



UNIVERSIDAD DE GUADALAJARA

CENTRO UNIVERSITARIO DE CIENCIAS EXACTAS E INGENIERÍA

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE MADRID

FACULTAD DE CIENCIAS

**DESARROLLO DE UNA MICROCELDA ELECTROQUÍMICA DE FLUJO PARA EL
ESTUDIO DEL EFECTO DE INHIBIDORES DE CORROSIÓN**

PRESENTA

CLAUDIA LÓPEZ AGUILAR

DIRECTOR

DR. NORBERTO CASILLAS SANTANA

CODIRECTORA

DR. PILAR HERRASTI GONZÁLEZ

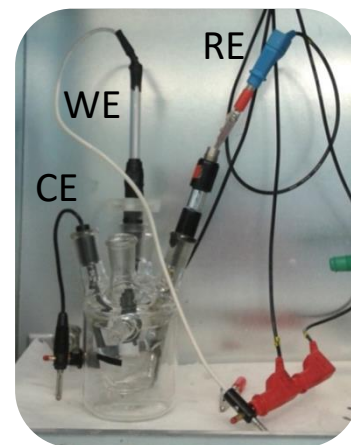


TÉCNICAS ELECTROQUÍMICAS

Introducción

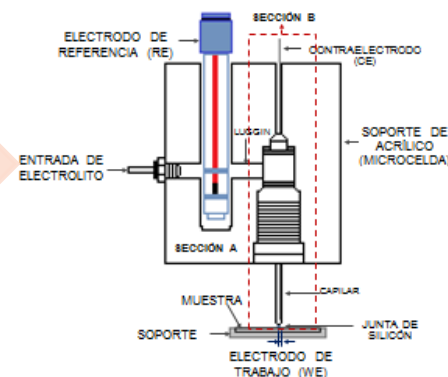
TAMAÑO CONVENCIONAL

- Grandes áreas de exposición metálica ($\text{mm}^2\text{-cm}^2$)
- Estudios de procesos locales (Corrosión por picadura)



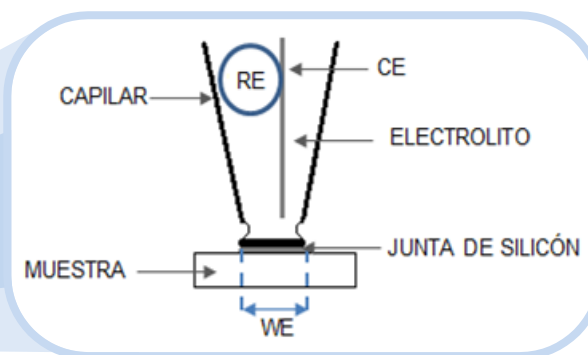
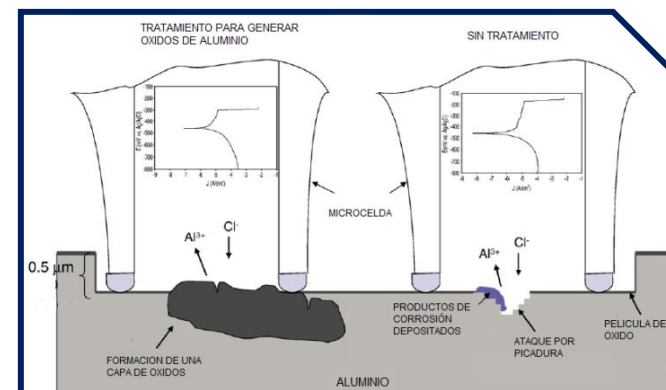
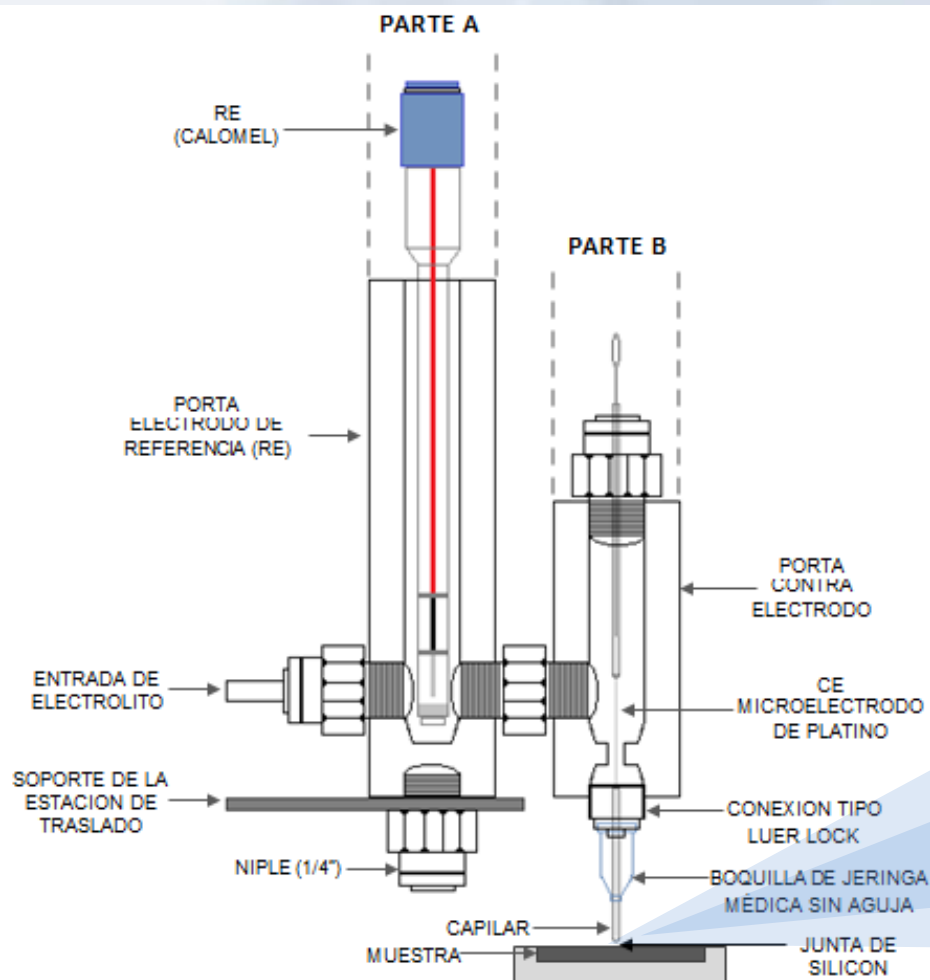
LOCALES

- Pequeñas cantidades de electrolito
- Estudio de áreas pequeñas
- La muestra no es dañada



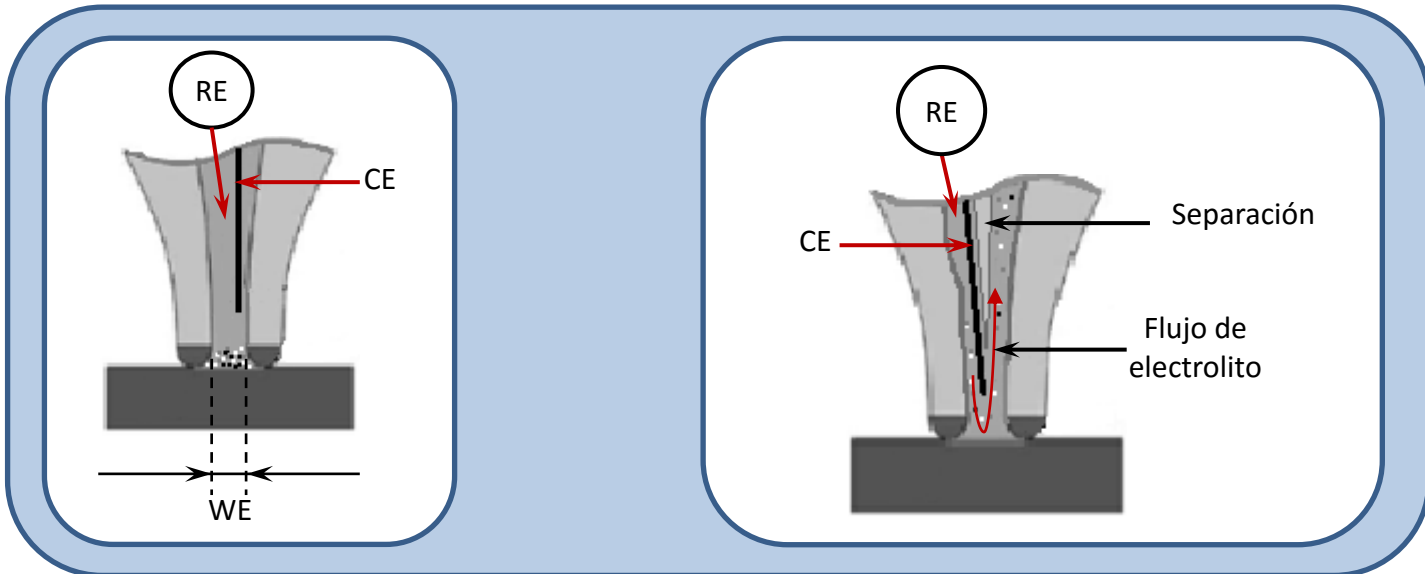
TÉCNICAS ELECTROQUÍMICAS

Microcelda electroquímica



MICROCELDA ELECTROQUÍMICA

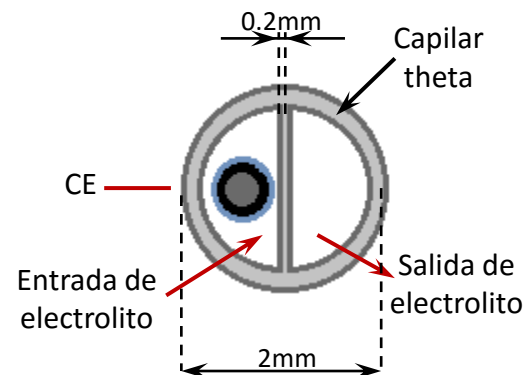
Modo de operación



SIN FLUJO (Electrolito estancado)

- Cambios de pH
- Formación de burbujas
- Precipitados

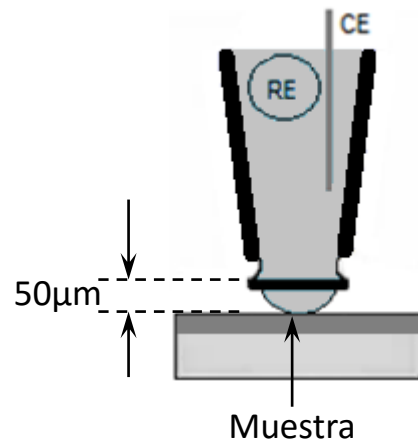
CON FLUJO



MICROCELDA ELECTROQUÍMICA

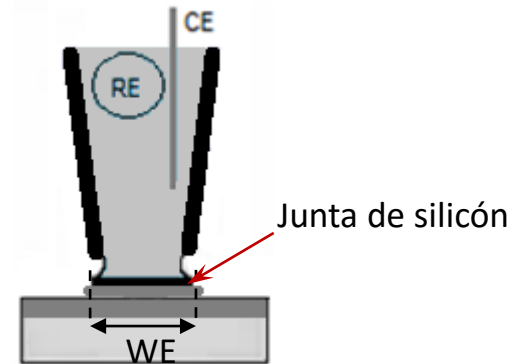
Acercamiento de la punta

GOTA LIBRE



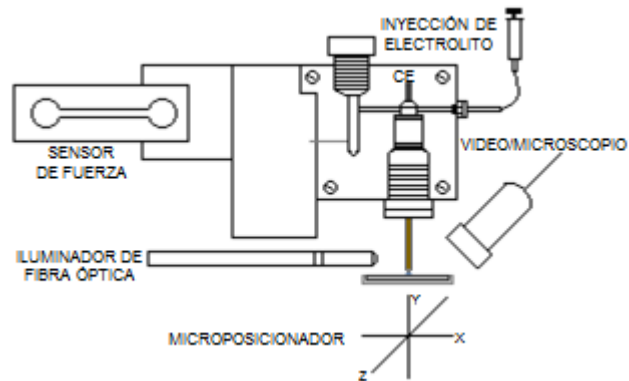
- Superficie hidrófoba
- Microcelda de barrido de gota
- Fricción de la gota es despreciable
- No se daña la muestra

SELLADO (Junta de silicón)



- Electrolito estancado
- Barrera (fugas de electrolito)
- Área de trabajo precisa
- Muestras rugosas e hidrófilas

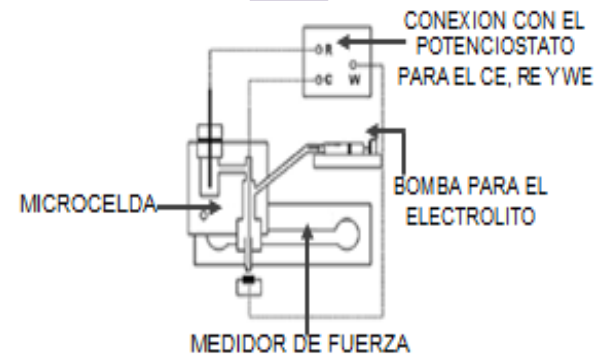
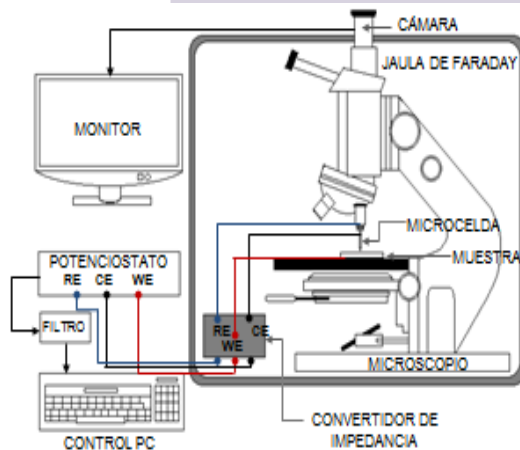
TRABAJO A REALIZAR



BÖHNI *et al.* (1995)

LOHRENGEL *et al.* (2000)

SÁNCHEZ *et al.* (2009)



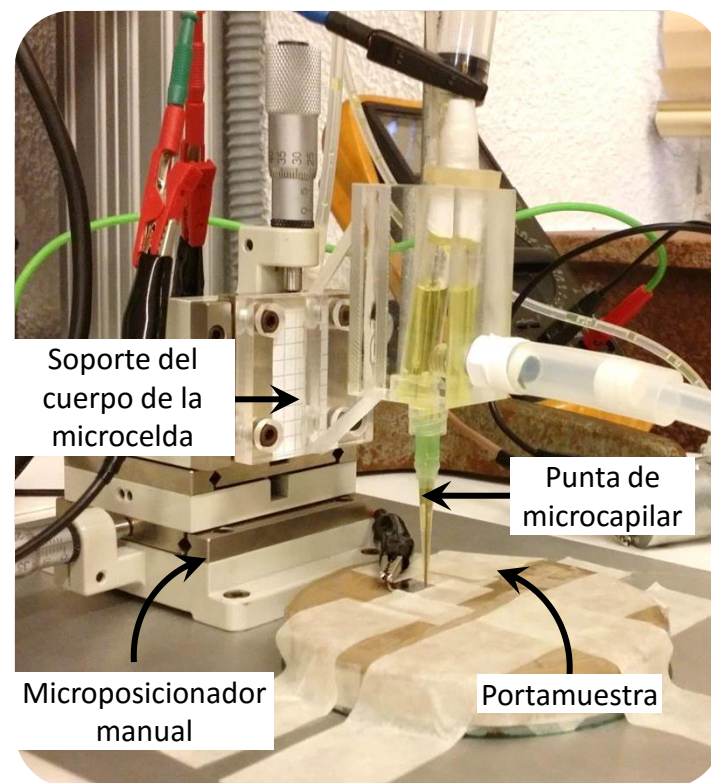
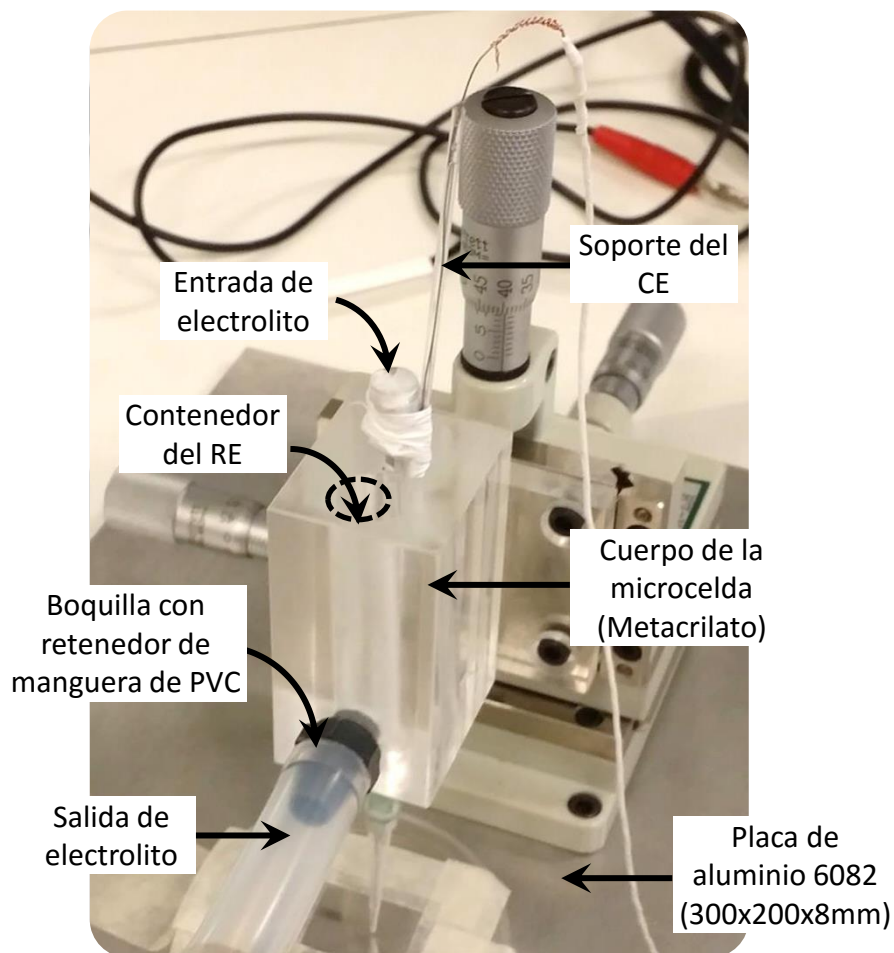
MICROCELDA ELECTROQUÍMICA

DISEÑO

SISTEMA DE AMPLIFICACIÓN DE IMAGEN

SISTEMA DE POSICIONAMIENTO

SISTEMA DE INYECCIÓN DE ELECTROLITO



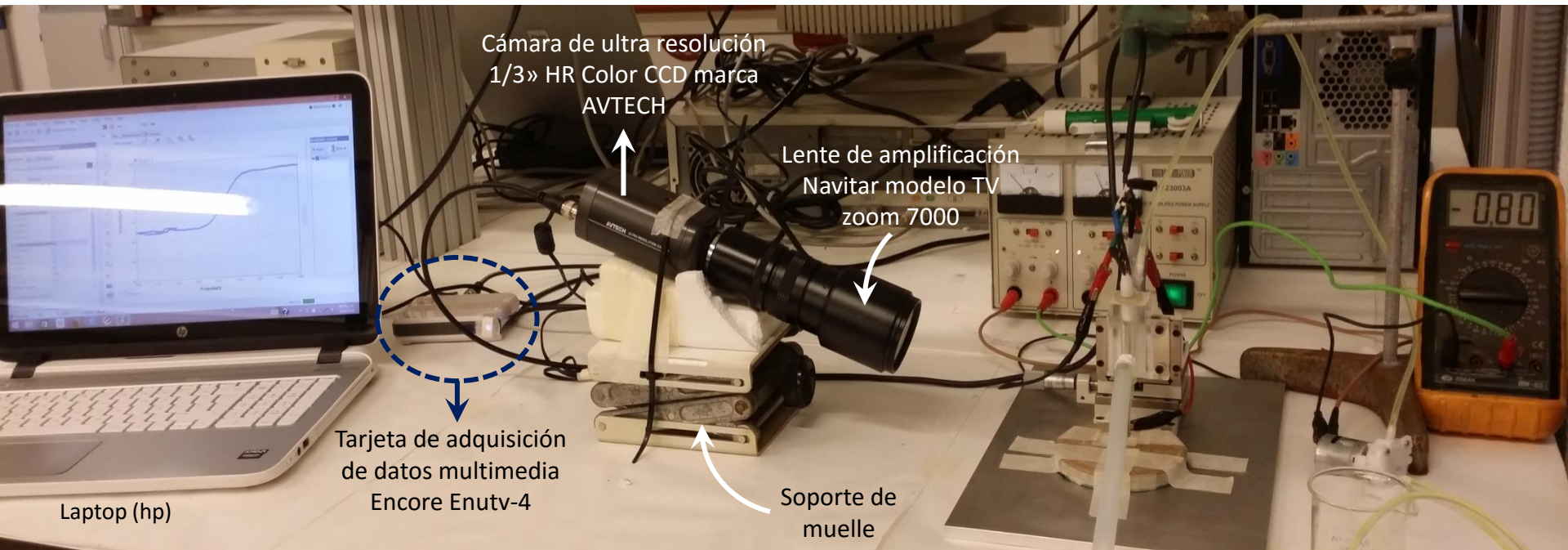
MICROCELDA ELECTROQUÍMICA

DISEÑO

SISTEMA DE
AMPLIFICACIÓN DE IMAGEN

SISTEMA DE
POSICIONAMIENTO

SISTEMA DE INYECCIÓN DE
ELECTROLITO



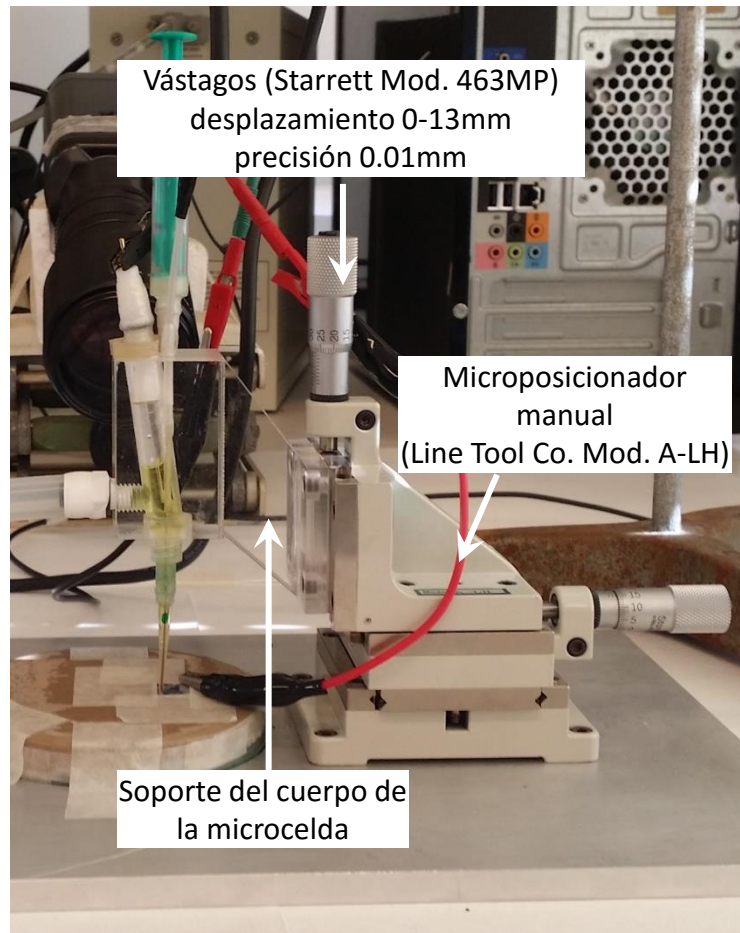
MICROCELDA ELECTROQUÍMICA

DISEÑO

SISTEMA DE
AMPLIFICACIÓN DE IMAGEN

SISTEMA DE
POSICIONAMIENTO

SISTEMA DE INYECCIÓN DE
ELECTROLITO



MICROCELDA ELECTROQUÍMICA

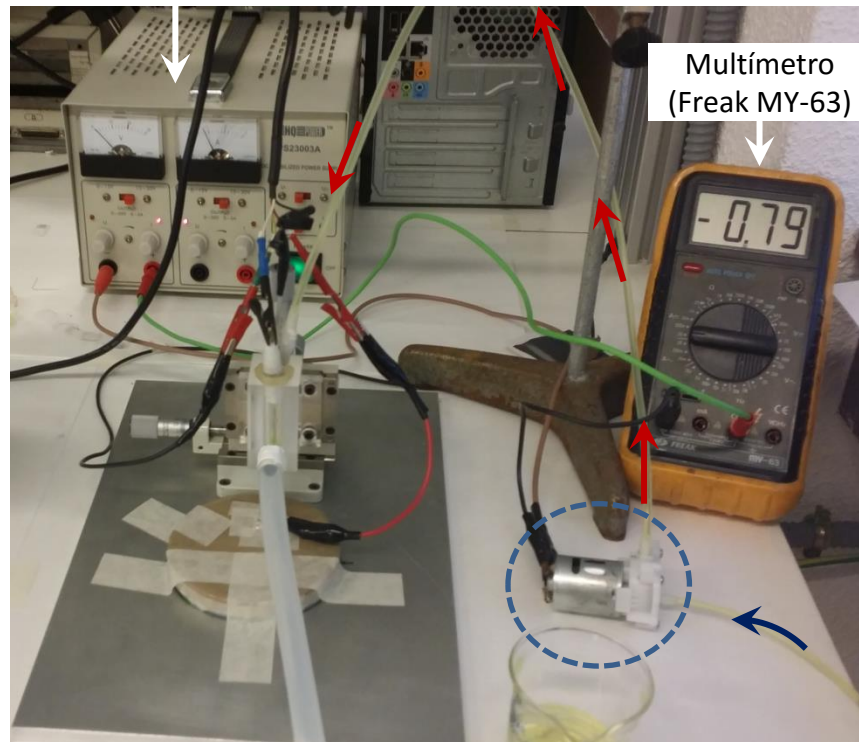
DISEÑO

SISTEMA DE
AMPLIFICACIÓN DE IMAGEN

SISTEMA DE
POSICIONAMIENTO

SISTEMA DE INYECCIÓN DE
ELECTROLITO

Fuente de poder (DC Power
Supply AFX3333C)

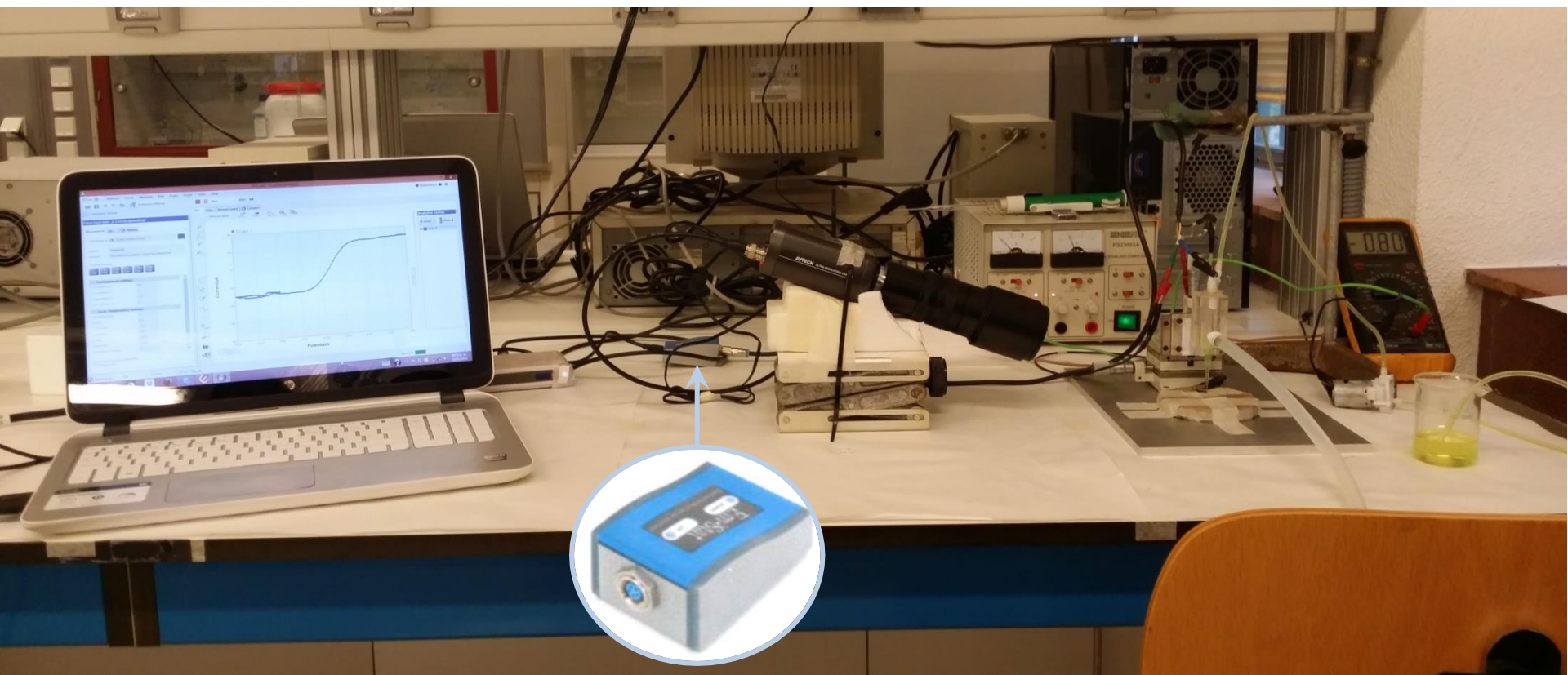


Bomba de agua



MICROCELDA ELECTROQUÍMICA

Arreglo de la microcelda de flujo



Potenciostato
(EmStat PalmSens)

OBJETIVOS

GENERAL

- Desarrollar un nuevo arreglo de la microcelda electroquímica de flujo que permita investigar el efecto de inhibidores de corrosión.

PARTICULARES

- Diseñar, construir y validar la microcelda de flujo de electrolito.
- Determinar la V_{corr} y $EI\%$ de líquidos iónicos (LI's) derivados de imidazolios, mediante el uso de la microcelda electroquímica y pruebas de polarización potenciodinámica (para la extrapolación de Tafel y R_p).
- Realizar el depósito de recubrimientos de eugenol y el análisis superficial empleando la técnica de Espectroscopía Fotoelectrónica de rayos-X (XPS) en sustratos de acero inoxidable 304 (SS304) y cobre sintetizados por la técnica de anclaje asistido por plasma.
- Evaluar la eficiencia de inhibición de la corrosión ($EI\%$) de los recubrimientos a base de eugenol por pruebas de polarización potenciodinámica y R_p para determinar la V_{corr} .

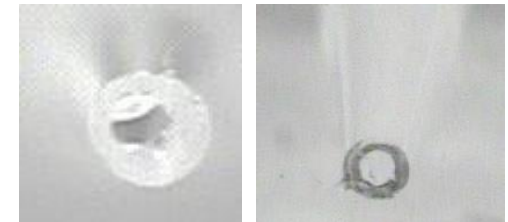
VALIDACIÓN DE LA MICROCELDA

Tamaño de la punta

VENTAJAS

- ✓ Sin junta de silicona (reduce el tiempo de fabricación, además de la eliminación de bordes que favorecen la fuga de electrolito)
- ✓ Área de trabajo definida $< 500\mu\text{m}$
- ✓ Sellado (sin fuga de electrolito)

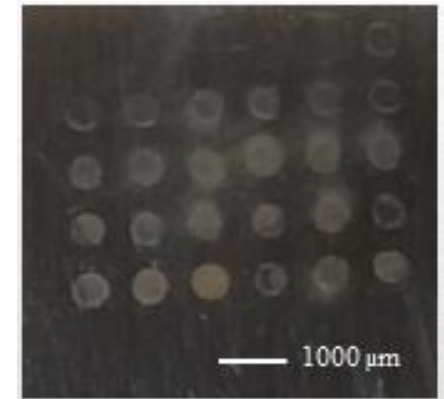
PUNTAS DE MICROPIPETA



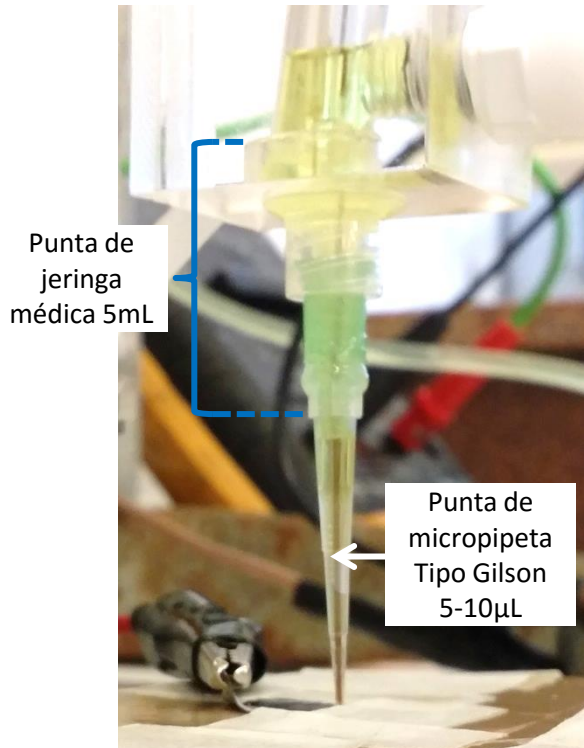
Con junta

Sin junta

LÁMINA DE FE

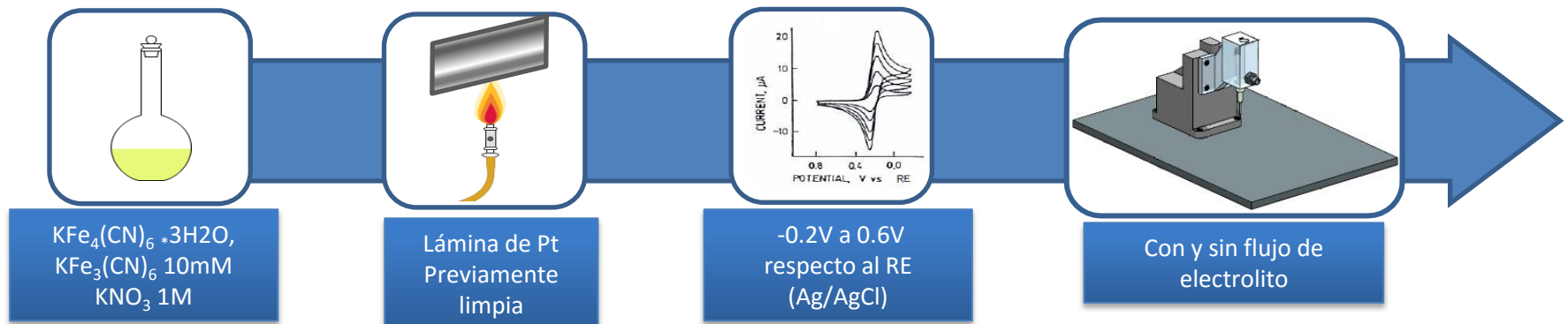


Tamaño promedio **436 μm**
($\sigma=27$)



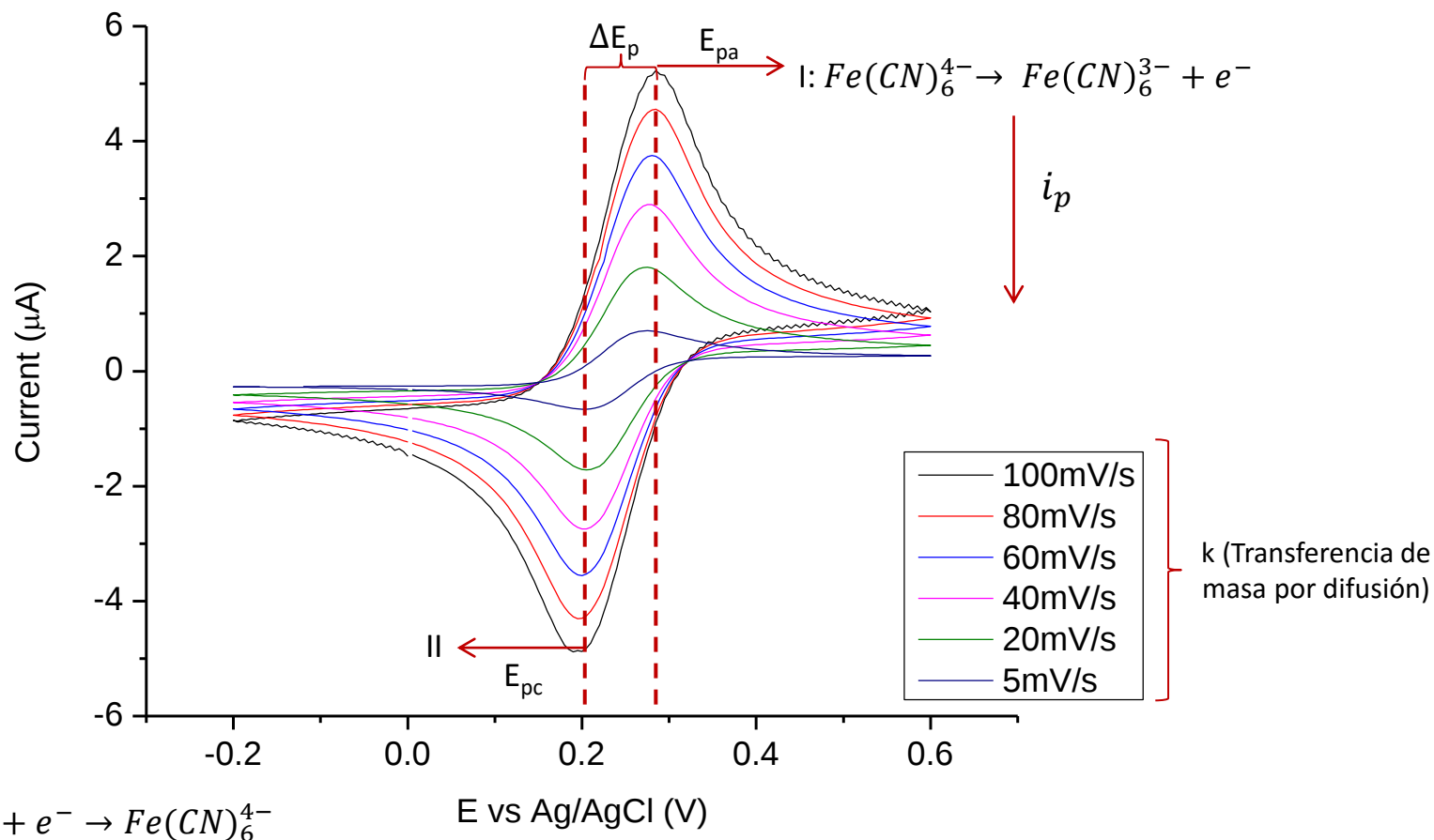
VALIDACIÓN DE LA MICROCELDA

Resultados



VALIDACIÓN DE LA MICROCELDA

Electrolito estancado



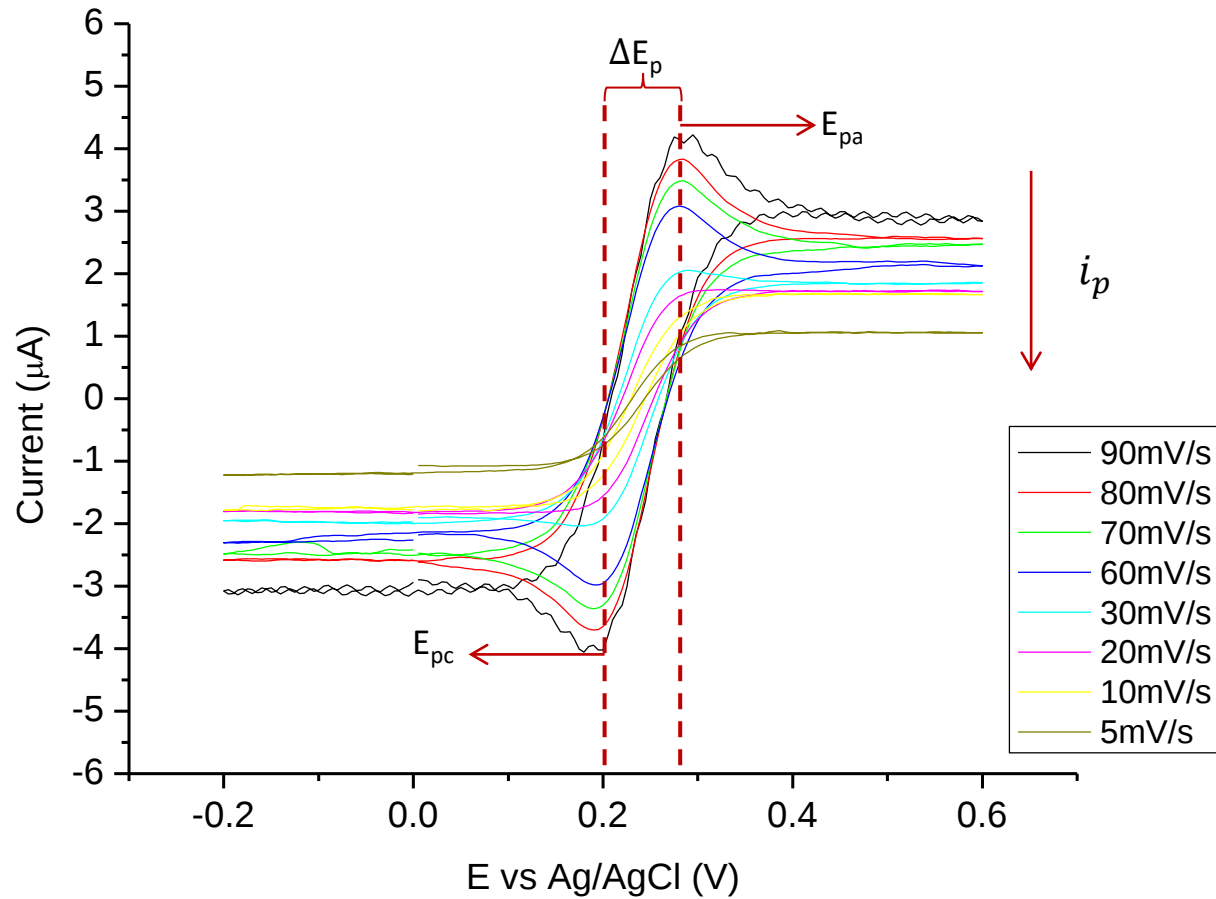
$$i_p = 269n^{1.5}AD^{0.5}v^{0.5}C$$

$$D=1.43 \times 10^{-5} \text{cm}^2/\text{s}$$

VALIDACIÓN DE LA MICROCELDA

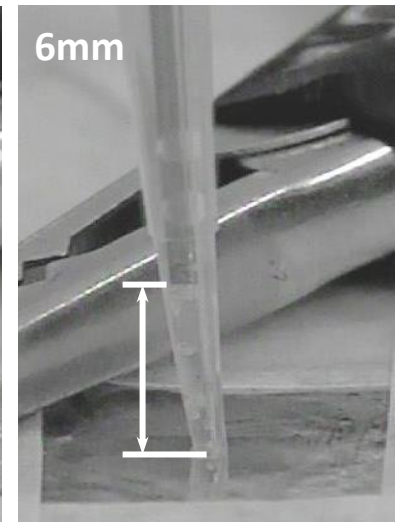
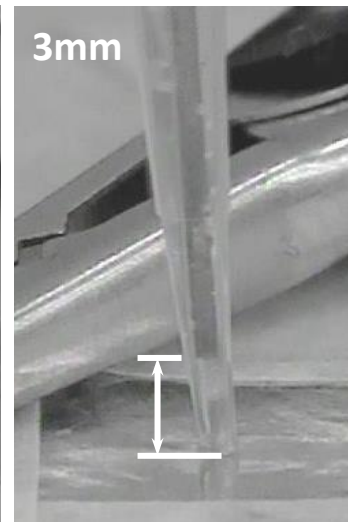
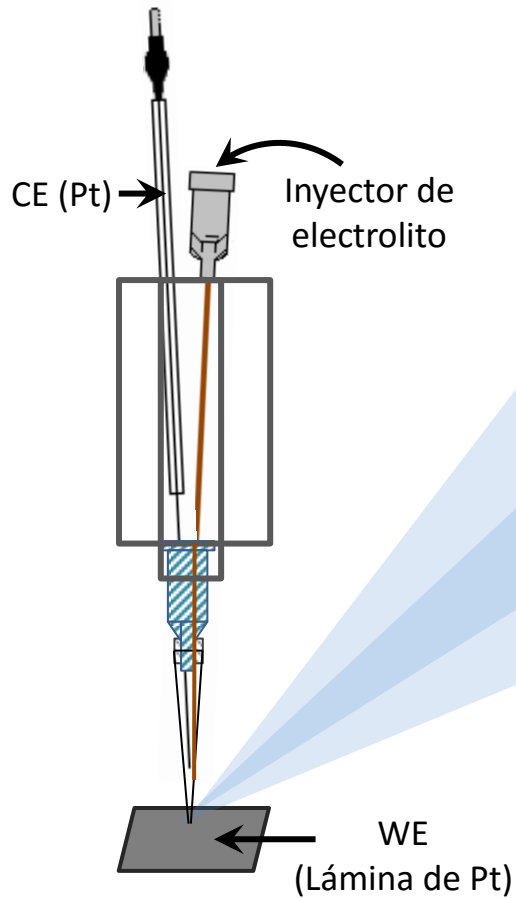
con flujo

Flujo
3.5mL/min
(1.2A)



VALIDACIÓN DE LA MICROCELDA

Distancia del inyector de flujo

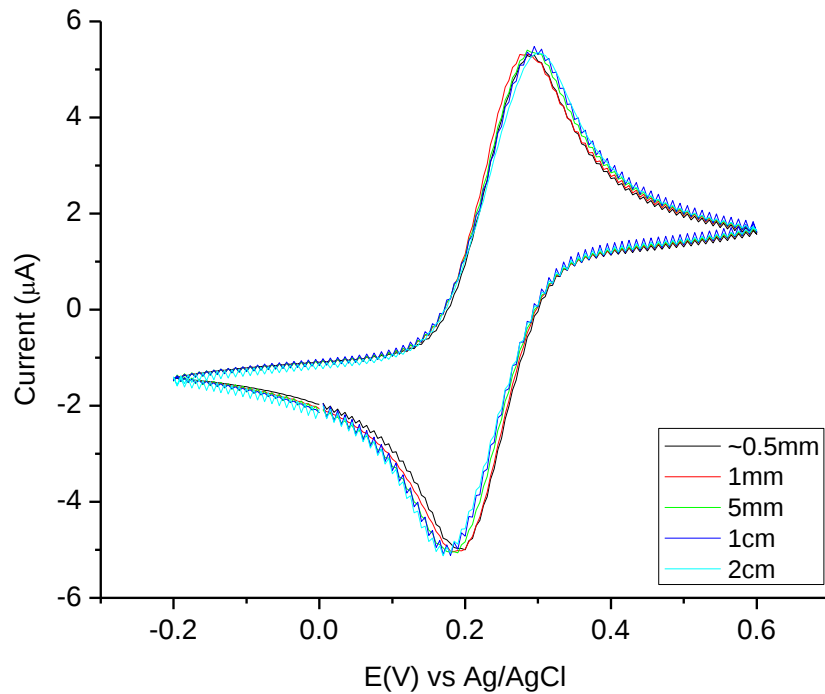


*Capilar flexible de sílice fundida
recubierta de poliimida

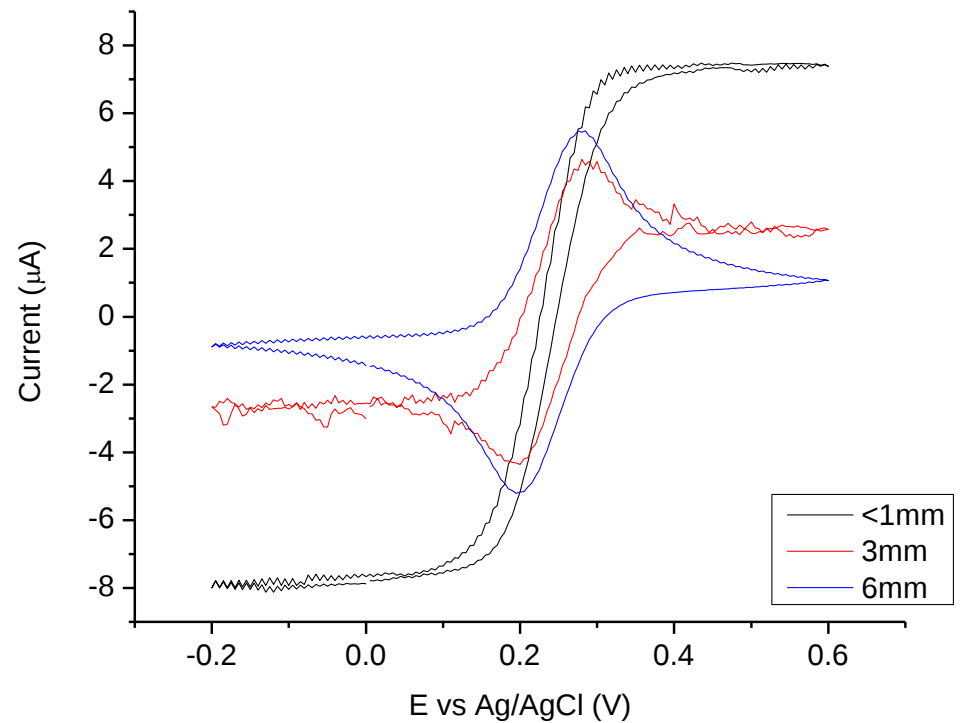
VALIDACIÓN DE LA MICROCELDA

Distancia del inyector de flujo

$v = 100\text{mV/s}$
Electrolito estancado

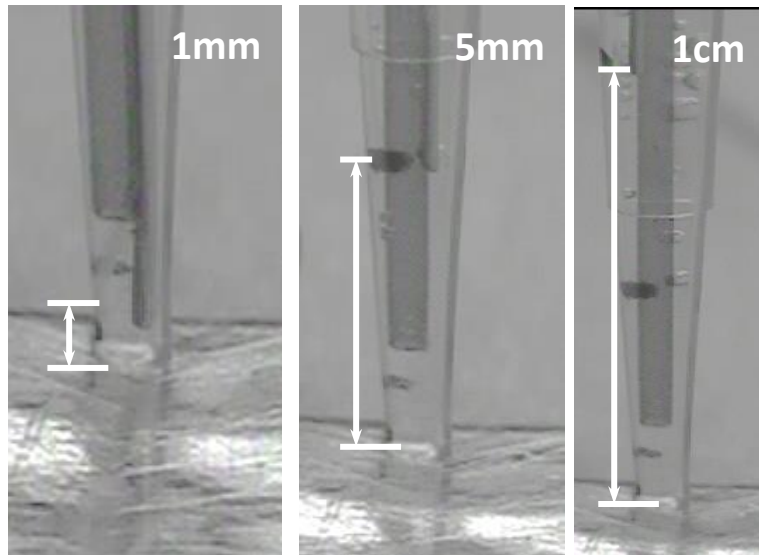


$v = 100\text{mV/s}$
Flujo 3.5mL/min (1.2A)

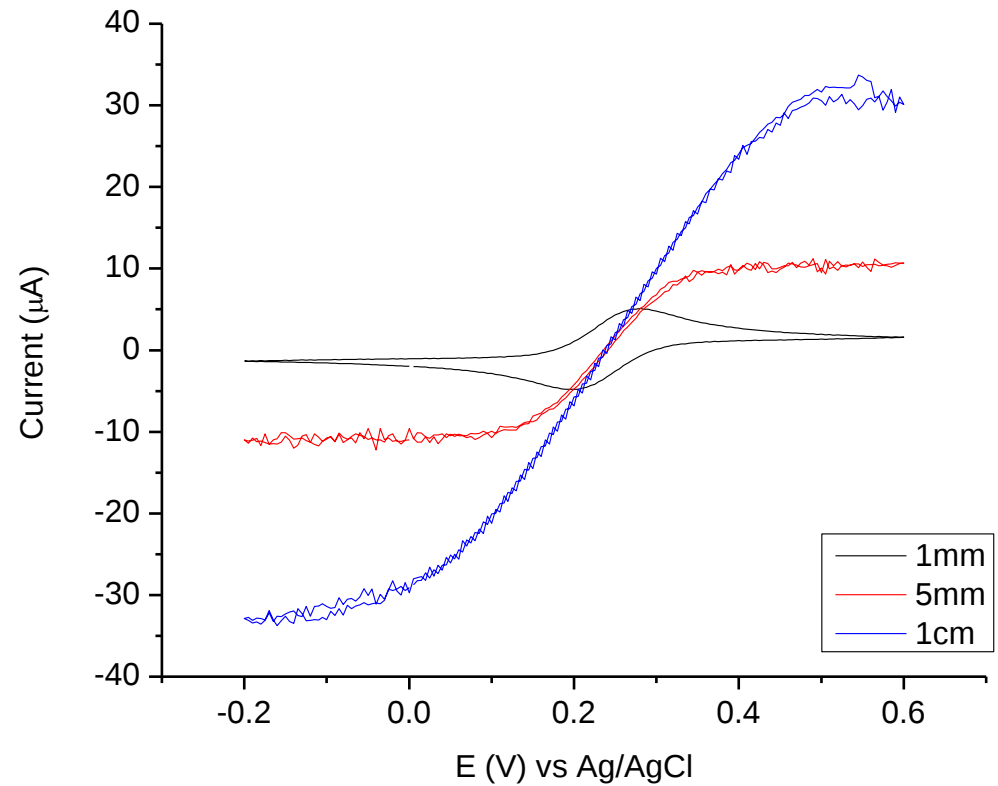


VALIDACIÓN DE LA MICROCELDA

Distancia del CE



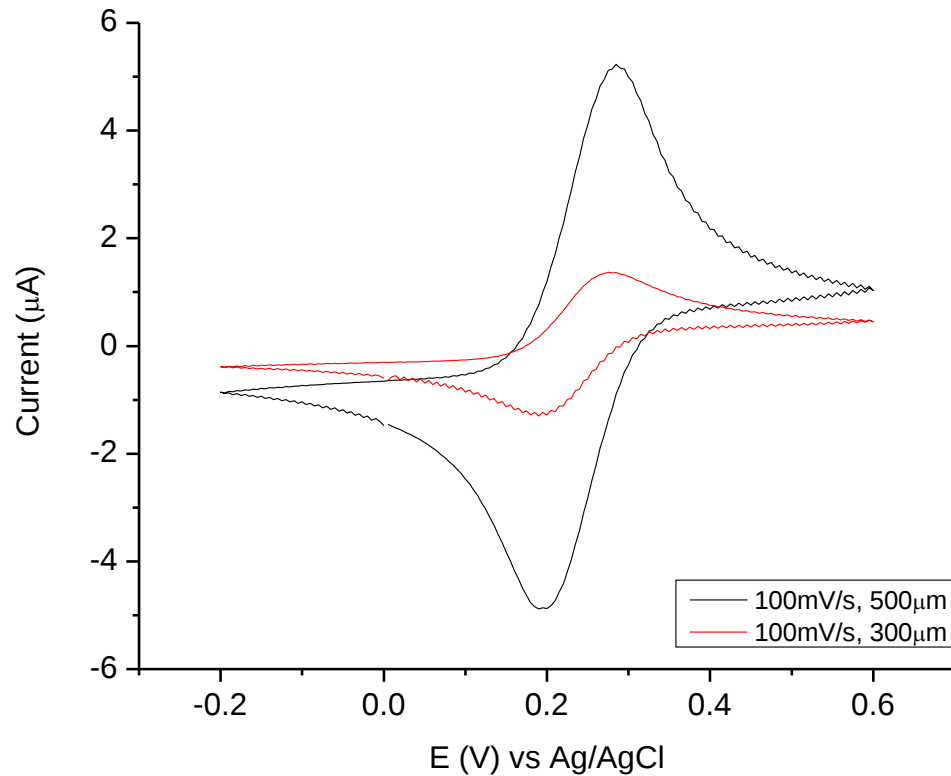
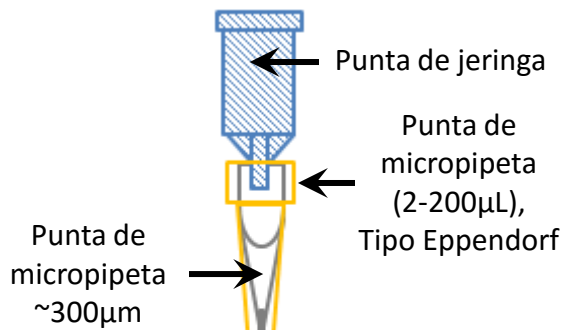
$v = 100\text{mV/s}$
Flujo 3.5mL/min (1.2A)
Distancia del inyector 3mm



VALIDACIÓN DE LA MICROCELDA

Reducción de la punta

**Fabricación PUNTA 1
(300 μ m)
Electrolito estancado**

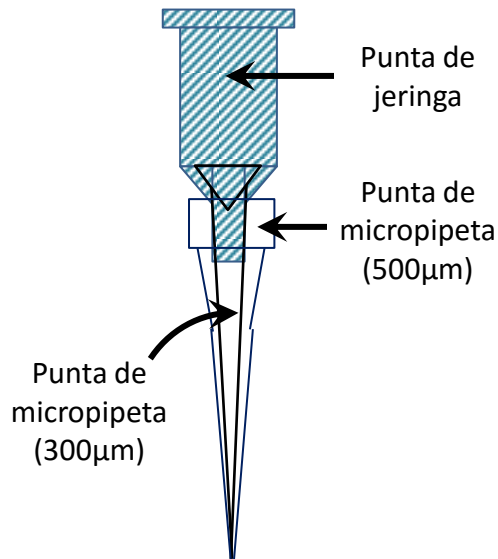


*No es posible introducir flujo al sistema

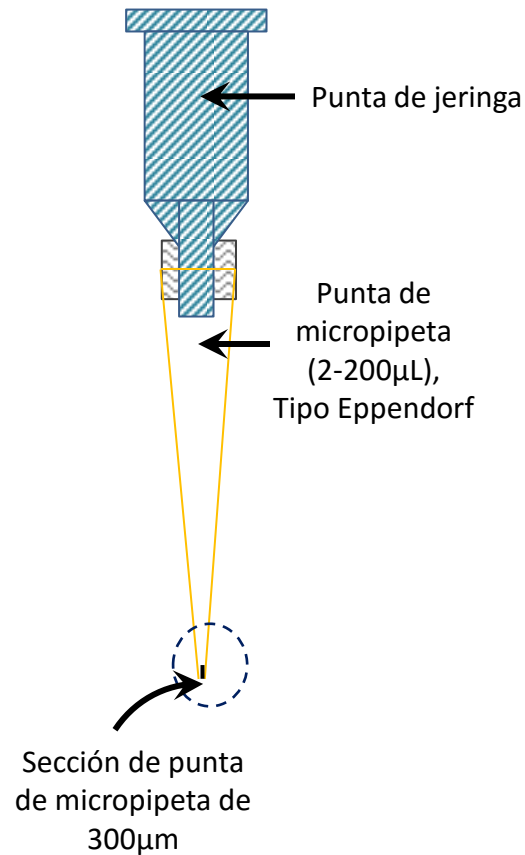
VALIDACIÓN DE LA MICROCELDA

Reducción de la punta

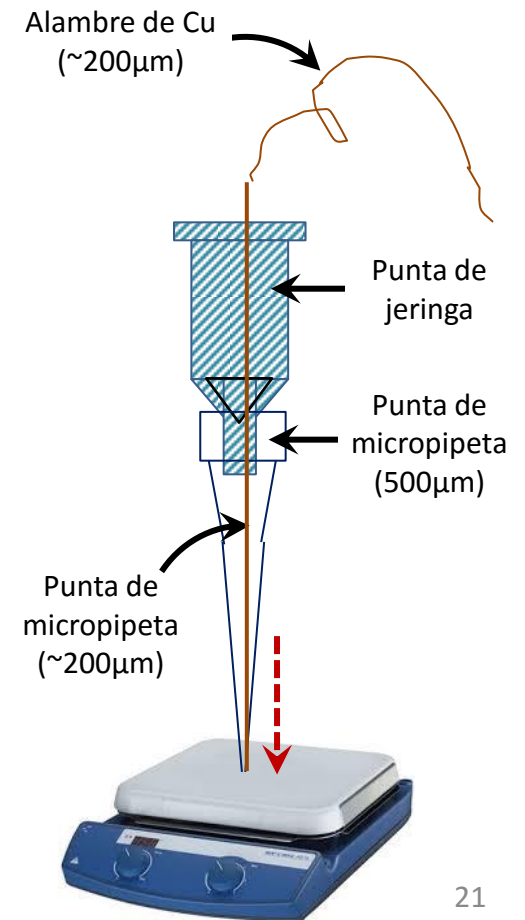
Fabricación PUNTA I



Fabricación PUNTA II

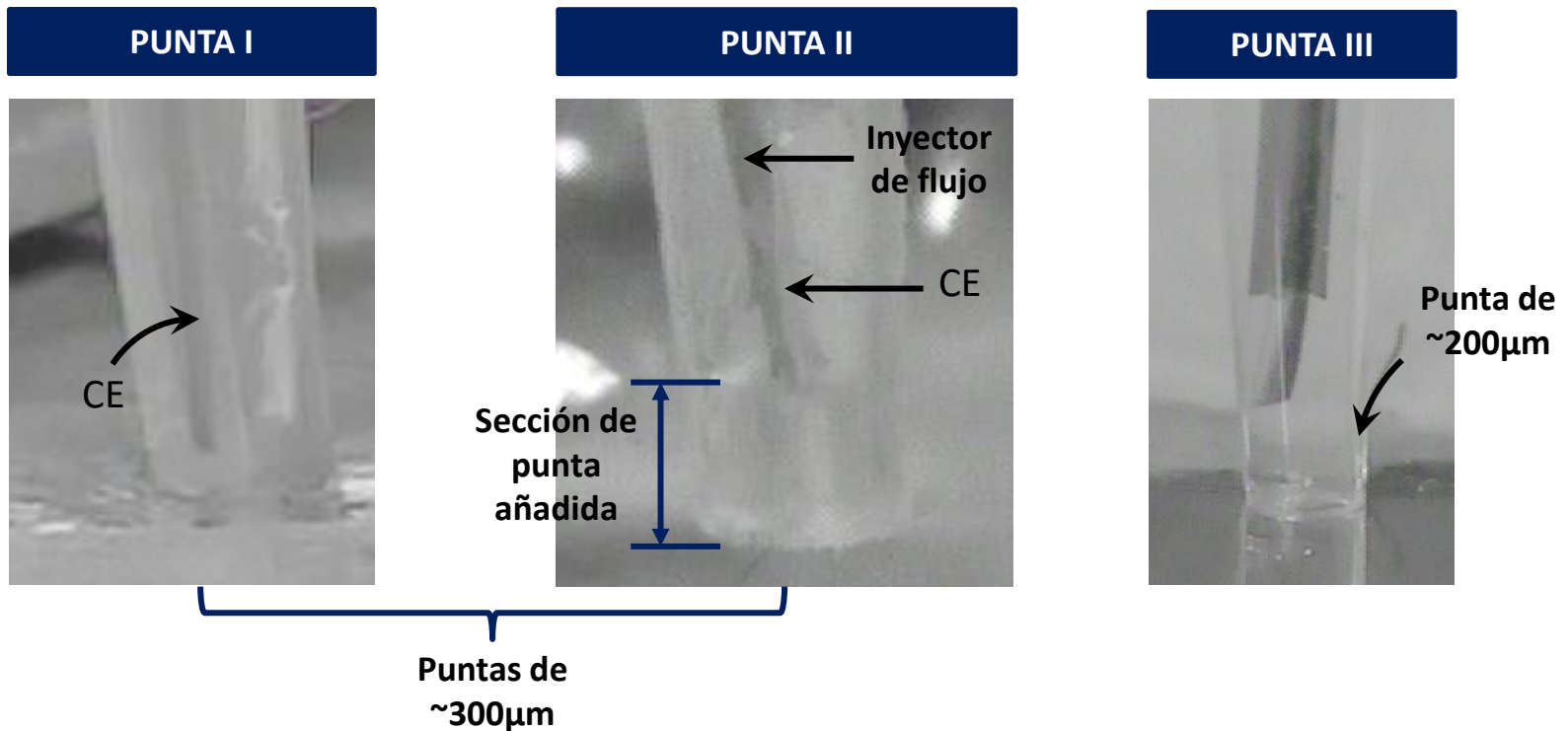


Fabricación PUNTA III



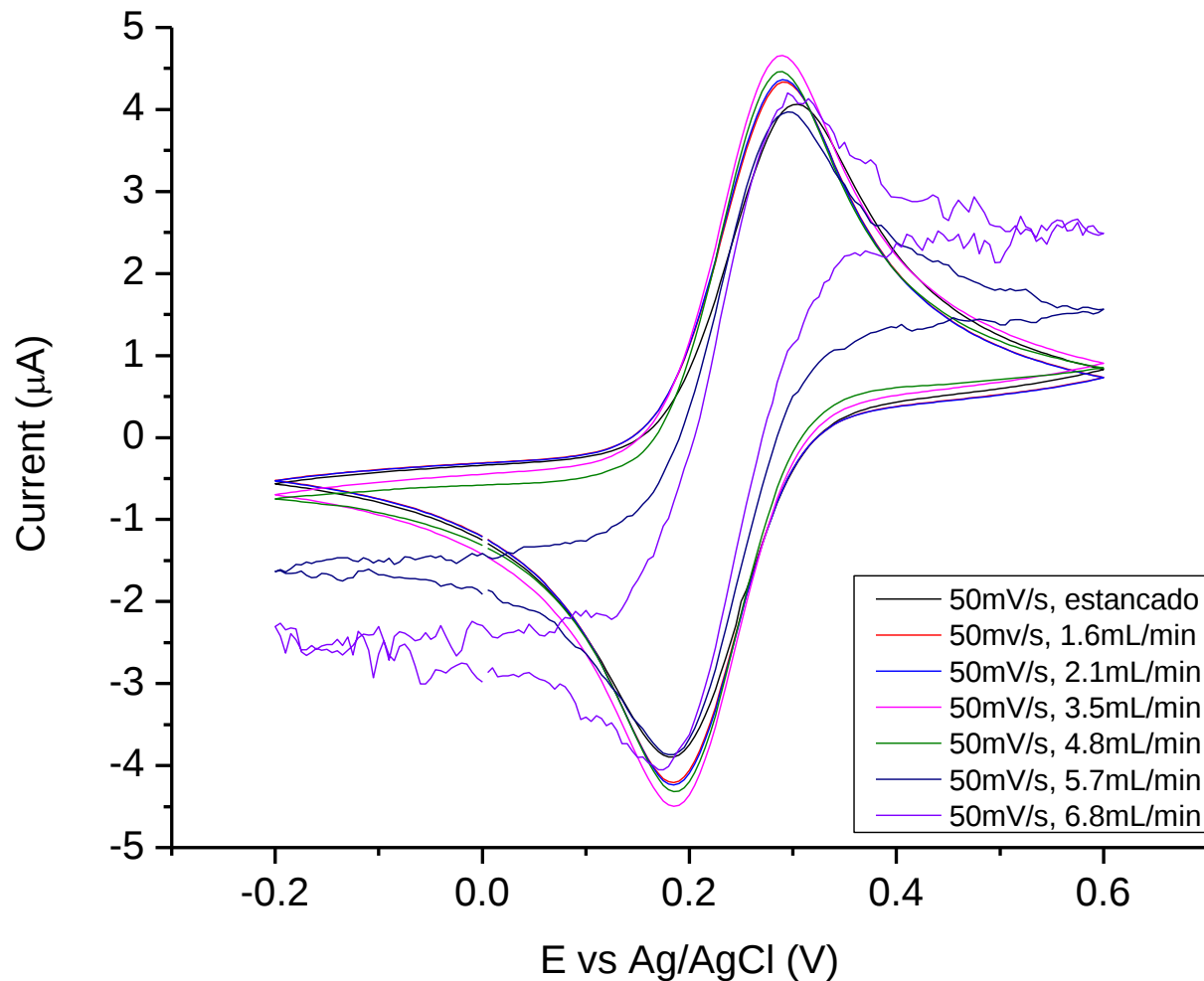
VALIDACIÓN DE LA MICROCELDA

Reducción de la punta



VALIDACIÓN DE LA MICROCELDA

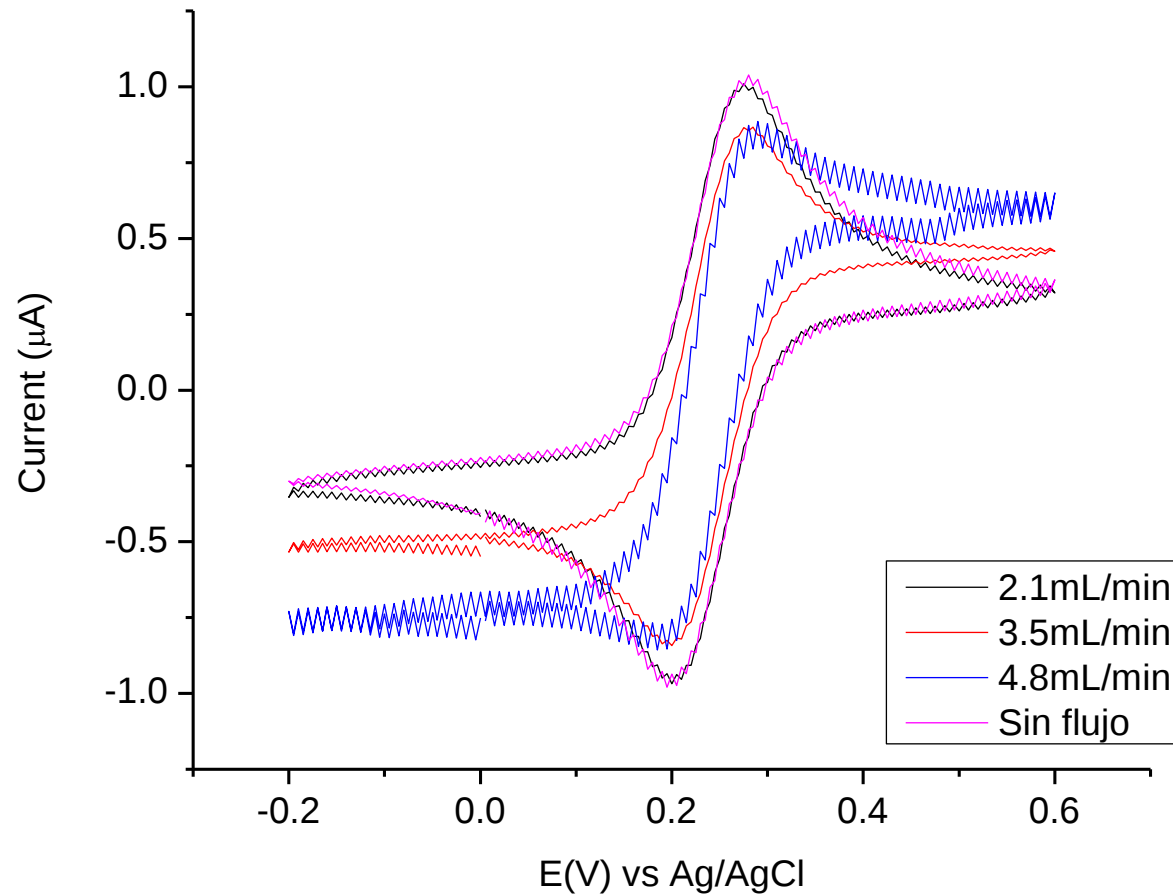
Punta II con flujo



VALIDACIÓN DE LA MICROCELDA

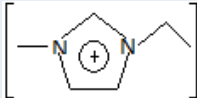
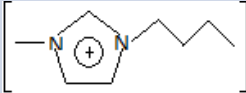
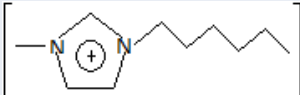
Punta II I con flujo

$v = 100\text{mV/s}$
($\sim 200\mu\text{m}$)



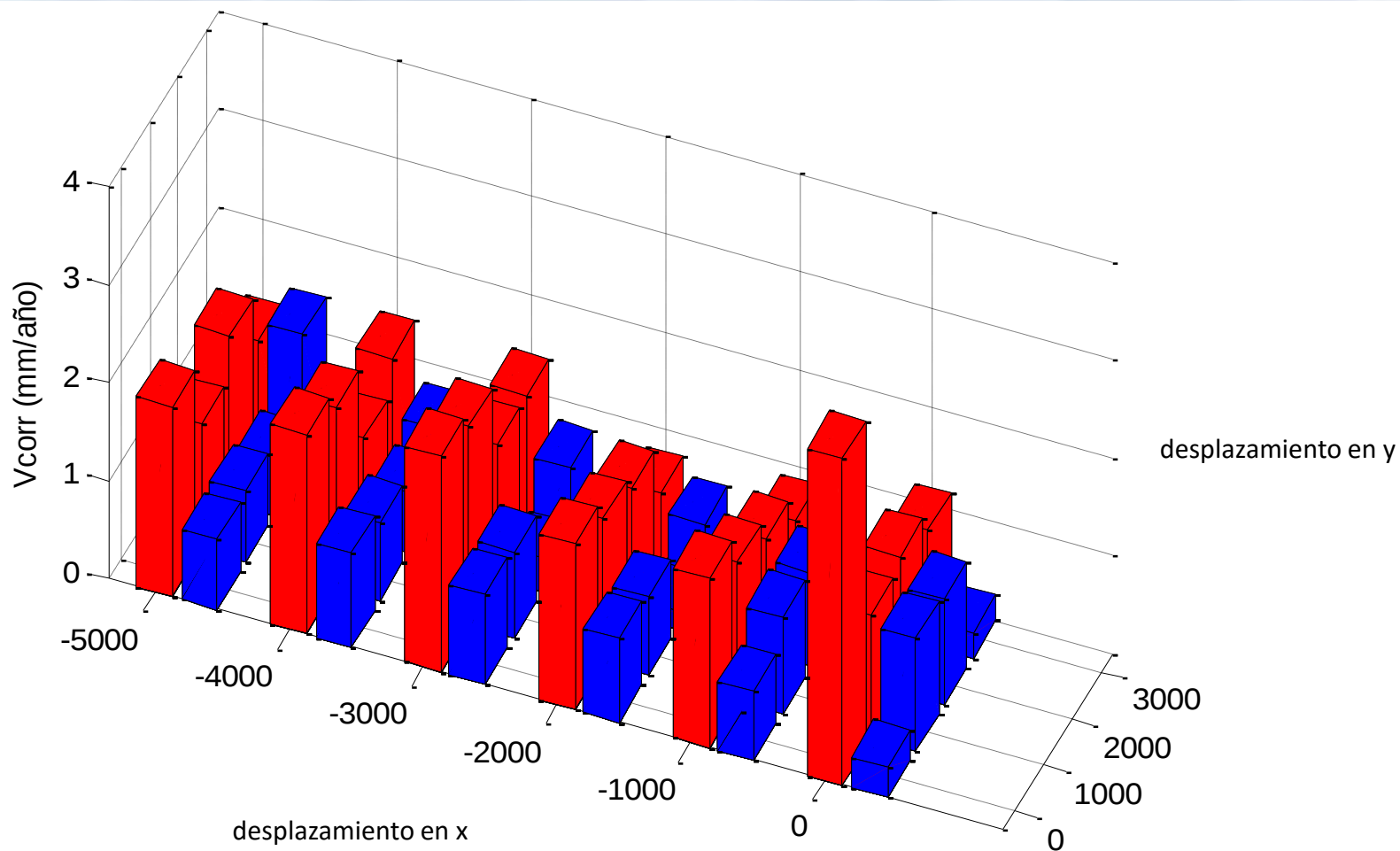
USO DE LA MICROCELDA ELECTROQUÍMICA

Evaluación de LI's

NOMBRE	CLAVE	MOLÉCULA CATIÓN	ANIÓN	MARCA
Cloruro de 1-etil-3-metilimidazolio	EmimCl ⁻		Cl ⁻	Io-li-tec*
Bromuro de 1-metil-3-butilimidazolio	BmimBr ⁻		Br ⁻	Sintetizado en UdeG
Cloruro de 1-hexil-3-metilimidazolio	HmimCl ⁻		Cl ⁻	Green Solutions*
Cloruro de 1-dodecil-3-metilimidazolio	C ₁₂ mimCl ⁻		Cl ⁻	Io-li-tec*

USO DE LA MICROCELDA ELECTROQUÍMICA

Mapeo para Fe



HCl 0.1M

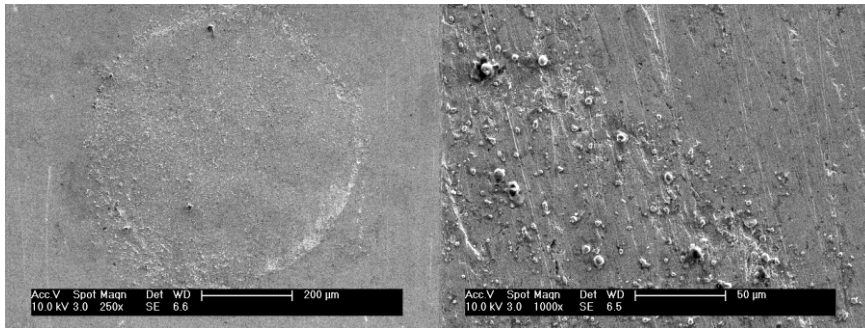


Con inhibidor

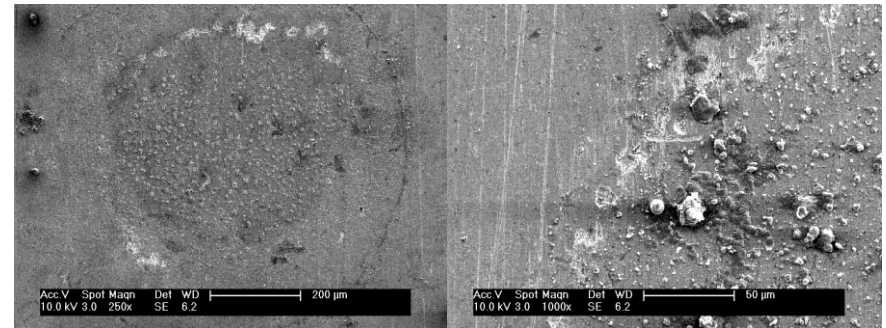
USO DE LA MICROCELDA ELECTROQUÍMICA

Espectroscopía de Impedancia Electroquímica

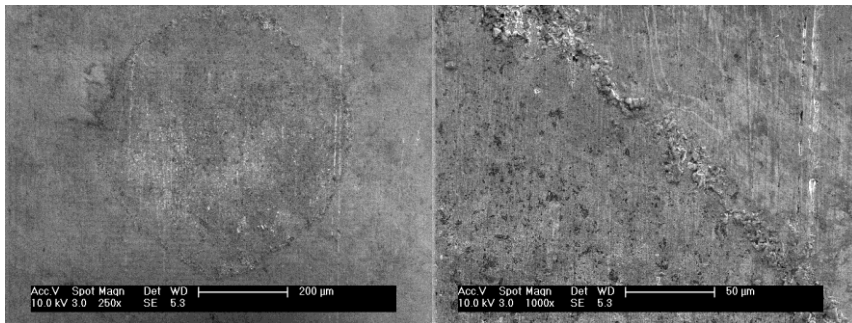
Fe con HCl 0.1M



Fe con inhibidor



Cu con HCl 0.1M



Cu con inhibidor

