

Análisis del proceso de fosfatado de herramientas de acero de baja aleación fabricadas por la empresa Maple Oil Tools para la industria Oil & Gas.

Junior Santiago Romero Gelves

Director

Dr. Darío Yesid Peña Ballesteros

Tutor

Brayan Sthefen Gómez Salamanca

Ingeniero Mecánico

Universidad Industrial de Santander  
Facultad de Ingenierías Físicoquímicas  
Escuela de Ingeniería Química  
Bucaramanga

2025

### **Dedicatoria**

Quiero dedicar esta tesis a las dos personas más importantes en mi vida. A mi madre, María Emilse Gelves Rubio, quien, con su amor infinito, su apoyo incondicional y sus sabios consejos me ha impulsado a levantarme cada día con honestidad, humildad y esperanza, animándome siempre a dar lo mejor de mí. Y a mi querida nonita, María Fidelina Rubio Moncada, quien fue una de mis mayores inspiraciones en el camino de convertirme en profesional, pues este logro era también uno de sus grandes anhelos. Lamentablemente este año partiste al cielo, pero estoy seguro de que desde allí compartes conmigo la alegría de esta meta cumplida. Este trabajo es un homenaje a tu legado, a tu ejemplo y al inmenso cariño que me diste en vida. Descansa en paz, nonita querida.

### **Agradecimientos**

Agradezco en primer lugar a Dios, por brindarme la sabiduría, la fortaleza y la oportunidad de desarrollar mi carrera profesional. Extiendo mi gratitud a mi familia, por su apoyo incondicional tanto en lo económico como en lo personal y profesional a lo largo de este camino.

Deseo expresar un especial agradecimiento a los profesores Fernando Viejo Abrante y Ana Emilse Coy Echeverría, por la confianza y la oportunidad de realizar este proyecto, así como al profesor Darío Yesid Peña Ballesteros por su valiosa asesoría y consejos en su culminación. Agradezco a la Universidad Industrial de Santander por su aporte a mi formación profesional, en especial a la Escuela de Ingeniería Química y a sus profesores, así como a la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales por el apoyo brindado en el desarrollo de este trabajo.

De manera especial, agradezco a la empresa Maple Oil Tools por permitirme participar en este proyecto y contribuir a mi formación profesional a través de su programa de prácticas. Agradezco al ingeniero Brayán por su dirección y enseñanza durante la práctica, así como a mis compañeros de Maple Oil Tools por todas las experiencias compartidas.

Finalmente, agradezco a mis amigos de vida, aquellos que conocí en la época del colegio y que siguen siendo parte fundamental de mi historia, y a mis compañeros de universidad, con quienes compartí innumerables experiencias en el camino hacia la meta de convertirnos en ingenieros químicos.

Por último, quiero expresar mi más profundo agradecimiento a mi madre, María Emilse Gelves Rubio; a mis hermanas, Melanny Alexandra Rincón Gelves y Sharick Valentina Rincón Gelves; y a mi abuela, María Fidelina Gelves Rubio (Q. E. P. D.), por confiar en mí desde los primeros momentos de mi vida y brindarme el apoyo más sincero y leal en la consecución de cada una de mis metas.

**Tabla de Contenido**

	<b>Pág.</b>
Introducción .....	12
1. Objetivos.....	14
1.1 Objetivo General.....	14
1.2 Objetivos Específicos.....	14
2. Marco conceptual.....	14
3. Metodología .....	19
3.1. Caracterización de las etapas del proceso de fosfatado .....	19
3.2. Diagnóstico el proceso de fosfatado realizado en Maple Oil Tools. ....	20
3.3. Proponer diferentes alternativas de solución a las problemáticas observadas durante el proceso de fosfatado.....	23
4. Resultados y análisis de Resultados.....	23
4.1. Caracterización de las etapas del proceso de fosfatado .....	24
4.1.1. Etapa de desengrasado-decapado.....	24
4.1.2. Etapa de fosfatado.....	25
4.1.3. Etapa de pasivado .....	27
4.1.4. Etapa de secado y protección anticorrosiva .....	27
4.2. Diagnóstico el proceso de fosfatado realizado en Maple Oil Tools .....	27
4.2.1. Aspectos de mejora encontrados durante la caracterización del proceso. ....	28
4.2.2. Resultados caracterización sustrato .....	30
4.2.1.1. Ensayos de metalografía .....	30
4.2.1.2. Ensayos Dureza Vickers en la muestra Blanco.....	31

4.2.3.Resultados caracterización recubrimiento realizado en Maple Oil Tools. ....	32
4.2.3.1.Caracterización morfológica de la superficie .....	32
4.2.3.2.Caracterización sección transversal. ....	36
4.2.3.3.Determinación de la relación masa/área .....	40
4.2.4.Resultados caracterización recubrimiento realizado como referencia en el laboratorio.....	40
4.3.Oportunidades de mejora propuestas a las problemáticas observadas durante el proceso de fosfatado.....	42
4.3.1.Reestructuración de la herramienta preoperacional para el control del proceso de fosfatado.....	42
4.3.2.Definición de una hoja de ruta para las actividades del fosfatado. ....	43
4.3.3.Establecimiento de parámetros de calidad y aplicación de normas .....	44
4.3.4.Recomendaciones basadas en la caracterización del recubrimiento fosfatado. ....	45
5. Conclusiones.....	46
Referencias Bibliográficas .....	47
Apéndices.....	52

**Lista de Tablas**

	<b>Pág.</b>
Tabla 1. <i>Dimensiones y rugosidad de las muestras de acero 4140 fosfatadas en Maple Oil Tools.</i> .....	21
Tabla 2. <i>Dimensiones y rugosidad de las muestras de acero 4140 fosfatadas en el proceso de referencia.</i> .....	23
Tabla 3. <i>Procedimiento de fosfatado para piezas de gran tamaño no sumergibles.</i> .....	26
Tabla 4. <i>Comparación entre condiciones actuales y prácticas recomendadas en el fosfatado.</i> ..	28
Tabla 5. <i>Resultados de dureza (HVI) en la sección T de la muestra Blanco.</i> .....	31
Tabla 6. <i>Resultados del espesor de las muestras, obtenidas en la sección L, correspondientes a sustratos lijados con papel metalográfico de grano P180 y P240, respectivamente.</i> .....	37
Tabla 7. <i>Resultados de espesor de la relación masa sobre área para las muestras lijadas con papel metalográfico P180 y P240 en la sección L.</i> .....	40
Tabla 8. <i>Descripción y funcionalidades de las secciones del aplicativo preoperacional de fosfatado</i> .....	43

## Lista de Figuras

	<b>Pág.</b>
Figura 1. <i>Diagrama de bloques típico del proceso de fosfatado de piezas mecanizadas.</i> .....	15
Figura 2. <i>Diagrama esquemático de la formación de un recubrimiento de fosfato sobre acero.</i> 15	15
Figura 3. <i>Diagrama de distribución de especies para el H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> acuoso.</i> .....	17
Figura 4. <i>Esquema metodológico para la evaluación del proceso de fosfatado.</i> .....	19
Figura 5. <i>Condiciones de temperatura y tiempo de las soluciones en Maple Oil Tools.</i> .....	21
Figura 6. <i>Condiciones de temperatura, tiempo y control de las soluciones recomendadas para el proceso realizado en el laboratorio.</i> .....	22
Figura 7. <i>Diagrama de flujo del proceso de fosfatado desarrollado en la empresa Maple Oil Tools.</i> .....	24
Figura 8. <i>Micrografía sin ataque a 100X del espécimen Blanco en la sección L.</i> .....	30
Figura 9. <i>Micrografías a 500X y 1000X para el espécimen Blanco en las secciones L y T.</i> .....	31
Figura 10. <i>Caracterización morfológica mediante SEM del recubrimiento Maple Oil Tools sobre sustrato lijado con papel metalográfico P180.</i> .....	32
Figura 11. <i>Análisis EDS de los puntos indicados en las figuras 10b, 10c y 10d de la muestra lijada con papel metalográfico P180.</i> .....	32
Figura 12. <i>Caracterización morfológica mediante SEM del recubrimiento Maple Oil Tools sobre sustrato lijado con papel metalográfico P240.</i> .....	33
Figura 13. <i>Análisis EDS de los puntos indicados en las figuras 12b, 12c y 12d de la muestra lijada con papel metalográfico P240.</i> .....	33
Figura 14. <i>Análisis de referencia de un recubrimiento fosfatado de Zinc.</i> .....	34

Figura 15. <i>Comparación de espectros EDS entre óxido de hierro y fosfato de hierro.</i> .....	35
Figura 16. <i>Micrografía a 500X de la muestra lijada con papel metalográfico P180 en la sección L.</i> .....	37
Figura 17. <i>Micrografía a 500X de la muestra lijada con papel metalográfico P240 en la sección L.</i> .....	37
Figura 18. <i>Resultados de la caracterización morfológica sección transversal del recubrimiento en Maple Oil Tools sobre sustrato con rugosidad P180.</i> .....	38
Figura 19. <i>Resultados de la caracterización morfológica sección transversal del recubrimiento en Maple Oil Tools sobre sustrato con rugosidad P240.</i> .....	38
Figura 20. <i>Resultados de la caracterización EDS correspondiente a los puntos señalados en las figuras 18a; 19a y 19c.</i> .....	39
Figura 21. <i>Análisis SEM del recubrimiento de referencia en sustrato P180 (laboratorio).</i> .....	41
Figura 22. <i>Análisis SEM del recubrimiento de referencia en sustrato P240 (laboratorio).</i> .....	41
Figura 23. <i>Resultado EDS correspondientes a los puntos señalados en las figuras 22b;22c y 23b (laboratorio).</i> .....	41

**Lista de Apéndices**

	<b>pág.</b>
Apéndice A. <i>Normas técnicas aplicables al proceso de fosfatado y control de recubrimientos.</i>	52
Apéndice B. <i>Condiciones del ensayo de metalografía.</i> .....	52
Apéndice C. <i>Condiciones del ensayo de dureza.</i> .....	53
Apéndice D. <i>Características pruebas SEM-EDS</i> .....	54
Apéndice E. <i>Tanques empleados en las distintas etapas del proceso de fosfatado de Maple Oil Tools.</i> .....	56
Apéndice F. <i>Evidencias de la herramienta preoperacional de fosfatado.</i> .....	57

## Resumen

**Título:** Análisis del proceso de fosfatado de herramientas de acero de baja aleación fabricadas por la empresa Maple Oil Tools para la industria Oil & Gas.\*

**Autor:** Junior Santiago Romero Gelves.\*\*

**Palabras Clave:** Fosfatado, Acero de baja aleación, tratamiento superficial, corrosión.

**Descripción:** Este trabajo presenta el análisis integral del proceso de fosfatado implementado en la empresa Maple Oil Tools para herramientas de acero de baja aleación destinadas a la industria Oil & Gas, con el objetivo de diagnosticar el desempeño del recubrimiento de fosfato de zinc, identificar problemáticas en la operación y proponer estrategias de mejora que optimicen su aplicación. La investigación se desarrolló en tres fases: la caracterización detallada de las etapas de desengrasado-decapado, fosfatado, pasivado y secado; el diagnóstico de los principales aspectos de mejora mediante la comparación con normas internacionales y literatura especializada; y la evaluación experimental de sustratos y recubrimientos mediante ensayos de metalografía, microdureza Vickers y microscopía electrónica de barrido con espectroscopía de dispersión de energía (SEM-EDS).

Los resultados evidenciaron que el acero AISI 4140 presenta una microestructura martensítica de dureza moderada, adecuada para el fosfatado, aunque con inclusiones de sulfuros y óxidos en bajos niveles. La caracterización de los recubrimientos mostró la uniformidad en algunas zonas y presencia de fosfatos de hierro en sustratos con granulometría fina, así mismo, las mediciones de espesor y de la relación masa/área cumplieron con los valores mínimos exigidos por la norma ASTM F1137/F1137M. Como contribución práctica, se rediseñó la herramienta preoperacional de control en formato digital, se definió una hoja de ruta para estandarizar las actividades y se recomendaron protocolos de monitoreo de variables críticas. Estos aportes permiten establecer un sistema de control más riguroso que fortalece la eficiencia y permite disminuir los reprocesos y costos asociados a demoras en proceso de fosfatado en la empresa.

\* Trabajo de Grado.

\*\* Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Ingeniería Química. Director: Darío Yesid Peña Ballesteros. Doctor en corrosión. Codirector: Brayan Sthefen Gómez Salamanca. Ingeniero Mecánico.

### Abstract

**Title:** Analysis of the Phosphating Process of Low-Alloy Steel Tools Manufactured by Maple Oil Tools for the Oil & Gas Industry.\*

**Author(s):** Junior Santiago Romero Gelves.\*\*

**Keywords:** Phosphating, Low-alloy steel, Surface treatment, Corrosion.

**Description:** This study presents a comprehensive analysis of the phosphating process implemented at Maple Oil Tools for low-alloy steel tools intended for the Oil & Gas industry. The main objective was to assess the performance of the zinc phosphate coating, identify operational issues, and propose improvement strategies to optimize its application. The research was conducted in three phases: a detailed characterization of the degreasing-pickling, phosphating, passivation, and drying stages; the diagnosis of the main deficiencies through comparison with international standards and specialized literature; and the experimental evaluation of substrates and coatings by means of metallography, Vickers microhardness testing, and scanning electron microscopy coupled with energy-dispersive spectroscopy (SEM-EDS).

The results showed that AISI 4140 steel exhibits a martensitic microstructure with moderate hardness, suitable for phosphating, although containing low-level inclusions of sulfides and oxides. The characterization of the coatings revealed uniformity in certain areas and the presence of iron phosphates in substrates with fine grain size. Furthermore, thickness measurements and mass-to-area ratios met the minimum requirements established by ASTM F1137/F1137M. As a practical contribution, the pre-operational control tool was redesigned in digital format, a roadmap for the standardization of activities was defined, and protocols for monitoring critical variables were recommended. These contributions support the establishment of a more rigorous control system that enhances efficiency while reducing reprocessing and costs associated with delays in the phosphating process within the company.

\* Degree Work.

\*\* Facultad de Ingeniería Química. Escuela de Ingeniería Química. Director: Darío Yesid Peña Ballesteros. PhD in Corrosion. Codirector: Brayan Sthefen Gómez Salamanca. Mechanical Engineer.

## Introducción

La combustión de petróleo, gas y carbón es responsable de más del 80 % de las emisiones de gases de efecto invernadero (GEI) (ECOPETROL, 2023). En respuesta a esto, países y empresas se han comprometido en acuerdos para reducir las emisiones derivadas del uso y producción de combustibles fósiles. Sin embargo, se estima que la demanda mundial de hidrocarburos solo presentará reducciones sustanciales a partir de 2040 (IEA, 2021), y que, en Colombia, el pico de consumo ocurrirá en 2043 (ECOPETROL, 2023). En este contexto, surge la necesidad de impulsar y desarrollar el sector de los hidrocarburos mientras avanza la transición energética hacia combustibles más limpios en su producción y consumo. Esta estrategia permitirá proteger un sector clave de la economía nacional, que en 2023 aportó el 3,1 % del PIB (DANE, 2024).

En este sentido, la perforación para la extracción de petróleo y gas es un proceso esencial que requiere mejora continua, ya que de ésta se derivan los productos que serán refinados o comercializados directamente. El método más usado es la perforación rotatoria, donde se hace girar una broca de perforación gracias a la energía transmitida desde la superficie a través de la tubería (Rocío et al., 2014). Para su correcto funcionamiento se emplean conexiones que unen las distintas partes de la tubería y transmiten el torque, soportando altas cargas de tracción y contención de presión. Estas conexiones suelen fabricarse en aceros Cr-Mo de baja aleación, como 4130 y 4140, reconocidos por su resistencia y tenacidad (Khaksar & Shirokoff, 2017; Dos Santos et al., 2021). En este marco, Maple Oil Tools fabrica herramientas para el sector petrolero, especialmente conexiones roscadas de alta precisión, diseñadas para garantizar un desempeño confiable y cumplir con los estándares de la industria.

El desempeño de estas herramientas puede verse afectado por el desgaste en sus roscas, fenómeno conocido como *galling*, originado por la fricción entre piezas acopladas (Groover,

2021). Además, el ambiente de perforación favorece la corrosión debido a gases como  $H_2S$  y  $CO_2$ , que al mezclarse con agua forman soluciones ácidas que causan daños estructurales en las secciones roscadas (Groover, 2021).

Con el fin de contrarrestar el galling y la corrosión en las conexiones, la empresa desarrolla recubrimientos por fosfatado. Esta técnica consiste en el tratamiento de metales ferrosos con una solución diluida de ácido fosfórico que, al reaccionar químicamente con el metal, forma una capa protectora de fosfato cristalino insoluble (Bahadori, 2015). Este proceso aumenta la resistencia al desgaste y la corrosión (Burduhos-Nergis et al., 2023). En particular, el fosfato de zinc, el más usado en aceros de baja aleación, ofrece mayor dureza y resistencia frente a ambos fenómenos (Bahadori, 2015).

Actualmente, el proceso de fosfatado en la empresa es relativamente nuevo en su implementación y, en ocasiones, presenta deficiencias en el acabado superficial de algunas piezas, particularmente en las secciones roscadas de las conexiones. Esta situación genera la necesidad de reprocesar herramientas o de realizar cambio de las soluciones químicas empleadas, lo que se traduce en sobrecostos y retrasos en la operación. No obstante, estas acciones se llevan a cabo con el fin de garantizar un producto de calidad y un desempeño óptimo en el servicio.

Ante esta situación, el presente trabajo revisó el estado actual del proceso, caracterizando cada etapa y comparándola con prácticas recomendadas en la literatura y en las fichas técnicas. Asimismo, se evaluaron el sustrato y el recubrimiento mediante análisis de composición y morfología, utilizando técnicas de microscopía electrónica de barrido con espectroscopía de dispersión de energía (SEM-EDS) y análisis metalográfico. Además, se replicó el proceso siguiendo recomendaciones técnicas para establecer un punto de referencia y plantear estrategias de mejora que permitan la estandarización del proceso.

## 1. Objetivos

### 1.1 Objetivo General

Analizar el proceso de fosfatado de herramientas de acero de baja aleación fabricadas por la empresa Maple Oil Tools para la industria Oil & Gas, con el fin de identificar oportunidades de mejora.

### 1.2 Objetivos Específicos

Reconocer cada una de las etapas del proceso de fosfatado que se realizan actualmente en la empresa Maple Oil Tools.

Identificar las diferentes problemáticas procedimentales que surgen durante el proceso actual de fosfatado.

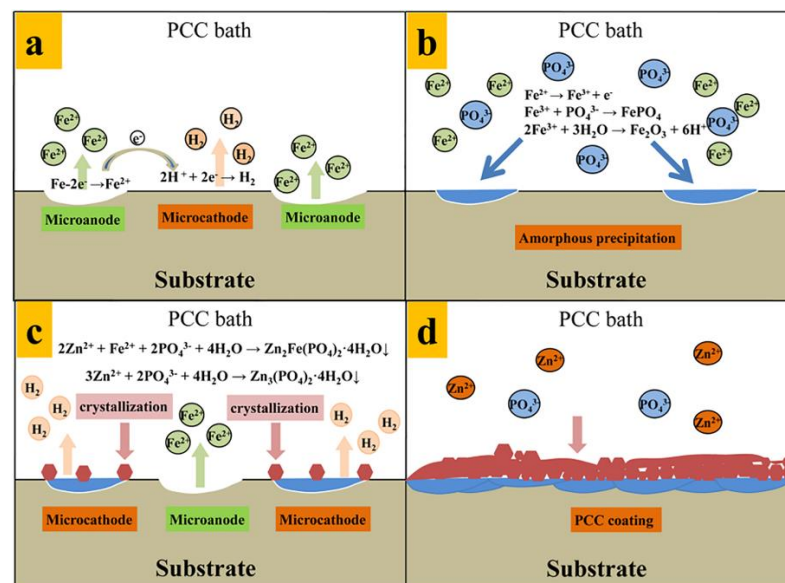
Proponer diferentes alternativas de mejora frente al estado actual del proceso de fosfatado.

## 2. Marco conceptual

El proceso de fosfatado consiste en el tratamiento de metales ferrosos con una solución diluida de ácido fosfórico y sales metálicas ácidas, como las de zinc, manganeso o hierro (Tamilselvi et al., 2015a). Durante este proceso, la superficie del metal reacciona químicamente con la solución, formando una capa protectora de fosfato cristalino insoluble. Este recubrimiento transforma la superficie en una nueva capa con propiedades no metálicas y no conductoras (Bahadori, 2015). Su aplicación es común como pretratamiento antes de pinturas, recubrimientos plásticos o metálicos, ceras o aceites antioxidantes, ya que mejora la resistencia a la corrosión, al desgaste y favorece la adherencia de capas posteriores (Burduhos-Nergis et al., 2023).

**Figura 1.** Diagrama de bloques típico del proceso de fosfatado de piezas mecanizadas.

El proceso de aplicación del recubrimiento de fosfato de zinc se realiza en tres etapas principales, como se muestra en la Figura 1. El proceso inicia con la recepción de las piezas metálicas, previamente mecanizadas. Debido a la presencia de corrosión y de impurezas en la superficie, la primera etapa consiste en una limpieza química, que incluye desengrasado y decapado. El proceso de desengrasado elimina residuos de contaminantes, grasas y aceites, mientras que el decapado ácido disuelve los óxidos presentes en la superficie, eliminando así impurezas que afectarían la calidad del recubrimiento. Una vez finalizada la limpieza química, se realiza un enjuague con agua para eliminar cualquier residuo de la solución utilizada.

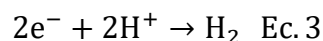
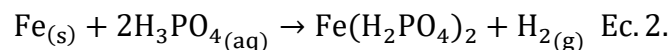
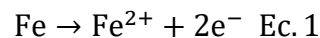
**Figura 2.** Diagrama esquemático de la formación de un recubrimiento de fosfato sobre acero.

Nota. Tomado de *The initiation and formation of a double-layer phosphate conversion coating*, por Y. Yu, Y. Zhao, X. Lu, Y. Xu, Y. Sun y C. Wang, 2020.

Luego se realiza el fosfatado, cuyo objetivo es formar una capa protectora de fosfato cristalino insoluble sobre la superficie metálica. Este recubrimiento se desarrolla en cuatro fases: disolución del sustrato, depósito inicial amorfo, cristalización y crecimiento, y reorganización final de los cristales de acuerdo con el proceso evidenciado en la Figura 2.

La pieza, previamente limpiada, se sumerge en una solución compuesta principalmente por ácido fosfórico, sales de zinc y compuestos acelerantes como nitritos o nitratos. De esta manera inicia la primera fase, que consiste en la disolución electroquímica del acero (Figura 2a), durante la cual el hierro comienza a oxidarse a ion ferroso ( $\text{Fe}^{2+}$ ) (Ec. 1). La interacción de estos iones con los iones fosfato presentes forma de inmediato una capa de fosfato ferroso,  $\text{Fe}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$  (Ec. 2). Esta capa base se une químicamente al sustrato, lo que proporciona una fuerte adhesión entre todo el recubrimiento y el metal subyacente (Figura 2b) (Alinezhadfar et al., 2025).

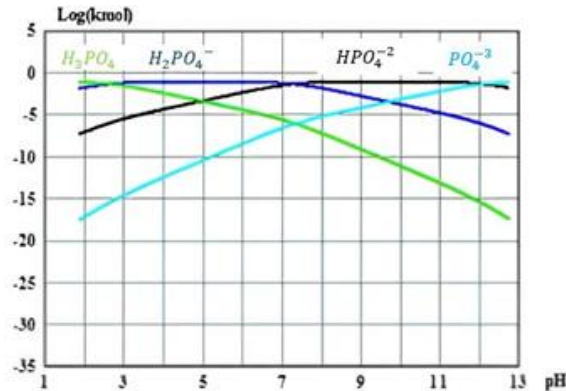
Por otro lado, los iones  $\text{H}^+$  de la solución ácida se reducen simultáneamente a hidrógeno molecular ( $\text{H}_2$ ), aprovechando los electrones liberados durante la disolución del sustrato (Ec. 3) (Alvarado-Macías et al., 2013). Este hidrógeno formado se acumula en la superficie del metal; por ello, la presencia de compuestos como nitritos, nitratos o cloratos resulta importante, ya que reaccionan con el hidrógeno acumulado y permiten la despolarización de la superficie (Jiang et al., 2020).



A su vez, la evolución del hidrógeno (Ec. 2) hace que el pH de la interfase del material aumente debido al consumo de iones hidrógeno. Este comportamiento en la solución implica que el ácido fosfórico se disocie selectivamente en distintos compuestos de acuerdo con la distribución

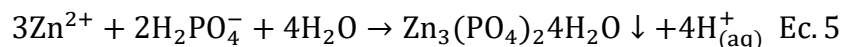
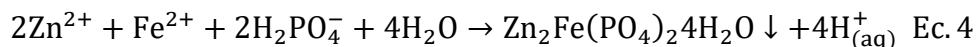
del  $H_3PO_4$  en solución acuosa (Figura 3). A valores de pH de 2 a 7 en los que sucede el proceso de fosfatado, el  $H_2PO_4^-$  es la especie predominante (Alvarado-Macías et al., 2013).

**Figura 3.** Diagrama de distribución de especies para el  $H_3PO_4$  acuoso.



**Nota.** Tomado de Alvarado-Macías et al. (2013).

A medida que el baño se satura progresivamente con iones fosfato ( $H_2PO_4^-$ ) e iones metálicos ( $Zn^{2+}$  y  $Fe^{2+}$ ), comienza la deposición de fosfatos insolubles, que posteriormente cristalizan sobre la capa base amorfa del recubrimiento de conversión fosfatado (PCC), como se muestra en la Figura 2b. Esta cristalización da lugar a la formación de compuestos como fosfofilita  $Zn_2Fe(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  (Ec.4) y hopeíta  $Zn_3(PO_4)_2 \cdot 4H_2O$  (Ec. 5), que se depositan sobre la superficie metálica formando núcleos cristalinos de fosfato (Alinezhadfar et al., 2025).



Posteriormente ocurre un crecimiento cristalino expansivo (Figura 2c), formando cristales gruesos sobre los cuales crecen algunos más pequeños lo cual resulta en una disminución significativa de la porosidad (Alvarado-Macías et al., 2013). Durante el proceso de fosfatado, existe un equilibrio dinámico entre la disolución del metal base y la formación del recubrimiento lo que caracteriza la última etapa del mecanismo de formación (Figura 2d). Inicialmente, el

recubrimiento se forma rápidamente y cubre el sustrato con una capa suelta, permitiendo el acceso continuo del baño químico. A medida que avanza el tiempo, la velocidad de formación disminuye hasta alcanzar un equilibrio, lo que da lugar a un recubrimiento más denso y completo (Alvarado-Macías et al., 2013).

Un aspecto clave para controlar el baño de fosfatado es medir con precisión el ácido fosfórico y sus sales principales. Para ello, se emplean dos parámetros fundamentales: la acidez total y la acidez libre. La acidez total representa la cantidad global de sustancias activas que participan en la formación del recubrimiento. Esta incluye iones hidrógeno libres ( $H^+$ ), iones de zinc ( $Zn^{2+}$ ) e iones de fosfato primario ( $H_2PO_4^-$ ) (Kiesow Oberflächenchemie, 2016). Por otro lado, la acidez libre corresponde exclusivamente al contenido de ácido libre en la solución, es decir, la concentración de iones hidrógeno ( $H^+$ ) (Rausch, 1990).

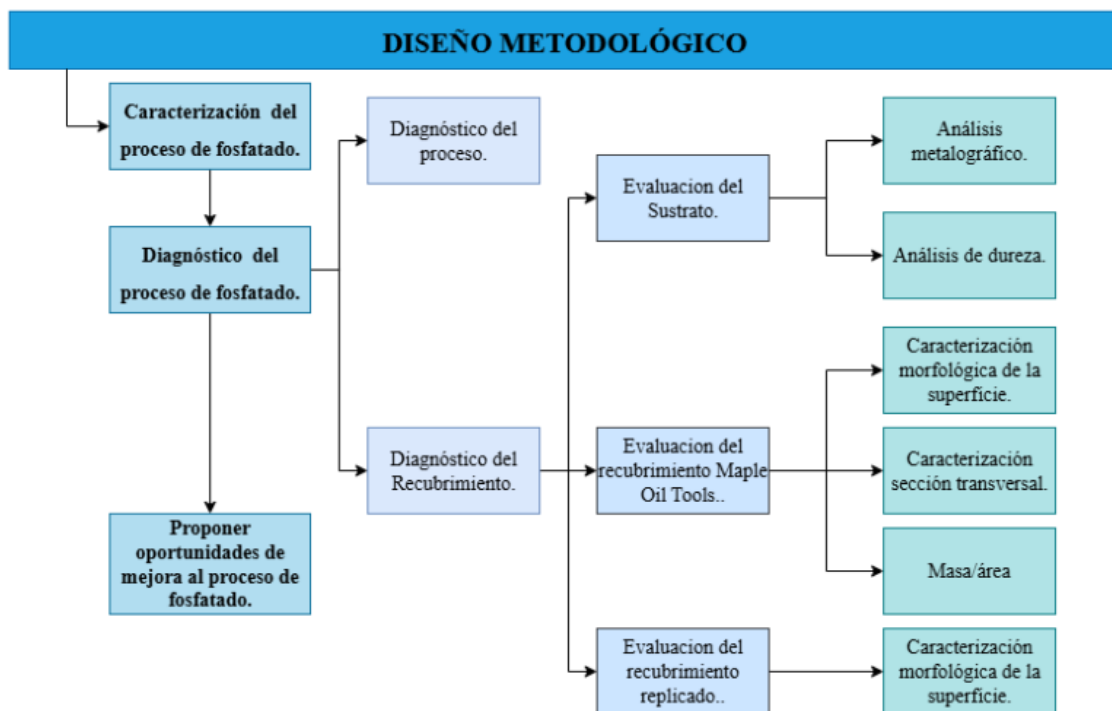
Una vez que las piezas han sido fosfatadas, se procede con la etapa de pasivado, cuyo objetivo es estabilizar el recubrimiento fosfático. Este tratamiento contribuye a minimizar la reactividad superficial y mejora la durabilidad del recubrimiento. Por último, se lleva a cabo un secado inicial a temperatura ambiente, empleando un paño o aire comprimido hasta obtener una superficie aparentemente libre de humedad (Burduhos-Nergis et al., 2023).

En materia de calidad y estandarización, el proceso de fosfatado se encuentra regulado por diversas normas internacionales que garantizan la confiabilidad de los recubrimientos. Entre ellas destaca la ISO 9717, que define los requisitos principales del material base, los tratamientos previos y las condiciones del proceso. De forma complementaria, otras normas internacionales y de ASTM establecen directrices para el control de masa del recubrimiento, métodos de ensayo de corrosión y criterios de aceptación. El detalle de estas normas se presenta en el Apéndice A, donde se recopilan las principales referencias técnicas aplicables al fosfatado (ISO, 2017).

### 3. Metodología

Para llevar a cabo el análisis del proceso de fosfatado desarrollado en Maple Oil Tools, se implementó el esquema metodológico ilustrado en la Figura 4.

**Figura 4.** Esquema metodológico para la evaluación del proceso de fosfatado.



#### 3.1. Caracterización de las etapas del proceso de fosfatado

Durante esta primera fase de la investigación, se realizó un reconocimiento detallado del proceso de fosfatado que actualmente desarrolla la empresa Maple Oil Tools para sus herramientas. Se analizaron los procedimientos de cada etapa, incluyendo los equipos, operaciones y aspectos químicos del proceso. Este reconocimiento permitió formar una base fundamental para el estudio de aspectos característicos como datos operativos, incluyendo parámetros clave como tiempos de inmersión, concentraciones de soluciones, temperaturas y pH, permitiendo la actualización de los instructivos relacionados con el proceso.

### **3.2. Diagnóstico el proceso de fosfatado realizado en Maple Oil Tools.**

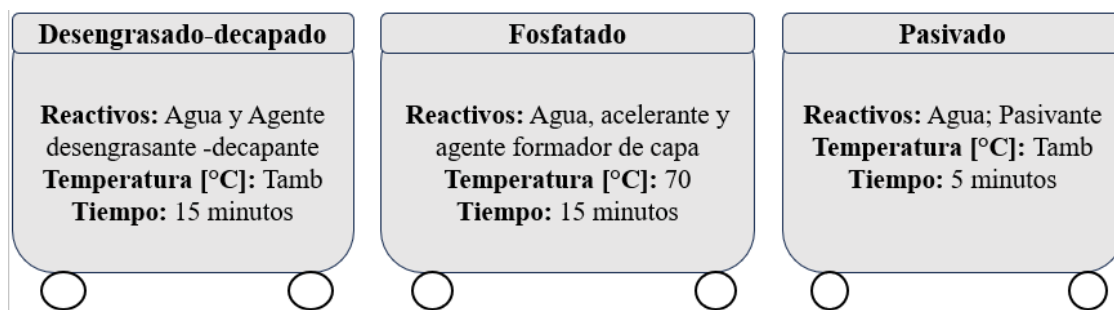
Para diagnosticar el sistema de fosfatado, se comparó la caracterización desarrollada en la fase metodológica 3.1 del proceso implementado en la empresa y las prácticas descritas en la literatura científica, la normativa aplicable referenciada en el marco teórico y las fichas técnicas del proceso, que sirven como guía para su correcta ejecución. Esta comparación permitió identificar Aspectos de mejora claves en la implementación del proceso de fosfatado.

Posteriormente, se llevó a cabo la caracterización del recubrimiento de fosfato de zinc desarrollado en la empresa. En primer lugar, se analizó el sustrato sobre el cual se aplica dicho recubrimiento. Para ello, se evaluó una muestra de acero 4140 proveniente del material utilizado por la empresa en la fabricación de sus herramientas. El estudio incluyó un análisis metalográfico de la superficie mediante microscopía óptica usando el microscopio óptico Olympus GX71 (Apéndice B) y la medición de dureza por microindentación utilizando el durómetro Vickers 400TM, de la marca INNOVATEST (Apéndice C), ambos equipos ubicados en la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales.

Posteriormente, se evaluó la calidad del fosfatado realizado en la planta de producción de Maple Oil Tools. Para ello, se prepararon cuatro muestras de acero 4140 con las dimensiones indicadas en la Tabla 1. Con el objetivo de reproducir el acabado superficial característico de las herramientas, las muestras fueron sometidas a un desbaste mecánico que imitó la rugosidad presente en las piezas antes del fosfatado. Dos de ellas se lijaron hasta alcanzar una rugosidad equivalente al grano abrasivo P180, mientras que las otras dos se prepararon con grano P240. Finalmente, las cuatro muestras fueron fosfatadas siguiendo las etapas y condiciones descritas en la Figura 5.

**Tabla 1.** Dimensiones y rugosidad de las muestras de acero 4140 fosfatadas en Maple Oil Tools.

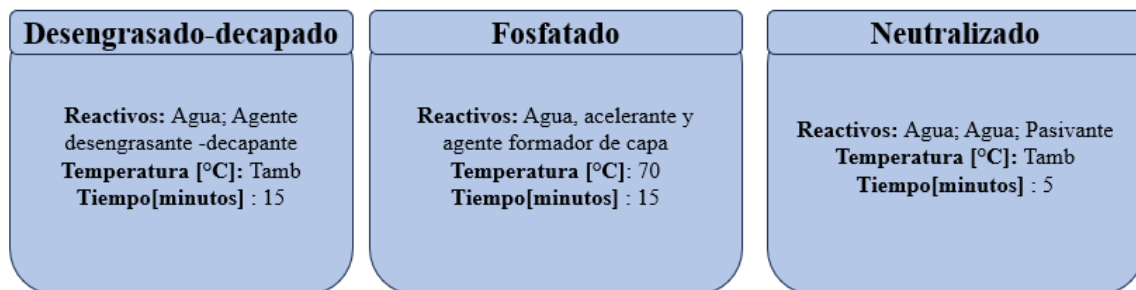
Número de muestra	Grano abrasivo (FEPA)	Dimensiones		
		Largo [m]	Ancho [m]	Espesor [m]
1	P180	0,0318	0,0140	0,0035
2	P180	0,0327	0,0138	0,0030
3	P240	0,0322	0,0150	0,0037
4	P240	0,0326	0,0147	0,0037

**Figura 5.** Condiciones de temperatura y tiempo de las soluciones en Maple Oil Tools.

Las muestras fosfatadas fueron evaluadas mediante microscopía electrónica de barrido acoplada a espectroscopía de dispersión de energía (SEM-EDS), utilizando el microscopio electrónico de barrido FEG (Field Emission Gun) QUANTA FEG 650 (Apéndice D) ubicado en el Laboratorio de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) del Parque Tecnológico Guatiguará, con el propósito de analizar su morfología superficial. Para el estudio, las muestras se cortaron con disco de carburo de silicio con refrigeración para obtener la sección transversal y, posteriormente, se embutieron en baquelita, realizándose un desbaste progresivo hasta el pulido con paño de diamante de 6  $\mu\text{m}$ . Mediante el acople de la técnica EDS se analizó la composición de puntos críticos, tanto en la superficie como en la sección transversal. Asimismo, se determinó el espesor de la capa y se verificó la relación peso por unidad de área mediante la medición de las dimensiones de cada muestra y el registro de su masa antes y después del recubrimiento, conforme a la normativa vigente (ASTM International, 2021).

Finalmente, se replicó el proceso de fosfatado en el Laboratorio de Metalografía de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de los Materiales, bajo las condiciones estándar de operación recomendadas para la aplicación, las cuales fueron suministradas por el proveedor de las soluciones químicas. Esto se realizó con el objetivo de contar con un punto de referencia que permitiera contrastar la calidad de los recubrimientos obtenidos y evaluar si el proceso actual cumple con los parámetros de desempeño esperados. Para ello, se reprodujeron a escala de laboratorio e las tres etapas principales del proceso de fosfatado, siguiendo las recomendaciones sugeridas y presentadas en la Figura 6.

**Figura 6.** *Condiciones de temperatura, tiempo y control de las soluciones recomendadas para el proceso realizado en el laboratorio.*



El montaje se construyó empleando dos recipientes de acero inoxidable y uno de plástico, en los cuales se prepararon las soluciones correspondientes a cada etapa, con un volumen de 3 litros cada una, siguiendo las condiciones de preparación estándar recomendadas por el proveedor para la ejecución del proceso. Para controlar la temperatura, se utilizó una plancha de calentamiento hasta alcanzar la temperatura de operación de cada etapa, la cual se verificó con un termómetro de alcohol.

En cuando al sustrato, se prepararon cuatro muestras de acero 4140 con las dimensiones indicadas en la Tabla 2. Dos de ellas se desbastaron hasta obtener una rugosidad equivalente al grano abrasivo P180 y las otras dos al grano P240, con el propósito de reproducir el acabado

superficial de las herramientas. Para garantizar su inmersión completa en las soluciones, las piezas se sujetaron con pinzas, variando periódicamente el punto de agarre para asegurar un fosfatado uniforme en toda la superficie. Finalmente, como punto de referencia, se analizaron la morfología y la composición superficial del recubrimiento mediante microscopía electrónica de barrido acoplada a espectroscopía de dispersión de energía (SEM-EDS).

**Tabla 2.** Dimensiones y rugosidad de las muestras de acero 4140 fosfatadas en el proceso realizado en el laboratorio.

Número de muestra	Grano abrasivo (FEPA)	Dimensiones		
		Largo [m]	Ancho [m]	Espesor [m]
1	P180	0,0317	0,0141	0,0037
2	P180	0,0335	0,0155	0,0043
3	P240	0,0313	0,0148	0,0052
4	P240	0,0311	0,0135	0,0038

### 3.3. Proponer diferentes alternativas de solución a las problemáticas observadas durante el proceso de fosfatado.

A partir del diagnóstico del proceso y de la caracterización de la calidad del recubrimiento, se definieron diversas recomendaciones y acciones de mejora, algunas de ellas ya implementadas, orientadas a estandarizar las condiciones de operación y asegurar la calidad y el desempeño del recubrimiento, fortaleciendo así la eficiencia y confiabilidad del proceso de fosfatado en Maple Oil Tools. Estas acciones incluyen la optimización de los procedimientos para la preparación y el control de las soluciones, el diseño de rutas de operación claramente estructuradas y la definición de métodos específicos para evaluar la calidad del fosfatado, contribuyendo a un control más riguroso y consistente del proceso.

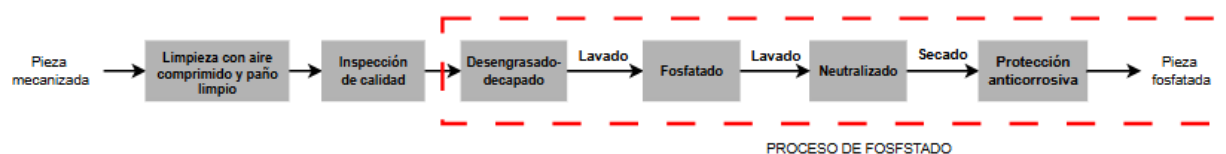
## 4. Resultados y análisis de Resultados

#### 4.1. Caracterización de las etapas del proceso de fosfatado

El proceso inicia con las piezas previamente mecanizadas en las cuales se les ha dado su forma final. Durante estas operaciones, se utilizan refrigerantes industriales, que ayudan a reducir la generación de calor, lubricar la zona de contacto y facilitar la evacuación de virutas. No obstante, estos mismos compuestos pueden generar una contaminación superficial, dejando residuos que actúan como una barrera física y química, comprometiendo la adherencia del recubrimiento.

Posteriormente, las piezas son limpiadas utilizando un paño limpio y aire comprimido, con el fin de eliminar residuos de virutas y restos de refrigerante adheridos a la superficie. A continuación, el área de calidad se encarga de inspeccionar las dimensiones de las piezas, en un procedimiento que requiere la manipulación directa de sus superficies. Estas actividades anteceden al proceso de fosfatado y permiten identificar el estado inicial de las piezas, así como el tipo de contaminación presente. Esta información permitió consolidar el diagrama de flujo del proceso (Figura 7).

**Figura 7.** Diagrama de flujo del proceso de fosfatado desarrollado en la empresa Maple Oil Tools.



##### 4.1.1. Etapa de desengrasado-decapado

Cada una de las piezas es sumergida en una solución ácida cuya función es llevar a cabo de manera simultánea las operaciones de desengrase y decapado. Esta solución se prepara en un tanque de acero inoxidable, ajustando la concentración del agente activo en un rango de 250 a 300 g/L. El proceso se mantiene a temperatura ambiente con un tiempo de inmersión de las piezas que varía entre 3 y 5 minutos. Para conservar las propiedades del baño, se realiza periódicamente la

remoción de grasas y espumas que se acumulan en la superficie de la solución como resultado del arrastre de contaminantes durante el tratamiento de las distintas piezas.

En el caso de piezas de gran volumen, como tuberías, cuya geometría y dimensiones dificultan su inmersión en el tanque de desengrase y decapado, el proceso de limpieza superficial se realiza mediante la aplicación directa de un alcohol extra puro. Este producto está compuesto principalmente de etanol, que remueve grasas, aceites y otros contaminantes orgánicos adheridos a la superficie metálica. La aplicación se efectúa mediante aspersión controlada, seguida del secado con un paño limpio y seco.

#### *4.1.2. Etapa de fosfatado*





En esta etapa se lleva a cabo la formación del recubrimiento de fosfato sobre la superficie metálica. Para este propósito, se emplea una solución constituida principalmente por ácido fosfórico ( $H_3PO_4$ ) y sales de fosfato en un tanque de acero inoxidable. Con una concentración ajustada hasta un máximo de 54 mL/L, se busca garantizar una deposición uniforme y eficaz del recubrimiento. De forma complementaria, se incorpora un producto que actúa como agente acelerante al inhibir la polarización de la superficie metálica ocasionada por la liberación de hidrógeno durante la reacción de fosfatación, favoreciendo así la formación continua y homogénea de la capa de fosfato.

Para garantizar la eficacia y estabilidad del baño de fosfatado, se realiza un control analítico semanal de variables críticas, tales como la concentración de ácido libre, la acidez total y la concentración de hierro (Maple Oil Tools, 2025). Este monitoreo permite realizar un control analítico de la solución para ajustar las variables del proceso, garantizando que se mantengan dentro de los rangos operativos establecidos y preservando la eficiencia y calidad del tratamiento.

Una vez que la solución ha sido preparada y ajustada en cuanto a su composición química, se procede a la inmersión de las piezas metálicas en el baño de fosfatado. El proceso se lleva a cabo a una temperatura de aproximadamente 60 °C, alcanzada mediante calentamiento por combustión de gas como fuente térmica. La inmersión se mantiene durante un periodo de 15 a 25 minutos de acuerdo con el criterio del técnico encargado del proceso.

Para piezas de gran tamaño, en las que no es posible realizar una inmersión completa en el tanque de fosfatado, se implementa el siguiente proceso de fosfatado descrito en la Tabla 3.

**Tabla 3.** *Procedimiento de fosfatado para piezas de gran tamaño no sumergibles.*

Etapa	Descripción	Imagen
Protección interna	Se instala un tapón de vinipel en el extremo de la tubería para proteger la parte interna de la entrada de la solución fosfatante. Esto previene que la solución entre en contacto con el interior del tubo, evitando la formación de residuos o una fosfatación no deseada.	
Montaje de la coraza	Se utiliza una coraza metálica ajustada que recubre parcialmente la rosca externa, dejando expuesta solo la sección que se desea fosfatar. Esta estructura sirve como contenedor para la solución y concentra la acción del tratamiento en la zona deseada.	
Aplicación de la solución fosfatante	Se vierte manualmente la solución a una temperatura de aproximadamente 80 °C sobre la rosca expuesta. La solución se mantiene en contacto con la superficie durante el tiempo necesario para permitir la formación de la capa de fosfato.	
Revisión final	Después de un tiempo aproximado de 20 minutos, se retira la coraza y el tapón, y se inspecciona visualmente el recubrimiento fosfatado para verificar su uniformidad y adherencia.	

#### *4.1.3. Etapa de pasivado*

Una vez finalizado el proceso de fosfatado, las piezas se someten a un tratamiento de pasivado, cuyo objetivo es sellar la capa de fosfato previamente formada. Este procedimiento se lleva a cabo mediante la inmersión de las piezas en un tanque de acero inoxidable que contiene la solución, manteniendo el pH de la solución en un rango de 3,5 a 4,5. La solución se conserva a temperatura ambiente durante su aplicación. Cada pieza permanece sumergida aproximadamente 5 minutos para garantizar una pasivación adecuada de la superficie.

#### *4.1.4. Etapa de secado y protección anticorrosiva*

En la etapa final, las piezas se secan utilizando aire comprimido o un paño limpio, hasta que la superficie esté aparentemente libre de humedad que pudiera comprometer la integridad del recubrimiento. Posteriormente, se aplica un producto anticorrosivo que forma una película protectora sobre el material y les brinda dicha resistencia frente a ambientes corrosivos. Este procedimiento se realiza a temperatura ambiente, dosificando el producto mediante aspersión directa sobre el accesorio o herramienta previamente fosfatada, concluyendo así la línea de fosfatado de herramientas.

### **4.2. Diagnóstico el proceso de fosfatado realizado en Maple Oil Tools**

Tras la caracterización descrita en la sección 4.1, en la Tabla 4 se presenta una comparación entre algunos aspectos soluciones identificados en el proceso y los procedimientos estándar reportados en la literatura especializada. Este análisis permitió definir acciones orientadas a la mejora del proceso.

## 4.2.1. Aspectos de mejora encontrados durante la caracterización del proceso.

**Tabla 4.** Comparación entre condiciones actuales y prácticas recomendadas en el fosfatado.

<b>Etapa</b>	<b>Parámetros del Proceso Actual</b>	<b>Buenas Prácticas según la Literatura</b>	<b>Oportunidades de Mejora</b>
<b>Desengrasado- Decapado</b>	La solución Desengrasante-Decapante se prepara inicialmente a concentraciones dentro del rango recomendado, sin embargo, se realizan pocos ajustes durante su uso.	El monitoreo periódico de la concentración del reactivo y la implementación de lavados adecuados permiten mantener la solución en condiciones óptimas y asegurar la remoción de contaminantes. (BYCSA, 2021a)	Implementar el procedimiento de monitoreo y ajuste de la solución, junto con un proceso de lavado eficiente que garantice la eficiencia en la preparación superficial.
	Actualmente no se cuenta con mecanismos de ajuste de variables críticas como la acidez libre y el agente acelerante, lo que ocasiona reprocesos frecuentes y la necesidad de reemplazar las soluciones de manera constante.	Se controla analíticamente el agente acelerante mediante un nitrómetro para ajustar su concentración al rango eficaz del proceso (BYCSA, 2021b).	Gestionar la adquisición de un nitrómetro para implementar el protocolo de medición del agente acelerante, así como desarrollar y validar un procedimiento que permita ajustar y mantener la acidez libre dentro del rango establecido en relación con otras variables del proceso.
<b>Fosfatado</b>	El control del pH de la solución no está actualmente implementado, aunque constituye una variable clave que influye directamente en la calidad del recubrimiento.	Según los procedimientos reportados en la literatura, el pH de la solución se considera la variable más crítica a controlar para asegurar la formación de una capa de fosfato de alta calidad (Sankara Narayanan, 2005).	Analizar cómo el control del pH influye en el desempeño de la solución y su relación con la acidez libre, la acidez total y la concentración de aditivos, para lograr un control analítico integral del proceso.
	El montaje para fosfatar zonas específicas en piezas grandes es vulnerable a filtraciones de la solución en el interior y exterior de la tubería, lo	Se plantea el riesgo asociado a la dispersión de la solución en diversas partes de la tubería, lo que podría	Proponer una estrategia para el fosfatado de piezas de mayor tamaño, minimizando los riesgos en la estructura de la tubería y asegurando

	que podría generar celdas de corrosión y reducir su vida útil.	afectar sus propiedades y reducir su durabilidad.	su ejecución en un ambiente controlado.
	El lavado de las piezas fosfatadas no siempre se lleva a cabo, ya que su aplicación queda sujeta a la apreciación visual del acabado del fosfatado.	Se plantea que el lavado entre etapas es fundamental para garantizar la obtención de un fosfatado de alta calidad (Sankara Narayanan, 2005).	Plantear el lavado entre etapas como una fase obligatoria para obtener un acabado superficial de calidad.
	No se cuenta con una solución de referencia que permita identificar con precisión el punto final al medir hierro y los parámetros de acidez total y libre mediante titulación.	Para la realización de una titulación, es indispensable contar con una solución patrón de referencia que permita evitar ambigüedades en la identificación del punto de neutralización.	Establecer un procedimiento de titulación con un punto de referencia definido, que permita estandarizar la determinación del punto final en todas las titulaciones realizadas.
	El mantenimiento de la solución es realizado mediante su sustitución y no mediante procedimientos de ajuste en función del pH.	Se establecen correlaciones entre el pH y el compuesto principal de la solución de pasivado, con el fin de facilitar su ajuste (Galvan-Reyes et al., 2016).	Proponer, dentro del sistema de control de las soluciones, un mecanismo para ajustar la solución en función del pH y mantenerlo dentro del rango establecido.
<b>Neutralizado</b>	En el caso de las piezas de gran tamaño, no se realiza el proceso de neutralización, debido a la dificultad en su implementación.	Se plantea la etapa de pasivado como un paso indispensable en el proceso, ya que actúa como sellante de la capa fosfática y contribuye a mejorar propiedades como la resistencia a la corrosión (Burduhos-Nergis et al., 2023).	Proponer una estrategia de pasivado eficiente que permita pasivar adecuadamente el recubrimiento en piezas de gran tamaño.

#### 4.2.2. Resultados caracterización sustrato

##### 4.2.1.1. Ensayos de metalografía

El análisis de las inclusiones no metálicas se realizó con un aumento de 100X, siguiendo lo establecido en las normas ASTM E3 y ASTM E45 (método A) (ASTM E3-11, 2017; (ASTM International, 2023a). En la Figura 8, correspondiente a la micrografía sin ataque, se identifican inclusiones de sulfuros (Tipo A) con un nivel de severidad de  $\frac{1}{2}$ , así como inclusiones de óxidos globulares (Tipo D), tanto de la serie fina con severidad  $\frac{1}{2}$  como de la serie gruesa con severidad inferior a  $\frac{1}{2}$  (ASTM International, 2023a).

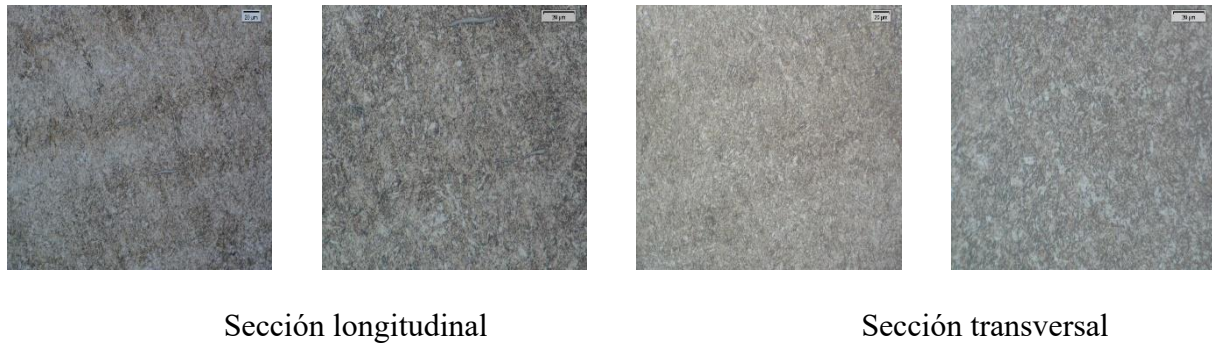
**Figura 8.** Micrografía sin ataque a 100X del espécimen Blanco en la sección L.



Los sulfuros se presentaron de forma alargada, lo cual puede actuar como concentradores de tensión y puntos de inicio para grietas o disminución de la ductilidad si su tamaño aumenta (Da Costa E Silva, 2019). Los óxidos globulares, identificados como tipo D, se encontraron en su mayoría en la serie fina con severidad  $\frac{1}{2}$  y en menor grado en la serie gruesa con severidad  $<\frac{1}{2}$ ; su morfología redondeada sugiere un efecto limitado sobre la tenacidad, aunque los de mayor tamaño pueden reducir localmente la resistencia al impacto o favorecer micro fisuras (Da Costa E Silva, 2019; Gao et al., 2024). En conjunto, el nivel de severidad observado indica que las inclusiones están dentro de rangos bajos, sin comprometer de forma significativa la calidad general del acero.

Por otro lado, la microestructura fue revelada mediante ataque químico por inmersión usando el reactivo Nital al 2%, según lo reportado en la norma ASTM E407. En las secciones L y T, se observa una microestructura constituida por martensita fina en listones (ASTM International, 2023b). Los resultados se pueden observar en la Figura 9.

**Figura 9.** Micrografías a 500X y 1000X para el espécimen Blanco en las secciones L y T.



El acero con fase martensítica en forma de listones suele formarse cuando el contenido de carbono es bajo. En estas condiciones, la martensita se desarrolla como “listones”, constituidos por haces de placas planas y angostas que crecen paralelas entre sí (Askeland & Wright, 2016). Este tipo de martensita presenta una dureza moderada y al ser aceros de bajo carbono se fosfatan con relativa facilidad, generando recubrimientos de alta calidad (Sankara Narayanan, 2005).

#### 4.2.1.2. Ensayos Dureza Vickers en la muestra Blanco

El ensayo se realizó teniendo en cuenta los parámetros que se indican en el Apéndice C. Las siete (7) mediciones se tomaron en la sección T y se realizaron utilizando un indentador de punta de diamante con carga de 1 kgf aplicada durante 15 s bajo la escala Vickers (HV1). Los resultados obtenidos se presentan en la Tabla 5.

**Tabla 5.** Resultados de dureza (HV1) en la sección T de la muestra Blanco.

Medición	1	2	3	4	5	6	7	Media	Desviación estándar
----------	---	---	---	---	---	---	---	-------	---------------------

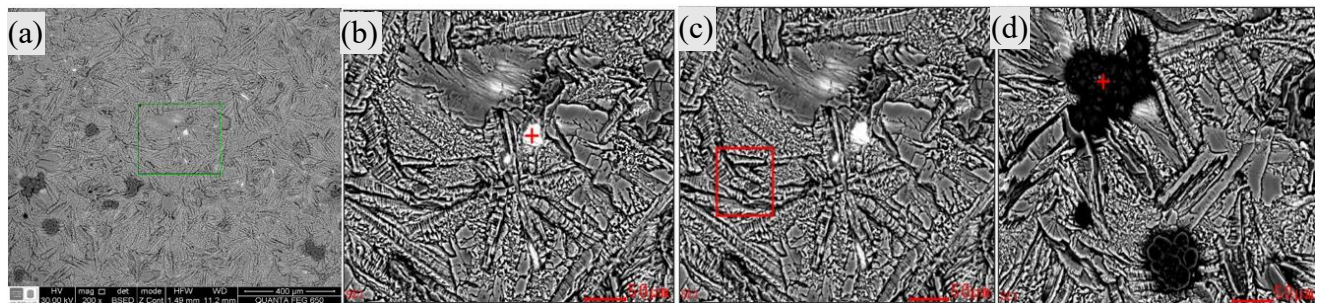
<b>Dureza</b>	301,2	300,1	300,6	298,7	300,6	303,5	302,0	301,0	1,5
---------------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-----

#### 4.2.3. Resultados caracterización recubrimiento realizado en Maple Oil Tools.

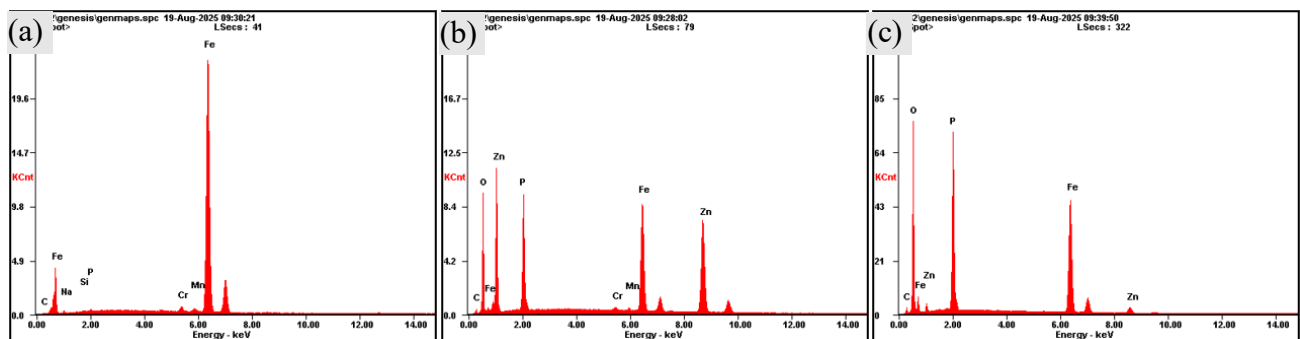
##### 4.2.3.1. Caracterización morfológica de la superficie

La calidad del recubrimiento obtenido se evaluó mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) y análisis composicional por dispersión de energía de rayos X (EDS), cuyos resultados se presentan en las Figuras 10-13.

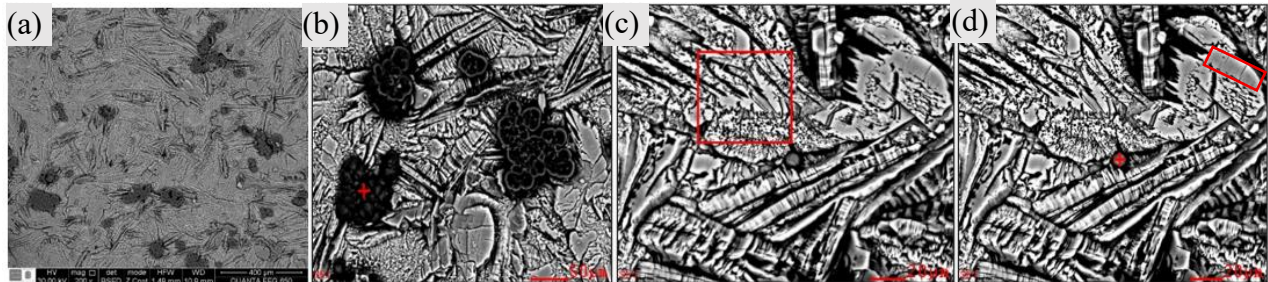
**Figura 10.** Caracterización morfológica mediante SEM del recubrimiento Maple Oil Tools sobre sustrato lijado con papel metalográfico P180.



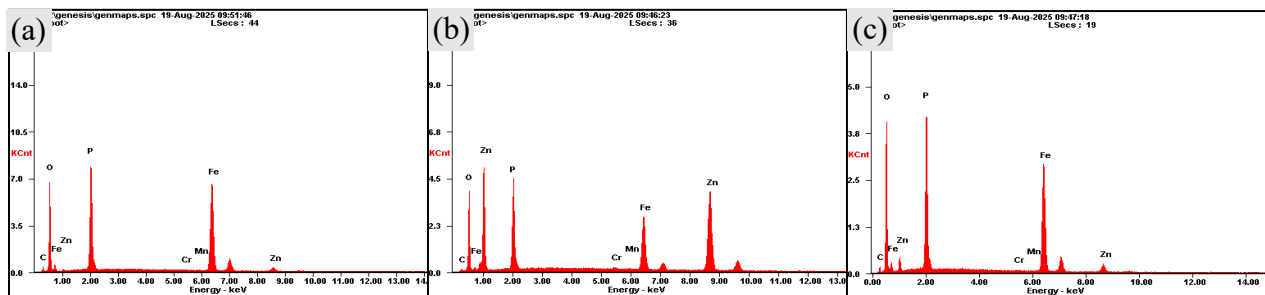
**Figura 11.** Análisis EDS de los puntos indicados en las figuras 10b, 10c y 10d de la muestra lijada con papel metalográfico P180.



**Figura 12.** Caracterización morfológica mediante SEM del recubrimiento Maple Oil Tools sobre sustrato lijado con papel metalográfico P240.



**Figura 13.** Análisis EDS de los puntos indicados en las figuras 12b, 12c y 12d de la muestra lijada con papel metalográfico P240.



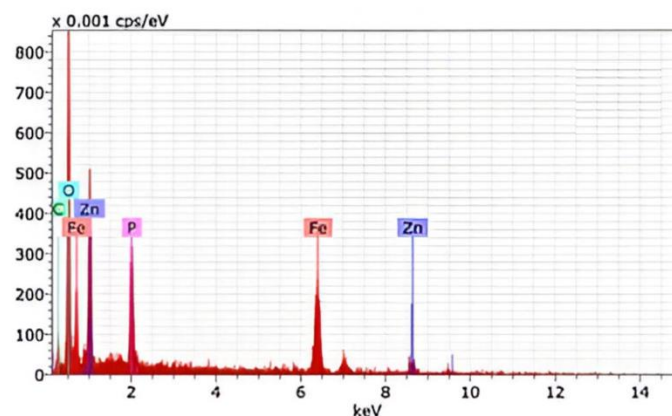
En las figuras 10a y 12a se presenta una micrografía (400  $\mu\text{m}$ ) que ofrece una vista general de la estructura superficial del recubrimiento aplicado sobre sustratos previamente preparados mediante lijado con papel metalográfico de granulometría 180 y 240, respectivamente. De acuerdo con estos, se observa uniformidad en el recubrimiento; sin embargo, se identificaron algunas zonas con variaciones en la coloración, cuya composición fue analizada mediante espectroscopía de dispersión de energía (EDS), tal como se muestra en las figuras 11 y 13.

De acuerdo con los resultados, uno de los primeros aspectos a considerar es la presencia de zonas blancas y brillantes donde el recubrimiento no es uniforme (Figura 10b). El análisis puntual mostrado en la Figura 11a indica que estas áreas corresponden al sustrato, compuesto en su mayoría por hierro y elementos de aleación propios del acero 4140 (Dos Santos et al., 2021b). Esto sugiere que el recubrimiento no se formó de manera completamente uniforme, dejando

sectores expuestos del sustrato. Esta falta de cobertura podría estar asociada a cierta porosidad, atribuible a una capa delgada de fosfato o a residuos carbonosos que no fueron eliminados durante el proceso de limpieza (Tamilselvi et al., 2015). Este comportamiento se observó en ambos recubrimientos, aunque fue más evidente en el aplicado sobre la superficie lijada con papel metalográfico P240.

Por otro lado, según la morfología y composición, en la zona donde aparentemente se observa el recubrimiento de fosfato de zinc (Figuras 10c y 12c) se realizó un análisis EDS, mostrado en las figuras 11b y 13b, que confirma la presencia de dicho recubrimiento, evidenciado por los picos característicos de Zn, P, O y Fe, coherentes con análisis típicos de este tipo de capas como el presentado en la Figura 14 (Tamilselvi et al., 2015b; Debnath, 2013). Las zonas de coloración gris como la señalada mediante un recuadro rojo en la Figura 12d, Corresponde a una etapa temprana en la formación de los cristales, en la que su crecimiento aún no se ha completado (Alinezhadfar et al., 2025).

**Figura 14.** *Análisis de referencia de un recubrimiento fosfatado de Zinc.*



**Nota:** Tomado de Tamilselvi et al., *Applied Surface Science*, 327 (2015), 218–225.

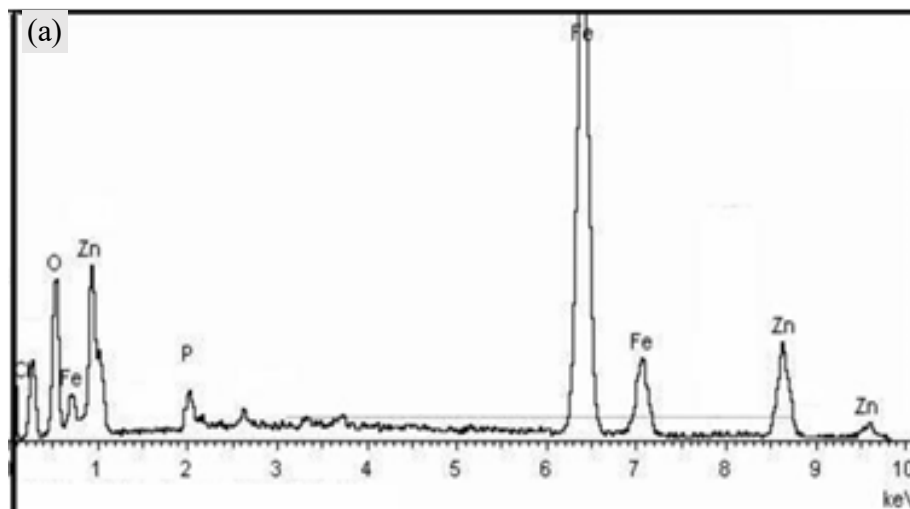
Por último, se identificaron algunas zonas oscuras, inicialmente atribuidas a la posible presencia de óxidos de hierro, lo que indicaría una aplicación deficiente del recubrimiento (Figuras

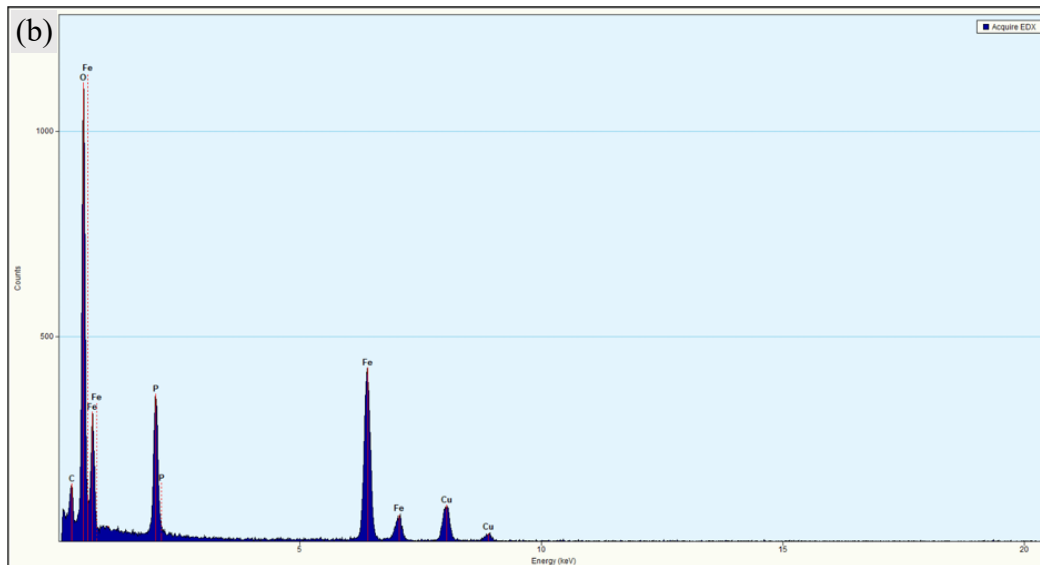
10d, 12b y 12d). Sin embargo, el análisis EDS mostró principalmente P, O y Fe, con trazas de Zn (Figuras 11c, 13a y 13c). Para obtener una perspectiva más clara, se compararon estos resultados con el análisis EDS correspondiente a un óxido de hierro y a un fosfato de hierro (

**Figura 15).** Esto permitió inferir que la elevada presencia de fósforo indica la formación de una capa de fosfato de hierro, como se reporta en la bibliografía (Popić et al., 2011; Sadawy et al., 2013);Paskin et al., 2023).

Al comparar los resultados presentados en las figuras 11 y 12, se aprecia que el sustrato tratado con papel de lija de grano 240 muestra una mayor formación de fosfato de hierro. Este comportamiento sugiere un recubrimiento menos eficiente, ya que la presencia de dicho compuesto puede ocasionar decoloración y disminuir propiedades clave del recubrimiento, como su resistencia a la corrosión y al desgaste.(Duszczyk et al., 2018) .

**Figura 15.** Comparación de espectros EDS entre óxido de hierro y fosfato de hierro.



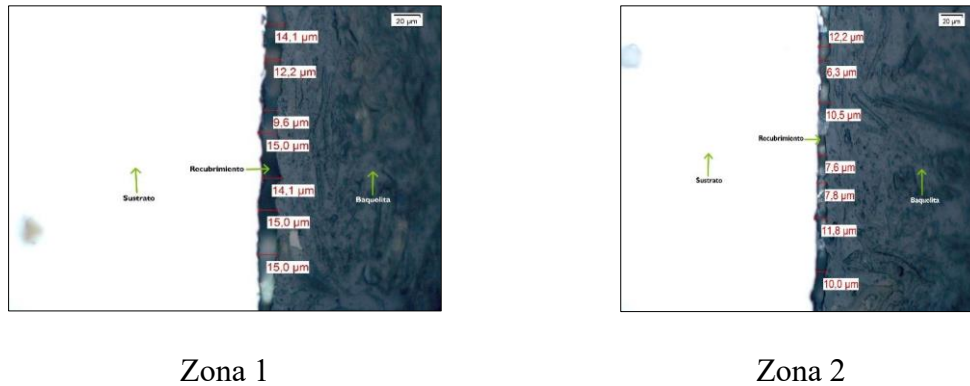


**Nota:** La figura 15a fue tomada de Sadawy et al., *Formation and Characterization of Zinc Phosphate Coating on Reinforcing Steel Rebars*, 2013. La figura 15b fue tomada de Paskin et al., *Nucleation and Crystallization of Ferrous Phosphate Hydrate via an Amorphous Intermediate*, 2013.

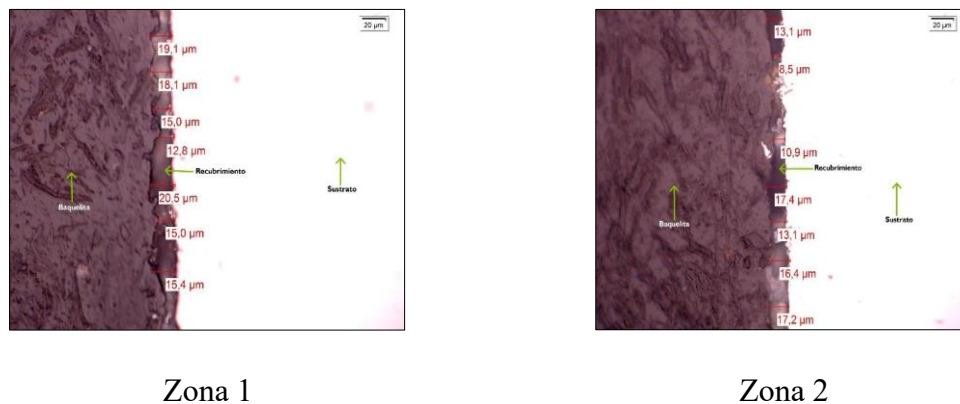
#### 4.2.3.2. Caracterización sección transversal.

Para evaluar la sección transversal del recubrimiento, se prepararon muestras de acero 4140 siguiendo los lineamientos de la norma ASTM E3. Utilizando el microscopio GX71, el software de análisis de imágenes Stream® y las muestras sin ataque químico, se realizaron catorce (14) mediciones del espesor en cada una, tomadas en dos zonas diferentes del recubrimiento. Los resultados se presentan en las figuras 16 y 17 para las muestras lijadas con papel metalográfico P180 y P240, respectivamente, junto con la Tabla 6.

**Figura 16.** Micrografía a 500X de la muestra lijada con papel metalográfico P180 en la sección L.



**Figura 17.** Micrografía a 500X de la muestra lijada con papel metalográfico P240 en la sección L.



**Tabla 6.** Resultados del espesor de las muestras, obtenidas en la sección L, correspondientes a sustratos lijados con papel metalográfico de grano P180 y P240, respectivamente.

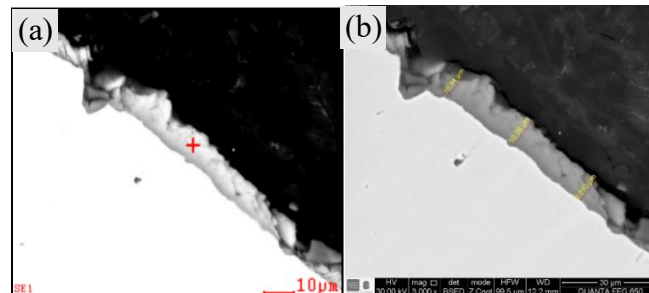
Estadístico	Media	Desviación Estándar
Espesor P180 [ $\mu\text{m}$ ]	11,5	3,0
Espesor P240 [ $\mu\text{m}$ ]	15,2	3,3

Aunque el grosor máximo del recubrimiento que puede aplicarse a las roscas en productos roscados está limitado por el tamaño de la rosca (ASTM International, 2025), estas pueden fabricarse con un tamaño ligeramente inferior o superior antes del recubrimiento, de modo que el

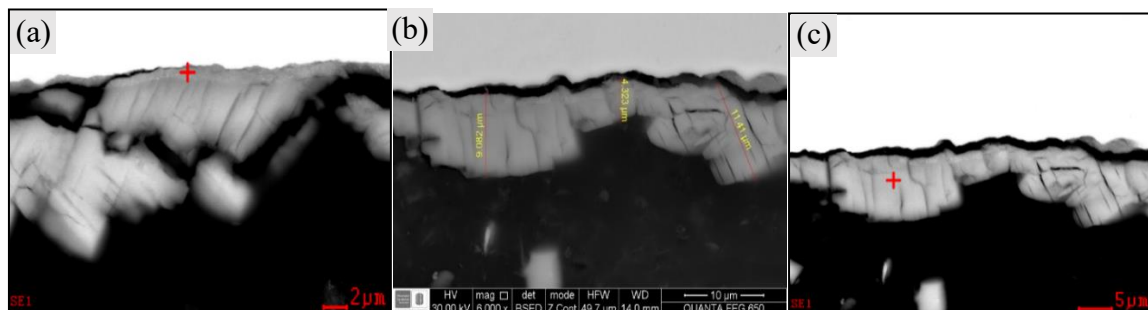
producto terminado (tras aplicar la capa) cumpla con todas las propiedades mecánicas especificadas. Sin embargo, existen normas y publicaciones que ofrecen recomendaciones al respecto, como la DOD-P-16232F, la cual sugiere un espesor de entre 5 y 10  $\mu\text{m}$  (U.S. Department of Defense, 1978; Ivanova, 2021; Fouladi & Amadeh, 2013). Estos resultados evidencian que el recubrimiento aplicado en MapleOil Tools cumple con los requisitos establecidos para ambos sustratos.

Con el objetivo de realizar una evaluación en profundidad de la calidad del recubrimiento, se examinaron cortes de su sección transversal mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) para caracterizar tanto la morfología como la composición presentados en las figuras 18-21.

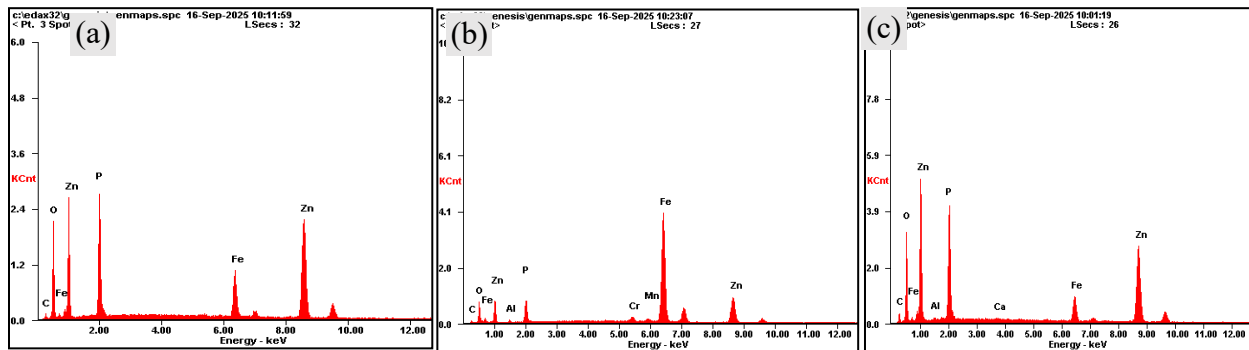
**Figura 18.** Resultados de la caracterización morfológica sección transversal del recubrimiento en Maple Oil Tools sobre sustrato con rugosidad P180.



**Figura 19.** Resultados de la caracterización morfológica sección transversal del recubrimiento en Maple Oil Tools sobre sustrato con rugosidad P240.



**Figura 20.** Resultados de la caracterización EDS correspondiente a los puntos señalados en las figuras 18a; 19a y 19c.



De acuerdo con los resultados obtenidos para la muestra lijada con papel metalográfico P180 (Figura 18), se evidencia que el recubrimiento presenta un alto grado de uniformidad, caracterizado por una consistencia homogénea y una porosidad mínima. El análisis composicional, registrado en la Figura 20, no solo confirma la integridad del recubrimiento, sino que también identifica un exceso de hierro en la región interfacial. Dicho exceso puede atribuirse al protocolo de preparación del recubrimiento, en concreto, al desprendimiento de partículas del sustrato metálico durante el proceso de preparación de la muestra. Asimismo, se constata un espesor uniforme en la sección analizada, resultado que es consistente con las mediciones realizadas con anterioridad.

Por otro lado, los resultados de la muestra lijada con papel metalográfico P240 revelan un desprendimiento parcial del recubrimiento con respecto al sustrato (figuras 20-21). Este defecto puede atribuirse al método de preparación de la muestra, específicamente al proceso de embutido en baquelita en combinación con la baja adherencia del recubrimiento, el cual generó grietas subsuperficiales. No obstante, este daño no imposibilitó la medición del espesor en algunas áreas del recubrimiento. En las zonas intactas, se evidencia una menor uniformidad en la aplicación del

recubrimiento en comparación con la muestra preparada con papel P180. Esta falta de homogeneidad se traduce en la presencia de áreas con espesor reducido.

#### 4.2.3.3. Determinación de la relación masa/área

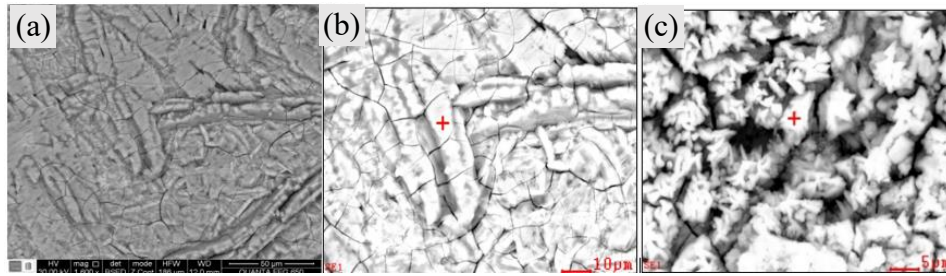
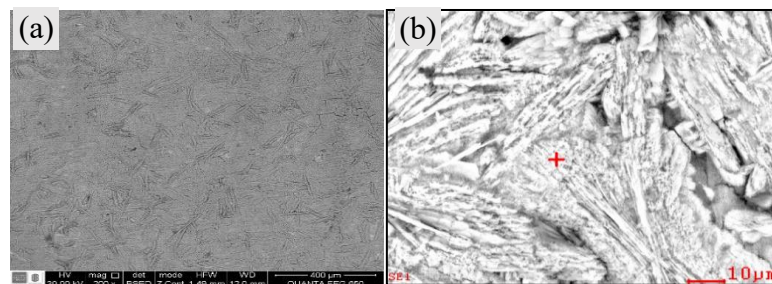
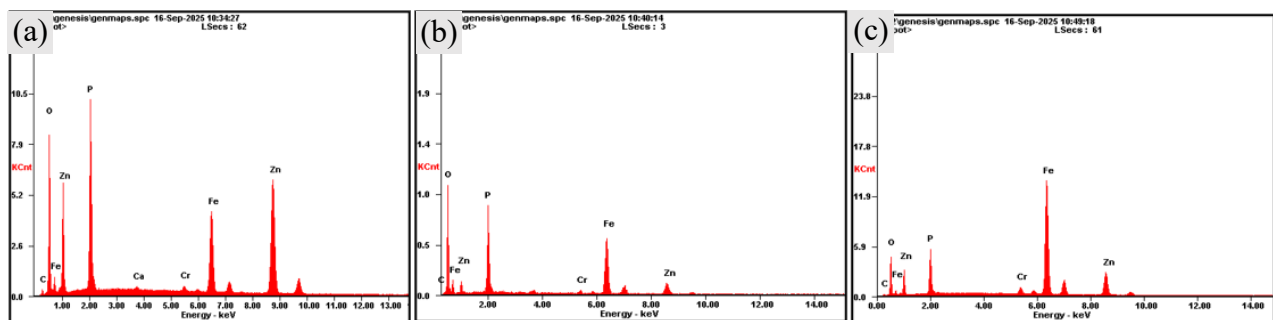
**Tabla 7.** Resultados de espesor de la relación masa sobre área para las muestras lijadas con papel metalográfico P180 y P240 en la sección L.

Número de especimen	Medidas [m]		Area [cm2]	Masa antes [gr]	Masa después [gr]	Masa/Área [gr/m2]	
Muestra P180 – 1	0,0318	0,0140	0,0035	0,0012	12,0755	12,0900	11,9311
Muestra P180 – 2	0,0327	0,0138	0,0030	0,0012	10,5699	10,5900	16,9886
Muestra P240 – 1	0,0322	0,0150	0,0037	0,0013	13,4621	13,4781	12,2115
Muestra P240 – 2	0,0326	0,0147	0,0037	0,0013	13,2955	13,3138	14,0175

Una forma eficaz de evaluar la calidad de un fosfatado es medir la relación entre la masa del recubrimiento y el área superficial del sustrato. Se prefiere utilizar la masa del recubrimiento, en lugar de su espesor, porque la determinación del grosor resulta más compleja y puede verse afectada por las irregularidades del sustrato o del recubrimiento (Fachikov et al., 2012). De acuerdo con los resultados, es posible calificar el recubrimiento basado en normas que establece un valor mínimo de 11 g/m<sup>2</sup> para la relación masa/área (ASTM International, 2025). Según los datos presentados en la Tabla 7, se observa que todos los recubrimientos superan este valor mínimo, aunque presentan cierta variación, probablemente asociada a diferencias en el área o en el peso de las muestras.

#### 4.2.4. Resultados caracterización recubrimiento realizado como referencia en el laboratorio.

Con el fin de establecer parámetros de referencia para el proceso, se analizaron muestras fosfatadas conforme a la sección metodológica 3.2, evaluando la morfología y composición química del recubrimiento bajo condiciones recomendadas en las fichas técnicas. Esta caracterización permitió comparar la uniformidad del recubrimiento con el obtenido en la empresa, identificar defectos y examinar aspectos relevantes para el control de calidad.

**Figura 21.** *Análisis SEM del recubrimiento de referencia en sustrato P180 (laboratorio).***Figura 22.** *Análisis SEM del recubrimiento de referencia en sustrato P240 (laboratorio).***Figura 23.** *Resultado EDS correspondientes a los puntos señalados en las figuras 22b;22c y 23b (laboratorio).*

De acuerdo con los resultados de la morfología mostrados en las figuras 21 y 22, correspondientes a las muestras preparadas con papel metalográfico P180 y P240, respectivamente, se observa una superficie con cierta presencia de grietas presuntamente causadas por el estrés desarrollado debido a la evolución de hidrógeno durante el proceso de cristalización. Este fenómeno afecta negativamente la resistencia del recubrimiento frente a la corrosión y al desgaste (Barsana et al., 2025). En general se evidencia una superficie uniforme con ausencia de

zonas oscuras como las evidenciadas en el recubrimiento realizado en la empresa, lo cual deja ver una capa compuesta por completo de fosfato de zinc.

En este sentido, el análisis EDS (figuras 23) muestra que la composición del recubrimiento es similar a la obtenida en los procesos realizados por la empresa, con predominio de los elementos Zn, P, O y Fe, y con concentraciones equiparables a las reportadas por el recubrimiento realizado en Maple Oil Tools. Asimismo, se evidenciaron únicamente áreas puntuales con porosidad. Estos resultados sugieren que las diferencias observadas en los recubrimientos de la empresa podrían estar asociadas a aspectos como deficiencias en las etapas de desengrasado y decapado, inadecuado coeficiente ácido de la solución, composición química incorrecta de la solución, o al empleo de condiciones de operación fuera de su rango normal de operación. Tales factores, de manera individual o combinada, pueden dar origen a los defectos detectados (Sankara Narayanan, 2005).

#### **4.3. Oportunidades de mejora propuestas a las problemáticas observadas durante el proceso de fosfatado**

Con base en los resultados obtenidos en la caracterización y en el trabajo desarrollado durante el periodo de prácticas, se presentan a continuación los principales hallazgos del diagnóstico, junto con las recomendaciones y acciones de mejora propuestas para optimizar el proceso de fosfatado en Maple Oil Tools.

##### *4.3.1. Reestructuración de la herramienta preoperacional para el control del proceso de fosfatado*

Una de las principales situaciones identificadas durante la caracterización y el diagnóstico del proceso fue la baja utilización de la herramienta preoperacional destinada al control del fosfatado. Esta herramienta tiene como objetivo registrar las variables del proceso y, con base en los valores obtenidos, verificar si se encuentran dentro de los rangos establecidos.

Sin embargo, su complejidad en la comprensión y manejo limitaba el uso y la confiabilidad de los registros. Por ello, se decidió rediseñar la herramienta como un aplicativo en Power Apps, orientado a apoyar las actividades de fosfatado mediante un registro organizado de variables, un análisis más ágil de los datos y una toma de decisiones oportuna. Sus principales funciones se presentan en la Tabla 8, mientras que en el Apéndice F. Se incluyen las evidencias de la aplicación.

**Tabla 8.** Descripción y funcionalidades de las secciones del aplicativo preoperacional de fosfatado

Sección	Descripción	Funcionalidad principal
<b>Preoperacionales</b>	Permite registrar y organizar los preoperacionales, incorporando los datos del responsable y tres bloques por etapa para consignar las variables medidas y validar los rangos.	Verifica si los valores están dentro del rango, indica ajustes necesarios y permite consignar valores corregidos.
<b>Formulación (Recetas)</b>	Contiene los parámetros de preparación de cada etapa y los rangos operativos de las variables del proceso.	Facilita la consulta rápida y contribuye a la estandarización de las condiciones de operación.
<b>Preparación de soluciones</b>	Contiene instrucciones detalladas para preparar las soluciones, considerando el nivel del tanque y condiciones normales de operación.	Minimiza errores y optimiza tiempos en la preparación de soluciones.
<b>Dashboard</b>	Consolida los datos de los formularios y los presenta mediante gráficos, mostrando variables históricas, consumo de reactivos y evolución de parámetros.	Permite evaluar desempeño, elaborar informes y apoyar la toma de decisiones oportunas.

#### 4.3.2. Definición de una hoja de ruta para las actividades del fosfatado.

Como parte de las acciones de mejora orientadas a optimizar el proceso de fosfatado, se desarrolló un diagrama de flujo que describe de manera clara y secuencial todas las etapas del procedimiento, el cual se encuentra restringido como documento privado de la empresa (Maple Oil Tools, 2025a). Este instrumento fue diseñado con el propósito de estandarizar las actividades, facilitar su comprensión por parte del personal operativo y servir como guía visual para la correcta

ejecución de cada tarea (Maple Oil Tools, 2025b). El diagrama se estructuró en varios niveles, lo que permite visualizar de forma ordenada los elementos clave del proceso:

**Macroproceso, subprocesos y tareas específicas**, que facilitan la identificación de la relación entre cada etapa.

**Puntos de control y toma de decisiones**, representados mediante símbolos que orientan al operario sobre los ajustes necesarios en caso de desviaciones.

**Referencias a la documentación asociada**, que enlazan cada actividad con los instructivos y formatos requeridos para su ejecución.

**Roles y responsabilidades**, especificando el personal encargado de cada acción.

El diagrama de flujo fue complementado con un cuadro explicativo de actividades que detalla tareas, responsables, ejecución, lugar y registros, establece una relación directa entre cada etapa, la documentación de soporte y los instructivos correspondientes. Esta integración favorece la trazabilidad y el control del proceso, optimiza el entrenamiento del personal y asegura la calidad del fosfatado.

#### *4.3.3. Establecimiento de parámetros de calidad y aplicación de normas*

Con el fin de garantizar la calidad del proceso de fosfatado, se recomienda implementar un sistema de trazabilidad que relacione el peso del recubrimiento con el área tratada, tal como se realizó en este trabajo, siguiendo la normativa aplicable (ASTM International, 2021). Para ello, es aconsejable emplear probetas de dimensiones similares a las utilizadas en este análisis, una balanza con precisión mínima de 0,01 g y equipos de medición debidamente calibrados. Asimismo, se sugiere mantener el proceso alineado con las normas técnicas que respalden el compromiso de la empresa con los estándares de calidad.

#### 4.3.4. *Recomendaciones basadas en la caracterización del recubrimiento fosfatado.*

A partir de los resultados obtenidos en la caracterización del recubrimiento se generó el informe de caracterización del proceso de fosfatado, en el que se identificaron varias oportunidades de mejora orientadas a optimizar la calidad y uniformidad del fosfatado. Entre las principales acciones recomendadas se encuentran:

**Fortalecimiento del proceso de limpieza:** Se recomienda implementar la remoción constante de grasas y contaminantes en la solución de limpieza, así como realizar de forma periódica el control de la concentración del agente limpiador según lo indicado en las fichas técnicas (BYCSA, 2021a). Este ajuste contribuirá a mejorar la calidad del acabado superficial y a minimizar defectos asociados con contaminantes orgánicos.

**Estandarización del lavado entre etapas:** Establecer el lavado intermedio como una fase obligatoria dentro del proceso, con el fin de eliminar residuos de soluciones químicas y partículas arrastradas. Esta práctica contribuirá a obtener superficies más limpias y a reducir la formación de defectos en el recubrimiento, garantizando una mayor uniformidad (Sankara Narayanan, 2005).

**Gestión de compra e implementación del nitrómetro:** Adquirir e incorporar un nitrómetro para la ejecución sistemática del protocolo de medición del agente acelerante. Esta herramienta permitirá un control más preciso del coeficiente ácido, reduciendo los reprocesos variaciones en la composición de las soluciones y asegurando condiciones estables de operación.

## 5. Conclusiones

La caracterización del proceso de fosfatado en la empresa Maple Oil Tools evidenció oportunidades de mejora, entre ellas: reforzar las etapas de desengrasado y decapado, controlar variables críticas como la acidez de las soluciones, realizar un seguimiento sistemático a componentes clave como el agente acelerante, verificar los mecanismos de ajuste de dichas variables, además de asegurar una temperatura adecuada en el fosfatado que permitan disminuir los costos asociados a reprocesos y sustitución de las soluciones implementadas.

La caracterización del acero AISI 4140 mostró una microestructura martensítica de dureza moderada, adecuada para recubrimientos de fosfato de zinc. Se identificaron inclusiones de sulfuros y óxidos en bajos niveles, las cuales podrían actuar como sitios de inicio de defectos; sin embargo, su baja severidad indica que no afectan de forma significativa la calidad del sustrato.

La comparación entre las muestras fosfatadas en la empresa y en condiciones de referencia demostró que un control riguroso de las variables operativas (pH, acidez libre y total, concentración de aditivos, lavado intermedio y limpieza del sustrato) es determinante para obtener capas homogéneas y libres de contaminantes.

Los resultados de espesor y relación masa/área indicaron que, aunque los recubrimientos de la empresa cumplen con los valores mínimos establecidos en la norma ASTM F1137/F1137M, este cumplimiento representa únicamente una base inicial para demostrar la calidad del recubrimiento.

La implementación del aplicativo digital en Power Apps y la definición de una hoja de ruta estandarizada para las actividades de fosfatado constituyen aportes prácticos que mejoran la trazabilidad, la toma de decisiones en planta y la estandarización de las operaciones, incrementando la eficiencia y confiabilidad del proceso.

**Referencias Bibliográficas**

- Alice Paskin, T. C. J. P. H. P. S. S. L. R. B. S. R. & L. G. Benning. (2023). Nucleation and Crystallization of Ferrous Phosphate Hydrate via an Amorphous Intermediate Electronic Supplementary Information (ESI). *Journal of the American Chemical Society*, 145, 15137–15151.
- Alinezhadfar, M., Schmutz, P., Furcas, F. E., Reuteler, J., Crockett, R., & Angst, U. (2025). Mechanism of zinc phosphate conversion coating formation on iron-based substrates. *Corrosion Science*, 248, 112796. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2025.112796>
- Alvarado-Macias, G., Carlos Fuentes-Aceituno, J., Salinas-Rodríguez, A., & Rodríguez-Varela, F. J. (2013). Understanding the Nature of the Manganese Hot Dip Phosphatizing Process of Steel. *J. Mex. Chem. Soc*, 57(4), 328–336.
- Askeland, D. R., & Wright, W. J. (2016). *The science and engineering of materials* (7th ed.). Cengage Learning.
- ASTM International. (2017). *E3-11: Standard guide for preparation of metallographic specimens*. <https://store.astm.org/e0003-11r17.html>
- ASTM International. (2021). *B767: Standard guide for determining mass per unit area of electrodeposited and related coatings by gravimetric and other chemical analysis procedures*.
- ASTM International. (2023a). *E45-18: Standard test methods for determining the inclusion content of steel*. <https://store.astm.org/e0045-18ar23.html>
- ASTM International. (2023b). *E407-23: Standard practice for microetching metals and alloys*. <https://store.astm.org/e0407-23.html>

- ASTM International. (2025). *F1137/F1137M – 25: Standard Specification for Phosphate/Oil Corrosion Protective Coatings for Fasteners*.
- Bahadori, A. (2015). Essentials of coating, painting, and lining for the oil, gas and petrochemical industries. *Gulf Professional Publishing*.
- Barsana, S. A., Nasar, A. S., & Umapathy, M. J. (2025). Enhanced corrosion resistance of zinc phosphate coatings on mild steel through incorporation of nanocrystalline CeO<sub>2</sub> and CeO<sub>2</sub>-CuO nanocomposite. *RSC Advances*, 15(26), 20916–20934. <https://doi.org/10.1039/d5ra02800k>
- Burduhos-Nergis, D. P., Sandu, A. V., Burduhos-Nergis, D. D., Vizureanu, P., & Bejinariu, C. (2023). Phosphate conversion coating: A short review. *Archives of Metallurgy and Materials*, 68(3), 1029–1034. <https://doi.org/10.24425/amm.2023.145471>
- BYCSA. (2021a). *Ficha técnica Cleaner FA desengrasante ácido: Descripción general*.
- BYCSA. (2021b). *Ficha técnica de Fosfation 61: Control de los baños de fosfato de zinc*.
- Da Costa E Silva, A. L. V. (2019). The effects of non-metallic inclusions on properties relevant to the performance of steel in structural and mechanical applications. *Journal of Materials Research and Technology*, 8(2), 2408–2422. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.01.009>
- DANE. (2024). *Boletín técnico: Exportaciones (EXPO) - agosto 2024*. <https://www.dane.gov.co/files/operaciones/EXPORTACIONES/bol-EXPORTACIONES-ago2024.pdf>
- Debnath, N. C. (2013). Importance of Surface Preparation for Corrosion Protection of Automobiles. *Journal of Surface Engineered Materials and Advanced Technology*, 03(01), 94–105. <https://doi.org/10.4236/jsemat.2013.31a014>

- Dos Santos, J. R. M., Fernandes, M. F., Velloso, V. M. de O., & Voorwald, H. J. C. (2021a). Fatigue analysis of threaded components with Cd and Zn-Ni anticorrosive coatings. *Metals*, *11*(9). <https://doi.org/10.3390/met11091455>
- Dos Santos, J. R. M., Fernandes, M. F., Velloso, V. M. de O., & Voorwald, H. J. C. (2021b). Fatigue analysis of threaded components with Cd and Zn-Ni anticorrosive coatings. *Metals*, *11*(9). <https://doi.org/10.3390/met11091455>
- Duszczak, J., Siuzdak, K., Klimczuk, T., Strychalska-Nowak, J., & Zaleska-Medynska, A. (2018). Manganese phosphatizing coatings: The effects of preparation conditions on surface properties. *Materials*, *11*(12). <https://doi.org/10.3390/ma11122585>
- ECOPETROL. (2023). *Informe integrado de gestión 2023*. <https://www.ecopetrol.com.co/wps/portal/Home/es/ResponsabilidadEtiqueta/InformesGestionSostenibilidad/Informesdegestion>
- Fachikov, L., Tumbaleva, Y., Ivanova, D., & Tzaneva, B. (2012). Technical note: Characterisation of amorphous phosphate coatings onto carbon steel surfaces. *Transactions of the Institute of Metal Finishing*, *90*(6), 330–333. <https://doi.org/10.1179/0020296712Z.00000000057>
- Fouladi, M., & Amadeh, A. (2013). Effect of phosphating time and temperature on microstructure and corrosion behavior of magnesium phosphate coating. *Electrochimica Acta*, *106*, 1–12. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2013.05.041>
- Galvan-Reyes, C., Fuentes-Aceituno, J. C., & Salinas-Rodríguez, A. (2016). The role of alkalizing agent on the manganese phosphating of a high strength steel part 2: The combined effect of NaOH and the amino group (NH<sub>4</sub>OH, mono-ethanolamine and NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>) on the degradation stage of the phosphating mechanism. *Surface and Coatings Technology*, *299*, 113–122. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.04.059>

- Gao, X. Y., Wei, H., & Zhang, L. F. (2024). Effect of oxide inclusions on MnS precipitates and tensile mechanical property of high-strength low-alloy steel. *Journal of Iron and Steel Research International*, 31(5), 1210–1220. <https://doi.org/10.1007/s42243-023-01131-z>
- Groover, M. P. (2021). *Fundamentals of Modern Manufacturing* (Seventh Edition).
- IEA. (2021). *Net zero by 2050: A roadmap for the global energy sector*. [www.iea.org/t&c/](http://www.iea.org/t&c/)
- ISO. (1980). *ISO 4519: Electrodeposited metallic coatings and related finishes: Sampling procedures for inspection by attributes*.
- ISO. (2000). *ISO 3892: Conversion coatings on metallic materials: Determination of coating mass per unit area by gravimetric methods*.
- ISO. (2017). *ISO 9717: Phosphating conversion coatings on metals*. <https://www.iso.org/standard/73808.html>
- ISO. (2022). *ISO 9227: Corrosion tests in artificial atmospheres: Salt spray tests*.
- Ivanova, D. I. (2021). Surface treatment of electro galvanized steel in modified zinc phosphating solutions. *Bulgarian Chemical Communications*, 53(2), 216–227. <https://doi.org/10.34049/bcc.53.2.5343>
- Jiang, C., Gao, Z., Pan, H., & Cheng, X. (2020). The initiation and formation of a double-layer phosphate conversion coating on steel. *Electrochemistry Communications*, 114. <https://doi.org/10.1016/j.elecom.2020.106676>
- Khaksar, L., & Shirokoff, J. (2017). Effect of elemental sulfur and sulfide on the corrosion behavior of Cr-Mo low alloy steel for tubing and tubular components in oil and gas industry. *Materials*, 10(4). <https://doi.org/10.3390/ma10040430>
- Kiesow Oberflächenchemie. (2016). *Manual técnico o guía de procesos de fosfatado*.
- Maple Oil Tools. (2025a). *Instructivo de fosfatado de herramientas y accesorios*.

Maple Oil Tools. (2025b). *Instructivo de uso del banco de fosfatado*.

Popić, J. P., Jegdić, B. V., Bajat, J. B., Veljović, D., Stevanović, S. I., & Mišković-Stanković, V.

B. (2011). The effect of deposition temperature on the surface coverage and morphology of iron-phosphate coatings on low carbon steel. *Applied Surface Science*, 257(24), 10855–10862. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2011.07.122>

Rausch, W. (1990). *The Phosphating of Metals* (Second Edition).

Rocío, M., González, V., Eduardo, R., & Calderón, M. (2014). *Manual para la selección del equipo de perforación requerido para la perforación de pozos petrolíferos*.

Sadawy, M. M., Nooman, M. T., & Elsharkawy, E. R. (2013). Formation and Characterization of Zinc Phosphate Coating on Reinforcing Steel Rebars. *Journal of Materials Science and Engineering A*, 3(7), 481–487.

Sankara Narayanan, T. S. N. (2005). Surface pretreatment by phosphate conversion coatings: A review. *Rev. Adv. Mater. Sci*, 9, 130–177.

Tamilselvi et al., 2015. (2015a). *Progress in Zinc Phosphate Conversion Coatings A Review*.

Tamilselvi, M., Kamaraj, P., Arthanareeswari, M., & Devikala, S. (2015b). Nano zinc phosphate coatings for enhanced corrosion resistance of mild steel. *Applied Surface Science*, 327, 218–225. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2014.11.081>

U.S. Department of Defense. (1978). *DOD-P-16232F*.

### Apéndices

#### Apéndice A. Normas técnicas aplicables al proceso de fosfatado y control de recubrimientos.

**Tabla A1.** Normas internacionales sobre fosfatado y recubrimientos protectores.

Norma	Año	Descripción / Alcance
ISO 9717	2017	Define requisitos para el material base, tratamientos previos, condiciones del fosfatado, apariencia, masa del recubrimiento, tratamientos posteriores y resistencia a la corrosión (ISO, 2017).
ISO 3892	2000	Establece métodos gravimétricos para determinar la masa de recubrimiento por unidad de superficie (ISO, 2000).
ISO 4519	1980	Describe procedimientos de muestreo para control por atributos en recubrimientos metálicos electrolíticos y acabados asociados (ISO, 1980).
ISO 9227	2022	Regula ensayos de corrosión en atmósferas artificiales, particularmente en niebla salina (ISO, 2022).
ASTM F1137/F1137M	2025	Establece requisitos para recubrimientos protectores contra la corrosión basados en fosfato/aceites aplicados a elementos de fijación (ASTM International, 2025).
ASTM B767-88	2021	Guía estándar para determinar la masa por unidad de área de recubrimientos electrodepositados y relacionados mediante análisis gravimétrico y otros métodos químicos (ASTM International, 2021).

#### Apéndice B. Condiciones del ensayo de metalografía.

**Tabla B1.** Procedimiento y equipos utilizados para el ensayo de metalografía.

<b>Procedimiento</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ASTM E3 – 11 (2017) <i>Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens.</i></li> <li>- ASTM E7 – 22 <i>Standard Terminology Relating to Metallography.</i></li> <li>- ASTM E45 – 18 (2023) <i>Standard test methods for determining the inclusion content of Steel.</i></li> <li>- ASTM E407 – 23 <i>Standard Practice for Microetching Metals an alloy.</i></li> </ul>
<b>Equipo</b>	Microscopio óptico, marca Olympus, modelo GX71

### Apéndice C. Condiciones del ensayo de dureza.

**Tabla C1.** Procedimientos y equipos utilizados para el ensayo de dureza.

<b>Procedimiento utilizado</b>	- ASTM E3 – 11 <i>Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens.</i>
--------------------------------	---

---

	- ASTM E384 – 22 <i>Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials.</i>
<b>Equipos y accesorios</b>	Durómetro Vickers 400TM, marca INNOVATEST, verificado con bloque estándar No G119014.

---

### Apéndice D. Características pruebas SEM-EDS

#### Apéndice D1. Detalles del instrumental empleado en el análisis SEM-EDS.

---

Sección	Detalle
Preparación de la muestra	

---

---

Muestras en *stubs* metálicos con cinta de carbón

**Equipo**

Microscopio Electrónico de Barrido FEG (QUANTA FEG 650)

- Alto vacío
- Voltaje: 30 kV

**Condiciones de imágenes**

- Detectores:

SE: Everhart Thornley (ETD)

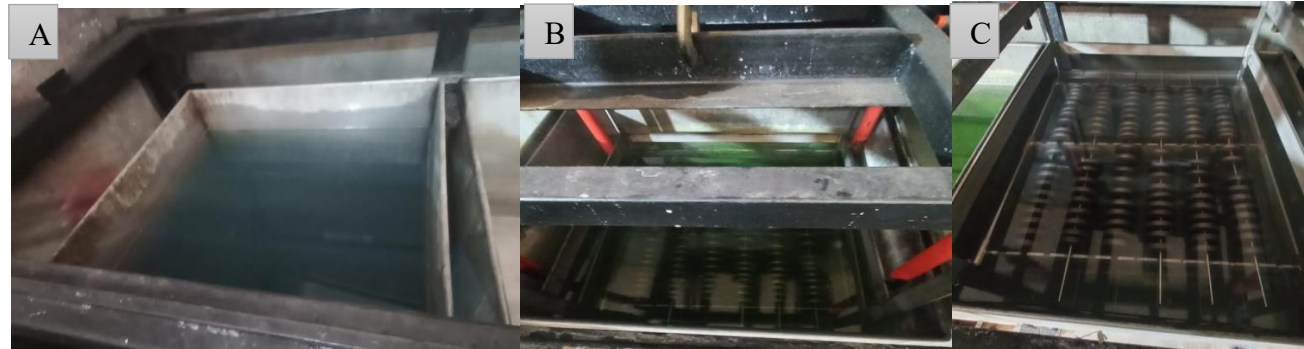
BSE: Back scattered (BSED tipo SSD)

1. Voltaje: 30 kV
  2. Detector: EDAX APOLO X
  3. Resolución: 126.1 eV (Mn  $K\alpha$ )
  4. Software: EDX Genesis
  5. Info obtenida: Semi-cuantitativa
- 

**Análisis químico (EDS)**

**Apéndice E.** Tanques empleados en las distintas etapas del proceso de fosfatado de Maple Oil Tools.

**Apéndice E1.** Disposición de tanques en el tratamiento de fosfatado



Nota: A corresponde al tanque de desengrase-decapado, B al tanque de fosfatado y C al tanque de neutralizado.

## Apéndice F. Evidencias de la herramienta preoperacional de fosfatado.

Figura F1. Página de inicio del aplicativo preoperacional de fosfatado.



Figura F2. Página manejo de preoperacionales del aplicativo preoperacional de fosfatado.



Figura F3. Página de análisis de datos “Dashboard” del aplicativo preoperacional de fosfatado.

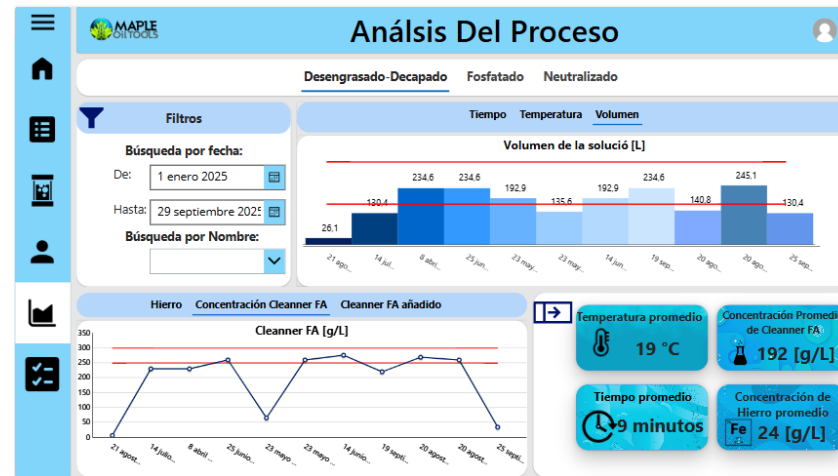


Figura F4. Página de preparación de soluciones del aplicativo preoperacional de fosfatado.

