

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

EVALUACIÓN DE AGENTES ORGÁNICOS COMO INHIBIDORES DE CORROSIÓN EN UN SISTEMA DE FLUJO CONTINUO

Presentado ante la Ilustre
Universidad Central de Venezuela
Por las Brs. Hernández M., Bárbara C.
Urdaneta G., Amanda

Para optar al título
de Ingeniero Químico

Caracas, 2015

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

EVALUACIÓN DE AGENTES ORGÁNICOS COMO INHIBIDORES DE CORROSIÓN EN UN SISTEMA DE FLUJO CONTINUO

TUTORES ACADÉMICOS: Prof. Yáñez, Francisco
Profa. Suárez, Maribel

Presentado ante la Ilustre
Universidad Central de Venezuela
Por las Brs. Hernández M., Bárbara C.
Urdaneta G., Amanda

Para optar al título
de Ingeniero Químico

Caracas, 2015



Caracas, 27 de Octubre de 2015

ACTA

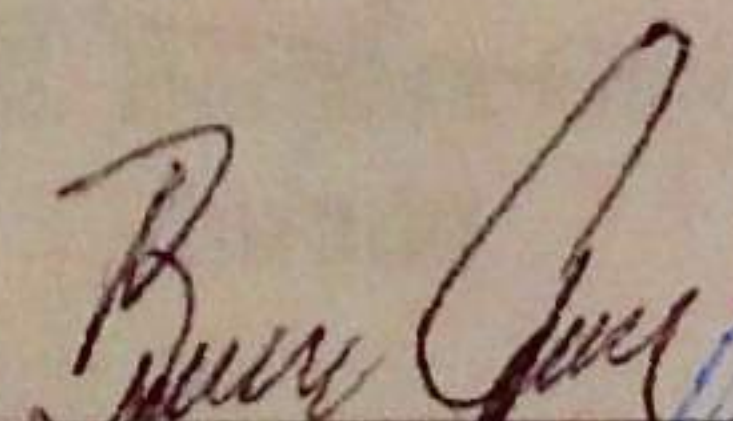
MENCIÓN HONORÍFICA

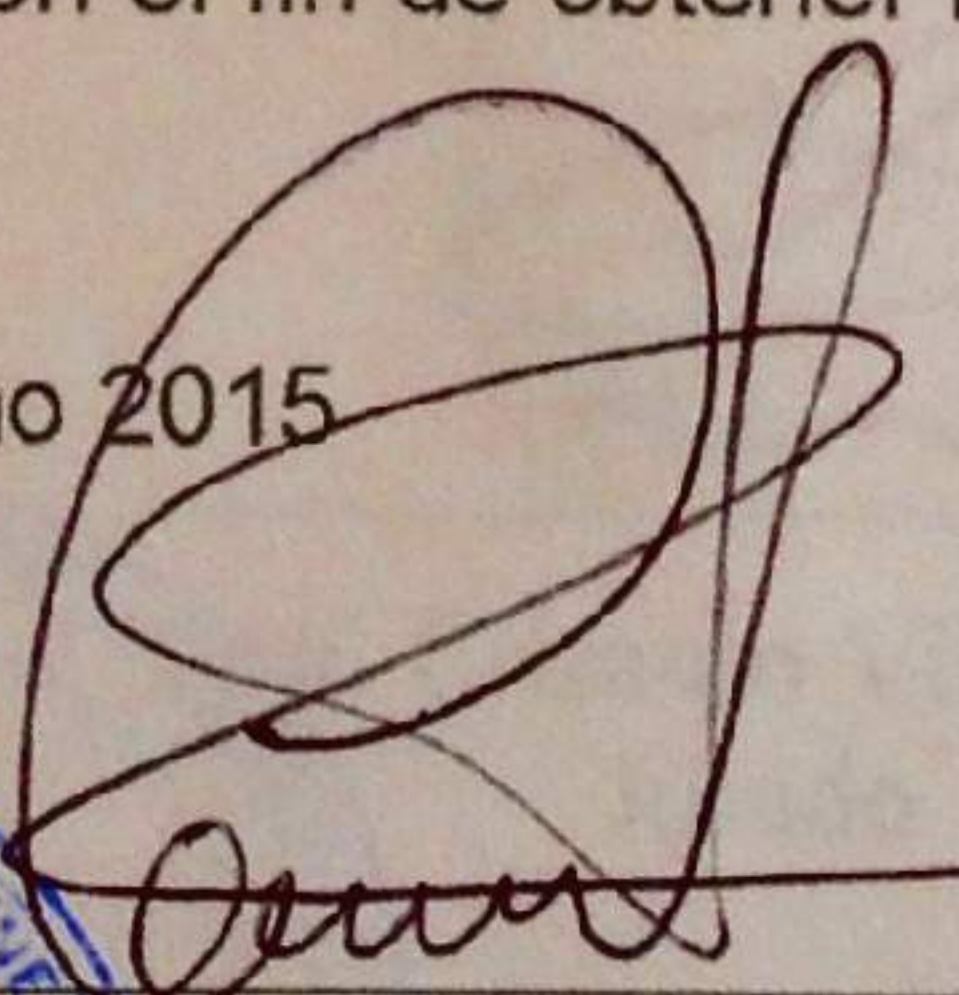
Los miembros del jurado examinador del Trabajo Especial de Grado para optar al Título de Ingeniero Químico presentado por los bachilleres **BÁRBARA C. HERNÁNDEZ M. Y AMANDA URDANETA G.** (C.I. 20.362.336 y 20.678.342) y cuyo título es **"EVALUACIÓN DE AGENTES ORGÁNICOS COMO INHIBIDORES DE CORROSIÓN EN UN SISTEMA DE FLUJO CONTINUO"** consideramos que merece ser reconocido con una **Mención Honorífica**.

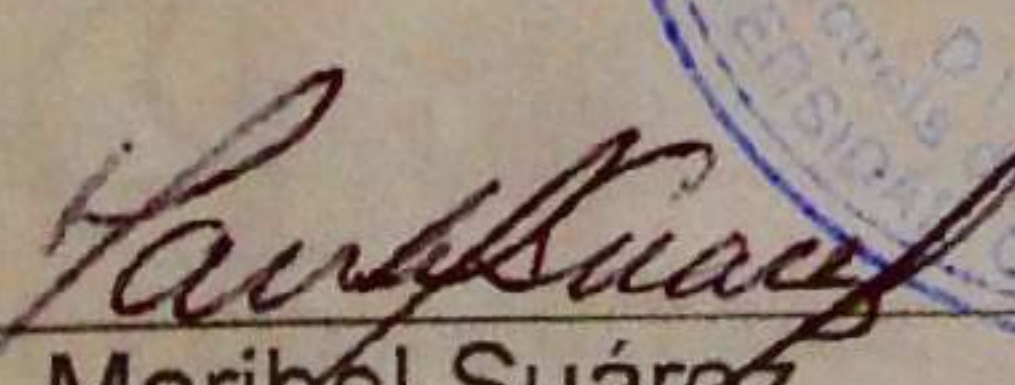
Luego de finalizada la defensa pública y considerando que:

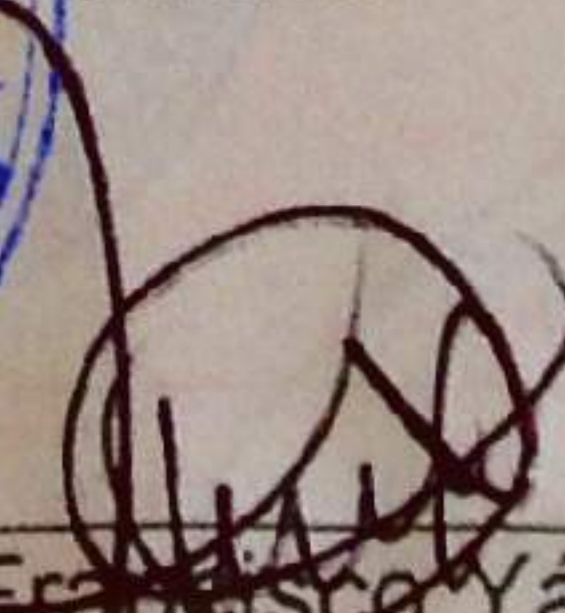
1. Este trabajo realiza un aporte significativo a las instalaciones de la EIQ, como lo es la puesta en marcha del equipo de flujo continuo ubicado en el Laboratorio de Operaciones Unitarias, después de estar cuatros años en desuso y sin mantenimiento. Esto permitirá realizar avances de investigación en materia de corrosión mediante la realización de futuros proyectos y experimentaciones.
2. Los estudiantes desarrollaron una metodología para la evaluación superficial de muestras sometidas a pruebas de corrosión. Lo que permite correlacionar los resultados obtenidos a nivel microscópico, con aquellos que se aprecian a simple vista, esto permitiría realizar una evaluación más completa de las piezas utilizadas con el fin de obtener resultados confiables y completos.


Acordado y firmado a los 27 días del mes de octubre del año 2015


Prof. Barbara Galindo
Jurado


Prof. Crisanto Villalobos
Jurado


Prof. Maribel Suárez
Tutor académico


Prof. Francisco Yáñez
Tutor académico

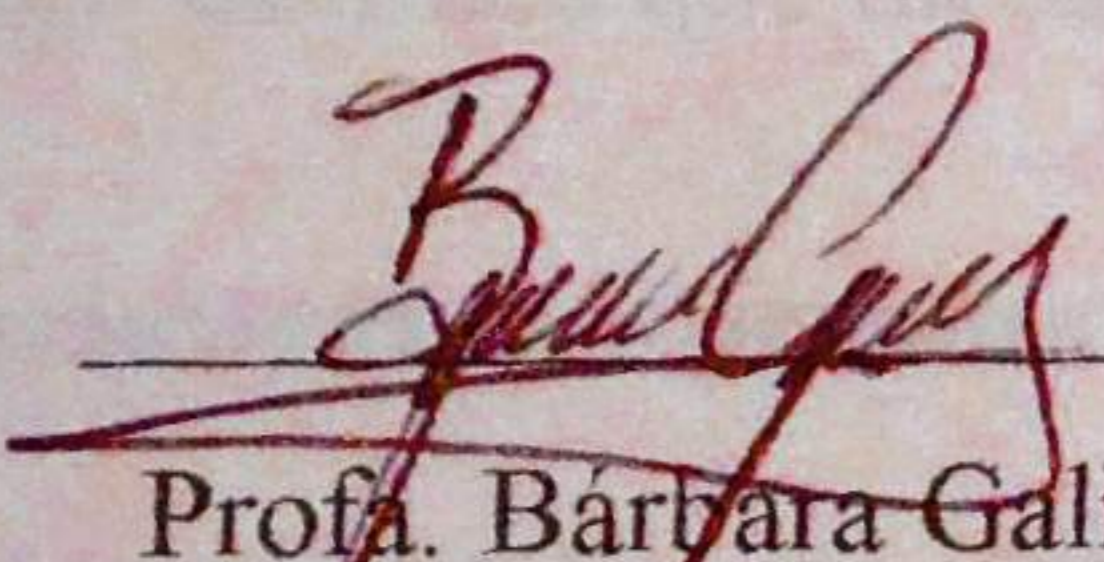


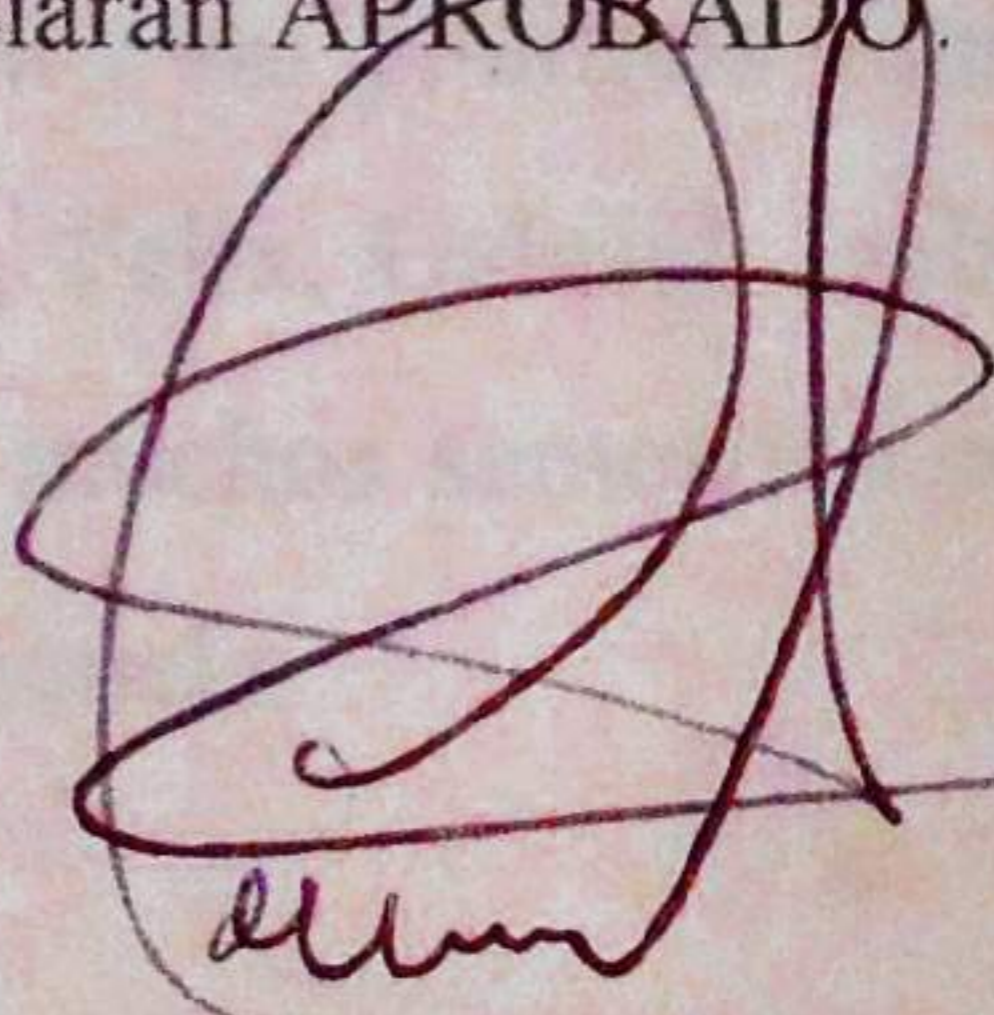
Caracas, Julio de 2015


Los abajo firmantes, miembros del Jurado designado por el Consejo de Escuela de Ingeniería Química, para evaluar el Trabajo Especial de Grado presentado por las Bachilleres Bárbara C. Hernández M. y Amanda Urdaneta G., titulado:

“EVALUACIÓN DE AGENTES ORGÁNICOS COMO INHIBIDORES DE CORROSIÓN EN UN SISTEMA DE FLUJO CONTINUO”

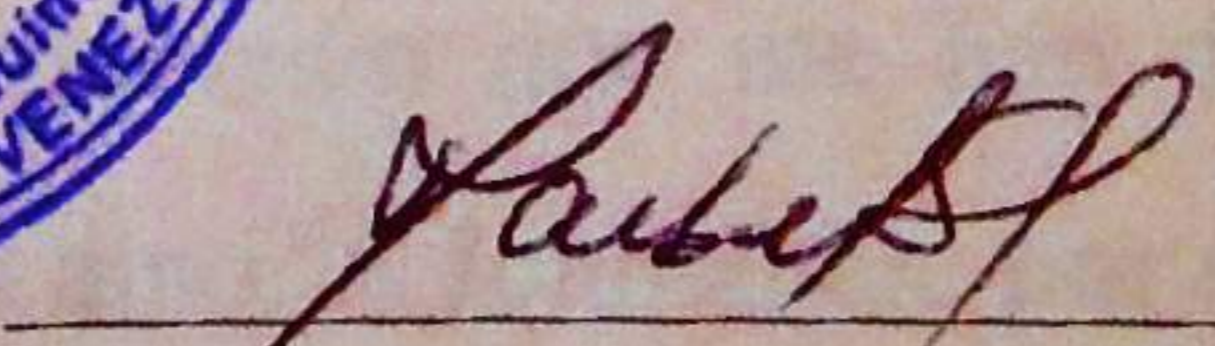
Consideran que el mismo cumple con los requisitos exigidos por el plan de estudios conducente al Título de Ingeniero Químico, y sin que ello signifique que se hacen solidarios con las ideas expuestas por los autores, lo declaran APROBADO.


Prof. Bárbara Galindo
Jurado


Prof. Crisanto Villalobos
Jurado


Prof. Francisco Yáñez
Tutor Académico




Profa. Maribel Suárez
Tutor Académico

AGRADECIMIENTOS

Queremos comenzar agradeciendo a la Ilustre Universidad Central de Venezuela por permitirnos disfrutar estos años de estudio en sus aulas llenas de sueños y por darnos el derecho de decir que estudiamos en la mejor universidad.

A nuestros tutores, por todas las enseñanzas, por darnos esos ánimos cuando pensábamos que ya no había solución y por siempre apoyarnos.

A Dios, por brindarnos la salud para poder llevar a cabo una de las metas más grandes que nos hemos planteado en la vida.

Gracias al señor Armando por ayudarnos a arreglar todo lo que se dañaba (y vaya que se dañaban cosas!). Gracias a los profesores que aportaron un granito de arena para que pudiéramos culminar con éxito este trabajo: Miguel Ríos, Carolina Pfaff, Jaime Hernández, María Rodríguez, a los profesores de Metalúrgica, al técnico Samuel García y por último a nuestros jurados Crisanto Villalobos y Bárbara Galindo.

A Dayana, Charles (Chachi) y Laura, quienes nos demostraron el significado de una amistad repentina pero verdadera, gracias por las risas y los recuerdos. A aquellos que encontramos en los pasillos de la Escuela un día y no pudimos separarnos de ellos: Mariale, Diego, Morocho, Nohely, Thais, Diana, Felix, Gabriel, Isabel, Rafael, Rubén, Anthony, Noymar. Por último, al MecaTeam, muchos semestres con ustedes y por algo decimos que mecánica es nuestra segunda escuela.

Agradecimientos especiales

A mi mamá, Iris (mi mita), a mi hermano Carlitos y a mi hermano Edgar (a pesar de no estar físicamente, siempre ha formado parte de mi día a día), por todo ese amor y apoyo incondicional que siempre me han brindado, por todos los valores inculcados, por esa fortaleza, paciencia y comprensión que me han dado en los momentos más difíciles, simplemente gracias, los amo. A Jonnathan, por ser como un padre para mí, por toda la ayuda que me ha dado y su cariño. A toda mi familia, en especial a mis tíos, Tulio y Carolina, y mis primos, Tulio y Noelia, por siempre estar

presentes y pendientes de nosotros, por su apoyo y amor. Cada uno de ustedes son pieza clave en mi vida, gracias por formar parte de mis logros.

A Anthony, mi golda, por toda la ayuda que me ha dado de principio a fin, por toda la paciencia en mis momentos de estrés, por todo su cariño y todas las sonrisas que me ha dado, de verdad gracias, te adoro.

A mi compañera de Tesis, mi señora Amanda, más que una compañera has sido como una hermana, una gran amiga que desde el primer semestre hemos compartido risas, grupos de amistades, subidas de gafo, gracias por todo el apoyo en los buenos y malos momentos, por la confianza, así como también le agradezco a tu familia. Lo logramos colega!

Bárbara Hernández

A mis padres, gracias por nunca permitir que algo me hiciera falta, por enseñarme que hay más mundo además del nuestro, gracias por regañarme cuando tenían que hacerlo y por abrazarme cuando también lo necesité. A Ricardo, mi persona favorita en el mundo, mi hermano y mi compañero de inventar las cosas más locas. Gracias por siempre hacerme saber lo orgulloso que te sentías de mí. Los amo, ustedes son mi motor para seguir luchando por más.

A mi familia, gracias por ser tan unidos como son, siempre que necesité algo pude contar con ustedes de alguna forma, por eso también son parte de este logro.

Finalmente, a Bárbara, mi compañera de tesis y mi amiga desde el primer semestre de la universidad. Tantas historias y cosas que hemos vivido, ya sabes que todas las atesoro, pero sinceramente, esta aventura es la que se lleva el premio y sin ti no hubiese sido posible. Gracias por todo y por ser una hermana que me regaló la vida.

Amanda Urdaneta

Hernández M., Bárbara C.

Urdaneta G., Amanda

EVALUACIÓN DE AGENTES ORGÁNICOS COMO INHIBIDORES DE CORROSIÓN EN UN SISTEMA DE FLUJO CONTINUO

Tutores Académicos: Profa. Maribel Suárez, Prof. Francisco Yáñez

Tesis. Caracas, UCV. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Química.

2015, 58 p.

Palabras Claves: Corrosión, Inhibidores Orgánicos, Pectinas, Parchita, Naranja.

Resumen. La corrosión se considera como un ataque destructivo al material por consecuencia de una reacción del mismo con el ambiente, disminuyendo de esta manera su vida útil. Para reducir los daños de este fenómeno, han surgido diferentes métodos: protección catódica, protección anódica, inhibidores, recubrimientos metálicos, recubrimientos químicos y recubrimientos de pintura. Los inhibidores, son sustancias que minimizan la velocidad de corrosión de un material, éstos se pueden dividir en dos grandes tipos según su composición: inorgánicos y orgánicos, siendo los últimos menos dañinos con el ambiente. Es por ello que surge la motivación de llevar a cabo el estudio para comprobar la eficacia de inhibidores orgánicos de corrosión de bajo costo, efectivos y no tóxicos, que sean competitivos con los existentes en el mercado. De acuerdo a lo descrito anteriormente, el objetivo de este Trabajo Especial de Grado fue realizar un estudio de las pectinas obtenidas a partir de extracto de parchita (*pasiflora edulis*) y de naranja (*citrus sinensis*), a fin de evaluar el desenvolvimiento de éstas como inhibidores de corrosión en un medio salino (NaCl 5%) sobre piezas de acero al carbono (ASTM A53) y acero inoxidable (AISI 304), para un sistema de flujo continuo (65°C; 1,17 m/s; 24 h.) y un sistema estático (15-30 días, 25°C). Los parámetros evaluados fueron: porcentaje de área corroída, eficiencia de inhibidor y velocidad de corrosión, también se hicieron ensayos de microscopía óptica (MO) y microscopía electrónica de barrido (MEB). De acuerdo a las pruebas mencionadas anteriormente se obtuvieron como mejores resultados para el régimen dinámico, el extracto de naranja a una concentración de 100% y el extracto de parchita al 50% con eficiencias de 22% y 27%, respectivamente. Para el régimen estático el mejor inhibidor fue la parchita al 100% con un 12% de eficiencia. En el caso de los ensayos microscópicos las superficies menos atacadas por la corrosión fueron aquellas en presencia de inhibidores de parchita.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE GENERAL.....	viii
ÍNDICE DE FIGURAS.....	x
ÍNDICE DE TABLAS	xii
INTRODUCCIÓN	1
CAPITULO I FUNDAMENTOS DE LA INVESTIGACIÓN.....	2
Planteamiento del problema.....	2
Antecedentes	4
Objetivo general	6
Objetivos específicos	6
CAPITULO II MARCO REFERENCIAL	8
Aspectos básicos de corrosión	8
Tipos de corrosión.....	9
Inhibidores de corrosión.....	12
CAPITULO III MARCO METODOLÓGICO	16
Diagrama de Bloques	16
Evaluación del comportamiento de corrosión en un régimen estático.....	17
Evaluación del comportamiento de corrosión en un régimen dinámico	18
Avance de los cupones metálicos empleados.....	23
Comparación y Selección del inhibidor más eficaz.	24
CAPÍTULO IV RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS	26
Análisis Químico de los metales empleados.....	26
Avance de los cupones metálicos empleados.....	26
Comparación y selección del inhibidor más eficaz.....	29

CONCLUSIONES	46
RECOMENDACIONES	48
BIBLIOGRAFÍA	49
APÉNDICES.....	52
A.1. Pasos para el acondicionamiento previo de los Anillos Pall de 5/8” de y cupones de Acero al Carbono.	52
A.2. Pasos para la obtención de extracto por medio de la técnica de hidrodestilación.....	52
A.3. Procedimiento para la obtención de la cantidad de extracto necesaria para las diferentes pruebas a desarrollar.....	53
A.4. Procedimientos para el uso de la planta desmineralizadora de agua, ubicada en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU), perteneciente a la Escuela de Ingeniería Química de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Central de Venezuela.....	53
A.5. Manual de Operación de Lavado y Acondicionamiento del Equipo Dinámico de corrosión, ubicado en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU) de la Facultad de Ingeniería de la Universidad Central de Venezuela.....	55
A.6. Proceso de Decapado de Anillos de Acero Inoxidable Pall 5/8” según Norma ASTM G-1.	56
A.7. Proceso de Decapado de anillos de Acero al Carbono ASTM A53, según Norma ASTM G-1.	56
A.8. Ecuación de velocidad de corrosión por el método de pérdida de peso.	57
A.9. Tabla de las constantes de corrosión para las diferentes unidades a utilizar según la norma ASTM G-31-72.....	57
A.10. Ecuación de eficiencia de inhibidores	58

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Esquema del proceso de corrosión. (Universidad Nacional de La Plata, 2014)	9
Figura 2. Formas de corrosión por picaduras. (Universidad Nacional de La Plata, 2014)	10
Figura 3. Corrosión general o uniforme. (Universidad Nacional de La Plata, 2014)	11
Figura 4. Corrosión por erosión (Universidad Tecnológica de Pereira, 2015)	11
Figura 5. Mecanismo de acción de inhibidores inorgánicos anódicos. (Dariva & Galio, 2014)	12
Figura 6. Mecanismo de acción de inhibidores inorgánicos catódicos. (Dariva & Galio, 2014)	13
Figura 7. Mecanismo de acción de inhibidores orgánicos. (Dariva & Galio, 2014)	14
Figura 8. Diagrama de bloques de las actividades a llevar a cabo. (Elaboración propia)	16
Figura 9. Diagrama de flujo de proceso del sistema contínuo. (Cabrera & Losada, 2010)	20
Figura 10. Ejemplificación del empleo de la cuadrícula sobre las imágenes superficiales de las muestras.	24
Figura 11. Comportamiento del acero inoxidable para cada condición evaluada.	27
Figura 12. Evolución de las muestras de acero al carbono durante el proceso experimental.....	27
Figura 13. Microscopía óptica de la pieza lijada previo a las pruebas de corrosión y de la pieza lijada posterior a las pruebas de corrosión en régimen dinámico.	34
Figura 14. Microscopía óptica de la pieza posterior a las pruebas de corrosión con extracto de naranja en régimen dinámico al 50% de concentración y al 100% de concentración.	35
Figura 15. Microscopía óptica de la pieza posterior a las pruebas de corrosión con extracto de parchita en régimen dinámico al 50% de concentración y al 100% de concentración.	35

Figura 16. Microscopía óptica de la pieza posterior a las pruebas de corrosión en régimen estático sin inhibidor a la temperatura ambiente y a la temperatura de 65 °C.	37
Figura 17. Microscopía óptica de la pieza posterior a las pruebas de corrosión en régimen estático con extracto de naranja al 50% de concentración y al 100% de concentración.	37
Figura 18. Microscopía óptica de la pieza posterior a las pruebas de corrosión en régimen estático con extracto de parchita al 50% de concentración y al 100% de concentración.	38
Figura 19. Imagen de MEB con un aumento de 100X para la muestra sin inhibidor de acero al carbono.	39
Figura 20. EDX de la muestra sin inhibidor de acero al carbono.	40
Figura 21. Fotomicrografía de la pieza de acero al carbono en presencia de inhibidor de naranja. Aumento de 500X.....	41
Figura 22. EDX de la muestra de acero al carbono en presencia de extracto de naranja para la zona 1.....	42
Figura 23. EDX de la muestra de acero al carbono en presencia de extracto de naranja para la zona 2.....	42
Figura 24. EDX de la muestra de acero al carbono en presencia de extracto de naranja para la zona 3.....	43
Figura 25. Fotomicrografía de la pieza de acero al carbono en presencia de inhibidor de parchita. Aumento de 100X.....	43
Figura 26. EDX de la muestra de acero al carbono en presencia de extracto de parchita para la zona 1.....	44
Figura 27. EDX de la muestra de acero al carbono en presencia de extracto de parchita para la zona 2.....	45
Figura 28. Planta Desmineralizadora de Agua.....	54

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Análisis para las probetas después de la experimentación.....	25
Tabla 2. Composición Química de los Cupones de Corrosión (Cheng & Rivero, 2011)	26
Tabla 3. Porcentajes de áreas corroídas y no corroídas de las piezas de acero al carbono en régimen dinámico (24h; 1,17 m/s; 65°C).....	28
Tabla 4. Porcentajes de áreas corroídas y no corroídas de las piezas de acero al carbono en régimen estático (15 d; 25°C).	29
Tabla 5. Velocidades de Corrosión obtenidas para los cupones de acero al carbono y acero inoxidable en un sistema de flujo continuo (24h; 1,17 m/s; 65°C).	30
Tabla 6. Eficiencias de Inhibidor obtenidas para los cupones de acero al carbono y acero inoxidable en un sistema de flujo continuo (24h; 1,17 m/s; 65°C).	31
Tabla 7. Velocidades de Corrosión obtenidas para los cupones de acero al carbono y acero inoxidable en un sistema estático (15 d; 25°C).	32
Tabla 8. Eficiencias de Inhibidor obtenidas para los cupones de acero al carbono y acero inoxidable en un sistema estático (15 d; 25°C).	33
Tabla 9. Constantes de corrosión (ASTM International, 2004)	57

INTRODUCCIÓN

La corrosión se puede definir como el deterioro de los materiales debido a la interacción entre los mismos y su entorno (Ahmad, 2006), también se conoce como la oxidación espontánea de los metales, la cual se debe a un ataque destructivo del medio ambiente (Universidad Autónoma de Madrid, 2010). La corrosión de los metales constituye una de las pérdidas económicas más grandes de la civilización moderna y se describe como la causa general de la destrucción de la mayor parte de los materiales naturales o fabricados por el hombre (Universidad Nacional de La Plata, 2014). Hoy en día existen diferentes métodos para disminuir el proceso de deterioro como consecuencia de la corrosión, tales como: protección catódica, protección anódica, inhibidores, recubrimientos metálicos, recubrimientos químicos y recubrimientos de pintura (Scully, 1968).

Tomando en cuenta lo expuesto anteriormente, se plantea evaluar el desempeño de agentes orgánicos como inhibidores de corrosión en sistemas de flujo continuo y estático, utilizando piezas de acero inoxidable y acero al carbono. Para cumplir el objetivo general se hará uso de técnicas de laboratorio como microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido y el método gravimétrico, siendo éste último el que permite la obtención de valores comparables estadísticamente, tales como, velocidad de corrosión y eficiencia de inhibición. Por otro lado también se realizará la determinación del porcentaje de área corroída.

El presente Trabajo Especial de Grado consta de cuatro secciones principales, las cuales son: Fundamentos de la investigación, donde se explica el planteamiento del problema, los antecedentes del presente trabajo y los objetivos del mismo; el marco teórico, que describe los aspectos básicos de la investigación; marco metodológico, el cual expone todas las actividades a realizar para el cumplimiento de los objetivos; resultados y discusión de los resultados obtenidos durante la experimentación; por último, conclusiones y recomendaciones del trabajo realizado.

CAPITULO I

FUNDAMENTOS DE LA INVESTIGACIÓN

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

Los materiales metálicos son empleados en las industrias por sus excelentes propiedades tales como: dureza, ductilidad, conductividad térmica y eléctrica (Aran, 2007); se utilizan en distintas estructuras y procesos industriales principalmente, así como también en transporte, edificios, carreteras, puentes, telecomunicaciones, electrodomésticos, entre otros. Desafortunadamente, dichos materiales son propensos a la corrosión, la cual se considera como un ataque destructivo al material por consecuencia de una reacción del mismo con el ambiente (Roberge, 1999), disminuyendo de esta manera su vida útil. Es conocido que el 25% de la producción mundial anual del acero es destruida por la corrosión (Universidad Nacional de La Plata, 2014), formando gran parte del problema industrial. Por otro lado, la corrosión representa un promedio de 4% de los costos asociados a una empresa (Roberge, 1999) (Ahmad, 2006). De acuerdo a datos suministrados, el costo de la corrosión en los EE.UU. se estimó en \$US 276 millones por año y en Australia, el costo se estima entre el 2-5% del PIB de este país (aproximadamente \$AU 1-5 millones por año) (Markley, 2014). De esta manera, se observa como la corrosión de los metales constituye una de las pérdidas económicas más grandes de la civilización moderna y se describe como la causa general de la destrucción de la mayor parte de los materiales naturales o fabricados por el hombre (Universidad Nacional de La Plata, 2014), siendo no sólo un problema económico sino también de seguridad. Por ejemplo, la corrosión de las cañerías de agua, la aparición de manchas y picaduras en la superficie de los automóviles, así como también la rotura de los tubos y silenciadores de los mismos, el deterioro de las lavadoras, roturas de tanques de almacenamiento, entre otros.

Para contrarrestar el proceso de deterioro como consecuencia de la corrosión, han surgido diferentes métodos de protección de metales: protección catódica, protección

anódica, inhibidores, recubrimientos metálicos, recubrimientos químicos y recubrimientos de pintura (Scully, 1968). En lo concerniente a los inhibidores, son sustancias que reducen la velocidad de corrosión de un material (Sastri, 2011), cuya elección dependerá principalmente de la naturaleza del metal, del medio corrosivo, el entorno del metal y las condiciones económicas. Los mismos se pueden dividir en dos grandes tipos según su composición: orgánicos e inorgánicos, cuyo desarrollo se ha convertido en toda una ciencia a lo largo de los años. El objeto de estudio de este Trabajo Especial de Grado comprende el uso de inhibidores orgánicos, donde se incluyen compuestos tales como la parchita y la naranja, así como también el uso de desechos orgánicos para el mismo fin anticorrosivo. Como mecanismo de acción principal, estos inhibidores forman una película sobre la superficie de los materiales tratados, alargando de esta manera su vida útil.

Hoy en día, el auge por tecnologías que funcionen en pro del ambiente ha incrementado; sin embargo, el empleo de inhibidores en la actualidad es principalmente del tipo inorgánico o con grupos funcionales que contienen átomos de nitrógeno (N), oxígeno (O) y azufre (S), los cuales, resultan ser caros y peligrosos con el medio ambiente (García, 2014). A pesar de que los costos asociados al fenómeno de corrosión no se pueden eliminar por completo, alrededor de un 30% de los mismos puede ser evitado siguiendo las buenas prácticas de control y mantenimiento (ASM International, 2011). Es por ello que surge la motivación de llevar a cabo el estudio para comprobar la eficacia de inhibidores orgánicos de corrosión de bajo costo, efectivos y no tóxicos, que sean competitivos con los existentes en el mercado. De acuerdo a lo descrito anteriormente, el objetivo de este Trabajo Especial de Grado es realizar un estudio de las pectinas obtenidas a partir de extracto de parchita (*pasiflora edulis*) y de naranja (*citrus sinensis*), a fin de evaluar el desenvolvimiento de éstas como inhibidores de corrosión en un medio salino para un sistema de flujo continuo y un sistema estático, sobre piezas de acero al carbono y acero inoxidable.

ANTECEDENTES

A partir de la revisión bibliográfica se encontraron diferentes estudios y experimentos que permiten tener una referencia acerca de los resultados a esperar con este estudio, a continuación se presentan los más relevantes y que poseen una relación directa con la presente investigación:

“Evaluación de la corrosión en cupones metálicos en medio salino bajo condiciones variables de temperatura y flujo en presencia de inhibidores naturales y químicos en un sistema continuo”. (Cheng & Rivero, 2011)

El Trabajo Especial de Grado elaborado en la Universidad Central de Venezuela, estudia el comportamiento de inhibidores orgánicos (extracto de mango y aloe vera) e inorgánicos (difosfato de sodio y trifosfato de sodio), para evitar la corrosión en cupones de acero al carbono y acero inoxidable, con la finalidad de fomentar el uso de inhibidores orgánicos en futuros trabajos. Se obtuvieron las condiciones críticas para la formación de corrosión en un medio salino de 5% de NaCl, las cuales fueron a una temperatura de 65°C, una velocidad de flujo de 1,17 m/s y un tiempo de exposición de 24 h. Una vez realizados los ensayos de corrosión, utilizaron técnicas como: estudio gravimétrico y microscopia electrónica de barrido, donde obtuvieron que el mejor inhibidor inorgánico fue el trifosfato de sodio con una eficiencia de inhibidor (EI) de 66% para el acero al carbono y de 32% para el acero inoxidable, mientras que el aloe vera obtuvo un EI de 63% y 26%, respectivamente, concluyendo que el aloe vera es un inhibidor muy efectivo.

“Uso de extractos de piel de frutas como inhibidores de corrosión y el proceso para producir los mismos”. (Gomes, Rocha, & D'Elia, 2011)

Esta patente desarrollada en Brasil evalúa el comportamiento de los extractos de piel de frutas como inhibidores de corrosión para el acero al carbono 1020 en un medio de ácido clorhídrico a una concentración de 1 mol/L. Se utilizaron frutas como mango, merey, parchita y naranja, a concentraciones entre 100 y 800 ppm, dependiendo del extracto. Los mencionados anteriormente, mostraron un buen

comportamiento como inhibidores, calcularon los valores de eficiencia de inhibidor (EI) por resistencia de polarización para cada extracto, obteniendo como resultado que el de naranja tuvo un mejor desempeño con un 95% de EI a 400 ppm, mientras que el resultado más bajo se obtuvo para el merey con un 80% de EI a 800 ppm. Asimismo, se concluyó que un incremento en la concentración del extracto causa el mismo efecto en la resistencia de polarización.

“Evaluación de la capacidad inhibidora de la corrosión de los extractos de árbol de Neem (Azadirachta Indica) en medio salino”. (Loaiza & Vidales, 2013)

El presente trabajo evalúa la eficiencia de inhibición de la corrosión del extracto de las hojas de Neem sobre acero al carbono y aluminio, en contacto con cloruro de sodio y sulfato de sodio. Se realizó la caracterización del extracto, pruebas fitoquímicas y se identificaron dos componentes orgánicos responsables de la capacidad inhibidora de la corrosión, los taninos y fenoles. Calcularon la eficiencia de inhibición por pérdida de peso y la velocidad de corrosión en presencia y ausencia del extracto. Para el extracto de Neem en medio salino sobre acero al carbono, obtuvieron una eficiencia de inhibición del 78,07% y 74,78%, para concentraciones de extracto del 5% y 10%, respectivamente. Para las pruebas sobre aluminio, los valores de eficiencia fueron bastante bajos (6,67%, -121,27%), indicando la ineficiencia del inhibidor. Lograron determinar que el mecanismo de adsorción es mediante fisisorción. Finalmente, concluyeron que la eficiencia de inhibición presenta un comportamiento directamente proporcional con la concentración de extracto, hasta concentraciones del 7% donde la acción del inhibidor decae.

“Evaluación de la resistencia a la corrosión del acero al carbono ASTM A53A y el acero inoxidable AISI 304 mediante el uso de inhibidores en pruebas estáticas de laboratorio”. (Freitas & González, 2011)

El presente trabajo estudia la resistencia a la corrosión en medio salino del acero al carbono y el acero inoxidable mediante el uso de inhibidores inorgánicos (difosfato de sodio y trifosfato de sodio) e inhibidores orgánicos (aloe vera y extracto de mango) en pruebas estáticas de laboratorio. Se realizaron pruebas en autoclaves para

evaluar el proceso corrosivo en un medio salino (5% NaCl) con presencia de CO₂, a 25°C y 60psi, en donde presentaron una mejor eficiencia: el trisfosfato de sodio con un 30% para los cupones de acero al carbono y el extracto de mango con un 57% para los cupones de acero inoxidable. En la cámara salina evaluaron el efecto del ambiente marino sobre los cupones, a 35 °C y presión atmosférica, en donde, los inhibidores que arrojaron una mejor eficiencia fueron: el trisfosfato de sodio con un 33% sobre los cupones de acero al carbono y el extracto de mango con un 82% sobre los cupones de acero inoxidable. También, se realizaron ensayos electroquímicos (curvas de polarización) mediante un circuito potencióstático en medio salino, a temperatura ambiente y presión atmosférica, donde se obtuvo una eficiencia del 93% para el extracto de mango, mientras que los inhibidores inorgánicos presentaron eficiencias menores a 50%. Para el acero inoxidable obtuvieron que el aloe vera aceleró la corrosión, y el difosfato y trisfosfato de sodio provocaron profundas picaduras.

OBJETIVO GENERAL

Evaluar el desempeño de agentes orgánicos, entre ellos pectinas de parchita y de naranja, como inhibidores de corrosión en un sistema de flujo continuo y en sistema estático, sobre piezas de acero al carbono y acero inoxidable.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Evaluar el comportamiento de los inhibidores (pectinas de parchita y naranja) en pruebas convencionales a régimen estático según la norma ASTM G1-90, sobre las muestras metálicas empleadas (cupones de acero al carbono ASTM A53 y anillos Pall de 5/8" de acero inoxidable AISI 304).
- Evaluar el comportamiento de los extractos de parchita y naranja como inhibidores para pruebas en un sistema de flujo continuo, sobre muestras de acero al carbono y acero inoxidable.
- Determinar el porcentaje de área corroída y no corroída de las piezas metálicas empleadas en las pruebas en régimen estático y dinámico.

- Calcular la velocidad de corrosión y la eficiencia de los inhibidores en estudio sobre las piezas metálicas empleadas.
- Comparar las mejores eficiencias obtenidas en el presente trabajo con aquellas proporcionadas por investigaciones anteriores realizadas a las mismas condiciones.
- Caracterizar mediante la técnica de microscopía electrónica de barrido y microscopía óptica, las piezas metálicas empleadas en las pruebas a régimen estático y dinámico.
- Correlacionar los resultados de las técnicas utilizadas para el análisis de las muestras y seleccionar el mejor inhibidor.

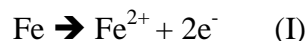
CAPITULO II

MARCO REFERENCIAL

ASPECTOS BÁSICOS DE CORROSIÓN

La corrosión es el deterioro de los materiales como resultado de la interacción entre los mismos y su entorno (Ahmad, 2006). También se conoce como la oxidación espontánea de los metales, el cual se debe a un ataque destructivo del medio ambiente, a través de reacciones químicas o electroquímicas (Universidad Autónoma de Madrid, 2010). La corrosión electroquímica para que pueda originarse requiere la presencia de electrodos que corresponden a un ánodo y un cátodo, y de un electrolito el cual permitirá el contacto directo entre los electrodos, comportándose como un medio conductor. En el ánodo, ocurre la reacción de oxidación debido a que éste aporta cationes al electrolito mientras que en el cátodo se genera la reacción de reducción ya que absorbe cationes del electrolito (Universidad Autónoma de Madrid, 2010).

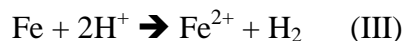
En el caso del acero, la reacción anódica que tiene lugar es:



Para iniciar y mantener la corrosión metálica, debe haber una reacción catódica. Un ejemplo de reacción catódica es la reducción de protones o evolución de hidrógeno.

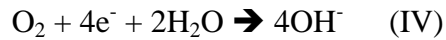


La reacción de corrosión total será la suma de ambas reacciones.



Tanto la reacción anódica como catódica dan lugar a corrientes llamadas anódica y catódica respectivamente. La corriente total, suma de ambos procesos, es proporcional a la velocidad de corrosión (Universidad Autónoma de Madrid, 2010).

En caso de tener oxígeno presente, la reacción catódica viene dada por la reducción de oxígeno.



A continuación se presenta en la Figura 1 un esquema del proceso descrito anteriormente teniendo como reacción catódica la reducción del oxígeno.

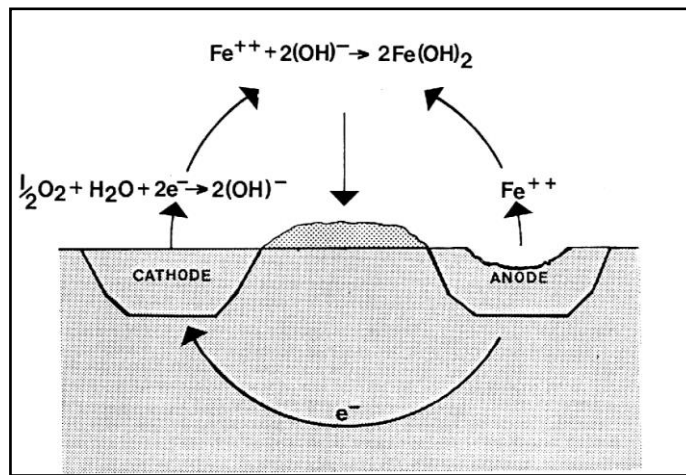


Figura 1. Esquema del proceso de corrosión. (Universidad Nacional de La Plata, 2014)

La corrosión puede generar consecuencias importantes, tales como paradas de planta, pérdidas de productos debido a fugas en envases, pérdidas de al menos un 25% de agua en los tanques de almacenamiento de éste, disminución de la eficiencia, aislamientos de tubos y tuberías de intercambio de calor ya que los productos de corrosión reducen la transferencia de calor y la capacidad de las tuberías, contaminación causada por los productos de corrosión, entre otros (Ahmad, 2006).

TIPOS DE CORROSIÓN

Los procesos de corrosión están clasificados de ocho formas, las cuales son corrosión general o uniforme, corrosión por picaduras, corrosión intergranular, corrosión selectiva, corrosión hendidura, corrosión galvánica, corrosión bajo esfuerzo y corrosión por erosión (Fontana, 1987).

La presente discusión se refiere a la corrosión sobre piezas de acero al carbono y acero inoxidable en un medio salino para un sistema de flujo continuo y un sistema estático. Para dichos sistemas, en general, ocurren corrosiones por picaduras, corrosión general (Freitas & González, 2011) y también se pudiese generar corrosión por erosión. A continuación, se describirán brevemente los dos tipos de corrosión antes mencionados.

La corrosión por picaduras es una forma de ataque localizado que ocasiona agujeros en el metal, los cuales suelen ser de diámetro pequeño y con profundidades mayores o igual al diámetro. Los agujeros pueden formarse de manera separada o muy cercanos entre sí, aparentando una superficie rugosa. Las picaduras es una de las formas más destructivas de corrosión, provocando que el equipo falle debido a los hoyos con sólo un pequeño porcentaje de pérdida de peso de toda la estructura y generalmente ocurre con rapidez extrema. A menudo, es difícil detectar los agujeros debido a su pequeño tamaño, además suelen cubrirse con productos de corrosión (Fontana, 1987). En la Figura 2 se muestran ejemplos de corrosión por picaduras.

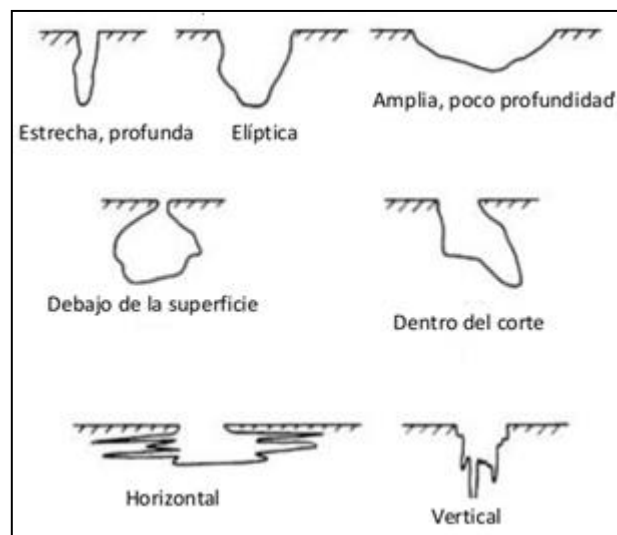


Figura 2. Formas de corrosión por picaduras. (Universidad Nacional de La Plata, 2014)

La corrosión general es la forma más común de la corrosión. Normalmente se caracteriza por una reacción química o electroquímica que se extiende uniformemente

sobre toda la superficie expuesta o sobre un área grande y la penetración media es igual en todos los puntos. El metal se vuelve más delgado y eventualmente falla. Este tipo de corrosión no es de gran preocupación debido a que permite calcular la vida útil de los equipos corroídos (Fontana, 1987). A continuación se mostrará en la Figura 3 una representación de la corrosión general.

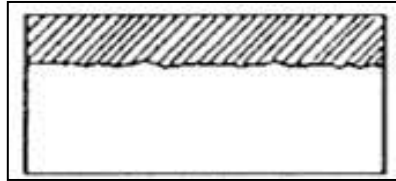


Figura 3. Corrosión general o uniforme. (Universidad Nacional de La Plata, 2014)

La corrosión por erosión es la aceleración o aumento en la tasa de deterioro o ataque en un metal debido al movimiento relativo entre un fluido corrosivo y la superficie del metal. Generalmente este movimiento es muy rápido y los efectos de desgaste o abrasión mecánica están involucrados. El metal se elimina de la superficie en forma de iones disueltos o forma productos de corrosión sólidos que son barridos mecánicamente de la superficie del metal. Esta corrosión se caracteriza en apariencia por surcos, ondas, agujeros redondeados y valles que por lo general muestra un patrón direccional. En muchos casos, los ataques de la corrosión por erosión ocurren en un tiempo relativamente corto (Fontana, 1987). Se puede observar un ejemplo de este tipo de corrosión en la Figura 4.

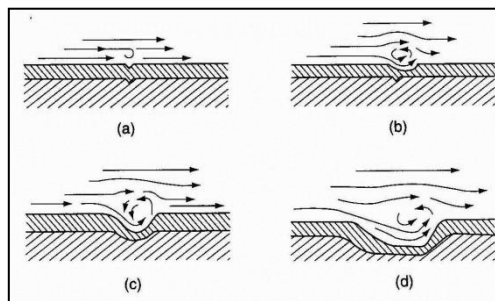


Figura 4. Corrosión por erosión (Universidad Tecnológica de Pereira, 2015)

La corrosión en medio acuoso se define como un proceso electroquímico. Vale destacar que la velocidad de corrosión de hierro y acero es más rápido cuando está en contacto con agua que contiene cloruro de sodio u otras sales disueltas. Esto es porque la conductividad del agua aumenta debido al incremento en el número de iones presentes (Diamant, 1971).

INHIBIDORES DE CORROSIÓN

A lo largo del tiempo han surgido diferentes métodos para contrarrestar y disminuir el proceso de deterioro que supone la corrosión, por ejemplo: Protección catódica, protección anódica, inhibidores y recubrimientos (Scully, 1968). En lo concerniente a los inhibidores, éstos son sustancias químicas que al ser añadidas en bajas concentraciones en un ambiente corrosivo reducen la tasa de corrosión a un nivel aceptable (Sastri, 2011).

Conforme a su naturaleza química, los inhibidores se clasifican en inorgánicos y orgánicos (Uhlig, 2008). Los mencionados inicialmente pueden ser de tipo anódico, también conocidos como pasivantes, los mismos bloquean la reacción anódica y promueven la reacción natural de pasivación en la superficie del metal (Dariva & Galio, 2014). Este tipo de inhibidores reaccionan con los iones metálicos formando productos que se depositan en la superficie en forma de película. El mecanismo de acción expuesto anteriormente puede observarse en la Figura 5.

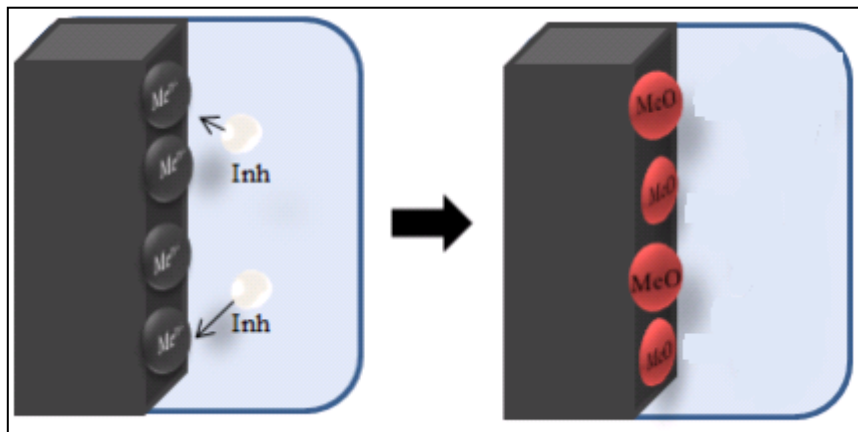


Figura 5. Mecanismo de acción de inhibidores inorgánicos anódicos. (Dariva & Galio, 2014)

Por otra parte, existen los inhibidores inorgánicos de acción catódica, los cuales poseen iones metálicos capaces de producir una reacción catódica (Dariva & Galio, 2014). Al ocurrir dicha reacción, se producen compuestos insolubles que precipitan selectivamente sobre los sitios catódicos, los cuales forman una capa adherente que restringe el contacto de la superficie con el medio ambiente y la difusión de las especies reducibles, como el oxígeno. En la Figura 6 se muestra el mecanismo de acción de estos inhibidores.

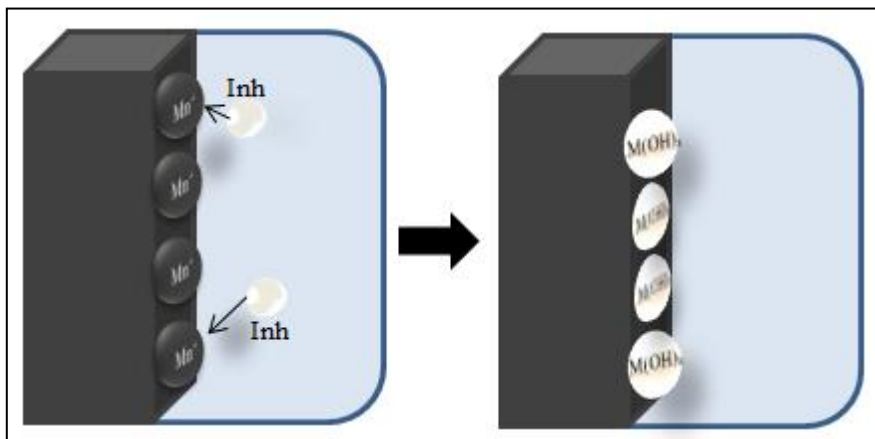


Figura 6. Mecanismo de acción de inhibidores inorgánicos catódicos. (Dariva & Galio, 2014)

Como se mencionó anteriormente, existen inhibidores del tipo orgánico, los cuales pueden actuar como catódicos, anódicos o los dos al mismo tiempo, pero como regla general su efectividad se logra a través de un proceso de adsorción sobre la superficie, formando una capa que bloquea la descarga de protones de hidrógeno y la disolución de iones metálicos (Uhlig, 2008). En la Figura 7 se muestra el mecanismo de acción de dichos inhibidores

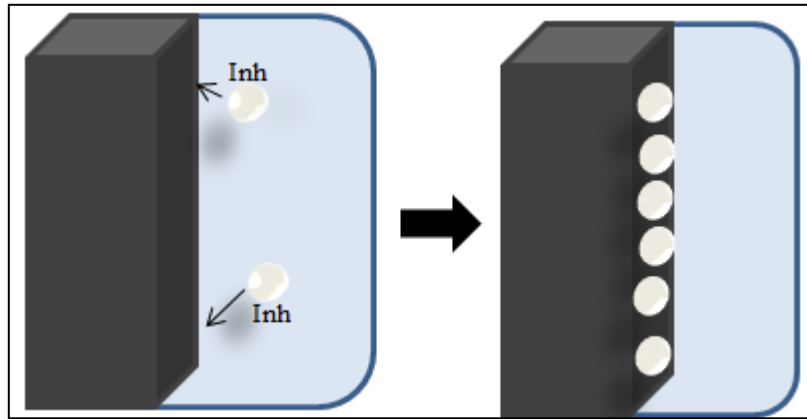


Figura 7. Mecanismo de acción de inhibidores orgánicos. (Dariva & Galio, 2014)

Los inhibidores orgánicos requieren de grupos polares por medio de los cuales la molécula se pueda adsorber sobre la superficie del metal (Uhlig, 2008), los mismos incluyen compuestos con elementos como nitrógeno, aminas, azufre y grupos hidroxilo. También juegan un papel importante el tamaño de la molécula, la orientación, la forma y la carga eléctrica de la superficie metálica (Dariva & Galio, 2014).

Recientemente, con el auge por desarrollar tecnologías amigables con el medio ambiente se han desarrollado los llamados Inhibidores Verdes o Biodegradables, los cuales se caracterizan por no poseer metales pesados u otros compuestos tóxicos, además diversos equipos de investigación han reportado su eficiencia como inhibidores de corrosión en medios ácidos y alcalinos (Amitha Rani & J. Basu, 2012). Estos inhibidores actúan como los no-biodegradables, es decir, se adsorben en la superficie del metal, tanto de manera física como química. A elevadas temperaturas la inhibición ocurre principalmente de manera química, pero se ha determinado que con tiempos de exposición prolongados la eficiencia del inhibidor disminuye, demostrando así que la adsorción ocurre predominantemente de forma física (Kesavan, Gopiraman, & Sulochana, 2012).

Dentro de estos inhibidores innovadores, se encuentran aquellos obtenidos a través de extractos de frutas o plantas, como por ejemplo: aloe vera, parchita, mango, entre otros. Estos trabajan a través de las pectinas, las cuales son coloides que tienen la

propiedad de absorber una gran cantidad de agua, pertenecen al grupo de los polisacáridos y se encuentran en la mayoría de los vegetales especialmente en los frutos cítricos (Nwanekezi & Alawuba, 1994). La pectina está formada esencialmente por largas cadenas de Ácido Galacturónico (Srinrangarajan & Shikhand, 1979), el cual posee propiedades antioxidantes (Bailey, 1984).

CAPITULO III

MARCO METODOLÓGICO

En esta sección se realiza un análisis de las herramientas necesarias para llevar a cabo el cumplimiento de los objetivos, se inicia con un diagrama de bloques de las actividades a realizar para el Trabajo Especial de Grado, seguidamente se plantean los equipos y el procedimiento a emplear, luego se detalla el proceso de selección del inhibidor más eficaz. Finalmente se establece un plan de trabajo cronológico donde se exponen las actividades y los tiempos necesarios para realizar las mismas.

DIAGRAMA DE BLOQUES

A continuación se presenta en la Figura 8 un diagrama de bloques de las actividades a realizar durante el desarrollo de la tesis de grado.

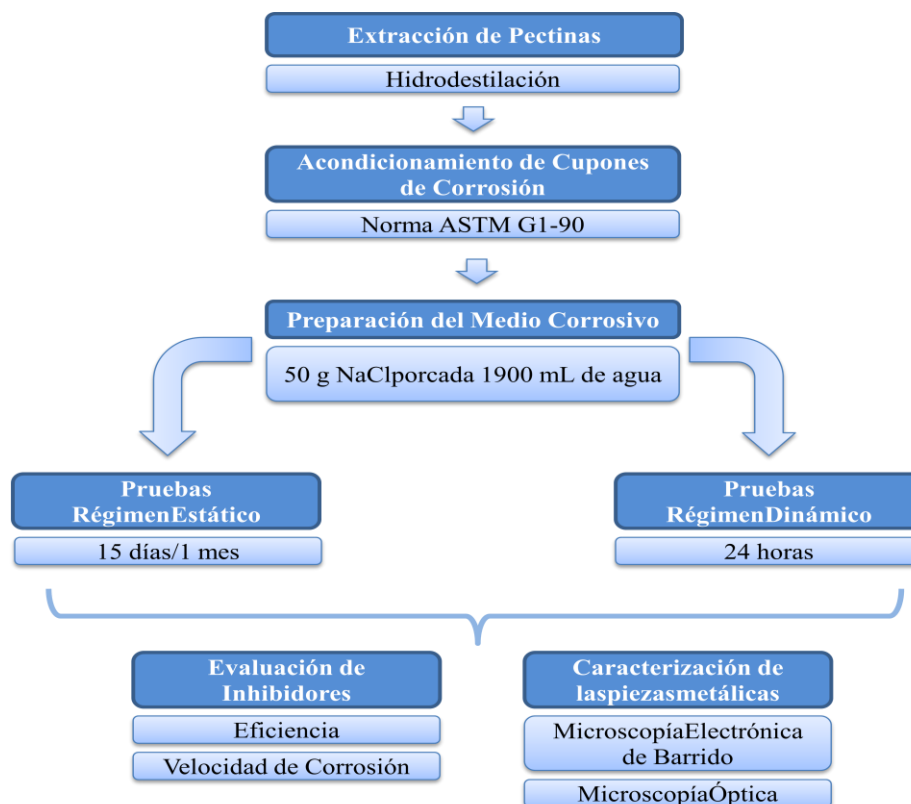


Figura 8. Diagrama de bloques de las actividades a llevar a cabo. (Elaboración propia)

EVALUACIÓN DEL COMPORTAMIENTO DE CORROSIÓN EN UN RÉGIMEN ESTÁTICO

A continuación se presentan los equipos a utilizar, así como también, el procedimiento para el desarrollo de las pruebas de corrosión en régimen estático:

Equipos:

- 11 Vasos de Precipitado de 400mL.
- 11 vidrios de reloj.
- 5 placas de Petri.
- 1 pinza.
- Estufa.
- Balanza (Marca Adventurer Ohaus. Capacidad máx.: 210g. Lectura mín.: 0,001g).

Procedimiento:

Las pruebas en régimen estático se realizan con el objetivo de observar el comportamiento de la corrosión en un medio salino de 5% NaCl, para las probetas de acero inoxidable (AISI 304) y acero al carbono (ASTM A53), a temperatura ambiente y presión de 1 atmósfera. El régimen estático se realiza en un período de tiempo de 15 días.

A continuación se detalla el procedimiento experimental para llevar a cabo la experiencia de corrosión en un régimen estático:

- Acondicionar las probetas para las pruebas de corrosión según las normas ASTM G1-90, cuyo procedimiento se encuentra detallado en el Apéndice A.1.
- Preparar el medio salino de acuerdo a la relación de 50g de Cloruro de Sodio (NaCl) por cada 1900mL de agua destilada.
- Agregar 300mL al vaso de precipitado de la solución salina preparada.

- Obtener el extracto a utilizar, de ser necesario, siguiendo los pasos expuestos en el Apéndice A.2 y agregar la cantidad necesaria siguiendo los pasos expuestos en el Apéndice A.3.
- Pesar en una balanza las probetas y reportar su valor. Para el acero inoxidable se usarán cuatro probetas, mientras que para el acero al carbono serán necesarias dos.
- Introducir las probetas con una pinza al vaso de precipitado y tapar con un vidrio de reloj.
- Verificar frecuentemente que el nivel del vaso de precipitado no haya disminuido, de ser así, agregar la solución salina para vencer la diferencia de nivel.
- Extraer con una pinza las probetas al cumplir quince días de inmersión.
- Realizar el proceso de decapado a las probetas, el cual se encuentra detallado en los Apéndices A.6 y A.7.
- Pesar las probetas decapadas en una balanza y reportar su valor.
- Realizar las pruebas analíticas correspondientes a las probetas.

El procedimiento explicado anteriormente se aplicará para el inhibidor de parchita y de naranja, los cuales se trabajarán a concentraciones de 1.000ppm a partir de soluciones madres de 20.000ppm (100%) y 10.000ppm (50%). Por otro lado, se realizará un blanco a temperatura ambiente y otro que será sometido a la temperatura de 65°C en la estufa, estos representarán los patrones para observar los cambios de corrosión y evaluar la eficiencia del inhibidor. Cada una de las pruebas mencionadas se hará por duplicado tanto para el acero inoxidable, como para el acero al carbono.

EVALUACIÓN DEL COMPORTAMIENTO DE CORROSIÓN EN UN RÉGIMEN DINÁMICO

Para el desarrollo de la investigación se utilizará un equipo para los ensayos corrosivos en régimen dinámico, previamente diseñado para tal fin, el cual se desarrolló en la Escuela de Química de la Facultad de Ingeniería en la Universidad

Central de Venezuela, el mismo se encuentra en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU) ubicado dentro de las instalaciones de la universidad. A continuación, se expone detalladamente la composición y operación del equipo.

Equipo:

El sistema donde se llevan a cabo los ensayos de corrosión en régimen dinámico está compuesto por materiales que no afectan las propiedades físico-químicas de las soluciones y otros elementos que se utilizan durante la experimentación, básicamente se constituye por tuberías de PVC (Policloruro de Vinilo), el cual es un polímero de alta resistencia y bajo costo económico. Es importante destacar, que se evitó el uso de metales en las uniones de tuberías y válvulas, evitando así la interferencia en los ensayos corrosivos. La Figura 9 muestra un diagrama de flujo que representa los elementos que constituyen el sistema mencionado anteriormente.

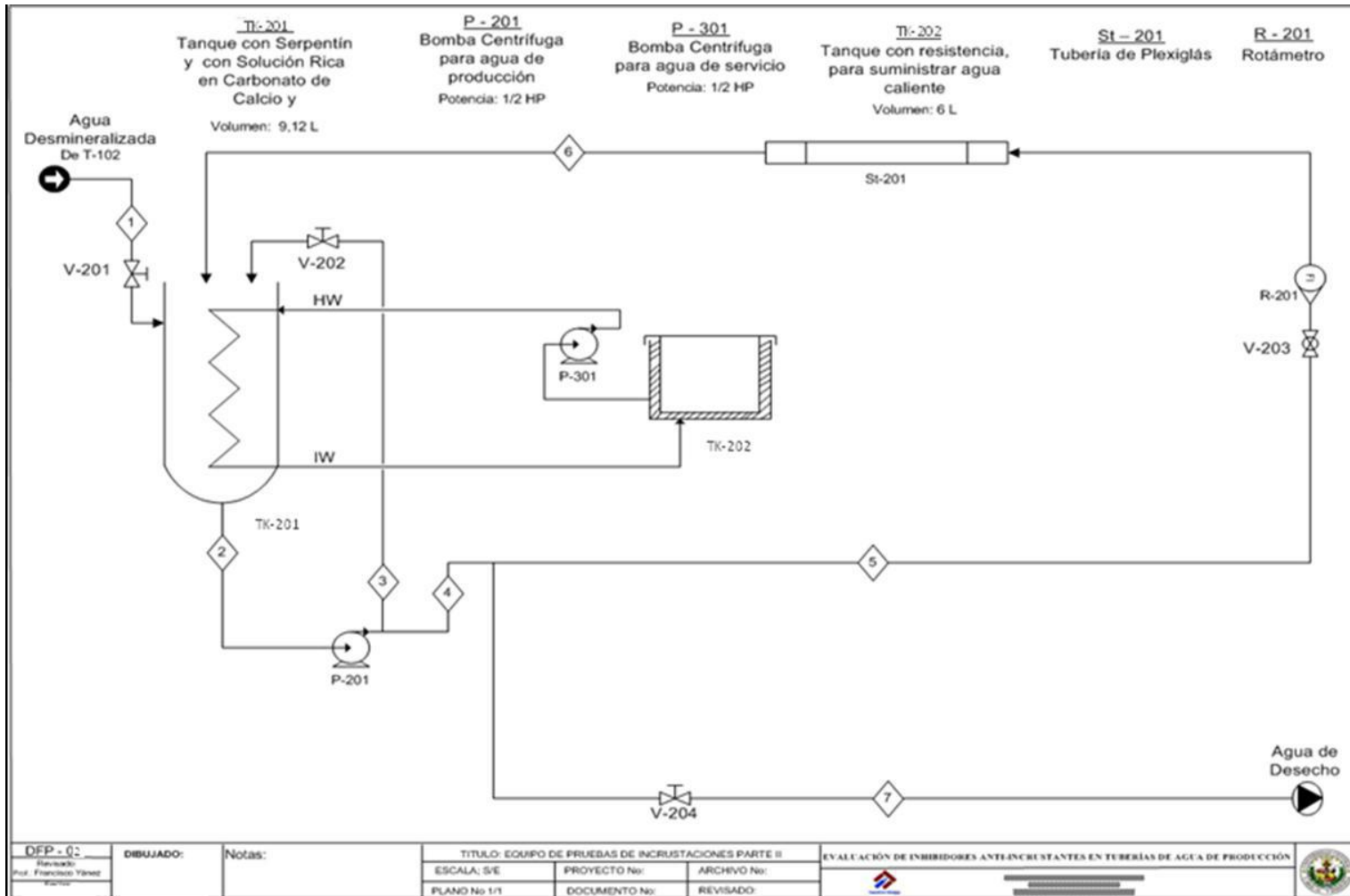


Figura 9. Diagrama de flujo de proceso del sistema continuo. (Cabrera & Losada, 2010)

A continuación se presentan los elementos que forman parte del diagrama anterior:

- Tanque de vidrio Q.V.F. y Schott & Gen Mainz (TK-201), con capacidad de 15 L, el cual contiene el medio corrosivo a utilizar.
- Dos (2) bombas centrífugas modelo Pedrollo y Domosa (P-201 y P-202) de 1/2 HP de potencia.
- Líneas de tubería de policloruro de vinilo (PVC) de 1 pulgada de diámetro nominal, cédula 80, y con una longitud total de 16 m.
- Un (1) Rotámetro (R-201) para líquido graduado en una escala comprendida entre cero (0) a cien (100) L/min, el mismo se utiliza para verificar el flujo de agua que circula por el sistema.
- Una (1) válvula de globo de acero inoxidable (V-202), a la entrada del rotámetro (R-201) que permite controlar la velocidad de flujo.
- Dos (2) válvulas tipo esfera de acero inoxidable distribuidas en el equipo, una para abrir y/o cerrar el paso a la recirculación (empleada junto con la válvula de globo para calibrar el rotámetro) y la otra para la purga o drenaje del sistema (V-201 y V-203).
- El espacio destinado para introducir los anillos Pall 5/8" y anillos de acero al carbono donde se generará el fenómeno de corrosión el cual consta de un tramo de tubería de plexiglás transparente de dos (2) pulgadas de diámetro (St-201). Dicha tubería consta además, de dos (2) rejillas o mallas de acero inoxidable de 200 Mesh ubicadas en la salida, cuya función es retener las partículas originadas del proceso de corrosión.
- Un (1) Tanque de aluminio (TK-102) con capacidad de 75 L, donde se almacena el agua desmineralizada previamente obtenida del proceso de desionización (ver apéndice A.3).
- Un (1) Tanque de calentamiento de aluminio (TK-202) recubierto con lona aislante y provisto con una (1) resistencia para calentar el fluido, un (1) termostato para regular la temperatura del agua y un (1) termómetro para realizar las mediciones necesarias de temperatura. El tanque esta enlazado a la bomba P-201, cuya función es impulsar el fluido caliente a través del

serpentín que está contenido en el tanque TK-201 y luego recircularla al tanque de aluminio TK-202 para culminar su recorrido.

- Una planta de agua desmineralizadora, la cual trata el agua cruda o agua natural (provista de iones y minerales), para la producción del agua desionizada. El procedimiento de puesta en marcha de esta planta, así como los equipos que la constituyen, serán descritos en el apéndice A.3.

Procedimiento:

- Calibrar el rotámetro a la velocidad de flujo requerida, verificando que todas las válvulas estén cerradas excepto la V-202.
- Verificar que el tanque TK-102 se encuentre con un mínimo de 50% de nivel de agua desmineralizada, de no ser así, emplear la planta desmineralizadora y llenar el tanque nuevamente.
- Extraer la cantidad necesaria de agua desmineralizada a un recipiente para la preparación de 15 L del medio corrosivo, teniendo en cuenta que por cada 1900 mL de agua se deben agregar 50g de NaCl.
- Obtener el extracto a utilizar, de ser necesario, siguiendo los pasos expuestos en el Apéndice A.2 y agregar la cantidad necesaria al recipiente, si se amerita, siguiendo los pasos expuestos en el Apéndice A.3 y verter en el tanque TK-201.
- Retirar la tubería de plexiglás para colocar los anillos Pall de 5/8" y cupones de acero al carbono previamente tratados, según sea necesario, removiendo la unión U-203, U-205, de esta forma se desprende el tubo de prueba y se procede a separar la unión U-204 para introducir los anillos.
- Colocar la sección de tubería nuevamente en su lugar.
- Encender la bomba P-201 para hacer circular el medio corrosivo.
- Encender la bomba P-202 para la circulación del agua de calentamiento e igualmente fijar la temperatura requerida mediante el termostato.
- Regular la velocidad de flujo del sistema manipulando la válvula V-203 y verificando la lectura en el rotámetro R-201.

- Apagar las bombas P-201 y P-202 pasado el tiempo de exposición estipulado, al igual que la resistencia del sistema de calentamiento. Tomar una muestra del medio antes de vaciar el sistema abriendo la válvula V-204.
- Desprender las uniones U-203 y U-205 de la tubería de plexiglás para así retirar el tubo de prueba y desprender la unión U-204, luego extraer los cupones de acero al carbono o los anillos Pall 5/8".
- Realizar el proceso de decapado a los cupones sometidos a corrosión (Ver Apéndice A.6 y A.7), así como también los análisis respectivos.
- Realizar un lavado del equipo tal como se indica en el Apéndice A.5.

Al igual que en el régimen estático, el procedimiento explicado anteriormente se aplicará para el inhibidor de parchita y de naranja, los cuales se trabajarán a concentraciones de 1000ppm a partir de soluciones madres de 20000ppm (100%) y 10000ppm (50%). Por otro lado, se realizará un blanco que representará el patrón para observar los cambios de corrosión y evaluar la eficiencia del inhibidor. Cada una de las pruebas mencionadas se hará por duplicado tanto para el acero inoxidable, como para el acero al carbono.

AVANCE DE LOS CUPONES METÁLICOS EMPLEADOS

Esta evaluación consiste en calcular un aproximado del área corroída y no corroída, determinando de esta manera el porcentaje atacado sobre el área total de la pieza. Se utiliza una cuadrícula sobre las fotografías superficiales de las muestras y se toman en cuenta las zonas donde se evidencia picadura, como se ejemplifica en la Figura 10.



Figura 10. Ejemplificación del empleo de la cuadrícula sobre las imágenes superficiales de las muestras.

COMPARACIÓN Y SELECCIÓN DEL INHIBIDOR MÁS EFICAZ.

Con la finalidad de escoger el inhibidor más eficaz son necesarias las comparaciones tanto de los resultados de las caracterizaciones, como de algunas pruebas. A continuación se presentan detalladamente los pasos a realizar para dicha selección.

Método Gravimétrico

Este método consiste en determinar la pérdida de peso que ha experimentado el metal en contacto con el medio corrosivo, para ello los cupones de acero inoxidable y acero al carbono son pesados antes de la prueba de corrosión y después del proceso de decapado (Ver Apéndice A.6 y A.7). Los datos obtenidos se emplean en la ecuación de velocidad de corrosión (Ver Apéndice A.8), en donde se obtiene un valor que puede estar expresado en las unidades expuestas en el Apéndice A.9, para el desarrollo de este Trabajo Especial de Grado se emplearán milipulgadas por año (mpy). Los datos obtenidos mediante este método serán comparados estadísticamente para evaluar las diferencias significativas que puedan existir, para ello se empleará un programa estadístico llamado JMP Pro, el cual permite estudiar diferentes niveles de significancia para los datos ingresados.

Eficiencia de los Inhibidores

El porcentaje de eficiencia de inhibidor permite comparar la acción de los mismos entre ellos, utilizando los datos de las velocidades de corrosión (Ver Apéndice A.8), tanto en presencia como en ausencia de los inhibidores. Una vez obtenidos dichos datos, se emplean en la ecuación expuesta en el Apéndice A.10, de la cual se obtiene el porcentaje de eficiencia. La eficiencia de inhibición será comparada utilizando el método estadístico mencionado anteriormente.

Caracterización de los cupones

Una vez se hayan realizado las pruebas en régimen estático y régimen dinámico se deben analizar las probetas mediante la técnica de microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido. Los análisis mencionados anteriormente se encuentran expuestos en la Tabla 1.

Tabla 1. Análisis para las probetas después de la experimentación.

Análisis	Base	Información proporcionada
Microscopía Electrónica de Barrido	El equipo dispone de un dispositivo que genera un haz de electrones para iluminar la muestra, luego se recogen con diferentes detectores los electrones generados de la interacción con la superficie de la misma, formando una imagen que refleja las características superficiales de la muestra.	Formas, texturas y composición elemental de los constituyentes de la muestra con aumento nanométrico
Microscopía Óptica	El equipo permite el paso de luz visible a través de un sistema de lentes ópticos simples o múltiples.	Magnificación de la muestra distinguiendo las posibles deformaciones que ocurren en la superficie

CAPÍTULO IV

RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En el presente capítulo se expondrán los resultados obtenidos a partir de los experimentos, así como también, la discusión de los mismos. En la primera sección se detalla el análisis químico de las aleaciones a estudiar, posteriormente, se evalúa el aspecto físico de las probetas durante las fases del proceso de corrosión. Seguidamente, a partir del método gravimétrico se presentan los resultados de velocidades de corrosión y eficiencia de los inhibidores empleados. Luego se muestran las imágenes correspondientes a la microscopía óptica (MO), comparando las probetas entre sí. Por último, se muestran las imágenes provenientes de la técnica de microscopía electrónica de barrido (MEB) para un análisis final.

ANÁLISIS QUÍMICO DE LOS METALES EMPLEADOS

Seguidamente, se presenta en la Tabla 2 la composición química de las aleaciones empleadas en las pruebas de corrosión del presente Trabajo Especial de Grado.

Tabla 2. Composición Química de los Cupones de Corrosión (Cheng & Rivero, 2011)

Material	Composición Química (%)							
	C	Mn	P	S	Si	Cr	Ni	N
Acero inoxidable AISI 304	0,08	2	0,045	0,03	0,75	18-20	8-10,5	0,10
Acero al carbono ASTM A53	0,25	0,95	0,05	0,06	-	-	-	-

AVANCE DE LOS CUPONES METÁLICOS EMPLEADOS

En esta sección se presentarán imágenes de las fases que experimentaron las probetas de acero al carbono y acero inoxidable durante la realización de las pruebas expuestas en la metodología.

Para las piezas de acero inoxidable no se realiza la evaluación de las áreas afectadas debido a que no presentaron cambios significativos, sin embargo, se presentará en la Figura 11 el comportamiento característico para cada condición, tanto para el régimen dinámico como estático.

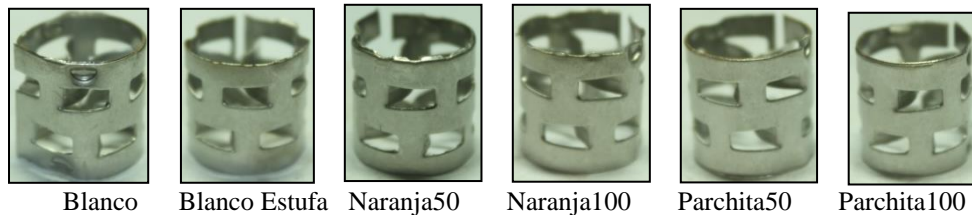


Figura 11. Comportamiento del acero inoxidable para cada condición evaluada.

Para el acero al carbono la primera fase representa el tubo original cortado en anillos de aproximadamente 1 cm de ancho. La segunda fase muestra la pieza anterior con la capa superficial retirada. En la tercera fase se evidencia el cupón cubierto por el inhibidor utilizado. En la fase final se muestra la probeta decapada con las imperfecciones producto de la corrosión. A continuación se presenta en la Figura 12 un ejemplo de las fases descritas anteriormente.

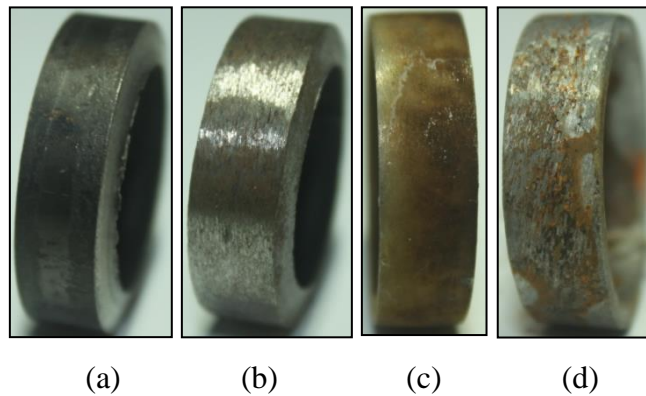


Figura 12. Evolución de las muestras de acero al carbono durante el proceso experimental. (a) Tubo original. (b) Pieza lijada. (c) Pieza con inhibidor. (d) Pieza decapada.

La última etapa fue la seleccionada para la evaluación de las áreas afectadas por el proceso de corrosión, para ello se emplea el método descrito en la metodología

para cada una de las piezas expuestas al régimen de flujo continuo. Los resultados obtenidos son presentados en la Tabla 3.

Tabla 3. Porcentajes de áreas corroídas y no corroídas de las piezas de acero al carbono en régimen dinámico (24h; 1,17 m/s; 65°C).

Muestra	Área Corroída (AC ± 1%)	Área no corroída (ANC ± 1%)
Blanco	57	43
Naranja 50%	51	49
Naranja 100%	31	69
Parchita 50%	29	71
Parchita 100%	41	59

Analizando los resultados obtenidos en la Tabla 3 se evidencia que el blanco supera los valores de área corroída del resto de las piezas en contacto con los inhibidores, lo cual coincide con lo expuesto en la literatura (Cheng & Rivero, 2011). En cuanto a los inhibidores, el extracto de naranja a una concentración de 50% presenta un porcentaje de área corroída mayor que la parchita al 100%, le sigue la naranja al 100% y por último la parchita al 50%, siendo este último el que presentó el mejor resultado.

Es importante destacar que para todas las piezas evaluadas en contacto con los extractos se evidencian áreas que no fueron afectadas por la corrosión, lo cual da indicios de la efectividad del mismo como inhibidor sobre la superficie del metal.

A continuación en la Tabla 4 se presentan los valores de porcentajes de áreas de corrosión para las muestras empleadas en régimen estático.

Tabla 4. Porcentajes de áreas corroídas y no corroídas de las piezas de acero al carbono en régimen estático (15 d; 25°C).

Muestra	Área Corroída (AC ± 1%)	Área no corroída (ANC ± 1%)
Blanco	55	45
Blanco Estufa	61	39
Naranja 50%	54	46
Naranja 100%	52	48
Parchita 50%	41	59
Parchita 100%	36	64

La Tabla 4 evidencia que el blanco que fue sometido a la temperatura de 65°C presenta mayor corrosión que aquel expuesto a la temperatura ambiente. De igual forma, al compararlos con las piezas en presencia de inhibidor se observa que las últimas tienen un menor porcentaje de área corroída, como se expone en los antecedentes (Freitas & González, 2011). También se refleja que el extracto de parchita a la concentración de 100% tiene los mejores resultados como inhibidor, siguiéndole la parchita al 50%, luego el de naranja con un 100% de concentración y por último el de 50%. Vale destacar que ambas concentraciones del extracto de naranja tuvieron comportamientos similares al blanco.

COMPARACIÓN Y SELECCIÓN DEL INHIBIDOR MÁS EFICAZ

Método gravimétrico: Velocidades de corrosión y eficiencias de inhibición

- Pruebas en medio salino en un sistema de flujo continuo.

En esta sección se presentarán los resultados obtenidos a través del método gravimétrico para las probetas de acero al carbono bajo condiciones críticas en un sistema continuo de medio salino. A continuación se exponen los valores obtenidos para las velocidades de corrosión.

Tabla 5. Velocidades de Corrosión obtenidas para los cupones de acero al carbono y acero inoxidable en un sistema de flujo continuo (24h; 1,17 m/s; 65°C).

Inhibidor	Velocidad de Corrosión (mpy)	
	Acero al carbono	Acero inoxidable
Sin inhibidor - Blanco	106,91	20,20
Parchita 50%	83,03	0,21
Parchita 100%	86,93	1,17
Naranja 50%	96,13	0
Naranja 100%	87,83	0

Como puede observarse en la Tabla 5, el acero al carbono sin inhibidor presenta el mayor valor de velocidad de corrosión, como era de esperarse al estudiar los antecedentes (Cheng & Rivero, 2011). Al evaluar este resultado estadísticamente, se observa que es significativamente más alto que el de los inhibidores evaluados a un nivel de significancia de 99%. Para observar diferencias estadísticas entre los inhibidores, el nivel de significancia empleado fue del 85%, donde se determinó que la naranja al 50% de concentración presenta una corrosión más acelerada que el resto de los inhibidores empleados. Mientras más alto sea el porcentaje de significancia existe más evidencia para confirmar las afirmaciones planteadas.

Por otra parte, para el acero inoxidable no se presentó una diferencia significativa entre los valores, sin embargo, se evidencia que el mayor valor de velocidad de corrosión corresponde a los cupones sin inhibidor, lo cual como se mencionó anteriormente, va en línea con lo expuesto en los antecedentes. Es importante destacar que las velocidades de corrosión son sumamente bajas con respecto a las que se obtienen con el acero al carbono, lo cual coincide con lo que se esperaba, ya que el acero inoxidable posee una alta resistencia a la corrosión.

Ahora bien, una vez obtenidos los valores de velocidad de corrosión, se procede a calcular la eficiencia de inhibición para cada compuesto orgánico empleado, dichos valores se presentan a continuación.

Tabla 6. Eficiencias de Inhibidor obtenidas para los cupones de acero al carbono y acero inoxidable en un sistema de flujo continuo (24h; 1,17 m/s; 65°C).

Inhibidor	Eficiencia de Inhibidor (%)	
	Acero al carbono	Acero inoxidable
Parchita 50%	27,10	0
Parchita 100%	19,13	0
Naranja 50%	13,10	0
Naranja 100%	21,66	0

Al observar la Tabla 6 para el acero al carbono, se aprecia un incremento de la eficiencia de inhibición a medida que aumenta la concentración de naranja, lo cual cumple con lo expuesto en los antecedentes, donde establecen que la acción del inhibidor es directamente proporcional a la concentración del extracto, hasta un punto en donde dicha acción comienza a decaer (Loaiza & Vidales, 2013), caso que se observa con la parchita, donde la mayor eficiencia se obtuvo para la menor concentración.

Al comparar los resultados estadísticamente, se establece que los inhibidores de parchita al 50% y naranja al 100% generan el mismo efecto al evaluarlos con un nivel de significancia del 80%, dando como resultado que este último sea uno de los mejores como se esperaba con los antecedentes, donde obtuvieron una eficiencia del 95% (Gomes, Rocha, & D'Elia, 2011), es posible que se tenga que utilizar un método de extracción diferente para obtener mayores concentraciones que incrementen la eficiencia de inhibición.

La naranja al 50% obtuvo los valores más bajos de eficiencia de inhibición, mientras que la parchita al 100% obtuvo resultados comparables con la naranja al 100%, pero significativamente más bajos que la parchita al 50%.

En cuanto a los resultados del acero inoxidable, se puede evidenciar que no existe una eficiencia de inhibición para ninguno de los compuestos evaluados.

Al haber empleado las mismas condiciones de operación establecidas en uno de los antecedentes, es posible comparar los resultados obtenidos en ambos trabajos. Se

observa que obtuvieron una eficiencia de inhibición para el acero al carbono del 51% con el aloe vera y del 12% con el extracto de mango (Cheng & Rivero, 2011), teniendo entonces que el aloe vera sigue siendo el mejor inhibidor orgánico a utilizar en sistemas dinámicos, pero los extractos evaluados en el presente trabajo especial de grado tienen potencial si se emplean a las concentraciones adecuadas, las cuales pueden ser determinadas en futuros trabajos de investigación.

- Pruebas en medio salino en un sistema estático.

Seguidamente se expondrán los resultados obtenidos a través del método gravimétrico para las probetas de acero al carbono en un sistema estático de medio salino. A continuación se exponen los valores obtenidos para las velocidades de corrosión.

Tabla 7. Velocidades de Corrosión obtenidas para los cupones de acero al carbono y acero inoxidable en un sistema estático (15 d; 25°C).

Inhibidor	Velocidad de Corrosión (mpy)	
	Acero al carbono	Acero inoxidable
Sin inhibidor - Blanco	2,52	0.33
Parchita 50%	3,25	0.03
Parchita 100%	2,26	0
Naranja 50%	3,41	0
Naranja 100%	3,31	0.01

Como puede observarse en la Tabla 7, para los dos (2) tipos de acero los valores que se obtienen resultan ser muchos menores comparados con los expuestos en la sección anterior para un sistema continuo, esto corrobora lo expuesto en la literatura (Cheng & Rivero, 2011; Freitas & González, 2011).

Al comparar estadísticamente los resultados del acero al carbono, se observa que no existe diferencia significativa a un nivel de 80% entre todas las condiciones evaluadas. Lo mismo ocurre con el acero inoxidable.

Una vez definidos los valores de velocidad de corrosión, se determinaron las eficiencias de inhibición para cada compuesto orgánico empleado, dichos valores se observan en la Tabla 8.

Tabla 8. Eficiencias de Inhibidor obtenidas para los cupones de acero al carbono y acero inoxidable en un sistema estático (15 d; 25°C).

Inhibidor	Eficiencia de Inhibidor (%)	
	Acero al carbono	Acero inoxidable
Parchita 50%	5,09	0
Parchita 100%	11,61	0
Naranja 50%	0	0
Naranja 100%	0	0

Al observar la Tabla 8, se aprecia que para el acero al carbono el inhibidor de naranja en las concentraciones evaluadas generó un incremento en la corrosión, es decir su eficiencia fue del 0%. Por otra parte, los inhibidores de parchita obtuvieron los mejores resultados, siendo el de 100% de concentración el mejor de todos a un nivel de significancia del 80%.

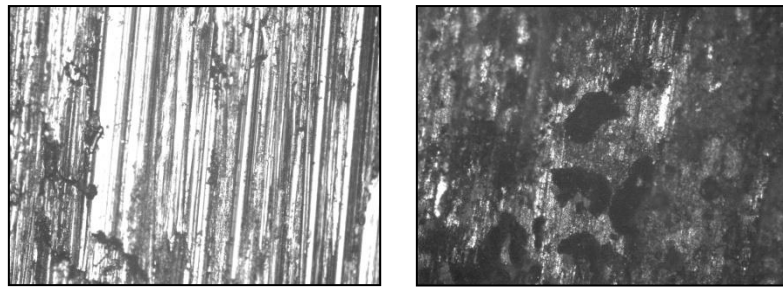
A diferencia de los resultados en régimen dinámico, se observa que la mayor eficiencia se obtiene a la mayor concentración, lo cual indica que la acción del flujo sobre las piezas metálicas supone un factor importante a tener en cuenta para la selección del inhibidor a utilizar. Lo expuesto anteriormente coincide con literatura donde, al evaluar los mismos inhibidores sobre piezas de acero al carbono, en régimen dinámico el mejor inhibidor fue el aloe vera (Cheng & Rivero, 2011), mientras que para el régimen estático fue el extracto de mango (Freitas & González, 2011).

Para el acero inoxidable se observa que ningún inhibidor evaluado generó mejoras en cuanto a la corrosión, ya que sus eficiencias fueron del 0%. De igual forma que los resultados en flujo continuo se corrobora la alta resistencia que tiene este tipo de metal a la corrosión.

Caracterización de los cupones metálicos empleados: Microscopía Óptica.

- Pruebas en medio salino en un sistema de flujo continuo

A continuación se presentarán en las Figuras 13, 14 y 15 las imágenes obtenidas mediante el método de microscopía óptica (MO) a un aumento de 200X, para las piezas expuestas a las pruebas de corrosión en régimen dinámico.



Probeta Original (a).

Probeta Blanco (b).

Figura 13. Microscopía óptica de la pieza lijada previo a las pruebas de corrosión (a) y de la pieza lijada posterior a las pruebas de corrosión (b) en régimen dinámico.

De acuerdo a la Figura 13, al comparar la probeta original con la probeta correspondiente al blanco, se observa que la última fue afectada al ser expuesta a las pruebas de corrosión. La pieza presenta tanto corrosión uniforme como corrosión por picaduras, siendo éstos los resultados esperados tomando en cuenta los antecedentes (Cheng & Rivero, 2011; Freitas & González, 2011).

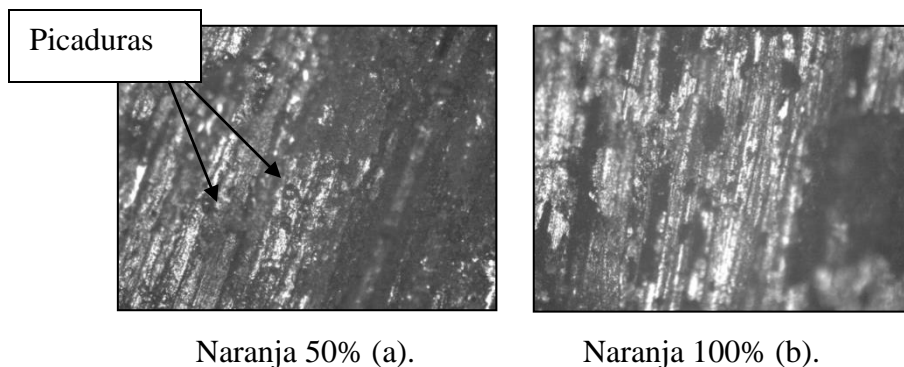


Figura 14. Microscopía óptica de la pieza posterior a las pruebas de corrosión con extracto de naranja en régimen dinámico al 50% de concentración (a) y al 100% de concentración (b).

En la Figura 14 se exponen las imágenes de las muestras que fueron sometidas al medio salino en régimen dinámico con el extracto de naranja en ambas concentraciones. Comparándolas entre sí, se detalla que para la concentración de 100% se obtuvo un mejor comportamiento al presentar menos corrosión por picadura, sin embargo, para los dos (2) casos se produjo este tipo de corrosión además de la corrosión uniforme.

Ahora bien, comparando estas imágenes con el blanco expuesto en la Figura 13 (b), se observa que las muestras tratadas con el extracto de Naranja a 50 y 100%, presentaron menor daño localizado en la superficie expuesta.

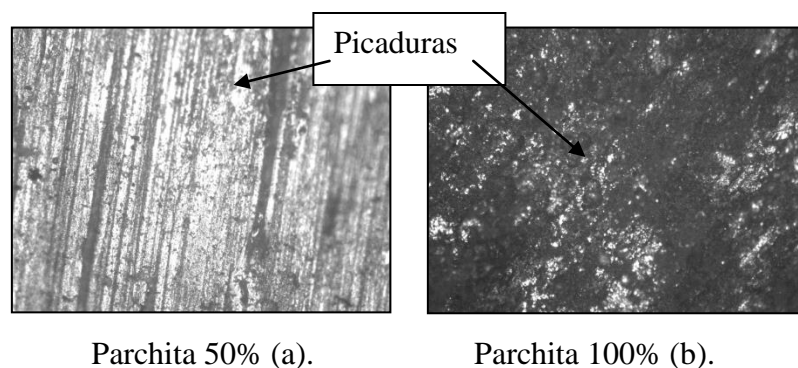


Figura 15. Microscopía óptica de la pieza posterior a las pruebas de corrosión con extracto de parchita en régimen dinámico al 50% de concentración (a) y al 100% de concentración (b).

Para el caso del extracto de parchita, se expone en la Figura 15 que las probetas se

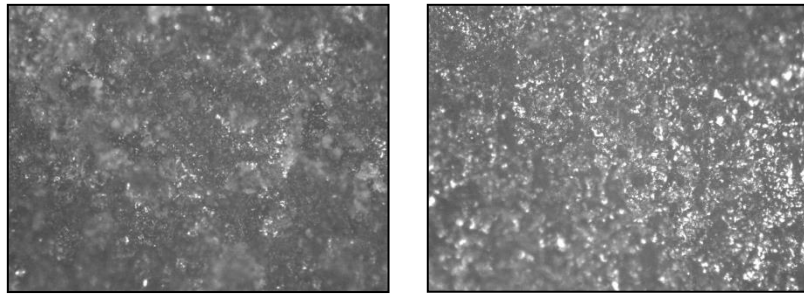
vieron afectadas igualmente por la corrosión uniforme y por la corrosión por picaduras. Sin embargo, se destaca un buen comportamiento en el extracto de parchita a la concentración de 50%, lo cual muestra un efecto positivo del mismo como inhibidor de corrosión. Es importante destacar que para la concentración de 100%, las piezas fueron analizadas por este método tiempo después de haber sido decapadas y para el momento de realizar la microscopía óptica las probetas habían sido afectadas por el medio ambiente, cambiando su estado físico de manera negativa y generando un gran error para el análisis visual del mismo.

Comparando las imágenes del extracto de parchita con el blanco expuesto en la Figura 13 (b) se observa que el extracto a la concentración de 50% actúa como inhibidor de corrosión, mientras que el extracto a la concentración de 100% se ve incluso con mayor corrosión que el blanco, esto se debe al error mencionado anteriormente.

Finalmente, a manera de obtener un orden del comportamiento como inhibidor entre el extracto de naranja y parchita, se hizo una comparación entre las piezas expuestas anteriormente, dando como mejor comportamiento de inhibición la parchita 50%, siguiéndole la naranja 50%, después la naranja 100% y por último la parchita 100%, teniendo en cuenta que esta última presenta un error, haciendo que el orden sea aún más subjetivo, por lo que se verificará con los posteriores análisis a realizar.

- Pruebas en medio salino en un sistema estático

Con respecto a las piezas expuestas a las pruebas de corrosión en régimen estático, se muestran en las Figuras 16, 17 y 18 las imágenes obtenidas mediante el método de microscopía óptica (MO).

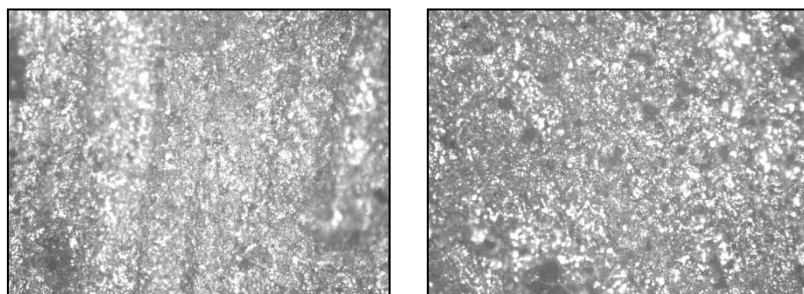


Blanco (a)

Blanco Estufa (b)

Figura 16. Microscopía óptica de la pieza posterior a las pruebas de corrosión en régimen estático sin inhibidor a la temperatura ambiente (a) y a la temperatura de 65 °C (b).

Con el objeto de evaluar la superficie de las piezas presentadas en la Figura 16, se hizo una comparación con la superficie de la muestra antes de ser sometida al medio salino, la cual fue representada en la Figura 13 (a), observándose entonces, que las piezas correspondientes al blanco tanto a temperatura ambiente (a) como a la temperatura de 65 °C (b) se vieron afectadas por la corrosión. Estos resultados corroboran lo expuesto en los antecedentes (Cheng & Rivero, 2011; Freitas & González, 2011). Las muestras presentaron corrosión uniforme y corrosión por picaduras, siendo esta última la que se encuentra en mayor proporción en la Figura 16 (b).



Naranja 50% (a)

Naranja 100% (b)

Figura 17. Microscopía óptica de la pieza posterior a las pruebas de corrosión en régimen estático con extracto de naranja al 50% de concentración (a) y al 100% de concentración (b).

En lo concerniente al extracto de naranja, se presentan en la Figura 17 las imágenes superficiales de las piezas que fueron expuestas a las pruebas de corrosión en régimen estático junto al extracto mencionado, a una concentración de 50% (a) y 100% (b). Se observa que para ambas concentraciones, el comportamiento de la corrosión fue similar, presentándose tanto corrosión uniforme como corrosión por picaduras. Sin embargo, comparando estas imágenes con la presentada en la Figura 16 (a), se detalla que se logra un menor ataque localizado en las muestras sometidas a inhibidor de naranja con concentraciones de 50 y 100%, teniendo menor daño en la superficie del metal que había sido tratada con extracto de naranja a 50%

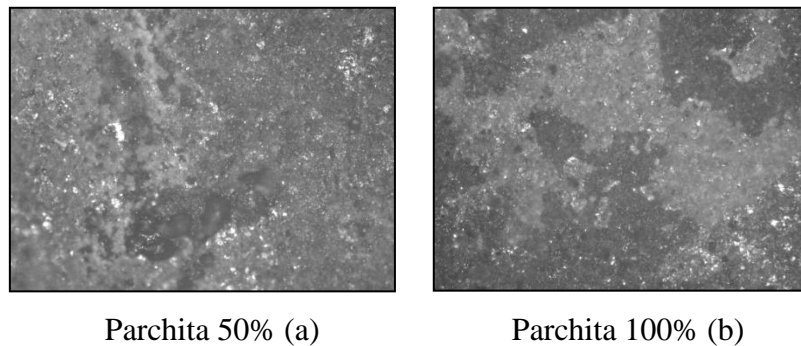


Figura 18. Microscopía óptica de la pieza posterior a las pruebas de corrosión en régimen estático con extracto de parchita al 50% de concentración (a) y al 100% de concentración (b).

Se reflejan en la Figura 18, las imágenes de las superficies de las muestras que fueron sometidas a las pruebas de corrosión con el extracto de parchita a ambas concentraciones. Las probetas, tanto para la concentración de 50% (a) como para la de 100% (b), presentaron corrosión uniforme y corrosión por picadura, sin embargo, al comparar estas imágenes con la presentada en la Figura 16 (a), se observa como la corrosión por picadura fue reducida significativamente. De igual modo, al comparar la Figura 17 con la Figura 18, se percibe que el extracto de parchita tiene mejor capacidad para reducir la corrosión por picaduras que el extracto de naranja. Comparando la Figura 18 (a) y 18 (b), se evidencia que el extracto de parchita a la concentración de 100%, presenta un mejor comportamiento de inhibición que a la concentración de 50% al poseer menos áreas corroídas.

A los efectos de obtener un orden del comportamiento como inhibidor entre el extracto de naranja y parchita, se hizo al igual que en el régimen dinámico, una comparación entre las piezas expuestas anteriormente, dando como mejor comportamiento de inhibición la parchita 100%, siguiéndole la parchita 50%, luego la naranja al 50% y 100%. Es importante mencionar que este orden es subjetivo y se verificará con los posteriores análisis a realizar.

Caracterización de los cupones metálicos empleados: Microscopía Electrónica de Barrido.

En esta sección se presenta el análisis de los resultados obtenidos mediante el método de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), aplicado a las muestras más representativas de los experimentos, en este caso se evaluaron las piezas sometidas al medio salino en flujo continuo, tomando entonces, una probeta por inhibidor estudiado y el patrón para su posterior comparación.

La Figura 19 muestra la fotomicrografía de la muestra de acero al carbono ASTM A53, sometido a las pruebas de corrosión sin la presencia de inhibidor.

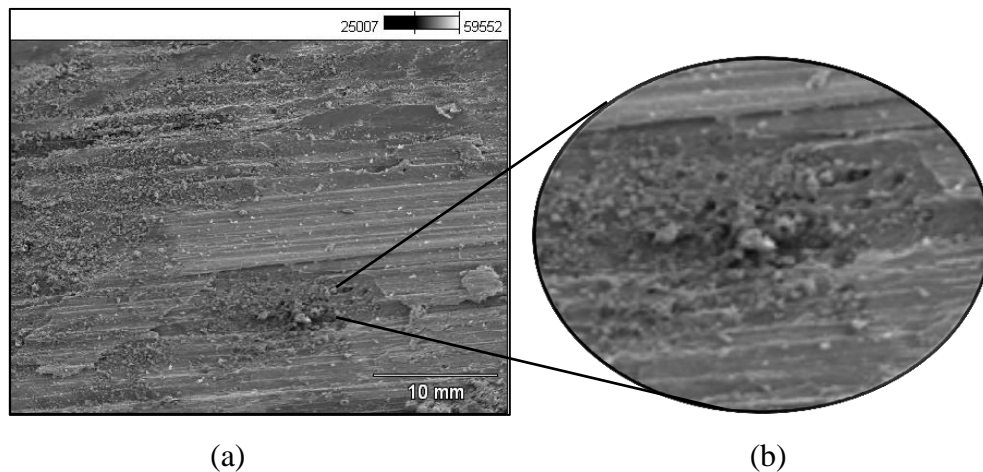


Figura 19. Imagen de MEB con un aumento de 100X para la muestra sin inhibidor de acero al carbono. (a) Vista general. (b) Detalle de la zona con picadura.

En la Figura 19 (a) se evidencia la formación de corrosión sobre toda la superficie del metal, de igual manera, se nota la presencia de picaduras repartidas sobre la pieza,

tal como se enfatiza en el acercamiento de la Figura 19 (b). Es importante destacar que no se observan zonas de metal expuesto, es decir, la corrosión cubre toda la región fotografiada.

Los metales presentes de forma general en la Figura 20 se pueden visualizar en la Espectroscopia por Dispersión en Energía de Rayos X (EDX) que se muestra a continuación.

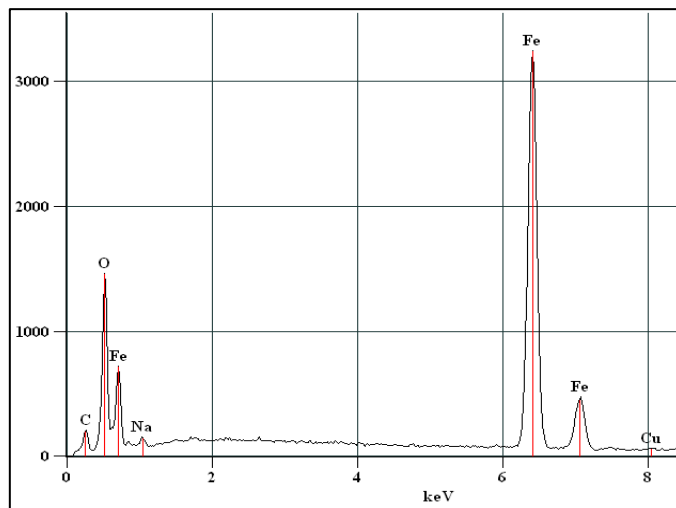


Figura 20. EDX de la muestra sin inhibidor de acero al carbono.

Comparando los elementos obtenidos se observa como el oxígeno (O) y el hierro (Fe) se encuentran en mayor cantidad que el resto, indicando la presencia de óxido de hierro como producto de corrosión. Este resultado va en línea con lo presentado en la bibliografía (Cheng & Rivero, 2011; Freitas & González, 2011) y a su vez corrobora lo discutido para la Figura 19.

Una vez analizada la muestra de referencia se procede a evaluar las piezas que estuvieron en contacto con los inhibidores. Comenzando con el extracto de naranja se tiene la imagen presentada a continuación.

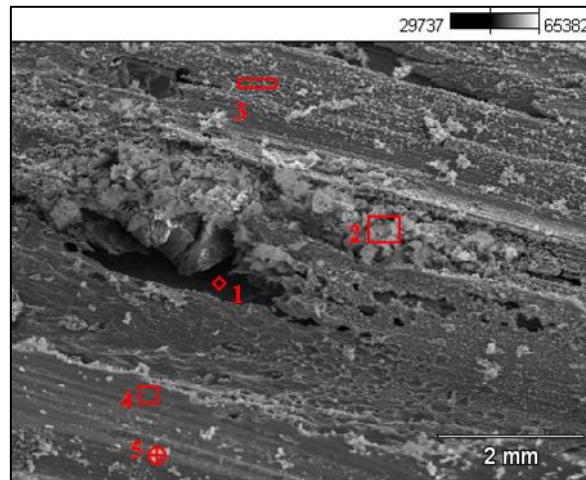


Figura 21. Fotomicrografía de la pieza de acero al carbono en presencia de inhibidor de naranja.
Aumento de 500X

Como se observa en la Figura 21, el extracto de naranja generó tres (3) zonas distintas sobre la superficie del metal. La primera, representada por el número uno (1), evidencia la presencia de huecos lo cual probablemente se deba a la formación de picaduras que junto con la acción del fluido, generaron el daño con pérdida severa de material. La segunda zona, representada por los números dos (2), tres (3) y cinco (5), contempla una formación que posiblemente se deba a residuos de sodio (Na) provenientes del proceso de decapado, cuya presencia es repetitiva sobre toda la región. La última, se observa en el punto cuatro (4) y refleja una capa homogénea sobre el metal.

Para la evaluación de los elementos presentes en las zonas mencionadas anteriormente, se presentarán en las Figuras 22, 23 y 24 los resultados del EDX para cada una de ellas.

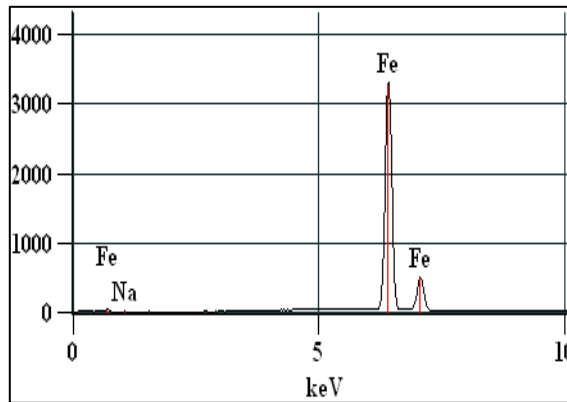


Figura 22. EDX de la muestra de acero al carbono en presencia de extracto de naranja para la zona 1.

En la Figura 22 se observa la elevada presencia de hierro (Fe), indicando que el metal se encuentra expuesto, no se evidencia la existencia de carbono (C), lo cual puede deberse a que al encontrarse en una zona de picadura, el tiempo o la fuerza de la energía de rayos X utilizada, no fueron suficientes para percibir este elemento.

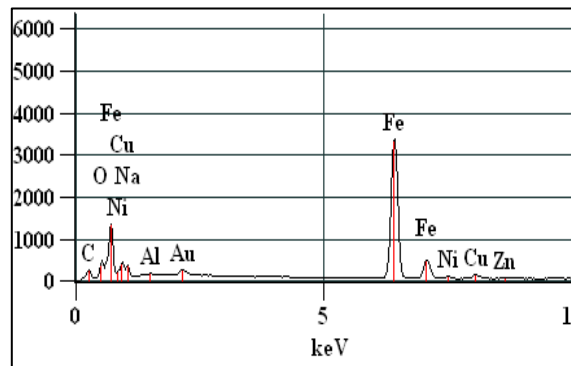


Figura 23. EDX de la muestra de acero al carbono en presencia de extracto de naranja para la zona 2.

Para la zona 2 se observa en la Figura 23 una alta presencia de hierro (Fe) y oxígeno (O) en comparación con los demás elementos, esto indica la presencia de óxidos de hierro como productos de corrosión. Al contrastar estos resultados con los obtenidos para el blanco en la Figura 20, se detalla que la mayor formación de óxido ocurrió en la muestra patrón, lo que significa que el extracto de naranja tuvo un efecto inhibitor sobre esta región.

La formación de color blanco que se muestra en la Figura 21 posiblemente se obtiene como residuo del proceso de decapado, donde se utiliza hidróxido de sodio (NaOH), ya que se evidencia la presencia de sodio (Na) en la espectroscopía. Además, existe la presencia de carbono (C), el cual pudiera provenir del inhibidor que no fue eliminado en el proceso de decapado.

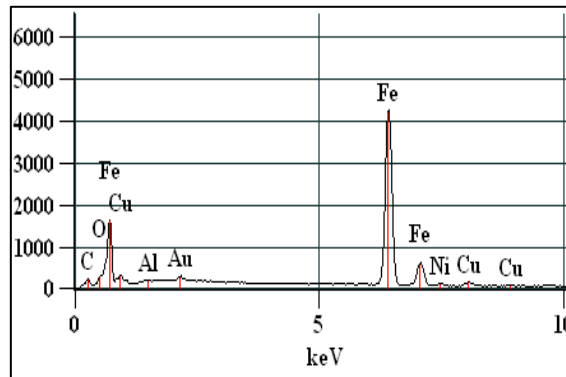


Figura 24. EDX de la muestra de acero al carbono en presencia de extracto de naranja para la zona 3.

En lo concerniente a la última zona, en la Figura 24 se evidencia la ausencia de sodio (Na) indicando una zona libre de residuos, teniendo entonces producto de corrosión (óxido de hierro) y posiblemente residuos de inhibidor, al igual que en la Figura 23.

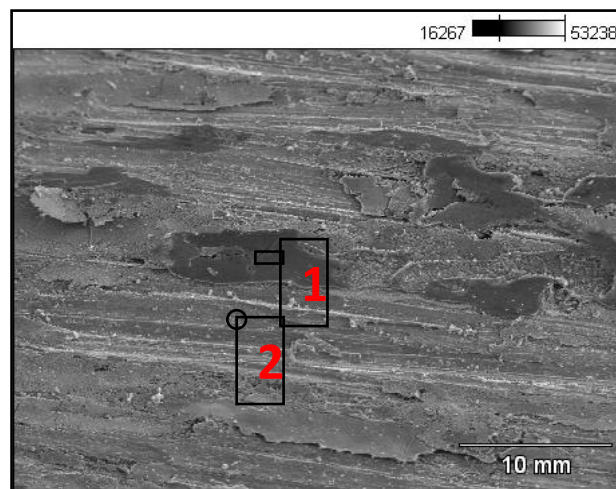


Figura 25. Fotomicrografía de la pieza de acero al carbono en presencia de inhibidor de parchita. Aumento de 100X.

Ahora bien, analizando la muestra que estuvo en presencia del extracto de parchita, se observan en la Figura 25 dos zonas. La primera, representa una capa del inhibidor empleado y la segunda es el metal con productos de corrosión. Comparando esta pieza con las Figuras 19 y 21 se evidencia que el extracto de parchita redujo considerablemente la formación de picaduras, demostrando así que éste cumple mejor su función como inhibidor y verifica lo expuesto en los resultados de eficiencia de inhibición presentados anteriormente.

Para evaluar los elementos presentes en ambas zonas se mostrarán en las Figuras 26 y 27, las espectroscopias de estas regiones.

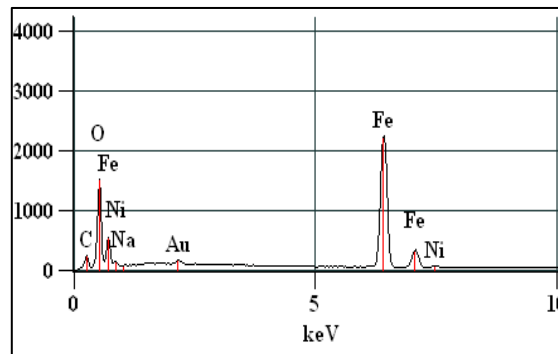


Figura 26. EDX de la muestra de acero al carbono en presencia de extracto de parchita para la zona 1.

Al observar la Figura 26, los picos más elevados son los de hierro (Fe) y oxígeno (O) que al ser comparados con los obtenidos para el blanco y el extracto de naranja en las Figuras 20 y 23, respectivamente, resultan ser más pequeños, este comportamiento se traduce en menor formación de productos de corrosión. También se puede decir que parte de la presencia de oxígeno (O) se le puede atribuir a los residuos de inhibidor como compuesto orgánico, del mismo modo ocurre con el carbono (C).

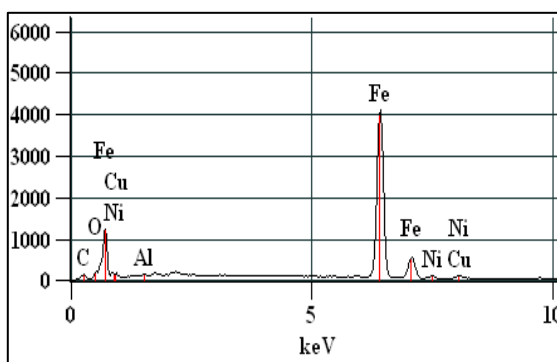


Figura 27. EDX de la muestra de acero al carbono en presencia de extracto de parchita para la zona 2.

En la Figura anterior se evidencia un pico menor de carbono (C) al compararlo con la Figura 26, esto se debe a que no hay presencia de inhibidor, quedando expuesto el metal para la formación de productos de corrosión.

Es importante destacar que en todas las espectroscopias evaluadas, a excepción de la pieza sin inhibidor, existe la presencia de níquel (Ni) lo que indica que es un elemento derivado del solvente empleado para las extracciones de los inhibidores.

También se destaca la presencia del cobre (Cu) en los EDX de todas las muestras, el cual puede provenir de las bombas empleadas en los experimentos corrosivos en flujo continuo.

CONCLUSIONES

Una vez discutidos los resultados del Trabajo de Investigación para los ensayos realizados a las piezas de acero al carbono y acero inoxidable, se presentan las conclusiones más relevantes.

- En la evaluación de porcentaje de áreas corroídas y no corroídas del acero al carbono, se obtuvo el mejor aspecto físico en el régimen dinámico con el inhibidor de parchita a una concentración de 50%, mientras que para el régimen estático el mejor lo obtuvo la parchita al 100%.
- Se evidencia como mejor inhibidor la parchita al 50% de concentración con un 27% de eficiencia de inhibición y la naranja al 100% de concentración con un 22%, para las pruebas de corrosión en régimen dinámico sobre cupones de acero al carbono.
- Se obtuvo como mejor inhibidor evaluado para los ensayos en régimen estático sobre piezas de acero al carbono, la parchita al 100% de concentración con un 12% de eficiencia.
- Se comprueba la importancia de la acción del flujo sobre la selección del inhibidor a utilizar.
- La parchita al 50% de concentración y la naranja al 100% tienen un mejor desempeño como inhibidores en régimen dinámico al compararlos con el extracto de mango evaluado en los antecedentes (12%), pero resultan ser significativamente menores a la eficiencia de 51% del aloe vera.
- Se corrobora la alta resistencia a la corrosión que tiene el acero inoxidable, al no observarse cambios significativos en las pruebas experimentales.
- Se obtienen los mejores resultados de microscopía óptica para los inhibidores de parchita, tanto en el régimen estático como dinámico.
- En los dos ensayos microscópicos se corrobora la existencia de corrosión uniforme y por picaduras en las piezas evaluadas, existiendo una mejora significativa para el extracto de parchita.

- Se verifica que las muestras sometidas a las pruebas de corrosión sin inhibidor sufren un ataque más agresivo y acelerado.
- La acción inhibidora del extracto de parchita tanto para el régimen dinámico como estático es superior, lo cual se comprueba en todos los análisis realizados.

RECOMENDACIONES

A lo largo de la realización de este Trabajo Especial de Grado surgieron diferentes recomendaciones que se mencionarán a continuación y pueden ser de gran utilidad para futuros experimentos en el tema de corrosión.

- Realizar labores de mantenimiento preventivo y correctivo a todo el sistema de tuberías, tanques y bombas que conforman el equipo de sistema de flujo continuo ubicado en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Escuela de Ingeniería Química, para de esta manera evitar problemas en plena realización de los experimentos.
- Realizar la comprobación de la efectividad de las resinas de intercambio iónico de la planta desmineralizadora, así como también, la verificación de la ausencia de fugas en el sistema de tuberías.
- Trabajar con diferentes concentraciones de extractos que permitan la obtención y determinación del punto óptimo en donde la eficiencia es mayor.
- No incluir probetas o piezas de acero inoxidable como elemento comparativo en pruebas y análisis de corrosión, ya que el mismo no arroja información relevante en cuanto a los extractos utilizados debido a su comprobada resistencia a la corrosión.
- Decapar las piezas evaluadas lo más próximo a la culminación de las pruebas experimentales, de esta manera se evitan posibles errores que afecten los resultados.
- Caracterizar las piezas con las técnicas de laboratorio pertinentes, lo más cercano posible al momento del decapado de las probetas, de esta manera se evitan posibles errores que puedan afectar la discusión de los resultados y por ende las conclusiones.

BIBLIOGRAFÍA

1. Ahmad, Z. (2006). *Principles of Corrosion Engineering and Corrosion Control*. Butterworth: Elsevier.
2. Amitha Rani, B. E., & J. Basu, B. B. (2012). Green Inhibitors for Corrosion Protection of Metals and Alloys: And Overview. *International Journal of Corrosion* , 2-8.
3. Aran, A. (2007). *Manufacturing Properties of Engineering Materials*. Estambul: ITU Department of Mechanical Engineering.
4. ASM International. (2011). *Corrosion: Understanding The Basics*. Ohio: ASTM International.
5. ASTM International. (2004). *Standard Practice for Laboratory Immersion Corrosion Testing of Metals. ASTM G-31-72*. Pennsylvania.
6. Bailey, A. (1984). *Aceites y grasas industriales*. Barcelona: Editorial Reverté.
7. Bilurbina, L., Liesa, F., & Iribarren, J. (2003). *Corrosión y Protección*. Barcelona: Universitat Politècnica de Catalunya.
8. Cabrera, R. A., & Losada, R. A. (2010). *Evaluación de Inhibidores de incrustaciones en tuberías de agua de producción en presencia de CO₂*. Trabajo Especial de Grado. Universidad Central de Venezuela, Caracas.
9. Cheng, & Rivero. (2011). *Evaluación de la corrosión en cupones metálicos en medio salino bajo condiciones variables de temperatura y flujo en presencia de inhibidores naturales y químicos en un sistema continuo*. Trabajo Especial de Grado. Universidad Central de Venezuela, Caracas.
10. Dariva, & Galio. (2014). *Corrosion Inhibitors. Principles, mechanisms and applications* . Intech.
11. Diamant, R. M. (1971). *The Prevention of Corrosion*. London: Business Books Limited.
12. Fontana, M. G. (1987). *Corrosion Engineering*. Singapore: McGraw Hill.
13. Freitas, & González. (2011). *Evaluación de la resistencia a la corrosión del acero al carbono ASTM A53A y el acero inoxidable AISI 304 mediante el uso*

- de inhibidores en pruebas estáticas de laboratorio*. Trabajo Especial de Grado. Universidad Central de Venezuela, Caracas.
14. García, R. (2014). *Inhibidores de corrosión de acero en medios ácidos a partir de extractos naturales*. Trabajo Especial de Grado. Universidad Autónoma de Baja California, Mexicali.
 15. Gomes, Rocha, & D'Elia. (2011). *Patente nº EP 2 386 338 A1*. Rio de Janeiro, Brasil.
 16. Kesavan, D., Gopiraman, M., & Sulochana, N. (2012). Green Inhibitors for Corrosion of Metals : A Review. *Chemical Science Review and Letters* , 8.
 17. Loaiza, & Vidales. (2013). *Evaluación de la capacidad inhibidora de la corrosión de los extractos de árbol de Neem (Azadirachta Indica) en medio salino*. Trabajo Especial de Grado. Universidad de Cartagena, Cartagena.
 18. Markley, T. (2014). *Multifunctional rare earth organic corrosion inhibitors*. Elsevier.
 19. Nwanekezi, E. O., & Alawuba, C. M. (1994). Characterization of pectic substances from select tropical fruits. *J Sci. Techno* , 159-161.
 20. Roberge, P. R. (1999). *The Handbook of Corrosion Engineering*. New York: McGraw Hill.
 21. Sastri, V. (2011). *Green Corrosion Inhibitors: Theory and Practice*. New Jersey: John Wiley and Sons.
 22. Scully, J. (1968). *Fundamentos de la corrosión*. Madrid: Editorial Alhambra.
 23. Srinrangarajan, A., & Shikhand, A. (1979). Technical Note: Comparative aspects for Pectin extracted from the peels of different varieties of mango. *J. Food Techno* , 567-569.
 24. Uhlig, H. (2008). *Corrosion and corrosion control*. New Jersey: John Wiley and Sons.
 25. Universidad Autónoma de Madrid. (2010). *J.M.L. Potayo Página de Docencia*. Recuperado el Abril de 2015, de https://www.uam.es/personal_pdi/ciencias/josem/static/CORROSION.pdf

26. Universidad Nacional de La Plata. (2014). *unlp*. Obtenido de <http://www.ing.unlp.edu.ar/quimica/corrosion.htm>
27. Universidad Tecnológica de Pereira. (2015). *utp*. Obtenido de <http://blog.utp.edu.co/metalografia/9-principios-de-corrosion/>

APÉNDICES

A.1. PASOS PARA EL ACONDICIONAMIENTO PREVIO DE LOS ANILLOS PALL DE 5/8" DE Y CUPONES DE ACERO AL CARBONO.

- Calcular la cantidad de probetas de acero inoxidable y de acero al carbono a utilizar en las pruebas estáticas y dinámicas.
- Colocar los anillos y cupones en un vaso de precipitado con acetona hasta que queden totalmente inmersos por un periodo de tiempo de cinco minutos para retirar cualquier partícula o rastro de grasa que pueda interferir con los ensayos.
- Retirar las muestras cuidadosamente de manera de no contaminarlas nuevamente y dejarlas reposar sobre una superficie absorbente, para el secado de las mismas.
- Traspasar los anillos y cupones a una estufa graduada a 60 °C, dejándolos por veinticuatro (24) horas para evaporar los restos de acetona. Recordar usar guantes para no contaminar nuevamente las probetas.
- Sumergir las muestras en una solución de ácido nítrico al 5% p/p durante un (1) minuto para remover cualquier formación de óxido y generar la porosidad y rugosidad que favorecerá el proceso de corrosión.
- Retirar las probetas y lavarlas con agua destilada para eliminar el ácido nítrico superficial.
- Secar los anillos y cupones en la estufa por veinticuatro horas.
- Guardar las muestras en recipientes limpios y sellados para su posterior uso.

A.2. PASOS PARA LA OBTENCIÓN DE EXTRACTO POR MEDIO DE LA TÉCNICA DE HIDRODESTILACIÓN.

- Agregar un (1) litro de etanol en un balón de dos (2) litros.
- Montar el balón en una manta térmica.

- Añadir las conchas de la fruta a utilizar, previamente cortadas, en relación 1:5 en peso.
- Conectar el balón a un condensador en contraflujo.
- Operar el sistema por veinticuatro (24) horas después de que caiga la primera gota.
- Desmontar el sistema y filtrar la solución obtenida en el balón.

A.3. PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE LA CANTIDAD DE EXTRACTO NECESARIA PARA LAS DIFERENTES PRUEBAS A DESARROLLAR.

Conociendo tanto el volumen y concentración requerida para la prueba a desarrollar, como la concentración de la solución madre, se determina el volumen requerido de la misma a partir de la relación expuesta en la Ecuación 1.

$$C_1 * V_1 = C_2 * V_2 \quad \text{Ecuación 1}$$

Donde:

- C_1 = Concentración de la solución madre (ppm)
- V_1 = Volumen de la solución madre (mL)
- C_2 = Concentración requerida para la prueba a desarrollar (ppm)
- V_2 = Volumen requerido para la prueba a desarrollar (mL)

A.4. PROCEDIMIENTOS PARA EL USO DE LA PLANTA DESMINERALIZADORA DE AGUA, UBICADA EN EL LABORATORIO DE OPERACIONES UNITARIAS (LOU), PERTENECIENTE A LA ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA DE LA FACULTAD DE INGENIERÍA DE LA UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA.

En la Figura 28 se muestra una fotografía del sistema que lleva a cabo la desmineralización del agua a utilizar en el proceso.



Figura 28. Planta Desmineralizadora de Agua.

Equipo:

A continuación, se presentan los elementos que forman parte del sistema mencionado anteriormente:

- Dos (2) filtros, el primero de cartucho para agua (FIL-101) y el segundo de arena (FIL-102) colocados en secuencia para depurar el agua de alimentación al sistema.
- Tanque de almacenamiento de agua (TK-101) con capacidad de 140 L.
- Una (1) Bomba centrífuga de dos (2) HP de potencia (P-101), la cual alimenta las columnas de intercambio iónico.
- Un (1) Rotámetro (R-101) para líquido, el cual está graduado en un rango comprendido entre cero (0) a cien (100) %, el cual regula el flujo de agua de alimentación al sistema.
- Dos (2) columnas de intercambio iónico, una de intercambio catiónico (C-101) y una de intercambio aniónico (C-102), para capturar por medio de resinas los iones presentes en el agua y reducir su dureza.

Procedimiento:

Para la producción de agua desmineralizada se llevan a cabo los siguientes pasos:

- Chequear que las válvulas de la planta estén todas cerradas, excepto la V-122 que corresponde al drenaje del sistema.

- Abrir las válvulas V-101, V-102, V-103, V-104, V-105 y V-128, para el llenado del tanque T-101.
- Verificar que el tanque T-101 esté un 70% lleno.
- Encender la bomba P-101 y abrir parcialmente las válvulas V-107, V-108, V-109, V-110, V-117 y V-118.
- Fijar un caudal de 3 L/min con la ayuda del rotámetro R-101 y la válvula V-106.
- Dejar circular el sistema por 10 minutos y comprobar su conductividad.
- Verificar que la conductividad sea menor a 10 μS , de lo contrario, dejar circular el agua por 5 minutos, y medir la conductividad nuevamente hasta lograr dicha condición.
- Abrir la válvula V-111 y cerrar las válvulas V-117 y V-118.
- Verificar la lectura en el analizador de conductividad en línea CI.
- Apagar la bomba P-101 una vez llenado del tanque T-202 y cerrar todas las válvulas.

A.5. MANUAL DE OPERACIÓN DE LAVADO Y ACONDICIONAMIENTO DEL EQUIPO DINÁMICO DE CORROSIÓN, UBICADO EN EL LABORATORIO DE OPERACIONES UNITARIAS (LOU) DE LA FACULTAD DE INGENIERÍA DE LA UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA.

- Comprobar que todas las válvulas del sistema estén cerradas, excepto la válvula de retorno V-202, la cual se manipula para calibrar el rotámetro R-201.
- Abrir la válvula V-201 para dar inicio al llenado del tanque TK-201 con agua cruda hasta completar el 75% del nivel del mismo.
- Abrir la válvula V-203 para permitir la circulación plena del fluido.
- Encender la bomba P-201, para realizar la primera corrida de lavado en el sistema durante 15 minutos.

- Apagar la bomba P-201 después del tiempo estipulado y abrir la válvula V-204 para permitir el drenaje del agua usada en el lavado.
- Repetir el paso N° 2, para el llenado del tanque con agua cruda.
- Agregar 25 mL de Hidróxido de Sodio (NaOH 50%) al tanque TK-201, con la finalidad de mantener el equipo lo más limpio posible, disminuyendo de esta forma el margen de error de los resultados.
- Repetir del paso N° 3 al N° 5 para lavar el equipo y eliminar cualquier residuo de NaOH.

A.6. PROCESO DE DECAPADO DE ANILLOS DE ACERO INOXIDABLE PALL 5/8" SEGÚN NORMA ASTM G-1.

- Agregar en un vaso de precipitado 100 mL de de ácido nítrico (HNO_3 , gravedad específica 1,42) y llevar el nivel del mismo a 1000mL empleando agua destilada.
- Calentar la solución hasta 60°C.
- Sumergir los anillos durante 20 minutos.
- Lavar los anillos con agua destilada y secarlos en una estufa.

A.7. PROCESO DE DECAPADO DE ANILLOS DE ACERO AL CARBONO ASTM A53, SEGÚN NORMA ASTM G-1.

- Agregar en un vaso de precipitado 200 g de Hidróxido de Sodio (NaOH) y llevar el nivel del mismo a 1000 mL empleando agua destilada.
- Agregar 20 g de zinc granulado.
- Calentar la solución hasta 80-90°C.
- Sumergir los anillos durante 30 a 40 minutos.
- Lavar los anillos con agua destilada y secarlos en una estufa.

A.8. ECUACIÓN DE VELOCIDAD DE CORROSIÓN POR EL MÉTODO DE PÉRDIDA DE PESO.

Para el cálculo de la velocidad de corrosión, se emplea la fórmula expuesta seguidamente (ASTM International, 2004):

$$V_{corr} = \frac{K*(P_i - P_f)}{A*\rho*t} \quad \text{Ecuación 2}$$

Donde:

- V_{corr} = Velocidad de corrosión (mpy = milipulgadas por año)
- K = Constante de corrosión (Ver Tabla 9)
- P_i = Peso inicial del cupón (g)
- P_f = Peso final del cupón (g)
- A = Área del cupón (cm^2)
- ρ = Densidad del cupón (g/cm^3)
- t = Tiempo del ensayo (h)

A.9. TABLA DE LAS CONSTANTES DE CORROSIÓN PARA LAS DIFERENTES UNIDADES A UTILIZAR SEGÚN LA NORMA ASTM G-31-72

A continuación, se presenta la tabla 9 con las constantes de corrosión a emplear según sea el caso:

Tabla 9. Constantes de corrosión (ASTM International, 2004)

Corrosion Rate Units Desired	Constant (K) in Corrosion Rate Equation
mils per year (mpy)	3.45×10^6
inches per year (ipy)	3.45×10^3
inches per month (ipm)	2.87×10^2
millimetres per year (mm/y)	8.76×10^4
micrometres per year ($\mu\text{m}/\text{y}$)	8.76×10^1
picometres per second (pm/s)	2.78×10^6
grams per square metre per hour ($\text{g}/\text{m}^2\cdot\text{h}$)	$1.00 \times 10^4 \times D^A$
milligrams per square decimetre per day (mdd)	$2.40 \times 10^6 \times D^A$
micrograms per square metre per second ($\mu\text{g}/\text{m}^2\cdot\text{s}$)	$2.78 \times 10^6 \times D^A$

A.10. ECUACIÓN DE EFICIENCIA DE INHIBIDORES

Para el cálculo de la eficiencia del inhibidor, se emplea la fórmula expuesta seguidamente (ASTM International, 2004):

$$\%E = \frac{V_{corr}^0 - V_{corr}^i}{V_{corr}^i} * 100 \quad \text{Ecuación 3}$$

Donde:

- %E = Eficiencia de Inhibidor (Porcentaje)
- V_{corr}^0 = Velocidad de Corrosión en ausencia de inhibidor (mpy)
- V_{corr}^i = Velocidad de Corrosión en presencia de inhibidor (mpy)