

Estudio del efecto inhibidor de diferentes concentraciones de aloe vera sobre un acero galvanizado en soluciones de cloruro de sodio

Anny Melissa Hernández Rincón, Juan José Boneth Sanguino

Trabajo de grado para optar el título de Ingeniero Metalúrgico

Director

Darío Yesid Peña Ballesteros

Doctor en corrosión

Universidad Industrial de Santander

Facultad de Ingenierías Físicoquímicas

Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales

Bucaramanga

2020

Dedicatoria

Primeramente, a Dios, al forjador de mi camino, por regalarme tantas bendiciones a lo largo de toda mi vida, por guiarme en esta etapa y permitirme cumplir uno de mis sueños.

A mis padres, Rocio Rincón & Rodrigo Rolong por su comprensión y apoyo incondicional en todo momento, por darme las herramientas necesarias que me han ayudado a crecer como persona y me han permitido ser lo que soy hoy en día. Por motivarme a cumplir cada uno de mis objetivos, porque sin ellos, nada de esto sería posible.

A la hermana que la vida me regaló, Valentina Flórez, por estar siempre a mi lado, por creer en mí y por darme palabras de aliento en los momentos que más lo necesité.

A mi abuela, Rosita (Q.E.P.D) por ser mi segunda madre, que, aunque no esté físicamente conmigo, ha sido mi luz en el camino, siempre me mostró que todo era posible y me dio el ejemplo más grande de nobleza y humildad, por todas las enseñanzas que me dejó y por el amor infinito que me dio. Mi corazón jamás dejará de quererle.

A mi abuelo José Hernández, por estar siempre presente, por brindarme su amor y darme sus consejos en el momento oportuno.

A todos los demás miembros de mi familia que confiaron en mí y que de una u otra forma han sido un soporte en mi vida.

A mis amigos, Diana Bohórquez, José Albeiro, Juandi & Diego Pacheco por todas las experiencias que vivieron conmigo y los momentos de alegría que me regalaron.

Anny Melissa Hernández

Dedicatoria

A Dios en primer lugar, por permitirme vivir cada día, por sus infinitas bendiciones y por darme la fortaleza espiritual para seguir adelante.

A mis padres Juan de Dios Boneth y Nubia María Sanguino por su amor incondicional a lo largo de mi vida, por sus enseñanzas y su ejemplo que han contribuido en mi formación personal y profesional. Por darme tantos momentos de alegría y brindarme lo mejor de ellos a cada instante, siendo mi más grande motivo de orgullo.

A mi hermana Marian Rocío Boneth por su amor, entrega y acompañamiento a lo largo de estos años, por su apoyo en los momentos difíciles y por ser una parte importante de mi vida.

Juan José Boneth

Agradecimientos

Al profesor Darío Yesid Peña por su acompañamiento y calidez humana durante esta última etapa de nuestra vida universitaria, por su orientación, ayuda, paciencia y comprensión durante la realización de esta investigación.

Al Grupo de Investigaciones en Corrosión (GIC) por acogernos y brindarnos las herramientas necesarias para consolidar este proyecto, a sus integrantes Nerly Montañez y Diana Naranjo por su orientación y ayuda.

Al señor Carlos Villareal y al laboratorio de Microscopía UIS por su contribución en la obtención de resultados claves en la investigación.

Al técnico Domingo Carreño por su colaboración, disponibilidad y actitud de ayuda en los momentos necesarios.

A todos los integrantes de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencias de Materiales que de una u otra manera contribuyeron en nuestra formación personal y profesional.

Tabla de Contenido

	Pág.
Introducción	16
1. Objetivos	17
1.1. Objetivo General.....	17
1.2. Objetivos Específicos	17
2. Marco teórico	18
2.1. Antecedentes.....	18
2.2. Acero galvanizado skin pass.....	19
2.3. Eficiencia de un inhibidor.....	23
2.4. Aloe vera.....	24
3. Metodología experimental	25
3.1. Selección y preparación de las probetas.	25
3.2. Preparación del aloe vera.	25
3.3. Caracterización del acero galvanizado.	26
3.4. Montaje de la celda electroquímica.	27
3.5. Desarrollo de pruebas electroquímicas.....	27
3.6. Caracterización final de las probetas.	28
4. Resultados y análisis	28
4.1. Caracterización del acero galvanizado.	28
4.1.1. Caracterización del recubrimiento galvanizado	29
4.1.2. Caracterización del sustrato.....	29
4.1.3. Caracterización de la sección transversal	30

4.2. Pruebas electroquímicas.	30
4.2.1. Curvas Potenciodinámicas.....	31
4.2.2. Resistencia a la polarización.	33
4.2.3. Espectroscopía de impedancia electroquímica.....	36
4.3. Caracterización del estado final de las probetas.	39
5. Conclusiones	41
6. Recomendaciones.....	42
Referencias bibliográficas.....	43
Apéndices.....	48

Lista de Tablas

<i>Tabla 1</i> Técnicas electroquímicas realizadas y sus condiciones de trabajo.....	28
<i>Tabla 2</i> Composición química del sustrato proporcionada por el fabricante.	29
<i>Tabla 3</i> Parámetros obtenidos por curvas potenciodinámicas en solución al 1% de NaCl.	32
<i>Tabla 4</i> Parámetros obtenidos por curvas potenciodinámicas en solución al 3% de NaCl.	33
<i>Tabla 5</i> Resultados de resistencia a la polarización obtenidos para las muestras expuestas en solución al 1% y 3% en peso de NaCl.	35
<i>Tabla 6</i> Resultados obtenidos mediante la técnica de Espectroscopia de impedancia electroquímica para las muestras expuestas en solución de NaCl al 1% en peso.....	38
<i>Tabla 7</i> Resultados obtenidos mediante la técnica de impedancia electroquímica para las muestras expuestas en solución de NaCl al 3% en peso.....	38
<i>Tabla 8</i> Resultados de los parámetros obtenidos por curvas potenciodinámicas en muestras expuestas en solución de NaCl al 1% en peso.	52
<i>Tabla 9</i> Resultados de los parámetros obtenidos por curvas potenciodinámicas en muestras expuestas en solución de NaCl al 1% en peso.	52
<i>Tabla 10</i> Resultados obtenidos por Espectroscopía de impedancia electroquímica en muestras expuestas en solución de NaCl al 1% en peso.	53
<i>Tabla 11</i> Resultados obtenidos por Espectroscopía de impedancia electroquímica en muestras expuestas en solución de NaCl al 3% en peso.	53
<i>Tabla 12</i> Resultados obtenidos por resistencia a la polarización en muestras expuestas en solución de NaCl al 1% en peso.	54
<i>Tabla 13</i> Resultados obtenidos por resistencia a la polarización en muestras expuestas en solución de NaCl al 3% en peso.	54

Lista de Figuras

<i>Figura 1.</i> Acero galvanizado luego del proceso de laminación superficial “Skin pass”.	21
<i>Figura 2.</i> Planta de aloe vera usada como fuente del inhibidor de corrosión.....	24
<i>Figura 3.</i> Representación del montaje empleado	27
<i>Figura 4.</i> Imágenes obtenidas mediante SEM.....	30
<i>Figura 5.</i> Curvas potenciodinámicas a diferentes concentraciones de aloe vera	31
<i>Figura 6.</i> Curvas de resistencia a la polarización a diferentes concentraciones de aloe vera	34
<i>Figura 7.</i> Gráficos de Nyquist de los ensayos realizados a diferentes concentraciones de aloe vera.....	37
<i>Figura 8.</i> Micrografías de SEM para las muestras inmersas en la solución de NaCl al 1%	40
<i>Figura 9.</i> Micrografías de SEM para las muestras inmersas en la solución de NaCl al 3%	40
<i>Figura 10.</i> Esquema de las tres etapas de la corrosión en el acero galvanizado.	48
<i>Figura 11.</i> Espectros EDS en la caracterización del acero galvanizado skin pass con su zona de análisis.....	49
<i>Figura 12.</i> Espectro EDS del sustrato con su respectiva zona de análisis.....	49
<i>Figura 13.</i> Espectro EDS para la muestra inmersa en solución de NaCl a 1% en peso sin inhibidor con su respectiva zona de análisis.	50
<i>Figura 14.</i> Espectro EDS para la muestra sometida a la solución de 1% en peso de NaCl y 30% de aloe vera, con su respectiva zona de análisis.	50
<i>Figura 15.</i> Espectro EDS de la muestra inmersa en solución de NaCl al 3% en peso sin presencia de inhibidor con su respectiva zona de análisis.	51
<i>Figura 16.</i> Espectro EDS muestra en solución de NaCl al 3% en peso y 30% aloe vera con su área de análisis.	51

<i>Figura 17.</i> Diagrama de Bode de módulo de impedancia $ Z $ vs frecuencia obtenido mediante la técnica de EIS para diferentes concentraciones de aloe vera.....	55
<i>Figura 18.</i> Diagrama de Bode de ángulo de fase vs Frecuencia obtenido mediante la técnica de EIS para diferentes concentraciones de aloe vera.....	55
<i>Figura 19.</i> Circuito equivalente para el análisis de datos obtenidos de la prueba EIS para la solución electrolítica de 1% y 3% en peso de NaCl.	56

Lista de Apéndices

<i>Apéndice A.</i> Etapas del mecanismo de la corrosión en el acero galvanizado.	48
<i>Apéndice B.</i> Resultados espectros EDS.	49
<i>Apéndice C.</i> Resultados estadísticos de las pruebas electroquímicas realizadas.	52
<i>Apéndice D.</i> Diagramas de Bode obtenidos mediante la técnica de Espectroscopía de impedancia electroquímica.	55
<i>Apéndice E.</i> Modelo de circuito equivalente propuesto para describir el comportamiento electroquímico de los procesos de corrosión.	56

Resumen

TITULO: Estudio del efecto inhibidor de diferentes concentraciones de aloe vera sobre un acero galvanizado en soluciones de cloruro de sodio*

AUTORES: BONETH SANGUINO, Juan José; HERNÁNDEZ RINCÓN, Anny Melissa**

PALABRAS CLAVES: Corrosión, aloe vera, inhibición, acero galvanizado.

DESCRIPCIÓN: Se utilizaron las técnicas electroquímicas de resistencia a la polarización, curvas potenciodinámicas, extrapolación de Tafel y espectroscopía de impedancia electroquímica para estudiar el comportamiento de diferentes concentraciones de aloe vera como inhibidor de la corrosión de un acero galvanizado “Skin pass” inmerso en una solución de NaCl al 1% y 3% en peso usada como electrolito. Se usaron cristales de sábila de aproximadamente 4 cm para obtener el gel que sería usado como inhibidor. Los experimentos se desarrollaron en una celda electroquímica plana para simular un ambiente corrosivo (a temperatura ambiente), con electrodo de referencia de Ag/AgCl y contraelectrodo de grafito. El inhibidor se agregó en concentraciones de 0, 5, 10, 20 y 30% en volumen y el área expuesta del acero galvanizado (electrodo de trabajo) fue de 5,72 cm². Así mismo se hizo una caracterización inicial y final de las muestras, es decir, antes y después de realizar las pruebas electroquímicas por medio del SEM y EDS con el fin de determinar la microestructura del acero y los productos de corrosión formados. Los resultados obtenidos demuestran una disminución de la velocidad de corrosión a medida que la concentración del inhibidor en la solución aumenta. La mayor eficiencia de inhibición se obtuvo para un 30% de aloe vera en los distintos casos estudiados, otorgando una mayor protección al acero galvanizado y garantizando la permanencia del recubrimiento de zinc.

* Trabajo de grado investigativo

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales.
Director: PhD. Darío Yesid Peña Ballesteros

Abstract

TITLE: Study of the inhibitory effect of aloe vera's concentrations on a galvanized steel in sodium chloride solutions*

AUTHORS: BONETH SANGUINO, Juan José; HERNÁNDEZ RINCÓN, Anny Melissa**

KEY WORDS: Corrosion, aloe vera, inhibition, galvanized steel

DESCRIPTION: Electrochemical techniques of resistance to polarization, potentiodynamic curves, Tafel extrapolation and electrochemical impedance spectroscopy were used to study the behavior of different concentrations of aloe vera as a corrosion inhibitor of galvanized steel "Skin pass" immersed in a NaCl solution of 1% and 3% by weight used as electrolyte. Aloe crystals of 4 centimeters were used to obtain the gel that would be used as inhibitor. The experiments were carried out in a flat cell to simulate an aggressive environment (at room temperature), with an Ag/AgCl reference electrode and graphite counter electrode. The inhibitor was added in concentrations of 0, 5, 10, 20, and 30% by volume and the steel galvanized's exposed area (working electrode) was 5,72 cm². Likewise, samples's initial and final characterization was made, that is, before and after carrying out the electrochemical test thru SEM and EDS to determinate the steel's microstructure and the corrosion products formed. The results obtained demonstrate a decrease of the corrosion rate as the inhibitor concentration in the solution increase. The highest inhibition efficiency was obtained for 30% of aloe vera in the different cases studied, granting a greater protection to galvanized steel and guaranteeing the permanence of the zinc's coating.

* Research Degree Work

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales.
Director: PhD. Darío Yesid Peña Ballesteros

Introducción

La corrosión es un proceso electroquímico en donde un metal reacciona con el medio que lo rodea para formar ciertos compuestos químicos, lleva consigo altos costos económicos a nivel mundial representando el 3,4% del PIB (Koch, y otros, 2016) los cuales están relacionados con los procesos de control y prevención, mitigación y reparación de objetos fabricados a partir de metales y sus aleaciones que están expuestos a ambientes corrosivos (Pallav & Shruti, 2014). Para el caso del acero galvanizado, gracias a su naturaleza y a la presencia de una capa protectora de óxido de zinc sobre su superficie hacen que sea más resistente a la corrosión que el acero desnudo, no obstante, diferentes factores como los agentes presentes en la atmósfera y el tiempo de exposición cambian la composición de la capa protectora y limitan su capacidad para resistir a la corrosión (Peña, Sandoval, Estupiñán, Sierra, & Quintero, 2015).

El uso de inhibidores verdes se ha ido estudiando y se ha encontrado que son efectivos y amigables con el medio ambiente ya que no tienen compuestos tóxicos en su composición (Tejada, Meza, Altamiranda, & Berrocal, 2014). En el caso particular del aloe vera, ha sido ampliamente estudiado y desarrollado en diferentes áreas del conocimiento, pero a nivel industrial su estudio y uso es muy incipiente. Se propone realizar un estudio de la eficiencia del aloe vera como inhibidor de la corrosión en un acero galvanizado skin pass fabricado por una empresa colombiana en ambiente salino (NaCl) con presencia y ausencia del inhibidor por medio de técnicas electroquímicas como espectroscopia de impedancia electroquímica, resistencia a la polarización, curvas potenciodinámicas y pendientes de Tafel a temperatura ambiente, esto con el fin de simular un entorno atmosférico agresivo con presencia de cloruros evaluando el inhibidor para aumentar la durabilidad del acero y así evitar grandes daños en la industria.

1. Objetivos

1.1. Objetivo General

Determinar el efecto inhibidor producido por diferentes concentraciones de aloe vera sobre un acero galvanizado inmerso en soluciones salinas (NaCl) al 1 y 3%, por medio de técnicas electroquímicas.

1.2. Objetivos Específicos

- Determinar la velocidad de corrosión del acero galvanizado mediante las técnicas de resistencia a la polarización, curvas potenciodinámicas, extrapolación de Tafel y espectroscopía de impedancia electroquímica.
- Establecer el tipo de daño causado por la corrosión a través de las técnicas de microscopía electrónica de barrido y espectrometría de dispersión de energía de rayos X.
- Calcular la eficiencia de diferentes concentraciones de aloe vera como posible inhibidor de la corrosión en acero galvanizado.

2. Marco Teórico

2.1. Antecedentes.

Se han realizado diversos estudios enfocados en el estudio del aloe vera como inhibidor de la corrosión en distintos materiales y medios, así como del comportamiento del acero galvanizado al encontrarse en medios corrosivos como el NaCl. En la India por medio de la técnica de pérdida de peso se estudió la eficiencia de inhibición del aloe vera para controlar la corrosión del acero al carbono sumergido en agua de mar en ausencia y presencia del inhibidor, donde se observó que el extracto acuoso de aloe vera tiene un excelente efecto inhibidor para controlar la corrosión del acero al carbono y la película protectora consiste en el complejo Fe^{2+} - aloe vera (Sribharathy, Rajendran, Rengan, & Nagalakshmi, 2013).

En Colombia se ha estudiado el comportamiento de la corrosión en láminas de acero galvanizado inmersas en soluciones de NaCl y Na_2SO_4 de diferentes concentraciones. Se evaluó por medio de la técnica EIS y curvas potenciodinámicas el deterioro de la capa galvanizada después de 30 días, lo cual reveló que el potencial de corrosión del galvanizado aumentó a medida que aumentó también el tiempo de exposición con las soluciones verificando la formación de productos pasivos sobre la superficie (Peña, Sandoval, Estupiñán, Sierra, & Quintero, 2015).

En otras investigaciones, por medio de medición de polarización potenciodinámica se estudió el efecto del aloe vera como un nuevo inhibidor natural de la corrosión sobre un acero de bajo carbono en una solución de 1% de NaCl. Los resultados obtenidos arrojaron que este compuesto actuaba como un inhibidor muy bueno con comportamiento de tipo mixto para acero de bajo carbono pudiendo reemplazar otros inhibidores con productos químicos tóxicos y su eficiencia y

relación de cobertura aumenta con el aumento del contenido de aloe vera (Al-Asadi, Abdullah, Khaled, & Alkhafaja, 2015).

Con el fin de usar inhibidores que sean de bajo costo para la industria y amigables con el medio ambiente como el aloe vera, un acero AISI SAE 1045 fue puesto en contacto con una solución de salmuera de 3,5% en peso, la investigación se realizó usando las técnicas electroquímicas de resistencia a la polarización y curvas de polarización. El resultado fue positivo para la solución con 10% de aloe vera donde se obtuvo una reducción de la corrosión en el acero lo cual ayuda a prolongar su vida útil. (Ramírez K., 2018).

2.2. Acero galvanizado skin pass

El zinc es un metal que no es resistente a la corrosión, pero se usa frecuentemente como metal de sacrificio para protección catódica del acero al ser un metal más activo que el hierro, es decir, tiene un potencial estándar más electronegativo el cual forma un par galvánico con el acero disminuyendo su velocidad de corrosión (Suárez, Villar, Corvo, & Marrero, 2014), gracias a una película de óxido que forma sobre su superficie, por ende, el galvanizado es un recubrimiento de zinc que es usado ampliamente en la industria, especialmente, en la construcción, automotriz, electrodomésticos y metalmecánica en general, para proteger al acero de la corrosión en ambientes agresivos.

Este recubrimiento se puede obtener mediante dos técnicas: Galvanizado por inmersión en caliente y electrodeposición.

El galvanizado por inmersión en caliente se usa más frecuentemente en la industria ya que brinda una protección superior, especialmente en ambientes agresivos y también por su bajo costo (American Galvanizers Association, 2012). Este procedimiento consiste en sumergir el acero en un baño de zinc fundido a una temperatura de aproximadamente 449°C el cual tiene la

ventaja de cubrir completamente la superficie de las piezas interiores y exteriores, incluso en piezas huecas y tubulares y en todos los lugares que no son accesibles por otras técnicas.

Le proporciona tres niveles de resistencia a la corrosión al acero: protección de barrera, protección catódica y patina de zinc (formación de productos de zinc en la superficie del acero) (American Galvanizers Association, 2012).

Por su parte, el galvanizado por electrodeposición o en frío consiste en aplicar una diferencia de potencial entre el cátodo (lámina o pieza que se quiere recubrir) y el ánodo (zinc de alta pureza o una aleación de zinc) los cuales se encuentran en contacto con una solución denominada electrolito haciendo que el zinc presente en la solución se desplace hacia el cátodo a través de la solución y se deposite como zinc metálico en la pieza de acero, se realiza a temperatura ambiente y el espesor del recubrimiento depende de la corriente y tiempo de aplicación de dicha corriente (Ramírez, 1991).

La protección que le brinda el zinc al acero depende de diversos factores que incluyen el tiempo de exposición, humedad relativa, temperatura, contenido de sulfuros y cloruros y presencia de otros agentes contaminantes (Costa & Vilarrasca, 1993), así como también el espesor y porosidad del recubrimiento, aportándole buena resistencia a la abrasión y a la corrosión, especialmente atmosférica (Arenas & Damborenea, 2006).

El acero galvanizado puede estar expuesto a diferentes condiciones ambientales, por lo tanto, dependiendo de los elementos presentes en el medio el zinc formará diversos productos de corrosión (Ramírez, 1991). En presencia del aire de la atmósfera, el zinc forma compuestos de óxidos de zinc ZnO y cuando hay sulfatos y cloruros en el caso del ambiente marino, donde se forma una capa muy soluble de $ZnSO_4$ y $ZnCl_2$ y hace que el zinc se corroa a una velocidad más alta (Ramírez, 1991).

El skin pass es una laminación superficial que se le realiza al acero después del galvanizado deformándolo en frío (0,5-4%) con el objetivo de mejorar el aspecto superficial, dar una “flor” regular que son macrocristales de crecimiento dendrítico y es característica de los aceros galvanizados por inmersión en caliente, reducir la tensión de fluencia y eliminar las bandas de Lüders característica de los aceros de bajo carbono y por último mejorar la adhesión del recubrimiento controlando la rugosidad de la superficie por transferencia de la rugosidad de los rodillos de laminación, esto hace que el acero quede apto para la industria.



Figura 1. Acero galvanizado luego del proceso de laminación superficial “Skin pass”. Tomado y adaptado de Acerías de Colombia-ACESCO (2020).

El Mecanismo de corrosión del acero galvanizado está determinado por mecanismos físicos y electroquímicos los cuales se describen a continuación por medio de 3 etapas: Ver Figura 10 del Apéndice A.

Etapas 1: Ocurre la disolución de la capa de óxido de zinc que se formó en el aire (Padilla & Alfantazi, 2014).

Etapas 2: La superficie de la capa de zinc se cubre de un óxido grueso y blanco y empieza la corrosión del acero subyacente. La velocidad de corrosión del zinc disminuye y ocurre un cambio en el potencial de corrosión por uno más noble (Padilla & Alfantazi, 2014).

Etapa 3: La cantidad de óxido rojo en la superficie del recubrimiento aumenta rápidamente y el acero galvanizado muestra casi el mismo potencial de corrosión del acero al carbono, aunque el recubrimiento de zinc cubre todavía algunas partes del acero. (Padilla & Alfantazi, 2014).

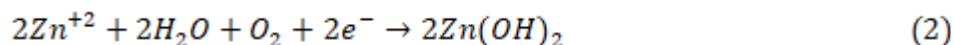
Reacciones que ocurren en el recubrimiento de zinc en presencia de cloruros:

Proceso anódico:

- a. Reacción anódica: Ocurre la oxidación del zinc a un estado de valencia más alto:



- b. Formación de hidróxidos de zinc: El zinc en forma iónica reacciona con la humedad del ambiente y forma la primera capa compuesta por hidróxidos (la cual es más porosa):



- c. Reacción con iones cloruros: El zinc reacciona con los iones cloruros y se forma una capa muy soluble:



El compuesto $ZnCl_4^{-2}$ se deposita debajo de las capas de hidróxido de zinc hasta que las rompe y al estar en contacto con agua se disuelven y crean en la superficie del acero cráteres donde se forma corrosión localizada y, por ende, se da la reacción anódica del hierro:



Proceso catódico:

- a. Ocurre la reducción del oxígeno que se encuentra disuelto:



b. Evolución de hidrógeno:



2.3. Eficiencia de un inhibidor

Los inhibidores son aditivos químicos que contrarrestan el proceso de la corrosión al ser agregados a un medio. Estos reducen la velocidad de corrosión al influir en el incremento o decremento de las reacciones anódicas/catódicas (Flores, 2016) llevadas a cabo durante los procesos corrosivos.

Los inhibidores son clasificados de forma general en modificadores del medio y en inhibidores de adsorción. Los modificadores del medio son aquellos que interactúan con las especies corrosivas presentes en el electrolito, generalmente actúan mediante eliminadores de oxígeno. En el caso de los inhibidores de adsorción, suelen subdividirse en anódicos, catódicos y mixtos, dependiendo del efecto inhibitor dado sobre la cinética de las reacciones involucradas. Los inhibidores mixtos suprimen ambas reacciones y por lo general corresponden a compuestos orgánicos, estos últimos, se adsorben en la superficie del material dando paso a la formación de una barrera que impide la disolución del ánodo y la reducción del oxígeno en el cátodo (García, 2014).

Es así como la inhibición de la corrosión se da gracias a la adsorción de las moléculas del inhibidor sobre la superficie del metal, generando un cambio de potencial entre el electrodo metálico y el electrolito como consecuencia de una distribución no uniforme de las cargas eléctricas en la interface solución-metal (Satri, 2011). Este carácter inhibitor suele ser evaluado en términos de eficiencia, por medio de la siguiente ecuación (7):

$$IE(\%) = \frac{v_{corr}^0 - v_{corr}}{v_{corr}^0} \times 100 \quad (7)$$

Donde IE corresponde al porcentaje de eficiencia del inhibidor, v_{corr}^0 es la velocidad de corrosión del acero en ausencia del inhibidor y v_{corr} es la velocidad de corrosión en presencia de inhibidor.

2.4. Aloe vera

El aloe vera, también conocido como Aloe barbadensis Miller, es una planta que pertenece a la familia de las asfodeláceas o liláceas con hojas perennes en forma de roseta (Domínguez, y otros, 2012). La planta que alcanza una altura de 50 a 70 cm, está constituida por raíz, tallo, hojas y flores que aparecen en época de floración, sus hojas con borde espinoso dentado, son alargadas, carnosas y ricas en agua, con tallos que pueden alcanzar los 40 cm de longitud (Vega, Nevenka, Díaz, & Lemus, 2005) como se muestra en la Figura 2.



Figura 2. Planta de aloe vera usada como fuente del inhibidor de corrosión.

En cuanto a su composición química, se ha establecido que el aloe vera está constituido por una mezcla de diversos compuestos que se incluyen dentro de las antraquinonas, vitaminas, minerales, carbohidratos, enzimas, aminoácidos, lípidos y compuestos orgánicos (Domínguez, y otros, 2012). Esto ha permitido que propiedades desinfectantes, antivirales, antibacterianas,

laxantes, anti-inflamatorias e inmunoestimulantes (Raham, Carter, & Bhattarai, 2017) hayan sido atribuidas a la planta a lo largo de la historia.

3. Metodología experimental

3.1. Selección y preparación de las probetas

Las probetas se obtuvieron de una lámina de acero galvanizado skin pass proveniente de una empresa colombiana que produce y comercializa productos de acero de alta calidad. Se estudiaron 20 muestras en total, cuyas dimensiones fueron de 3,5 cm x 3,5 cm, siendo su superficie previamente verificada en términos de limpieza y sanidad.

3.2. Preparación del aloe vera

Se emplearon pencas en óptimo estado de una planta de aloe vera situada en la ciudad de Piedecuesta, Santander. Para la preparación y obtención del gel al 100% de pureza se realizó el siguiente procedimiento:

- **Lavado.** Luego de entre 2 a 4 horas del despencado, se efectuó lavado manual de las pencas en un recipiente de plástico con agua fría, usando 1,5 L de agua por kg de sábila. Se empleó un cepillo suave para retirar el material particulado no deseado (Lozano, Carlos, & Mejía, 2011).
- **Desinfección.** Las pencas se sumergieron en una solución de 100 mg/L de hipoclorito de sodio (al 5,25%) con el fin de disminuir su carga microbiológica durante un tiempo de 15 minutos (Lozano, Carlos, & Mejía, 2011).
- **Fileteado.** Consistió en emplear un cuchillo para remover primero la punta, luego la base y finalmente los lados de la penca; posteriormente los cristales se cortaron en cuadros de 4 cm de lado aproximadamente y se depositaron en un recipiente de vidrio previamente esterilizado. Se usaron implementos de seguridad como bata, guantes y tapabocas.

- **Homogenización.** Se realizó con un procesador de mano Nano blender Premium, modelo PH315/XB986, de aspas metálicas previamente desinfectado, durante un tiempo de 90 segundos a temperatura ambiente.
- **Filtración.** Se filtró el material homogenizado por medio de un tamiz de mallas N° 120 con el fin de eliminar los residuos vegetales de las fibras que procedían de la matriz del gel.

3.3. Caracterización del acero galvanizado

El metal usado para en la investigación corresponde a un acero galvanizado “skin pass” fabricado por una empresa colombiana, aparte de la información en cuanto a composición y demás características proporcionada por el fabricante se realizó una caracterización mediante microscopía electrónica de barrido y EDS con el fin de determinar la microestructura y composición química del sustrato, la morfología y composición química del recubrimiento, y por último, el espesor del recubrimiento mediante una vista de la sección transversal.

La probeta usada para la caracterización del sustrato fue pulida y atacada químicamente de acuerdo con lo estipulado en las normas ASTM E3-11 (ASTM Internacional, 2017) y ASTM E407-07 (ASTM Internacional, 2015) respectivamente. Mientras que la probeta que se usó para la caracterización del galvanizado solo fue limpiada con agua destilada con el fin de retirar cualquier suciedad.

Las imágenes fueron tomadas en alto vacío mediante el microscopio electrónico de barrido FEG (Field Emission Gun) QUANTA FEG 650, usando como detector de imágenes electrones secundarios (SE) para observar morfología y electrones retrodispersados (BSE) tipo SSD para observar variaciones de composición. Para el análisis químico se empleó un detector EDAX APOLO X resolución de 126.1 eV.

3.4. Montaje de la celda electroquímica

Se empleó una celda electroquímica plana como la mostrada en la Figura 3, la cual tenía como electrodo de trabajo las muestras previamente preparadas de acero galvanizado de acuerdo con la norma ASTM G1-03 (ASTM Internacional, 2017) como electrodos de referencia Ag/AgCl y contraelectrodo una barra de grafito de alta pureza. Se realizaron pruebas electroquímicas en solución de cloruro de sodio al 1 y 3% p/p con porcentajes de aloe vera del 0, 5, 10, 20 y 30% en volumen y con un área expuesta del electrodo de trabajo de 5,72 cm². Cada prueba fue realizada 2 veces para fines estadísticos, siendo un total de 20 secuencias ejecutadas durante el proyecto investigativo. Durante la ejecución de las pruebas la celda fue introducida en la jaula de Faraday con el fin de evitar la acción de corrientes parásitas y agentes externos que pudieran interferir en los resultados.

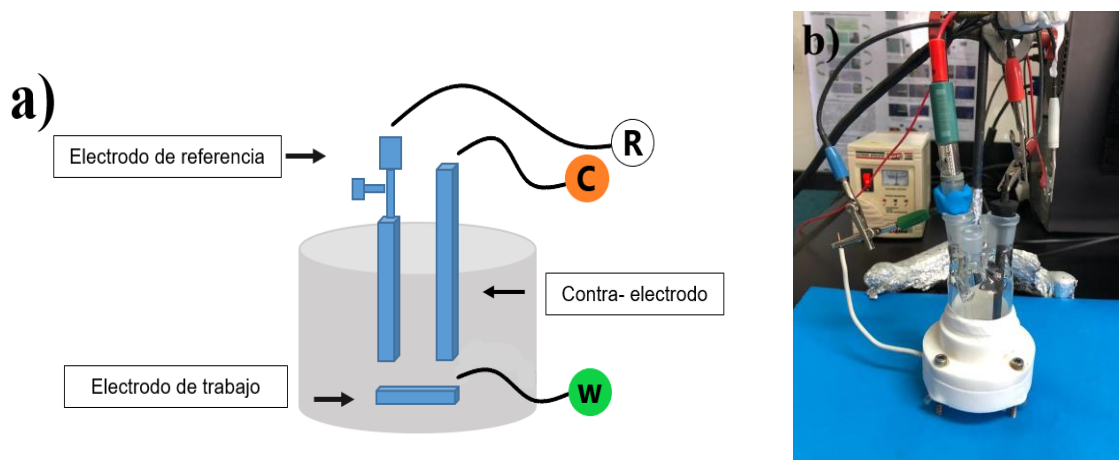


Figura 3. Representación del montaje empleado (a) Esquema. (b) Imagen real.

3.5. Desarrollo de pruebas electroquímicas

Se realizaron una serie de pruebas electroquímicas a temperatura ambiente con una determinada secuencia, con base en el carácter destructivo de cada una de ellas. El equipo usado corresponde al potenciostato Gamry 750.

Tabla 1

Técnicas electroquímicas realizadas y sus condiciones de trabajo

Orden	Técnica	Condiciones
1	Espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS)	Frecuencia inicial: 100.000 Hz Frecuencia final: 0,01 Hz
	ASTM G106-89 (ASTM Internacional, 2015)	Escala de puntos: 7 Amplitud: 10 mV.
	Resistencia a la polarización	Potencial inicial: -20 mV Vs Eoc
2	ASTM G 59-97 (ASTM Internacional, 2014)	Potencial final: 20 mV Vs Eoc Velocidad de barrido: 0,167 mV/s
	Curvas Potenciodinámicas	Potencial inicial: -0,3 V Vs Eoc
3	ASTM G5-14 (ASTM Internacional, 2018)	Potencial final: 1,2 V Vs Eoc Velocidad de barrido: 0,5 mV/s

3.6. Caracterización final de las probetas

Se efectuó la caracterización final de las probetas que presentaron una mayor y menor protección por medio del SEM y EDS, con el fin de observar la corrosión presentada y los productos formados. Las probetas fueron limpiadas previamente con agua destilada para descartar cualquier tipo de agente que pueda desviar la veracidad de las pruebas.

4. Resultados y análisis

4.1. Caracterización del acero galvanizado

Como parte de la caracterización inicial del acero galvanizado se estudió el recubrimiento, el sustrato y la sección transversal con el fin de establecer su microestructura, composición química elemental y características de la capa de zinc.

4.1.1. Caracterización del recubrimiento galvanizado. En la Figura 4a se puede observar que la microestructura del galvanizado (recubrimiento de Zinc) observada mediante SEM en estado de entrega presenta una morfología homogénea, es decir no se observan productos de corrosión en su superficie. Según los resultados de EDS, mostrados en la Figura 9 del Apéndice B en el acero galvanizado hay presencia de aluminio en un pequeño porcentaje (0,0134% Al en peso), el cual es uno de los elementos más importantes que se le adiciona al baño de zinc en pequeñas cantidades para mejorar la capa de aleación Fe-Zn, es decir, disminuye la reactividad del zinc con el hierro evitando la formación de otras fases frágiles (intermetálicos) y hace que la capa de aleación sea más delgada y por lo tanto más dúctil permitiendo que el acero galvanizado se pueda moldear o conformar sin que el recubrimiento pierda adherencia debido a que no se forman grietas internas (Rico & Carrasquer, 2017).

4.1.2. Caracterización del sustrato. Los resultados obtenidos por SEM para el sustrato revelaron que presenta una microestructura ferrítica como se observa en la Figura 4b. En cuanto a la composición química elemental obtenida para el metal base mediante EDS (ver Apéndice B, Figura 12) se determinó un porcentaje de carbono del 0,09% en peso por lo cual se clasifica como un acero de bajo carbono. Este resultado coincide con la información proporcionada por el fabricante, presentada en la Tabla 2, en cuanto al contenido de carbono, no obstante, la presencia de elementos aleantes como manganeso, fósforo y azufre no fue confirmada mediante EDS.

Tabla 2

Composición química del sustrato proporcionada por el fabricante

C	Mn	P	S
0,10 máx.	0,50 % máx.	0,030 % máx.	0,035% máx.

4.1.3. Caracterización de la sección transversal. La caracterización microscópica de la sección transversal permitió apreciar el recubrimiento de zinc a lo largo de la superficie del sustrato como se muestra en la Figura 4c, en donde se observa que no hay presencia de fases intermetálicas y que la capa de aleación Fe-Zn es muy delgada, por lo tanto, el recubrimiento presenta una buena adherencia, es continuo y libre de grietas (Rico & Carrasquer, 2017; Réquíz, Rojas, & Rosales, 2008). Se determinó un espesor promedio de 18,76 μm para la capa de galvanizado y 412,1 μm para el sustrato, por lo que se establece que las láminas estudiadas poseen un espesor total de 449,62 μm aproximadamente. Así mismo, se observaron ciertas inclusiones no metálicas tipo óxidos en el metal base.

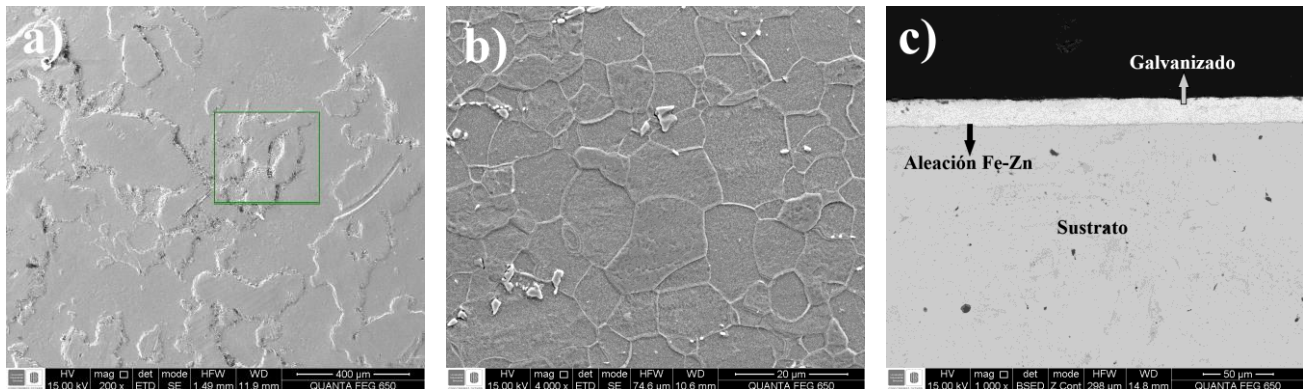


Figura 4. Imágenes obtenidas mediante SEM (a) Superficie del galvanizado “Skin pass” (sección longitudinal) por electrones secundarios. (b) Muestra del sustrato por electrones secundarios. (c) Sección transversal del acero galvanizado por electrones retrodispersados.

4.2. Pruebas electroquímicas

Los resultados obtenidos mediante Curvas Potenciodinámicas, Resistencia a la Polarización y Espectroscopia de Impedancia Electroquímica fueron estudiados por medio del software EC-LAB. En el Apéndice C se presentan las tablas con los parámetros obtenidos en cada técnica para

las pruebas 1 y 2, el método estadístico de desviación fue empleado para estimar la dispersión de los resultados obtenidos en ambas pruebas.

4.2.1. Curvas Potenciodinámicas. Las curvas potenciodinámicas obtenidas para el acero galvanizado inmerso en solución de NaCl al 1% y 3% en peso se muestran en la Figura 5, en la rama catódica son evidentes los procesos de evolución de hidrógeno y reducción del oxígeno para las diferentes concentraciones de aloe vera estudiadas, mientras que en la rama anódica se lleva a cabo el proceso de oxidación del zinc. En el caso de la Figura 5b se aprecia al final de la rama anódica una disminución de la densidad de corriente a medida que el potencial aumenta, característico del fenómeno de pasivación, causado por la formación de una capa de productos de corrosión que protegen en cierto grado al metal.

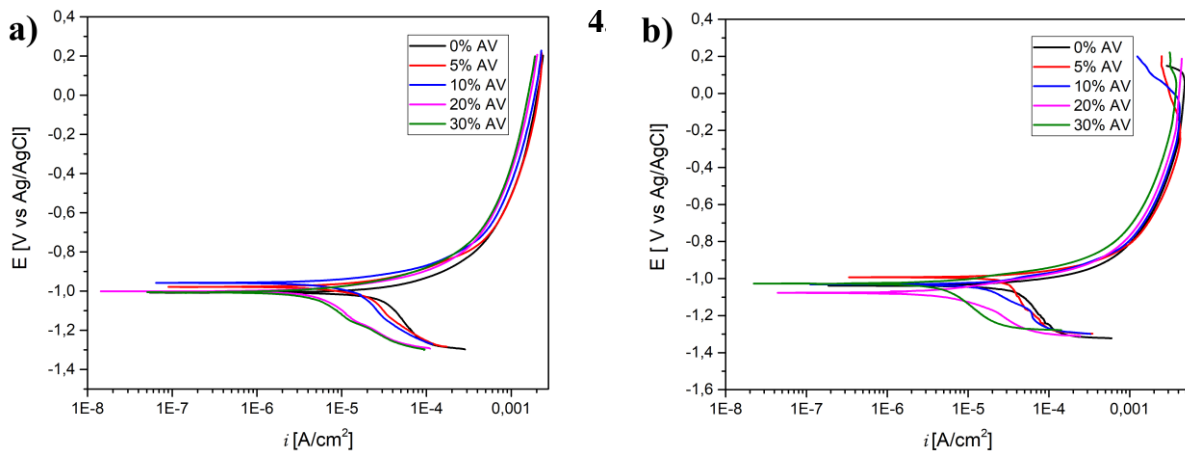


Figura 5. Curvas potenciodinámicas a diferentes concentraciones de aloe vera (a) solución al 1% en peso de NaCl y (b) solución al 3% en peso de NaCl.

En la Tabla 3 se presentan los parámetros de corrosión obtenidos por extrapolación de Tafel para el acero expuesto en solución al 1% en peso de NaCl, los valores del potencial de corrosión (E_{corr}) estimados son propios del acero galvanizado dado el carácter reactivo del zinc, al tratarse del mismo metal en todos los casos de estudio, dichos valores de E_{corr} son cercanos entre sí. La

densidad de corriente (i_{corr}) disminuye notablemente a medida que se aumenta la cantidad de aloe vera en solución, como puede corroborarse en la Figura 5a, dando indicio a una cinética más lenta de los procesos corrosivos, lo que permite establecer una velocidad de corrosión menor (0,079 mm/y) cuando se tiene una concentración de aloe vera del 30%, con una eficiencia de inhibición del 80,21%, calculada por medio de la ecuación (1). Por otro lado, los valores de las pendientes anódicas y catódicas tienen un comportamiento decreciente a medida que se aumenta la cantidad del aloe vera, lo que permite establecer que este último actúa bloqueando los sitios anódicos y catódicos, propio de un tipo de inhibición mixta (García, 2014).

Tabla 3

Parámetros obtenidos por curvas potenciodinámicas en solución al 1% en peso de NaCl

% Aloe Vera	E_{corr} (mV)	i_{corr} (μA/cm²)	β_a (mV/dec)	β_c (mV/dec)	Vel corr (mm/y)	IE (%)
0	-1051	34,550	235,0	528,6	0,401	N/A
5	-1008	18,760	174,1	405,6	0,218	45,70
10	-1023	17,937	201,3	455,5	0,208	48,08
20	-1094	9,369	195,4	262,7	0,109	72,88
30	-1079	6,837	175,6	237,5	0,079	80,21

La Tabla 4 presenta los resultados obtenidos para el estudio de la solución de NaCl al 3% en peso mediante extrapolación de Tafel, los valores de potencial de corrosión (E_{corr}) son menores a los obtenidos para la solución de NaCl al 1% en peso, por lo que termodinámicamente se dice que presentan una mayor tendencia a la corrosión, como consecuencia de un medio más agresivo. La densidad de corriente (i_{corr}) presentó un valor de 57,289 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ sin presencia de inhibidor y disminuyó a medida que la concentración de aloe vera aumenta en el electrolito, como se muestra en la Figura 5b, hasta alcanzar un valor de 8,503 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ para un 30% de aloe vera, cuya velocidad de corrosión de 0,099 mm/y fue la menor, con una eficiencia de inhibición de 85,16%.

Tabla 4

Parámetros obtenidos por curvas potenciodinámicas en solución al 3% en peso de NaCl

% Aloe Vera	E_{corr} (mV)	i_{corr} (μA/cm²)	β_a (mV/dec)	β_c (mV/dec)	Vel corr (mm/y)	IE (%)
0	-1129	57,289	239,0	529,6	0,665	N/A
5	-1120	44,897	226,8	535,8	0,521	21,63
10	-1090	28,603	174,3	314,1	0,332	50,07
20	-1097	10,110	122,3	250,0	0,117	82,35
30	-1113	8,503	152,0	332,5	0,099	85,16

4.2.2. Resistencia a la polarización. Las curvas obtenidas mediante la técnica de resistencia a la polarización en soluciones de NaCl al 1% y 3% en peso son mostradas en la Figura 6, el valor de la pendiente de cada una de ellas, definida como la resistencia a la polarización (R_p), da una idea clara de que tan resistente es el material al paso de la corriente, entre mayor sea el valor de R_p menor será la velocidad de corrosión. En la Tabla 5 son presentados los resultados de resistencia a la polarización junto con la velocidad de corrosión calculada, para su estimación se hizo uso de la ecuación de Stern y Geary (2) y de la ecuación (9):

$$i_{corr} = \frac{(b_a b_c) / [2,303(b_a + b_c)]}{R_p} = \frac{B}{R_p} \quad (8)$$

Donde i_{corr} es la densidad de corriente, B es una constante que representa la relación entre las pendientes b_a y b_c estimadas mediante extrapolación de Tafel y R_p es el valor de resistencia a la polarización (García, 2014). Conociendo el valor de densidad de corriente fue posible estimar la velocidad de corrosión mediante la Ecuación (3):

$$v_{corr} = \frac{i_{corr} \cdot K \cdot EW}{\rho} \quad (9)$$

Donde v_{corr} es la velocidad de corrosión, i_{corr} es la densidad de corriente, K es la constante de Faraday con un valor de $3,27 \cdot 10^{-3} \text{ mm g} / \mu\text{A cm year}$, EW es el peso equivalente: $27,94 \text{ g/eq}$ y ρ es la densidad del material ($7,87 \text{ g/cm}^3$) (Pinzón, Urrego, González, Rincón, & Vargas, 2018), de acuerdo con la norma ASTM G-102-89, EW se considera adimensional en estos cálculos (ASTM Internacional, 2015).

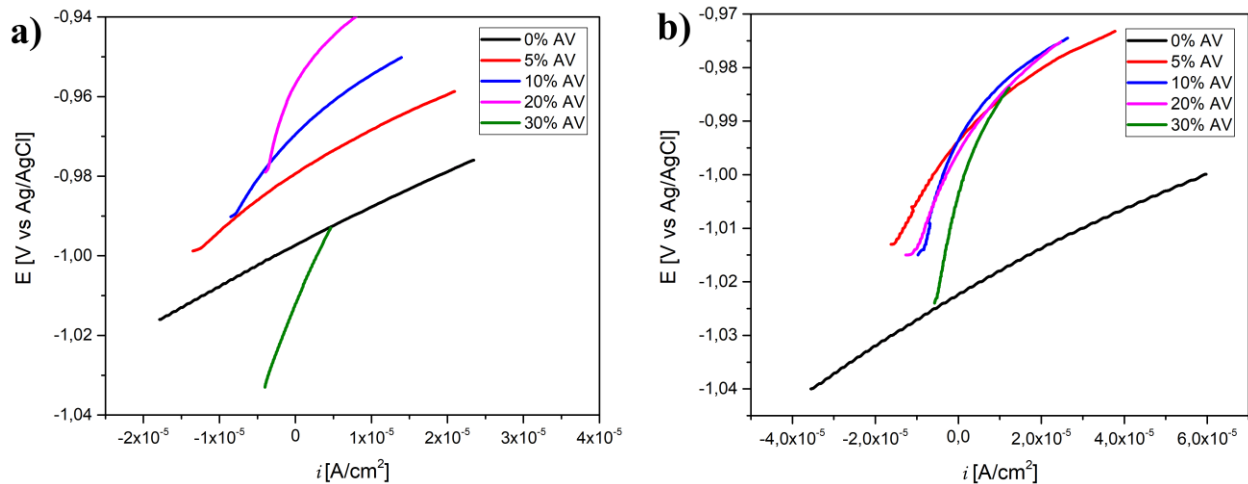


Figura 6. Curvas de resistencia a la polarización a diferentes concentraciones de aloe vera en (a) solución al 1% en peso de NaCl y (b) solución al 3% en peso de NaCl.

De acuerdo con la Figura 6, las pendientes de las curvas aumentaron junto con la concentración de aloe vera, por tanto, la resistencia a la polarización también se incrementó, como se muestra en la Tabla 5, siendo prueba de un mayor carácter protector y, por tanto, una disminución de la velocidad de corrosión. Al igual que los resultados obtenidos mediante extrapolación de Tafel, la menor velocidad de corrosión se obtuvo cuando la concentración de aloe vera era del 30% tanto en solución de NaCl al 1% y 3% en peso, obteniendo una eficiencia de inhibición de 70,65% y 89,02%, respectivamente. Debido a la diferencia en concentración de cloruros de cada medio, se determinaron velocidades de corrosión menores para la solución de NaCl a 1%, no obstante, la mayor eficiencia de inhibición se obtuvo en la solución de NaCl al

3% en peso, para cada concentración de inhibidor manejada, esto se debe a que dicha solución presenta una mayor concentración de cloruros que aceleran la velocidad de corrosión en comparación con la solución de NaCl al 1% en peso, esto hace que la eficiencia de inhibición calculada sea más prominente y por tanto, superior. Aunque la eficiencia de inhibición mantiene el carácter creciente a medida que se aumenta la concentración de aloe vera para las técnicas electroquímicas aplicadas, es evidente que los valores de velocidad de corrosión difieren de una técnica a otra, esto puede ser atribuido al cálculo de las de la constante B, que depende de múltiples factores como la naturaleza y la cinética de las reacciones del electrodo, de la presencia o ausencia de oxígeno disuelto y del carácter más o menos protector de las capas de productos de corrosión, en el caso del zinc, la interferencia de las capas superficiales protectoras origina fluctuaciones en el potencial, generando una considerable dispersión que afecta los valores de B (González, Albéñiz, & Feliu, 1996).

Tabla 5

Resultados de resistencia a la polarización obtenidos para las muestras expuestas en solución al 1% y 3% en peso de NaCl

% Aloe Vera	1% NaCl			3% NaCl		
	RP ($\Omega\cdot\text{cm}^2$)	Vel corr (mm/y)	IE (%)	RP ($\Omega\cdot\text{cm}^2$)	Vel corr (mm/y)	IE (%)
0	978,12	0,838	N/A	423,28	1,961	N/A
5	1201,20	0,511	39,02	817,96	0,982	49,93
10	1870,44	0,376	55,13	1275,56	0,435	77,83
20	3477,76	0,223	73,38	1195,48	0,346	82,34
30	4604,60	0,111	86,75	2442,44	0,215	89,02

4.2.3. Espectroscopía de impedancia electroquímica. La eficiencia del inhibidor también fue evaluada por la técnica EIS luego de adicionar 0, 5, 10, 20 y 30% en volumen de aloe vera a un electrolito de NaCl de 1% y 3% en peso y se obtuvieron las gráficas de Nyquist y Bode como se puede observar en la Figura 7, Figura 17 y Figura 18 (Ver Apéndice D) respectivamente. Como se observa en la Figura 7, todos los diagramas de Nyquist son semicírculos que se amplían a medida que se aumenta la concentración de aloe vera en el electrolito, lo que significa que hay una variación en la cinética electroquímica, es decir, hay una formación de una película superficial cuya capacidad protectora aumenta de forma continua (González, Pineda, & E, 2009). Tanto en la Figura 7a como en la Figura 7b se pueden ver dos procesos ya que hay presencia de dos semicírculos conocidos como bucles capacitivos que se expanden hacia frecuencias más bajas hasta la adición de aloe vera con una concentración del 20% donde también se ve que empieza un fuerte aumento de la impedancia. El primer bucle que se observa en la parte izquierda puede atribuirse a la reacción de transferencia de carga, es decir, la difusión entre los iones cloruros de la solución y del zinc presente en el recubrimiento o también a la adsorción del inhibidor en la superficie del acero galvanizado y el siguiente, el bucle del lado derecho a la disolución del recubrimiento (Singh, Mohapatra, & Pani, 2015) (Mahmud, y otros, 2016). Para el caso del diagrama de Nyquist con 30% de aloe vera se puede observar que sólo hay presencia de un bucle para los dos casos, lo que significa que hay un proceso de transferencia de carga y empiezan a aparecer los efectos de la resistencia del transporte de materia observándose como la línea inclinada en la derecha del diagrama (González, 2012). También, se puede observar que el diámetro de los semicírculos es mayor en la solución de 1% de NaCl (Figura 7a), esto quiere decir que la capa protectora es más resistente que cuando el electrolito tiene 3% de NaCl.

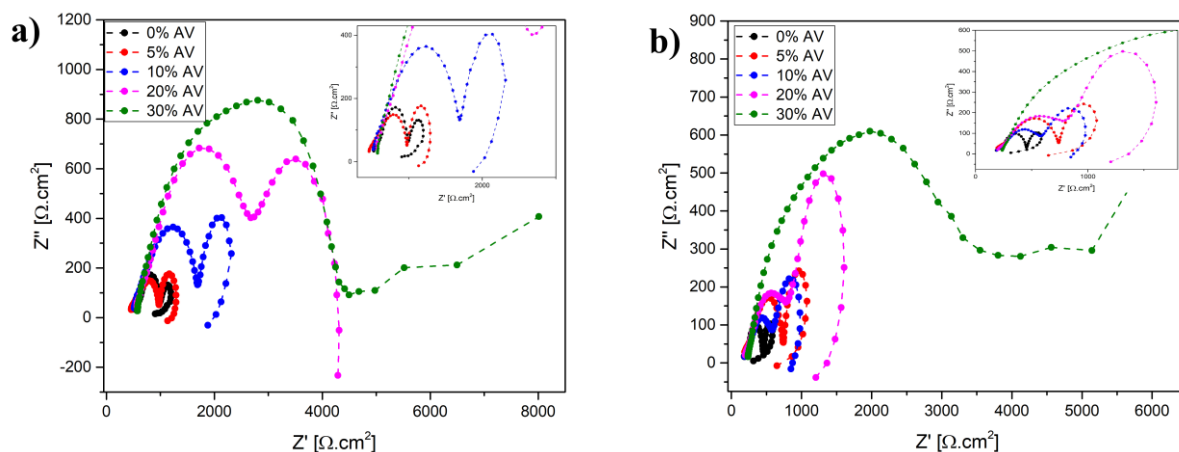


Figura 7. Gráficos de Nyquist de los ensayos realizados a diferentes concentraciones de aloe vera (a) en solución al 1% en peso de NaCl y (b) en solución al 3% en peso de NaCl.

Los circuitos equivalentes se usan para describir el comportamiento electroquímico de los procesos de corrosión, en la Figura 19 del Apéndice E, se muestra el modelo de circuito equivalente propuesto para analizar los espectros de impedancia obtenidos en la Figura 7.

Usando el software EC-LAB y haciendo uso del circuito propuesto, fue posible ajustar los datos obtenidos del ensayo EIS y los resultados se muestran en la Tabla 6 y Tabla 7 para 1% y 3% de NaCl respectivamente. El valor de resistencia a la polarización (R_p) incrementa a medida que aumenta la concentración de aloe vera para los dos casos, obteniéndose un valor máximo de $3475 \Omega \cdot \text{cm}^2$ (1%NaCl) y $2481 \Omega \cdot \text{cm}^2$ (3%NaCl) con el 30% de aloe vera, haciendo que en esta concentración la velocidad de corrosión sea mínima, lo que era de esperarse debido a la presencia del inhibidor, por otro lado, también se determinó la eficiencia del mismo en los dos medios y se encontró que el aloe vera presentó la mayor eficiencia de inhibición de la corrosión calculada por medio de la ecuación (1) (89,93%) en la concentración del 3% de NaCl, al igual que para las técnicas anteriores.

Los datos de velocidad de corrosión se calcularon de acuerdo a las ecuaciones (2) y (3) se presentan a continuación:

Tabla 6

Resultados obtenidos mediante la técnica de Espectroscopia de impedancia electroquímica para las muestras expuestas en solución de NaCl al 1% en peso

% Aloe Vera	R1 ($\Omega\cdot\text{cm}^2$)	R2 ($\Omega\cdot\text{cm}^2$)	RP ($\Omega\cdot\text{cm}^2$)	vel corr (mm/y)	IE (%)
0	366,4	237,5	603,90	1,358	N/A
5	340,7	349,5	690,20	0,890	34,48
10	821,4	752,8	1574,20	0,447	67,08
20	1658	1504	3162,00	0,246	81,92
30	1622	1853	3475,00	0,181	86,66

Tabla 7

Resultados obtenidos mediante la técnica de impedancia electroquímica para las muestras expuestas en solución de NaCl al 3% en peso

% Aloe Vera	R1 ($\Omega\cdot\text{cm}^2$)	R2 ($\Omega\cdot\text{cm}^2$)	RP ($\Omega\cdot\text{cm}^2$)	Vel corr (mm/y)	IE (%)
0	204,8	189,8	394,60	2,104	N/A
5	373,1	455,7	828,80	0,962	54,27
10	268,8	424,7	693,50	0,815	61,27
20	367,98	398,6	766,58	0,540	74,33
30	1127	1354	2481,00	0,212	89,93

De igual manera, se representaron los datos obtenidos por EIS por medio de los diagramas de Bode (Ver Apéndice D) a una frecuencia mínima de 0,01 Hz. En la Figura 17 se observan las diferencias entre los módulos de Z, se ve claramente, que el módulo de impedancia tiene un máximo cuando la concentración de aloe vera es del 30% con valores de 8025,16 $\Omega\cdot\text{cm}^2$ y 5920,2 $\Omega\cdot\text{cm}^2$ para 1% y 3% de NaCl respectivamente lo cual corrobora la buena resistencia a la corrosión que ofrece el inhibidor, especialmente en el electrolito de 1%NaCl, sin embargo, con esta concentración de aloe vera, el ángulo de fase (28,23°) es mayor en el electrolito con 3% de NaCl como se observa en la Figura 18, pero al mismo tiempo, el bucle esta desplazado hacia

frecuencias un poco más altas lo que indica una disminución de la película superficial protectora (Vázquez, 2007).

4.3. Caracterización del estado final de las probetas

Las probetas sometidas al estudio electroquímico fueron analizadas por medio del SEM, en la Figura 8a se presenta la micrografía de la superficie del galvanizado en ausencia de inhibidor sometido a la solución de NaCl al 1% en peso, se observa que la morfología del recubrimiento es heterogénea permaneciendo solo en zonas preferenciales, en las zonas restantes el galvanizado ha desaparecido dando paso a la formación de productos de corrosión, el ensayo EDS (Apéndice B, Figura 13) mostró una disminución del porcentaje zinc y un aumento de hierro y aluminio, que probablemente reaccionaron para formar compuestos a partir de metales como Fe, Zn y Al. En el caso de la Figura 8b con adición de un 30% de aloe vera, se observa una mayor presencia del galvanizado, solo en pocas zonas de la superficie se ha perdido la capa de zinc y se ha dado paso a la formación de producto de corrosión con compuestos de Fe, Zn y Al, en el análisis EDS (Apéndice B, Figura 14) se obtuvo un mayor porcentaje de zinc y una menor cantidad de hierro y aluminio en comparación con la muestra sin aloe vera, esto prueba su carácter inhibidor y capacidad protectora ante la corrosión.

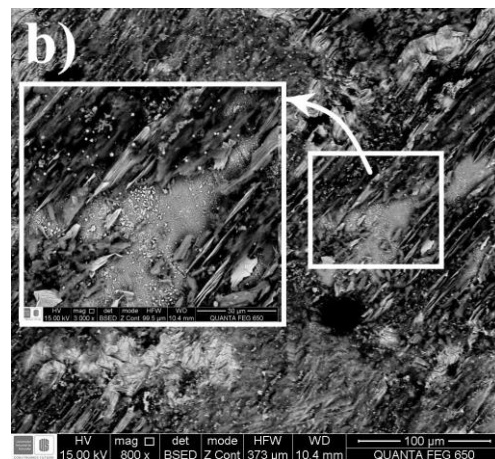
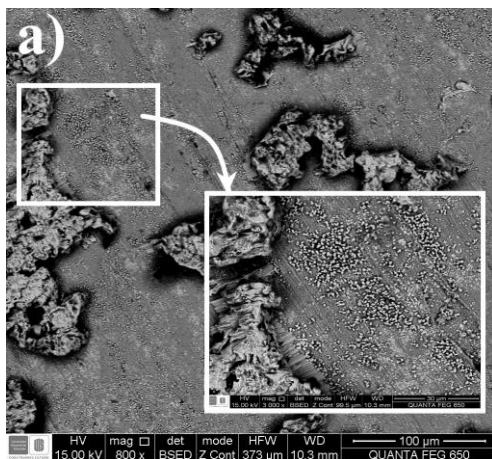


Figura 8. Micrografías de SEM para las muestras inmersas en la solución de NaCl al 1% en peso (a) sin presencia de inhibidor y (b) con 30% de aloe vera.

Para las muestras estudiadas en la solución de NaCl al 3% en peso, ver Figura 9a, se observa como la capa de zinc ha desaparecido casi completamente dando paso a la formación de precipitados de productos de corrosión sobre la superficie, el análisis EDS (Apéndice B, Figura 15) permite corroborar lo anterior, ya que arroja un porcentaje de zinc del 7,83% y un aumento del hierro y aluminio en 77,93% y 11,64%, respectivamente, además de la aparición de cloro y oxígeno. En la muestra estudiada en presencia de un 30% de aloe vera, la formación de productos de corrosión se dio en una menor proporción, mostrando un mayor porcentaje de zinc (18,44%) y un mejor porcentaje de hierro y aluminio (65,05% y 10,86%, respectivamente) en comparación con la muestra evaluada en ausencia de inhibidor, como se muestra en el Apéndice B, Figura 16.

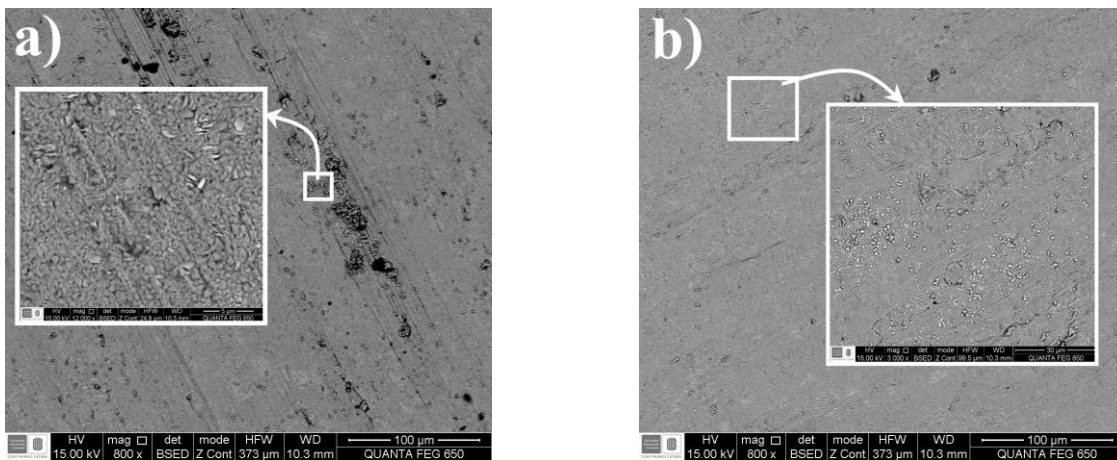


Figura 9. Micrografías de SEM para las muestras inmersas en la solución de NaCl al 3% en peso (a) sin presencia de inhibidor y (b) con 30% de aloe vera.

5. Conclusiones

Las técnicas electroquímicas utilizadas para la evaluación del aloe vera como inhibidor de la corrosión mostraron razonables resultados durante la ejecución de los procesos experimentales.

De acuerdo con los resultados obtenidos durante la realización de las pruebas electroquímicas de laboratorio, se determinó que el aloe vera, cumple con la función de inhibición de la corrosión del acero galvanizado inmerso en soluciones de NaCl al 1% y 3% en peso. A medida que la concentración de aloe vera en la solución aumentó, las curvas potenciodinámicas mostraron una disminución en el valor de densidad de corriente y un aumento en las pendientes de las curvas obtenidas por resistencia a la polarización al igual que en los diámetros de los semicírculos de los diagramas de Nyquist, estableciendo una disminución en la velocidad de corrosión del metal.

El electrolito con 3% en peso de NaCl presentó una mayor velocidad de corrosión debido al aumento en la concentración de cloruros, en comparación con la solución de 1% en peso de NaCl para las distintas técnicas aplicadas. La mejor eficiencia de inhibición a la corrosión del acero galvanizado se obtuvo para un 30% en volumen de aloe vera.

Las imágenes obtenidas por SEM mostraron una morfología del recubrimiento heterogénea y pérdida de este a lo largo de la superficie para las muestras evaluadas en ausencia de inhibidor, presentándose la formación de productos de corrosión, definidos por EDS, como compuestos a base de metales como Fe, Zn y Al debido a los contenidos de estos elementos hallados, especialmente en la muestra en presencia de la solución de NaCl al 3%. En las muestras observadas para un 30% de aloe vera, se logró determinar una permanencia considerable del recubrimiento, corroborado con un mayor porcentaje de zinc y una menor presencia de hierro y aluminio en comparación con las muestras de cada solución sin presencia de aloe vera.

6. Recomendaciones

Ejecutar pruebas del aloe vera como inhibidor de la corrosión del acero al carbono en presencia de soluciones de NaCl; esto con el propósito de poder utilizarlo a nivel industrial en sistemas que manejen aguas de producción de crudo.

Evaluar la eficiencia del aloe vera como inhibidor de la corrosión de un acero al carbono en condiciones simuladas de flujo en un circuito de prueba en laboratorio, en presencia de una solución de NaCl.

Referencias Bibliográficas

- Al-Asadi, A., Abdullah, A., Khaled, N., & Alkhafaja, R. (2015). Effect of an Aloe Vera As a Natural Inhibitor on The Corrosion of Mild Steel in 1 wt.% NaCl. *International Research Journal of Engineering and Technology (IRJET)* , 604-607.
- American Galvanizers Association. (2012). Hot- Dip Galvanizing for Corrosion Protection. *American Galvanizers Association*, 3-9.
- Arenas, M., & Damborenea, J. (2006). Mecanismo de corrosión e inhibición electroquímica del acero galvanorecocado. *Revista de metalurgia*, 165-174.
- ASTM Internacional. (2014). ASTM G59-97. Standard Test Method for Conducting Potentiodynamic Polarization Resistance Measurements.
- ASTM Internacional. (2015). ASTM G102-89. Standard Practice for Calculation of Corrosion Rates and Related Information from Electrochemical Measurements.
- ASTM Internacional. (2015). ASTM E407-07. Standard Practice for Microetching Metals and Alloys.
- ASTM Internacional. (2015). ASTM G106-89. Standard Practice for Verification of Algorithm and Equipment for Electrochemical Impedance Measurements.
- ASTM Internacional. (2017). ASTM E3-11. Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens.
- ASTM Internacional. (2017). ASTM G1-03. Standard Practice for Preparing, Cleaning, and Evaluating Corrosion Test Specimens.
- ASTM Internacional. (2018). ASTM G5-14. Standard Reference Test Method for Making Potentiodynamic Anodic Polarization Measurements.

- Costa, J., & Vilarrasca, M. (1993). Effect of air pollution on atmospheric corrosion of zinc. *The Institute of Materials*, 117-118.
- Domínguez, R. V., Chanona, J., Welti, J., Alvarado, J., Calderón, G., Garibay, V., & Gutiérrez, G. (2012). El gel de aloe vera: Estructura, composición química, procesamiento, actividad biológica e importancia en la industria farmacéutica y alimentaria. *Revista Mexicana de Ingeniería Química*, 23-43.
- Flores, J. (2016). *Comportamiento de Inhibidores "verdes" en la corrosión de acero 1018 en medios ácidos*. Chihuahua: Repositorio CIMAV.
- García, R. (2014). *Inhibidores de corrosión de acero en medios ácidos a partir de extractos naturales*. Mexicali: Universidad Autónoma de Baja California.
- González, J. (2012). *Estudio de sistemas electroquímicos complejos mediante el método de Espectroscopía de Impedancia Electroquímica (EIS)*. Madrid: Universidad Autónoma de Madrid.
- González, J., Albéniz, J., & Feliu, S. (1996). Valores de la constante B del método de resistencia de polarización para veinte sistemas metal-medio diferentes. *Revista de Metalurgia*, 10-17.
- González, Y., Pineda, Y., & E, V. (2009). Mediciones EIS para monitoreo de la corrosión bajo condiciones de flujo multifásico. *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, 296-303.
- Koch, G., Varney, J., Thompson, N., Moghissi, O., Gould, M., & Payer, J. (1 de Marzo de 2016). *International Measures of Prevention Application and Economics of Corrosion Technologies Study*. Obtenido de NACE International: <http://impact.nace.org/economic-impact.aspx>

- Lozano, L., Carlos, M., & Mejía, L. (2011). Estabilización del gel de aloe barbadensis miller y disminución de su concentración por adsorción en columna con carbón activado. *ION*, 61-67.
- Mahmud, Z., Amelotti, F., Serpi, C., Maskaric, O., Míngolo, N., Gassa, L., & Gordillo, G. (2016). *Estudio de la protección del Material de Aleación de Zinc-Níquel+Micropartículas de CSi, cuando se aplica el recubrimiento de conversión de cromatizado a base de Cr³⁺ producido a escala industrial*. Buenos Aires: Universidad de Buenos Aires. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales.
- Padilla, V., & Alfantazi, A. (2014). Corrosion film breakdown of galvanized steel in sulphate-chloride solutions. *Construction and Building Materials*, 447-456.
- Pallav, S., & Shruti, A. (2014). Aloe-Vera: A Green Corrosion Inhibitor. *International journal for research in applied science and engineering technology (IJRASE)*, 14-17.
- Peña, D., Sandoval, A., Estupiñán, H., Sierra, D., & Quintero, L. (2015). Corrosión de acero galvanizado en un ambiente que contiene cloruros y sulfatos mediante técnicas electroquímicas. *Revistas SENA*, 127-136.
- Pinzón, A., Urrego, K., González, A., Rincón, M., & Vargas, F. (2018). Corrosion protection of carbon steel by alumina-titania ceramic coatings used for industrial applications. *Ceramics International*, 21765-21773.
- Raham, S., Carter, P., & Bhattarai, N. (2017). Aloe Vera for Tissue Engineering Applications. *Functional Biomaterials*, 1-17.
- Ramirez, J. (1991). *Obtención de recubrimientos de cinc mediante electrolisis y sus tecnologías*. Monterrey: Dirección general de bibliotecas Universidad Autónoma de Nuevo León.

- Ramírez, K. (2018). *Evaluación electroquímica del efecto inhibidor del aloe vera en sistemas acero AISI-SAE 1045 - Salmuera*. Pereira: Repositorio Institucional Universidad Tecnológica de Pereira.
- Réquiz, R., Rojas, M., & Rosales, A. (2008). Daño por hidrógeno en aceros galvanizados. *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, 51-59.
- Rico, Y., & Carrasquer, E. (2017). Efecto de la composición química en el comportamiento mecánico de recubrimientos galvanizados por inmersión en caliente: Una revisión. *INGENIUS-Revista de Ciencia y Tecnología*, 30-37.
- Satri, V. (2011). *Green corrosion inhibitors: theory and practice*. Canadá: John Wiley & Sons, Inc.
- Singh, A., Mohapatra, S., & Pani, B. (2015). Corrosion inhibition effect of Aloe Vera gel: Gravimetric and. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 6-8.
- Sribharathy, V., Rajendran, S., Rengan, P., & Nagalakshmi, R. (2013). Corrosion inhibition by an aqueous extract of Aloe Vera (L.) Burm F. (Liliaceae). *European Chemical Bulletin*, 471-476.
- Suárez, Villar, Corvo, & Marrero. (2014). Resistencia al clima tropical de aceros galvanizados. *Ingeniería Investigación y Tecnología*, 29-31.
- Tejada, Meza, Altamiranda, & Berrocal. (2014). Uso de extractos de plantas como inhibidores de corrosión. *INFORMADOR TÉCNICO- SENA*, 156-158.
- Vázquez, J. (2007). *Empleo de la técnica de espectroscopía de impedancias electroquímicas para la caracterización de biomateriales. Aplicación a una aleación biomédica de Co-Cr-Mo*. Valencia: Universidad Politécnica de Valencia.

Vega, A., Nevenka, A., Díaz, L., & Lemus, R. (2005). El aloe vera (aloe barbadensis miller) como componente de alimentos funcionales. *Revista chilena de nutrición*, 208-214.

Apéndices

Apéndice A. Etapas del mecanismo de la corrosión en el acero galvanizado.

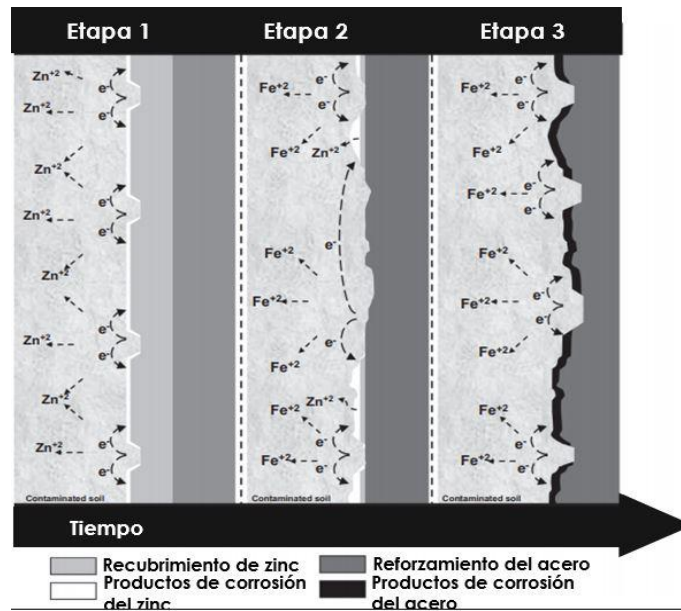


Figura 10. Esquema de las tres etapas de la corrosión en el acero galvanizado. Tomado y adaptado de Corrosion film breakdown of galvanized steel in sulphate–chloride solutions (Padilla & Alfantazi, 2014).

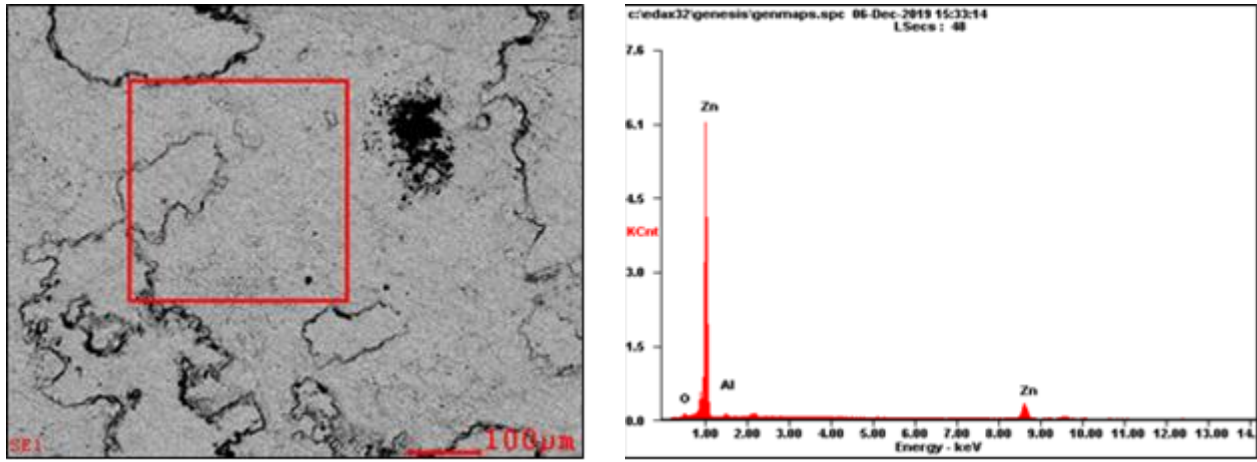
Apéndice B. Resultados espectros EDS.

Figura 11. Espectros EDS en la caracterización del acero galvanizado skin pass con su zona de análisis.

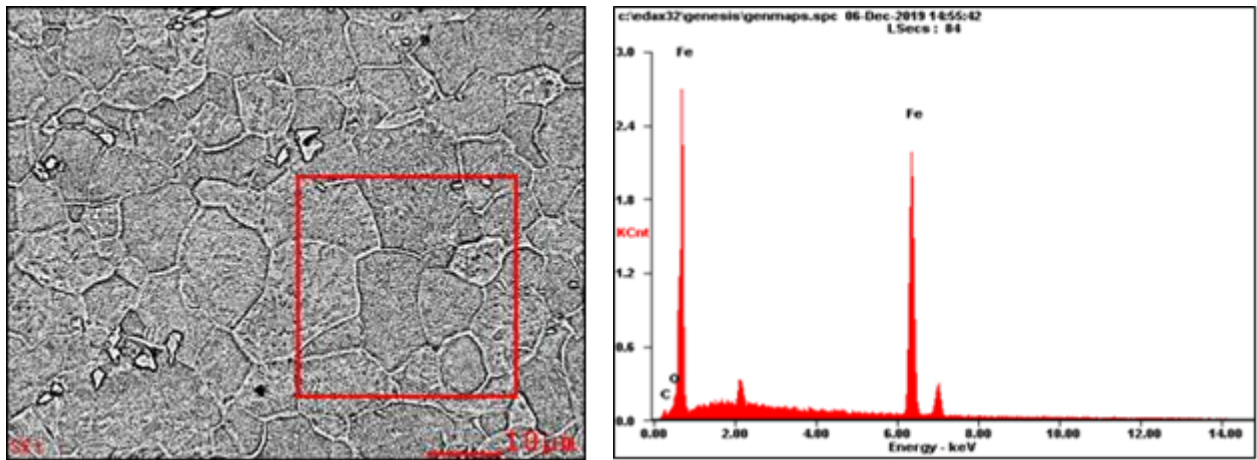


Figura 12. Espectro EDS del sustrato con su respectiva zona de análisis.

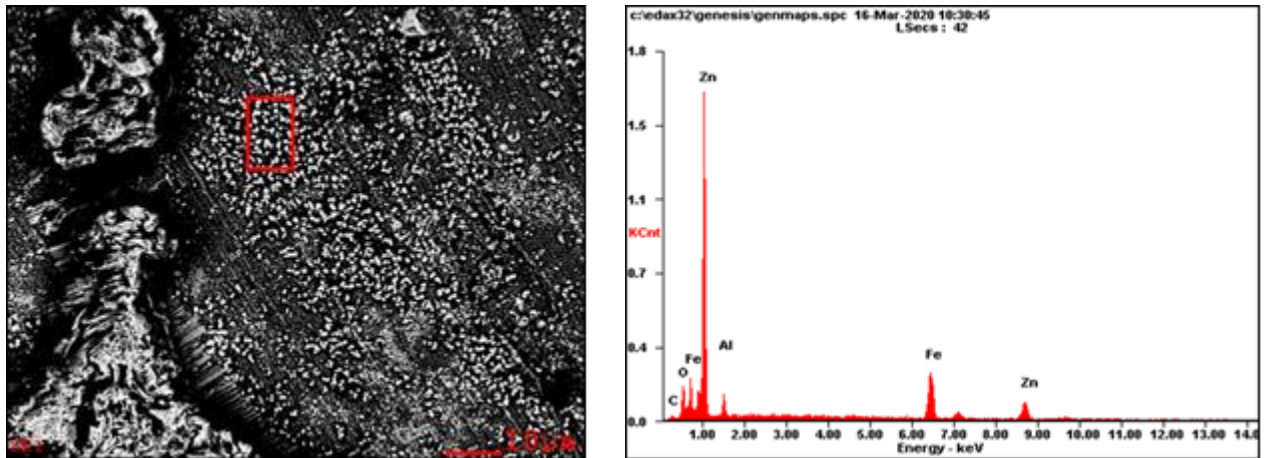


Figura 13. Espectro EDS para la muestra inmersa en solución de NaCl a 1% en peso sin inhibidor con su respectiva zona de análisis.

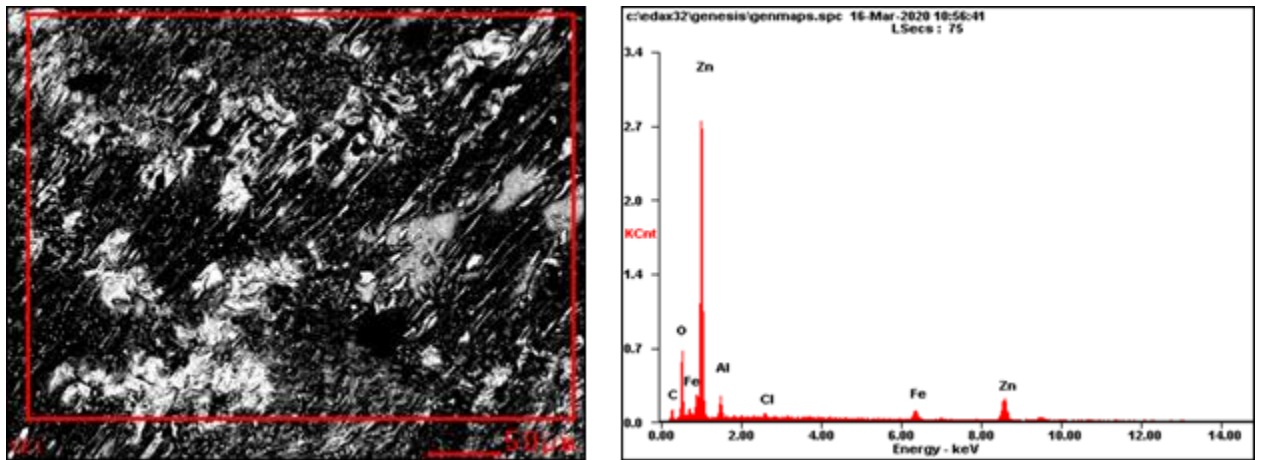


Figura 14. Espectro EDS para la muestra sometida a la solución de 1% en peso de NaCl y 30% de aloe vera, con su respectiva zona de análisis.

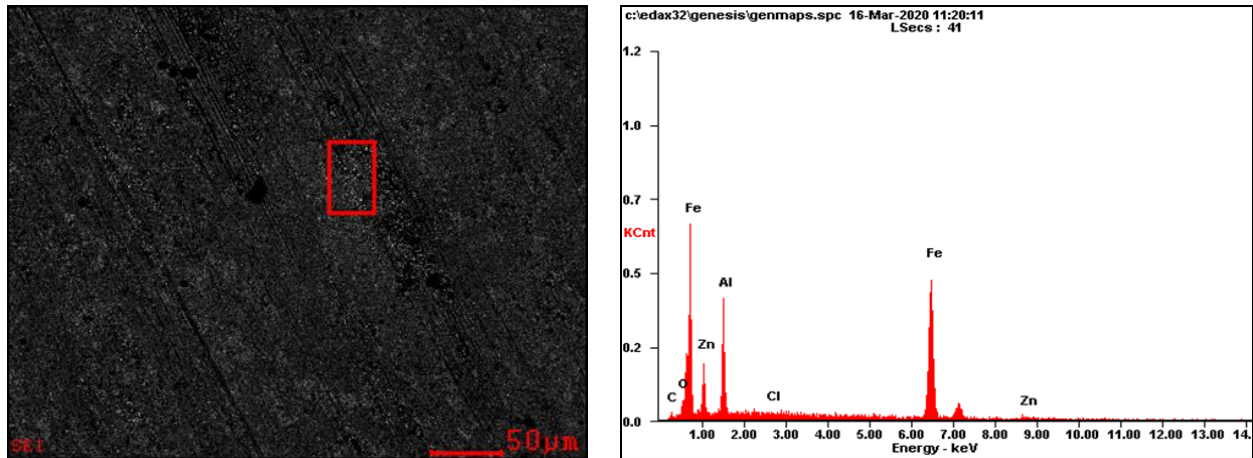


Figura 15. Espectro EDS de la muestra inmersa en solución de NaCl al 3% en peso sin presencia de inhibidor con su respectiva zona de análisis.

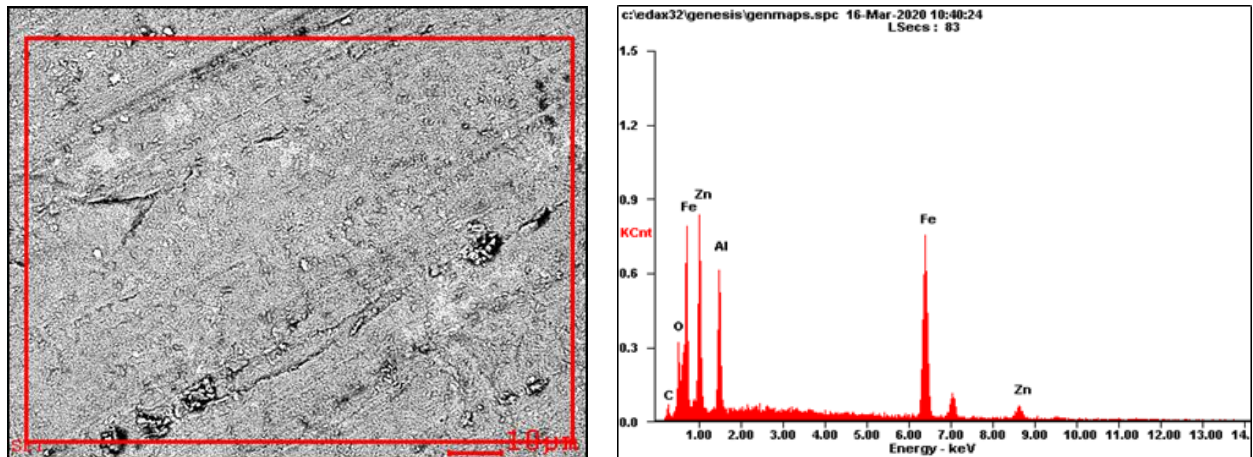


Figura 16. Espectro EDS muestra en solución de NaCl al 3% en peso y 30% aloe vera con su área de análisis.

Apéndice C. Resultados estadísticos de las pruebas electroquímicas realizadas.

Tabla 8

Resultados de los parámetros obtenidos por curvas potenciodinámicas en muestras expuestas en solución de NaCl al 1% en peso

% Aloe Vera	Prueba	Ecorr (mV)	icorr ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	Vel corr (mm/y)	Desviación Estándar		
					Ecorr (mV)	icorr ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	Vel corr (mm/y)
0	1	-1051	34,55	0,401	4,5	0,828	0,010
	2	-1060	32,89	0,382			
5	1	-998	18,40	0,214	5	0,179	0,002
	2	-1008	18,76	0,218			
10	1	-1023	17,94	0,208	3,5	0,471	0,005
	2	-1016	16,99	0,197			
20	1	-1094	9,37	0,109	4,5	0,263	0,003
	2	-1085	9,90	0,115			
30	1	-1079	6,84	0,079	2,5	0,203	0,002
	2	-1074	7,24	0,084			

Tabla 9

Resultados de los parámetros obtenidos por curvas potenciodinámicas en muestras expuestas en solución de NaCl al 1% en peso

% Aloe Vera	Prueba	Ecorr (mV)	icorr ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	Vel corr (mm/y)	Desviación Estándar		
					Ecorr (mV)	icorr ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	Vel corr (mm/y)
0	1	-1129	57,29	0,665	2,0	0,472	0,005
	2	-1125	56,34	0,654			
5	1	-1120	44,90	0,521	4,0	0,415	0,005
	2	-1112	45,73	0,531			
10	1	-1086	29,21	0,339	2,0	0,302	0,004
	2	-1090	28,60	0,332			
20	1	-1097	11,09	0,129	0,0	0,488	0,006
	2	-1097	10,11	0,117			
30	1	-1118	7,93	0,092	2,5	0,287	0,003
	2	-1113	8,50	0,099			

Tabla 10

Resultados obtenidos por Espectroscopía de impedancia electroquímica en muestras expuestas en solución de NaCl al 1% en peso

% Aloe Vera	Prueba	RP ($\Omega\cdot\text{cm}^2$)	Vel corr (mm/y)	Desviación Estándar	
				RP ($\Omega\cdot\text{cm}^2$)	Vel corr (mm/y)
0	1	603,90	1,358	4,45	0,119
	2	595,00	1,119		
5	1	685,50	1,014	2,35	0,062
	2	690,20	0,890		
10	1	1574,20	0,447	28,3	0,051
	2	1517,60	0,550		
20	1	3095,40	0,182	33,3	0,032
	2	3162,00	0,246		
30	1	3395,40	0,150	39,8	0,016
	2	3475,00	0,181		

Tabla 11

Resultados obtenidos por Espectroscopía de impedancia electroquímica en muestras expuestas en solución de NaCl al 3% en peso

% Aloe Vera	Prueba	RP ($\Omega\cdot\text{cm}^2$)	Vel corr (mm/y)	Desviación Estándar	
				RP ($\Omega\cdot\text{cm}^2$)	Vel corr (mm/y)
0	1	394,60	2,104	8,25	0,073
	2	378,10	1,957		
5	1	850,20	0,945	10,7	0,008
	2	828,80	0,962		
10	1	695,40	0,797	0,95	0,008
	2	693,50	0,815		
20	1	788,90	0,668	11,16	0,064
	2	766,58	0,540		
30	1	2366,10	0,196	57,45	0,008
	2	2481,00	0,212		

Tabla 12

Resultados obtenidos por resistencia a la polarización en muestras expuestas en solución de NaCl al 1% en peso

% Aloe Vera	Prueba	RP (Ω .cm ²)	Vel corr (mm/y)	Desviación Estándar	
				RP (Ω .cm ²)	Vel corr (mm/y)
0	1	978,12	0,838	5,72	0,075
	2	966,68	0,688		
5	1	1241,24	0,549	20,02	0,019
	2	1201,2	0,511		
10	1	1870,44	0,376	34,32	0,027
	2	1939,08	0,430		
20	1	3569,28	0,158	45,76	0,032
	2	3477,76	0,223		
30	1	4604,6	0,110	20,02	0,012
	2	4644,64	0,135		

Tabla 13

Resultados obtenidos por resistencia a la polarización en muestras expuestas en solución de NaCl al 3% en peso

% Aloe Vera	Prueba	RP (Ω .cm ²)	vel corr (mm/y)	Desviación Estándar	
				RP (Ω .cm ²)	Vel corr (mm/y)
0	1	423,28	1,961	2,86	0,118
	2	429,00	1,725		
5	1	817,96	0,982	14,3	0,014
	2	789,36	1,010		
10	1	1275,56	0,435	22,88	0,004
	2	1321,32	0,428		
20	1	1132,56	0,466	31,46	0,060
	2	1195,48	0,346		
30	1	2390,96	0,194	25,74	0,011
	2	2442,44	0,215		

Apéndice D. Diagramas de Bode obtenidos mediante la técnica de Espectroscopía de impedancia electroquímica.

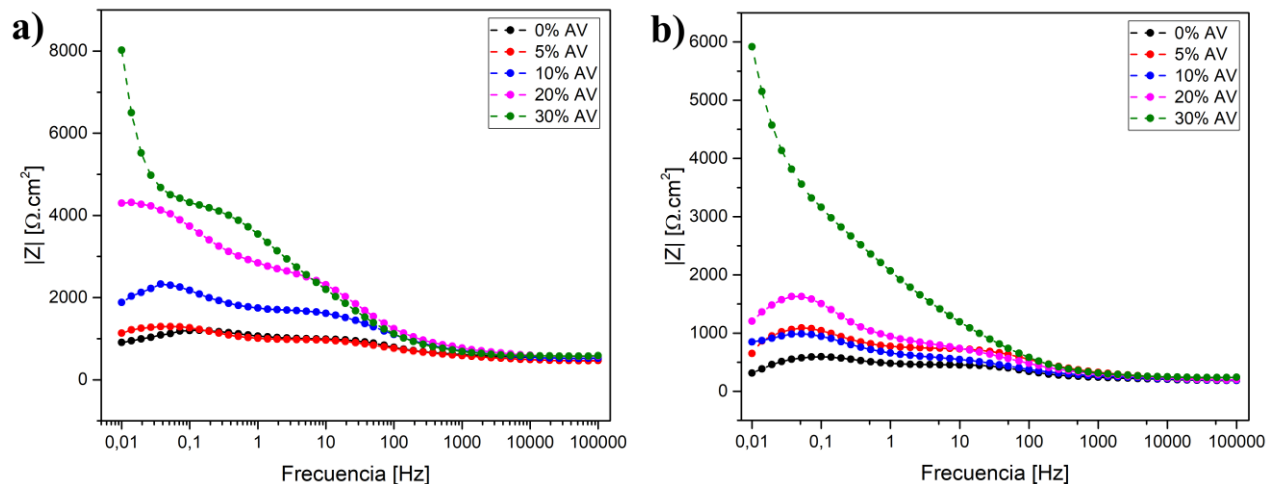


Figura 17. Diagrama de Bode de módulo de impedancia $|Z|$ vs frecuencia obtenido mediante la técnica de EIS para diferentes concentraciones de aloe vera en soluciones de (a) NaCl al 1% en peso y (b) NaCl al 3% en peso.

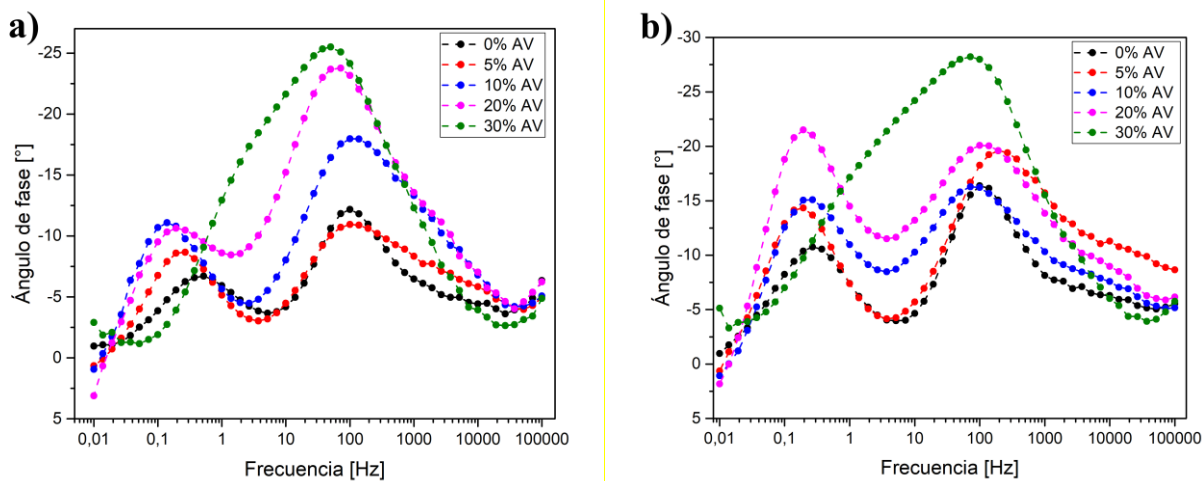


Figura 18. Diagrama de Bode de ángulo de fase vs Frecuencia obtenido mediante la técnica de EIS para diferentes concentraciones de aloe vera en soluciones de (a) NaCl al 1% en peso y (b) NaCl al 3% en peso.

Apéndice E. Modelo de circuito equivalente propuesto para describir el comportamiento electroquímico de los procesos de corrosión.

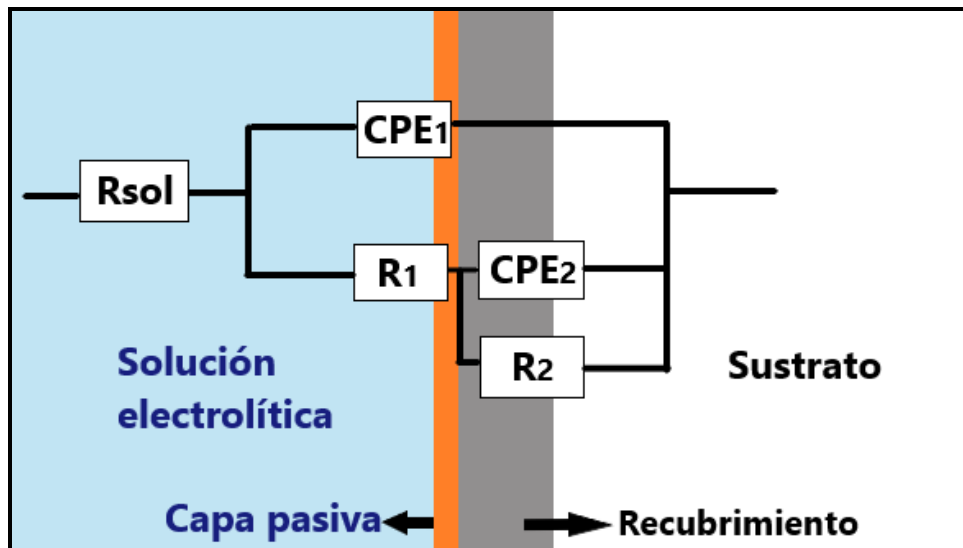


Figura 19. Circuito equivalente para el análisis de datos obtenidos de la prueba EIS para la solución electrolítica de 1% y 3% en peso de NaCl.

El circuito presentado en la Figura 19 fue el empleado para interpretar los datos obtenidos por el ensayo EIS para las dos concentraciones del electrolito (1% y 3% NaCl) y realizar el ajuste de los espectros de impedancia. El circuito consta de una resistencia de la solución en serie con dos bloques en paralelo. El primer bloque que se encuentra en la interface solución-capa pasiva se compone de un elemento de fase constante (CPE1) que modela el comportamiento dieléctrico de la capa pasivante y R1 el comportamiento resistivo de la capa pasiva al electrolito. El segundo bloque, se compone del elemento de fase constante (CPE2) y R2 modelando el comportamiento de la interfase capa pasiva-recubrimiento de zinc.