-0,131546	9
10	42	3727,36	211,145	-133,371	1	249,739	-32,2788	-1,48E-05	-0,131657	9
11	46	2682,1	227,032	-163,357	1	279,695	-35,7362	-1,61E-05	-0,130181	9
12	50	1930,38	249,767	-204,676	1	322,918	-39,3336	-1,46E-05	-0,131588	9
13	54	1389,32	277,67	-257,21	1	378,494	-42,8094	-1,56E-05	-0,130122	9
14	59	999,95	285,365	-346,612	1	448,969	-50,5354	-1,56E-05	-0,13161	9
15	63	719,657	345,655	-415,668	1	540,608	-50,2543	-1,64E-06	-0,131621	8
16	67	517,851	394,463	-519,274	1	652,109	-52,7782	-1,37E-06	-0,131601	8
17	71	372,626	452,063	-657,974	1	798,305	-55,5089	-1,53E-06	-0,131569	8
18	73	268,321	527,128	-835,638	1	988,01	-57,7559	-1,55E-06	-0,131572	8
19	75	193,132	620,914	-1066,2	1	1233,83	-59,7852	-1,53E-06	-0,131565	8
20	78	138,97	734,748	-1365,06	1	1550,24	-61,7084	-1,53E-06	-0,131564	8
21	80	100,009	879,077	-1753,45	1	1961,47	-63,3735	-1,55E-06	-0,131567	8
22	82	71,9782	1029,82	-2247,31	1	2472,03	-65,3806	-1,51E-06	-0,131572	8
23	85	50,0083	1324,82	-3007,9	1	3286,73	-66,229	-1,52E-06	-0,131572	8
24	87	37,5081	1635,79	-3747,74	1	4089,18	-66,4199	-1,52E-06	-0,131579	8
25	91	27,2784	2033,48	-4819,74	1	5231,15	-67,1248	-1,53E-07	-0,131571	7
26	95	19,3547	2638,32	-6261,58	1	6794,72	-67,1518	-1,63E-07	-0,131572	7
27	99	13,9512	3398,64	-8015,82	1	8706,56	-67,0235	-1,58E-06	-0,131578	8

28	108	9,9987	4228,86	-10247,3	1	11085,6	-67,575	-1,41E-07	-0,131581	7
29	115	7,22893	5437	-13138,7	1	14219,2	-67,5194	-1,67E-07	-0,131575	7
30	125	5,17443	6636,75	-16882,7	1	18140,4	-68,5398	-1,60E-07	-0,131572	7
31	130	3,72715	8288,81	-21650,2	1	23182,7	-69,0506	-1,57E-07	-0,131577	7
32	136	2,67848	11004,7	-28924,7	1	30947,4	-69,1702	-1,59E-07	-0,131576	7
33	145	1,9297	13784,6	-36871,9	1	39364,4	-69,5018	-1,23E-07	-0,131108	7
34	149	1,38953	18071,6	-47771,9	1	51075,9	-69,2789	-1,22E-07	-0,131096	7
35	154	1,00006	24173,3	-61675,6	1	66243,7	-68,5977	-1,31E-08	-0,130957	6
36	158	0,719184	32125,4	-79268,8	1	85531,2	-67,9387	-1,45E-08	-0,130954	6
37	164	0,517933	42622,5	-101740	1	110308	-67,2695	-1,46E-08	-0,130966	6
38	171	0,372716	56581,6	-129138	1	140990	-66,3395	-1,55E-08	-0,130954	6
39	180	0,268139	75215,5	-164144	1	180556	-65,3814	-1,41E-08	-0,130963	6
40	192	0,193101	101630	-205547	1	229299	-63,6904	-1,42E-08	-0,130964	6
41	209	0,138983	135109	-257190	1	290519	-62,2857	-1,50E-08	-0,130959	6
42	232	0,099994	180943	-320498	1	368048	-60,5523	-1,53E-08	-0,130952	6
43	263	0,071978	240891	-392814	1	460794	-58,4815	-1,56E-08	-0,130951	6
44	292	0,051781	7,13E+06	-9,33E+06	1	1,17E+07	-52,63	4,11E-09	-0,130959	5
45	351	0,037261	6,98E+06	-1,07E+07	1	1,28E+07	-56,8662	4,49E-09	-0,130968	5
46	459	0,026835	4,54E+07	-5,91E+07	1	7,45E+07	-52,471	9,91E-10	-0,130981	4
47	609	0,019303	5,04E+07	-7,03E+07	1	8,65E+07	-54,3247	8,56E-10	-0,130976	4
48	818	0,0139	6,74E+07	-6,64E+07	1	9,46E+07	-44,5861	7,17E-10	-0,130979	4
49	1107	0,010001	2,33E+07	-3,56E+07	1	4,25E+07	-56,8127	6,02E-10	-0,130964	4

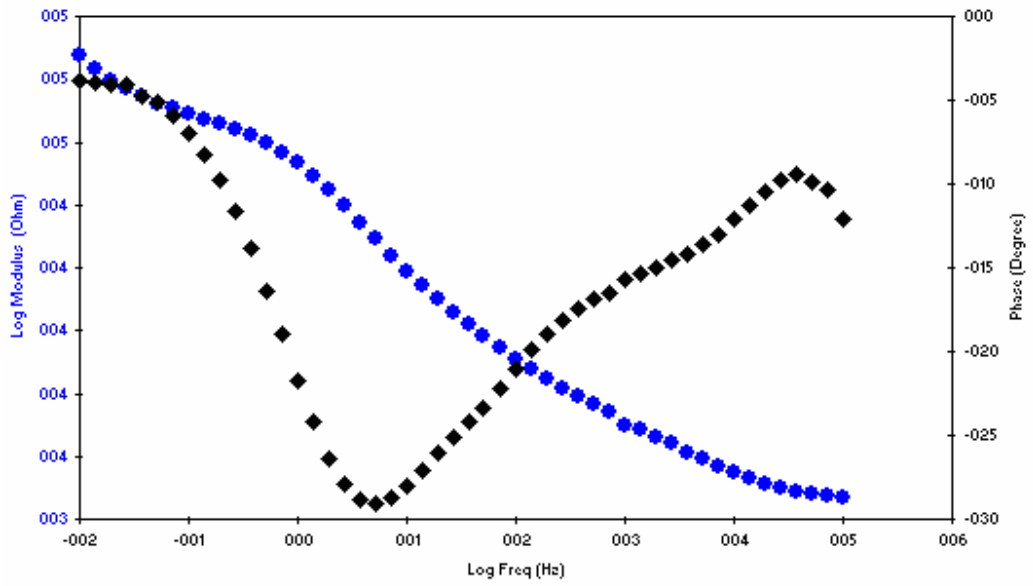


Figura B17. Diagrama de Bode probeta 9

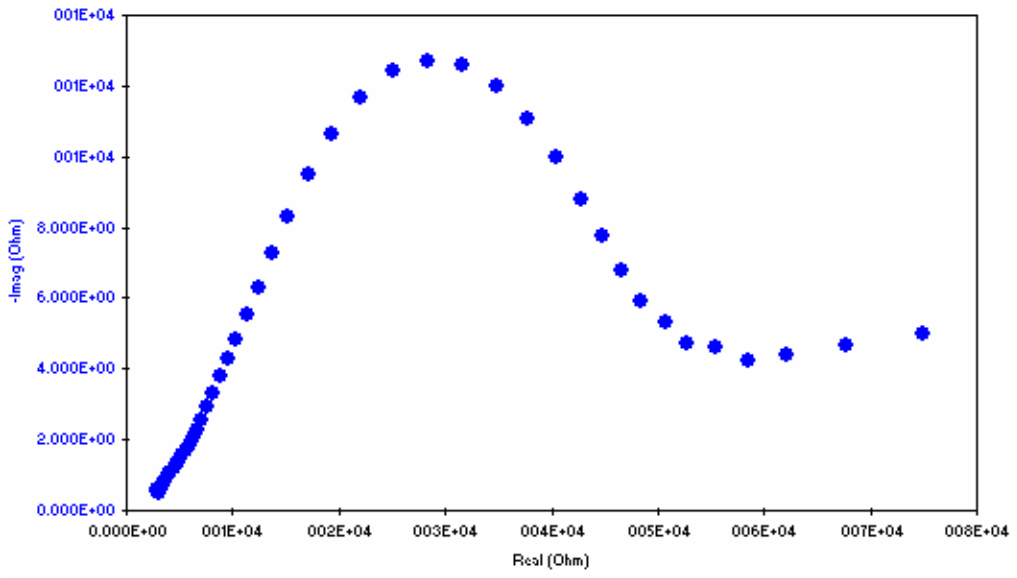


Figura B18. Diagrama de Nyquist probeta 9

Tabla B9. Datos de la prueba EIS para la probeta 9

t	Time	Freq	Zreal	Zimag	Zsig	Zmod	Zphz	Idc	Vdc	IRange
0	4	100007	2867,63	-616,106	1	2933,06	-12,1256	-1,51E-05	-0,140573	9
1	7	71972,7	2932,81	-537,093	1	2981,58	-10,3777	-1,47E-05	-0,139204	9
2	9	51803,4	2973,62	-515,762	1	3018,01	-9,8398	-1,81E-06	-0,139247	8
3	11	37285,2	3037,06	-503,218	1	3078,47	-9,408	-1,75E-06	-0,138336	8
4	13	26829,4	3117,22	-535,285	1	3162,84	-9,7437	-1,82E-06	-0,139151	8
5	16	19300,3	3205,68	-589,21	1	3259,38	-10,4148	-1,66E-06	-0,139561	8
6	18	13899,7	3312,97	-660,178	1	3378,1	-11,2698	-1,64E-06	-0,140921	8
7	21	9998,2	3442,56	-734,136	1	3519,97	-12,0382	-1,66E-06	-0,139534	8
8	23	7195,04	3617,05	-832,968	1	3711,72	-12,9685	-1,67E-06	-0,139542	8
9	26	5180,17	3790,99	-914,542	1	3899,75	-13,5629	-1,67E-06	-0,139512	8
10	29	3727,36	3984,1	-1004,14	1	4108,69	-14,146	-1,66E-06	-0,13955	8
11	31	2682,1	4215,71	-1095,42	1	4355,7	-14,5658	-2,49E-07	-0,140394	7
12	34	1930,38	4443,81	-1191,14	1	4600,68	-15,0051	-2,61E-07	-0,139517	7
13	36	1389,32	4691	-1291,99	1	4865,67	-15,3985	-2,59E-07	-0,138495	7
14	39	999,95	4800,68	-1354,39	1	4988,07	-15,7551	-2,51E-07	-0,139539	7
15	41	719,657	5248,74	-1550,55	1	5472,98	-16,4579	-2,75E-07	-0,139534	7
16	44	517,851	5549,65	-1678,07	1	5797,81	-16,8239	-2,62E-07	-0,139521	7
17	47	372,626	5899,17	-1853,96	1	6183,63	-17,4466	-2,69E-07	-0,139534	7
18	49	268,321	6255,78	-2047,71	1	6582,39	-18,1248	-2,67E-07	-0,139529	7
19	51	193,132	6645,47	-2282,88	1	7026,65	-18,9588	-2,66E-07	-0,139527	7
20	53	138,97	7077,07	-2566,77	1	7528,16	-19,9351	-2,68E-07	-0,139523	7
21	56	100,009	7565,64	-2907,28	1	8105,01	-21,0205	-2,69E-07	-0,139533	7
22	58	71,9782	8127,61	-3309,95	1	8775,75	-22,1585	-2,67E-07	-0,13953	7
23	60	50,0083	8852,96	-3822,64	1	9643	-23,3543	-2,65E-07	-0,139522	7
24	62	37,5081	9510,2	-4278,17	1	10428,2	-24,2206	-2,61E-07	-0,139525	7
25	64	27,2784	10322,7	-4838,73	1	11400,5	-25,1147	-2,65E-07	-0,139526	7
26	67	19,3547	11303,8	-5529,85	1	12584	-26,0679	-2,65E-07	-0,139519	7
27	69	13,9512	12370,5	-6318,87	1	13890,9	-27,058	-2,67E-07	-0,139519	7

28	71	9,9987	13654	-7280,38	1	15473,7	-28,0668	-2,64E-07	-0,139515	7
29	74	7,22893	15191,6	-8321,09	1	17321,3	-28,7113	-2,63E-07	-0,139519	7
30	78	5,17443	17087,5	-9485,21	1	19543,6	-29,0345	-2,67E-07	-0,139516	7
31	80	3,72715	19339,2	-10623,6	1	22065	-28,7813	-2,68E-07	-0,139519	7
32	83	2,67848	22015,2	-11641,9	1	24903,8	-27,8705	-2,70E-07	-0,139514	7
33	86	1,9297	25023,4	-12402,2	1	27928,2	-26,3641	-2,29E-07	-0,13904	7
34	90	1,38953	28304,7	-12724,6	1	31033,4	-24,2067	-2,30E-07	-0,13904	7
35	96	1,00006	31663	-12604,3	1	34079,5	-21,7064	-2,23E-07	-0,138894	7
36	100	0,719184	34877,7	-12003,1	1	36885,3	-18,9908	-2,25E-07	-0,138889	7
37	105	0,517933	37721,4	-11081,6	1	39315,5	-16,3715	-2,26E-07	-0,138891	7
38	112	0,372716	40386,6	-9990,5	1	41603,9	-13,8945	-2,29E-07	-0,138895	7
39	121	0,268139	42712,3	-8793,72	1	43608,1	-11,6337	-1,25E-07	-0,138896	6
40	133	0,193101	44712,5	-7741,84	1	45377,8	-9,8232	-1,26E-07	-0,138899	6
41	150	0,138983	46629,2	-6778,95	1	47119,4	-8,27171	-1,28E-07	-0,138902	6
42	173	0,099994	48446,9	-5912,78	1	48806,4	-6,95834	-1,29E-07	-0,138901	6
43	194	0,071978	50686,6	-5310,15	1	50964	-5,98074	-1,29E-07	-0,138903	6
44	223	0,051781	52665,8	-4737,08	1	52878,4	-5,1397	-1,04E-07	-0,138908	6
45	262	0,037261	55358,8	-4592,27	1	55548,9	-4,7421	-8,40E-08	-0,138916	6
46	317	0,026835	58434,1	-4209,54	1	58585,5	-4,12042	-8,50E-08	-0,138928	6
47	393	0,019303	62168,4	-4369,34	1	62321,8	-4,02027	-8,66E-08	-0,138927	6
48	498	0,0139	67765,3	-4674,7	1	67926,3	-3,94623	-8,69E-08	-0,13891	6
49	643	0,010001	75026,5	-5013,61	1	75193,8	-3,82308	-8,75E-08	-0,138911	6

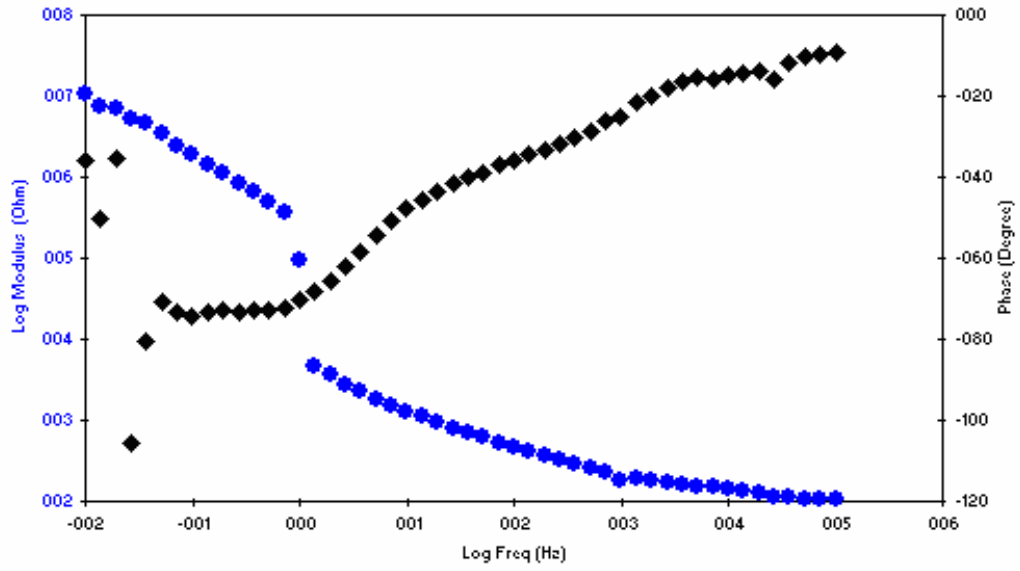


Figura B19. Diagrama de Bode probeta 10

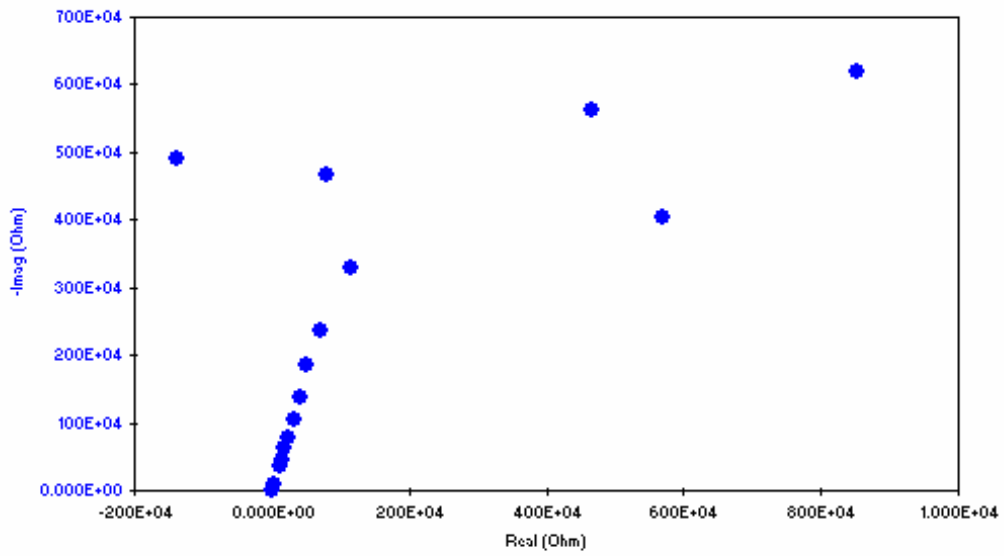


Figura B20. Diagrama de Nyquist probeta 10

Tabla B10. Datos de la prueba EIS para la probeta 10

Pt	Time	Freq	Zreal	Zimag	Zsig	Zmod	Zphz	Idc	Vdc	IRange
0	6	100007	103,105	-17,2223	1	104,534	-9,48292	-1,52E-05	-0,38256	9
1	10	71972,7	105,041	-18,3727	1	106,636	-9,9212	-1,66E-05	-0,382138	9
2	15	51803,4	106,989	-19,7548	1	108,798	-10,4614	-1,56E-05	-0,382646	9
3	18	37285,2	110,265	-22,9918	1	112,636	-11,7782	-1,64E-05	-0,382633	9
4	23	26829,4	109,146	-31,4728	1	113,593	-16,0852	-1,63E-05	-0,382194	9
5	27	19300,3	120,614	-30,2961	1	124,36	-14,1	-1,48E-05	-0,382437	9
6	31	13899,7	127,544	-33,1561	1	131,783	-14,572	-1,70E-05	-0,382645	9
7	35	9998,2	134,267	-35,7147	1	138,936	-14,8956	-1,46E-05	-0,38253	9
8	39	7195,04	141,403	-39,7566	1	146,885	-15,7038	-1,58E-05	-0,382435	9
9	43	5180,17	147,204	-41,0526	1	152,822	-15,5828	-1,45E-05	-0,38253	9
10	48	3727,36	156,53	-45,4906	1	163,006	-16,2049	-1,60E-05	-0,382465	9
11	52	2682,1	163,572	-53,4096	1	172,071	-18,083	-1,64E-05	-0,382476	9
12	56	1930,38	169,659	-62,1287	1	180,677	-20,1126	-1,61E-05	-0,382414	9
13	60	1389,32	181,97	-70,9975	1	195,33	-21,3138	-1,45E-05	-0,382614	9
14	64	999,95	165,558	-78,2154	1	183,104	-25,2877	-1,63E-05	-0,382422	9
15	69	719,657	208,276	-101,864	1	231,852	-26,0625	-1,57E-05	-0,382406	9
16	73	517,851	227,106	-124,156	1	258,828	-28,6648	-1,73E-05	-0,382303	9
17	77	372,626	247,635	-143,43	1	286,174	-30,0794	-1,56E-05	-0,382427	9
18	79	268,321	273,677	-169,835	1	322,092	-31,8223	-1,58E-05	-0,382417	9
19	81	193,132	304,633	-199,163	1	363,961	-33,1759	-1,56E-05	-0,382447	9
20	83	138,97	339,952	-233,869	1	412,628	-34,5259	-1,58E-05	-0,382411	9
21	85	100,009	380,118	-275,57	1	469,498	-35,9406	-1,52E-06	-0,38242	8
22	88	71,9782	426,714	-323,638	1	535,562	-37,1783	-1,73E-06	-0,382425	8
23	90	50,0083	485,507	-391,1	1	623,439	-38,8532	-1,64E-06	-0,382421	8
24	92	37,5081	539,011	-454,339	1	704,952	-40,128	-1,71E-06	-0,382429	8
25	94	27,2784	606,431	-537,195	1	810,146	-41,5355	-1,67E-06	-0,382425	8
26	96	19,3547	686,815	-651,56	1	946,703	-43,4911	-1,74E-06	-0,382438	8
27	98	13,9512	774,757	-788,686	1	1105,57	-45,5104	-1,65E-06	-0,38244	8

28	101	9,9987	869,904	-959,98	1	1295,49	-47,8182	-1,63E-06	-0,382432	8
29	104	7,22893	961,43	-1182,16	1	1523,76	-50,879	-1,66E-06	-0,382446	8
30	108	5,17443	1073,62	-1491,05	1	1837,36	-54,2446	-1,66E-06	-0,382446	8
31	112	3,72715	1177,22	-1910,23	1	2243,84	-58,3556	-1,60E-06	-0,382424	8
32	117	2,67848	1309,96	-2481	1	2805,59	-62,1661	-1,61E-06	-0,382446	8
33	123	1,9297	1478,6	-3264,64	1	3583,87	-65,6336	-1,24E-06	-0,381978	8
34	127	1,38953	1705,79	-4313,67	1	4638,69	-68,4242	-1,23E-06	-0,381977	8
35	133	1,00006	31695,9	-87096	1	92684,1	-70,0026	2,70E-06	-0,381775	7
36	137	0,719184	113311	-352432	1	370199	-72,1767	2,31E-06	-0,38187	6
37	142	0,517933	141829	-459603	1	480989	-72,8503	2,30E-06	-0,381878	6
38	155	0,372716	188998	-616881	1	645184	-72,9662	2,30E-06	-0,381876	6
39	172	0,268139	234897	-790080	1	824259	-73,4424	2,30E-06	-0,381875	6
40	195	0,193101	325257	-1,05E+06	1	1,10E+06	-72,7754	2,29E-06	-0,381881	6
41	228	0,138983	412694	-1,38E+06	1	1,45E+06	-73,4072	2,29E-06	-0,381892	6
42	272	0,099994	515688	-1,84E+06	1	1,92E+06	-74,3834	2,29E-06	-0,381909	6
43	303	0,071978	704978	-2,35E+06	1	2,45E+06	-73,3072	2,29E-06	-0,381915	6
44	346	0,051781	1,15E+06	-3,29E+06	1	3,49E+06	-70,706	2,29E-06	-0,381919	6
45	405	0,037261	788416	-4,66E+06	1	4,72E+06	-80,3928	2,28E-06	-0,381912	6
46	487	0,026835	-1,39E+06	-4,90E+06	1	5,10E+06	-105,835	2,28E-06	-0,381918	6
47	599	0,019303	5,69E+06	-4,05E+06	1	6,99E+06	-35,4485	2,27E-06	-0,381919	6
48	756	0,0139	4,66E+06	-5,61E+06	1	7,29E+06	-50,332	2,27E-06	-0,38193	6
49	973	0,010001	8,52E+06	-6,20E+06	1	1,05E+07	-36,0524	2,26E-06	-0,381931	6

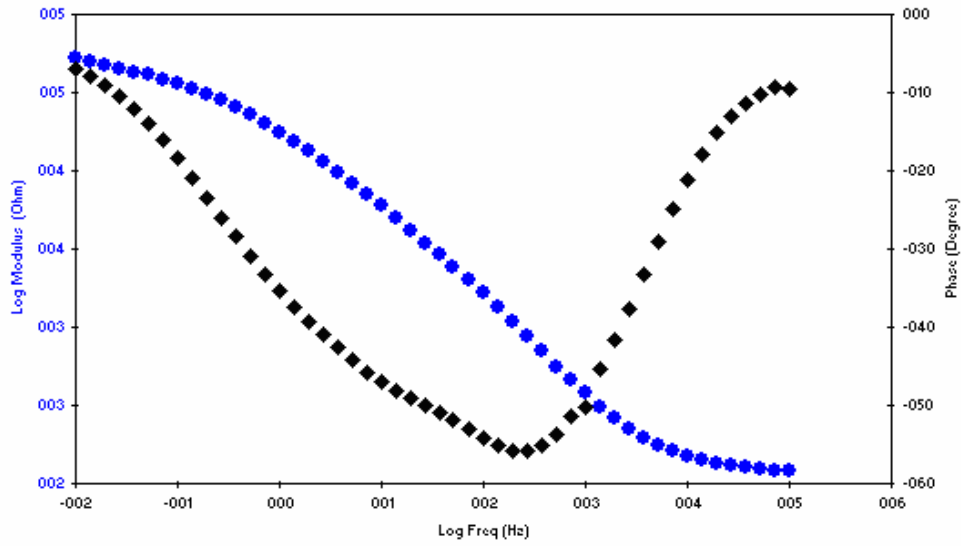


Figura B21. Diagrama de Bode probeta 11

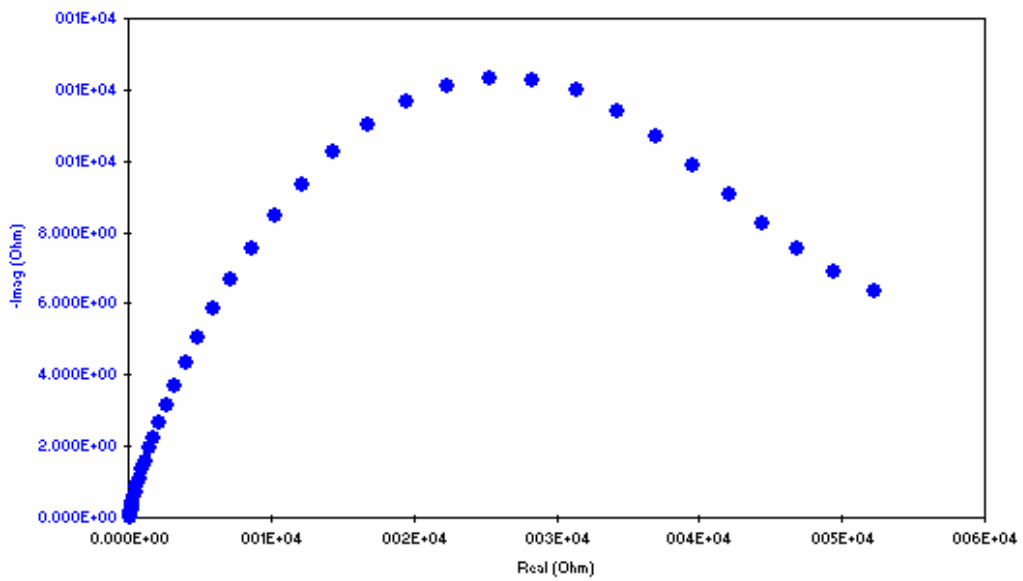


Figura B22. Diagrama de Nyquist probeta 11

Tabla B11. Datos de la prueba EIS para la probeta 11

Pt	Time	Freq	Zreal	Zimag	Zsig	Zmod	Zphz	Idc	Vdc	IRange
0	4	100007	118,719	-19,8509	1	120,367	-9,49261	-1,48E-05	-0,138156	9
1	6	71972,7	119,657	-19,8446	1	121,291	-9,41655	-1,43E-05	-0,13906	9
2	8	51803,4	121,166	-22,0348	1	123,153	-10,307	-1,59E-05	-0,137886	9
3	10	37285,2	123,884	-24,9662	1	126,374	-11,3942	-1,40E-05	-0,13908	9
4	12	26829,4	126,703	-29,3235	1	130,052	-13,0308	-1,53E-05	-0,138688	9
5	14	19300,3	130,263	-35,299	1	134,961	-15,1621	-1,50E-05	-0,138546	9
6	16	13899,7	134,45	-43,2188	1	141,225	-17,82	-1,41E-05	-0,139073	9
7	18	9998,2	139,262	-53,6722	1	149,247	-21,0769	-1,52E-05	-0,138537	9
8	20	7195,04	145,296	-67,3995	1	160,168	-24,8855	-1,52E-05	-0,138542	9
9	22	5180,17	153,707	-85,2814	1	175,78	-29,0229	-1,53E-05	-0,138519	9
10	24	3727,36	164,559	-107,859	1	196,757	-33,2425	-1,53E-05	-0,138539	9
11	26	2682,1	177,922	-137,52	1	224,873	-37,7012	-1,60E-05	-0,137886	9
12	28	1930,38	195,637	-174,186	1	261,945	-41,6804	-1,54E-05	-0,138533	9
13	30	1389,32	217,956	-221,414	1	310,691	-45,451	-1,47E-05	-0,1393	9
14	32	999,95	241,415	-289,787	1	377,17	-50,2031	-1,54E-05	-0,138539	9
15	35	719,657	283,798	-356,752	1	455,865	-51,4976	-1,53E-05	-0,13853	9
16	38	517,851	331,537	-452,337	1	560,826	-53,7607	-1,56E-06	-0,138536	8
17	40	372,626	399,748	-572,441	1	698,203	-55,0726	-1,62E-06	-0,138555	8
18	43	268,321	489,733	-718,08	1	869,182	-55,7059	-1,67E-06	-0,138552	8
19	45	193,132	608,712	-892,331	1	1080,18	-55,6998	-1,71E-06	-0,138557	8
20	47	138,97	763,199	-1097,33	1	1336,64	-55,1811	-1,66E-06	-0,138555	8
21	49	100,009	958,33	-1332,28	1	1641,15	-54,272	-1,69E-06	-0,138547	8
22	51	71,9782	1195,41	-1587,81	1	1987,49	-53,0251	-1,67E-06	-0,13855	8
23	53	50,0083	1515,67	-1926,57	1	2451,31	-51,8072	-1,69E-06	-0,138547	8
24	55	37,5081	1816,05	-2237,04	1	2881,38	-50,93	-1,69E-06	-0,138545	8
25	58	27,2784	2207,83	-2636,64	1	3438,95	-50,0583	-1,67E-06	-0,138553	8
26	60	19,3547	2717,74	-3143,56	1	4155,49	-49,1551	-1,70E-06	-0,138547	8
27	62	13,9512	3312,98	-3706,98	1	4971,68	-48,2124	-2,90E-07	-0,138553	7

28	64	9,9987	4055,63	-4357,38	1	5952,72	-47,0542	-3,00E-07	-0,138544	7
29	67	7,22893	4929,55	-5055,42	1	7061	-45,7222	-3,00E-07	-0,138548	7
30	71	5,17443	5996,59	-5837,05	1	8368,41	-44,2276	-3,21E-07	-0,138548	7
31	73	3,72715	7232,92	-6662,34	1	9833,7	-42,6486	-3,13E-07	-0,13855	7
32	76	2,67848	8672,5	-7535	1	11488,6	-40,9853	-3,17E-07	-0,138547	7
33	79	1,9297	10323,3	-8452,99	1	13342,5	-39,3116	-2,66E-07	-0,138071	7
34	83	1,38953	12233,5	-9356,88	1	15401,6	-37,4108	-2,64E-07	-0,138078	7
35	89	1,00006	14417	-10233,1	1	17679,6	-35,3668	-2,39E-07	-0,13794	7
36	93	0,719184	16832,2	-11004,7	1	20110,3	-33,1761	-2,47E-07	-0,137939	7
37	98	0,517933	19475,8	-11647	1	22692,7	-30,8806	-2,51E-07	-0,137942	7
38	105	0,372716	22325,3	-12107,5	1	25397	-28,472	-2,53E-07	-0,137949	7
39	114	0,268139	25305,7	-12318,3	1	28144,7	-25,9559	-2,54E-07	-0,137944	7
40	127	0,193101	28359,9	-12279,8	1	30904,3	-23,4127	-2,56E-07	-0,137939	7
41	143	0,138983	31401,2	-11971,9	1	33606	-20,8697	-2,59E-07	-0,137942	7
42	166	0,099994	34294,1	-11404,9	1	36140,8	-18,3951	-2,61E-07	-0,137944	7
43	187	0,071978	37016,1	-10700,8	1	38531,8	-16,1238	-2,61E-07	-0,137936	7
44	216	0,051781	39606,7	-9893,3	1	40823,6	-14,0248	-2,62E-07	-0,137941	7
45	256	0,037261	42057	-9063,66	1	43022,6	-12,1617	-1,54E-07	-0,137943	6
46	311	0,026835	44414,7	-8245,99	1	45173,7	-10,5177	-1,48E-07	-0,137943	6
47	386	0,019303	46824,9	-7515,88	1	47424,3	-9,11877	-1,39E-07	-0,137932	6
48	491	0,0139	49436,2	-6898,67	1	49915,2	-7,94415	-1,26E-07	-0,137929	6
49	636	0,010001	52225,7	-6352,53	1	52610,6	-6,93517	-1,09E-07	-0,137938	6

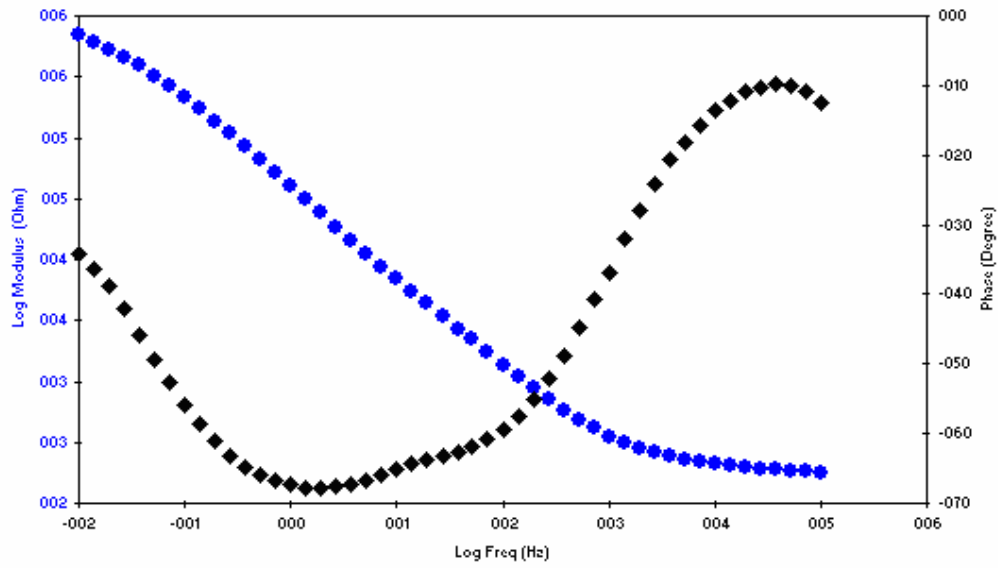


Figura B23. Diagrama de Bode probeta 12

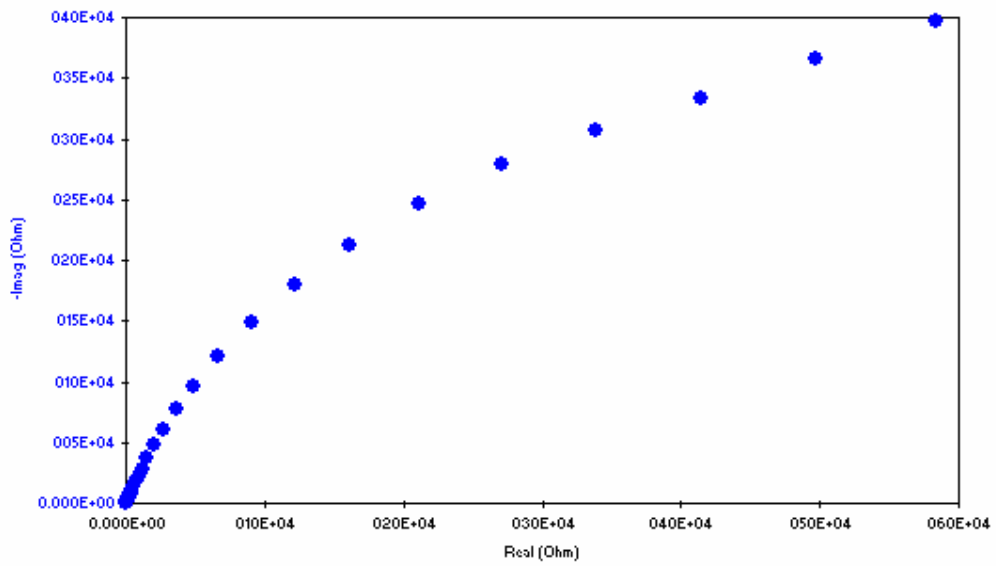


Figura B24. Diagrama de Nyquist probeta 12

Tabla B12. Datos de la prueba EIS para la probeta 12

Pt	Time	Freq	Zreal	Zimag	Zsig	Zmod	Zphz	Idc	Vdc	IRange
0	4	100007	173,95	-38,2051	1	178,097	-12,3873	-1,49E-05	-0,141222	9
1	6	71972,7	177,494	-33,8364	1	180,69	-10,793	-1,59E-05	-0,141157	9
2	8	51803,4	181,297	-32,213	1	184,136	-10,0752	-1,38E-05	-0,142305	9
3	11	37285,2	184,57	-31,9983	1	187,323	-9,8354	-1,51E-05	-0,142606	9
4	13	26829,4	188,232	-34,4429	1	191,357	-10,3693	-1,52E-05	-0,142542	9
5	15	19300,3	193,076	-37,2286	1	196,633	-10,9137	-1,51E-05	-0,142004	9
6	18	13899,7	198,086	-42,9455	1	202,687	-12,2326	-1,41E-05	-0,142979	9
7	20	9998,2	204,305	-49,5551	1	210,229	-13,6341	-1,50E-05	-0,141988	9
8	22	7195,04	210,204	-59,2865	1	218,405	-15,7507	-1,49E-05	-0,14201	9
9	25	5180,17	219,102	-71,9174	1	230,604	-18,1717	-1,49E-05	-0,142018	9
10	27	3727,36	228,601	-86,2929	1	244,346	-20,6806	-1,50E-05	-0,141987	9
11	29	2682,1	239,573	-107,547	1	262,606	-24,1759	-1,41E-05	-0,142274	9
12	32	1930,38	251,957	-133,344	1	285,066	-27,8893	-1,52E-05	-0,141977	9
13	34	1389,32	267,813	-168,068	1	316,181	-32,1106	-1,51E-05	-0,141239	9
14	36	999,95	274,974	-207,134	1	344,26	-36,9901	-1,51E-05	-0,142006	9
15	39	719,657	312,401	-269,217	1	412,398	-40,7537	-1,51E-05	-0,141968	9
16	43	517,851	343,273	-341,941	1	484,521	-44,8886	-1,49E-06	-0,141968	8
17	46	372,626	382,242	-436,903	1	580,511	-48,8176	-1,53E-06	-0,141987	8
18	48	268,321	433,445	-558,237	1	706,756	-52,1724	-1,56E-06	-0,141993	8
19	50	193,132	498,88	-713,545	1	870,648	-55,0404	-1,57E-06	-0,142007	8
20	53	138,97	583,113	-912,708	1	1083,08	-57,4262	-1,56E-06	-0,141986	8
21	55	100,009	692,193	-1167,27	1	1357,08	-59,332	-1,56E-06	-0,141988	8
22	57	71,9782	833,763	-1491,85	1	1709,03	-60,8	-1,56E-06	-0,141983	8
23	59	50,0083	1041,08	-1952,88	1	2213,05	-61,9378	-1,55E-06	-0,141996	8
24	61	37,5081	1250,69	-2410,1	1	2715,29	-62,5736	-1,53E-06	-0,141992	8
25	63	27,2784	1538,56	-3034,23	1	3402,02	-63,1119	-1,54E-06	-0,142002	8
26	66	19,3547	1921,05	-3884,15	1	4333,25	-63,6836	-1,57E-06	-0,141994	8
27	68	13,9512	2368,15	-4921,15	1	5461,31	-64,3022	-1,62E-07	-0,141999	7

28	70	9,9987	2917,01	-6285,55	1	6929,44	-65,1049	-1,63E-07	-0,141997	7
29	73	7,22893	3583,46	-8023,3	1	8787,18	-65,9329	-1,66E-07	-0,141992	7
30	77	5,17443	4445,39	-10358,5	1	11272,1	-66,7732	-1,83E-07	-0,14199	7
31	79	3,72715	5572,85	-13376,8	1	14491,3	-67,3832	-1,74E-07	-0,141992	7
32	81	2,67848	7091,03	-17277,8	1	18676,3	-67,6861	-1,84E-07	-0,141998	7
33	85	1,9297	9053,38	-22273,3	1	24043	-67,8799	-1,26E-07	-0,141522	7
34	89	1,38953	11746,9	-28675,4	1	30988,2	-67,7235	-1,26E-07	-0,141517	7
35	95	1,00006	15362	-36887,7	1	39958,6	-67,3905	-1,22E-07	-0,141381	7
36	99	0,719184	20278,5	-47295,6	1	51459,6	-66,7922	-1,24E-07	-0,141383	7
37	104	0,517933	26954,4	-60403	1	66144,3	-65,9516	-1,85E-08	-0,141373	6
38	111	0,372716	36216,6	-76773,2	1	84886,8	-64,7451	-1,96E-08	-0,141376	6
39	120	0,268139	48980,4	-96816	1	108501	-63,1647	-1,99E-08	-0,141378	6
40	132	0,193101	66508,1	-120606	1	137728	-61,1254	-2,04E-08	-0,141376	6
41	149	0,138983	90173,6	-148351	1	173607	-58,7072	-2,09E-08	-0,141372	6
42	172	0,099994	121470	-179294	1	216567	-55,8826	-2,12E-08	-0,141381	6
43	193	0,071978	161699	-212241	1	266820	-52,6976	-2,14E-08	-0,141384	6
44	222	0,051781	211483	-246211	1	324569	-49,3391	-2,19E-08	-0,141376	6
45	261	0,037261	271448	-279569	1	389670	-45,8444	-2,25E-08	-0,141377	6
46	316	0,026835	338960	-306477	1	456971	-42,1189	-2,33E-08	-0,141373	6
47	392	0,019303	414742	-334001	1	532511	-38,8453	-1,38E-08	-0,141365	5
48	497	0,0139	496753	-365916	1	616975	-36,3759	-1,45E-08	-0,14137	5
49	642	0,010001	583570	-396870	1	705734	-34,2185	-2,24E-08	-0,141379	5

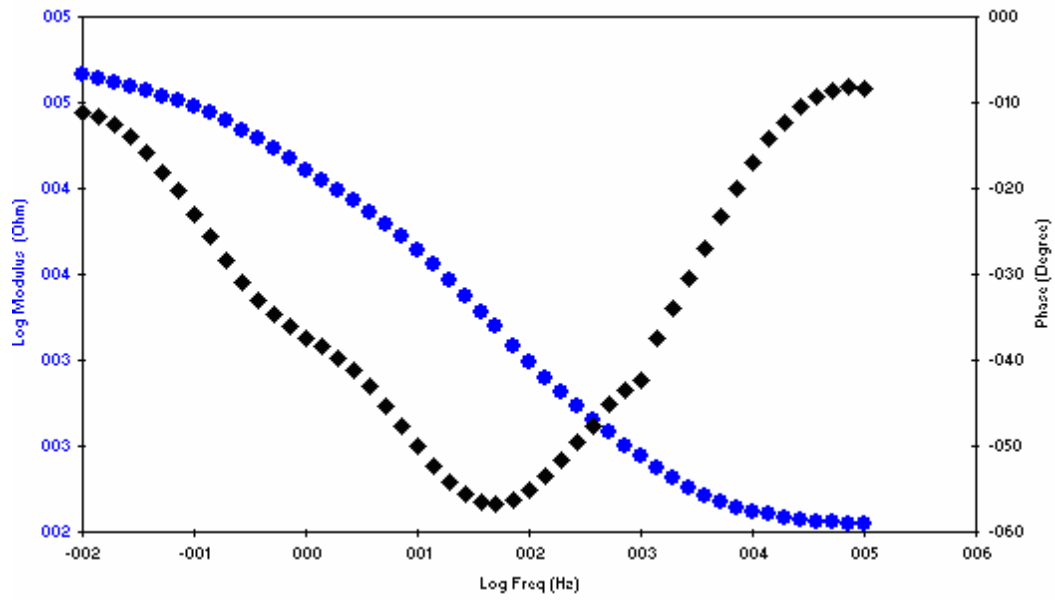


Figura B25. Diagrama de Bode probeta 13

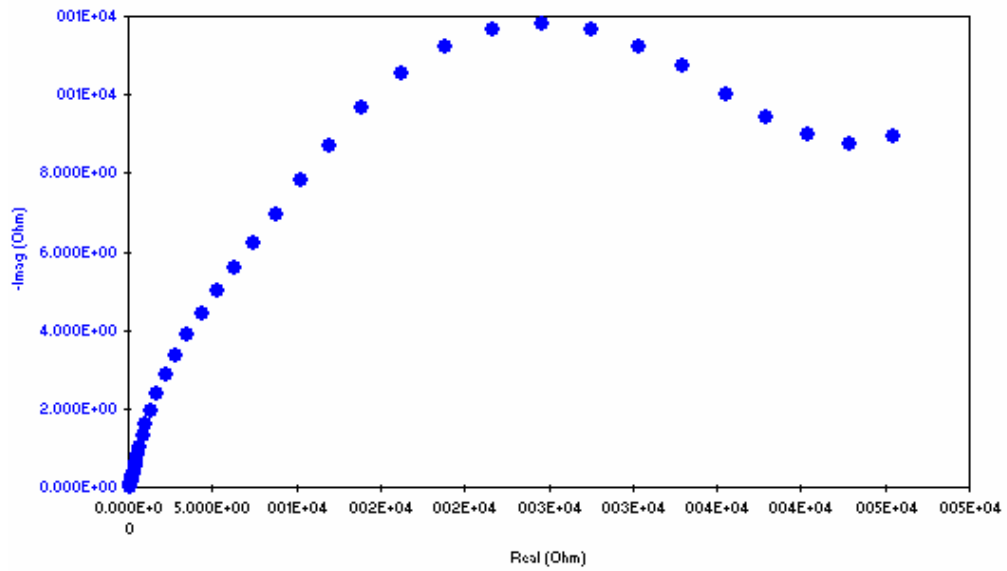


Figura B26. Diagrama de Nyquist probeta 13

Tabla B13. Datos de la prueba EIS para la probeta 13

Pt	Time	Freq	Zreal	Zimag	Zsig	Zmod	Zphz	Idc	Vdc	IRange
0	4	100007	109,853	-16,3858	1	111,069	-8,4837	-1,72E-05	-0,121914	9
1	6	71972,7	110,829	-15,7534	1	111,943	-8,08989	-1,58E-05	-0,122602	9
2	8	51803,4	111,771	-16,7183	1	113,015	-8,50697	-1,66E-05	-0,121979	9
3	10	37285,2	113,562	-18,6941	1	115,091	-9,34794	-1,40E-05	-0,123111	9
4	13	26829,4	116,079	-21,4303	1	118,041	-10,46	-1,51E-05	-0,123342	9
5	15	19300,3	118,445	-25,6397	1	121,188	-12,2143	-1,55E-05	-0,122799	9
6	17	13899,7	121,766	-30,9597	1	125,641	-14,2655	-1,51E-05	-0,123352	9
7	19	9998,2	125,777	-38,3112	1	131,482	-16,9406	-1,55E-05	-0,122799	9
8	22	7195,04	130,587	-47,5844	1	138,987	-20,0211	-1,56E-05	-0,122839	9
9	24	5180,17	136,696	-58,947	1	148,864	-23,327	-1,50E-05	-0,122843	9
10	26	3727,36	145,042	-73,8973	1	162,782	-26,9983	-1,54E-05	-0,122793	9
11	28	2682,1	155,84	-91,9174	1	180,928	-30,5329	-1,54E-05	-0,122068	9
12	31	1930,38	169,204	-114,295	1	204,189	-34,0384	-1,55E-05	-0,122807	9
13	33	1389,32	185,295	-142,302	1	233,632	-37,5232	-1,66E-05	-0,121977	9
14	35	999,95	207,243	-188,121	1	279,892	-42,231	-1,54E-05	-0,122819	9
15	38	719,657	231,064	-219,467	1	318,679	-43,5255	-1,56E-05	-0,1228	9
16	42	517,851	266,097	-267,698	1	377,452	-45,1719	-1,57E-05	-0,1228	9
17	46	372,626	304,236	-332,757	1	450,873	-47,5637	-1,53E-05	-0,122831	9
18	48	268,321	349,441	-410,933	1	539,421	-49,6234	-1,53E-06	-0,122826	8
19	50	193,132	404,495	-511,175	1	651,857	-51,6453	-1,69E-06	-0,122826	8
20	52	138,97	473,428	-640,104	1	796,158	-53,5129	-1,69E-06	-0,12283	8
21	55	100,009	561,857	-804,916	1	981,62	-55,0837	-1,69E-06	-0,12282	8
22	57	71,9782	679,404	-1014,12	1	1220,66	-56,18	-1,67E-06	-0,122826	8
23	59	50,0083	858,436	-1303,35	1	1560,65	-56,6296	-1,68E-06	-0,122827	8
24	61	37,5081	1048,71	-1581,73	1	1897,8	-56,4549	-1,68E-06	-0,122828	8
25	63	27,2784	1325,92	-1940,37	1	2350,13	-55,6539	-1,69E-06	-0,122815	8
26	66	19,3547	1721,22	-2384,18	1	2940,56	-54,1732	-1,68E-06	-0,122823	8

27	68	13,9512	2206,43	-2854,26	1	3607,65	-52,2949	-1,69E-06	-0,122833	8
28	70	9,9987	2820,77	-3364,77	1	4390,72	-50,0261	-1,65E-06	-0,122827	8
29	73	7,22893	3534,69	-3880,62	1	5249,12	-47,671	-2,67E-07	-0,122819	7
30	77	5,17443	4382,65	-4432,98	1	6233,7	-45,3271	-3,17E-07	-0,122813	7
31	79	3,72715	5328,56	-4982,02	1	7294,8	-43,075	-3,05E-07	-0,122819	7
32	82	2,67848	6364,33	-5574,75	1	8460,64	-41,2163	-3,15E-07	-0,122819	7
33	85	1,9297	7489,89	-6232,17	1	9743,6	-39,7631	-2,46E-07	-0,12234	7
34	89	1,38953	8767,72	-6969,35	1	11200,2	-38,4808	-2,42E-07	-0,122338	7
35	95	1,00006	10240,5	-7808,72	1	12878,1	-37,3266	-2,10E-07	-0,122208	7
36	99	0,719184	11933,6	-8710,43	1	14774,4	-36,1261	-2,20E-07	-0,122206	7
37	104	0,517933	13912,2	-9644,8	1	16928,4	-34,732	-2,23E-07	-0,122204	7
38	111	0,372716	16214,7	-10520	1	19328,4	-32,9753	-2,25E-07	-0,122197	7
39	121	0,268139	18826,7	-11230,6	1	21922	-30,8171	-2,27E-07	-0,122197	7
40	133	0,193101	21634,6	-11646,5	1	24570,2	-28,2949	-2,23E-07	-0,122203	7
41	150	0,138983	24644,8	-11822,2	1	27333,7	-25,6272	-2,31E-07	-0,122189	7
42	172	0,099994	27586,5	-11660,4	1	29949,6	-22,9131	-2,36E-07	-0,122201	7
43	194	0,071978	30387,9	-11235,6	1	32398,5	-20,2914	-2,40E-07	-0,122198	7
44	223	0,051781	32929,6	-10729,6	1	34633,6	-18,0474	-2,45E-07	-0,1222	7
45	262	0,037261	35582,4	-10023,1	1	36967,2	-15,7318	-2,58E-07	-0,122217	7
46	317	0,026835	37958,9	-9421,4	1	39110,6	-13,9392	-2,72E-07	-0,122216	7
47	393	0,019303	40362,2	-8996,05	1	41352,6	-12,5649	-2,90E-07	-0,122208	7
48	498	0,0139	42909,4	-8766,17	1	43795,7	-11,5463	-2,04E-07	-0,122198	6
49	643	0,010001	45436,4	-8938,76	1	46307,4	-11,1297	-2,08E-07	-0,122195	6

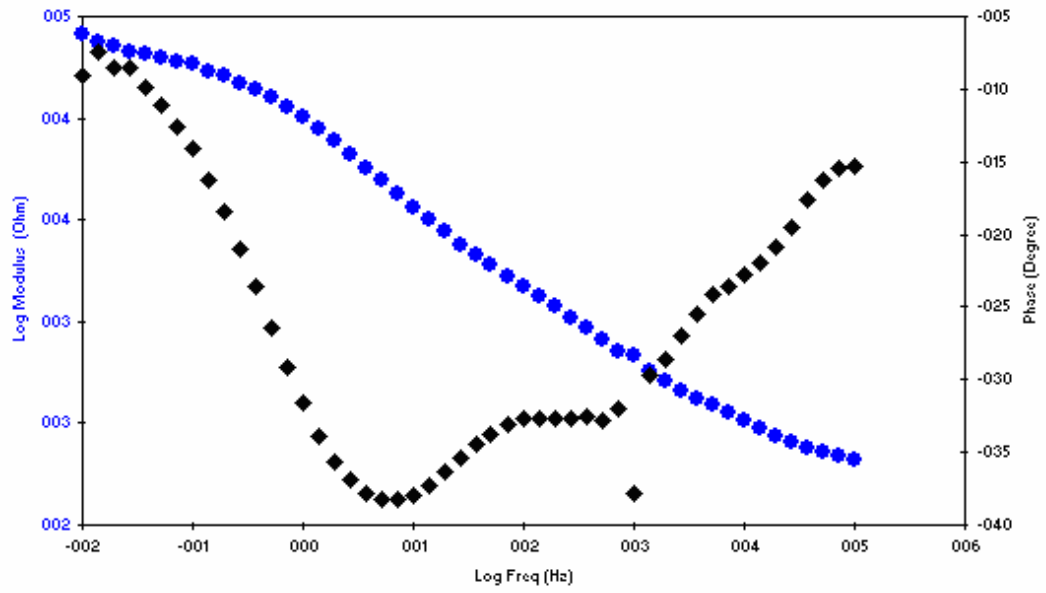


Figura B27. Diagrama de Bode probeta 14

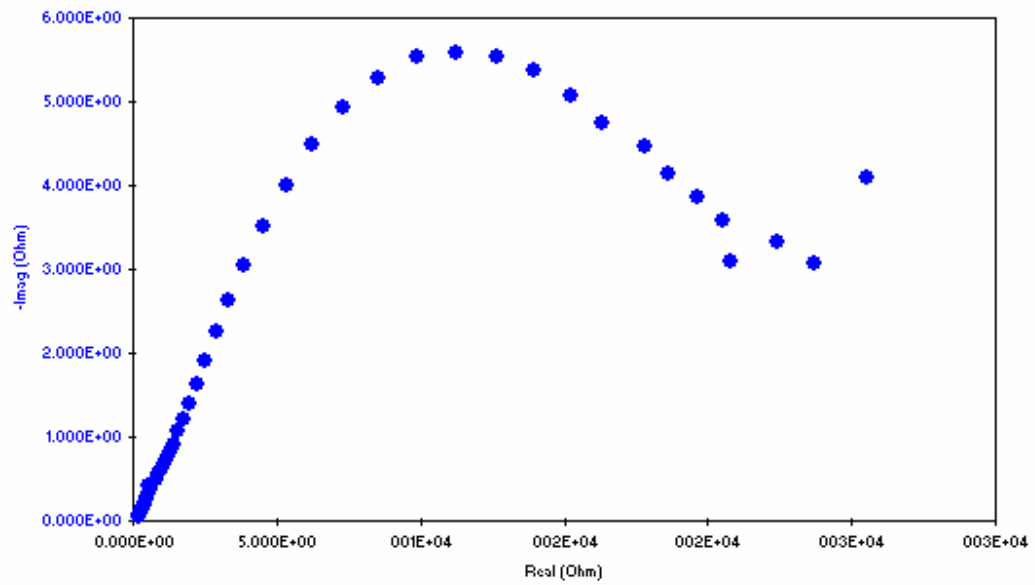


Figura B28. Diagrama de Nyquist probeta 14

Tabla B14. Datos de la prueba EIS para la probeta 14

Pt	Time	Freq	Zreal	Zimag	Zsig	Zmod	Zphz	Idc	Vdc	IRange
0	6	100007	202,798	-55,4776	1	210,25	-15,2995	-1,48E-05	-0,158251	9
1	9	71972,7	209,168	-57,7238	1	216,987	-15,4278	-1,49E-05	-0,157249	9
2	12	51803,4	216,906	-63,4293	1	225,99	-16,3004	-1,55E-05	-0,15647	9
3	15	37285,2	226,642	-72,1404	1	237,846	-17,6564	-1,43E-05	-0,158118	9
4	18	26829,4	241,197	-85,2135	1	255,807	-19,458	-1,61E-05	-0,157763	9
5	21	19300,3	256,167	-97,645	1	274,146	-20,8658	-1,53E-05	-0,157516	9
6	24	13899,7	278,411	-112,347	1	300,225	-21,9756	-1,58E-05	-0,156472	9
7	29	9998,2	301,232	-126,57	1	326,743	-22,7909	-1,56E-05	-0,157448	9
8	33	7195,04	327,155	-143,149	1	357,102	-23,6321	-1,54E-05	-0,157385	9
9	37	5180,17	353,927	-158,552	1	387,818	-24,1314	-1,57E-05	-0,157413	9
10	41	3727,36	378,864	-180,551	1	419,686	-25,4806	-1,57E-05	-0,157461	9
11	45	2682,1	410,638	-209,12	1	460,819	-26,9877	-1,07E-06	-0,158236	8
12	50	1930,38	450,016	-245,061	1	512,415	-28,571	-1,59E-06	-0,157479	8
13	54	1389,32	493,436	-280,626	1	567,653	-29,6277	-2,37E-06	-0,157685	8
14	58	999,95	542,887	-422,148	1	687,702	-37,8686	-1,52E-05	-0,157533	9
15	63	719,657	609,701	-381,41	1	719,173	-32,0288	-1,56E-05	-0,157433	9
16	67	517,851	688,204	-443,142	1	818,535	-32,7779	-1,58E-05	-0,157415	9
17	71	372,626	779,1	-498,34	1	924,845	-32,6044	-1,88E-06	-0,157458	8
18	74	268,321	880,721	-565,843	1	1046,83	-32,7198	-1,96E-06	-0,157459	8
19	76	193,132	995,14	-638,042	1	1182,12	-32,6663	-1,91E-06	-0,157462	8
20	78	138,97	1120,86	-717,497	1	1330,84	-32,6245	-1,94E-06	-0,15746	8
21	80	100,009	1257,11	-807,988	1	1494,38	-32,7303	-1,96E-06	-0,157452	8
22	82	71,9782	1404,24	-915,875	1	1676,52	-33,1132	-1,91E-06	-0,157459	8
23	84	50,0083	1586,03	-1060,45	1	1907,89	-33,7675	-1,87E-06	-0,157461	8
24	88	37,5081	1751,25	-1202,02	1	2124,08	-34,465	-1,89E-06	-0,157462	8
25	90	27,2784	1956,91	-1389,93	1	2400,29	-35,3849	-1,88E-06	-0,157466	8
26	92	19,3547	2217,77	-1635	1	2755,31	-36,3986	-1,88E-06	-0,157459	8

27	94	13,9512	2518,07	-1915,26	1	3163,68	-37,2569	-1,86E-06	-0,157465	8
28	97	9,9987	2888,36	-2248,34	1	3660,28	-37,8977	-1,86E-06	-0,15745	8
29	100	7,22893	3332,52	-2619,96	1	4239,09	-38,1737	-1,87E-06	-0,157443	8
30	103	5,17443	3876,64	-3054,66	1	4935,51	-38,237	-5,33E-07	-0,157452	7
31	105	3,72715	4525,51	-3518,11	1	5732,13	-37,8613	-5,25E-07	-0,157449	7
32	108	2,67848	5326,43	-4002,58	1	6662,7	-36,9233	-5,27E-07	-0,15745	7
33	112	1,9297	6252,68	-4487,61	1	7696,4	-35,6674	-4,22E-07	-0,156972	7
34	116	1,38953	7330,49	-4920,17	1	8828,6	-33,8692	-4,53E-07	-0,156969	7
35	121	1,00006	8550,16	-5268,84	1	10043,2	-31,6425	-4,08E-07	-0,15684	7
36	125	0,719184	9890,8	-5524,67	1	11329,2	-29,1862	-3,83E-07	-0,156836	7
37	131	0,517933	11251,7	-5580,15	1	12559,4	-26,3785	-4,37E-07	-0,156842	7
38	138	0,372716	12653,3	-5541,63	1	13813,6	-23,6515	-4,26E-07	-0,156832	7
39	147	0,268139	13932,6	-5365,54	1	14930,1	-21,062	-4,29E-07	-0,15684	7
40	159	0,193101	15214,8	-5070,93	1	16037,6	-18,4327	-4,22E-07	-0,156836	7
41	176	0,138983	16293	-4747,46	1	16970,6	-16,2451	-4,11E-07	-0,156842	7
42	199	0,099994	17819,3	-4458,88	1	18368,7	-14,0485	-4,93E-07	-0,156846	7
43	220	0,071978	18607,8	-4149,3	1	19064,8	-12,5705	-5,68E-07	-0,156839	7
44	249	0,051781	19629,4	-3865,16	1	20006,3	-11,1394	-6,21E-07	-0,156836	7
45	288	0,037261	20490,4	-3572,24	1	20799,5	-9,8894	-7,13E-07	-0,156836	7
46	343	0,026835	20807,6	-3096,6	1	21036,8	-8,46465	-6,66E-07	-0,156831	7
47	419	0,019303	22382	-3331,65	1	22628,6	-8,46654	-5,84E-07	-0,156845	7
48	575	0,0139	23677,7	-3077,71	1	23876,9	-7,406	-5,64E-07	-0,156842	7
49	792	0,010001	25507,4	-4085,91	1	25832,6	-9,10062	-4,04E-07	-0,156839	7

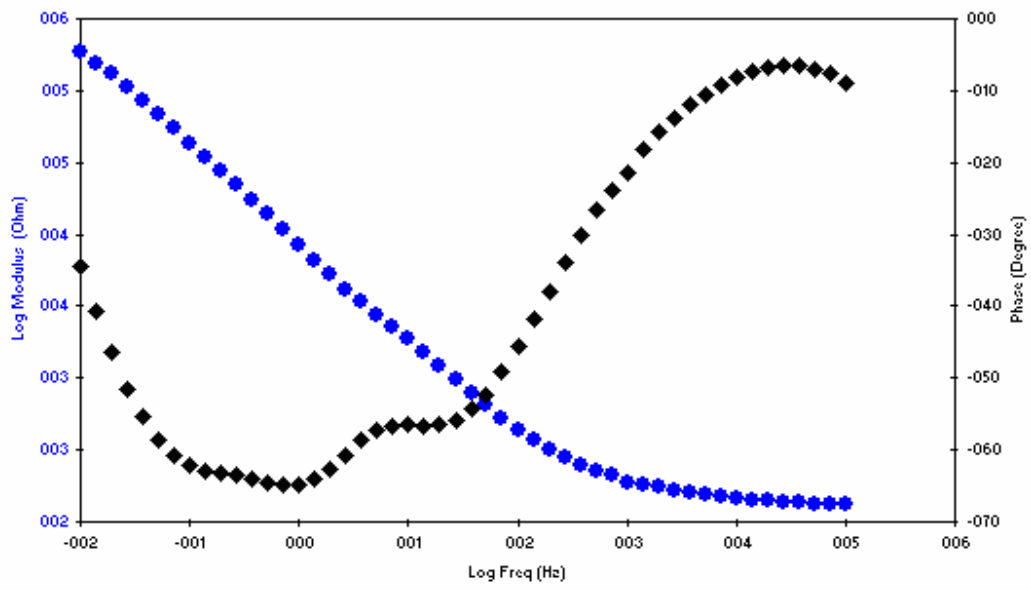


Figura B29. Diagrama de Bode probeta 15

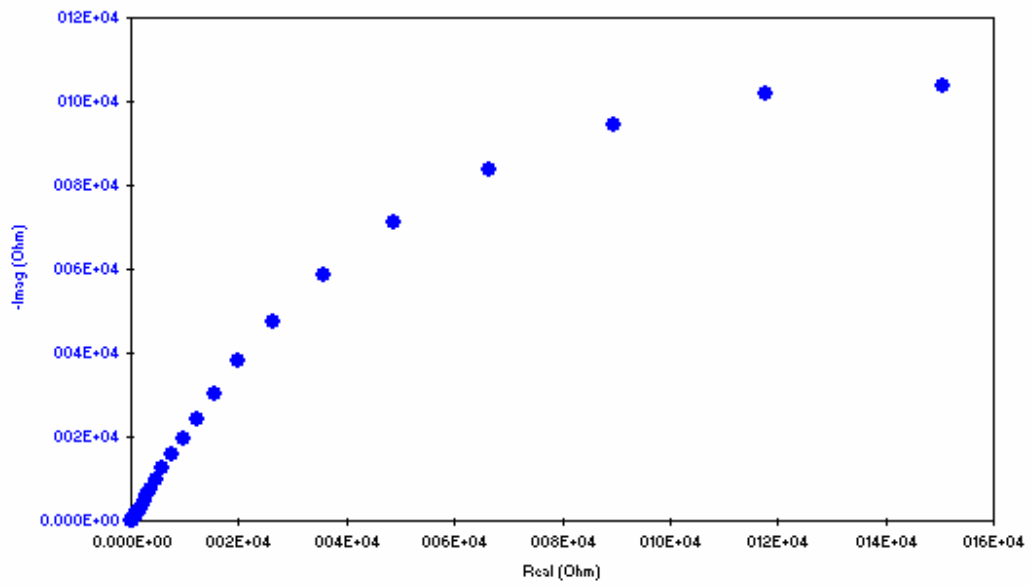


Figura B30. Diagrama de Nyquist probeta 15

Tabla B15. Datos de la prueba EIS para la probeta 15

Pt	Time	Freq	Zreal	Zimag	Zsig	Zmod	Zphz	Idc	Vdc	IRange
0	6	100007	129,531	-20,5667	1	131,154	-9,02199	-1,50E-05	-0,421676	9
1	9	71972,7	131,152	-17,1977	1	132,275	-7,47045	-1,58E-05	-0,422096	9
2	11	51803,4	133,013	-16,1862	1	133,994	-6,93813	-1,32E-05	-0,421822	9
3	14	37285,2	135,057	-15,5768	1	135,953	-6,57914	-1,40E-05	-0,422273	9
4	17	26829,4	136,719	-15,5365	1	137,599	-6,48317	-1,41E-05	-0,42222	9
5	20	19300,3	138,471	-16,6541	1	139,469	-6,85811	-1,51E-05	-0,421844	9
6	24	13899,7	140,946	-17,9336	1	142,083	-7,25117	-1,35E-05	-0,421849	9
7	28	9998,2	143,734	-20,6306	1	145,208	-8,16802	-1,52E-05	-0,421865	9
8	32	7195,04	146,891	-23,792	1	148,805	-9,20031	-1,53E-05	-0,421822	9
9	34	5180,17	150,852	-28,2704	1	153,479	-10,6144	-1,55E-05	-0,421847	9
10	37	3727,36	155,007	-33,0868	1	158,499	-12,0492	-1,53E-05	-0,421851	9
11	41	2682,1	160,405	-39,6448	1	165,231	-13,8827	-1,45E-05	-0,42222	9
12	45	1930,38	166,74	-47,3544	1	173,334	-15,8546	-1,58E-05	-0,421831	9
13	48	1389,32	174,403	-56,9593	1	183,468	-18,0869	-1,61E-05	-0,421636	9
14	50	999,95	172,864	-68,2589	1	185,853	-21,5476	-1,64E-05	-0,421812	9
15	52	719,657	191,617	-84,3253	1	209,351	-23,7529	-1,57E-05	-0,421841	9
16	55	517,851	203,479	-102,276	1	227,737	-26,6859	-1,53E-05	-0,421873	9
17	57	372,626	216,481	-126,053	1	250,506	-30,2115	-1,52E-05	-0,42184	9
18	60	268,321	232,328	-156,587	1	280,171	-33,9795	-1,53E-05	-0,421838	9
19	62	193,132	251,493	-195,968	1	318,829	-37,9263	-1,53E-05	-0,421844	9
20	64	138,97	275,18	-246,833	1	369,663	-41,8917	-1,53E-05	-0,421838	9
21	66	100,009	304,872	-312,44	1	436,538	-45,7024	-1,53E-05	-0,421846	9
22	68	71,9782	342,487	-396,557	1	523,98	-49,1845	-1,48E-06	-0,421836	8
23	70	50,0083	398,83	-518,143	1	653,863	-52,4135	-1,61E-06	-0,421842	8
24	73	37,5081	458,853	-639,816	1	787,344	-54,3533	-1,60E-06	-0,421853	8
25	75	27,2784	546,813	-805,094	1	973,23	-55,816	-1,63E-06	-0,421842	8
26	77	19,3547	674,728	-1021,61	1	1224,32	-56,5571	-1,71E-06	-0,421847	8
27	79	13,9512	833,393	-1267,35	1	1516,81	-56,6715	-1,62E-06	-0,421836	8

28	82	9,9987	1030,58	-1558,46	1	1868,39	-56,5241	-1,61E-06	-0,421847	8
29	85	7,22893	1247,7	-1892,27	1	2266,59	-56,6004	-1,59E-06	-0,421847	8
30	89	5,17443	1489,35	-2321,16	1	2757,89	-57,3142	-1,67E-06	-0,421847	8
31	91	3,72715	1746,91	-2877,12	1	3365,94	-58,735	-1,63E-06	-0,421844	8
32	94	2,67848	2039,02	-3628,06	1	4161,78	-60,6634	-1,65E-06	-0,421832	8
33	97	1,9297	2400,09	-4632,48	1	5217,31	-62,6113	-1,39E-07	-0,421394	7
34	101	1,38953	2904,21	-5955,38	1	6625,79	-64,0033	-1,45E-07	-0,4214	7
35	107	1,00006	3620,87	-7666,49	1	8478,54	-64,7187	-1,23E-07	-0,421259	7
36	111	0,719184	4613,38	-9814,9	1	10845,1	-64,8248	-1,33E-07	-0,42126	7
37	116	0,517933	5933,38	-12447,6	1	13789,4	-64,5143	-1,38E-07	-0,421267	7
38	123	0,372716	7642,24	-15668,8	1	17433,2	-63,9999	-1,41E-07	-0,421267	7
39	133	0,268139	9786,8	-19609,4	1	21916	-63,4768	-1,42E-07	-0,421265	7
40	145	0,193101	12245,6	-24386,9	1	27288,8	-63,3372	-1,39E-07	-0,421273	7
41	162	0,138983	15505,2	-30384	1	34111,6	-62,9645	-1,42E-07	-0,42128	7
42	185	0,099994	20039,2	-37991,1	1	42952,2	-62,1897	-1,45E-07	-0,421284	7
43	206	0,071978	26485,1	-47451,2	1	54342,2	-60,8317	-4,12E-08	-0,421282	6
44	235	0,051781	35727	-58677,1	1	68698	-58,6638	-4,66E-08	-0,421289	6
45	274	0,037261	48844,4	-71024,6	1	86199	-55,4833	-5,32E-08	-0,421301	6
46	329	0,026835	66581,1	-83507,6	1	106802	-51,4344	-5,92E-08	-0,421301	6
47	405	0,019303	89722,5	-94493,5	1	130304	-46,4836	-6,46E-08	-0,42131	6
48	510	0,0139	117642	-101663	1	155483	-40,8326	-6,94E-08	-0,421325	6
49	655	0,010001	150739	-103895	1	183075	-34,5761	-7,85E-08	-0,421333	6

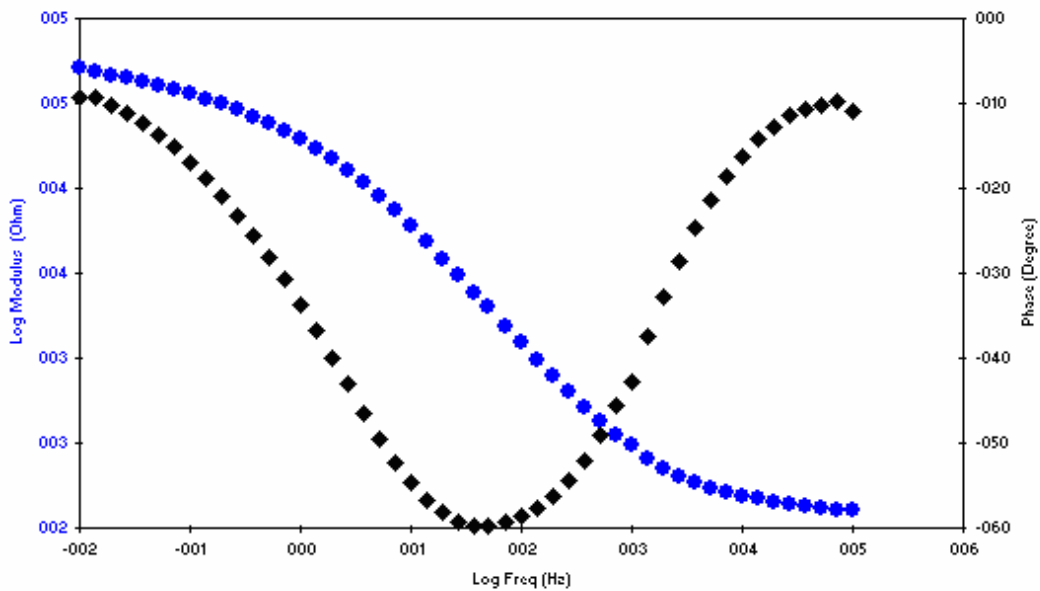


Figura B31. Diagrama de Bode probeta 16

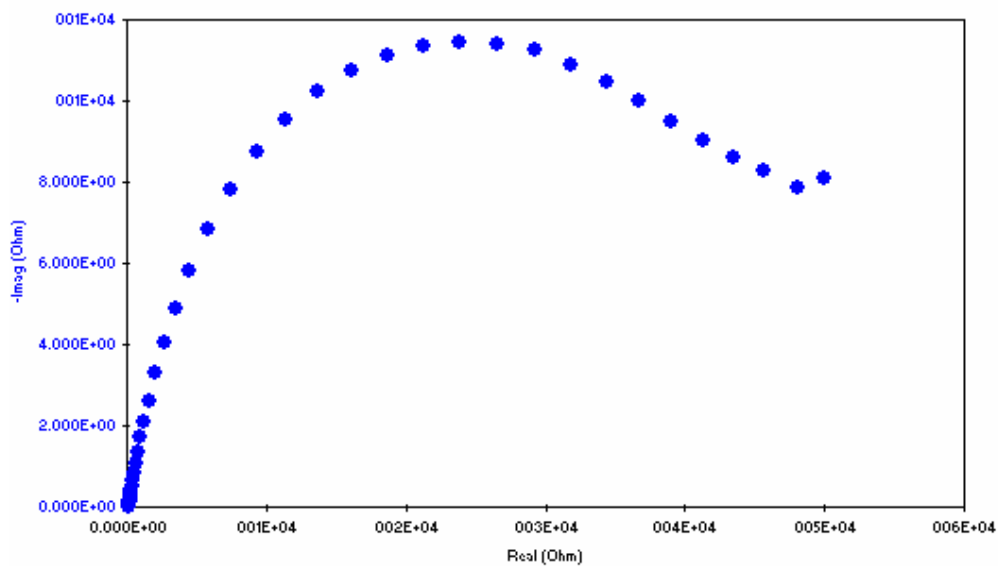


Figura B32. Diagrama de Nyquist probeta 16

Tabla B16. Datos de la prueba EIS para la probeta 16

Pt	Time	Freq	Zreal	Zimag	Zsig	Zmod	Zphz	Idc	Vdc	IRange
0	5	100007	124,446	-23,7789	1	126,698	-10,8176	-1,40E-05	-0,126941	9
1	7	71972,7	126,737	-22,0793	1	128,646	-9,8825	-1,64E-05	-0,12602	9
2	10	51803,4	128,553	-23,4617	1	130,677	-10,343	-1,54E-05	-0,125968	9
3	12	37285,2	132,031	-25,0038	1	134,378	-10,7236	-1,46E-05	-0,12767	9
4	14	26829,4	135,223	-27,3459	1	137,961	-11,4326	-1,51E-05	-0,127598	9
5	17	19300,3	139,209	-31,3879	1	142,703	-12,7062	-1,51E-05	-0,126899	9
6	20	13899,7	143,878	-36,312	1	148,389	-14,1646	-1,39E-05	-0,126969	9
7	22	9998,2	148,545	-43,201	1	154,7	-16,2159	-1,51E-05	-0,126883	9
8	25	7195,04	154,57	-52,265	1	163,167	-18,6821	-1,50E-05	-0,126876	9
9	27	5180,17	160,962	-62,9228	1	172,824	-21,3514	-1,52E-05	-0,12687	9
10	30	3727,36	168,775	-77,8681	1	185,872	-24,7673	-1,57E-05	-0,12686	9
11	33	2682,1	177,723	-97,169	1	202,552	-28,6673	-1,46E-05	-0,126949	9
12	36	1930,38	190,062	-122,588	1	226,166	-32,8215	-1,54E-05	-0,12686	9
13	39	1389,32	203,492	-155,86	1	256,323	-37,4495	-1,37E-05	-0,127862	9
14	42	999,95	228,099	-211,203	1	310,863	-42,7974	-1,57E-05	-0,126885	9
15	45	719,657	245,513	-251,464	1	351,441	-45,686	-1,54E-05	-0,126878	9
16	49	517,851	278,597	-320,462	1	424,632	-48,9976	-1,55E-05	-0,126867	9
17	54	372,626	318,586	-408,408	1	517,971	-52,0434	-1,55E-06	-0,126881	8
18	56	268,321	371,534	-518,648	1	637,991	-54,3841	-1,62E-06	-0,126887	8
19	58	193,132	440,161	-657,67	1	791,374	-56,2067	-1,66E-06	-0,126888	8
20	60	138,97	528,089	-832,454	1	985,83	-57,6099	-1,70E-06	-0,126889	8
21	62	100,009	640,937	-1052,3	1	1232,12	-58,6551	-1,67E-06	-0,126875	8
22	64	71,9782	786,891	-1329,58	1	1544,98	-59,3815	-1,67E-06	-0,126879	8
23	66	50,0083	1002,96	-1720,82	1	1991,77	-59,7648	-1,67E-06	-0,12689	8
24	69	37,5081	1229,31	-2104,35	1	2437,11	-59,7075	-1,68E-06	-0,126892	8
25	71	27,2784	1558,03	-2617,52	1	3046,13	-59,2375	-1,67E-06	-0,126894	8
26	73	19,3547	2038,78	-3281,6	1	3863,35	-58,1482	-1,71E-06	-0,126878	8
27	75	13,9512	2649,03	-4033,74	1	4825,8	-56,7064	-1,67E-06	-0,126862	8
28	78	9,9987	3470,63	-4904,49	1	6008,27	-54,7151	-2,84E-07	-0,12688	7

29	81	7,22893	4504,53	-5834,59	1	7371,11	-52,3304	-2,93E-07	-0,126882	7
30	84	5,17443	5825,94	-6840,58	1	8985,27	-49,5799	-3,18E-07	-0,126888	7
31	87	3,72715	7429,44	-7822,65	1	10788,4	-46,4768	-3,10E-07	-0,126878	7
32	89	2,67848	9328,81	-8735,32	1	12780,2	-43,1183	-3,12E-07	-0,126889	7
33	93	1,9297	11393,9	-9551,2	1	14867,6	-39,9722	-2,58E-07	-0,126408	7
34	97	1,38953	13689,1	-10212,3	1	17078,7	-36,7235	-2,55E-07	-0,126408	7
35	102	1,00006	16135,2	-10738,4	1	19381,9	-33,6449	-2,32E-07	-0,126272	7
36	107	0,719184	18655,8	-11106,3	1	21711,5	-30,7664	-2,39E-07	-0,126275	7
37	112	0,517933	21244	-11350,6	1	24086,2	-28,1154	-2,39E-07	-0,126265	7
38	119	0,372716	23892	-11455,8	1	26496,5	-25,6169	-2,40E-07	-0,126271	7
39	128	0,268139	26542,2	-11409	1	28890,4	-23,2602	-2,42E-07	-0,12627	7
40	140	0,193101	29202,6	-11234,2	1	31288,9	-21,0416	-2,42E-07	-0,126266	7
41	157	0,138983	31820,5	-10897,7	1	33634,9	-18,9051	-2,27E-07	-0,126269	7
42	180	0,099994	34355,2	-10475,3	1	35916,7	-16,957	-2,28E-07	-0,126272	7
43	201	0,071978	36750	-10001,1	1	38086,6	-15,2238	-2,29E-07	-0,12627	7
44	230	0,051781	39065,3	-9501,1	1	40204,1	-13,6696	-2,31E-07	-0,126276	7
45	270	0,037261	41307,6	-9033,4	1	42283,8	-12,3356	-1,29E-07	-0,126267	6
46	325	0,026835	43530,1	-8603,42	1	44372,2	-11,18	-1,31E-07	-0,126263	6
47	400	0,019303	45622,9	-8257,46	1	46364,1	-10,2591	-1,31E-07	-0,126277	6
48	505	0,0139	48130,3	-7883,17	1	48771,6	-9,30177	-1,23E-07	-0,12629	6
49	650	0,010001	50012,7	-8114,07	1	50666,6	-9,21539	-1,27E-07	-0,126271	6

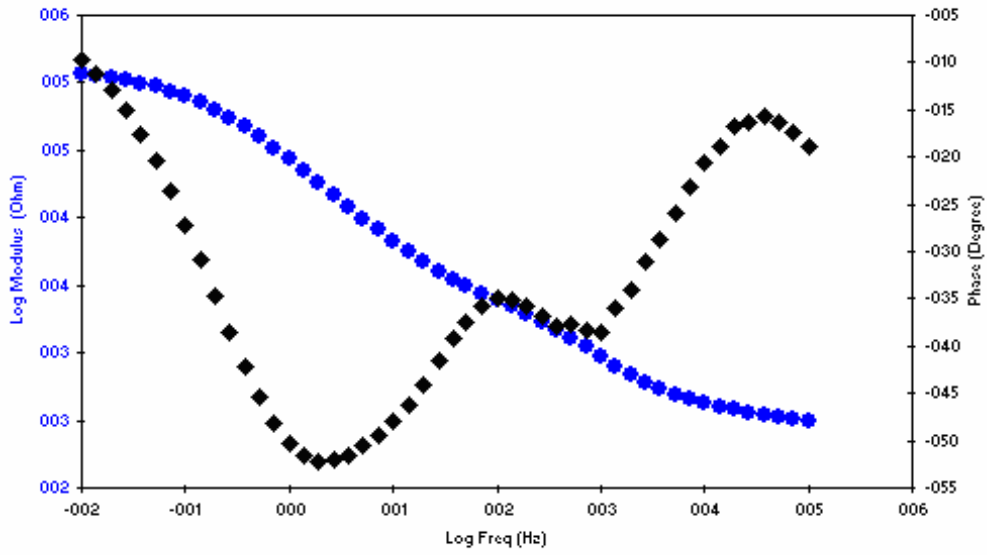


Figura B33. Diagrama de Bode probeta 17

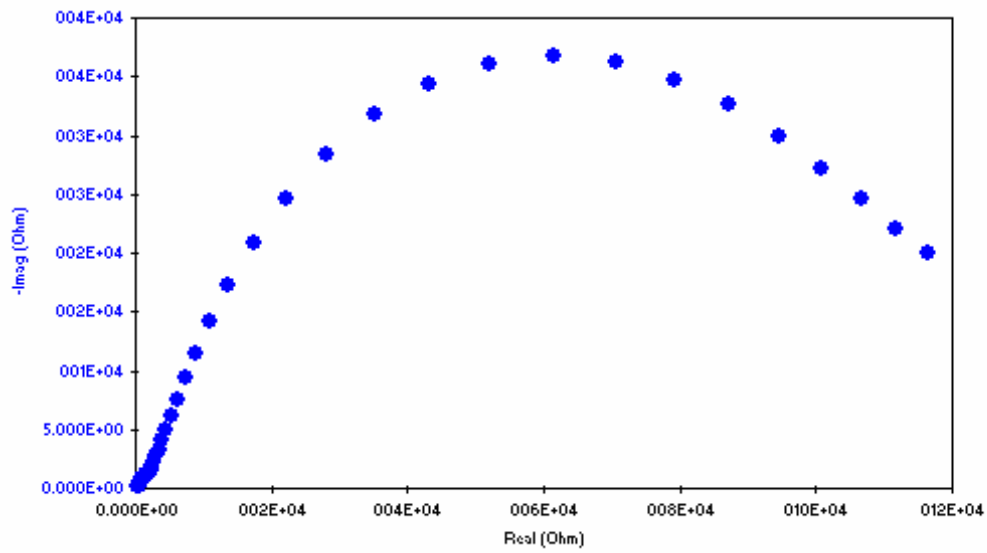


Figura B34. Diagrama de Nyquist probeta 17

Tabla B17. Datos de la prueba EIS para la probeta 17

Pt	Time	Freq	Zreal	Zimag	Zsig	Zmod	Zphz	Idc	Vdc	IRange
0	6	100007	291,915	-99,752	1	308,488	-18,8661	-1,42E-05	-0,132873	9
1	10	71972,7	305,922	-95,63	1	320,521	-17,359	-1,51E-05	-0,131787	9
2	13	51803,4	319,437	-93,6899	1	332,893	-16,3463	-1,38E-05	-0,13303	9
3	17	37285,2	333,116	-93,4538	1	345,977	-15,6712	-1,46E-05	-0,133951	9
4	21	26829,4	346,528	-100,994	1	360,945	-16,2485	-1,55E-05	-0,131715	9
5	25	19300,3	363,026	-108,601	1	378,922	-16,6548	-1,53E-05	-0,132665	9
6	29	13899,7	378,377	-129,749	1	400,005	-18,9273	-1,43E-05	-0,132967	9
7	33	9998,2	395,438	-147,902	1	422,192	-20,5068	-1,24E-06	-0,132763	8
8	37	7195,04	418,676	-179,316	1	455,46	-23,185	-1,36E-06	-0,132759	8
9	41	5180,17	444,193	-217,011	1	494,369	-26,0379	-1,24E-06	-0,132775	8
10	46	3727,36	476,916	-262,078	1	544,181	-28,79	-1,63E-06	-0,132626	8
11	50	2682,1	520,964	-313,52	1	608,028	-31,0398	-6,44E-07	-0,132865	8
12	54	1930,38	573,832	-389,023	1	693,269	-34,1348	-1,54E-05	-0,132644	9
13	59	1389,32	645,62	-469,901	1	798,519	-36,0483	-1,48E-05	-0,133912	9
14	63	999,95	738,286	-589,021	1	944,464	-38,5837	-1,51E-05	-0,132724	9
15	68	719,657	872,995	-691,906	1	1113,94	-38,3991	-1,57E-05	-0,132642	9
16	72	517,851	1009,76	-780,096	1	1275,99	-37,6882	-1,50E-05	-0,132639	9
17	78	372,626	1170,76	-912,676	1	1484,47	-37,9386	-1,48E-06	-0,132698	8
18	80	268,321	1367,71	-1026,07	1	1709,81	-36,8776	-1,55E-06	-0,132691	8
19	82	193,132	1577,23	-1138,36	1	1945,13	-35,8197	-1,55E-06	-0,132689	8
20	84	138,97	1792,13	-1258,42	1	2189,83	-35,0762	-1,54E-06	-0,132686	8
21	86	100,009	2006,7	-1405,66	1	2450,05	-35,0106	-1,55E-06	-0,1327	8
22	88	71,9782	2221,99	-1598,95	1	2737,49	-35,739	-1,55E-06	-0,132699	8
23	90	50,0083	2477,64	-1895,39	1	3119,49	-37,4159	-1,55E-06	-0,132697	8
24	93	37,5081	2704,29	-2208,04	1	3491,22	-39,2316	-1,53E-06	-0,132692	8
25	95	27,2784	2999,28	-2661,65	1	4010	-41,5868	-1,54E-06	-0,132697	8
26	97	19,3547	3399,23	-3288,85	1	4729,83	-44,0546	-1,94E-07	-0,132697	7
27	99	13,9512	3886,27	-4048,36	1	5611,8	-46,1703	-1,95E-07	-0,13269	7

28	102	9,9987	4509,85	-4997,75	1	6731,73	-47,9377	-1,88E-07	-0,132695	7
29	105	7,22893	5268,17	-6140,07	1	8090,36	-49,3705	-1,94E-07	-0,132696	7
30	108	5,17443	6231,03	-7571,75	1	9806	-50,548	-2,06E-07	-0,132698	7
31	111	3,72715	7411,13	-9337,89	1	11921,5	-51,5623	-1,98E-07	-0,132702	7
32	113	2,67848	8971,58	-11527,7	1	14607,4	-52,1076	-2,03E-07	-0,132694	7
33	117	1,9297	10973,1	-14184,6	1	17933,5	-52,2748	-1,56E-07	-0,132208	7
34	121	1,38953	13694,4	-17326	1	22084,5	-51,6772	-1,56E-07	-0,132208	7
35	126	1,00006	17325,4	-20884,1	1	27135,1	-50,321	-1,45E-07	-0,13209	7
36	130	0,719184	22047,9	-24661,7	1	33080,4	-48,2028	-1,48E-07	-0,132084	7
37	136	0,517933	27940,1	-28392,1	1	39834,1	-45,4597	-1,49E-07	-0,132079	7
38	143	0,372716	35053,8	-31768,5	1	47307,6	-42,1853	-1,49E-07	-0,132082	7
39	152	0,268139	43216,5	-34439,5	1	55260,7	-38,5515	-4,32E-08	-0,132083	6
40	164	0,193101	52108,2	-36139,2	1	63413,8	-34,7429	-4,33E-08	-0,132084	6
41	181	0,138983	61372,4	-36714,9	1	71516,1	-30,8892	-4,34E-08	-0,132083	6
42	204	0,099994	70550,8	-36197	1	79294,6	-27,1606	-4,28E-08	-0,132085	6
43	225	0,071978	79276,2	-34738,9	1	86553,5	-23,6631	-4,20E-08	-0,132076	6
44	254	0,051781	87321,7	-32565,9	1	93196,6	-20,4526	-4,16E-08	-0,132082	6
45	293	0,037261	94568,2	-29966,9	1	99203	-17,5824	-4,08E-08	-0,132078	6
46	348	0,026835	100934	-27225,7	1	104541	-15,0956	-3,99E-08	-0,132078	6
47	424	0,019303	106585	-24554,4	1	109377	-12,9731	-3,87E-08	-0,132066	6
48	529	0,0139	111651	-22090	1	113815	-11,1914	-3,78E-08	-0,132065	6
49	674	0,010001	116462	-19966,6	1	118161	-9,7284	-3,76E-08	-0,132061	6

Anexo C. Protocolo del Potenciostato GAMRY para las pruebas de caracterización electroquímica.

El protocolo seguido para el desarrollo de las pruebas de caracterización mediante EIS es:

1. Encender el equipo 1 hora antes de iniciar las pruebas.
2. Realizar el montaje en la celda plana, y conectar el equipo a los electrodos de la misma utilizando la siguiente convención
 - Rojo: Contraelectrodo
 - Blanco: Electrodo de referencia (Calomel)
 - Azul y verde: Electrodo de trabajo
 - Negra y naranja: Polo a tierra
 -
3. Programar el equipo como se muestra en la tabla C1

Variable a introducir	Valor
Frecuencia inicial (Hz)	100000
Frecuencia final (Hz)	0.01
Puntos por decada	7
Voltaje de corriente alterna (mV)	30
Voltaje de corriente continua (mV)	0
Area (cm ²)	0.81
Densidad	4,44
Peso equivalente	11,88
Tiempo de retraso inicial (s)	300

Tabla C1. Condiciones de programación del equipo

4. Se confirma continuidad eléctrica en las conexiones con el voltímetro
5. Se le da ejecutar al equipo para que corra la prueba