

CAPITULO 6:

RESULTADOS

6.1. Electropolimerización de PEDOT y Poli(N-metilpirrol)

6.1.1. Generación de PEDOT

Para el experimento se fijó una cantidad a precisar de 300 mg de PEDOT para aditivar en las pinturas. Para ello, se fijaron unos parámetros a cumplir por las técnicas experimentales utilizadas:

1. Ciclovoltamperometrías:

Los parámetros a fijar fueron controlados a través de una interface con el software tal como muestra la figura 41.

CYCLIC VOLTAMMETRY							
Comment	CO	prueba 10.1					
Purge Time	PT	pass	s	Initial Pot.	IP	-500.0E-3	V
Cond. Time	CT	pass	s	Vertex 1 Pot.	V1	1.600	V
Cond. Pot.	CP	pass	V	Vertex Delay	VD	pass	s
Dept. Time	DT	pass	s	Vertex 2 Pot.	V2	pass	V
Equil. Time	ET	10	s	Final Pot.	FP	-500.0E-3	V
Scan Rate	SR	100.0	mV/s	Curr. Range	CR	Auto	
Scan Incr.	SI	3.000	mV	No. of Cycles	NC	1	
Step Time	ST	30.00E-3	s	Store Cycle	SC	1	
No. of Points	NP	1401		IR Mode	IR	none	
Acq. Mode	AM	4/4		Uncomp. Res.	RU	0.0000	ohms
Rise Time	RT	high stability		Filter	FL	I 5.3Hz	
Working Elec.	WE	Solid		Ref. Elec.	RE	AgCl 222.0E-3V	
Elec. Area	AR	4.000	cm^2	AUX A/D	AU	no	
Open Circuit	OC	305.0E-3	V				

Figura 41. Parámetros a controlar en la voltamperometría cíclica

Donde se intervinieron algunos parámetros como:

- *Purge Time*: Tiempo que tarda en realizarse la purga de la disolución monomérica que en este caso se lleva a cabo mediante el borboteo con N₂. El objetivo principal es crear una atmósfera inerte.
- *Working Elec.*: Electrodo de trabajo, en este caso se trata de una placa de acero inoxidable.
- *Elec. Area*: Área del electrodo de trabajo. Se introdujo el área del electrodo sobre la que se quiso trabajar.
- *Inicial Pot y Vertex 1 Pot*: Se fijó una diferencia de potencial entre -0,5 y 1,6 V.
- *Ref. Elec.*: Electrodo de referencia. Se usó un electrodo de cloruro de plata que presenta un valor de energía ($E^0 = + 0,22$ V).

Se adjunta a modo ilustrativo uno de los voltamperogramas obtenidos durante los experimentos.

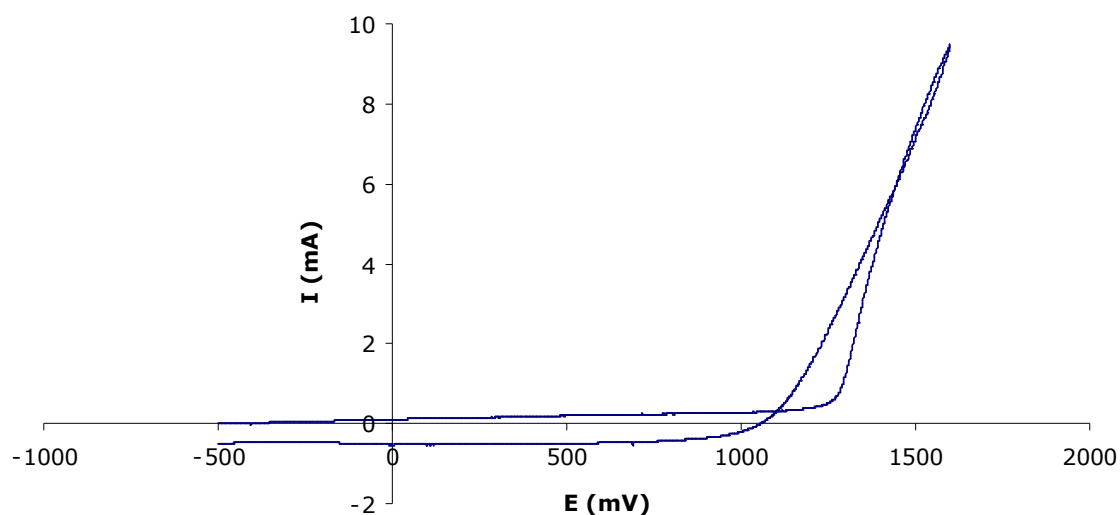


Figura 42. Ciclo voltamperograma de solución con monómero EDOT

2. Cronoamperometrías

Esta vez, el interface del programa mostraba un aspecto parecido al de la figura 43:

CHRONOAMPEROMETRY							
Comment	CO						
Purge Time	PT	pass	s	Initial Pot.	IP	0.0000	V
Cond. Time	CT	pass	s	Pot. Step 1	E1	1.400	V
Cond. Pot.	CP	pass	V	Time Step 1	T1	500.0	s
Dept. Time	DT	pass	s	Pot. Step 2	E2	pass	V
Equil. Time	ET	10	s	Time Step 2	T2	pass	s
Time/Pt.	TP	300.0E-3	s	Curr. Range	CR	Auto	
No. of Points	NP	1677		IR Mode	IR	none	
Stop On	SO	Pass		Uncomp. Res.	RU	0.0000	ohms
Rise Time	RT	high stability		Filter	FL	I 5.3Hz	
Working Elec.	WE	Solid		Ref. Elec.	RE	AgCl	222.0E-3V
Elec. Area	AR	6.000	cm ²	AUX A/D	AU	no	
Open Circuit	OC	-37.00E-3	V				

Figura 43. Parámetros a controlar en una cronoamperometría

El significado de cada parámetro se obtiene por analogía a las ciclovoltamperometrías. No obstante, es importante añadir que aquí se trabajó a un potencial de 1,4 V y tiempos (*Time Step 1*) de 1200 segundos para optimizar la generación de polímero con la menor pérdida de material por precipitación. No obstante, para la generación de los últimos miligramos de polímeros se usaron tiempos de 1700 segundos con éxito. A continuación se muestra el cronoamperograma de generación de un film de PEDOT durante 600 segundos y 1,4V (figura 44).

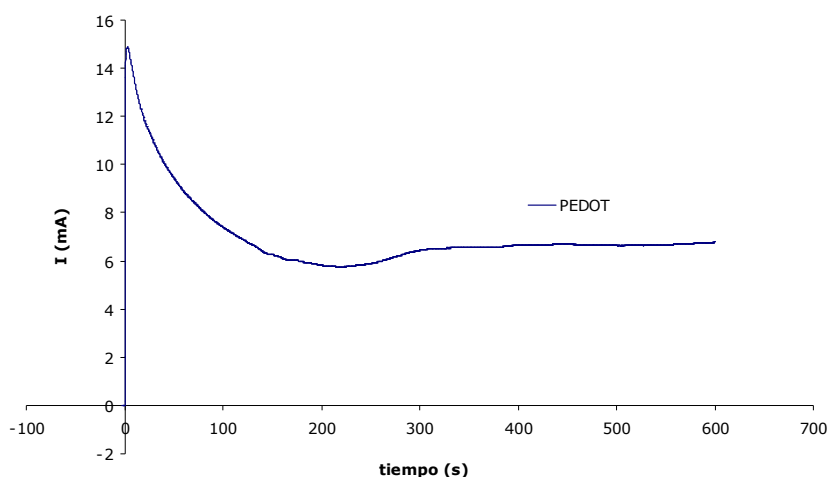


Figura 44. Cronoamperograma de generación de PEDOT

6.1.2. Generación de Tricapa

Se precisaron 300 mg de polímero de film tricapa para aditivar en las pinturas.

Para ello se realizó una primera generación de film de PEDOT bajo las condiciones del apartado anterior, a excepción de la cronoamperometría, que tuvo una duración de 600 segundos. Seguidamente la capa de poli(N-metilpirrol), obtenida con parámetros idénticos al PEDOT y una duración también de 600

segundos. En tercer lugar se aplicará la segunda capa de PEDOT con igualdad de parámetros de la primera capa.

Se ilustra el apartado con voltamperometría y cronoamperometría de la capa intermedia de poli(n-metilpirrol) bajo las condiciones citadas.

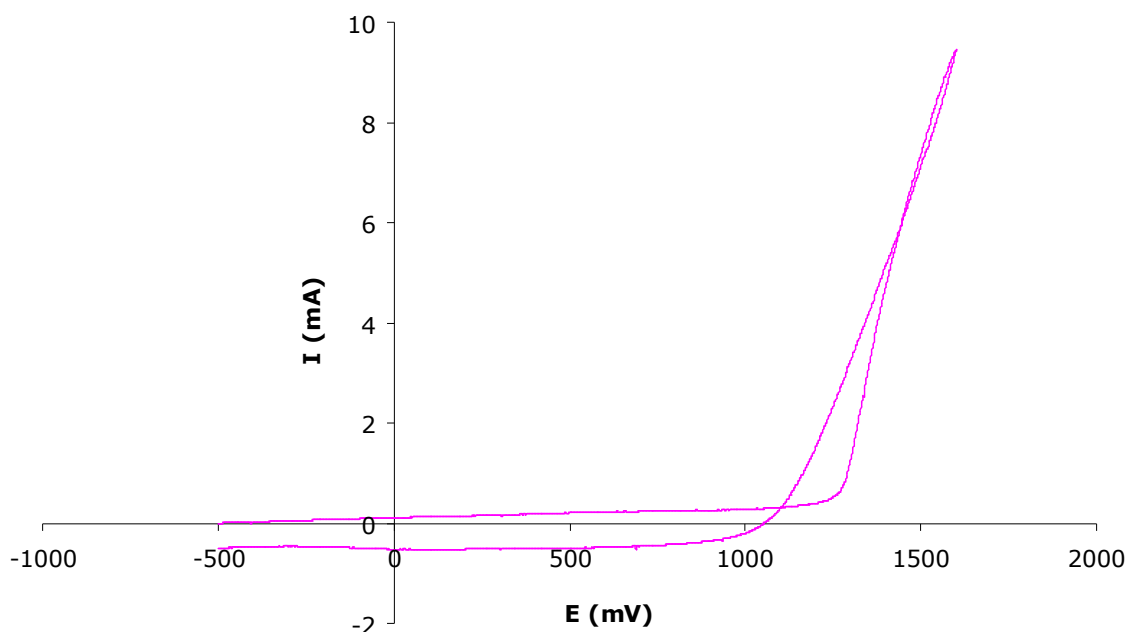


Figura 45. Ciclovoltamperograma con monómero N-metilpirrol

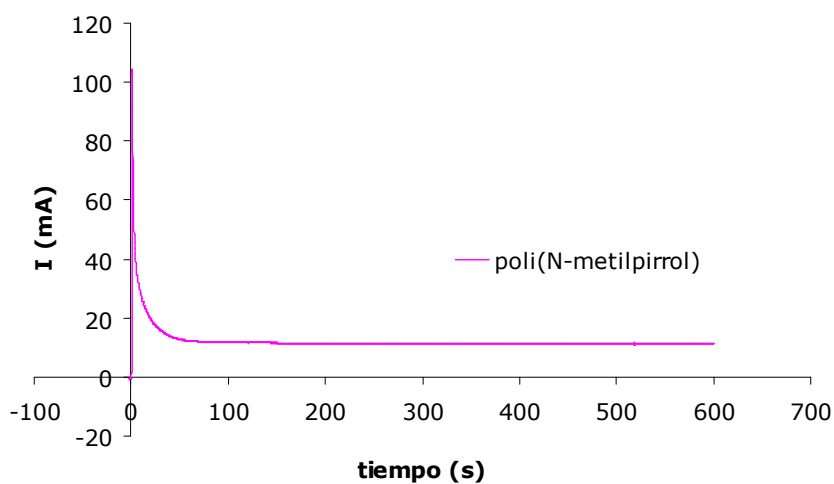


Figura 46. Cronoamperograma de generación de poli(N-metilpirrol)

6.1.3. Comparativa entre PEDOT y poli(N-metilpirrol)

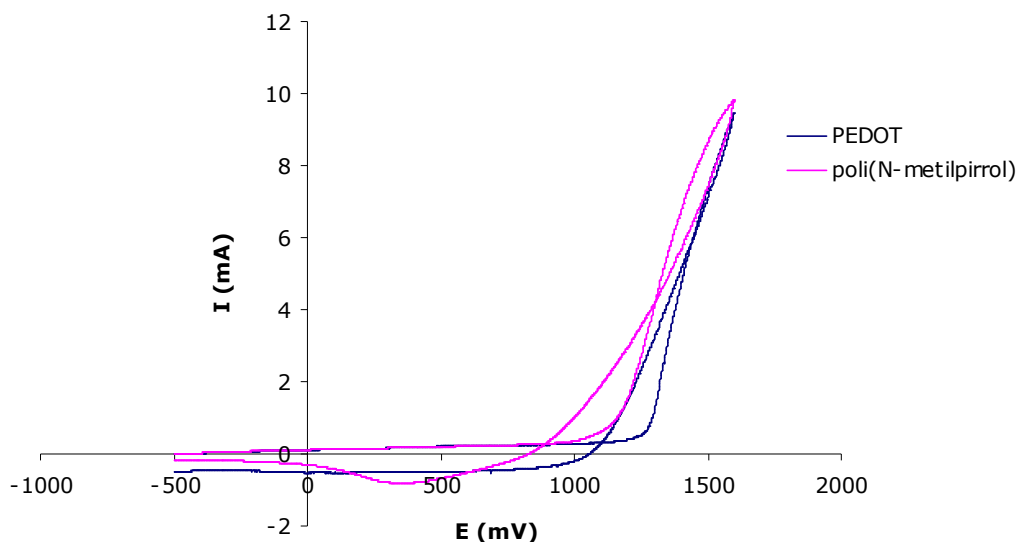


Figura 47. Comparativa ciclovoltamperometrías PEDOT y poli(N-metilpirrol)

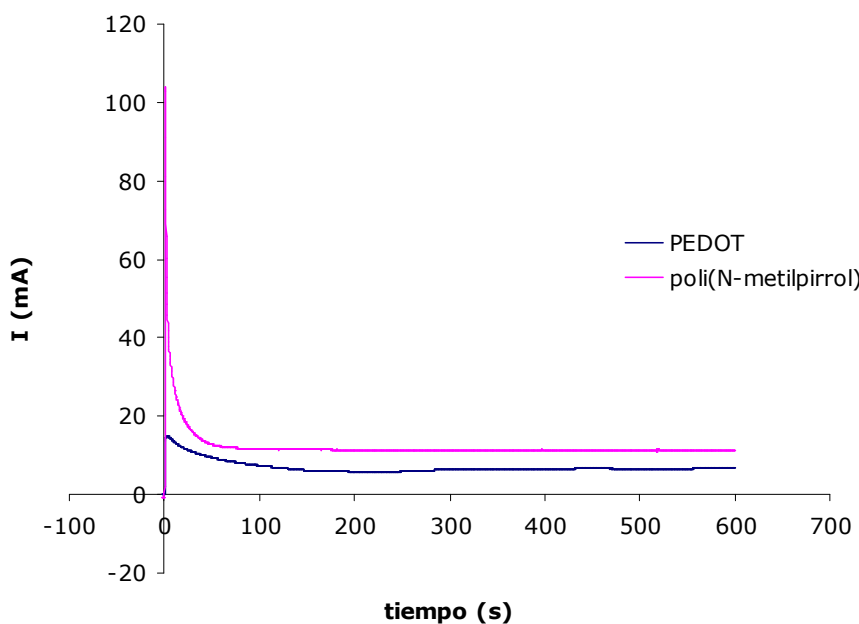


Figura 48. Cronoamperometrías de generación de PEDOT y poli(N-metilpirrol) a igualdad de condiciones

La figura 47 muestra las ciclovoltamperometrías de las soluciones con ambos monómeros disueltos. Obsérvese cómo el N-metilpirrol tiene una mayor capacidad de almacenamiento de carga. Por otro lado, en la figura 48 se comprueba cómo el poli(N-metilpirrol) permite una mayor intensidad de corriente que el PEDOT durante su cronoamperometría.

6.2. Estudio de la conductividad

6.2.1. Interpretación de los resultados

Experimentalmente se han tomado los resultados de cómo varia una medida de resistencia en función del tiempo, sin embargo lo que realmente nos interesa conocer es la conductividad. Para ello es preciso realizar una serie de cálculos y tener en cuenta una serie de conceptos:

Matemáticamente conocemos la conductividad como la inversa de la resistividad:

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \quad (28)$$

Donde:

σ =Resistividad o resistencia específica

ρ =Conductividad, en Siemens/metro (S/m)

Por otro lado la resistencia específica relaciona:

$$\rho = R \frac{S}{l} \quad (29)$$

Combinando las ecuaciones anteriores se obtiene:

$$\sigma = \frac{l}{R S} \quad (30)$$

Donde:

- l =Distancia sobre la cual es medida la conductividad (m)
- R =Resistencia (Ω)
- S =Sección transversal (mm^2)

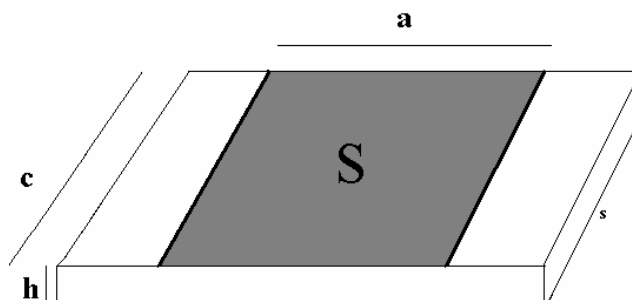


Figura 49. Esquema de una probeta con film de polímero y sus parámetros

Para conocer el valor de la sección transversal del film es preciso conocer el espesor de la película (h) ya que:

$$S = c h \quad (31)$$

Para hallar el valor de h se podrá hacer a través de la relación entre el volumen y el área de la superficie que es llamada S :

Sabiendo que:

$$V_s = a c h \quad (32)$$

Y que:

$$A_s = a c \quad (33)$$

De donde se deduce la relación:

$$h = \frac{V_s}{A_s} \quad (34)$$

Como es conocida la relación:

$$\rho = \frac{m}{V} \quad (35)$$

Entonces sustituyendo:

$$h = \frac{m}{\rho a c} \quad (36)$$

Por otro lado el valor de la sección transversal quedará:

$$S = \frac{m}{\rho a} \quad (37)$$

Entonces la conductividad tomará un valor final de:

$$\sigma = \frac{a^2 \rho_{pol.}}{R m_{pol.}} \quad (38)$$

Donde:

- a =longitud entre zonas pintadas (cm)
- $\rho_{pol.}$ =densidad del polímero a estudiar (g/cm^3)
- Resistencia medida por el multímetro (Ω)
- $m_{pol.}$ =Masa del polímero (g)
- σ =Conductividad entre las zonas pintadas (Sm/cm)

Con la ayuda de esta ecuación, así como diferentes parámetros como la superficie de la muestra, la carga a la que estuvo sometida en el voltamperograma, la relación masa/carga o la densidad, es posible el cálculo de la conductividad medida de los polímeros a estudiar. Estos parámetros, junto con otros característicos de cada film vienen detallados en el anexo A.

A pesar de las mejoras propuestas para la toma de medidas de conductividades, esta sigue siendo una práctica complicada por la inmensa facilidad con la que se producen microfisuras que falsean las medidas reales de conductividad que

existirían entre bornes. Se mostrarán los valores que de la resistencia en función del tiempo y sus correspondientes valores de conductividad.

6.2.2. Conductividad del PEDOT

Para la medida de conductividad del PEDOT, se obtuvieron 3 films de PEDOT generados con un potencial de 1,4 V y un tiempo de 1500 segundos.

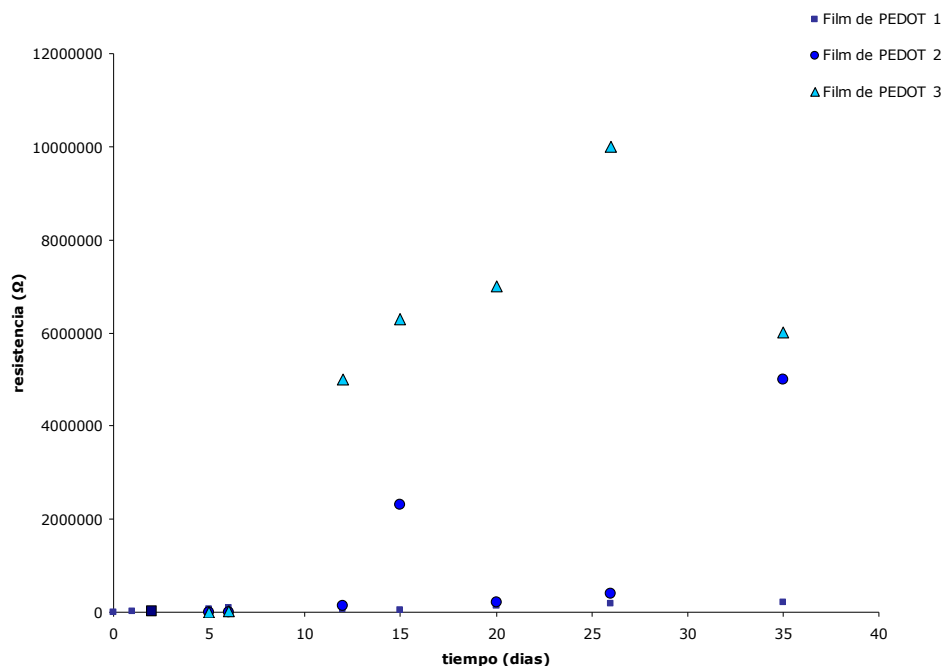


Figura 50. Resistencia de conductividad del PEDOT (1,4V, 1500 S)

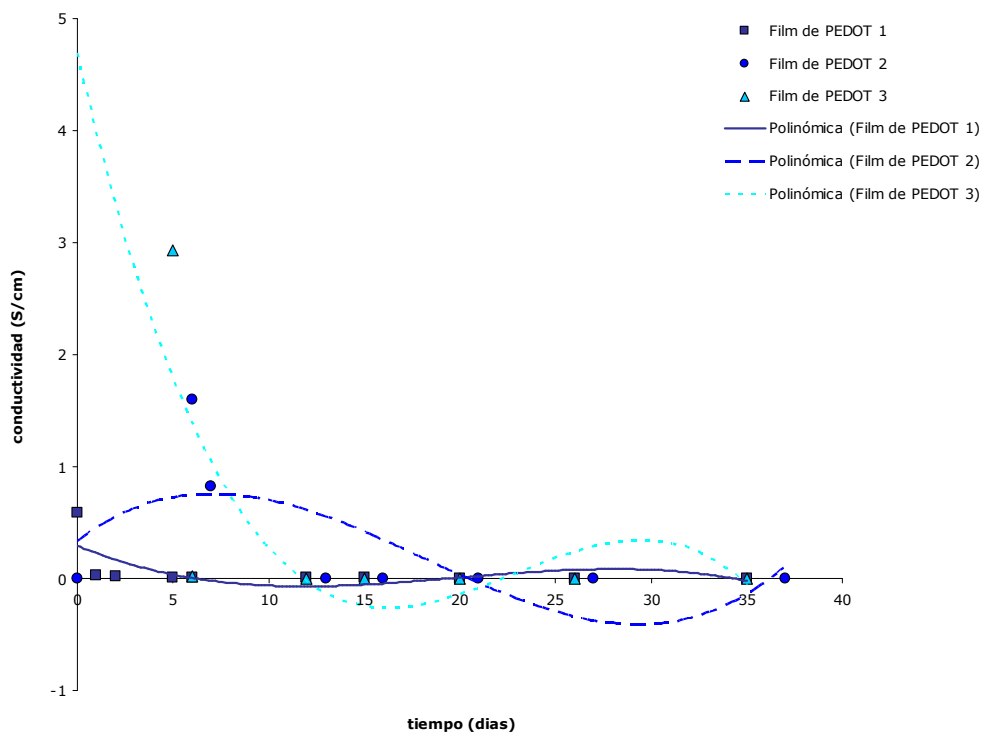


Figura 51. Conductividad del PEDOT (1,4 V, 1500 s)

En la figura 50 se observa el comportamiento irregular de la resistencia para los diferentes films. Se puede ver cómo el film número 3 muestra valores de resistencia miles de veces más elevado que los demás, además de un aparentemente inexplicable descenso de la conductividad durante los últimos días. Este fenómeno se puede explicar por la ya mencionada formación de microgrietas en el film, que rompen las cadenas y consecuentemente, la continuidad.

En la figura 51 se calcularon los valores de continuidad para los mismos films. Se aprecia el notable descenso de la conductividad del film nº 3. Se ha agregado una línea de tendencia con el objeto de marcar el comportamiento de los puntos dispersos, donde también se marcan unas oscilaciones que podrían atribuirse a múltiples causas, como diferencias de posición milimétrica en la toma de medición de los bornes.

No obstante, en todos los casos la tendencia general es de un notable descenso de la conductividad durante los primeros días, seguido de un descenso estabilizado.

6.2.3. Conductividad del poli(N-metilpirrol)

Se logró poner a disposición hasta 3 films de poli(N-metilpirrol) para las medidas. Todos fueron polimerizados con un potencial de 1,4 V y un tiempo de 1000 segundos.

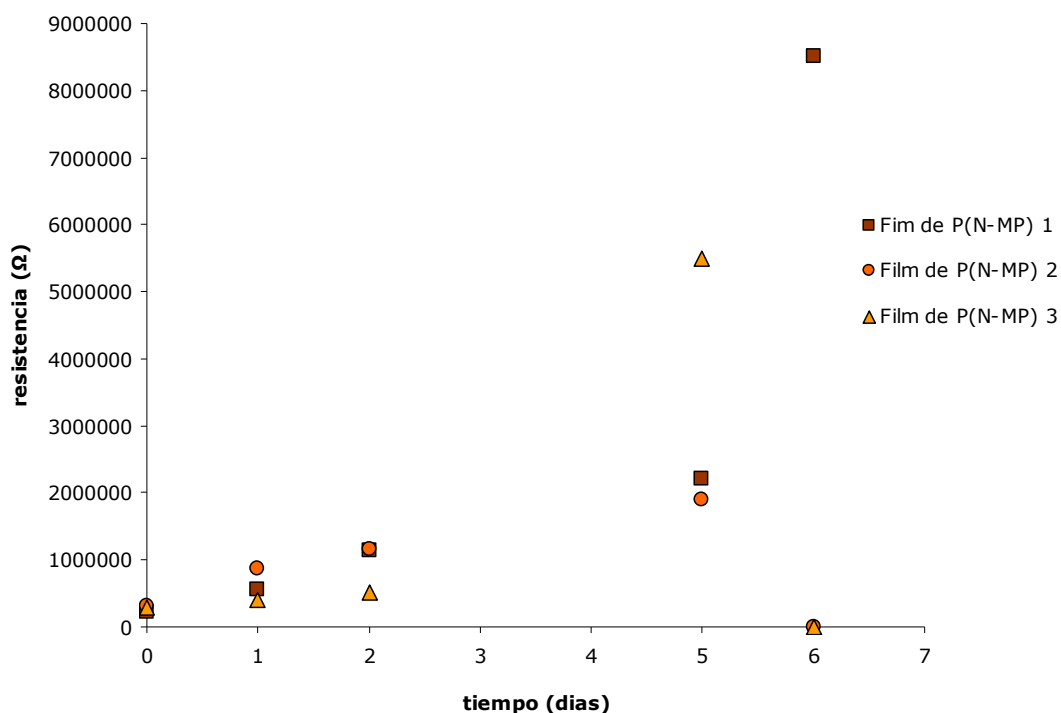


Figura 52. Resistencia del poli(N-metilpirrol) (1,4V, 1000s)

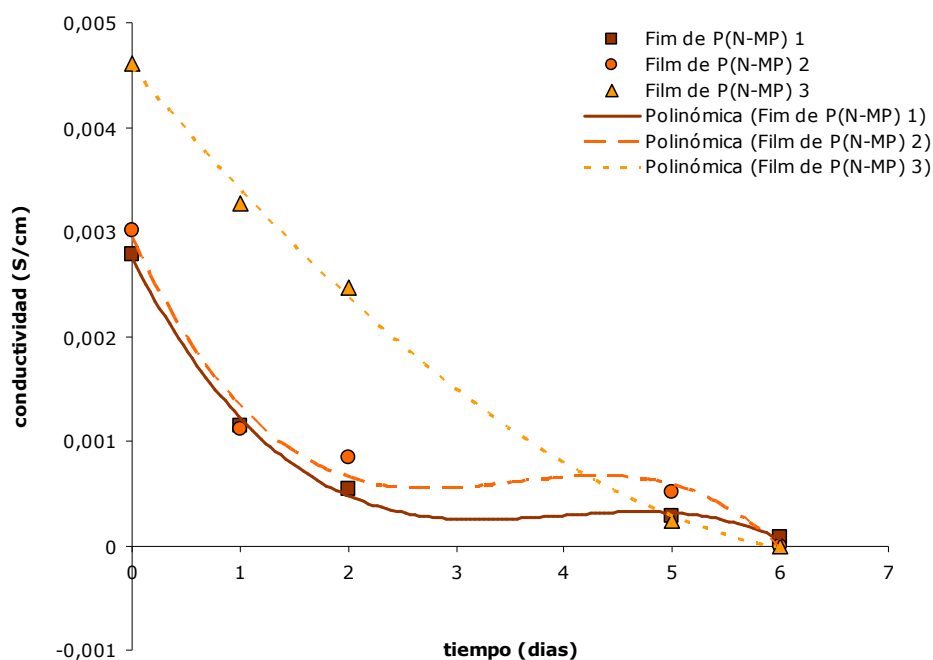


Figura 53. Conductividad del poli(N-metilpirrol) (1,4V, 1000 s)

A diferencia del PEDOT, los valores que mostraron los films de poli(N-metilpirrol) fueron menos dispersos y, en general, con valores de resistencia ligeramente mas elevados que el PEDOT. Debe notarse además, que la escala de tiempo del eje de coordenadas no se alarga más allá de los seis días. Esto es debido a que para las medidas de resistencia tomadas en los días posteriores, el multímetro marcó "error" por la elevada resistencia que detectaba. Un claro efecto de este polímero entonces es que su tiempo de vida, en lo que a conductividad se refiere, resultó al menos 29 días más corto que los films de los otros dos polímeros.

6.2.4. Conductividad de films Tricapa

Se logró disponer de hasta 5 films de tricapa para someterlos a ensayos de conductividad. Todos fueron realizados con film de poli(N-metilpirrol) generado con potencial de 1,4 V y 600 segundos en sándwich con dos films de PEDOT también generados con potencial de 1,4 V y 600 segundos.

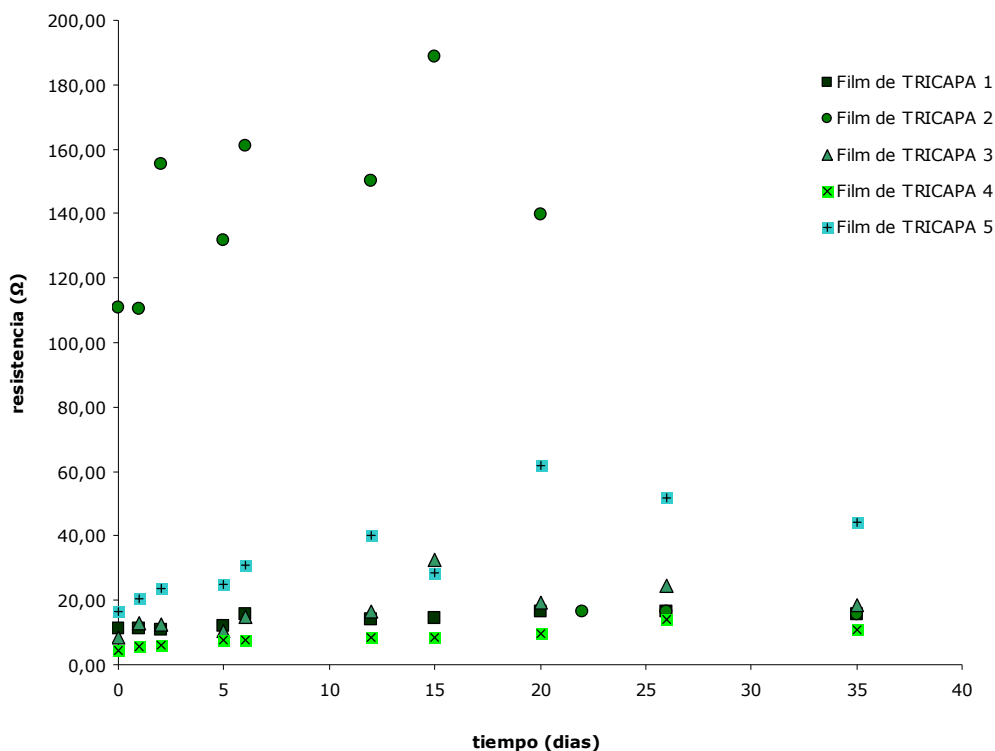


Figura 54. Resistencia de los films tricapa (1,4 V, 600 segundos cada capa)

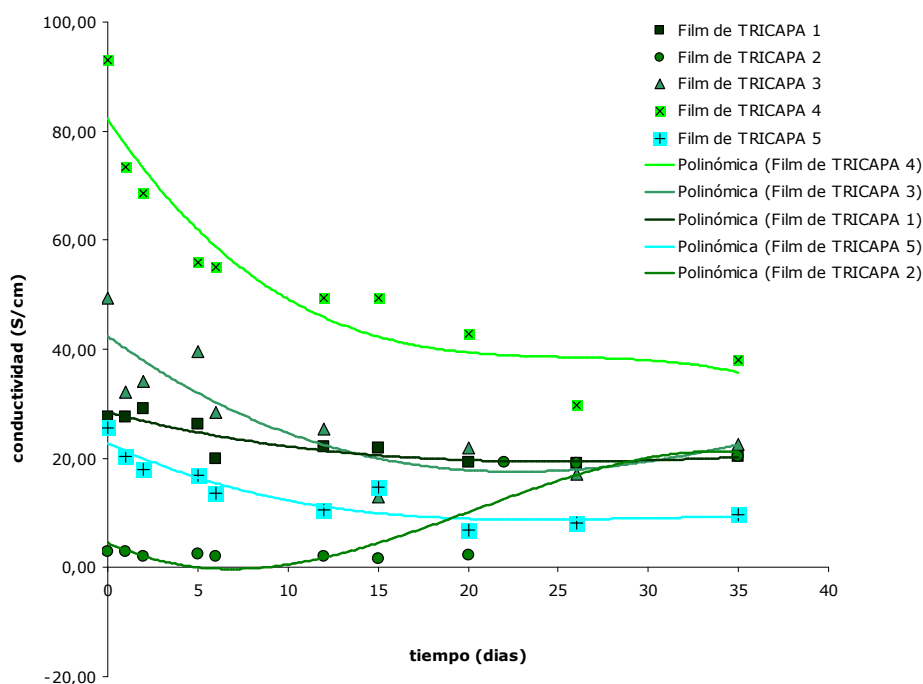


Figura 55. Conductividad Tricapa (1,4 V, 600 s cada capa)

Se observa, en general, que la tricapa presenta valores de conductividad más elevados que los demás films de otros polímeros. Se observan comportamientos en la evolución de la conductividad bastante parecidos, aunque con valores marcadamente diferentes. Destaca el film nº 2, el cual muestra una resistencia

notablemente más elevada que los demás, hecho que puede se atribuido a una posible rotura del film.

6.2.5. Comparativa entre los 3 tipos de films

Se ha creído interesante añadir un estudio comparativo entre los diferentes polímeros eligiendo un film de cada tipo.

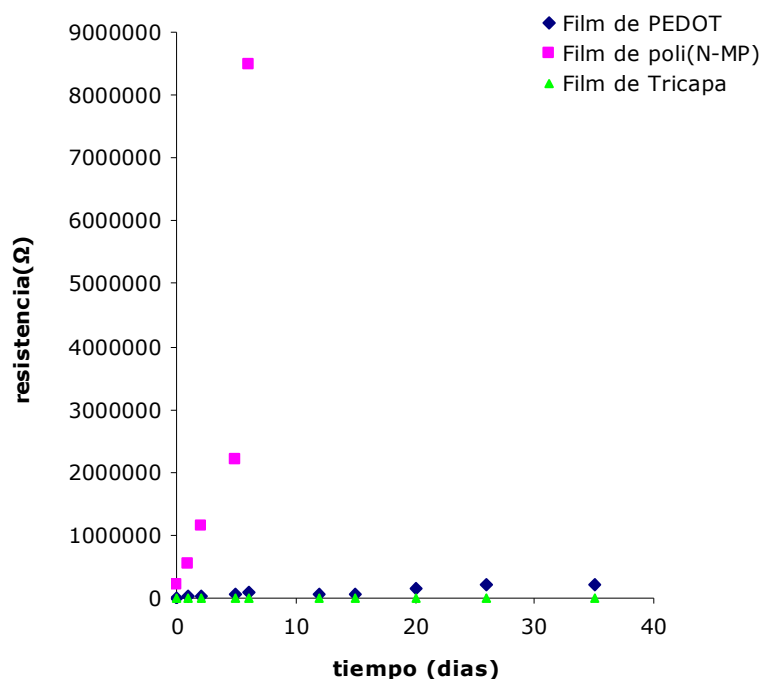


Figura 56. Resistencias en función del tiempo de un film de cada polímero

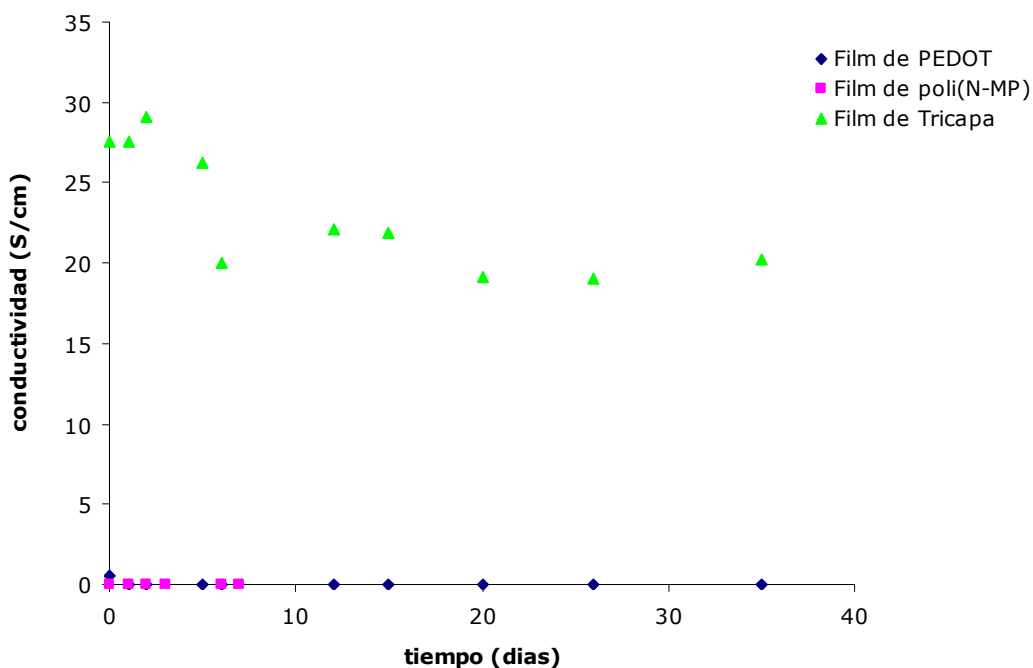


Figura 57. Conductividades en función del tiempo de u film de cada polímero

Por un lado, en figura 56 destaca el aumento de la resistencia prácticamente exponencial que padece el poli(N-metilpirrol) frente al ligero aumento más lineal que tienen los demás polímeros. La figura 57 muestra con claridad la diferencia de conductividades que dio la tricapa frente al PEDOT y al poli(N-metilpirrol)

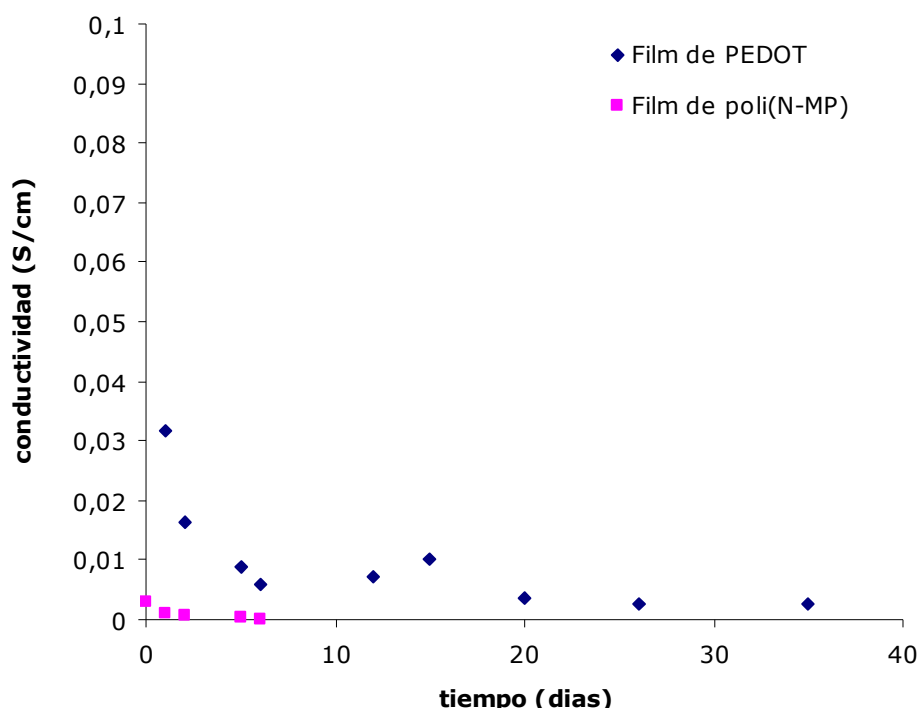


Figura 58. Comparativa conductividades PEDOT y poli(N-metilpirrol)

En la figura 58 se ha creído interesante reducir la comparativa de la conductividad sólo al PEDOT y al poli(N-metilpirrol), que dieron valores en una escala parecida. Se observa que aún existe una notable diferencia entre ambos polímeros.

No obstante, se cree que la conductividad del PEDOT ha mostrado valores inferiores a los habituales. Se cree que esto podría ser debido a fenómenos de quebraduras o grietas en los films.

6.3. Degradación de films

6.3.1. Degradación del PEDOT

Se realizaron 25 ciclovoltamperometrías a un film de PEDOT generado mediante una cronoamperometría de 1250 segundos y 1,4V. Las condiciones fueron de -0,5v a 1,6V. De todas estas se han elegido 6 de ellas en todo su rango de evolución para su representación. Véase figura 59.

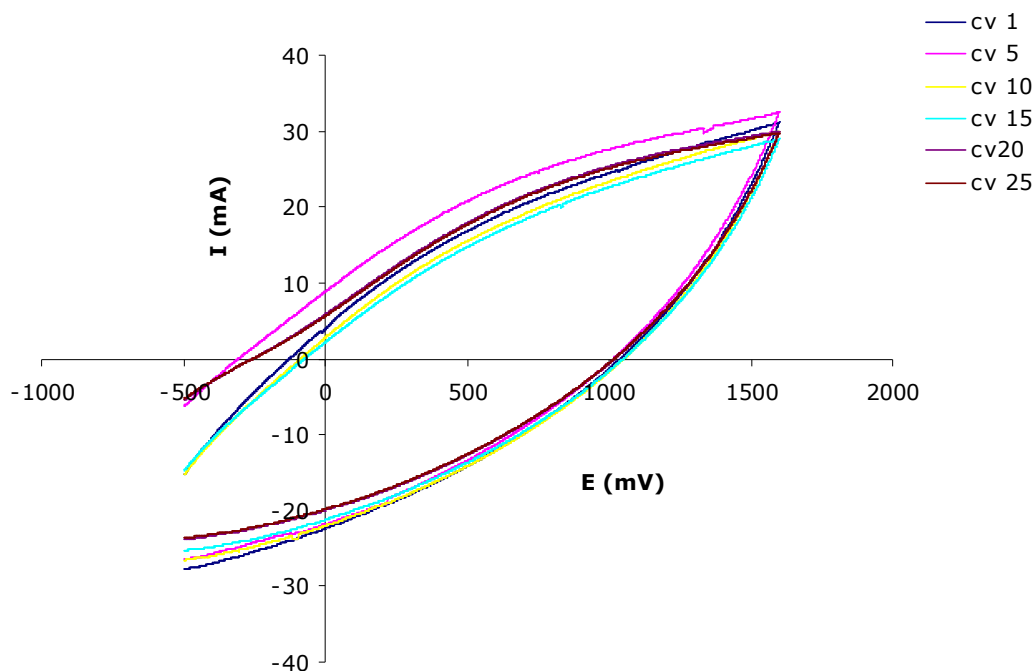


Figura 59. Degradación de un film de PEDOT. CV indica ciclovoltamperometría seguida de un número que indica su posición de la uno a la 25

Se observa como, a medida que avanzan las ciclovoltamperometrías, el PEDOT mantiene su capacidad de oxidación y reducción.

6.3.2. Degradación del poli(N-metilpirrol)

Igual que en el caso del PEDOT se realizaron 25 ciclovoltamperometrías sucesivas generados a partir de una cronoamperometría de 1000 segundos a 1,4V. En las mismas condiciones, la figura 60 muestra sus resultados.

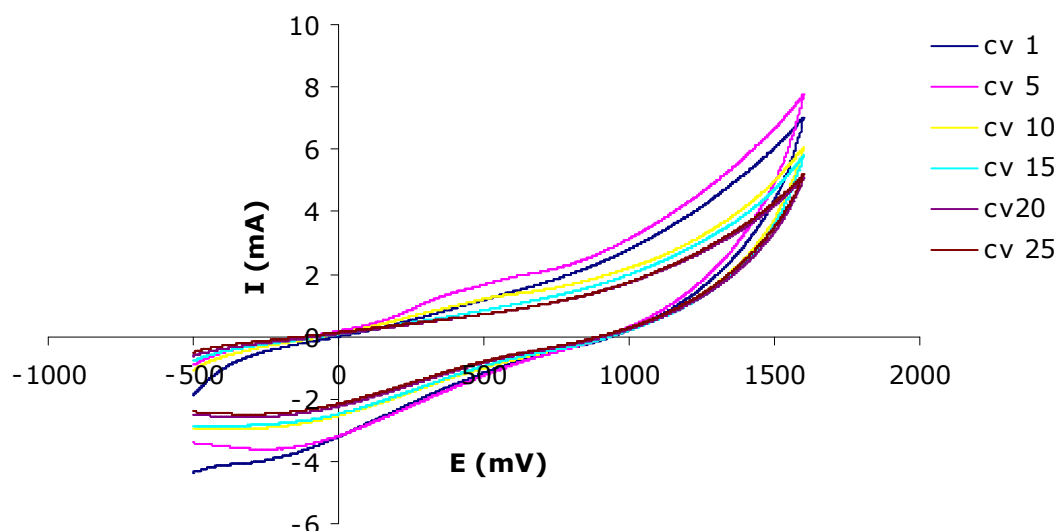


Figura 60. Ciclovoltamperometrías practicadas a un film de Poli(N-metilpirrol).

A diferencia del PEDOT, se observa como el film de poli(N-metilpirrol) va perdiendo su capacidad de oxidación a medida que avanzan las ciclovoltamperometrías. Nótese además que los valores de intensidad son inferiores al caso del PEDOT.

6.3.3. Degradación de Tricapa

Idem que los casos anteriores, esta vez se le practicaron las ciclovoltamperometrías a un film generado a partir de una capa de PEDOT de 600 segundos y 1,4V, una capa de Poli(N-metilpirrol) de 600 segundos y 1,4V y una última capa de PEDOT de 600 segundos y 1,4V. Véase en la figura 61.

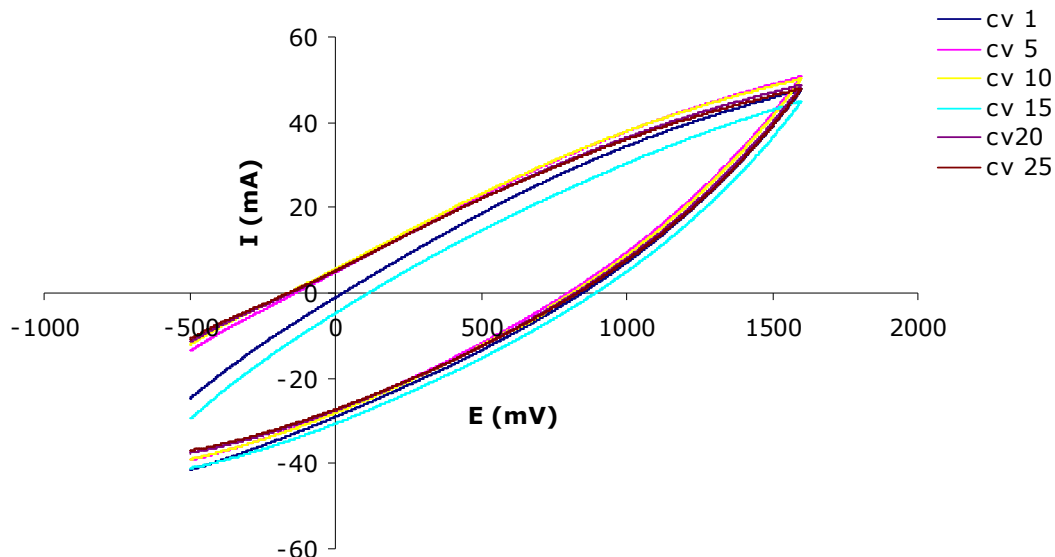


Figura 61. Ciclovoltamperometrías practicadas a un film tricapa

Se contempla como el film de tricapa aumenta considerablemente la capacidad de oxidación respecto tanto al PEDOT como al poli(N-metilpirrol). Además, tiene una enorme resistencia a degradación ya que dicha capacidad desciende muy sensiblemente con el avance de las ciclovoltamperometrías.

6.3.4. Comparativa entre los 3 tipos de films

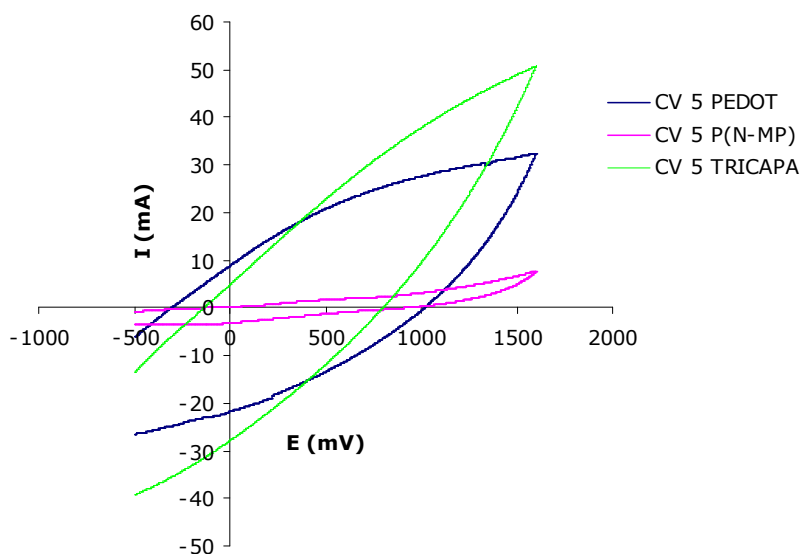


Figura 62. Ciclovoltamperometrías de los tres polímeros

La figura 62 permite comparar la ciclovoltamperometría nº 5 de la serie de 25 practicada a cada film, donde parece que los polímeros se encuentran de forma

aproximada en su máxima de capacidad de oxidación. Se aprecia como la tricapa es, de los tres films, el que mayor capacidad de oxidación tiene. Si se observa el PEDOT podría parecer que la menor capacidad del P(N-MP) le debería hacer perder capacidad de oxidación. Sin embargo el efecto que realmente provoca la multicapa es una mejora de dicha propiedad.

6.4. Caracterización de la pintura

6.4.1. Espectroscopia de infrarrojo

La pintura a ensayar es de tipo epoxi de dos componentes. El funcionamiento de este tipo de pintura consiste en dos partes que al ser mezcladas, dan lugar a una reacción de polimerización entre la base y el agente de curado o endurecedor.

La resina epoxi tiene una estructura similar a la de la figura 63.

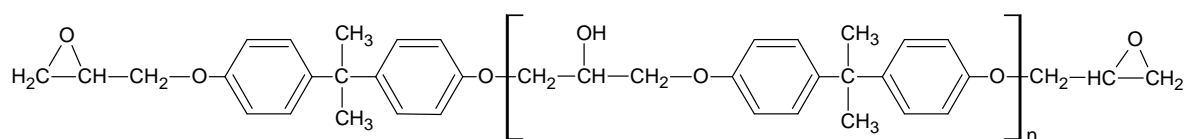


Figura 63. Estructura de la resina epoxi tipo DGEBA (Diglicidil Éter de Bisfenol A).

Una vez el agente de curado reacciona con la resina, se obtiene una estructura química como de la figura 64, formándose una red tridimensional muy compacta.

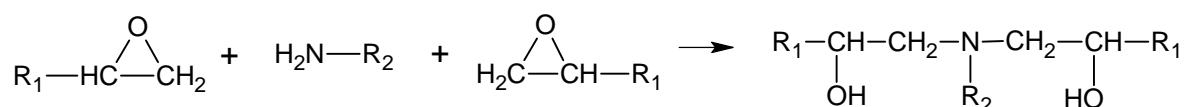


Figura 64. Reacción de curado de una resina epoxi.

A continuación se muestra el espectro de infrarrojo obtenido para la pintura ensayada sin polímero añadido y la interpretación que acompaña a cada una de las bandas de absorción en la figura 65.

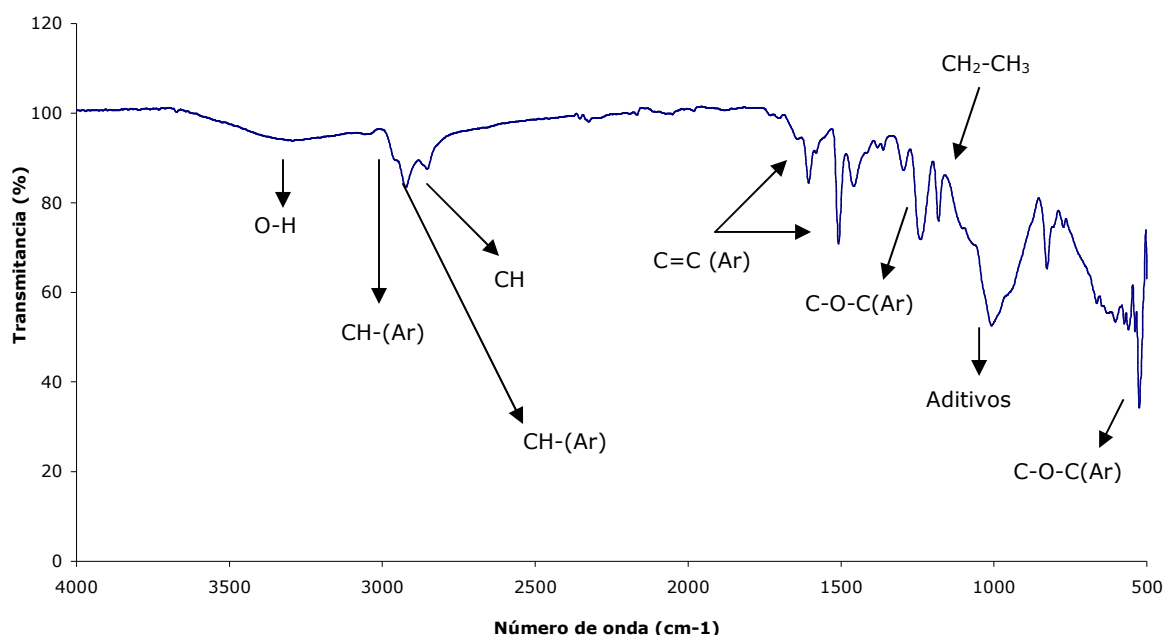


Figura 65. Espectro de infrarrojo de la pintura

Las resinas del tipo DGEBA presentan bandas de absorción intensas, características de grupos éter, en la región de 1030-1230 cm^{-1} .

Se aprecia la presencia de grupos aromáticos en las bandas de 1608 y 1509 cm^{-1} referentes a los grupos C=C. También se observa los grupos metilo en las bandas de 2856 y 1183 cm^{-1} . No se debe olvidar comentar la ancha banda a 1010 cm^{-1} , que corresponde íntegramente a aditivos inorgánicos de la pintura como silicatos o fosfatos que haría falta analizar mediante otras técnicas para averiguar su origen concreto.

A la longitud de 916 cm^{-1} se observa la presencia de grupos epoxi terminales, sin embargo esta no es demasiado pronunciada, lo que indica que se ha producido una muy buena reticulación entre epichloridrina y el Bisfenol A.

Se añade la tabla 7 donde se describen las principales bandas de absorción de la pintura:

Tabla 7. Principales bandas de absorción de la pintura.

PINTURA Epoxi T831		
Banda de absorción	Longitud de onda (cm^{-1})	Asignación
O-H	3570-3200	Tensión en grupo hidroxilo OH
C-H	2966, 2868	Tensión asimétrica y simétrica en grupo metilo CH_3
	2927, 2858	Tensión asimétrica y simétrica en grupo etilo CH_2
	1465, 1363	Flexión asimétrica y simétrica en grupo metilo CH_3
	1435	Flexión en grupo etilo CH_2
	829	Flexión en anillo aromático
C=C	1608,1508	Tensión en anillo aromático
C-O-C (Ar)	1243	Tensión en un eter aromático
C-O	1182	Tensión en alcohol C-OH

6.4.2. Análisis termogravimétrico

La figura 66 muestra el análisis termogravimétrico practicado sobre una muestra de pintura sin polímero aditivado.

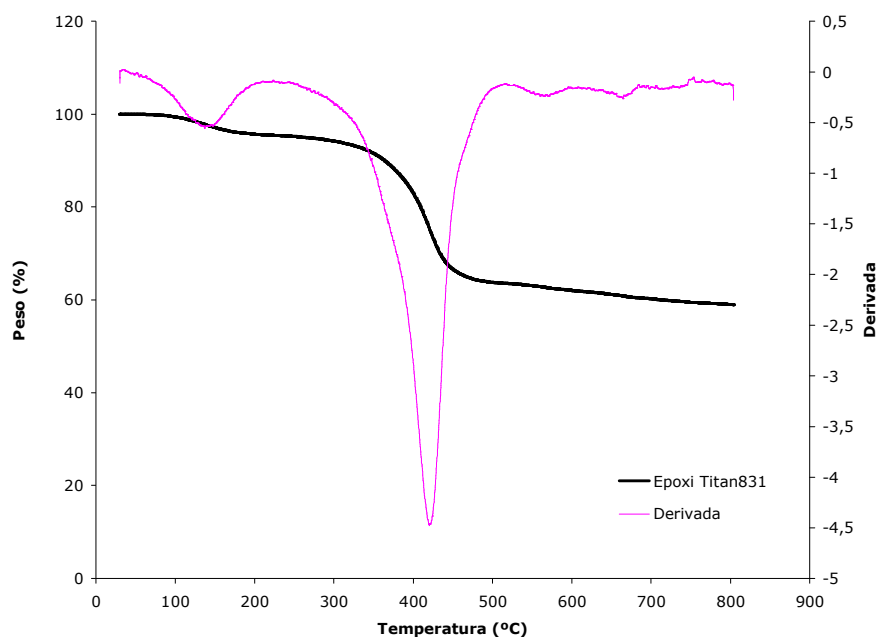


Figura 66. Curva termogravimétrica de la pintura a ensayar

A medida que se aumenta la temperatura de la muestra, esta va perdiendo lentamente su peso hasta que llega a una temperatura muy cercana a los 100°C donde ha perdido aproximadamente un 1 % de su peso. Aquí empieza un brusco descenso de la masa, que puede ser atribuido a la liberación de agua contenida en la muestra u otros disolventes de la pintura hasta perderse producen un notable descenso del porcentaje del peso que llega hasta un 5%. A continuación

la pérdida de peso se estabiliza hasta que la temperatura llega a los 360°C, donde se inicia la descomposición de la mayor parte de la materia orgánica de la pintura, es decir, del polímero. Al llegar a los 464°C ha perdido así un 34 % del peso total. A partir de aquí se produce una nueva estabilización de la pérdida de masa hasta que se llega a los 800°C donde todavía queda aproximadamente un 60% del peso de la pintura, que puede ser atribuido prácticamente de forma íntegra a los aditivos.

6.5. Ensayos de corrosión acelerada

6.5.1. Grosos de las películas

A continuación se muestran los grosos que se tomaron de las diferentes placas ensayadas:

Tabla 8. Espesores de las películas de recubrimientos, en μm







Tipo de pintura	nº chapa	Lado de la probeta						Mín.	Máx.	promedio	Promedios por pintura
		A			B						
		a	b	c	a	b	c				
Blanco	1	39,2	50,6	57,2	33,5	49,3	61,2	33,5	61,2	48,5	47,2
	2	33,5	44,8	50,1	36,4	49,8	54,9	33,5	54,9	44,9	
	3	31,5	46,8	54,8	34,1	48,6	59,8	31,5	59,8	45,9	
	4	33,6	50,7	58,8	33,7	48,2	62,3	33,6	62,3	47,9	
	5	37,5	53	60,9	36,9	51,6	57,7	36,9	60,9	49,6	
	6	37,7	46,1	54,3	37,3	47,7	56,5	37,3	56,5	46,6	
	7	34,1	46,1	56,4	38,3	48,5	60,1	34,1	60,1	47,3	
Pedot	1	39,8	51	64,9	40,5	52,1	60,1	39,8	64,9	51,4	51,5
	2	38,7	53,3	59,3	46	55,9	69,8	38,7	69,8	53,8	
	3	42,6	51,9	56,4	42,2	52,6	65,7	42,2	65,7	51,9	
	4	39	53,4	59,2	49,2	51,3	58,9	39,0	59,2	51,8	
	5	41,9	52,5	61,1	38,4	54,7	58,5	38,4	61,1	51,2	
	6	38,6	47,8	60,7	39,5	51,3	57,3	38,6	60,7	49,2	
	7	42,3	52,1	63,1	41,3	58	62,8	41,3	63,1	53,3	
	8	40,6	49	59,1	40,9	50	63	40,6	63,0	50,4	
	9	37,2	51	60,7	42,1	51,7	58	37,2	60,7	50,1	
Tricapa	1	42,7	57,1	71,9	47,4	60,3	64,9	42,7	71,9	57,4	53,6
	2	43,3	56,9	58,6	44	54,4	59,6	43,3	59,6	52,8	
	3	45,7	55,5	59,6	44,6	56,6	67,1	44,6	67,1	54,9	
	4	41,6	55,1	62	42,3	56,4	64,9	41,6	64,9	53,7	
	5	43,5	50,9	57,8	45,5	56,4	54,9	43,5	57,8	51,5	
	6	43,2	53,4	61,8	43,7	54,3	64,6	43,2	64,6	53,5	
	7	42,2	52,8	62,3	44,4	60,9	63,4	42,2	63,4	54,3	
	8	44	54,9	60,7	44,5	53,5	59,1	44,0	60,7	52,8	
	9	43	54,2	56,6	42	53	58,9	42,0	58,9	51,3	

Los resultados muestran valores promedios muy cercanos, lo que indica que los resultados obtenidos de dichas probetas serán perfectamente comparables.

6.5.2. Método de inspección visual

A continuación se presenta como el resultado el aspecto visual de las probetas del ensayo. La tabla 9 muestra el estado de las probetas que no fueron ensayadas.

Tabla 9. Aspecto de las probetas a tiempo 0

PROBETAS ANTES DEL ENSAYO					
BLANCO		PEDOT		TRICAPA	
CARA A	CARA B	CARA A	CARA B	CARA A	CARA B
B1		P1		T1	
					

A continuación, en las tablas 10, 11 y 12, se mostrará el aspecto de las probetas con las distintas aditivaciones (BLANCO sin aditivar, aditivado con PEDOT, o con film TRICAPA), y a su vez si se le aplicaron descargas o no durante el periodo a observar.

Tabla 10. Aspecto de las probetas sacadas tras la primera semana













PROBETAS DESPUÉS DE 7 DÍAS				
Aditivo	PROBETAS			
	SIN CARGA		CON CARGA	
	CARA A	CARA B	CARA A	CARA B
BLANCO	B2		B3	
				
PEDOT	P2		P3	
				
TRICAPA	T2		T3	
				

Tabla 11. Aspecto de las probetas tras la segunda semana

























PROBETAS DESPUÉS DE 14 DÍAS				
Aditivo	PROBETAS			
	SIN CARGA		CON CARGA	
	CARA A	CARA B	CARA A	CARA B
BLANCO	B4		B5	
				
PEDOT	P4		P5	
				
TRICAPA	T4		T5	
				

Tabla 12. Aspecto de la probetas tras la tercera semana

PROBETAS DESPUÉS DE 21 DIAS				
Aditivo	PROBETAS			
	SIN CARGA		CON CARGA	
	CARA A	CARA B	CARA A	CARA B
BLANCO	B6		B7	
				
PEDOT	P6		P7	
				
TRICAPA	T6		T7	
				

Lógicamente, se debe destacar que la observación visual ya permite ver como aumenta la herrumbre con el paso del tiempo.

También se muestra explícita a partir de la segunda semana un mayor cantidad de herrumbre en aquellas probetas a las que les fueron aplicadas las descargas, contrariamente a lo que se pensó inicialmente.

Si se observan las probetas tras los 21 días, se ve con claridad que las probetas en blanco presentaron un levantamiento de la pintura alrededor del aspa mayor que en los casos en que aditivó con PEDOT y TRICAPA.

De hecho, las probetas aditivadas con tricapa fueron las que presentaron en todos los casos menor cantidad de herrumbre.

6.5.3. Pérdida de adherencia

Según metodología descrita por normas A.S.T.M, se midió la pérdida de adherencia a partir del aspa para las diferentes probetas y en función del tiempo.

Para cada una de las probetas se tomaron valores máximos y mínimos de adherencia tras el primer raspado de cada cara. Luego se calculó el valor medio de la adherencia para cada probeta. Véase anexo A detallando estos valores. La figura 67 muestra una probeta ensayada de este modo.



Figura 67. Probeta a la que se le acaba de realizar el ensayo de pérdida de adherencia.

A continuación se han graficado dichos valores medios para cada tipo de aditivación, con y sin carga en la figura 68.

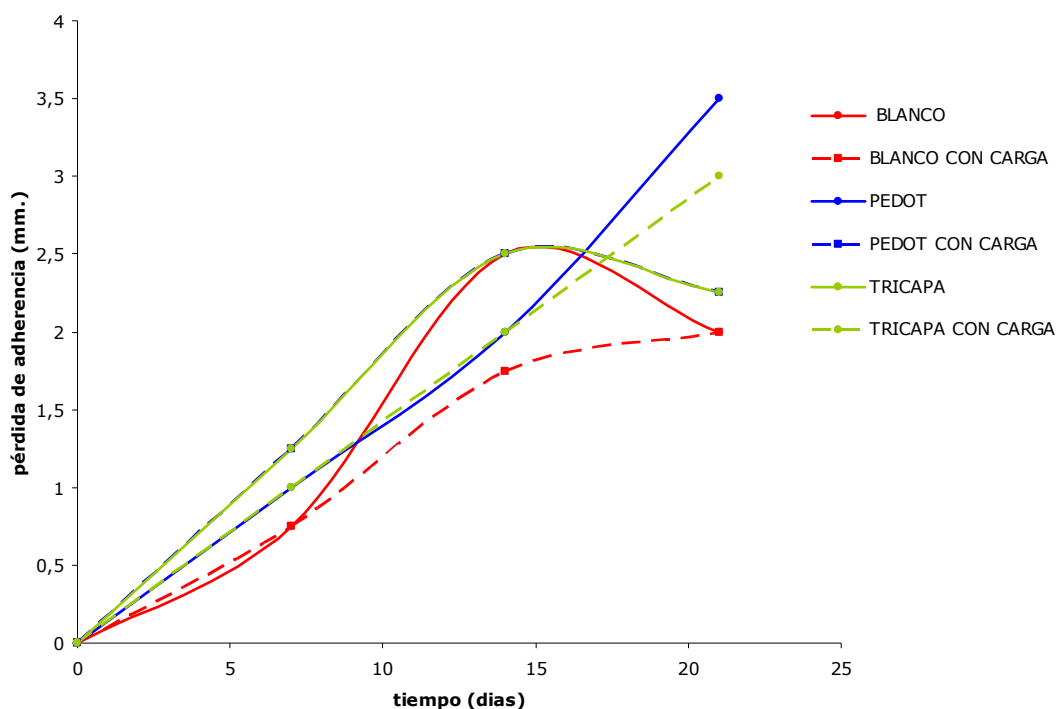


Figura 68. Pérdida de adherencia en función del tiempo

Parece cumplirse el correspondiente aumento de la pérdida de adherencia con el tiempo. No obstante, para las probetas de PEDOT y Tricapa sin carga parece desobedecer a este comportamiento para las probetas extraídas en la tercera y última semana. Se cree que este fenómeno puede ser debido a pequeñas diferencias en lo que se refiere a la adherencia de la pintura o en pequeñas diferencia en tratamiento previo de las chapas. Otro motivo podría ser ciertas diferencias de presión y forma en el marcado del aspa.

En esta parte del experimento tampoco se demuestra que las descargas realizadas hayan contribuido satisfactoriamente a la protección contra la corrosión.

6.5.4. Grado de corrosión

A continuación se muestra el aspecto de las probetas tras seguir el método experimental para evaluar el grado de corrosión.

Se adjuntan tablas del mismo modo que en la inspección visual con el aspecto de las probetas para cada una de las semanas, esta vez tras haberle practicado el raspado.

Se ha creído adecuado mostrar las imágenes de las probetas con aumento para observar mejor el estado de la herrumbre.

Tabla 13. Aspecto de las probetas después de 7 días raspadas













PROBETAS DESPUÉS DE 7 DÍAS RASPADAS				
Aditivo	PROBETAS			
	SIN CARGA		CON CARGA	
	CARA A	CARA B	CARA A	CARA B
BLANCO	B2		B3	
				
PEDOT	P2		P3	
				
TRICAPA	T2		T3	
				

Tabla 14. Aspecto de las probetas ensayadas 14 días tras el raspado

























PROBETAS DESPUÉS DE 14 DÍAS RASPADAS				
Aditivo	PROBETAS			
	SIN CARGA		CON CARGA	
	CARA A	CARA B	CARA A	CARA B
BLANCO	B4		B5	
				
PEDOT	P4		P5	
				
TRICAPA	T4		T5	
				

Tabla 15. Aspecto de las probetas después de 21 días raspadas

PROBETAS DESPUÉS DE 21 DÍAS RASPADAS				
Aditivo	PROBETAS			
	SIN CARGA		CON CARGA	
	CARA A	CARA B	CARA A	CARA B
BLANCO	B6		B7	
				
PEDOT	P6		P7	
				
TRICAPA	T6		T7	
				

En general, se advierte a nivel visual que:

- Las probetas aditivadas con PEDOT han padecido menor corrosión que las que no están aditivadas, y a su vez las aditivadas con Tricapa presentan menor corrosión que todas las demás.
- En las probetas que estuvieron sometidas a descargas se observa mayor cantidad de herrumbre.
- La herrumbre que presentaban las probetas sacadas en la última semana era más localizada que la de las semanas anteriores.

A continuación se mostrará representada el área corroída en función del tiempo de exposición tomando el valor del área media corroída por probeta.

Véase anexo A para valores.

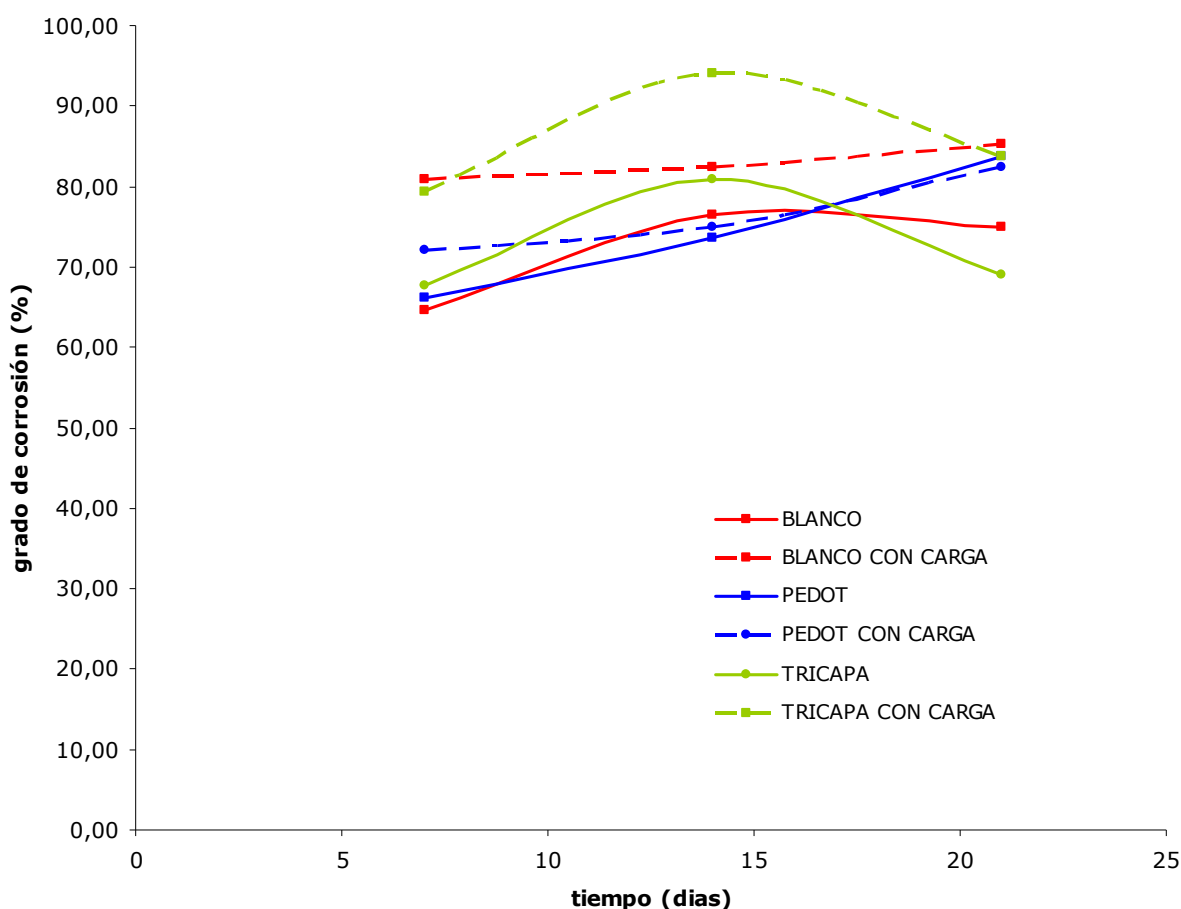


Figura 69. Representación del área corroída por probeta en función del tiempo de exposición

Según el gráfico de la figura 69, no es posible asegurar cual de las aditivaciones ha beneficiado más en lo que refiere a protección anticorrosiva. No obstante, si el experimento se hubiera prolongado o se hubiera usado una mayor batería de probetas los datos inducen a pensar que mientras el blanco y el PEDOT parecen seguir una tendencia al alza, la tricapa tendría tendencia a estabilizar la corrosión.

Por otro lado, las probetas sobre las que se aplicó las descargas, en línea discontinua en la figura 69, tampoco han mostrado con claridad alguna ayuda para evitar la corrosión. En los tres casos las probetas sobre las que se le aplicaron las descargas muestran un grado de corrosión más elevado, fenómeno que se confirma a través de la inspección visual de las probetas raspadas que se muestran en las tablas 13, 14 y 15.

Del mismo modo que en la prueba de la pérdida de adherencia, los valores obtenidos para el grado de corrosión pueden venir limitados.