

Plan de Investigación (PI)¹

Título: Desarrollo de una microcelda electroquímica de flujo para el estudio del efecto de inhibidores de corrosión.

Doctorando (Nombre/e-mail): Claudia López Aguilar
cla_1811@hotmail.com

Tutor: Nieves Menéndez González

Director (Nombre/Institución): Norberto Casillas Santana
Universidad de Guadalajara

Co-Director (Nombre/Institución): Pilar Herrasti González
Universidad Autónoma de Madrid

Matrícula: 03/2015

Fecha: 21/04/2016

1 . Antecedentes y estado actual del tema

Durante décadas los metales y sus aleaciones han sido empleados en la industria por sus excelentes propiedades mecánicas. Sin embargo, casi todos los metales tienden a sufrir daños ocasionados por la corrosión derivado de su exposición al medio ambiente, lo cual reduce su tiempo de vida útil [1] generando uno de los costos más importantes dentro de la industria [2,3], es por esta razón, que para mitigar los daños ocasionados en las superficies metálicas se cuentan con diversos métodos, entre los que encontramos el uso de inhibidores de corrosión (IC), recubrimientos orgánicos e inorgánicos, la protección catódica (ánodo de sacrificio), entre otros [1,4,6].

Las técnicas electroquímicas convencionales proporcionan información valiosa acerca de los procesos de corrosión. Sin embargo, empujan grandes áreas de exposición metálica en las cuales no es posible discernir las diferentes contribuciones locales (corrosión por picadura). Por esta razón surge el interés por desarrollar métodos que permitan estudiar los diferentes procesos locales. Entre estos métodos se encuentran: a) las técnicas de barrido que nos proporcionan información acerca de la topología y heterogeneidad de la muestra. Algunos ejemplos de este tipo de técnica son: Microscopio electroquímico de barrido (SECM), técnica que permite realizar escaneos de la superficie de interés al hacer pasar una corriente a través de un microelectrodo (no mayor de 25µm) situado a una distancia constante de la superficie de estudio con el fin de monitorear la corriente que circula a través del microelectrodo [7-10], el electrodo vibrante (SVET) que consiste en un arreglo con dos electrodos inmersos en una disolución, donde uno permanece fijo y el segundo electrodo vibra en el seno de la misma, barriendo la superficie de estudio con el fin de medir los gradientes de potencial in situ [11-13].

Otra categoría para estudiar los procesos locales son: b) las técnicas de área pequeña, donde encontramos el uso de microelectrodos, los cuales presentan una rápida respuesta a los cambios de potencial y permiten realizar mediciones con corrientes de baja magnitud (pA a nA). La desventaja del uso de microelectrodos es que no todos los materiales se comercializan en

¹ Este documento deberá tener una extensión orientativa de entre cinco y diez páginas, anexos aparte.

dimensiones tan pequeñas (50 μm). [14,15] En los últimos años, se ha comenzado a desarrollar la técnica de la microcelda, la cual ha sido empleada para estudios de corrosión por picadura [16-18], superficie policristalinas [19-21], homogeneidad de recubrimientos anticorrosivos, entre otros [22-24].

La técnica de la microcelda también conocida como celda electroquímica microcapilar o microcelda capilar de gota, fue desarrollada hace casi 20 años por Böhni [18,20] y Lohrengel [21, 23, 25, 26] en paralelo. Actualmente, esta técnica es usada para el análisis electroquímico de superficies hasta dimensiones muy pequeñas (μm) [26]. La configuración de la microcelda es similar al que se emplea en una celda de tamaño convencional, ya que también emplea el arreglo típico de tres electrodos, un electrodo de trabajo (WE), un contraelectrodo (CE) y un electrodo de referencia (RE), pero una de las diferencias importantes entre la microcelda y la celda de tamaño convencional es que el WE no está sumergido en la solución (electrolito) y que el área típica del WE se encuentra en el intervalo de 10^{-4} a 10^{-6} cm^2 [27-29].

Existen diferentes arreglos de la microcelda electroquímica como los propuestos por Böhni *et al.* (1995) [18,20], Lohrengel *et al.* (2000) [29]/(33) y Sánchez *et al.* (2009) [30,31]. Todos los arreglos de la microcelda permiten llevar a cabo cualquier prueba electroquímica *in situ*.

El arreglo de Böhni (Figura 1), está compuesto de un soporte que conecta directamente al cuerpo de la microcelda con un microscopio metalúrgico acoplado a una cámara de video, con el fin de visualizar el acercamiento de la punta de un capilar a la muestra y así evitar la fractura de la punta del mismo. Una ventaja de este diseño es que permite seleccionar fácilmente el área de trabajo.

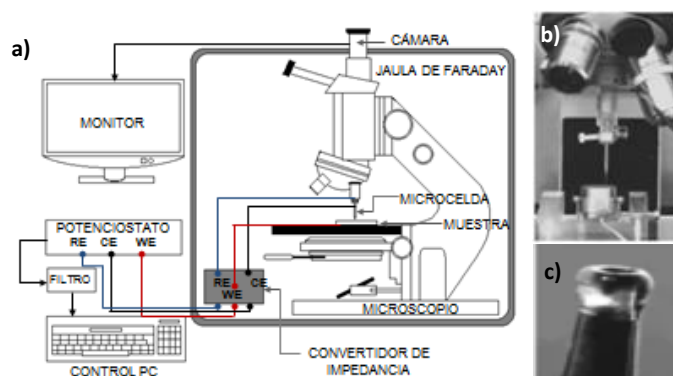


Figura 1. Microcelda de Böhni, **a)** Configuración, **b)** Microcelda, **c)** Junta de silicona en la punta del capilar.

La microcelda propuesta por Lohrengel cuenta con un microposicionador x,y,z (Figura 2a), lo que permite realizar mapeos a lo largo de la superficie de estudio. También, cuenta con un sensor de fuerzas acoplado, lo que garantiza que la presión que se ejerce entre la punta del capilar y la superficie de la muestra a analizar sea siempre la misma, además de evitar la fractura de la punta del capilar. El diseño de la microcelda permite el rápido intercambio de los capilares y la limpieza de la misma.

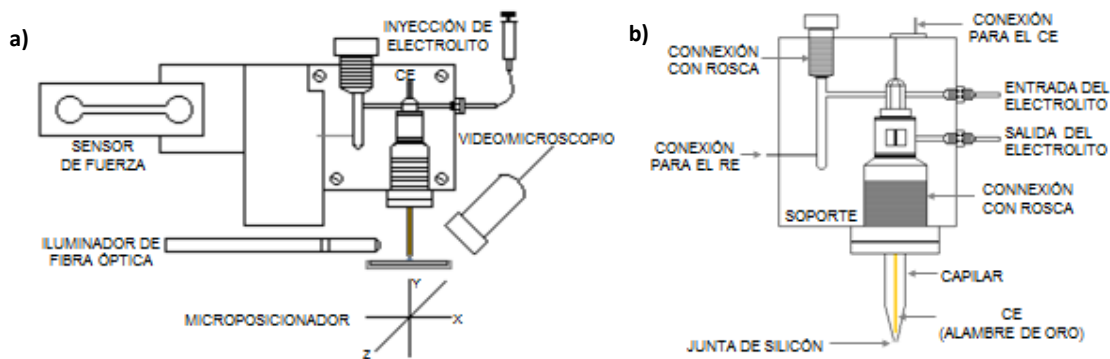


Figura 2. Microcelda de Lohrengel, **a)** Configuración, **b)** Diseño de la microcelda.

Sánchez emplea una microcelda basada en el trabajo reportado por Lohrengel [30], la diferencia radica en que este arreglo cuenta sólo con un microposicionador x,y (Figura 3).

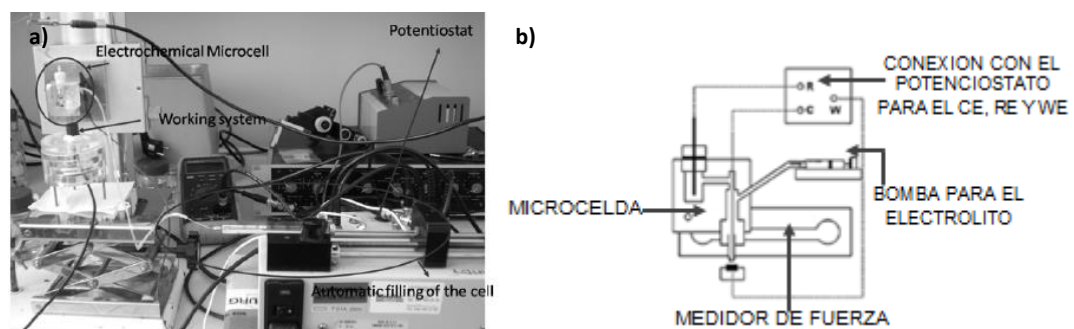


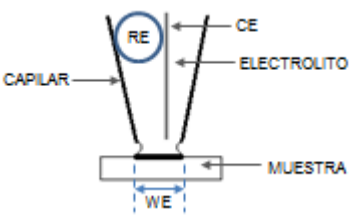
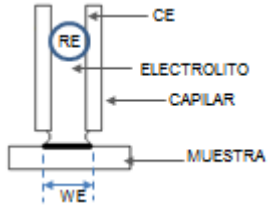
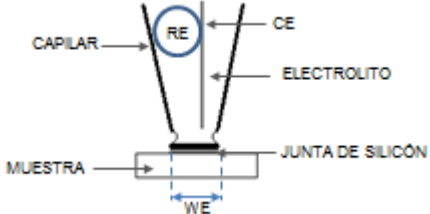
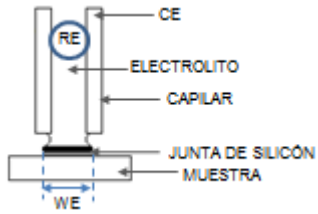
Figura 3. Microcelda de Sánchez, **a)** Configuración, **b)** Diseño de la microcelda.

El arreglo propuesto por Lohrengel permite el flujo de electrolito mediante el uso de un capilar theta que es llenado a través de una bomba peristáltica [29] a diferencia de los arreglos de Böhm y Sánchez que emplean electrolito estancado, el cual se introduce al cuerpo de la microcelda con ayuda de una jeringa médica. Todos los arreglos de la microcelda emplean puntas de vidrio fabricadas a partir de capilares estirados y terminados en puntas.

El acercamiento de la punta del capilar es una parte fundamental de la técnica, debido a que si existe una separación grande (mayor a $50\mu\text{m}$) con la superficie de estudio es posible que la conexión entre los tres electrodos (CE, RE y WE) sea inadecuada, además de la posibilidad de que el electrodo presente en el interior del capilar fugue hacia la superficie de la muestra alterando los resultados de las pruebas electroquímicas.

El acercamiento de la punta del capilar con la muestra de estudio puede lograrse dejando una gota libre (Tabla 1) sobre la superficie a una distancia de 10 a $50\mu\text{m}$, la cual se mantiene por la tensión superficial generada por el electrolito en la superficie. Sin embargo, para el éxito de esta modalidad de acercamiento se requiere que la muestra de interés sea hidrófoba para evitar escurrimientos sobre la superficie de estudio. Al usar una gota libre es posible realizar múltiples mediciones de la muestra (microcelda de barrido de gota) ya que sólo requiere desplazarla a lo largo de la superficie. La fricción que ejerce la gota es despreciable, además la muestra no es dañada debido a que el esfuerzo mecánico es muy pequeño [28].

Tabla 1. Tipos de capilares y la forma en que hace contacto el electrolito con el WE.

TIPO DE CONTACTO CON LA MUESTRA (WE)	MATERIAL	
	VIDRIO	METAL
SIN SELLADO (Gota libre)		
SELLADO (Junta de silicón)		

Otra forma de hacer contacto con la muestra consiste en colocar una junta de silicón en la punta del capilar, la cual permite formar un estancamiento de electrolito en la punta del capilar favoreciendo el contacto adecuado entre los tres electodos. Al mismo tiempo la junta de silicón actúa de barrera para evitar la fuga de electrolito en la superficie del electrodo de trabajo. Este procedimiento es el más usado [18, 28, 30], ya que la delimitación del área de trabajo es más precisa (Tabla 1). La junta de silicón es la punta del capilar permite garantizar que la única área humedecida sea la comprendida por la junta, permaneciendo el resto de la muestra intacta. Una ventaja del uso de la junta es que permite evaluar superficies rugosas o hidrófilas, aunque hay que cuidar durante la experimentación que la junta de silicón no se desprenda de la punta del capilar. Los capilares pueden ser de distintos materiales, tales como: vidrio o metal, la diferencia de su uso radica en el hecho de si se desea que el CE esté dentro o fuera del capilar (Tabla 1), ya que una ventaja de usar capilares metálicos es que sus paredes pueden actuar como CE.

La técnica de la microcelda consiste en delimitar una pequeña área de exposición con la punta de un capilar, siendo esta área formada entre la punta del capilar y la superficie de estudio, el electrodo de trabajo. El diseño de la microcelda consiste en un soporte generalmente de acrílico (Figura 4), que cuenta con dos secciones, una para colocar el RE (sección A) y una sección B para colocar el CE y el capilar cuya punta delimita al WE.

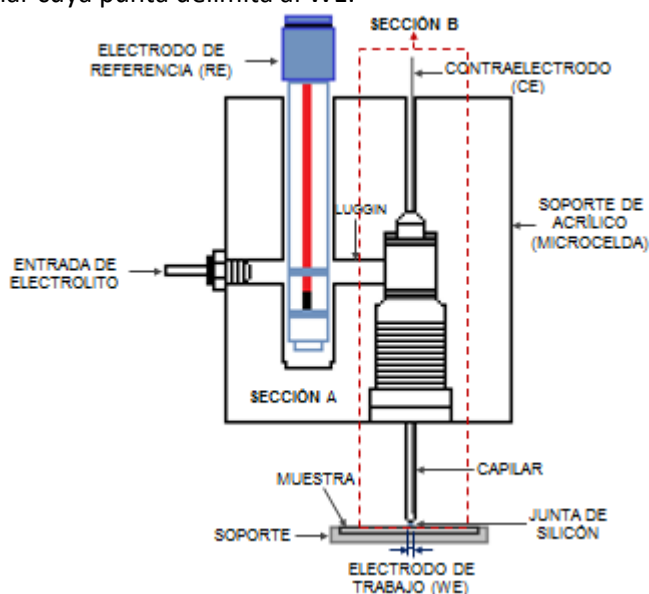


Figura 4. Configuración de la microcelda electroquímica.

En la parte inferior de la sección B (Figura 4), hay una conexión que permite fijar y cambiar fácilmente el capilar de vidrio. Generalmente, en la punta del capilar se coloca una junta de silicón, la cual posee tiempo de vida útil reducido, es por esta razón que se prefiere tener una conexión que permita remover el capilar fácilmente. En el interior del capilar de vidrio se encuentra un microelectrodo que actúa como CE, el cual hace contacto con el RE a través de un canal que conecta ambas secciones (A y B). Es importante mencionar que el cuerpo de la microcelda están llenas de electrolito.

La razón de emplear capilares en la configuración de la microcelda es debido a la pequeña área que proporciona la punta del mismo después de ser estirado, ofreciendo una amplia ventana de análisis de superficie. Por otro lado, la cantidad de electrolito empleado para llevar a cabo la experimentación es muy pequeña, teniendo como ventaja la poca generación de residuos (siempre que se lleven a cabo las mediciones con electrolito estancado) en comparación con las pruebas electroquímicas de tamaño convencional.

La técnica de la microcelda permite obtener mediciones de manera local, mediante la aplicación de diversas pruebas electroquímicas como: polarización potenciodinámica, voltamperometría cíclica o mediciones de impedancia desde 1 MHz hasta unos cuantos mHz [32].

El uso de la microcelda permite el análisis de cualquier tipo de muestra sólida, pero en áreas muy pequeñas (alrededor de $10\mu\text{m}$) se recomienda que sean planas. La muestra no necesita una preparación previa acortando el tiempo de experimentación con la microcelda ya que la medición puede iniciar inmediatamente. Además, con el uso de la microcelda existe la posibilidad de realizar varios experimentos con una sola muestra, siempre que las condiciones del experimento no requieran de grandes densidades de corriente, lo cual implica altas velocidades de reacción y por lo tanto, cambios significativos en la composición del electrolito (debido al pequeño volumen usado). Asimismo, hay que considerar que si se trabaja con una microcelda con electrolito estancado es posible tener una serie de problemas como variaciones de pH, generación de precipitados que obstruyen la punta del capilar, entre otros [29, 33].

El método de análisis electroquímico local puede ser aplicado a varios sistemas, como en superficies catalíticas, ya que no se requiere aislamiento de bordes o de esquinas. También, puede emplearse en cristales sin incrustación o algún otro pretatamiento, sin estrés mecánico. Es posible aplicarse además en macropartículas y en superficies no homogéneas. Es usada comúnmente en el estudio de granos de materiales policristalinos como el acero, aluminio, tantalio, niobio, entre otros [34,35].

Unas de las ventajas de la técnica de la microcelda es que el área del WE está mejor definida, a diferencia de la microscopía electrónica de barrido (SECM), donde se usa un microelectrodo que se mueve a lo largo de la superficie de la muestra midiendo la corriente faradaica en el microelectrodo en función de la posición, dando como resultado que el área del WE sea menos definida. Además, la SECM en muchos casos requiere sistemas óxido-reducción (redox) adicionales llamados mediadores [16, 29, 36] lo que incrementa el tiempo de experimentación.

Algunas desventajas que presenta la técnica de la microcelda son que el uso de grandes densidades de corriente implica grandes velocidades de reacción y por lo tanto cambios significativos en la composición del electrolito [36]. Además, la generación de productos de reacción, por ejemplo burbujas de gas (H_2 y O_2) las cuales tienden a acumularse en la punta del capilar y bloquean el adecuado contacto entre la superficie y la punta del capilar generando que las mediciones no sean correctas [29].

La técnica de la microcelda será empleada para realizar estudios de corrosión puntual, con el fin de evaluar diferentes líquidos iónicos derivados de imidazolios como inhibidores de corrosión

para hierro (Fe) y cobre (Cu). Además, se evaluarán recubrimientos a base de eugenol sobre superficie de acero inoxidable 304 (SS304) y Cu, como posibles barreras anticorrosivas.

La corrosión puede ser definida como la reacción química o electroquímica de un metal o aleación con su entorno, lo cual produce un deterioro que afecta sus propiedades físicas y químicas [4]. Para que la corrosión tenga lugar es necesaria la existencia de un cátodo (donde se lleva a cabo las reacciones de reducción) y de un ánodo (oxidación), los cuales debe estar conectados para que exista el intercambio de electrones (e^-), siendo las reacciones de óxido-reducción las siguientes (Tabla 2):

Tabla 2. Mecanismo general de la Corrosión.

REACCIÓN DE OXIDACIÓN	REACCIONES DE REDUCCIÓN	
$Me^0 \rightarrow Me^{n+} + ne^-$	Medio aireado	$O_2 + 2H_2O + 4e^- \rightarrow 4OH^-$
	Medio ácido	$2H^+ + 2e^- \rightarrow H_2$

En la reacción anódica, el metal es sometido a la oxidación y presenta la pérdida de electrones hacia el medio ambiente, esta reacción es sostenida por el consumo de electrones por parte de la reacción de reducción, dando lugar al proceso de corrosión.

Dentro de las técnicas que nos permiten evaluar la velocidad de corrosión (V_{corr}) sobre un metal en presencia de un medio corrosivo (electrolito) se encuentran:

a) Polarización potenciodinámica, en la cual el electrodo de trabajo varía linealmente con respecto al tiempo, mientras se mide su respuesta de corriente. A partir de las curvas de polarización se puede determinar la V_{corr} ya sea por extrapolación de Tafel o mediante la resistencia a la polarización (R_p), empleando las ecuaciones de la Tabla 3.

Tabla 3. Ecuaciones para determinar la velocidad de corrosión (V_{corr}) y la eficiencia de inhibición ($EI(\%)$) a partir de pruebas de polarización.

TÉCNICA ELECTROQUÍMICA	V_{corr} (mm/año)	$EI(\%)$
Polarización potenciodinámica (Extrapolación de Tafel)	$V_{corr} = 0.00327 \frac{PM \cdot i_{corr}}{n\rho}$	$EI(\%) = \left[\frac{i_{corr}^0 - i_{corr}^{inh}}{i_{corr}^0} \right] \cdot 100$
Polarización potenciodinámica (R_p)	$V_{corr} = i_{corr} = \frac{I_{corr}}{\text{área}}$	$EI(\%) = \left[\frac{R_p^{inh} - R_p^0}{R_p^{inh}} \right] \cdot 100$

b) Espectroscopia de Impedancia electroquímica (EIS) es una técnica que estudia la respuesta de los electrodos a señales de potencial alterno de pequeña amplitud a diversas frecuencias desde MHz hasta μ Hz. La V_{corr} puede determinarse a partir de los valores de resistencia a la polarización que se obtiene de los diagramas de Nyquist.

Otra técnica para determinar la V_{corr} es a través del método gravimétrico o pérdida de peso, que consiste en determinar la diferencia de peso que experimenta un metal o aleación al estar en contacto con el medio corrosivo durante un período de tiempo determinado. El método gravimétrico se realiza con el fin de determinar la velocidad de corrosión en miligramos de material perdido por día transcurrido, por el área de material expuesto en mm/año.

Ya que la corrosión es un proceso que sufren los metales y generalmente pasa inadvertida debido a que es un proceso muy lento, existen diferentes métodos para mejorar la resistencia a la corrosión de un metal. Por ejemplo, la inhibición en medio acuoso consiste en la disminución de la velocidad de disolución del metal producido por la adición de sustancias ya sea orgánica o inorgánica denominadas inhibidores de corrosión (IC), los cuales al ser agregados en pequeñas

concentraciones (ppm) en medios corrosivos protegen y/o previenen contra el ataque de las especies presentes en el medio hacia la superficie del metal [1,4].

Sin embargo, en los últimos años se ha presentado un gran interés en el desarrollo de nuevos inhibidores que sean más eficientes y al mismo tiempo sean amigables con el medio ambiente, dentro de esta búsqueda se encuentran los llamados líquidos iónicos (LI's). Los LI's son compuestos formados exclusivamente por iones, su molécula está formada de un anión (por ejemplo I, Br, Cl) y de un catión que generalmente es de naturaleza aromática con heteroátomos de nitrógeno, oxígeno y azufre dentro del anillo, así como enlaces múltiples que permiten ser adsorbidos en la superficie metálica. El catión es el responsable de brindarle el comportamiento químico a la molécula y el anión proporciona las propiedades físicas del compuesto [37]. Además, las propiedades de un LI's pueden modificarse mediante las diferentes combinaciones del catión y del anión para que este se adapte a las necesidades de una aplicación determinada. Para que un compuesto sea considerado como LI's este debe ser líquido a temperaturas moderadas (menor a 100°C) [38].

Inicialmente los LI's surgieron por la necesidad de reemplazar los solventes orgánicos volátiles, debido a su potencial como solventes "verdes". Pero al ser empleados en la experimentación se encontró que poseen una variedad de propiedades atractivas como: baja toxicidad, elevada densidad (la cual disminuye al aumentar el número de carbonos del radical unido al anillo aromático), amplio intervalo de estabilidad térmica (200 a 500°C), punto de fusión menor a 100°C, no son volátiles por lo que son una alternativa a los solventes orgánicos comúnmente usados, tienen baja presión de vapor (prácticamente insignificante), poseen grandes viscosidades entre 10 a 500cp (la viscosidad de un líquido iónico puede modificarse, pues al aumentar el número de carbonos del radical unido al anillo aromático se incrementa su viscosidad). Además, los LI's pueden ser empleados como electrolitos en síntesis electroquímica, lo que da lugar a una amplia ventana de aplicaciones en electroquímica como disolvente en electrodeposición de metales, baterías, supercondensadores, entre otras aplicaciones, debido a su alta conductividad iónica [39-42].

Dentro de los LI's más estudiados y reportados como IC están los derivados del imidazolio [43-45] (Figura 7), ya que se ha observado que su acción como inhibidor es debida a la interacción del grupo funcional (-C=N-) y la superficie metálica. Además, la electronegatividad del nitrógeno dentro del anillo aromático, forman una película de moléculas orientadas por la zona con mayor densidad electrónica en la superficie metálica.



Figura 5. Interacción de un IC (imidazolina) con una superficie metálica.

Una de las ventajas que poseen los LI's derivados de imidazolio como IC es que la eficiencia de inhibición (EI) puede incrementar al modificar la molécula del líquido iónico, tal como lo reporta el estudio realizado por S.C. Shi *et al.* (2005), que indica que la EI se incrementa al aumentar la longitud de la cadena de carbonos del alquil conectado al nitrógeno dentro del anillo [38].

Dentro de los estudios donde se reportan los LI's como IC, tenemos el realizado por Q. B. Zhang *et al.* (2009) donde evaluó dos LI's llamados: Cloruro de 1-Butil-3-metilimidazolio y sulfato de hidrógeno de 1-butil-3-metilimidazolio, con una concentración de $1 \times 10^{-2} \text{M}$ para acero dulce en presencia de HCl, encontrando que la eficiencia de inhibición fue de 87.5% y 93.7% respectivamente [38]. Otro estudio realizado por I. Lozano, O. Olivares-Xometl, P. Herrasti, *et al.* (2014) evaluó dodecanoato de 1,3-dibencilimidazolio como IC para acero de ducto API 5L-X52 en presencia de HCl 1M con una concentración de 100ppm encontrando una eficiencia de inhibición del 88% [46], entre otros [47-55].

Otra forma de proteger superficies metálicas del medio corrosivo consiste en emplear recubrimientos orgánicos anticorrosivos que modifican las propiedades físicas y químicas de la superficie de los materiales. Los compuestos orgánicos protegen las superficies metálicas de la corrosión, debido a que son fuertemente adsorbidos en la superficie bloqueando los sitios activos donde se llevan a cabo las reacciones de óxido-reducción características de la corrosión [56,57].

Existen diversos estudios donde se reporta que los recubrimientos de compuestos orgánicos aportan a las piezas metálicas resistencia a la corrosión [5], dentro de los compuestos orgánicos que presentan alta eficiencia de inhibición y baja toxicidad son: timol (en acero dulce y en presencia de HCl posee una eficiencia de inhibición del 75%) [58], carvacrol [59], eugenol (para acero en presencia de HCl 1M y una concentración de 175ppm se encontró una eficiencia del 80%) [60], cinamaldehído (el estudio realizado por F. Zucchi *et al.* (1994) reportó que posee una eficiencia de inhibición del 94% para acero en HCl 4M) [61,62], mentol [62], entre otros.

HIPÓTESIS

La microcelda electroquímica puede emplearse para realizar estudios de procesos electroquímicos de forma puntual de superficies metálicas con distintos métodos de protección como: LI's o recubrimientos orgánicos a base de eugenol.

La protección brindada tanto por los LI's como por los recubrimientos es cuantificable con la microcelda electroquímica a partir de técnicas electroquímicas. La información obtenida mediante la implementación de la microcelda permite entender los fenómenos de adsorción y protección de la superficie metálica de forma localizada.

Existe una relación entre la longitud de la cadena de los diferentes LI's derivados de imidazolios con un aumento en la inhibición de la corrosión.

OBJETIVO GENERAL

Diseñar, construir y validar una microcelda de flujo de electrolito que permita investigar el efecto de inhibidores de corrosión y de recubrimientos anticorrosivos a base de eugenol.

JUSTIFICACIÓN

Actualmente existen diferentes arreglos de la microcelda electroquímica, pero el diseño de la misma posee ciertos inconvenientes en el momento de realizar las diferentes pruebas electroquímicas debido a la pequeña cantidad de electrolito que se emplea el cual en la mayoría de los casos está estancado. El estancamiento de electrolito favorece la acumulación de productos de corrosión, la formación de burbujas de gas (O_2 e H_2), los cambios de pH debido a la formación de hidróxidos y precipitados que tienden a obstruir la punta del capilar de la microcelda, alterando el sistema de estudio. Por lo tanto, para evitar los inconvenientes generados por usar la microcelda con electrolito estancado se hará uso de una microcelda adaptada a flujo de electrolito.

Con las técnicas electroquímicas a tamaño convencional es posible evaluar los procesos de corrosión, mediante el uso de grandes áreas de exposición metálica (mm² a cm²), pero no es posible dilucidar entre los procesos electroquímicos locales (como la corrosión por picadura). Por esta razón, se genera la necesidad de desarrollar nuevas técnicas que ayuden a entender los diferentes procesos locales que se presenten debido a la heterogeneidad de la superficie que por métodos convencionales no pueden estudiarse.

La micocelda brinda la posibilidad de estudiar procesos electroquímicos a una microescala de recubrimientos de compuestos orgánicos depositados por medio de plasma frío de radiofrecuencia con el fin de generar una mejora de algunas propiedades de los materiales que lo poseen, así como estimar la resistencia de la corrosión de las superficies tratadas. Además, nos permite obtener información acerca de los fenómenos de adsorción y protección de los LI's de manera local. La información que se puede obtener empleado la técnica de la micocelda incluye la evaluación de defectos en la superficie como inclusiones, fallas en los recubrimientos (zonas sin protección), así como la distribución del espesor del recubrimiento, factores que son importantes para incrementar la durabilidad de los materiales.

1.1. Experiencia previa del Grupo de Investigación

En la Universidad de Guadalajara, Jalisco, México, se tiene el grupo de trabajo en el Laboratorio de electroquímica y corrosión (LEC), dirigido por Norberto Casillas Santana. En este grupo de trabajo se tienen experiencia en el desarrollo de la técnica de la micocelda con electrolito estancado y en el área de corrosión. Además, Norberto Casillas cuenta con gran experiencia en el uso de técnicas de medición puntual, siendo algunas de sus publicaciones las siguientes:

- N. Casillas, S. Charlebois, W.H. Smyrl and H.S. White, "Pitting corrosion of titanium", *J. Electrochem. Soc.* Vol. 141, pp. 636-642, 1994.
- N. Casillas, S.J. Charnebois, W.H. Smyrl and H.S. White, "Scanning electrochemical microscopy of precursor sites for pitting corrosion on titanium", *J. Electrochem Soc.* Vol. 140, pp. L142-L145, 1993).

En la Universidad Autónoma de Madrid, se cuenta con el grupo de trabajo llamado: Electrochemical synthesis and spectroscopic characterization of materials (Matelec), dirigido por Pilar Herrasti González y Nieves Menéndez González. En este grupo se cuenta con amplia experiencia en múltiples disciplinas, como es el caso de corrosión, en donde se tienen trabajos previos enfocados a estudiar líquidos iónicos como inhibidores de corrosión, cuyos trabajos reportados fueron:

- Lozano, E. Mazario, C. Olivares-Xometl, N. Likhanova and P. Herrasti, "Corrosion behaviour of API 5L X52 steel in HCl and H₂SO₄ media in the presence of 1,3-dibencilimidazolio acetate and 1,3-dibencilimidazolio dodecanoate ionic liquids as inhibitors", *Mater. Chem. Phys.* Vol. 147, pp. 191-197, 2014.
- O. Olivares-Xometl, C. López-Aguilar, P. Herrasti-González, N.V. Likhanova, I. Lijanova, R. Martinez-Palou and J.A. Rivera-Márquez, "Adsorption and corrosion inhibition performance by three new ionic liquids on API 5L X52 steel surface in acid media", *Ind. Eng. Chem. Res.* Vol. 53, pp. 9534-9543, 2014).

2 . Objetivos y planteamiento

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Diseñar, construir y validar una microcelda electroquímica de flujo de electrolito, la validación se llevar a cabo empleando el sistema Ferro-Ferricianuro de potasio 1M.
- 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. Los recubrimientos serán realizados utilizando la técnica de anclaje asistido por plasma.
- Evaluar la eficiencia de inhibición de la corrosión de los recubrimientos a base de eugenol a partir de pruebas de polarización potenciodinámica (Tafel y Rp) para determinar la velocidad de corrosión.
- Determinar la velocidad de corrosión y la eficiencia de inhibición de líquidos iónicos derivados de imidazolios, a partir de pruebas electroquímicas.

3 . Metodología y plan de trabajo

Las pruebas de polarización se realizarán con un barrido $\pm 250\text{mV}$ contra el potencial a circuito abierto (OCP), a una velocidad de barrido de 0.001V/s , el tiempo de estabilización del OCP será de 10min. Los barridos se iniciarán por la rama catódica y después se realizará el barrido de su respectiva rama anódica.

Para las mediciones en macro (tamaño convencional) el electrodo de trabajo será limpiado al inicio y al finalizar cada medición con papel de lija de carburo de silicio (SiC) grano 400 y 1000. Para las pruebas con la microcelda, el electrodo de trabajo sólo será devastado al inicio de las pruebas con papel de lija de SiC (grano 600, 1000, 1500 y 2000).

A partir de las curvas de polarización se trazaran las pendientes de Tafel a $\pm 120\text{mV/década}$ partiendo del potencial de corrosión (E_{corr}), con el fin de obtener una pendiente catódica y una anódica, cuya intersección de ambas pendientes es la densidad de corriente de corrosión (i_{corr}). Tanto la velocidad de corrosión y la eficiencia de inhibición será determinada empleando las ecuaciones de la Tabla 3.

Como electrodo de trabajo se emplearan diferentes sustratos metálicos, entre los que encontramos: acero inoxidable 304 (SS304), cobre (99.99% de pureza) y Fe (99.89% de pureza). Las láminas de SS304 y Cu serán usadas para realizar el recubrimiento a base de eugenol.

Período	Ene-Feb 2014	Mar-Abr 2014	Mayo-Jun 2014	Jul-Ago. 2014	Sept-Oct 2014	Nov-Dic 2014	Ene-Feb 2015	Mar-Abr 2015	Mayo-Jun 2015	Jul-Ago. 2015	Sept-Oct 2015*	Nov-Dic 2015*	Ene-Feb 2016*	Mar-Abr 2016*	Mayo-Jun 2016*	Jul-Ago. 2016*	Sept-Oct 2016*	Nov-Dic 2016*	Ene-Feb 2017
Actividad																			
Revisión bibliográfica																			
Elaboración y registro del protocolo de tesis (UdeG)																			
Realizar recubrimientos a																			

base de eugenol en sustratos de SS304 y Cu																			
Análisis superficial de los testigos con recubrimiento por XPS																			
Diseño y construcción de la microcelda electroquímica																			
Validación de la microcelda adaptada a flujo con el sistema Ferro/Ferricianuro de potasio																			
Pruebas de polarización potenciodinámica (TAFEL) empleando LI's A escala convencional																			
Pruebas de pérdida de peso empleado LI's en medios de HCl 0.1M y 100ppm de LI's																			
Pruebas de polarización potenciodinámica empleado la microcelda																			
Pruebas de impedancia con LI's																			
Pruebas de polarización potenciodinámica de los recubrimientos a base de eugenol																			
Escritura de tesis																			

(*) Los campos en azul corresponden al período de estancia de cotutela.

3.1. Impacto previsto

Al ser la técnica de la microcelda una técnica reciente, cuyo uso ha sido empleado para el análisis de superficies, con la que es posible entender los procesos puntuales como la corrosión local, que tiene lugar debido a la heterogeneidad de la superficie. Esta técnica nos permite realizar pruebas electroquímicas que nos permiten cuantificar la corrosión.

Los resultados obtenidos serán difundidos mediante la publicación de artículos científicos en revistas relevantes a los temas de electroquímica y corrosión, así como la presentación en congresos enfocados a los mismos temas.

3.2. Plan de financiación y movilidad

Se cuenta con una beca otorgada por el Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACyT) en México. Se plantea realizar una estancia de tres meses en la Universidad de Southampton cuya financiación se espera a través de los programas para Personal Investigador en Formación (PIF).

4 . Bibliografía inicial

- [1] J. R. Davis, *Corrosion: Understanding the basics*. ASM International, 2000.
- [2] M. Kermani and D. Harr, "The impact of corrosion on oil and gas industry," in *Giornata di studio IGF S. Donato Milanese 1996*, 2008.
- [3] G. H. Koch, M. P. Brongers, N. G. Thompson, Y. P. Virmani, and J. H. Payer, "Corrosion cost and preventive strategies in the United States," Tech. Rep., 2002.
- [4] D. A. Jones, *Principles and prevention of corrosion*, vol. 1. Prentice Hall Upper Saddle River, NJ, 1996.
- [5] M. B. Zakaria, M. A. Elmorsi, and E.-Z. M. Ebied, "Corrosion inhibition of 304 stainless steel, copper and nickel metals using mesoporous silicate (MCM-41) and 2, 5-distyrylpyrazine photopolymer," *ECS Transactions*, vol. 33, no. 16, pp. 227–243, 2011.
- [6] V. S. Sastri, *Corrosion inhibitors: principles and applications*. Wiley Chichester, 1998.
- [7] K. Fushimi and M. Seo, "An SECM observation of dissolution distribution of ferrous or ferric ion from a polycrystalline iron electrode," *Electrochimica acta*, vol. 47, no. 1, pp. 121–127, 2001.
- [8] A. J. Bard, F. R. F. Fan, J. Kwak, and O. Lev, "Scanning electrochemical microscopy. Introduction and principles," *Analytical Chemistry*, vol. 61, no. 2, pp. 132–138, 1989.
- [9] P. James, N. Casillas, and W. H. Smyrl, "Simultaneous scanning electrochemical and photoelectrochemical microscopy by use of a metallized optical fiber," *Journal of the Electrochemical Society*, vol. 143, no. 12, pp. 3853–3865, 1996.
- [10] L. Garfias-Mesias, M. Alodan, P. James, and W. Smyrl, "Determination of precursor sites for pitting corrosion of polycrystalline titanium by using different techniques," *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 145, no. 6, pp. 2005–2010, 1998.
- [11] H. Isaacs, "The measurement of the galvanic corrosion of soldered copper using the scanning vibrating electrode technique," *Corrosion science*, vol. 28, no. 6, pp. 547–558, 1988.
- [12] M. I. Montenegro, I. Montenegro, M. A. Queirós, and J. L. Daschbach, *Microelectrodes: theory and applications: theory and applications*, vol. 197. Springer Science & Business Media, 1991.
- [13] P. Yáñez-Sedeño and J. M. Pingarrón, "Microelectrodos: nuevas posibilidades de la electroquímica analítica," in *Ánales de la Real Sociedad Española de Química*, pp. 19–28.
- [14] M. I. Montenegro, I. Montenegro, M. A. Queirós, and J. L. Daschbach, *Microelectrodes: theory and applications: theory and applications*, vol. 197. Springer Science & Business Media, 1991.
- [15] P. Yáñez-Sedeño and J. M. Pingarrón, "Microelectrodos: nuevas posibilidades de la electroquímica analítica," in *Ánales de la Real Sociedad Española de Química*, pp. 19–28.
- [16] H. Krawiec, V. Vignal, and R. Oltra, "Use of the electrochemical microcell technique and the SVET for monitoring pitting corrosion at MnS inclusions," *Electrochemistry Communications*, vol. 6, no. 7, pp. 655–660, 2004.
- [17] G. Buytaert, J. de Wit, L. Katgerman, B. Kernig, H. Brinkman, H. Terryn, et al., "Electrochemical investigation of rolled-in subsurface layers in commercially pure aluminium alloys with the micro-capillary cell technique," *Surface and Coatings Technology*, vol. 201, no. 8, pp. 4553–4560, 2007.
- [18] T. Suter and H. Böhni, "A new microelectrochemical method to study pit initiation on stainless steels," *Electrochimica Acta*, vol. 42, no. 20, pp. 3275–3280, 1997.
- [19] C.-J. Park, H.-S. Kwon, and M. Lohrengel, "Micro-electrochemical polarization study on 25% Cr duplex stainless steel," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 372, no. 1, pp. 180–185, 2004.
- [20] H. Böhni, T. Suter, and F. Assi, "Micro-electrochemical techniques for studies of localized processes on metal surfaces in the nanometer range," *Surface and coatings technology*, vol. 130, no. 1, pp. 80–86, 2000.
- [21] M. Lohrengel, S. Heiroth, K. Kluger, M. Pilaski, and B. Walther, "Microimpedance—localized material analysis," *Electrochimica Acta*, vol. 51, no. 8, pp. 1431–1436, 2006.

- [22] B. Bozzini, A. Gianoncelli, P. Bocchetta, S. Dal Zilio, and G. Kourousias, "Fabrication of a sealed electrochemical microcell for in situ soft X-ray microspectroscopy and testing with in situ Co-polypyrrole composite electrodeposition for Pt-free oxygen electrocatalysis," *Analytical chemistry*, vol. 86, no. 1, pp. 664–670, 2013.
- [23] A. Hassel and M. Lohrengel, "The scanning droplet cell and its application to structured nanometer oxide films on aluminium," *Electrochimica Acta*, vol. 42, no. 20, pp. 3327–3333, 1997.
- [24] A. I. Mardare, A. D. Wieck, and A. W. Hassel, "Microelectrochemical lithography: A method for direct writing of surface oxides," *Electrochimica Acta*, vol. 52, no. 28, pp. 7865–7869, 2007.
- [25] M. Lohrengel, "Interface and volume effects in biological cells and electrochemical microcells," *Electrochimica acta*, vol. 42, no. 20, pp. 3265–3271, 1997.
- [26] M. Lohrengel, A. Moehring, and M. Pilaski, "Electrochemical surface analysis with the scanning droplet cell," *Fresenius' journal of analytical chemistry*, vol. 367, no. 4, pp. 334–339, 2000.
- [27] M. Lohrengel, "Electrochemical capillary cells," *Corrosion engineering, science and technology*, vol. 39, no. 1, pp. 53–58, 2004.
- [28] M. Lohrengel, A. Moehring, and M. Pilaski, "Capillary-based droplet cells: limits and new aspects," *Electrochimica acta*, vol. 47, no. 1, pp. 137–141, 2001.
- [29] M. Lohrengel, C. Rosenkranz, I. Klüppel, A. Moehring, H. Bettermann, B. Van den Bossche, and J. Deconinck, "A new microcell or microreactor for material surface investigations at large current densities," *Electrochimica Acta*, vol. 49, no. 17, pp. 2863–2870, 2004.
- [30] M. Sanchez, J. Gamby, H. Perrot, D. Rose, and V. Vivier, "Microelectrochemistry of copper in NaCl solution: Comparison between conventional microelectrode and microelectrochemical cell," *Electrochemistry Communications*, vol. 12, no. 9, pp. 1230–1232, 2010.
- [31] M. Sanchez, N. Aouina, D. Rose, P. Rousseau, H. Takenouti, and V. Vivier, "Assessment of the electrochemical microcell geometry by local electrochemical impedance spectroscopy of copper corrosion," *Electrochimica Acta*, vol. 62, pp. 276–281, 2012.
- [32] M. Pilaski, T. Hamelmann, A. Moehring, and M. Lohrengel, "Impedance spectroscopy in micro systems," *Electrochimica Acta*, vol. 47, no. 13, pp. 2127–2134, 2002.
- [33] A. Vogel and J. Schultze, "A new microcell for electrochemical surface analysis and reactions," *Electrochimica Acta*, vol. 44, no. 21, pp. 3751–3759, 1999.
- [34] J. W. Schultze, M. Pilaski, M. M. Lohrengel, and U. König, "Single crystal experiments on grains of polycrystalline materials: Oxide formation on Zr and Ta," *Faraday discussions*, vol. 121, pp. 211–227, 2002.
- [35] C. Park, M. Lohrengel, T. Hamelmann, M. Pilaski, and H. Kwon, "Grain-dependent passivation of surfaces of polycrystalline zinc," *Electrochimica acta*, vol. 47, no. 21, pp. 3395–3399, 2002.
- [36] F. Arjmand and A. Adriaens, "Investigation of 304L stainless steel in a NaCl solution using a microcapillary electrochemical droplet cell: Comparison with conventional electrochemical techniques," *Electrochimica Acta*, vol. 59, pp. 222–227, 2012.
- [37] A. Romero, "Líquidos iónicos a temperatura ambiente: un nuevo medio para las reacciones químicas: Rev. r," *Ácad. Cienc. Exact. Fs. Nat (Esp)*, vol. 102, pp. 79–90, 2008.
- [38] Q. Zhang and Y. Hua, "Corrosion inhibition of mild steel by alkylimidazolium ionic liquids in hydrochloric acid," *Electrochimica Acta*, vol. 54, no. 6, pp. 1881–1887, 2009.
- [39] F. H. Hurley and T. P. Wler, "The electrodeposition of aluminum from nonaqueous solutions at room temperature," *Journal of the Electrochemical Society*, vol. 98, no. 5, pp. 207–212, 1951.
- [40] J. Holbrey and K. Seddon, "Ionic liquids," *Clean Products and Processes*, vol. 1, no. 4, pp. 223–236, 1999.
- [41] J. S. Wilkes, "Properties of ionic liquid solvents for catalysis," *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, vol. 214, no. 1, pp. 11–17, 2004.
- [42] J. S. Wilkes and M. J. Zaworotko, "Air and water stable 1-ethyl-3-methylimidazolium based ionic liquids," *J. Chem. Soc., Chem. Commun.*, no. 13, pp. 965–967, 1992.

- [43] M. A. Ibrahim, M. Messali, Z. Moussa, A. Y. Alzahrani, S. N. Alamry, and B. Hammouti, "Corrosion inhibition of carbon steel by imidazolium and pyridinium cations ionic liquids in acidic environment," *Portugaliae Electrochimica Acta*, vol. 29, no. 6, pp. 375–389, 2011.
- [44] M. Quraishi, M. Rafiquee, S. Khan, and N. Saxena, "Corrosion inhibition of aluminium in acid solutions by some imidazoline derivatives," *Journal of Applied Electrochemistry*, vol. 37, no. 10, pp. 1153–1162, 2007.
- [45] N. V. Likhanova, O. Olivares-Xometl, D. Guzmán-Lucero, M. A. Domnguez-Aguilar, N. Nava, M. Corrales-Luna, and M. C. Mendoza, "Corrosion inhibition of carbon steel in acidic environment by imidazolium ionic liquids containing vinyl-hexafluorophosphate as anion," *Int. J. Electrochem. Sci*, vol. 6, pp. 4514–4536, 2011.
- [46] I. Lozano, E. Mazario, C. Olivares-Xometl, N. Likhanova, and P. Herrasti, "Corrosion behaviour of API 5L X52 steel in HCl and H₂SO₄ media in the presence of 1, 3-dibencilimidazolium acetate and 1, 3-dibencilimidazolium dodecanoate ionic liquids as inhibitors," *Materials Chemistry and Physics*, vol. 147, no. 1, pp. 191–197, 2014.
- [47] O. Olivares-Xometl, C. López-Aguilar, P. Herrast-González, N. V. Likhanova, I. Lijanová, R. Martínez-Palou, and J. A. Rivera-Márquez, "Adsorption and corrosion inhibition performance by three new ionic liquids on API 5L X52 steel surface in acid media," *Industrial & Engineering Chemistry Research*, vol. 53, no. 23, pp. 9534–9543, 2014.
- [48] F. Trombetta, R. F. de Souza, M. O. de Souza, C. B. Borges, N. F. Panno, and E. M. A. Martini, "Stability of aluminium in 1-butyl-3-methylimidazolium tetrafluoroborate ionic liquid and ethylene glycol mixtures," *Corrosion Science*, vol. 53, no. 1, pp. 51–58, 2011.
- [49] O. Olivares-Xometl, N. V. Likhanova, N. Nava, A. C. Prieto, I. V. Lijanová, A. Escobedo-Morales, and C. López-Aguilar, "Thiadiazoles as corrosion inhibitors for carbon steel in H₂SO₄ solutions," *Int. J. Electrochem. Sci*, vol. 8, pp. 735–752, 2013.
- [50] M. Scendo and J. Uznanska, "The effect of ionic liquids on the corrosion inhibition of copper in acidic chloride solutions," *International Journal of Corrosion*, vol. 2011, 2011.
- [51] G. Yue, X. Lu, Y. Zhu, X. Zhang, and S. Zhang, "Surface morphology, crystal structure and orientation of aluminium coatings electrodeposited on mild steel in ionic liquid," *Chemical Engineering Journal*, vol. 147, no. 1, pp. 79–86, 2009.
- [52] P.-C. Lin, I.-W. Sun, J.-K. Chang, C.-J. Su, and J.-C. Lin, "Corrosion characteristics of nickel, copper, and stainless steel in a Lewis neutral chloroaluminate ionic liquid," *Corrosion Science*, vol. 53, no. 12, pp. 4318–4323, 2011.
- [53] M. Cai, Y. Liang, F. Zhou, and W. Liu, "Tribological properties of novel imidazolium ionic liquids bearing benzotriazole group as the antiwear/anticorrosion additive in poly (ethylene glycol) and polyurea grease for steel/steel contacts," *ACS applied materials & interfaces*, vol. 3, no. 12, pp. 4580–4592, 2011.
- [54] K. Khaled, "The inhibition of benzimidazole derivatives on corrosion of iron in 1 M HCl solutions," *Electrochimica Acta*, vol. 48, no. 17, pp. 2493–2503, 2003.
- [55] M. Cai, Y. Liang, F. Zhou, and W. Liu, "Anticorrosion imidazolium ionic liquids as the additive in poly (ethylene glycol) for steel/Cu–Sn alloy contacts," *Faraday discussions*, vol. 156, no. 1, pp. 147–157, 2012.
- [56] A. Bouyanzer, R. Salghi, B. Hammouti, J.-M. Desjobert, J. Costa, J. Paolini, L. Majidi, *et al.*, "Inhibition of corrosion of mild steel in 1 M HCl by the essential oil or solvent extracts of *ptychotis verticillata*," *Research on Chemical Intermediates*, vol. 41, no. 2, pp. 935–946, 2015.
- [57] M. Ameer and A. Fekry, "Corrosion inhibition of mild steel by natural product compound," *Progress in Organic Coatings*, vol. 71, no. 4, pp. 343–349, 2011.
- [58] T. Ibrahim, H. Alayan, and Y. Al Mowaqet, "The effect of thyme leaves extract on corrosion of mild steel in HCl," *Progress in Organic Coatings*, vol. 75, no. 4, pp. 456–462, 2012.
- [59] J. Mastelic, I. Jerkovic, I. Blazevic, M. Poljak-Blazi, S. Borovic, I. Ivancic-Bace, V. Smrecki, N. Zarkovic, K. Brcic-Kostic, D. Vikić-Topić, *et al.*, "Comparative study on the antioxidant and

biological activities of carvacrol, thymol, and eugenol derivatives," *Journal of agricultural and food chemistry*, vol. 56, no. 11, pp. 3989–3996, 2008.

[60] E. Chaieb, A. Bouyanzer, B. Hammouti, and M. Benkaddour, "Inhibition of the corrosion of steel in 1M HCl by eugenol derivatives," *Applied surface science*, vol. 246, no. 1, pp. 199–206, 2005.

[61] J. Gao, Y. Weng, L. Feng, H. Yue, *et al.*, "Corrosion inhibition of α , β -unsaturated carbonyl compounds on steel in acid medium," *Petroleum Science*, vol. 6, no. 2, pp. 201–207, 2009.

[62] P. B. Raja and M. G. Sethuraman, "Natural products as corrosion inhibitor for metals in corrosive media—a review," *materials letters*, vol. 62, no. 1, pp. 113–116, 2008.



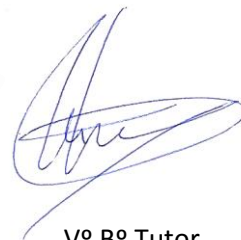
Firma Doctorando
Claudia López
Aguilar



Vº Bº Director UAM
Pilar Herrasti
González



Vº Bº Director UdeG
Norberto Casillas
Santana



Vº Bº Tutor
Nieves Menendez
González

ANEXO I : *Curriculum vitae* del director o directores de la tesis

- RESUMEN DEL CURRICULUM VITAE



NORBERTO CASILLAS SANTANA

FORMACIÓN ACADÉMICA

Licenciatura en Ingeniería Química (1982).
Maestría en ciencias en Ingeniería Química (1987).
Doctorado en Ingeniería Química en el Departamento de ingeniería química y Ciencia de los materiales en la Universidad de Minneapolis, MN (1993)
Posdoctorado en Centro de investigación de la Corrosión de la Universidad de Minnesota bajo la supervisión del Prof. William H. Smyrl (1994).
Miembro del Sistema Nacional de Investigadores Nivel II.

TELÉFONO/CORREO ELECTRÓNICO

+52 (33) 1378 5900 EXT. 27536
norberto.casillas@cucei.udg.mx
ncasa@hotmail.com

ACTIVIDADES DOCENTES ACTUALES

Posgrado en Química e Ingeniería Química en la Universidad de Guadalajara, Jalisco, México.
Profesor de la materia de Electroquímica II, a nivel Licenciatura en el área de Química e Ingeniería Química.

LINEAS DE INVESTIGACIÓN

En los últimos años se ha orientado al estudio de las rutas de incorporación de metales en bebidas espirituosas nacionales y el desarrollo de estrategias para removerlos, sin modificar sus propiedades sensoriales empleando reactores electroquímicos y resinas de intercambio iónico.

Investigación en procesos que incluyen el estudio de la adsorción de xantatos en minerales para su separación en procesos de flotación.

El desarrollo y aplicación de técnicas electroquímicas de barrido, por ejemplo, microscopía electroquímica de barrido (SECM), microscopía fotoelectroquímica de barrido (SPECM) y microscopía electroquímica de corriente alterna (AC-SECM), al estudio de procesos de transferencia de masa en sistemas trifásicos, propiedades semiconductoras de minerales, transporte iónico y procesos de corrosión localizada.

ARTÍCULOS PUBLICADOS RECIENTES:

Alberto Gutiérrez-Becerra, Fernando Martínez-Martínez, Maximiliano Bárcena-Soto, Norberto Casillas, Israel Ceja, Sylvain Prévost, Michael Gradzielski, José I. Escalante, 2014 "Direct synthesis of different metal hexacyanoferrate nanoparticles in reverse microemulsions by using a derrocyanide functionalized surfactant", *Colloids and Surfaces A, Physicochemical and Engineering Aspects*. Vol 444, pp. 63-68.

2013 L.M. Bravo-Anaya, E.R. Macías, F. Carvajal Ramos, J.G. Álvarez-Ramírez, N. Casillas, J.F.A. Soltero, E.R. Larios-Durán, "DNA Transitions by Adsorption Impedance Study", *Journal of*

the Electrochemical Society. Vol. 4, pp. G69-G74.

Marina E. Rincón, Cecilia Cuevas-Arteaga, Mauricio Solís de la Fuente, Arturo Estrada-Vargas, Norberto Casillas, Maximiliano Bárcena-Soto, "Low-voltage anodized TiO₂ nanostructures studied by alternate current electrochemical microscopy and photoelectrochemical measurements", *Journal of Solid State Electrochemistry*. Vol 16, No. 3, pp. 977-983

Alberto Gutiérrez-Becerra, Maximiliano Bárcena-Soto, Víctor Soto, Jesús Arellano-Ceja, Norberto Casillas, Sylvain Prévost, Laurence Noirez, Michael Gradzielski, José I. Escalente, "Structure of reverse microemulsion-templated metal hexacyanoferrate nanoparticles" *Nanoscale Research Letters*, Vol. 7, No. 83

- 2012** L.M. Bravo-Anaya, E.R. Macias, F. Carvajal Ramos, V. V. A. Fernández, N. Casillas, J.F.A. Soltero, E. R. Larios-Durán, "DNA Conformational Transitions at Different Concentrations and Temperatures Monitored by EIS", *ECS Electrochemistry Letters*, Vo. 1, No. 2, pp. G1-G3.

Alejandra Carreon-Alvarez, Rocío Castañeda Valderrama, Jorge Avalos Martínez, Arturo Estrada-Vargas, Sergio Gómez-Salazar, Maximiliano Bárcena-Soto, Norberto Casillas, "Corrosion of Aluminium, Copper, Brass and Stainless Steel 304 in Tequila", *International Journal of electrochemical Science*, Vol. 7, pp. 7877-7887.

A.S. Ordeñana-Martínez, M.E. Rincón, M.Vargas, A. Estrada-Vargas, N. Casillas, M. Bárcena-Soto, E. Ramos, "Carbon Electrochemistry, Vol. 16, No. 12, pp. 3777-3782.

VINCULACIÓN EN EMPRESAS O INSTITUCIONES (2006 en adelante)

Universidad Autónoma de San Luis Potosí

Dr. Roel Cruz Gaona

<http://www.uaslp.mx/Spanish/Paginas/default.aspx>

Centro de Investigación en Energía

Dra. Marina Elizabeth Rincón González

<http://xml.cie.unam.mx/xml>

Universidad Autónoma Metropolitana, Unidad Iztapalapa

Dr. Ignacio González Martínez

<http://www.izt.uam.mx/>

Universidad Iberoamericana

Dr. Jorge G. Ibáñez Cornejo

<http://www.ui.mx>

RESUMEN DEL CURRICULUM VITAE

PILAR HERRASTI GONZÁLEZ

FORMACIÓN ACADÉMICA

Licenciado en Ciencias Químicas por la Universidad Autónoma de Madrid (1982)
Doctorado en el programa Oficial de Doctorado en Ciencias Químicas por la Universidad Autónoma de Madrid (1987)

ACTIVIDADES DESARROLLADAS

Puesto: Catedrática de Universidad
Número de sexenios: 4 el último en el año 2009.
Número de quinquenios: 6
Número de publicaciones: 98 de ellas más del 90% en el primer cuartil.
Número de congresos: 73
Tesis dirigidas: 8, en la actualidad estoy dirigiendo 4 tesis doctorales
Proyectos como participante: 14
Proyectos como investigador principal: 5

CORREO ELECTRONICO

pilar.herrasti@uam.es

LÍNEAS DE INVESTIGACIÓN

Las principales líneas de investigación que he desarrollado en mi carrera científica se han basado en la obtención electroquímica de diferentes materiales y sus posibles aplicaciones. Así por ejemplo en el caso de la síntesis de polímeros conductores, se ha desarrollado la obtención de los mismos en diferentes sustratos con el fin de estudiar el comportamiento de estos sistemas frente a la corrosión. La síntesis de materiales protectores no solo se ha limitado a los polímeros conductores si no a otros recubrimientos mediante capas autoensambladas o líquidos iónicos como inhibidores del proceso de corrosión. En los últimos años mi trabajo de investigación se ha centrado más específicamente en la síntesis electroquímica de nanopartículas magnéticas de óxidos de hierro, estudiando tanto sus características estructurales y magnéticas con el cambio de los parámetros de la síntesis, como también, sus posibles aplicaciones en el campo de la biomedicina, con aplicación específica en hipertermia y resonancia de imagen. Otras aplicaciones de estos y otros materiales se han centrado de forma más concreta en la remediación de contaminantes orgánicos.

DOCENCIA

He impartido asignaturas tanto en la licenciatura, el grado como en Master: Termodinámica, Química sostenible, Conversión de energía, Química Física Técnica, Química Física I, Química General.

GESTIÓN

Miembro del claustro de Universidad, Coordinadora de primero del grado en Química, Coordinadora de la asignatura de Termodinámica. Secretaria de la Sociedad Iberoamericana de electroquímica.

ARTICULOS PUBLICADOS RECIENTES:

- Ivan Bezares, Adolfo del Campo, Pilar Herrasti González, Alexandra Muñoz-Bonilla, "A simple aqueous electrochemical method to synthesize TiO₂ nanoparticles", *Physical Chemical Physics*, 17-43, pp. 29318-29326.
- 2015 Luis Javier Martinez, Alexandra Muñoz-Bonilla, Eva Mazario, Francisco Javier Palomares, "Adsorption of chromium (VI) onto electrochemically obtained magnetite nanoparticles", *International Journal of the Environmental Science and Technology*, 12-12, pp. 4017-4024.
- Victor Velasco, Laura Muñoz, Eva Mazario, Nieves Menéndez, Pilar Herrasti, Antonio Hernando, Patricia Crespo, "Chemically synthesized Au-Fe₃O₄ nanostructures with

controlled optical and magnetic properties", Journal of Physics D: Applied Physics, 48-3, pp. 035502-035502.

Seydy Olvera, Elsa Arce Estrada, Jorge Sanchez-Marcos, Francisco Javier Palomares, Luis Vazquez, Pilar Herrasti González, *"Effect of the low magnetic field on the electrodeposition of CoNi_{100-x} alloys"*, Materials Characterization, 105, pp. 136-143.

Eva Mazario Masip, Jorge Sanchez-Marcos, Nieves Menendez González, Magdalena Cañete, Alvaro Mayoral, Sara Rivera-Fernandez, Jesús de la Fuente, Pilar Herrasti González, *"High specific Absorption Rate and Transverse Relaxivity Effects in Manganese Ferrite Nanoparticles Obtained by an Electrochemical Route"*, Journal of physical chemistry C, 119, pp. 6828-6834.

Josias Falararo Pagotto, María Fátima Montemor, Francisco Javier Recio Cortés, Artur Motheo, Alda Simoes, Pilar Herrasti González, *"Visualisation of the Galvanic Effects at Wells on Carbon Steel"*, Journal of the Brazilian chemical society, 26-4, pp. 667-675.

Octavio Olivares-Xometl, Claudia López-Aguilar, Pilar Herrasti-González, Natalya V. Likhanova, Rafael Martínez-Palou, J. Antonio Rivera-Márquez, *"Adsorption and Corrosion Inhibition Performance by Three New ionic Liquids on API 5L X52 Steel Surface in Acid Media"*, Industrial & Engineering Chemistry Research, 53-23, pp. 9534-9543.

R. Galindo, S. Gutiérrez, N. Menéndez, P. Herrasti, *"Catalytic properties of nickel ferrites for oxidation of glucose, β -nicotinamide adenine dinucleotide (NADH) and methanol"*, Journal of Alloys and Compounds, 586-SUPPL. 1, pp. S511-S515.

2014 S. Olvera, J. Sánchez-Marcos, F.J. Palomares, E. Salas, E.M. Arce, P. Herrasti Characterization and corrosion behaviour of CoNi alloys obtained by mechanical alloying", Materials Characterization, 93, pp. 79-86.

R. Galindo, N. Menéndez, P. Crespo, V. Velasco, O. Bomati-Miguel, D. Díaz-Fernández, P. Herrasti, *"Comparison of different methodologies for obtaining nickel nanoferrites"*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 361, pp. 118-125.

I. Lozano, E. Mazario, C.O. Olivares-Xometl, N.V. Likhanova, P. Herrasti, *"Corrosion behaviour of APS 5LX52 steel in HCL and H₂SO₄ media in the presence of 1,3-dibenzilimidazolium acetate and 1,3-dibenzilimidazolium dodecanoate ionic liquids as inhibitors"*, Materials Chemistry and Physics, 147-1-2, pp. 191-197.

ANEXO II: Cuestionario sobre implicaciones éticas

Indicar si la propuesta del plan de investigación contempla alguno/s de los siguientes aspectos:

A: Investigación con seres humanos o uso de datos personales.....	SI ☐ NO ☒
B: Utilización de muestras biológicas humanas o información genética.....	SI ☐ NO ☒
C: Experimentación animal.....	SI ☐ NO ☒
D: Utilización de agentes biológicos de riesgo para la salud humana, animal o para las plantas	SI ☐ NO ☒
E: Uso de organismos modificados genéticamente (OMGs).....	SI ☐ NO ☒

En caso de haber contestado afirmativamente a uno o más ítems proceda según se indica en el resto de este anexo:

Si el trabajo se hace dentro de un Proyecto de Investigación más amplio que cuenta con la aprobación del Comité de Ética de la Investigación (CEI), especificar:

- Título del proyecto:
- Investigador Principal:
- Fecha de aprobación por el CEI-UAM²:

Si el trabajo de investigación no se enmarca en un Proyecto ya aprobado, se ha de presentar una breve memoria que incluya las actividades a realizar, incluyendo la metodología y el material –en su caso– que se va a utilizar. Dicha memoria deberá enviarse directamente al CEI de la UAM a la dirección de correo electrónico comite.eticainvestigacion@uam.es. Aparte de la memoria, se adjuntará la siguiente documentación:

- En el **supuesto A**, si la investigación es prospectiva, se deberá aportar el documento de consentimiento informado que se utilizará, donde conste la información detallada que recibirá el participante en el estudio. Si la investigación es retrospectiva se deberá establecer un compromiso de confidencialidad sobre los posibles datos identificativos de los participantes. En cualquier caso, se detallará si los datos o el material obtenido serán anonimizados o codificados y cómo se custodiarán. También deberá indicarse el modo de reclutamiento de los participantes. Si se trata de experimentación clínica se debe adjuntar el informe del Comité de Ética del Centro en el que se llevará a cabo la experimentación, señalando la extensión de esta autorización (usos restringidos al proyecto, o para otros usos relacionados).
- En el **supuesto B** si la investigación es prospectiva, se deberá aportar el documento de consentimiento informado a utilizar donde conste la información detallada que recibirá el participante en el estudio. Si la investigación es retrospectiva deberá presentarse la autorización del uso de las muestras, que deberán tratarse de forma anónima, a menos que se justifique adecuadamente la necesidad del tratamiento de forma no anónima, en cuyo caso se necesitará consentimiento informado y documento de confidencialidad.
- En el **supuesto C** se deberá adjuntar el Informe del Órgano Encargado del Bienestar de los Animales (OEBA) y, en su caso, del Órgano Habilitado.
- En el **supuesto D** se debe adjuntar el informe del Comité de Bioseguridad o del Servicio de Prevención de Riesgos Laborales del Centro en el que se llevará a cabo la experimentación. Asimismo, se deberán enumerar los agentes biológicos a utilizar y describir las medidas de contención del laboratorio donde se van a realizar los trabajos.
- En el **supuesto E** se debe adjuntar el informe del Comité de Bioseguridad o del Servicio de Prevención de Riesgos Laborales del Centro en el que se llevará a cabo la experimentación. Se debe

² O, en su caso, el CEI de otra Institución colaboradora con el Programa de Doctorado

declarar la categoría de riesgo de los OMGs empleados y su procedencia, así como los organismos receptores y donantes empleados y los vectores utilizados.

Datos necesarios para la tramitación por el CEI:

- Doctorando:
- Director:
- Tutor (si el Director es externo):
- Departamento:
- Centro:
- Teléfono:
- Correo electrónico:

Firma Doctorando

Vº Bº Director

Vº Bº Tutor

Fecha: