



UNIVERSIDAD
DE ATACAMA

FACULTAD DE INGENIERÍA
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA EN METALURGIA

**SÍNTESIS Y EVALUACIÓN DE BASES SCHIFF SOBRE LA CORROSIÓN DEL
ACERO AL CARBONO EN SOLUCIÓN ÁCIDA DE HCl**

Trabajo de titulación presentado en conformidad a los requisitos para obtener el título de
Ingeniero Civil en Metalurgia

Poulette Margarita Álvarez Cuellar

Copiapó, Chile 2022



UNIVERSIDAD
DE ATACAMA

FACULTAD DE INGENIERÍA
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA EN METALURGIA

**SÍNTESIS Y EVALUACIÓN DE BASES SCHIFF SOBRE LA CORROSIÓN DEL
ACERO AL CARBONO EN SOLUCIÓN ÁCIDA DE HCl**

Trabajo de titulación presentado en conformidad a los requisitos para obtener el título de
Ingeniero Civil en Metalurgia

Profesores Guías: Dr. Álvaro Soliz Ayala
Dr. Juan Muená Barría
Comisión: Ing. Ivonne López Campusano
Dr. Jonathan Castillo Segura

Poulette Margarita Álvarez Cuellar

Copiapó, Chile 2022

**SÍNTESIS Y EVALUACIÓN DE BASES SCHIFF SOBRE LA CORROSIÓN
DEL ACERO AL CARBONO EN SOLUCIÓN ÁCIDA DE HCl**

Este documento de Trabajo de Titulación fue aprobado por:

Nombre de la comisión	Calificación	Firma
Dr. Alvaro Soliz Ayala Departamento de Ingeniería en Metalurgia Universidad de Atacama Copiapó-Chile	6.9	
Dr. Juan Mueña Barría Departamento de Química y Biología Universidad de Atacama Copiapó-Chile	6.9	
Dr. Jonathan Castillo Segura Departamento de Ingeniería en Metalurgia Universidad de Atacama Copiapó-Chile	6.8	
Ing. Ivonne López Campusano Departamento de Ingeniería en Metalurgia Universidad de Atacama Copiapó-Chile	7	

Mg. Juan Chamorro Gonzalez

Director Departamento de Ingeniería en Metalurgia

Copiapó, Chile 2022

DEDICATORIA

“Dedicado a mi madre, que sin importar nada siempre estuvo allí”

“Dedicado a mi padre, que siempre mostró su confianza en mí”

“Dedicado a mi eterna Pelusa, la razón de mi vida”

Copiapó, Chile 2022

AGRADECIMIENTOS

Quiero agradecer a mis padres, Mauricio Álvarez Robledo y Yasna Cuellar Quezada, por ser los pilares fundamentales en mi vida y por estar siempre presentes dándome su apoyo en cada etapa de esta. Por su esfuerzo en brindarme una educación basada en el respeto y apoyo mutuo, permitiéndome con ello conocer a personas que me han brindado conocimiento y buenas experiencias.

Gracias a mi perra Pelusa, por ser el motor fundamental en mi vida y acompañarme en cada noche de desvelo.

Gracias a mi tío Juan Álvarez Robledo por ser un ejemplo a seguir y por ser el principal motivador para poder elegir esta carrera. También por siempre estar dispuesto a apoyarme y aclarar mis dudas.

Gracias a mis amigas y compañeras que estuvieron siempre presentes durante este proceso, dándome palabras de apoyo y guiándome en los momentos difíciles de la carrera. A Gianina Madrigal López por ser un apoyo importante durante todos los años de universidad acompañándome y escuchándome. A Makarena Tapia Alvarez, Romina Zúñiga Ávalos, Javiera González Latorre, Paula Tapia Albornoz, Francisca Merino Anes, Daniela Valenzuela Valenzuela y Katuska Caravante Orrego, por ser parte fundamental en los años más complejos de la carrera, nunca dejándome sola y estando siempre presentes.

Gracias a mis profesores guías Álvaro Soliz Ayala y Juan Buena Barría, quienes durante todo este proceso me estuvieron apoyando y guiando, dándome las herramientas necesarias para poder llevar a cabo este trabajo. En especial al profesor Álvaro Soliz Ayala por la paciencia y el apoyo constante durante este tiempo, por estar siempre dispuesto a resolver mis dudas y por compartir sus conocimientos conmigo.

Gracias al “Proyecto de Equipamiento Científico y Tecnológico DIUDAQUIP 2017”, al Diuda Regular N°22432 y al programa “Estudia e Investiga 2022” correspondiente al FIUDA 2030, por los equipos y el financiamiento para llevar a cabo este trabajo de titulación.

Copiapó, Chile 2022

Finalmente, agradecer a todo el departamento de metalurgia, tanto profesores, funcionarios y compañeros. Muchas gracias a cada profesor por su constante entrega y dedicación para la formación de los futuros profesionales, y muchas gracias a Luz, Toñito y Sandrita, por siempre nos han entregado una sonrisa y un momento de buena charla cuando se necesitó.

Copiapó, Chile 2022

ÍNDICE DE CONTENIDOS

CAPÍTULO I. MARCO INTRODUCTORIO	15
1.1. Introducción	15
1.2. Objetivos.....	16
1.2.1. Objetivo general.....	16
1.2.2. Objetivos específicos	16
1.3. Hipótesis	17
1.4. Planteamiento del problema.....	17
1.5. Justificación	18
1.6. Delimitaciones	18
CAPÍTULO II. MARCO TEÓRICO	19
2.1. Corrosión	19
2.1.1. Principios químicos de la corrosión.....	19
2.2. Bases Schiff	21
2.2.1. N,N'-bis(hidroxibenzaldehído)-1,2-fenilendiamina o (salen) ₂ -1,2-fdm.....	21
2.2.2. N,N'-bis(2-hidroxí-1-naftaldehído)-1,2-fenilendiamina o (naph) ₂ -1,2-fdm.....	22
2.2.3. N,N'-bis(2-hidroxí-1-naftaldehído)-2,3-diaminonaftaleno o (naph) ₂ -2,3- dan	22
2.3. Técnicas de Caracterización	23
2.3.1. Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR)	23
2.3.2. Espectrofotometría Ultravioleta-Visible (UV-Visible o UV-Vis).....	24
2.3.3. Microscopia Electrónica de Barrido (MEB o SEM).....	26
2.4. Técnicas Electroanalíticas.....	27
2.4.1. Espectroscopia de Impedancia Electroquímica Potenciostática (PEIS)	27
2.4.2. Voltametría de Barrido Lineal (VBL o LSV).....	28

2.5.	Técnicas de Análisis Matemático	30
2.5.1.	Análisis de circuito equivalente por impedancia electroquímica	30
2.5.2.	Método de extrapolación de Tafel por Voltametría de barrido lineal.....	31
	CAPÍTULO III. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	33
3.1.	Síntesis de las Bases Schiff.....	33
3.1.1.	Síntesis de la base Schiff N,N`-bis(hidroxibenzaldehido)-1,2- fenilendiamina	33
3.1.2.	Síntesis de la base Schiff N,N`-bis(2-hidroxi-1-naftaldehido)-1,2- fenilendiamina	34
3.1.3.	Síntesis de la base Schiff N,N`-bis(2-hidroxi-1-naftaldehido)-2,3- diaminonaftaleno	34
3.2.	Caracterización Orgánica de las Bases Schiff	35
3.2.1.	Caracterización con FTIR.....	35
3.2.2.	Caracterización con UV-visible.....	35
3.3.	Electrodos de Trabajo y Soluciones Agresivas.....	35
3.4.	Mediciones Electroanalíticas	36
3.5.	Análisis Morfológico	37
3.6.	Análisis Matemático	37
	CAPÍTULO IV. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS	39
4.1.	Resultados de las Mediciones Electroanalíticas a través de PEIS	39
4.1.1.	Diagramas de Nyquist.....	39
4.1.2.	Diagramas de Bode (log Z vs log(freq))	42
4.1.3.	Diagramas de Bode (Phase(Z) vs log(freq)).....	44
4.2.	Resultados Mediciones Electroanalíticas VBL.....	45
4.2.1.	Diagramas VBL	45
4.3.	Análisis de Circuito Equivalente y Comparación de los Cálculos de	

Resistencias para las Tres Bases Schiff.....	47
4.4. Resultados y Comparación del Método de Extrapolación de Tafel para las Tres Bases Schiff.....	50
4.5. Análisis Morfológico	54
4.6. Análisis FTIR.....	56
4.7. Análisis UV-Vis.....	59
CAPÍTULO V. CONCLUSIONES	61
REFERENCIAS	63
ANEXOS	66
Anexo A. Tablas resistencias circuito equivalente.....	66
Anexo B. Tablas resultados Tafel	68

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1. Estructura química de (salen) ₂ -1,2-fdm.....	22
Figura 2.2. Estructura química de (naph) ₂ -1,2-fdm.	22
Figura 2.3. Estructura química de (naph) ₂ -2,3-dan.	23
Figura 2.4. Espectro visible (izquierda) y ejemplo absorbancia-transmitancia (derecha).	25
Figura 2.5. Curva de voltametría de barrido lineal.	30
Figura 2.6. Método de extrapolación de Tafel.	31
Figura 3.1. Electrodo de trabajo de acero al carbono tipo AISI 1020. Imagen 1 vista lateral - Imagen 2 vista superior.....	36
Figura 3.2. Esquema de la celda electroquímica y los electrodos utilizados.	37
Figura 4.1. Diagramas de Nyquist para el acero al carbono en soluciones 1 M HCl con diferentes inhibidores y concentraciones. (a) (salen) ₂ -1,2-fdm, (b) (naph) ₂ -1,2-fdm, (c) (naph) ₂ -2,3-dan.....	40
Figura 4.2. Resistencia a la solución presentada por cada base Schiff a diferentes concentraciones.	41
Figura 4.3. Diagramas de Bode (impedancia-frecuencia) para el acero al carbono en soluciones 1 M HCl con diferentes inhibidores y concentraciones. (a) (salen) ₂ -1,2-fdm, (b) (naph) ₂ -1,2-fdm, (c) (naph) ₂ -2,3-dan.....	43
Figura 4.4. Diagramas de Bode (ángulo de fase-frecuencia) para el acero al carbono en soluciones 1 M HCl con diferentes inhibidores y concentraciones. (a) (salen) ₂ -1,2-fdm, (b) (naph) ₂ -1,2-fdm, (c) (naph) ₂ -2,3-dan.....	44
Figura 4.5. Curvas de voltametría lineal (corriente vs potencial) para el acero al carbono en soluciones 1 M HCl con diferentes inhibidores y concentraciones. (a) (salen) ₂ -1,2-fdm, (b) (naph) ₂ -1,2-fdm, (c) (naph) ₂ -2,3-dan.	46
Figura 4.6. Circuito equivalente para la corrosión del acero al carbono AISI 1020 en presencia de inhibidores bases Schiff.	47

Figura 4.7. Resistencias totales vs concentración de las tres bases Schiff para el acero al carbono en soluciones 1 M HCl.....	48
Figura 4.8. Eficiencias de inhibición de las resistencias totales sobre la corrosión de acero al carbono inmerso en solución 1 M HCl en presencia y ausencia de bases Schiff a diferentes concentraciones.	49
Figura 4.9. Potencial de corrosión (E_{corr}) para el acero al carbono inmerso en solución 1 M HCl en presencia y ausencia de bases Schiff a diferentes concentraciones.	51
Figura 4.10. Velocidad de corrosión (i_{corr}) para el acero al carbono inmerso en solución 1 M HCl en presencia y ausencia de bases Schiff a diferentes concentraciones.	52
Figura 4.11. Eficiencia de inhibición de la velocidad de corrosión sobre la corrosión de acero al carbono inmerso en solución 1 M HCl en presencia y ausencia de bases Schiff a diferentes concentraciones.	53
Figura 4.12. Imágenes MEB de la pieza de acero AISI 1020 recién pulida sin ataque químico. Imagen 1 BSD - Imagen 2 SE.....	54
Figura 4.13. Imágenes MEB de la pieza de acero AISI 1020 luego de estar en presencia de una solución de 5% DMF HCl 1 M. Imagen 1 BSD - Imagen 2 SE.....	55
Figura 4.14. Imágenes MEB de la pieza de acero AISI 1020 luego de estar en presencia de una solución de 5% DMF HCl 1 M con 50 ppm de la base Schiff (salen) ₂ -1,2-fdm. Imagen 1 BSD - Imagen 2 SE.....	55
Figura 4.15. Imágenes MEB de la pieza de acero AISI 1020 luego de estar en presencia de una solución de 5% DMF HCl 1 M con 100 ppm de la base Schiff (salen) ₂ -1,2-fdm. Imagen 1 BSD - Imagen 2 SE.....	56
Figura 4.16. Espectros del FTIR correspondientes a las tres bases Schiff analizadas con corrección de línea base.	57
Figura 4.17. Comparación de los espectros de UV-Visible realizado a las tres bases Schiff. (a) transiciones presentes en cada base Schiff, (b) bandas de absorción de cada base Schiff.....	60

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 4.1. Picos correspondientes a los espectros de FTIR de las tres bases Schiff.....	57
Tabla 4.2. Picos de los espectros UV-Visible de las tres bases Schiff analizadas.....	60
Tabla A.1. Resultados cálculos resistencias (salen) ₂ -1,2-fdm a concentraciones de 0, 10, 15, 25, 50, 100 y 200 ppm.....	66
Tabla A.2. Resultados cálculos resistencias (naph) ₂ -1,2-fdm a concentraciones de 0, 10, 15, 25, 50, 100 y 200 ppm.....	66
Tabla A.3. Resultados cálculos resistencias (naph) ₂ -2,3-dan a concentraciones de 0, 10, 15, 25, 50, 100 y 200 ppm.....	67
Tabla B.1. Resultados del método de extrapolación de Tafel de la base Schiff (salen) ₂ -1,2-fdm a diferentes concentraciones.....	68
Tabla B.2. Resultados del método de extrapolación de Tafel de la base Schiff (naph) ₂ -1,2-fdm a diferentes concentraciones.....	68
Tabla B.3. Resultados del método de extrapolación de Tafel de la base Schiff (naph) ₂ -2,3-dan a diferentes concentraciones.	69

RESUMEN

En el presente trabajo de titulación se realizó la evaluación del comportamiento de bases Schiff sobre su capacidad de inhibición de la corrosión del acero AISI 1020 al estar en contacto con una solución 1 M HCl. Las bases Schiff utilizadas para este fin fueron tres, las cuales se diferencian en cantidad de anillos aromáticos que poseen sus estructuras.

La evaluación del comportamiento de este acero frente a la corrosión, en presencia y ausencia de la base Schiff, se realizó mediante el uso de técnicas electroanalíticas de espectroscopia de impedancia electroquímica y voltametría de barrido lineal. Los datos numéricos se analizaron matemáticamente a través del desarrollo de un circuito equivalente para los resultados por impedancia y el método de extrapolación de Tafel para los diagramas obtenidos de la voltametría. El estudio se complementó mediante caracterización morfológica por microscopia electrónica de barrido con el objetivo de observar la superficie del acero estando recién pulida, después de estar expuesta a la solución ácida en ausencia de inhibidor, y luego de estar expuesta a una solución con 50 ppm y otra con 100 ppm de la base Schiff. Caracterización por espectrofotometría ultravioleta-visible (UV-Vis) y espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), confirma la estructura de los anillos aromáticos en los patrones obtenidos de las bases Schiff.

Las técnicas electroanalíticas permitieron observar que el efecto de los anillos aromáticos recae principalmente en el valor máximo de la parte imaginaria de los diagramas de Nyquist, el cual se vio disminuido a medida que se aumentaron los anillos en las bases Schiff. Las técnicas de análisis matemático mostraron que la totalidad de los fenómenos ocurridos se ajustaron a un mismo circuito equivalente compuesto por una resistencia a la transferencia de carga y otra atribuida a la película inhibidora. Los resultados de las eficiencias de inhibición revelaron una mayor eficiencia a bajas concentraciones de las bases Schiff cuando esta tiene más anillos aromáticos, caso contrario cuando las bases Schiff poseen pocos anillos aromáticos donde una elevada eficiencia de inhibición se encontró a altas concentraciones. Por otro lado, también permitieron observar que el potencial de corrosión tiende a mantener la misma tendencia pero en diferentes intensidades según la cantidad de anillos presentes en la cadena, y a su vez que los resultados de la voltametría permitieron confirmar que la velocidad de corrosión va disminuyendo a elevadas concentraciones cuando se usa la base Schiff con menor anillos aromáticos. La caracterización morfológica permitió observar que la base Schiff (salen)₂-1,2-fdm logra disminuir el efecto de la corrosión sobre la superficie del acero, donde un daño menor fue observado en comparación a la solución en ausencia de inhibidor.

Finalmente, se pudo concluir que las bases Schiff poseen un comportamiento inhibidor, pero que este depende de la cantidad de anillos aromáticos presentes en conjunto con la concentración de la solución.

PALABRAS CLAVE: BASES SCHIFF - CORROSIÓN - ANILLOS AROMÁTICOS - INHIBICIÓN.

ABSTRACT

In the present degree work, the evaluation of the Schiff bases behavior on their corrosion inhibition capacity in an AISI 1020 steel when in contact with a 1M HCl solution was carried out. The Schiff bases used for this purpose were three, which differ in the number of aromatic rings in their structures.

The evaluation of the corrosion behavior of this steel, in the presence and absence of the Schiff base, was carried out using electroanalytical techniques of electrochemical impedance spectroscopy and linear sweep voltammetry. The numerical data were analyzed mathematically an equivalent circuit development for the impedance results and the Tafel extrapolation method for the diagrams obtained from voltammetry. The study was complemented by morphological characterization by scanning electron microscopy with the aim of observing the surface of the steel being freshly polished, after being exposed to the acid solution, after being exposed to a solution with 5 ppm and another with 100 ppm of the Schiff base. Characterization by ultraviolet-visible spectrophotometry (UV-Vis) and Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) confirms the structure of the aromatic rings in the patterns obtained from the Schiff bases.

The electroanalytical techniques allowed observing how the effect of the aromatic rings falls mainly on the maximum value of the imaginary part of the Nyquist diagrams, which decreased as the rings were increased. The mathematical analysis techniques showed that all the phenomena that occurred were adjusted to the same mathematical model or equivalent circuit; it also demonstrated that at low concentrations, the total resistance is higher with more aromatic rings, and at high concentrations, it is higher with a lower number of rings. On the other hand, it was also possible to observe that the corrosion potential tends to maintain the same tendency but in different intensities according to the number of rings present in the chain, and at the same time, it was possible to see that the corrosion rate decreases at high concentrations when the Schiff base with less aromatic rings is used. In the case of the characterization techniques, electron microscopy allowed to observe that the Schiff base (salen)₂-1,2-fdm is able to decrease the corrosion effect on the steel surface.

Finally, it could be concluded that Schiff bases have an inhibitory behavior, but this depends on the number of aromatic rings present in conjunction with the concentration of the solution.

KEY WORDS: SCHIFF BASES - CORROSION - AROMATIC RINGS - INHIBITION.

CAPÍTULO I. MARCO INTRODUCTORIO

1.1.Introducción

El fenómeno de la corrosión se define como “el ataque destructivo de un metal/aleación que son favorecidas por su entorno” [Revie y Uhlig, 2008]. Es un fenómeno de naturaleza electroquímica en donde un metal o aleación sufre una degradación causada a través de la interacción con el medio que le rodea. Es por lo anterior la importancia de controlar este fenómeno con el fin de evitar, dentro de diversos procesos industriales, un daño acelerado con posibles afectaciones a aspectos económicos, de seguridad y el de la conservación.

Lo que refiere al aspecto económico, la corrosión puede llegar a causar pérdidas directas e indirectas. En el caso de las pérdidas directas estas se refieren a los gastos o costos que se dan por el reemplazo, reparación o cuidados de aquellos equipos o lugares que pueden sufrir el fenómeno de la corrosión, y lo que refiere a pérdidas indirectas es por las pérdidas de otros elementos, el efecto negativo en la eficiencia de un proceso o la contaminación por derrames causados por algún equipo o instrumento corroído. En el aspecto de seguridad, es debido a que, al generarse un deterioro en los metales, estos pueden llegar a causar accidentes debido a desprendimientos de alguna parte de un equipo o fallas dentro de los mismos.

Es por lo anterior, que la corrosión es un fenómeno tan importante a estudiar, ya que sus efectos son conocidos por ser negativos y variados. Es por esto, que se han realizado diversos estudios, con la finalidad de evitar o reducir en lo posible dichos efectos.

Dentro de los estudios se encuentran aquellos en los que se utilizan diversas técnicas de control como lo son la protección anódica, la protección catódica e incluso el uso de inhibidores de corrosión, los cuales pueden ser sustancias orgánicas y/o inorgánicas las que son adsorbidas sobre la superficie metálica retardando así la corrosión [Groisman, 2010]. El efecto de los inhibidores depende en gran medida de sus propiedades físicas y químicas, y del medio acuoso en el que se encuentren disueltas estas sustancias.

Es por lo anterior, que los inhibidores de corrosión son usados ampliamente, debido a su fácil manejo y su eficiencia de protección y reducción de la corrosión. Un ejemplo de

ello son las bases Schiff, las cuales son sustancias novedosas derivados de la reacción de aminas primarias con aldehídos o cetonas, que se caracterizan por presentar un doble enlace C=N y que se hallan conectados a estructuras tipo arilos o alquilos, las cuales aún no han sido estudiadas a fondo en su funcionamiento como inhibidoras de corrosión. Por otro lado, dentro de estudios recientes se ha logrado detectar un comportamiento inhibidor cercano al 90% al dedicarse a la protección de metales [El Aatiaoui et al., 2022; Fu et al., 2018], y otros estudios han revelado que estas sustancias se pueden aplicar como inhibidores de corrosión para diferentes metales [Quan et al., 2001; Shehata et al., 2004; Bedair et al., 2020], pudiendo actuar mediante las siguientes vías: a) atracciones electrostáticas entre el metal cargado y las moléculas cargadas del inhibidor, b) interacciones tipo-dipolo entre pares de electrones no-compartidos en el metal y el inhibidor, c) interacciones tipo “p” con el metal, y d) combinación de todos los anteriores [Adamson, 1990].

La gran variabilidad entre los posibles mecanismos de acción inhibidora abre una ventana de estudios múltiples sobre el uso de estas bases Schiff no solo como inhibidores de corrosión, también su aplicabilidad puede ser extrapolada al uso de insumos en la minería tales como colectores de flotación, depresores, afinadores de grado, entre otras.

1.2.Objetivos

1.2.1. Objetivo general

Estudiar el efecto inhibidor de nuevas bases Schiff, que contienen diferentes anillos aromáticos, sobre la corrosión del acero al carbono tipo AISI 1020 en soluciones ácidas 1 M HCl.

1.2.2. Objetivos específicos

- 1) Sintetizar y caracterizar tres bases Schiff derivadas de aminas primarias con aldehídos, con modificaciones en sus ligandos mediante la adición de anillos aromáticos base benceno y naftaleno.

- 2) Analizar y comparar el efecto inhibitor de las bases Schiff con modificación en sus ligandos sobre la corrosión del acero al carbono AISI 1020, mediante el parámetro de eficiencia de inhibición.
- 3) Realizar un ajuste a modelos electrocinéticos que permitirán explicar los mecanismos de inhibición de corrosión de las bases Schiff sobre el acero al carbono AISI 1020.
- 4) Evaluar el daño morfológico sobre el acero al carbono AISI 1020 en presencia y ausencia de bases Schiff.

1.3.Hipótesis

La siguiente propuesta de investigación posee como objetivo principal, el uso y evaluación de tres bases Schiff con diferentes anillos aromáticos, lo cual será una contribución importante en la fabricación de nuevos inhibidores. Estas bases Schiff promueven una reducción en la velocidad de corrosión del acero al carbono tipo AISI 1020 cuando se encuentra inmerso en soluciones de 1 M HCl con diversas concentraciones de las dichas bases Schiff. Parámetros electrocinéticos y de corrosión, así como los patrones morfológicos, confirman la eficiencia de inhibición de la corrosión.

1.4.Planteamiento del problema

Estudios revelan que el costo de la corrosión por país puede llegar a estar entre el 3.1% y el 5% de su producto interno bruto (PIB) [Aslam et al., 2022]. Por otra parte, el acero al carbono es uno de los materiales más usados en diversas aplicaciones industriales debido a su bajo costo y buena resistencia a la corrosión, pero a la vez es también altamente propenso a la corrosión en ambientes de elevada agresividad asociadas a su salinidad y/o acidez. Estudios recientes demostraron que en ambientes extremadamente salinos y ácidos su velocidad de corrosión puede llegar a valores de hasta 4 A/m^2 [Soliz y Cáceres, 2015; Shaim et al., 2020; Bedair et al., 2020], es por lo que actualmente el desarrollo de inhibidores de corrosión orgánicos es una alternativa prominente ya que con ellos se puede evitar el uso de inhibidores inorgánicos, los cuales

típicamente acaban presentando problemas debido a la toxicidad que presentan.

Una de las alternativas es el uso de bases Schiff que han demostrado tener una buena eficiencia de inhibición a la corrosión en diversos materiales metálicos. Sin embargo, estas sustancias aun no son del todo conocidas, y es por ello que este estudio busca realizar un análisis del efecto de tres bases Schiff con diferencias en sus anillos aromáticos, con el fin de poder analizar su efecto inhibitor sobre la corrosión de los aceros al carbono cuando estos se encuentran en soluciones ácidas, consiguiendo con ello nuevos conocimientos sobre el control de la corrosión metálica.

1.5. Justificación

Este trabajo nos permitirá comprender la relación entre la inhibición de la corrosión y los sustituyentes de las bases Schiff sobre aceros al carbono, para así poder saber si un aumento en los anillos aromáticos de la base Schiff puede ayudar a evitar la corrosión de estos aceros o la puede perjudicar. La información aportará nuevos conocimientos sobre el entendimiento del control de la corrosión metálica a través del uso de potenciales inhibidores de corrosión. El avance científico a través de la presente propuesta abrirá las puertas a nuevos estudios en la ingeniería, los cuales podrán escalarse a nivel tecnológico y ampliar su aplicabilidad a diferentes áreas industriales tales como la minería, plantas de tratamiento de aguas, plantas de desalinización, plantas de ácido, industria agrícola.

1.6. Delimitaciones

En este estudio se ven involucradas ciertas variables de laboratorio que será delimitadas a:

- El voltaje a usar sobre los electrodos estará cercano (± 200 mV) al potencial de corrosión.
- La disponibilidad de insumos para la síntesis de las bases Schiff.
- La disponibilidad de insumos de laboratorio que permitan la realización de las pruebas de corrosión.

CAPÍTULO II. MARCO TEÓRICO

2.1. Corrosión

La corrosión se define como “el ataque destructivo a un metal por reacciones químicas o electroquímicas con su entorno” [Revie y Uhlig, 2008]. La velocidad con que ocurre se ve relacionada con la temperatura, la salinidad del fluido en contacto con el metal y con las propiedades de los metales en cuestión, y su naturaleza deriva de la condición termodinámica de los metales a su estado energético de menor potencial, donde reacciones de oxidación y reducción toman lugar [Bard y Faulkner, 2001].

Como se mencionó anteriormente, la corrosión corresponde al ataque que sufren los materiales metálicos, pero lo que refiere a otros materiales como los no metálicos, cerámicos y polímeros, se suele usar el término de degradación. Por otra parte, lo que se refiere a daños causados por causas físicas, estos son conocidos por el nombre de erosión.

El fenómeno de la corrosión posee una importancia basada en tres pilares que son las principales razones por las cuales se le estudia, que son: la economía, la seguridad y la conservación.

Ya que este fenómeno implica cambios químicos y electroquímicos, es importante explicar los principios y aspectos de la química y electroquímica. Por otro lado, debido a que la estructura y composición de un metal pueden determinar la forma en que se comporta la corrosión, también deben tenerse claros los fundamentos de la metalurgia física.

2.1.1. Principios químicos de la corrosión

La mayoría de los procesos de corrosión conocidos, corresponden a una naturaleza electroquímica, en donde se ve involucrada una transferencia de cargas eléctricas entre las zonas anódicas y catódicas, lo cual abre posibilidades al estudio y control de los procesos de corrosión a través de la medición de variables eléctricas [Ugaz y Diaz, 1988].

Las bases teóricas de los ensayos electroquímicos en los estudios sobre la corrosión se encuentran en la Teoría del Potencial Mixto, en donde se postula que las reacciones de oxidación y reducción en la corrosión electroquímica se producen a igual velocidad sobre la superficie metálica.

Las reacciones de oxidación, o también conocidas como anódicas, que corresponden a aleaciones ferrosas como el hierro bajo un medio ácido, se pueden representar por la ecuación 2.1:



Por otro lado, también se tienen las reacciones de reducción, o también llamadas catódicas, las que se pueden representar mediante la ecuación 2.2 para las mismas aleaciones ferrosas:



La teoría del potencial mixto propone que todos los electrones generados por las reacciones anódicas son consumidos por las correspondientes reacciones catódicas. Puesto a que estas reacciones se tratan de un equilibrio y no se encuentra presencia de transformación neta de especies y, por tanto, tampoco hay transferencia neta de carga, es que debe cumplirse lo siguiente:

$$|i_a| = |i_c| \quad (2.3)$$

En donde i_a e i_c son las densidades de corriente anódica y catódica, respectivamente.

Todo esto dado que los dos procesos se verifican con la misma rapidez. Por otro lado, por convención se asumen que $i_a > 0$ e $i_c < 0$.

Para la realización de los estudios de este fenómeno, se han utilizado diversas metodologías, como lo son la pérdida de peso del material debido a la corrosión, técnicas potenciodinámicas del tipo invasivas, técnicas de perturbación sinusoidal del potencial de frecuencia del tipo no invasivo. Lo que son las técnicas potenciodinámicas, estas son analizadas matemáticamente desde sus curvas de polarización (corriente vs.

potencial), considerando las ecuaciones de Butler-Volmer según las ecuaciones 2.4 y 2.5:

$$i_{Fe} = i_{0,Fe} \cdot \exp\left(2.303 \cdot \frac{\eta_{Fe}}{b_{Fe}}\right) \quad (2.4)$$

$$i_{H_2} = i_{0,H_2} \cdot \exp\left(2.303 \cdot \frac{\eta_{H_2}}{b_{H_2}}\right) \quad (2.5)$$

En donde, tanto $i_{0,j}$ y b_j corresponden a parámetros cinéticos, y η_j son los sobrepotenciales para las reacciones j del hierro e hidrógeno.

2.2.Bases Schiff

Las bases Schiff corresponden a grupos funcionales, orgánicos u organometálicos, que contienen enlaces carbono-nitrógeno (C=N) que se encuentran conectados a estructuras tipo arilos o alquilos. Otra de las definiciones que tienen es que son iminas que contienen un grupo hidrocarbilo en el átomo de nitrógeno $R_2C=NR'$ ($R' \neq H$) [McNaught y Wilkinson, 1997].

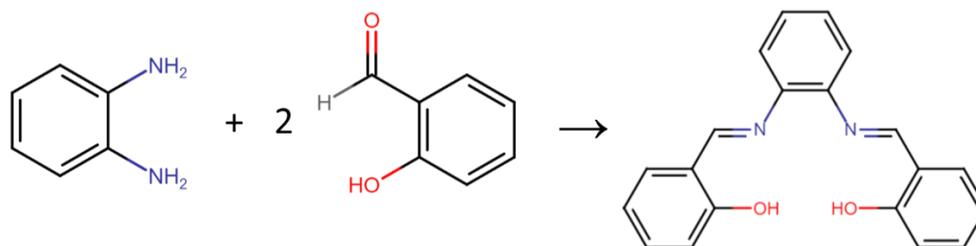
Dentro de este trabajo se realizará la investigación de tres bases Schiff, las cuales corresponden a:

- N,N`-bis(hidroxibenzaldehído)-1,2-fenilendiamina o (salen)₂-1,2-fdm
- N,N'-bis(2-hidroxi-1-naftaldehído)-1,2-fenilendiamina o (naph)₂-1,2-fdm
- N,N`-bis(2-hidroxi-1-naftaldehído)-2,3-diaminonaftaleno o (naph)₂-2,3-dan

2.2.1. N,N`-bis(hidroxibenzaldehído)-1,2-fenilendiamina o (salen)₂-1,2-fdm

Esta base Schiff se compone en parte por 1,2-fenilendiamina y 2-hidroxibenzaldehído (aldehído salicílico), los cuales se sintetizan, consiguiendo finalmente la molécula correspondiente a la Figura 2.1.

Figura 2.1. Estructura química de (salen)₂-1,2-fdm.

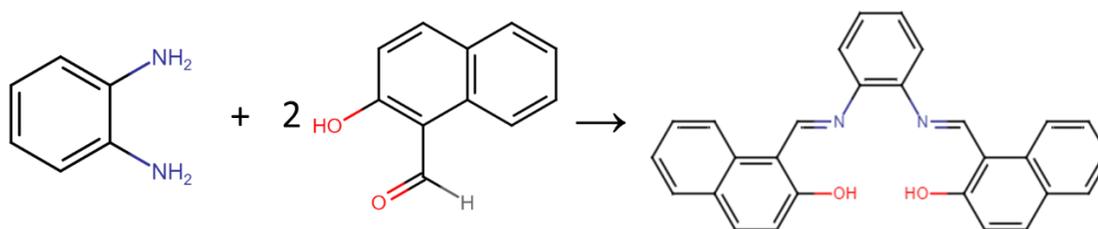


Creación propia (2022).

2.2.2. N,N'-bis(2-hidroxi-1-naftaldehido)-1,2-fenilendiamina o (naph)₂-1,2-fdm

Esta base Schiff se compone en parte por 1,2-fenilendiamina y 2-hidroxi-1-naftaldehido, los cuales se sintetizan, consiguiendo finalmente la molécula correspondiente a la Figura 2.2.

Figura 2.2. Estructura química de (naph)₂-1,2-fdm.

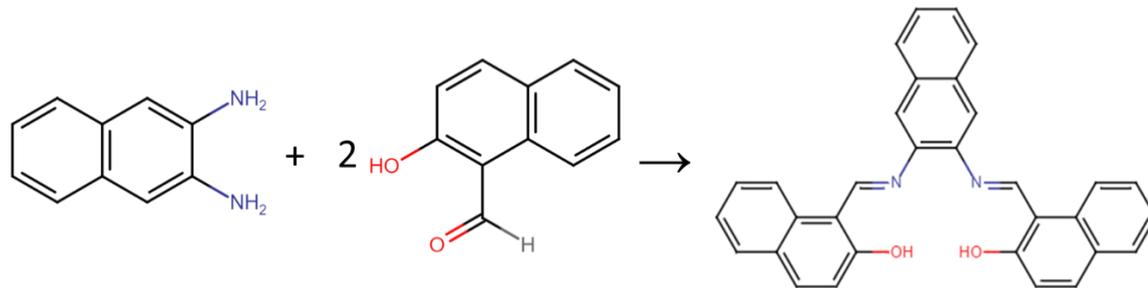


Creación propia (2022).

2.2.3. N,N'-bis(2-hidroxi-1-naftaldehido)-2,3-diaminonaftaleno o (naph)₂-2,3-dan

Esta base Schiff se compone en parte por 2-hidroxi-1-naftaldehido y 2,3-diaminonaftaleno, los cuales se sintetizan, consiguiendo finalmente la molécula correspondiente a la Figura 2.3.

Figura 2.3. Estructura química de (naph)₂-2,3-dan.



Creación propia (2022).

2.3. Técnicas de Caracterización

2.3.1. Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR)

La técnica FTIR, denominada así por sus siglas en inglés (Fourier-Transform Infrared Spectroscopy), es una técnica de análisis espectroscópica que hace uso de una parte del espectro electromagnético ubicado entre las longitudes de onda de 2500 nanómetros (nm) y los 25000 nm [Mills, 2018].

El espectro infrarrojo, se divide en tres partes principales, la del “infrarrojo cercano” que se encuentra entre las longitudes de onda de 770 nm a 2500 nm, luego está el “infrarrojo medio” que va de los 2500 nm a los 15000 nm y finalmente está el “infrarrojo lejano” que se encuentra entre los 15000 nm y 1000000 nm. Como se puede apreciar, las longitudes de onda usadas en la técnica FTIR son aquellas ubicadas en la región del “infrarrojo medio” y parte de la región del “infrarrojo lejano”, las que juntas comprenden la zona que posee una mayor cantidad de información, y, por lo tanto, la de mayor interés para el análisis.

Tal y como describe Richard Mills [Mills, 2018], el análisis FTIR funciona de la siguiente manera:

- La luz emitida por una Fuente que produce todo el espectro completo de longitudes de onda, se hace pasar por un dispositivo llamado Interferómetro.
- El Interferómetro modifica la luz de una manera particular que permite el consiguiente procesado de datos.

- El haz de luz atraviesa la muestra y esta absorbe parte de la energía.
- Al otro lado, un Detector recibe el haz de luz que deja pasar la muestra y lo envía a un ordenador.
- El PC procesa toda la información, infiere cual es la absorción correspondiente a cada longitud de onda y genera un espectro utilizando la técnica de la Transformada de Fourier.

Las ventajas que posee esta técnica radican en que, ya que el espectro que se obtiene del analizador FTIR se basa en una gran cantidad de datos, se obtienen resultados con una representación muy exacta del espectro de la muestra que se está analizando, incluso siendo mejor que en los análisis químicos tradicionales. Por otra parte, el tiempo de medición en esta técnica es inferior a 1 minuto y no requiere del uso de reactivos químicos, por lo que es una técnica mucho más rápida y segura [Mills, 2018].

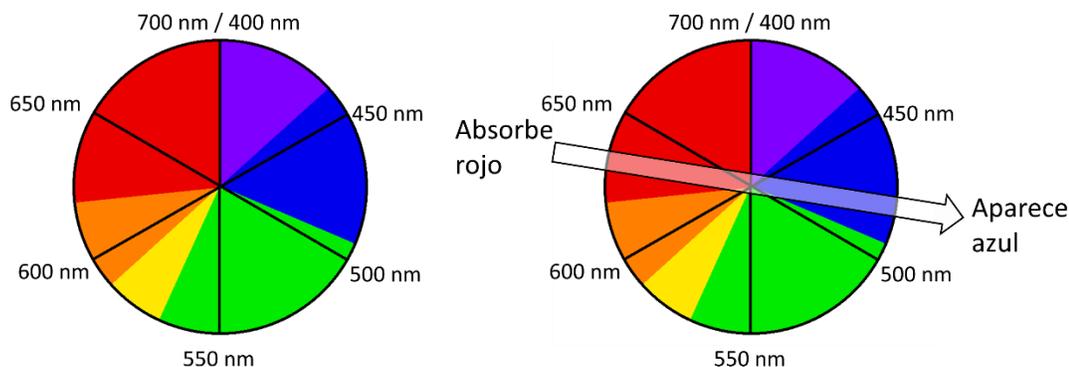
2.3.2. Espectrofotometría Ultravioleta-Visible (UV-Visible o UV-Vis)

La espectrofotometría UV-Vis es una técnica que estudia la interacción de la radiación electromagnética con la materia, es decir, mide la cantidad de luz absorbida por una muestra en función de la longitud de onda, lo cual es conocido como espectro de absorción. Su base radica en que las moléculas absorben las radiaciones electromagnéticas y a su vez la cantidad de luz que se absorbe depende de forma lineal de la concentración, para ello mide de la intensidad del color o de la radiación absorbida en UV de la muestra a una longitud de onda en específico en comparación con otras soluciones cuya concentración es conocida y que contengan la misma especie absorbente.

La región correspondiente al UV comprende el rango de longitudes de onda entre los 195-400 nm y este posee una energía muy alta. Sus compuestos presentes generalmente son aquellos que poseen dobles enlaces aislados, triples enlaces, enlaces peptídicos, sistemas aromáticos, grupos carbonilos y otros heteroátomos, por lo que esta región es importante para la determinación cualitativa y cuantitativa de compuestos orgánicos [Abril, et al.].

Para esta técnica se hace uso de un espectrofotómetro, el cual permite identificar la sustancia química y su concentración a través de la selección de la longitud de onda de la luz que pasa por la solución a estudiar y la medición de la cantidad de luz absorbida por la misma. Para ello, la sustancia a medir debe ser colorida, ya que de esa forma se sabe que esta misma está absorbiendo ciertas frecuencias o longitudes de onda del espectro visible a la par de que transmite aquellas longitudes de onda correspondientes a los colores complementarios al que absorbe, tal como se aprecia en la Figura 2.4.

Figura 2.4. Espectro visible (izquierda) y ejemplo absorbancia-transmitancia (derecha).



Creación propia (2022).

Por otra parte, esta técnica también se puede relacionar con el Ultravioleta del vacío, la cual está entre las longitudes de onda de 100 a 190 nm y es una región que es denominada así debido a que este tipo de radiación es absorbido por el nitrógeno atmosférico, razón por la cual se le debe aplicar vacío para así excluir las absorbancias de este gas de las del compuesto en estudio.

En esta técnica se emplea la relación que se dicta con la Ley de Lambert y Beer, la cual indica la relación lineal entre lo que es la absorbancia y la concentración de una muestra según la ecuación 2.6:

$$\log_{10} \left(\frac{I_0}{I} \right) = A = \epsilon Cl \quad (2.6)$$

En donde el logaritmo indicado se define finalmente como la absorbancia A y ϵ corresponde a una constante llamada “coeficiente de extinción molar”, y cuyo valor

depende de la naturaleza que tenga la solución absorbente y de la longitud de onda que tenga la radiación incidente.

Según lo anterior, y considerando una celda de espesor contante y una misma especie absorbente, la absorbancia se consigue ver como directamente proporcional a la concentración de la solución y al grosor del medio absorbente.

Es importante destacar, que la Ley de Lambert-Beer también tiene limitaciones, ya que es ideal para describir el comportamiento de absorción en soluciones diluidas, ya que a concentraciones altas o mayores a 0.01 M la distancia entre especies responsables de la absorción se disminuye a tal nivel que llega a afectar la distribución de cargas y, con ello, también puede alterar la habilidad de otras especies para absorber la longitud de onda emitida por la radiación.

2.3.3. Microscopia Electrónica de Barrido (MEB o SEM)

El MEB o SEM, denominado así por sus siglas en inglés (Scanning Electron Microscope), es una técnica que se basa en electrones que son emitidos por un cátodo de tungsteno que luego pasan a través de una columna en la que se realizó un vacío de aproximadamente 10^{-7} Torr. En dicha columna, el haz inicial se concentra por una serie de lentes electromagnéticas desde 25000-50000 nm hasta 10 nm, por lo que su diámetro se va reduciendo. Por otro lado, la intensidad de corriente se disminuye también desde unos 10^{-14} A hasta unos 10^{-10} - 10^{-12} A.

El haz de electrones emitido hacia la muestra es generado y con la ayuda de diversos detectores se van recogiendo los electrones que se van generando por las interacciones con la superficie de la muestra.

Una vez recogida la información obtenida, se pueden tener datos como la forma, textura y composición química de los constituyentes de la muestra a través de una imagen.

En esta técnica se pueden obtener dos tipos de imágenes que dependen del tipo de electrón que se observa, las cuales son: **1) Electrones Retrodispersados o Backscattered electrons (BSE o BSD):** son electrones que se generan cuando un electrón del haz pasa muy cerca del núcleo de un átomo de la muestra, dando la

suficiente energía a los electrones interiores para que puedan saltar hacia afuera de la muestra. Dichos electrones poseen una muy baja energía, por lo que su posición dentro de la muestra debe ser cerca de la superficie, debido a ello es que son usados en esta técnica, ya que proporcionan información topográfica de la muestra que es muy valiosa, y **2) Electrones Secundarios o Secondary Electrons (SE):** estos electrones se generan cuando un electrón del haz choca frontalmente con el núcleo de un átomo de la muestra y es repelido en sentido contrario hacia afuera de la misma con una intensidad que variara proporcionalmente según el número atómico de la muestra. Es por ello, que se usan en esta técnica para tener un mapa con información de la composición superficial de la muestra.

2.4. Técnicas Electroanalíticas

2.4.1. Espectroscopia de Impedancia Electroquímica Potenciostática (PEIS)

Conocida como PEIS por sus siglas en inglés (Potentiostatic Electrochemical Impedance Spectroscopy), es una técnica no destructiva con la cual se pueden estudiar los sistemas corrosivos [Zenitagoya, 2020]. Se utiliza con el fin de realizar la caracterización del comportamiento electroquímico de una interface electrodo-electrolito, para posteriormente, con los datos obtenidos, realizar ajustes a modelos de circuitos equivalentes para tener una mejor interpretación de los resultados.

Dentro de sus usos están la evaluación del desempeño de algunos metales en diferentes ambientes, el seguimiento de procesos electroquímicos junto con su cinética, estudios de corrosión, estudios respecto al comportamiento de recubrimientos sobre sustratos metálicos, entre otros.

Para esta técnica se hace uso de un Potenciostato, el cual es un dispositivo que permite la aplicación de un potencial programado al circuito para así detectar su corriente. Para poder estudiar solo una de las interfaces electrodo-electrolito, siendo el primero denominado como “electrodo de trabajo”, lo ideal es el uso de otro electrodo el cual será el “electrodo de referencia” y el uso de un tercer electrodo de platino o grafito denominado como “contra-electrodo”, siendo este último por el cual debiese circular la mayor parte de la corriente aplicada a la interface de interés, y no pase por el electrodo

de referencia, permitiendo de esa manera que las variaciones y lecturas en el voltaje sean solo a la interface del “electrodo de trabajo”.

Su base radica en la aplicación a la interface de un voltaje armónico $v_o \sin(\omega t)$ cuya amplitud es de algunos milivoltios y cuya frecuencia se hace variar desde unos pocos mili Hertz hasta los Mega Hertz; se detecta la corriente $i_o \sin(\omega t + \varphi)$ y se despliegan los siguientes diagramas de impedancia Z : el plano complejo de la impedancia, es decir, su parte imaginaria Z'' en función de la parte real Z' (diagramas de Nyquist), o el módulo de la impedancia Z y la diferencia de fase φ en función del logaritmo de la frecuencia f (diagramas de Bode) [Piratoba, et al, 2009].

Los diagramas de Nyquist sirven para determinar la resistencia a la solución, o disolución (R_s), por parte de la muestra como un límite a alta frecuencia de la que sería la parte real, y con ello se puede determinar que la suma de las resistencias de polarización (R_p) junto con la de la solución (R_s) es igual al límite de la parte real, pero en frecuencias bajas. Lo que corresponde a la capacitancia (C_p), se puede llegar a calcular con la frecuencia en la cima del semicírculo que se forma en este diagrama y el valor de R_p , ya que con ambos datos se logra cumplir con la ecuación 2.7:

$$\omega = \frac{1}{R_p \cdot C_p} \quad (2.7)$$

Los diagramas de Bode permiten ver regiones dominadas tanto por elementos resistivos como por elementos capacitivos, observándose una pendiente igual a cero en el primer caso y con valor -1 en el segundo. Se usan para realizar análisis de la estabilidad de sistemas de control, y su ventaja consiste en que es un método sencillo y común para describir la respuesta en frecuencia de los cambios de magnitud y fase de un sistema lineal e invariante en el tiempo.

2.4.2. Voltametría de Barrido Lineal (VBL o LSV)

La técnica de VBL, también denominada como LSV por sus siglas en inglés (Linear Sweep Voltametry), es uno de los métodos más comúnmente usados para caracterizar los fenómenos corrosivos, ya sean los mecanismos de la corrosión, la velocidad de corrosión y la susceptibilidad de los materiales en los diversos ambientes corrosivos

[Zenitagoya, 2020]. Consiste en barrer el potencial, usando un electrodo de trabajo e ir midiendo la respuesta de la corriente. Todo se realiza a través del empleo de un rango de potencial fijo similar a las mediciones del paso de potencial, pero en este caso el voltaje es escaneado desde un límite inferior a uno superior.

La tasa de exploración de voltaje se calcula a partir de la pendiente de la línea que se genera en el gráfico corriente/potencial, denominada curva de voltametría de barrido lineal. Las características de la curva de voltametría de barrido lineal registrado dependen de varios factores, entre ellos:

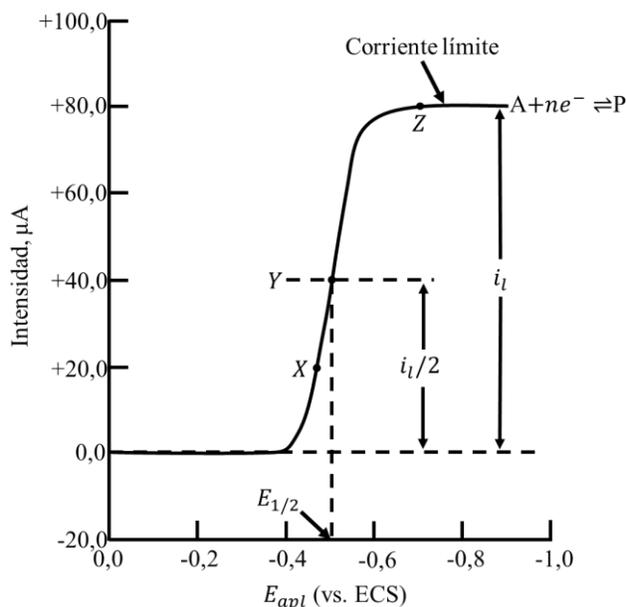
- La velocidad de la o las reacciones de transferencia de electrones.
- La reactividad química de las especies electro activas.
- La tasa de escaneo de voltaje.

El escaneo comienza desde el lado izquierdo de la gráfica de corriente/voltaje donde se una reacción de reducción o catódica es iniciada, la cual posteriormente se desplaza hacia la derecha en dirección de potenciales más positivos donde la reacción de oxidación ocurre hasta finalmente alcanzar un valor máximo de corriente.

En esta técnica, los gráficos que se entregan poseen generalmente una curva con forma sigmoidea también llamada como “onda voltamétrica”, en donde, por convención, las corrientes catódicas se tratan con signo negativo y las anódicas con signo positivo.

Por otra parte, en estos gráficos se puede apreciar una corriente constante (no varía con el potencial) la cual puede estar en la parte catódica o anódica, la cual es denominada como “corriente de difusión limitada” o también como “corriente limitante” o “corriente límite” (i_l) la cual es regularmente directamente proporcional a la concentración del reactivo en la solución. Esta corriente se conoce así ya que corresponde al punto en donde la corriente se ve limitada una vez que el reactivo llega a la superficie del electrodo a través del transporte de masa. En la Figura 2.5 se puede observar una curva de voltametría de barrido lineal, en el cual se observa la variación de la intensidad de corriente respecto de la diferencia de potencial aplicada, todo esto para una reacción electrolítica de reducción, en el cual un analito A se reduce para formar un producto P, usando un microelectrodo de película de mercurio [González, 2010].

Figura 2.5. Curva de voltametría de barrido lineal.



González (2010).

2.5. Técnicas de Análisis Matemático

2.5.1. Análisis de circuito equivalente por impedancia electroquímica

Un circuito equivalente es un tipo de circuito eléctrico que corresponde a una representación simplificada de un circuito eléctrico más complejo en la interfaz del electrodo en estudio, lo cual lo consigue a través de la combinación de elementos pasivos que logran entregar la misma respuesta que el circuito original.

Su utilidad radica en la interpretación de los diagramas o para el análisis cuantitativo de procesos en la interface, estos diagramas son ajustados a la función de transferencia (impedancia), de algunos circuitos equivalentes que, además de los elementos clásicos: resistencias R , capacitancias C e inductancias L , usan elementos de fase constante Q , elementos de Warburg finito T , semi infinito W o de bordes porosos O [Piratoba, et al, 2009]. Estos elementos pueden entregar una variedad de información como lo es la velocidad de corrosión y los mecanismos de corrosión. Es debido a ello que, en este tipo de análisis, existen una gran cantidad de circuitos que pueden producir con similar precisión el circuito real y por ello se deben realizar pruebas con cada tipo hasta obtener

el más ajustado y que logre representar lo que se esté buscando.

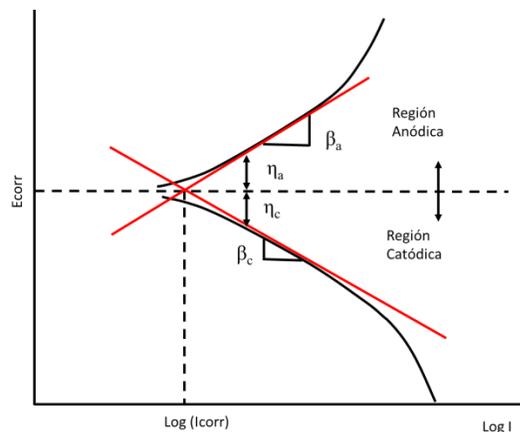
Paralelamente, también es importante conocer de manera anticipada el fundamento electroquímico del sistema a estudiar, con el fin de que la búsqueda del circuito más representativo tenga también un significado físico.

2.5.2. Método de extrapolación de Tafel por Voltametría de barrido lineal

El método de extrapolación de Tafel es un proceso electroquímico cuya etapa determinante de la velocidad es la transferencia de carga o control por activación. Es un método que trabaja con curvas de polarización experimentales (en estado estacionario) y aparentes, pues no se ajustan exactamente al proceso de corrosión ya que para su registro es necesario sacar al sistema del equilibrio.

Esta técnica matemática es usada para estimar datos, tales como: el potencial de corrosión (E_{corr}), la intensidad de corriente de corrosión (I_{corr}), la pendiente catódica (β_c), la pendiente anódica (β_a) y, por extensión utilizando la ley de Faraday, la velocidad de corrosión. Estos parámetros se determinan a través de la extensión de una secuencia conocida de valores lineales dentro de un diagrama de Tafel, tal como se muestra en la Figura 2.6.

Figura 2.6. Método de extrapolación de Tafel.



Creación propia (2022).

Los diagramas de Tafel implican relaciones gráficas entre la corriente generada en una celda electroquímica y el potencial del electrodo. Generalmente consta de dos líneas logarítmicas divergentes que representan las corrientes anódicas y catódicas.

El proceso de extrapolación se realiza mediante la extensión de las porciones lineales de los gráficos anódicos y catódicos hasta que ocurre su intersección, las cuales se encuentran en un punto en donde se obtiene la corriente de corrosión (I_{corr}), el cual luego puede ser ingresado en ecuaciones matemáticas específicas con el fin de calcular la tasa de corrosión.

CAPÍTULO III. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

La presente sección hace referencia a las metodologías utilizadas para el estudio de bases Schiff como inhibidores de la corrosión para el acero al carbono tipo AISI 1020 inmerso en solución 1 M HCl. Primeramente, las bases Schiff fueron sintetizadas y posteriormente caracterizadas a partir de sus ligandos-base, y su caracterización se llevó a cabo mediante espectroscopia infrarroja por transformadas de Fourier (FTIR) y por espectrofotometría de UV-visible.

Posteriormente, la evaluación de la velocidad de corrosión se realizó mediante técnicas electroanalíticas de voltametría de barrido lineal (VBL) y espectroscopia de impedancia electroquímica (EIE). Lo que corresponde a las velocidades de corrosión, estas fueron calculadas mediante una modelación numérica de los resultados experimentales, y la determinación de la eficiencia de inhibición. Finalmente, el daño morfológico del acero al carbono tanto en presencia como en ausencia de las bases Schiff se analizó a través de microscopia electrónica de barrido (MEB).

3.1. Síntesis de las Bases Schiff

3.1.1. Síntesis de la base Schiff N,N'-bis(hidroxibenzaldehído)-1,2-fenilendiamina

Para sintetizar esta primera base Schiff, en un inicio se realizó la disolución de 0.3428 g de 1,2- fenilendiamina dentro de un vaso precipitado y con alcohol etílico, hasta su disolución completa. Una vez disuelto, la solución se traspasó a un matraz de aforo para luego añadirle 0.75 ml de 2-hidroxibenzaldehído (aldehído salicílico), generando con ello una mezcla que posteriormente fue sometida a un proceso de concentración, durante 3 horas, mediante un plato calefactor manteniendo una temperatura de 80 °C. La fase volátil fue refrigerada y recirculada mediante un intercambiador de calor del tipo serpentín, a la par de que se mantuvo una agitación de 1100 rpm. La fase concentrada posteriormente se sometió a un proceso de cristalización por enfriamiento durante 2 días hasta que se logró la obtención de polvos de la base Schiff.

3.1.2. Síntesis de la base Schiff N,N`-bis(2-hidroxi-1-naftaldehido)-1,2-fenilendiamina

Para la síntesis de esta base Schiff se disolvieron 1.08 g de 1,2-fenilendiamina en un vaso de precipitados y con alcohol metílico hasta su disolución completa. Posteriormente la solución fue traspasada a un matraz de aforo en donde se le añadieron 3.44 g de 2-hidroxi-1-naftaldehido. Esta mezcla posteriormente se sometió a un proceso de concentración, durante 3 horas, mediante un plato calefactor manteniendo una temperatura de 80 °C, donde la fase volátil fue refrigerada y recirculada mediante un intercambiador de calor del tipo serpentín, a la par de mantener una agitación de 1100 rpm. La fase concentrada posteriormente se sometió a un proceso de cristalización por enfriamiento durante 2 días hasta que se logró la obtención de polvos de la base Schiff.

3.1.3. Síntesis de la base Schiff N,N`-bis(2-hidroxi-1-naftaldehido)-2,3-diaminonaftaleno

Para la síntesis de esta base Schiff, 30 ml de una solución etanólica de 2-hidroxi-1-naftaldehido (20 mmol) tomo contacto con 30 ml de una solución etanólica de 2,3-diaminonaftaleno (10 mmol) y 2 gotas de H₂SO₄ concentrado (aldehído salicílico). Esta mezcla se sometió a un proceso de concentración por evaporación, durante 3 horas, haciendo uso de un plato calefactor a 80 °C, donde la fase volátil fue refrigerada mediante un intercambiador de calor del tipo serpentín, manteniendo una agitación de 1100 rpm. La mezcla se dejó en reposo durante 2 días hasta la cristalización completa de la base Schiff.

Posterior al proceso de cristalización por enfriamiento, todos los cristales de las bases Schiff obtenidos, fueron recuperados mediante filtración al vacío, lavados con éter-dietílico, y secados en una estufa universal a 70 °C.

3.2. Caracterización Orgánica de las Bases Schiff

3.2.1. Caracterización con FTIR

Para la caracterización mediante espectroscopia infrarroja por transformadas de Fourier (FTIR), se fabricaron pastillas mediante la mezcla de 0.120 g de KBr y entre 0.001-0.002 g de la respectiva base Schiff a analizar. La mezcla de ambos compuestos se pulverizó con la ayuda de un mortero, y posteriormente se introdujo en una prensa hidráulica para formar la pastilla. Una vez obtenida la pastilla, esta fue introducida dentro del espectrofotómetro infrarrojo (Thermo Scientific IS50) en donde se realizaron los análisis correspondientes.

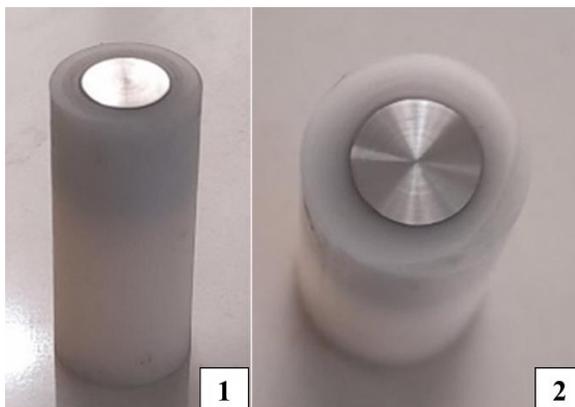
3.2.2. Caracterización con UV-visible

Para la caracterización mediante espectrofotometría de UV-visible se utilizó una solución de N,N-dimetilformamida (DMF) mezclada con la respectiva base Schiff a analizar, la cual se introdujo dentro de un contenedor de cuarzo y se posicionó dentro del equipo de UV-visible (Shimadzu UV-mini 1240).

3.3. Electrodo de Trabajo y Soluciones Agresivas

Los electrodos de trabajo se fabricaron desde barras comerciales de acero al carbono tipo AISI 1020, con una composición nominal de (% peso.) 0.18–0.23 C, 0.1–0.35 Si, y 0.3–0.6 Mn con trazas de S, Si, Cu, Ni, Cr, Sn, P, Mo, y Fe como balance, utilizando un torno mecánico, y manteniendo una geometría cilíndrica de 0.704 cm de diámetro y 1 cm de largo. Estos cilindros fueron insertados en una vaina de teflón con el objetivo de mantener solo la cara inferior expuesta a la solución agresiva, como se observa en la Figura 3.1. Antes de la realización de cada prueba electroanalítica, se realizó un proceso de pulido a la cara visible del acero del electrodo con la ayuda de papel lija de grano #1200 y una pulidora ECOMET 3, para posteriormente enjuagarlo con agua desmineralizada.

Figura 3.1. Electrodo de trabajo de acero al carbono tipo AISI 1020. Imagen 1 vista lateral - Imagen 2 vista superior.

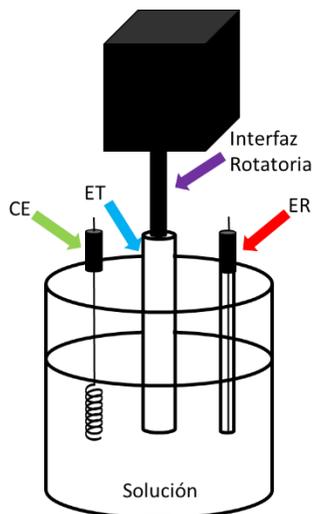


Por otro lado, la solución agresiva usada en los ensayos de corrosión fue una solución 1 M HCl con la adición de N,N-Dimetilformamida (DMF) al 5% el cual sirve como co-solvente. Todas las soluciones se prepararon con reactivos de grado analítico y agua destilada y en orden de evaluar el efecto inhibidor de las bases Schiff se prepararon soluciones agresivas con concentración de inhibidor iguales a 0, 10, 15, 25, 50, 100 y 200 ppm.

3.4. Mediciones Electroanalíticas

Los estudios de corrosión se realizaron mediante el uso de una celda electroquímica compuesta por un electrodo de referencia de Ag/AgCl, un contraelectrodo de platino y un electrodo de trabajo de acero al carbono AISI 1020, tal como se observa en la Figura 3.2. Las mediciones por voltametría de barrido lineal se realizaron a una velocidad de barrido de 2 mV/s en dirección anódica considerando un rango de +250 mV y -250 mV respecto del potencial de circuito abierto. Por otra parte, los ensayos por espectroscopía de impedancia electroquímica se realizarán entre un rango de 100 kHz a 100 mHz considerando una amplitud de 20 mV. Todos los ensayos electroquímicos se realizaron utilizando un potenciostato/galvanostato BioLogic VSP-300, acoplado a una interfaz rotatoria la cual mantuvo una velocidad de 1000 rpm durante cada ensayo.

Figura 3.2. Esquema de la celda electroquímica y los electrodos utilizados.



Creación propia (2022).

Para garantizar la conexión eléctrica, al electrodo de trabajo se le introdujo un trozo de alambre de cobre por la parte vacía y luego se enroscó en la interfaz rotatoria, para posteriormente posicionar el electrodo de trabajo dentro del vaso precipitado (Figura 3.1), junto con los otros dos electrodos, sumergiéndolo parcialmente en un volumen de entre 30-40 mL de la solución a estudiar.

Ya posicionado el electrodo de trabajo, se conectaron los cables a sus respectivos electrodos y se inició la toma de datos.

3.5. Análisis Morfológico

Para la evaluación del daño morfológico sobre el acero al carbono, se utilizó un microscopio electrónico de barrido (MEB) (Zeiss EVO MA 10), en donde se evaluaron muestras de acero en presencia y ausencia de bases Schiff como inhibidor, además de considerar una muestra totalmente pulida como referencia inicial.

3.6. Análisis Matemático

Los resultados experimentales que se obtuvieron por ensayos de voltametría de barrido lineal se ajustaron a modelos cinéticos de transferencia de carga y masa acorde a

las ecuaciones cinéticas de Butler-Volmer descritos por las ecuaciones 2.4 y 2.5, y siguiendo el procedimiento de ajustes no-lineales descrito en literatura [Soliz y Cáceres, 2015]. Las tasas de corrosión se determinaron acorde a la teoría del potencial mixto, donde para una densidad de corriente total igual a cero, las densidades de corrientes anódicas y catódicas son iguales. Para los resultados experimentales obtenidos por impedancia electroquímica, las resistencias en su escala Imaginaria y Real, se ajustaron a circuitos eléctricos equivalentes, considerando circuitos con resistencias y capacitancias dispuestas serie y/o paralelo.

La evaluación de la capacidad de inhibición se determinó a partir de las siguientes expresiones:

$$\eta_{inh} \% = \left(\frac{RT' - RT^0}{RT'} \right) \cdot 100\% \quad (3.1)$$

$$\eta_{inh} \% = \left(\frac{i_{corr}^0 - i'_{corr}}{i_{corr}^0} \right) \cdot 100\% \quad (3.2)$$

En donde, RT' y RT^0 corresponden a las resistencias totales en presencia y ausencia de inhibidor ,respectivamente, y determinadas desde los ensayos por impedancia electroquímica. i_{corr}^0 y el i'_{corr} corresponden a las velocidades de corrosión en ausencia y presencia del inhibidor, respectivamente, y determinadas desde los ensayos por voltametría de barrido lineal.

CAPÍTULO IV. ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En este capítulo se presentan y discuten los resultados obtenidos de las técnicas analíticas de corrosión aplicadas sobre el acero AISI 1020 para ver su comportamiento al variar la cantidad de anillos aromáticos en la base Schiff, en conjunto con las técnicas matemáticas usadas para estudiar el comportamiento de la corrosión sobre la superficie del acero y las técnicas de caracterización de las bases Schiff.

4.1. Resultados de las Mediciones Electroanalíticas a través de PEIS

Los resultados de la técnica PEIS entregaron diagramas de Nyquist (ver sección 4.1.1) y de Bode (ver sección 4.1.2) para cada muestra de concentración 0, 10, 15, 25, 50, 100 y 200 ppm, de cada base Schiff.

En el caso de los diagramas de Nyquist, los resultados se presentan en formato de resistencia imaginaria ($-\text{Im}(Z)$) vs resistencia real ($\text{Re}(Z)$), ambas con unidad de medida Ohm. Los diagramas se juntaron para cada base Schiff y cada concentración con el fin de crear un solo diagrama el cual permite divisar la manera en que varían las curvas a diferentes concentraciones.

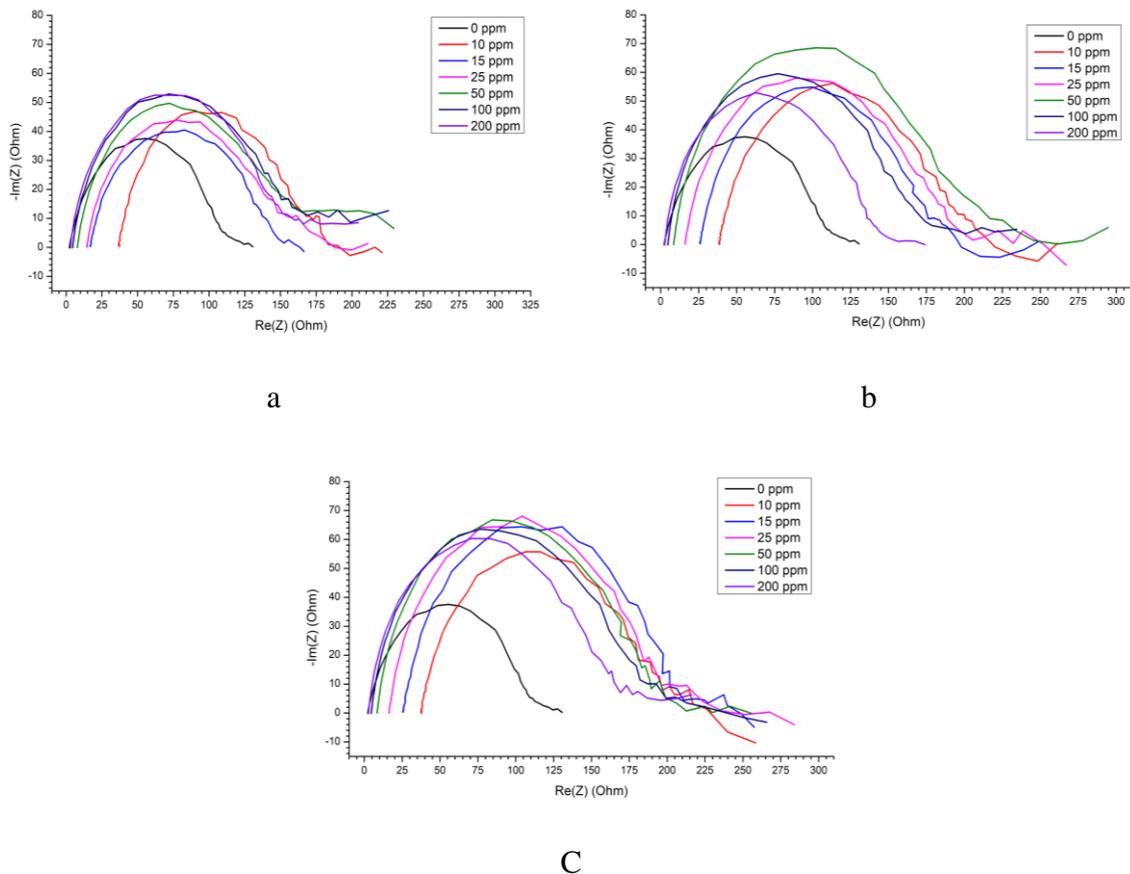
En el caso de los diagramas de Bode, los resultados se presentan en dos formatos, un diagrama que indica el logaritmo de la magnitud de la impedancia ($\log|Z|$) vs el logaritmo de la frecuencia ($\log(\text{freq})$), y otro diagrama que indica la variación de fase ($\text{Phase}(Z)$) vs el logaritmo de la frecuencia ($\log(\text{freq})$). Estos diagramas se dividieron en dos gráficos distintos, obteniendo de esa manera dos diagramas de Bode para cada muestra, los cuales se juntaron para cada base Schiff y así poder estudiar su comportamiento.

4.1.1. Diagramas de Nyquist

Los diagramas de Nyquist obtenidos para el acero al carbono inmerso en solución 1 M HCl a través de la técnica PEIS se pueden observar en la Figuras 4.1. En esta se aprecian los cambios para las curvas a diferentes concentraciones de las bases Schiff

(salen)₂-1,2-fdm (Figura 4.1.a), (naph)₂-1,2-fdm (Figura 4.1.b) y (naph)₂-2,3-dan (Figura 4.1.c).

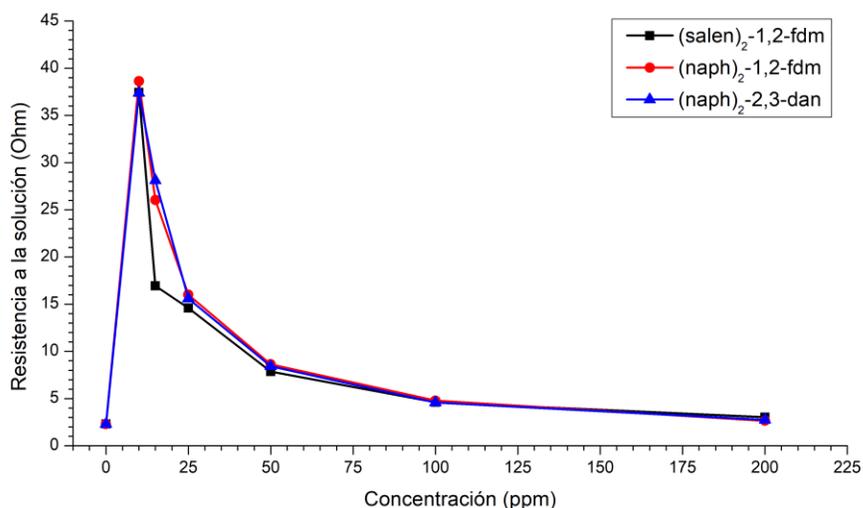
Figura 4.1. Diagramas de Nyquist para el acero al carbono en soluciones 1 M HCl con diferentes inhibidores y concentraciones. (a) (salen)₂-1,2-fdm, (b) (naph)₂-1,2-fdm, (c) (naph)₂-2,3-dan.



Todos los resultados en los diagramas de Nyquist mostraron tendencias similares lo que indica que las tres bases Schiff estudiadas presentan un mismo mecanismo de inhibición sobre la corrosión del acero al carbono. En particular, respecto a la resistencia a la solución R_s (valor para $-Im(Z)=0$ Hz), se puede indicar que los resultados mostraron cambios en su magnitud con la concentración de la base Schiff presente en la muestra, tal como se presenta en la Figura 4.2. Se observa un valor máximo de R_s a una

concentración de 10 ppm para los tres inhibidores estudiados, los cuales tienen una tendencia a disminuir a medida que se vio aumentada la concentración, acercando su valor cada vez más al de la muestra con 0 ppm de inhibidor. Un solo cambio en su comportamiento fue observado para el caso de la base Schiff (salen)₂-1,2-fdm en donde a los 15 ppm de concentración posee una resistencia a la solución menor a las otras dos bases Schiff. Estas variaciones están relacionadas a cambios en la conductividad de la solución debido a la adición de la base Schiff donde pequeñas cantidades promueven variaciones cerca de la interfaz electrodo-solución.

Figura 4.2. Resistencia a la solución presentada por cada base Schiff a diferentes concentraciones.



Paralelamente, en la parte imaginaria de los gráficos de Nyquist (Figura 4.1) se puede ver como sus valores se ven afectados por la concentración presente en la muestra, en especial su valor máximo. En un principio las tres bases Schiff muestran un comportamiento similar entregando curvas más grandes en comparación con la curva con ausencia de inhibidor (0 ppm), donde sus valores máximos fueron mayores en todos los casos. Dicho valor máximo muestra tendencias diferentes al variar las concentraciones de las tres bases Schiff. Para el caso de la base Schiff denominada

(salen)₂-1,2-fdm, se mostró un aumento en el valor máximo de la parte imaginaria para la muestra con 10 ppm de concentración para posteriormente mostrar una disminución en su valor en los 15 ppm, desde donde el valor solo mostró un aumento a medida que se aumentó la concentración de esta base Schiff, alcanzando su tope máximo a las concentraciones de 100 ppm y 200 ppm. Por otro lado, la segunda base Schiff denominada (naph)₂-1,2-fdm mostró una tendencia similar a la base anterior en su inicio al tener una tendencia creciente-decreciente para las concentraciones de 10 ppm y 15 ppm, respectivamente, y desde este último se presenta un aumento en el valor máximo alcanzando su límite a los 50 ppm de concentración, presentando una disminución a mayores concentraciones. Finalmente, la tercera base Schiff denominada (naph)₂-2,3-dan presenta un aumento en sus valores máximos a medida que se aumentó la concentración en la muestra, alcanzando un valor límite a los 25 ppm y 50 ppm, desde los cuales se presentó un descenso en el valor máximo para las demás concentraciones. Estas diferencias en los tope máximos que se presentan en la parte imaginaria pueden ser atribuidas a la adhesión de anillos aromáticos en la cadena, ya que se aprecia como este tope máximo se presenta a una concentración menor al aumentar la cantidad de anillos aromáticos presentes.

Por otro lado, los tres gráficos entregados mostraron una forma de semicírculo junto con la presencia de la generación de una segunda curva más diminuta al final de la curva principal, indicando con ello la presencia de otra resistencia dentro del circuito. Estos semicírculos están asociados a cambios en la doble capa y la formación de una película inhibidora.

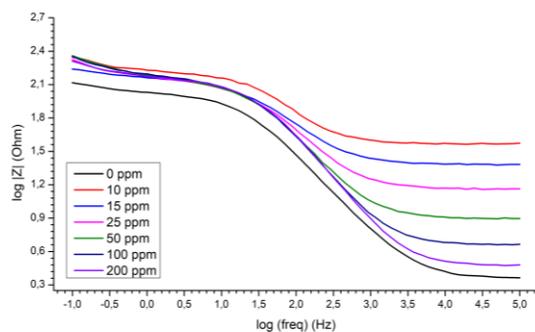
4.1.2. Diagramas de Bode (log|Z| vs log(freq))

Los diagramas de Bode correspondientes a log|Z| vs log(freq) de las tres bases Schiff se pueden ver en la Figura 4.3 para las bases Schiff (salen)₂-1,2-fdm (Figura 4.3.a), (naph)₂-1,2-fdm (Figura 4.3.b) y (naph)₂-2,3-dan (Figura 4.3.c).

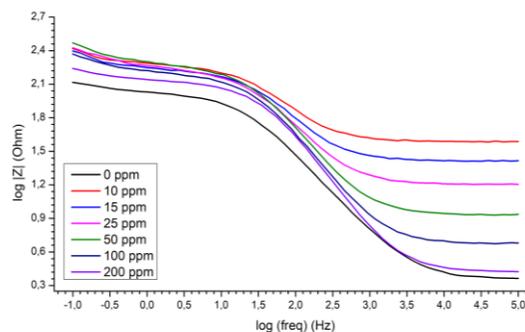
Los tres diagramas de Bode presentaron tendencias similares, mostrando las tres una forma sigmoidea para cada concentración y en donde a bajas frecuencias su valor de log|Z| es mayor y a altas frecuencias el valor de log|Z| es menor. El efecto de la concentración en estos diagramas se vió reflejado en la pronunciación de las curvas

junto con los valores máximos y mínimos de $\log|Z|$ que se obtienen al variar la frecuencia, siendo los valores mínimos ubicados a altas frecuencias los que más varían. La muestra sin inhibidor mostró una mayor pronunciación en su curva manteniendo sus valores de $\log|Z|$ las que además se mantuvieron menores en todas las frecuencias, caso contrario a las muestras con 10 ppm de concentración las cuales mostraron la menor pronunciación en sus curvas junto con uno de los valores más altos de $\log|Z|$ a bajas frecuencias y los más alto a altas frecuencias. En el caso de las demás muestras, estas, a medida que se aumentó su concentración, mostraron un aumento en la pronunciación, junto con la disminución en sus valores de $\log|Z|$ a bajas y altas frecuencias.

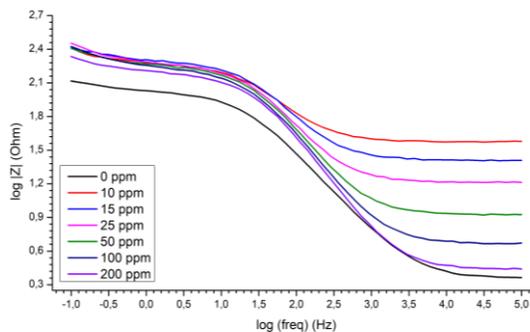
Figura 4.3. Diagramas de Bode (impedancia-frecuencia) para el acero al carbono en soluciones 1 M HCl con diferentes inhibidores y concentraciones. (a) (salen)₂-1,2-fdm, (b) (naph)₂-1,2-fdm, (c) (naph)₂-2,3-dan.



a



b



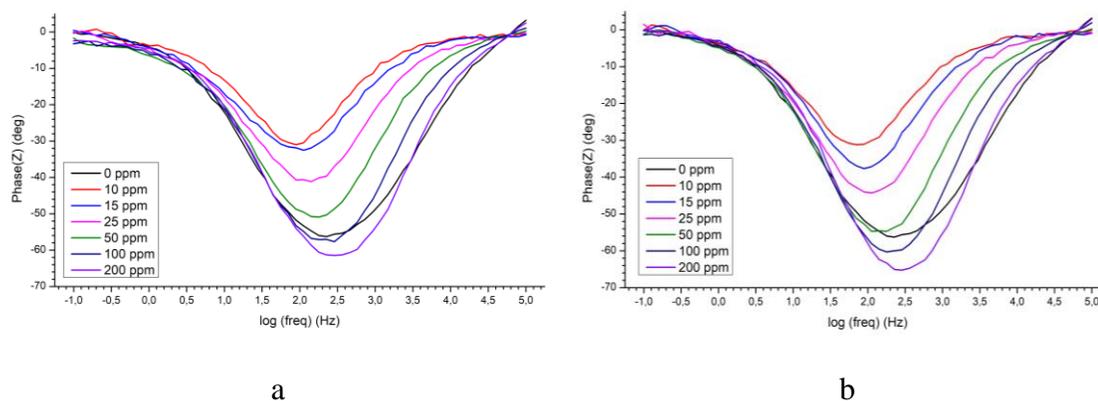
c

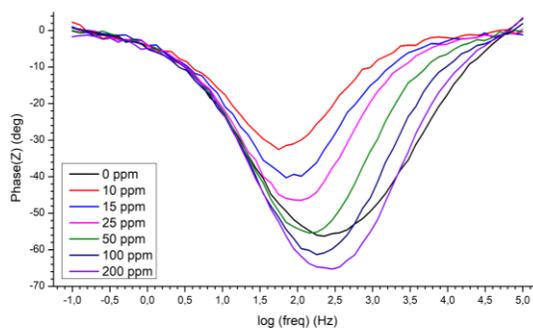
4.1.3. Diagramas de Bode (Phase(Z) vs log(freq))

Los diagramas de Bode que grafican Phase(Z) vs log(freq) se pueden apreciar en las Figuras 4.4 para las bases Schiff (salen)₂-1,2-fdm (Figura 4.4.a), (naph)₂-1,2-fdm (Figura 4.4.b) y (naph)₂-2,3-dan (Figura 4.4.c).

Los tres diagramas de Bode presentados mostraron tendencias similares al variar las concentraciones de las bases Schiff. Se puede observar como a frecuencias bajas cercanas a -1 y a frecuencias altas cercanas a 5, el ángulo de fase es más cercano a cero, mientras que a frecuencias intermedias el ángulo de fase disminuye. Esta disminución que es menor para el caso de la muestra de 10 ppm y que se ve aumentada a medida que la concentración de la muestra aumenta, llega incluso a superar la disminución que se observa para la muestra con 0 ppm de inhibidor.

Figura 4.4. Diagramas de Bode (ángulo de fase-frecuencia) para el acero al carbono en soluciones 1 M HCl con diferentes inhibidores y concentraciones. (a) (salen)₂-1,2-fdm, (b) (naph)₂-1,2-fdm, (c) (naph)₂-2,3-dan.





c

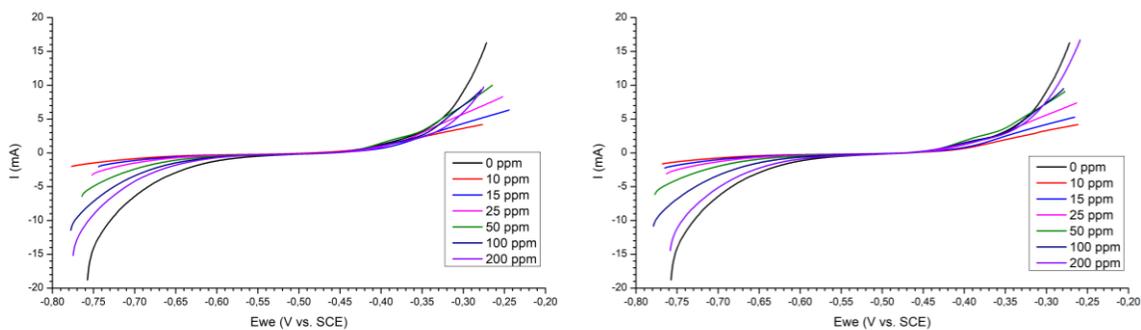
4.2. Resultados Mediciones Electroanalíticas VBL

Los resultados obtenidos para el acero al carbono mediante la técnica VBL para las distintas concentraciones de inhibidor iguales a 0, 10, 15, 25, 50, 100 y 200 ppm, entregaron diagramas con un patrón sigmoideo en todas las muestras, los cuales se juntaron para generar una sola gráfica de corriente I (mA) vs potencial del electrodo Ewe (V vs. SCE) que logró mostrar con mayor facilidad su comportamiento.

4.2.1. Diagramas VBL

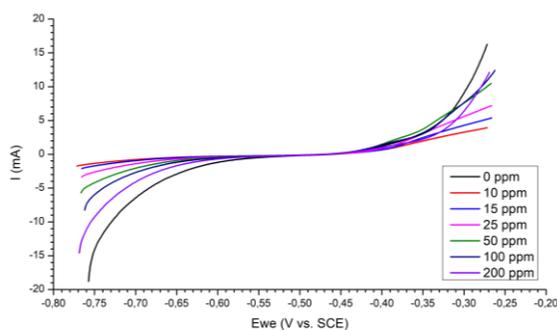
En los diagramas obtenidos en la técnica VBL se obtuvieron resultados similares en las tres bases Schiff, lo cual se puede observar en la Figura 4.5 para la base Schiff (salen)₂-1,2-fdm (Figura 4.5.a), la base Schiff (naph)₂-1,2-fdm (Figura 4.5.b) y la base Schiff (naph)₂-2,3-dan (Figura 4.5.c).

Figura 4.5. Curvas de voltametría lineal (corriente vs potencial) para el acero al carbono en soluciones 1 M HCl con diferentes inhibidores y concentraciones. (a) (salen)₂-1,2-fdm, (b) (naph)₂-1,2-fdm, (c) (naph)₂-2,3-dan.



a

b



c

Como se mencionó anteriormente, en los tres diagramas obtenidos se observó un comportamiento similar al variar la concentración del inhibidor dentro de la solución de estudio, presentando todas las muestras una forma sigmoidea en su gráfico, cuyos valores de intensidad a bajo y alto potencial se encuentran más alejados del cero. Paralelamente, los tres diagramas muestran como el gráfico con mayor intensidad a bajo y alto potencial es la curva correspondiente a la muestra sin inhibidor. Caso contrario, la muestra de 10 ppm corresponde a la curva con menor intensidad tanto a bajo como a alto potencial, mostrando también que para las demás concentraciones el valor de la intensidad a bajo y alto potencial se vio aumentada a medida que se aumentó la concentración en la solución.

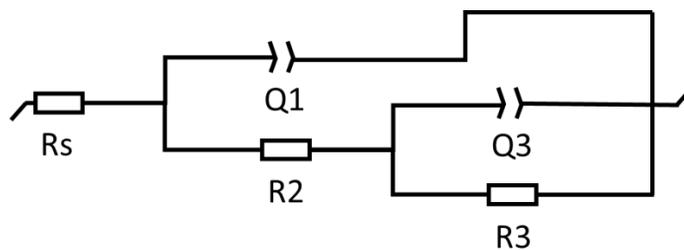
4.3. Análisis de Circuito Equivalente y Comparación de los Cálculos de Resistencias para las Tres Bases Schiff

Uno de los análisis realizados a las curvas obtenidas a través del método PEIS fue el del análisis del circuito equivalente, en donde se buscó un circuito que pudiese representar de mejor manera las curvas obtenidas. El modelo matemático del circuito obtenido que logro representar en su totalidad los fenómenos ocurridos en las pruebas electroanalíticas corresponde al siguiente:

$$R = R_s + \frac{Q_1}{R_2 + \frac{Q_3}{R_3}} \quad (4.1)$$

En este circuito la resistencia equivalente del sistema (R) se ve conformado por tres resistencias dentro del circuito eléctrico, siendo la primera la correspondiente a la resistencia a la solución (Rs), la segunda la resistencia a la transferencia de carga (R2) y la tercera la resistencia de la película inhibidora (R3). Por otro lado, también se ve compuesta por la presencia de dos capacitancias, las cuales son la capacitancia correspondiente a los productos de corrosión (Q1), lo cual incluye los defectos como las picaduras, y la capacitancia de la capa inhibidora (Q3) [Caballero, et al, 2016]. Lo anterior, también se puede ver representado en la Figura 4.6.

Figura 4.6. Circuito equivalente para la corrosión del acero al carbono AISI 1020 en presencia de inhibidores bases Schiff.



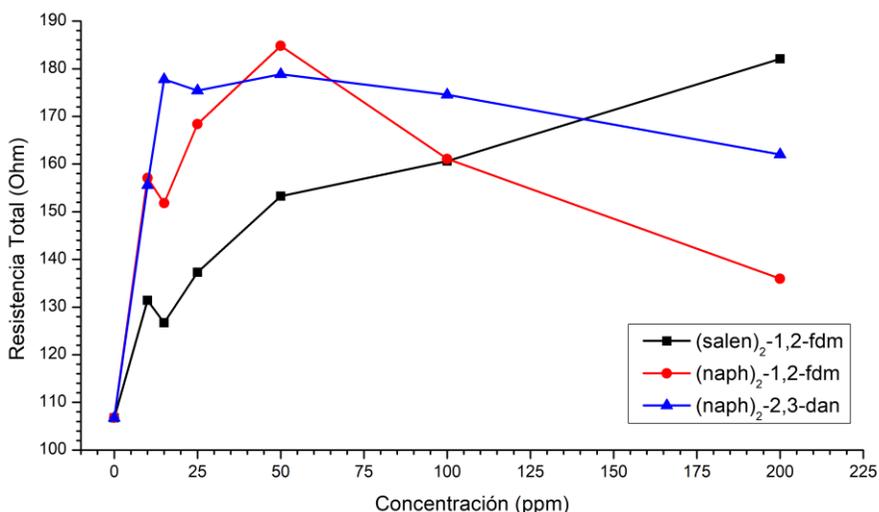
Creación propia (2022).

A través de la aplicación del modelo mencionado (Ec. 4.1 y Figura 4.6) en cada una de las curvas obtenidas por el método PEIS con las tres bases Schiff y a diferentes

concentraciones, se logró determinar sus respectivas resistencias R2 y R3 para cada caso, las cuales se pueden encontrar en las Tablas A.1, A.2 y A.3 que se encuentran adjuntas en el Anexo A. Así mismo, en las tablas del anexo mencionado se pueden observar las resistencias totales (RT), que corresponden a la suma de las resistencias R2 y R3 en cada caso, y junto con su capacidad de inhibición de dichas resistencias totales en comparación con la resistencia total obtenida sin la adición de bases Schiff a la solución de estudio.

Con los datos obtenidos de las resistencias, se realizó la comparación de las resistencias totales de cada base Schiff y para cada una de las concentraciones usadas, la cual se puede apreciar en la Figura 4.7.

Figura 4.7. Resistencias totales vs concentración de las tres bases Schiff para el acero al carbono en soluciones 1 M HCl.

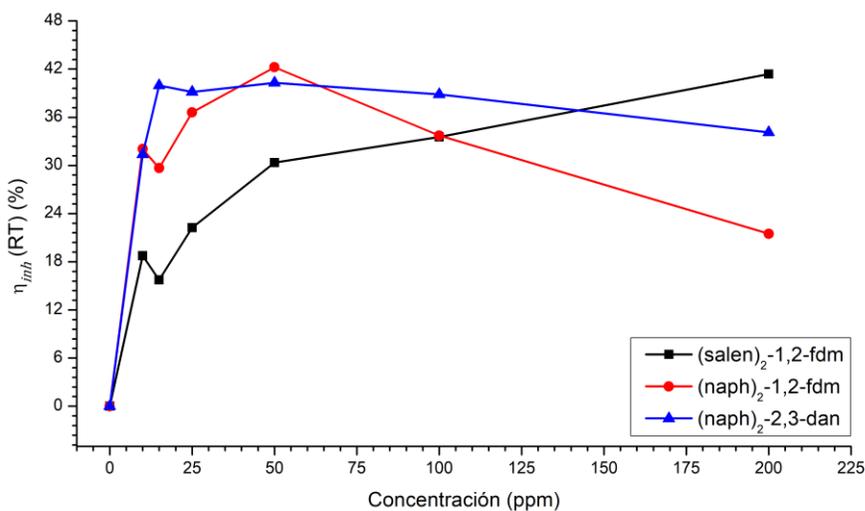


Tal como se puede apreciar en la Figura 4.7, las tres bases Schiff mostraron tendencias diferentes, siendo la tercera, también conocida como (naph)₂-2,3-dan, la que logra una alta resistencia a la corrosión junto con una estabilidad de esta misma al aumentar la concentración de la base en la solución. Caso contrario fue observado para

la segunda base, correspondiente a $(\text{naph})_2\text{-1,2-fdm}$, en la cual, si bien se observa una resistencia superior a una concentración de 50 ppm, también se ve una disminución considerable a medida que la concentración se ve aumentada. Por otro lado, observando la primera base Schiff, correspondiente a $(\text{salen})_2\text{-1,2-fdm}$, en ella se puede observar un aumento de la resistencia en comparación con el aumento en la concentración de la base en la solución, llegando a un valor máximo a los 200 ppm de inhibidor.

En base a los resultados anteriores, la Figura 4.8 muestra las eficiencias de corrosión determinadas mediante la ecuación 3.1, para cada inhibidor estudiado y sus concentraciones. En la figura se puede apreciar que la eficiencia de inhibición de cada base Schiff es distinta, es especial al variar sus concentraciones en la solución.

Figura 4.8. Eficiencias de inhibición de las resistencias totales sobre la corrosión de acero al carbono inmerso en solución 1 M HCl en presencia y ausencia de bases Schiff a diferentes concentraciones.



La base Schiff $(\text{salen})_2\text{-1,2-fdm}$, mostró que su eficiencia de inhibición se vio aumentada al aumentar la concentración del inhibidor, alcanzando un valor máximo de eficiencia igual a 41% que corresponde a la concentración de 200 ppm. Por otro lado, la base Schiff $(\text{naph})_2\text{-1,2-fdm}$ muestra una tendencia creciente-decreciente, alcanzando su

valor máximo a una concentración de 50 ppm presentando una eficiencia de inhibición igual a 42%, desde la cual presento un descenso en la eficiencia de inhibición a medida que se fue aumentando la concentración del inhibidor. Finalmente, la base Schiff (naph)₂-2,3-dan mostro una eficiencia de inhibición estable desde los 15 ppm hasta los 50 ppm de inhibidor, mostrando valores de eficiencia de inhibición que rondan el 40%, para posteriormente mostrar un leve descenso en la eficiencia al aumentar la concentración del inhibidor.

Lo anterior, puede ser atribuible a la adhesión de anillos aromáticos, ya que se puede apreciar tanto la resistencia total como la eficiencia de inhibición como se ven aumentadas a bajas concentraciones cuando se agregan anillos aromáticos en la cadena, pero estas mismas también se ven disminuidas cuando se presentan más anillos aromáticos a altas concentraciones.

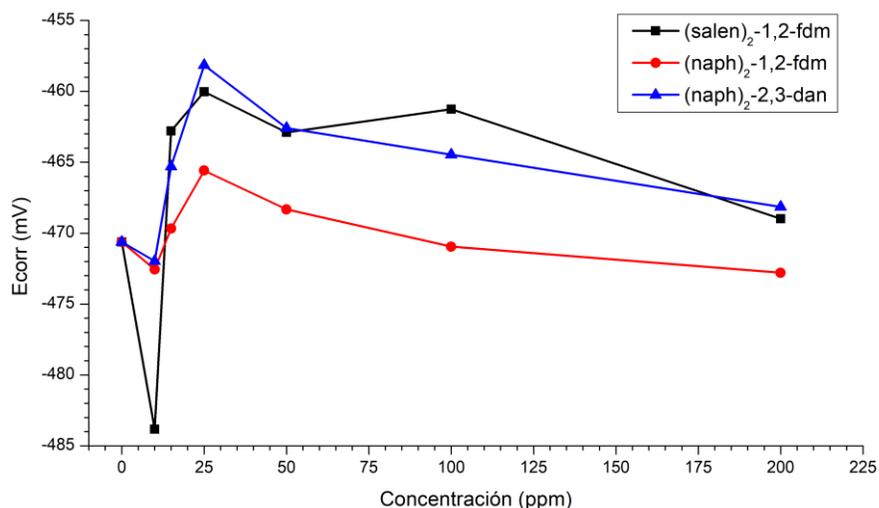
4.4. Resultados y Comparación del Método de Extrapolación de Tafel para las Tres Bases Schiff

Con el uso de las curvas obtenidas del análisis de VBL, se realizó en cada una de ellas un análisis de corrosión a través del método de extrapolación de Tafel mediante el software EC-Lab, en donde se ajustaron las curvas hasta que se posicionaron lo más cerca posible a la original, obteniendo así los parámetros electroquímicos correspondientes al potencial de corrosión (E_{corr}) y la intensidad de corriente corrosión (I_{corr}), junto con las pendientes anódicas (β_a) y catódicas (β_c) de cada curva, valores que se encuentran en las Tablas B.1, B.2 y B.3, ubicadas en el Anexo B. Valores de la velocidad de corrosión fueron expresadas en términos de la densidad de corriente de corrosión (i_{corr}), las que se obtuvieron dividiendo la intensidad de corriente sobre el área activa del electrodo de trabajo ($A=3.89 \cdot 10^{-5} \text{ m}^2$)

Los cambios en el potencial de corrosión (E_{corr}) se pueden observar en la Figuras 4.9. Desde los resultados, la totalidad de los potenciales de corrosión entregados resultaron con un valor negativo, lo cual indica que el material es reactivo a la corrosión al estar en presencia de cualquier muestra. A pesar de lo anterior, se puede observar como a concentraciones superiores a 10 ppm este potencial es menos reactivo,

alcanzando su valor máximo en todos los casos en las muestras de 25 ppm de concentración, desde la cual se presenta una disminución en el potencial de corrosión a medida que se aumenta la concentración de la muestra. Estos resultados pueden dar indicios de la capacidad inhibidora de las bases Schiff al haber desplazamientos en los potenciales de corrosión en dirección positiva, en especial cuando se adicionan anillos aromáticos en la cadena.

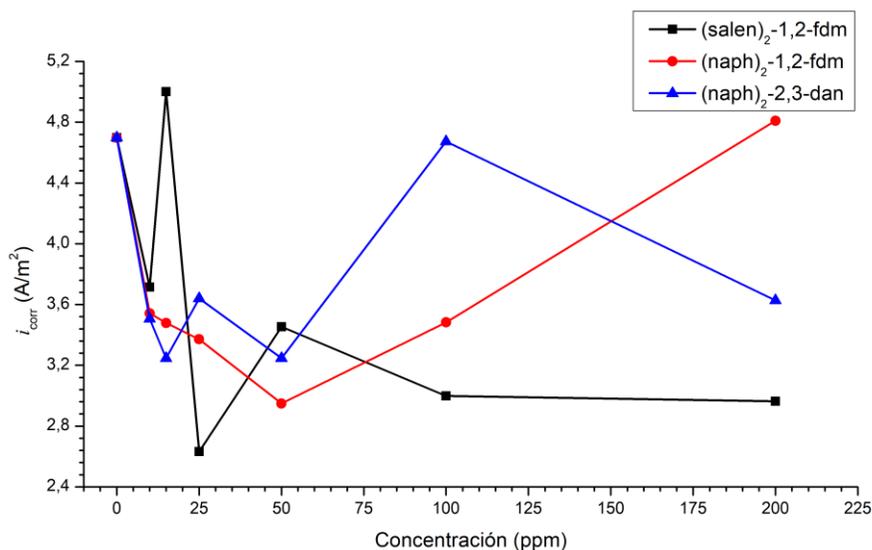
Figura 4.9. Potencial de corrosión (E_{corr}) para el acero al carbono inmerso en solución 1 M HCl en presencia y ausencia de bases Schiff a diferentes concentraciones.



Los resultados de la velocidad de corrosión son presentados en la Figura 4.10. En el caso de la base Schiff $(\text{salen})_2-1,2\text{-fdm}$, la cual posee tres anillos aromáticos dentro de su estructura, se puede apreciar como su velocidad de corrosión es inestable a bajas concentraciones, presentando fluctuaciones en su valor, pero a altas concentraciones se puede observar cómo se estabiliza y toma valores bajos, confirmando su capacidad inhibidora a la corrosión. Por otro lado, la base Schiff $(\text{naph})_2-1,2\text{-fdm}$, que posee dos anillos aromáticos adicionales que la base Schiff anterior, mostró que a bajas concentraciones la velocidad de corrosión va disminuida hasta un máximo de 50 ppm, pero a partir de esta última concentración las velocidades de corrosión van aumentando a

medida que se aumenta la concentración de la base Schiff. Finalmente, la base Schiff $(\text{naph})_2\text{-2,3-dan}$, que posee tres anillos aromáticos adicionales que la primera base Schiff, muestra fluctuaciones en la mayoría del espectro de concentraciones estudiadas, solamente alcanzando una estabilidad a concentraciones mayores de 100 ppm. Sin embargo, se puede confirmar que a partir de 100 ppm de inhibidor se promueve una baja en la velocidad de corrosión respecto a la muestra en ausencia del inhibidor (0 ppm).

Figura 4.10. Velocidad de corrosión (i_{corr}) para el acero al carbono inmerso en solución 1 M HCl en presencia y ausencia de bases Schiff a diferentes concentraciones.

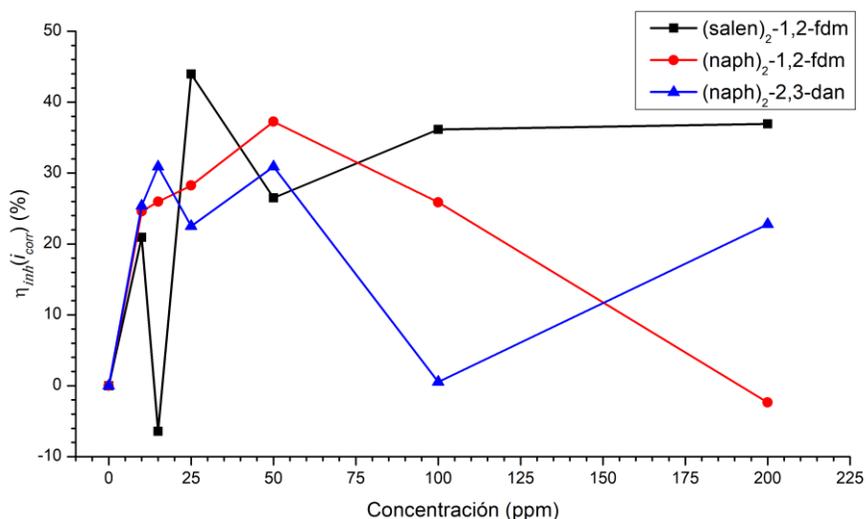


La Figura 4.11 muestra las eficiencias de corrosión determinadas mediante la ecuación 3.2, para cada inhibidor estudiado y sus concentraciones. En la figura se puede apreciar que la eficiencia de inhibición de cada base Schiff es distinta, en especial al variar sus concentraciones en la solución. En el caso de la base Schiff $(\text{salen})_2\text{-1,2-fdm}$, a bajas concentraciones muestra inestabilidad en la eficiencia de inhibición, mostrando una eficiencia máxima igual a 43% a una concentración de 25 ppm, para posteriormente comenzar a estabilizar su eficiencia a concentraciones sobre 100 ppm en donde se establece una eficiencia de inhibición promedio del 36%. La base Schiff $(\text{naph})_2\text{-1,2-fdm}$ muestra una tendencia creciente-decreciente, en donde su valor máximo se encuentra al

agregar 50 ppm del inhibidor presentando una eficiencia de inhibición de 37%, desde la cual al ir aumentando la concentración del inhibidor en la muestra la eficiencia de inhibición fue en descenso. Finalmente, la base Schiff (naph)₂-2,3-dan mostró fluctuaciones en su eficiencia de inhibición al variar la concentración del inhibidor, a pesar de ello también mostró que a bajas concentraciones su eficiencia sufre menos variaciones, alcanzando dos veces un mismo valor máximo de eficiencia de inhibición igual a 31%, los cuales corresponden a las concentraciones de 15 ppm y 50 ppm.

De esto se puede inferir, tanto para la velocidad de corrosión como su eficiencia, que la adhesión de anillos aromáticos a los hidroxibenzaleídos puede evitar las fluctuaciones observadas en ambas figuras (4.10 y 4.11) al variar la concentración, sin embargo, la posterior adhesión de un anillo aromático a la fenilendiamina puede volver a desestabilizar el sistema y causar con ello nuevas fluctuaciones al variar la concentración.

Figura 4.11. Eficiencia de inhibición de la velocidad de corrosión sobre la corrosión de acero al carbono inmerso en solución 1 M HCl en presencia y ausencia de bases Schiff a diferentes concentraciones.

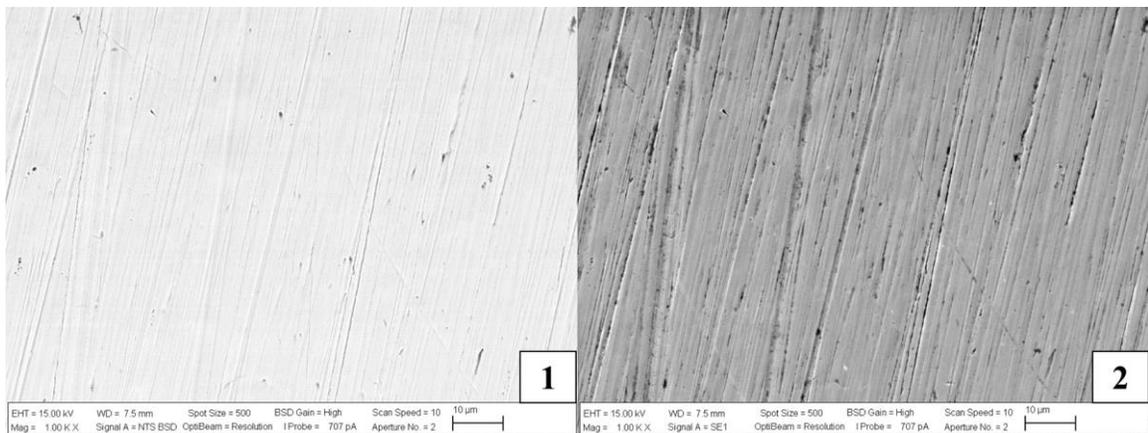


4.5. Análisis Morfológico

Para el análisis morfológico se realizó la toma de imágenes con el equipo MEB a cuatro muestras, obteniendo dos imágenes de cada una correspondientes a BSD y SE a una magnitud de 1000x.

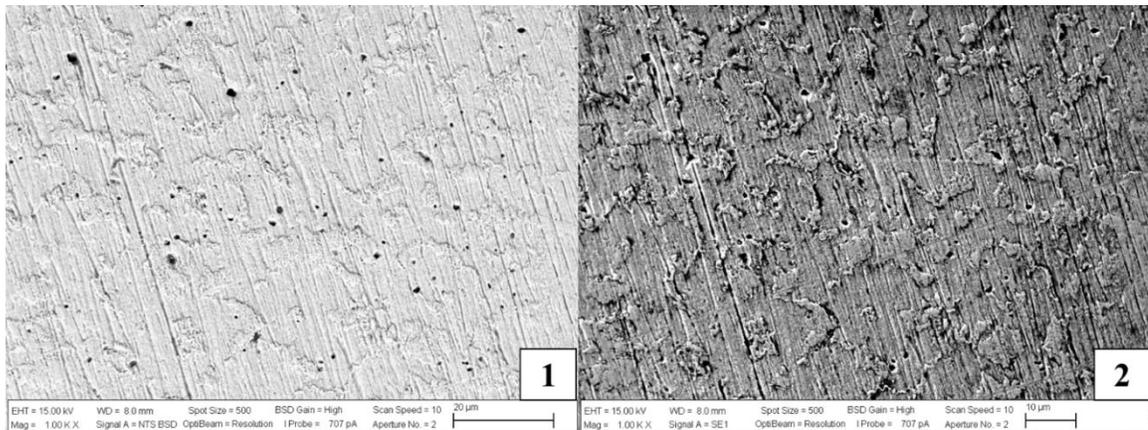
En la Figura 4.12 se pueden apreciar las imágenes correspondientes a un acero AISI 1020 recién pulido el cual no ha pasado por ningún tipo de fenómeno corrosivo y en el cual solo se puede observar la presencia de surcos a través del acero, los cuales corresponderían a marcas dejadas por la lija usada al pulirlo.

Figura 4.12. Imágenes MEB de la pieza de acero AISI 1020 recién pulida sin ataque químico. Imagen 1 BSD - Imagen 2 SE.



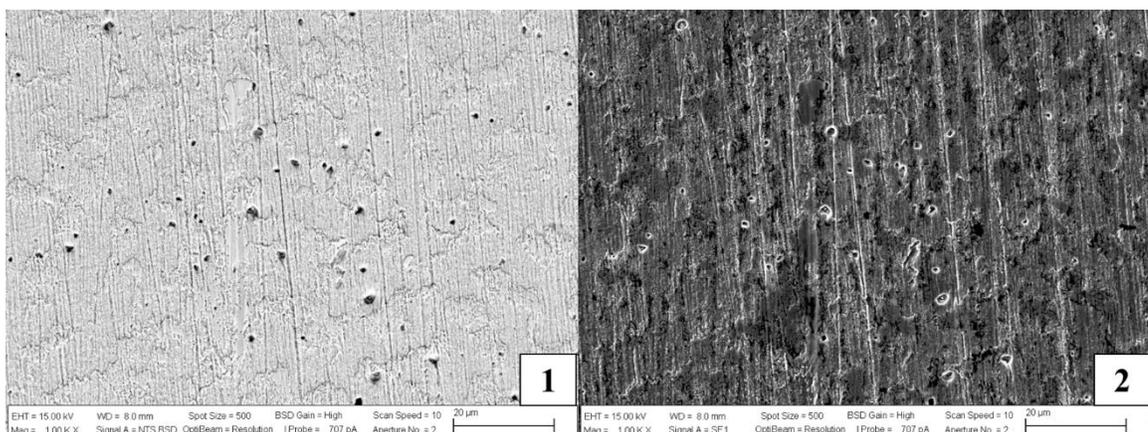
La Figura 4.13, corresponde a un acero AISI 1020 luego de estar en presencia de una solución de HCl 1 M con 5% DMF y ausencia de inhibidor (0 ppm), en el cual se puede apreciar la presencia de corrosión en la superficie del acero caracterizada por la presencia de picaduras (puntos negros) y corrosión generalizada.

Figura 4.13. Imágenes MEB de la pieza de acero AISI 1020 luego de estar en presencia de una solución de 5% DMF HCl 1 M. Imagen 1 BSD - Imagen 2 SE.



La Figura 4.14 muestra un acero AISI 1020 luego de estar en presencia de una solución con HCl 1 M con 5% DMF y en presencia de 50 ppm de la base Schiff (salen)₂-1,2-fdm. Los resultados muestran la presencia de una corrosión leve en la superficie del acero junto con picaduras (puntos negros) a lo largo de la misma.

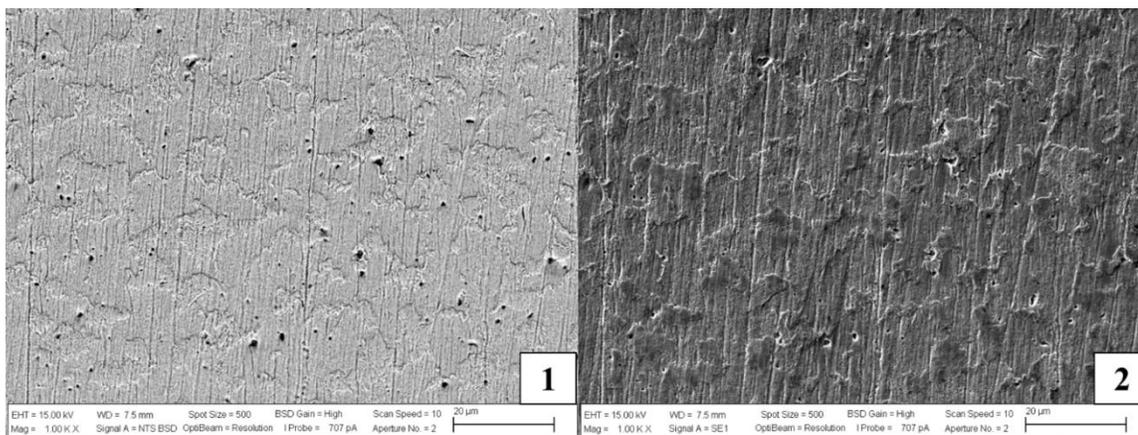
Figura 4.14. Imágenes MEB de la pieza de acero AISI 1020 luego de estar en presencia de una solución de 5% DMF HCl 1 M con 50 ppm de la base Schiff (salen)₂-1,2-fdm. Imagen 1 BSD - Imagen 2 SE.



La Figura 4.15 corresponde a un acero AISI 1020 luego de estar en presencia de una solución HCl 1 M con 5% DMF y junto con 100 ppm de la base de Schiff (salen)₂-1,2-

fdm, en donde se aprecia la presencia de corrosión en menor medida a lo largo del acero.

Figura 4.15. Imágenes MEB de la pieza de acero AISI 1020 luego de estar en presencia de una solución de 5% DMF HCl 1 M con 100 ppm de la base Schiff (salen)₂-1,2-fdm. Imagen 1 BSD - Imagen 2 SE.



Estos resultados del análisis morfológico revelan la variabilidad en la corrosión del acero al carbono en presencia y ausencia del inhibidor base Schiff (salen)₂-1,2-fdm, los cuales son corroborados por los resultados electroanalíticos.

4.6. Análisis FTIR

En este análisis se obtuvieron espectros FTIR de las tres bases Schiff, los cuales pueden observarse en la Figura 4.16 y cuyas posiciones de sus bandas de absorción más importantes se encuentran en la Tabla (4.1).

Figura 4.16. Espectros del FTIR correspondientes a las tres bases Schiff analizadas con corrección de línea base.

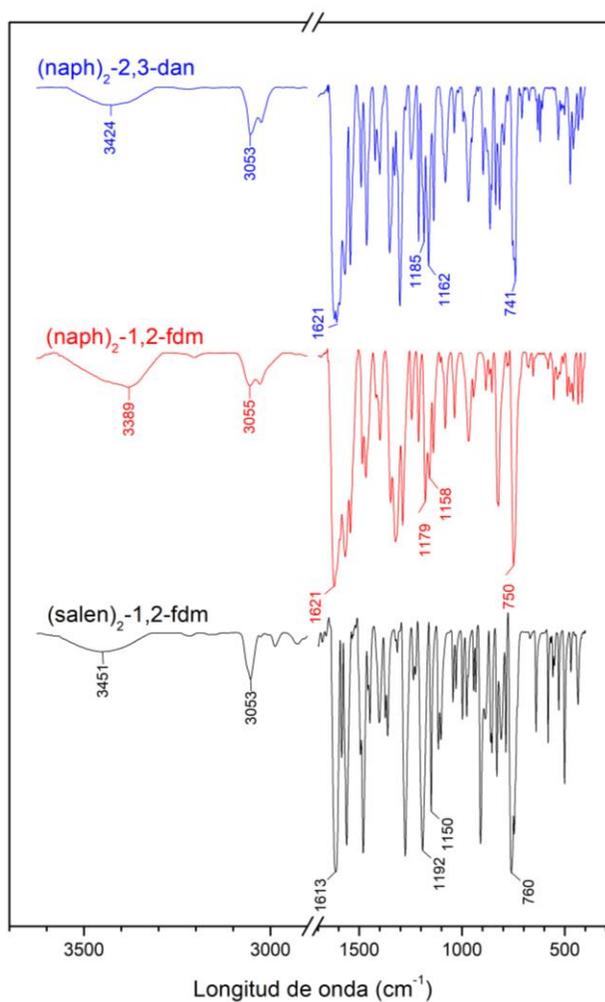


Tabla 4.1. Picos correspondientes a los espectros de FTIR de las tres bases Schiff.

Compuesto	OH	C=N	C-OH	C-H	C-N
(salen) ₂ -1,2-fdm	3451	1613	1192	3053 760	1150
(naph) ₂ -1,2-fdm	3385	1621	1179	3055 750	1158
(naph) ₂ -2,3-dan	3424	1621	1185	3053 741	1162

Las bandas principales presentes en los tres espectros son las moléculas de agua (O-H), los grupos azometina (C=N) de amina, los grupos hidroxilo (C-OH) de salicilaldehído y los grupos aromáticos (C-H) [Gondia y Sharma, 2018]. Las bandas correspondientes al OH presentes en los tres espectros se mostraron con una forma ancha cuyo pico se encontró en 3451, 3385 y 3424 cm^{-1} para la base Schiff (salen)₂-1,2-fdm, (naph)₂-1,2-fdm y (naph)₂-2,3-dan, respectivamente. Estos picos se atribuyen a la frecuencia de estiramiento del mismo sustituyente fenólico hidroxilo perturbado por el enlace intermolecular hidrogenico (O-H...N) [Taha, et al, 2011].

Las bandas correspondientes a C=N del grupo azometina aparecen a 1613, 1621 y 1621 cm^{-1} , para la base Schiff (salen)₂-1,2-fdm, (naph)₂-1,2-fdm y (naph)₂-2,3-dan, respectivamente, debido a las diferentes mitades de azometina [Taha, et al, 2011].

Las bandas correspondientes a C-OH aparecen a 1192, 1179 y 1185, para la base Schiff (salen)₂-1,2-fdm, (naph)₂-1,2-fdm y (naph)₂-2,3-dan, respectivamente, pueden estar relacionadas a grupos fenólicos presentes en la cadena orgánica.

Las bandas correspondientes a C-H se presentaron en dos picos en cada base Schiff, apareciendo a 3053-760, 3055-750 y 3053-741 cm^{-1} , para la base Schiff (salen)₂-1,2-fdm, (naph)₂-1,2-fdm y (naph)₂-2,3-dan, respectivamente. Estas bandas son generadas por la presencia de los anillos aromáticos, por lo que si se observa en la Figura 4.16 se puede apreciar como para la base Schiff (salen)₂-1,2-fdm la cual es la base con menor cantidad de anillos aromáticos se presenta un solo pico a una longitud de onda cercano a 3000 cm^{-1} ; por otro lado, en el caso de la base Schiff (naph)₂-1,2-fdm que incorpora dos anillos aromáticos más se puede observar la presencia de un nuevo pico junto al pico máximo ubicado cerca de los 3000 cm^{-1} , y en el caso de la base Schiff (naph)₂-2,3-dan que posee un anillo aromático más en comparación con la base Schiff anterior, se puede ver la presencia de los dos picos cercanos a 3000 cm^{-1} , pero con una mayor diferencia de intensidad.

Las bandas correspondientes a C-N aparecieron a 1150, 1158 y 1162, para la base Schiff (salen)₂-1,2-fdm, (naph)₂-1,2-fdm y (naph)₂-2,3-dan, respectivamente, correspondientes a grupos arilos.

4.7. Análisis UV-Vis

El análisis UV-Vis realizado a las tres bases Schiff entrego tres diferentes espectros de absorción, los cuales se pueden observar en la Figura 4.17 y cuyos picos están detallados en la Tabla 4.2.

El espectro de absorción de la base Schiff (salen)₂-1,2-fdm muestran una sola banda de absorción que aparece a una longitud de onda de 333.8 nm (Figura 4.17.b), la cual se encuentra relacionada a una transición $\pi \rightarrow \pi^*$ (Figura 4.17.a). Esta transición $\pi \rightarrow \pi^*$ se encuentra relacionada a los anillos aromáticos presentes en la base, los cuales al ser solo 3 anillos causan una banda de absorción menor.

El espectro de absorción de la base Schiff (naph)₂-1,2-fdm muestra tres bandas de absorción que aparecen a 373.4, 450.8 y 472.6 nm (Figura 4.17.b), siendo las dos últimas bandas las que se encuentran ubicadas en el lado con energía más baja por lo que se atribuyen a transiciones $n \rightarrow \pi^*$ (Figura 4.17.a) de conjugaciones entre el par solitario de electrones del orbital p del átomo N en el grupo C=N y un enlace π conjugado de anillos fenilo y naftanilo. La banda que aparece a mayor energía surge de la transición $\pi \rightarrow \pi^*$ (Figura 4.17.a) dentro de los anillos fenilo y naftilo, y el $\pi \rightarrow \pi^*$ del grupo C=N, que al tener mayor cantidad de anillos aromáticos presenta una mayor intensidad [Taha, et al, 2011].

El espectro de absorción de la base Schiff (naph)₂-2,3-dan muestra tres bandas de absorción que aparecen a 382, 452.6 y 476 nm (Figura 4.17.b), las cuales muestran el mismo comportamiento que la base Schiff anterior al presentar sus dos últimas bandas en el lado con energía más baja, por lo que también se atribuyen a transiciones $n \rightarrow \pi^*$ (Figura 4.17.a) de conjugaciones entre el par solitario de electrones del orbital p del átomo N en el grupo C=N y un enlace π conjugado de anillos fenilo y naftanilo, y que al poseer un anillo más que la base Schiff anterior también presenta picos de mayor intensidad en la parte de menor energía. La banda que aparece a mayor energía también surge de la transición $\pi \rightarrow \pi^*$ (Figura 4.17.a) dentro de los anillos fenilo y naftilo, y el $\pi \rightarrow \pi^*$ del grupo C=N [Taha, et al, 2011].

Figura 4.17. Comparación de los espectros de UV-Visible realizado a las tres bases Schiff. (a) transiciones presentes en cada base Schiff, (b) bandas de absorción de cada base Schiff.

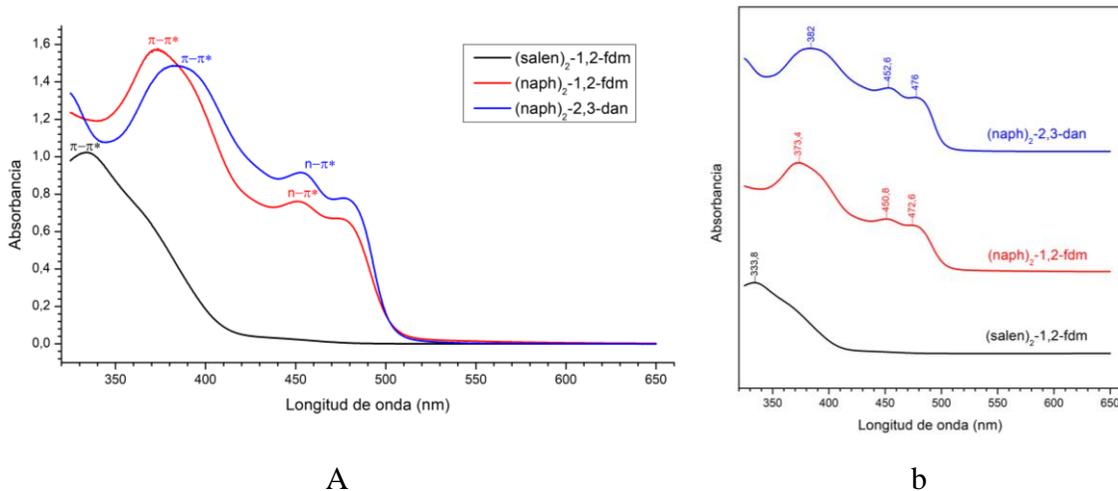


Tabla 4.2. Picos de los espectros UV-Visible de las tres bases Schiff analizadas.

Compuesto	$\lambda_{\text{máx}}$ (nm)	Asignaciones de banda
(salen) ₂ -1,2-fdm	333,8	$\pi \rightarrow \pi^*$
(naph) ₂ -1,2-fdm	373,4	$\pi \rightarrow \pi^*$
	472,6	$n \rightarrow \pi^*$
(naph) ₂ -2,3-dan	382	$\pi \rightarrow \pi^*$
	452,6	$n \rightarrow \pi^*$
	476	$n \rightarrow \pi^*$

CAPÍTULO V. CONCLUSIONES

En el presente trabajo se estudió la capacidad inhibidora de bases Schiff que poseen anillos aromáticos dentro de su cadena, las cuales fueron variando con el objetivo de evaluar su efecto sobre la eficacia de inhibición de la corrosión del acero al carbono en solución 1 M HCl.

Los resultados por mediciones de impedancia electroquímica revelaron que entre concentraciones de 0 ppm hasta los 50 ppm, las tres bases Schiff mostraron un aumento en su eficiencia de inhibición, alcanzando eficiencias sobre 40% para las bases Schiff con más anillos aromáticos. En el caso de la base Schiff (salen)₂-1,2-fdm, que es la que posee una menor cantidad de anillos aromáticos, la eficiencia de inhibición incrementó a partir de los 50 ppm alcanzando un valor máximo de eficiencia de inhibición igual a 41% a una concentración de 200 ppm. Por otro lado, las otras dos bases Schiff mostraron un descenso al aumentar la concentración del inhibidor desde los 50 ppm, con la diferencia de que el descenso presentado por la base Schiff (naph)₂-2,3-dan fue más estable, disminuyendo menos del 10%.

Los resultados a partir de las mediciones de voltametría de barrido lineal revelaron que el potencial de corrosión posee valores negativos en todos los casos mostrando con ello que el material se mantiene reactivo a la corrosión, pero esa reactividad se ve disminuida especialmente a una concentración de 25 ppm para todas las bases Schiff estudiadas, pero siendo superior en el caso de la base Schiff con mayor cantidad de anillos aromáticos. Por otro lado, las velocidades de corrosión en conjunto con su eficiencia de inhibición mostraron también un comportamiento variante al aumentar la concentración del inhibidor. La base Schiff (salen)₂-1,2-fdm mostro una eficiencia de inhibición fluctuante a bajas concentraciones, consiguiendo un valor máximo igual a 43% a los 25 ppm de inhibidor y consiguiendo valores más constantes a concentraciones sobre los 100 ppm. La base Schiff (naph)₂-1,2-fdm mostro un comportamiento creciente-decreciente mostrando su mayor valor de eficiencia a los 50 ppm de inhibidor, la cual es igual a 37%. Finalmente, la base Schiff (naph)₂-2,3-dan, mostro pequeñas fluctuaciones a bajas concentraciones, en donde sus valores máximos rondaron una eficiencia de inhibición igual a 31% a concentraciones igual es 15 ppm y 50 ppm de inhibidor, para

posteriormente presentar valores más fluctuantes al aumentar la concentración del inhibidor.

Los análisis electroanalíticos fueron corroborados por el análisis morfológico, revelando que el acero al carbono sufrió un nivel de corrosión menor en presencia de la base Schiff como inhibidor.

Los análisis de caracterización mostraron como la adhesión de anillos aromáticos influyeron en la intensidad de los picos obtenidos tanto en el análisis de FTIR como en los análisis de UV-Visible.

A partir de un análisis global, se puede concluir que la base Schiff (salen)₂-1,2-fdm, mostró un mejor comportamiento a altas concentraciones a pesar de que su mejor potencial de corrosión fue a los 25 ppm, alcanzando eficiencias de inhibición de 43%, a los 25 ppm, y 41%, a los 200 ppm, obtenidas desde las mediciones de voltametría e impedancia respectivamente. La base Schiff (naph)₂-1,2-fdm mostro ser mejor a bajas concentraciones, entre los 25-50 ppm, en donde presenta eficiencias de inhibición entre 37% y 42% a 50 ppm de concentración. En el caso de la base Schiff (naph)₂-2,3-dan, este mostro un mejor comportamiento a bajas concentraciones, más específicamente a los 25 ppm de concentración en donde se obtuvo velocidades de corrosión bajas que alcanzan una eficiencia de inhibición cercano a 31% a 15 ppm y 50 ppm en voltametría, y 40% a 50 ppm en impedancia.

En base a lo anterior, se puede decir que las tres bases Schiff muestran capacidades de inhibición diferentes según la cantidad de anillos aromáticos presentes y la concentración usada en la solución. Estas eficiencias de inhibición no superar el 50% de capacidad inhibidora en ambos casos, por lo que para el presente sistema estudiado (solución 1M HCl), es muy probable que no sean del todo recomendado. Es por ello que es recomendable poder extender estudios sobre su comportamiento en diferentes soluciones agresivas (neutras o alcalinas) y a concentraciones superiores a 200 ppm e inferiores a los 10 ppm. Paralelamente, también es recomendable seguir los estudios para ver los efectos de más anillos aromáticos dentro de la cadena, ya que su comportamiento hasta la fecha es totalmente desconocido.

REFERENCIAS

- Abril, N.; Bárcena, J.; Fernández, E.; Galván, A.; Jorrín, J.; Peinado, J.; Meléndez, F.; Túñez, I. “8. *Espectrofotometría: Espectros de absorción y cuantificación colorimétrica de biomoléculas*”. Departamento de Bioquímica y Biología Molecular, Universidad de Córdoba.
- Adamson, A.W. “*Physical chemistry of surfaces*”, 1st edition, John Wiley and Sons, New York, 1990
- Aslam, R; Mobin, M.; Zehra, S.; Aslam, J. “*A comprehensive review of corrosion inhibitors employed to mitigate stainless steel corrosion in different environments*”. Journal of Molecular Liquids, 364(2022)
- Bard, A.J.; Faulkner L.R. “*Electrochemical methods. Fundamentals and applications*”, 2nd edition, John Wiley and Sons, Inc., New York, 2001
- Bedair, M.A.; Soliman, S.A.; Bakr, M.F.; Gad, E.S.; Lgaz, H.; Chung, I.; Salama, M.; Alqahtany, F.Z. “*Benzidine-based Schiff base compounds for employing as corrosion inhibitors for carbon steel in 1.0 M HCl aqueous media by chemical, electrochemical and computational methods*”. Journal of Molecular Liquids, 317(2020).
- Brunatti, C.; Martín A. “*Introducción a la Espectroscopia de Absorción Molecular Ultravioleta, Visible e Infrarrojo Cercano*”. Recuperado el 20 de mayo de 2023 de PDF: 3-7-8, de: https://www.academia.edu/34664239/Introducci%C3%B3n_a_la_Espectroscop%C3%ADa_de_Absorci%C3%B3n_Molecular_Ultravioleta_Visible_e_Infrarrojo_Cercano
- Cáceres, L; Frez, Y; Galleguillos, F.; Soliz, A.; Gomez-Silva, B.; Borquez, J. “*Aqueous dried extract of skytanthus acutus meyen as corrosion inhibitor of carbon steel in neutral chloride solutions*”. Metals, 11(2021)
- Córdova, Marcos. “*Estudio del extracto de kalanchoe daigremontiana como inhibidor natural de corrosión para el acero AISI 1020 en soluciones de H₂SO₄*”. Tesis de Pregrado, Ingeniería Civil en Metalurgia, Universidad de Atacama, 2020.
- Cosme, I. (mayo 2015). “*Desarrollo de un sistema electroquímico integral de laboratorio para sensores químicos*”. Tesis de Grado, Centro de Investigación y de

- Estudios Avanzados del Instituto Politécnico Nacional, 2015.
- Departamento de Ingeniería Química y Biotecnología. “*Barrido lineal y voltametría cíclica: los principios*”. Recuperado el 22 de mayo de 2023, de University of Cambridge.
- Facultad de Ciencias Químicas. “*Lectura N°6: Espectrometría visible y ultravioleta*”. Recuperado el 20 de mayo del 2023, de Universidad Autónoma de Chihuahua.
- Gondia, N.; Sharma, S. (10 de diciembre de 2018). “*Comparative optical studies of naphthalene based Schiff base complexes for colour tunable application*”. Recuperado el 30 de junio de 2023, de Materials Chemistry and Physics.
- González, M. (22 de noviembre de 2010). “*Voltamperometría*”. Recuperado el 02 de junio de 2023, de La Guía: <https://quimica.laguia2000.com/enlaces-quimicos/voltamperometria>
- Mills, R. (23 de octubre de 2018). “*Fundamentos del análisis FTIR*”. Recuperado el 20 de mayo del 2023, de FOSS: <https://www.fossanalytics.com/es-ar/news-articles/technologies/a-short-intro-to-ftir-analysis>
- Piratoba, U.; Mariño, A.; Olaya, J. (15 de septiembre de 2009). “*Impedancia electroquímica – Interpretación de diagramas típicos con circuitos equivalentes*”. Recuperado el 02 de junio de 2023, de Universidad Nacional de Colombia.
- Piratoba, U.; Vera, E.; Ortiz, C. (30 de noviembre de 2009). “*Aspectos básicos en la interpretación de diagramas de impedancia electroquímica*”. Recuperado el 20 de mayo de 2023, de Universidad Nacional de Colombia.
- Ramírez, A. (28 de febrero de 2017). “*Espectrofotometría y ley de Beer-Lambert*”. Facultad de Ciencias Marinas, Universidad Autónoma de Baja California.
- Renau-Piqueras, J.; Faura, M. “*Principios básicos del Microscopio Electrónico de Barrido*”. Sección de Microscopía Electrónica, Centro de Investigación. Hospital “La Fé”.
- Revie, R.; Uhlig, H. (2008). “*Corrosion and Corrosion Control: An Introduction to Corrosion Science and Engineering*”. Canada: WILEY
- Servicios Centrales de Apoyo a la Investigación. “*Microscopia Electrónica de Barrido*”. Recuperado el 24 de mayo del 2023, de SCAI: <https://www.scai.uma.es/areas/micr/sem/sem.html>

- Taha, Z.; Ajlouni, A.; Al Momani, W.; Al-Ghzawi, A. (20 de junio de 2011). *“Syntheses, characterization, biological activities and photophysical properties of lanthanides complexes with a tetradentate Schiff base ligand”*. Recuperado el 28 de junio de 2023, de Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy.
- Ugaz, A.; Díaz, I. (junio de 1988). *“Principios de las técnicas electroquímicas en estudios de procesos de corrosión”*. Recuperado el 10 de octubre de 2022, de Revista de Química – Vol. II N°1.
- Vázquez, J. (diciembre de 2007). *“Empleo de la técnica de espectroscopia de impedancias electroquímicas para la caracterización de biomateriales. Aplicación a una aleación biomédica de Co-Cr-Mo”*. Tesis de Máster, Universidad Politécnica de Valencia.
- Zenitagoya, Y. (28 de abril de 2020). *“Métodos electroquímicos para caracterizar la corrosión”*. Recuperado el 20 de mayo del 2023, de <https://www.linkedin.com/pulse/m%25C3%25A9todos-electroqu%25C3%25ADmicos-para-caracterizar-la-yuri-zenitagoya/?trackingId=T%2B%2Bb4oxFTp%2BLUxMi8%2B%2FuYQ%3D%3D>

ANEXOS

Anexo A. Tablas resistencias circuito equivalente

Tabla A.1. Resultados cálculos resistencias (salen)_{2-1,2-fdm} a concentraciones de 0, 10, 15, 25, 50, 100 y 200 ppm.

Concentración PPM	R2 (Ohm)	R3 (Ohm)	RT (Ohm)	η_{inh} (%)
0	4,257	102,500	106,757	-
10	1,892	129,500	131,392	18,749
15	100,800	25,880	126,680	15,727
25	109,400	27,890	137,290	22,240
50	125,000	28,290	153,290	30,356
100	118,400	42,260	160,660	33,551
200	3,289	178,800	182,089	41,371

Tabla A.2. Resultados cálculos resistencias (naph)_{2-1,2-fdm} a concentraciones de 0, 10, 15, 25, 50, 100 y 200 ppm.

Concentración PPM	R2 (Ohm)	R3 (Ohm)	RT (Ohm)	η_{inh} (%)
0	4,257	102,5	106,757	-
10	147	10,1	157,1	32,045
15	142,7	9,087	151,787	29,667
25	152,7	15,71	168,41	36,609
50	170,2	14,6	184,8	42,231
100	140,6	20,48	161,08	33,724
200	121,8	14,16	135,96	21,479

Tabla A.3. Resultados cálculos resistencias (naph)_{2-2,3}-dan a concentraciones de 0, 10, 15, 25, 50, 100 y 200 ppm.

Concentración PPM	R2 (Ohm)	R3 (Ohm)	RT (Ohm)	η_{inh} (%)
0	4,257	102,5	106,757	-
10	147,8	7,762	155,562	31,373
15	169	8,802	177,802	39,957
25	1,617	173,8	175,417	39,141
50	162,8	16,04	178,84	40,306
100	156,3	18,24	174,54	38,835
200	139,5	22,54	162,04	34,117

Anexo B. Tablas resultados Tafel

Tabla B.1. Resultados del método de extrapolación de Tafel de la base Schiff (salen)₂-1,2-fdm a diferentes concentraciones.

Ci (ppm)	E_{corr} (mV/EEH)	I_{corr} (mA)	β_a (mV/dec)	β_c (mV/dec)	X²	X/√N	i_{corr} (A/m²)	η_{inh} (%)
0	-470,619	182,897	98,900	152,800	8,173	0,134	4,699	0,000
10	-483,833	144,599	100,700	292,000	6,856	0,130	3,715	20,940
15	-462,792	194,674	115,900	435,100	12,026	0,173	5,001	-6,439
25	-460,035	102,455	67,800	216,400	11,268	0,168	2,632	43,982
50	-462,900	134,409	81,500	207,800	29,605	0,264	3,453	26,511
100	-461,252	116,740	80,300	166,300	26,370	0,237	2,999	36,172
200	-468,980	115,325	89,300	149,100	20,410	0,212	2,963	36,945

Tabla B.2. Resultados del método de extrapolación de Tafel de la base Schiff (naph)₂-1,2-fdm a diferentes concentraciones.

Ci (ppm)	E_{corr} (mV/EEH)	I_{corr} (mA)	β_a (mV/dec)	β_c (mV/dec)	X²	X/√N	i_{corr} (A/m²)	η_{inh} (%)
0	-470,619	182,897	98,900	152,800	8,173	0,134	4,699	0,000
10	-472,552	137,897	104,700	360,100	4,695	0,111	3,543	24,604
15	-469,674	135,408	100,200	297,600	17,176	0,198	3,479	25,965
25	-465,589	131,244	78,000	256,300	20,003	0,221	3,372	28,242
50	-468,326	114,772	61,800	188,300	18,506	0,212	2,948	37,248
100	-470,949	135,570	83,700	171,500	25,797	0,248	3,483	25,876
200	-472,792	187,214	103,500	168,000	19,088	0,207	4,810	-2,360

Tabla B.3. Resultados del método de extrapolación de Tafel de la base Schiff (naph)2-2,3-dan a diferentes concentraciones.

Ci (ppm)	E_{corr} (mV/EEH)	I_{corr} (mA)	β_a (mV/dec)	β_c (mV/dec)	X²	X/√N	i_{corr} (A/m²)	η_{inh} (%)
0	-470,619	182,897	98,900	152,800	8,173	0,134	4,699	0,000
10	-471,973	136,469	101,800	309,600	7,005	0,127	3,506	25,385
15	-465,303	126,364	87,600	281,200	6,995	0,128	3,246	30,910
25	-458,151	141,714	77,500	264,100	10,637	0,161	3,641	22,517
50	-462,586	126,398	66,000	208,800	16,637	0,206	3,247	30,891
100	-464,462	181,922	91,500	240,400	24,342	0,249	4,674	0,533
200	-468,143	141,223	97,700	167,200	21,849	0,216	3,628	22,786