

## ESTUDIO Y EVALUACIÓN DE LA ESPECULARITA DE UBALÁ COMO PIGMENTO EN PINTURAS INDUSTRIALES

S.C. Díaz<sup>(1)</sup>, O.J. Restrepo<sup>(2)</sup> y A.H. Forero<sup>(1)</sup>

(1) Grupo de Investigación en Materiales Siderúrgicos. Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia (UPTC). Tunja, Boyacá, COLOMBIA

(2) Escuela de minas y Metalurgia. Universidad Nacional de Colombia Sede Medellín. Medellín, Antioquia, COLOMBIA

E-mail de contacto: sancodibe@yahoo.es

### RESUMEN

*La aplicación de pinturas para proteger metales del efecto de la corrosión es, desde luego, de gran importancia ya que es un método económico y de mayor uso en la industria. El uso de pigmentos naturales es una buena oportunidad de aprovechar los recursos minerales con los que cuenta el país y dar buen uso de las propiedades que poseen para la obtención de materias primas que contribuyan al desarrollo industrial. Las pinturas tienen una porción sólida formadora de película o capa y una porción líquida volátil que se evapora para facilitar el secamiento del producto aplicado. La parte sólida está compuesta por el pigmento y el material ligante, constituido por la resina, los aceites y los plastificantes. Los pigmentos anticorrosivos tradicionales y las restricciones legales impuestas a su empleo han llevado a la búsqueda de nuevos pigmentos, eficientes pero no tóxicos. Los pigmentos obtenidos a partir de minerales de hierro naturales consisten fundamentalmente de óxidos de hierro y óxidos de hierro hidratados. Los pigmentos anticorrosivos pueden ser usados para mejorar las propiedades de las pinturas, actuando de diversas formas. Algunas formas de protección se deben al efecto inhibidor, pues los pigmentos pueden formar intermediarios de reacción con el sistema de resinas, lo cual reduce la velocidad de corrosión del sustrato. Otra de las formas de protección de las pinturas es actuando como barrera que refuerza las propiedades del recubrimiento, contribuyendo a reducir la permeabilidad de la pintura a los agentes que favorecen la corrosión. Además los pigmentos pueden actuar como reforzadores de película, es decir, forman enlaces con el vehículo, interactuando con este para reducir la permeabilidad al agua. El principal objetivo de este trabajo es evaluar el comportamiento ante agentes corrosivos de una pintura obtenida a partir de un pigmento de mineral de hierro natural (hematita especular) variando la concentración de volumen del pigmento (PVC) en valores desde el 30 – 60%, ya que este valor juega un papel muy importante en la formulación de pinturas industriales. Además, se utilizaron resinas tipo epóxico en la fabricación de la pintura, se elaboraron 12 sistemas con el fin de caracterizarlos y evaluar su comportamiento en medios corrosivos, mediante técnicas electroquímicas como el análisis de potenciales de corrosión y la espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS), sometiéndola a ensayos en cámara de niebla salina, así mismo se realizaron pruebas de adherencia, resistencia, viscosidad entre otras.*

**Palabras clave:** óxido de hierro micáceo, pinturas, resina epoxica, pigmentos.

### Tópico 5: Materiales Compuestos

### ABSTRACT

*The application of paint to protect metals from corrosion is, of course, of great importance since it is a cheap and widely used in industry. The use of the natural pigments a good opportunity to tap the mineral resources are there in the country and make good use of the properties have to obtain raw materials that contribute to industrial development. The paintings have a solid portion forming a film or layer and a liquid portion evaporates volatile to facilitate drying of the product applied. The solid part is composed of pigment and binder material, consisting of resins, oils and plasticizers. The traditional anti-corrosive pigments and legal restrictions on its use have led to the search for new pigments, efficient but not toxic. The pigments*

*derived from natural iron ores consist mainly of iron oxides and hydrated iron oxides. Anticorrosive pigments can be used to improve the properties of paints, acting in different ways. Some forms of protection is due to the inhibitory effect, because the pigments can be reaction intermediates with the resin system, which reduces the corrosion rate of the substrate. Another form of protection for the paintings is acting as a barrier that enhances the properties of the coating, helping to reduce the permeability of the paint to agents that promote corrosion. In addition, pigments may act as enhancers of film, ie, form links with the vehicle, interacting with it to reduce water permeability. The main objective of this study was to evaluate the corrosive behavior to a paint obtained from a pigment of natural iron ore (specular hematite) varying the pigment volume concentration (PVC) values from 30 - 60% since this value plays an important role in the formulation of industrial paints. In addition, type epoxy resins used in the manufacture of paint, 12 systems were developed to characterize and evaluate their performance in corrosive media through electrochemical techniques such as analysis of potential corrosion and electrochemical impedance spectroscopy (EIS) , underwent tests in salt spray chamber, and the same adhesion tests were performed, resistance, viscosity among others.*

*Key words: Micaceous iron oxide, paints, epoxic resin, pigments.*

## 1. INTRODUCCION

Los materiales metálicos más utilizados en la construcción de estructuras expuestas al ambiente son elaborados con acero poco resistente a los agentes corrosivos del medio, lo cual implica la necesidad de protegerlos, haciendo uso de métodos específicos, entre los cuales la aplicación de pinturas sigue siendo uno de los métodos más versátiles y económicos. Entre los recubrimientos protectores, las pinturas, son las que más ampliamente se utilizan, principalmente para los metales. Se calcula que cerca del 50% de todas las superficies metálicas que requieren unas propiedades impermeables, libres de poros, adherentes y atractivas, tienen que ser tratadas con pinturas de una u otra clase. [2] Uno de los componentes principales de estas pinturas es el pigmento y los óxidos de hierro han tenido aplicación importante como pigmento en diversas clases de pinturas. Los pigmentos anticorrosivos pueden ser usados para mejorar las propiedades de las pinturas, actuando de diversas formas. Además los pigmentos pueden actuar como reforzadores de película, es decir, facilitan la humectabilidad y forman enlaces con el vehículo, interactuando con este para reducir la permeabilidad al agua.[2]. La hematita especular, debido a su estructura laminar, brinda mejores propiedades para la fabricación de la pintura anticorrosiva y el mecanismo en el que actúa es protección por barrera reforzando el recubrimiento.

## 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Las etapas llevadas a cabo durante el desarrollo del proyecto son:

**Beneficio:** El proceso que se llevo a cabo para el beneficio fue una flotación. La flotación es un método fisicoquímico de concentración de minerales en suspensiones acuosas y que consiste en separar partículas “hidrófobas” de partículas “hidrofilias”, asistida con inyección de burbujas de aire. [3]

Para conseguir exitosamente el beneficio de la hematita especular, cuyo propósito es el de hacer la función de pigmento natural para la fabricación de pinturas anticorrosivas, se llevo a cabo el proceso de flotación espumante. Para que la flotación tuviera resultados exitosos, se tuvo que escoger con mucho cuidado los reactivos para flotación así como todas las variables que intervienen en el proceso. La intención de la flotación era eliminar la sílice presente en la hematita (1.8 %) por su efecto despigmentante en las pinturas. [4]

**Caracterización:** La caracterización se realizó por diferentes técnicas antes y después del beneficio con el fin de verificar el porcentaje del silicio presente en el pigmento. Las técnicas utilizadas fueron microscopia electrónica, petrografía, fluorescencia de rayos x y difracción de rayos x.

**Elaboración de la pintura:** La pintura fabricada se elaboró teniendo en cuenta el diseño experimental que arrojó la fabricación de doce sistemas variando el porcentaje de PVC entre 30-60%. Para este proceso se utilizó una resina epóxica, las cargas fueron talco y carbonato de calcio.

**Caracterización de la pintura:** La pintura después de elaborada fue caracterizada determinando viscosidad, densidad y % de sólidos. Se observó que la variación del porcentaje de PVC es determinante en la aplicación del recubrimiento.

**Aplicación de la pintura:** la aplicación de la pintura se realizó a láminas de acero bajo al carbono (1020), se realizó sand blasting con el fin de eliminar suciedad y obtener el perfil de anclaje para la aplicación de los doce sistemas. En total fueron 72 probetas con el fin de llevarlas a proceso de evaluación de corrosión.

**Evaluación de la pintura.** Inicialmente las láminas de aceros recubiertas con pintura anticorrosiva fueron llevadas a cámara de niebla salina, se les evaluó resistencia al desgaste por cavitación erosión y adherencia. Lo anterior con el fin evaluar el comportamiento del pigmento aplicado y determinar su uso en la fabricación de este tipo de recubrimientos.

### 3. RESULTADOS

**Beneficio:** La intención de la flotación fue eliminar la sílice presente en la hematita (1.8 %) por su efecto despigmentante en las pinturas. El primer paso fue determinar el potencial Z es la diferencia de potencial entre la superficie de la partícula en movimiento y el seno de la solución, Como conclusión de lo anterior se escogió un colector aniónico sobre la hematita cargada positivamente a pH 2-4. Este colector fue sulfonato (500 gr por tonelada de material). Después se determinó que el mejor espumante para trabajar con la hematita especular era el Metil Isobutil Carbinol (MIBC), que ha tenido buenos resultados con este tipo de material, se trabajo con una concentración de 100 gr por tonelada de material a flotar. El porcentaje de sólidos de la pulpa a trabajar para la flotación fue del 60%, para ser beneficiada en una celda de flotación con capacidad de un litro, con estos datos y conociendo la densidad de la hematita especular (5,2 gr/cm<sup>3</sup>), se hizo una relación peso a volumen para hallar el peso de material a flotar. El resultado de este balance fue:

- Peso de especularita a flotar en una celda de 1 litro de capacidad: 1.1441 Kg.
- Peso de sulfonato para 1.1441 Kg de material: 0.582 gr.
- Peso de MIBC para 1.1441 Kg de material: 0.1164 gr.
- Volumen de agua restante: 0.78 lts.
- Tiempo de acondicionamiento de pulpa: 10 minutos.

**Caracterización:** En la petrografía se observa un contenido de sílice del 0,7 % la que debe eliminarse para obtener una pintura con buena adherencia.

**Elaboración de la pintura.** La pintura fue elaborada con la ayuda de la Empresa Sika Colombia. Según diseño experimental se realizaron 12 sistemas con variación en las cargas y % de PVC como se observa en la siguiente tabla:

**Tabla1. Diseño experimental**

VOLUMEN DEL PIGMENTO (Miox + carga )	PVC			
	b1	b2	b3	b4
<b>a1</b>	<b>a1b1</b>	a1b2	a1b3	a1b4
<b>a2</b>	a2b1	a2b2	a2b2	a2b4
<b>a3</b>	a3b1	a3b2	a3b3	a3b4

Para un rendimiento del 60%, se trabajará con diseño de dos factores así:

**Factor A=** volumen del pigmento (Miox + Carga (CaCO<sub>3</sub>) + Talco)

a1= 70% miox + 30% carga

a2= 60% miox + 40 % carga

a3= 50% miox + 50% carga

**Factor B=** PVC (Volumen de concentración del pigmento)

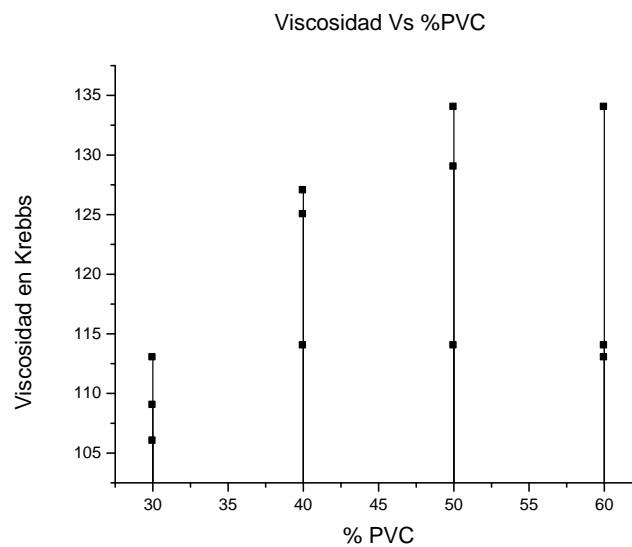
- b1 = 30 %
- b2 = 40%
- b3 = 50%
- b4 = 60%

**Caracterización de la pintura.** La pintura obtenida fue caracterizada determinando viscosidad, densidad y % de sólidos.

La determinación de la viscosidad se realizó por medio de un viscosímetro KV1 de donde se obtuvieron los datos de la tabla 2. Los resultados obtenidos a partir de la viscosidad relacionándola con la variación del PVC se pueden observar en el siguiente gráfico:

**Tabla 2. Viscosidad Vs. PVC**

VISCOSIDAD VS PVC		
SISTEMA	PVC (%)	VISCOSIDAD (KREBS)
S1	30	109
S2	40	114
S3	50	114
S4	60	114
S5	30	113
S6	40	127
S7	50	134
S8	60	134
S9	30	106
S10	40	125
S11	50	129
S12	60	113



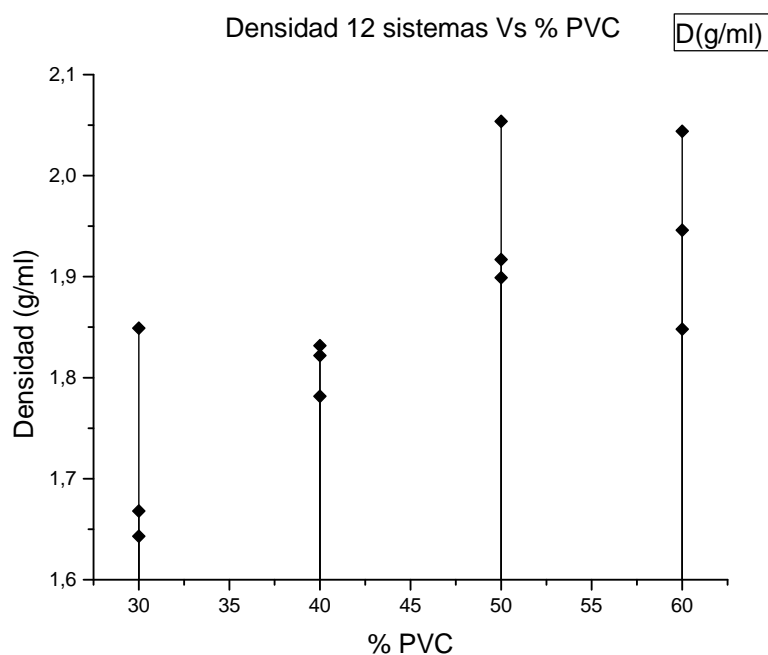
**Figura 1. Relación de viscosidad con % PVC**

El gráfico 1 muestra que a mayor PVC la viscosidad del producto incrementa, lo cual hace que los productos con 60% de PVC tengan dificultad para la aplicación, y se tengan que disolver afectando la formulación inicial.

La densidad se determino utilizando un volumen conocido y pesando cada uno de los productos. Aquí también se vio un incremento en la densidad del producto con un PVC del 60%.Teniendo en cuenta cada uno de los porcentajes de PVC se observa que al trabajar con un PVC de 50% la densidad del producto aumenta y se estabiliza para un PVC del 60%. La densidad de los productos dependió directamente del porcentaje de PVC y cada uno de los datos determinados de densidad fueron los adecuados comparando con los datos de densidad teóricos para cada sistema.

**Tabla3. Densidad de los doce sistemas**

DENSIDAD Vs PVC		
SISTEMA	PVC (%)	densidad (g/ml)
S1	30	1,849
S2	40	1,8219
S3	50	2,0538
S4	60	2,044
S5	30	1,643
S6	40	1,8317
S7	50	1,917
S8	60	1,848
S9	30	1,668
S10	40	1,7816
S11	50	1,899
S12	60	1,946



**Figura 2. Grafico de densidad Vs tiempo**

**Aplicación de los doce sistemas.** La aplicación de los doce sistemas se realizo con la colaboración de la Empresa Sika Colombia. Se realizó la aplicación de los productos a láminas de acero bajo al carbono (1020) Las láminas recubiertas se sometieron a ensayos en cámara de niebla salina con el fin de evaluar el comportamiento del pigmento especular realizando pruebas de impedancia electroquímica y potenciales de corrosión.

**Resistencia al desgaste por cavitación –erosión.** El aparato vibratorio usado para este método de ensayo, produce daño por cavitación en la cara de una muestra vibrando a alta frecuencia mientras está inmersa en un líquido. Las muestras de los doce sistemas fueron sometidas a este tipo de ensayo mostrando baja resistencia las que contienen un PVC del 50 y 60%, el comportamiento característico de los doce sistemas se observa en la figura 3.

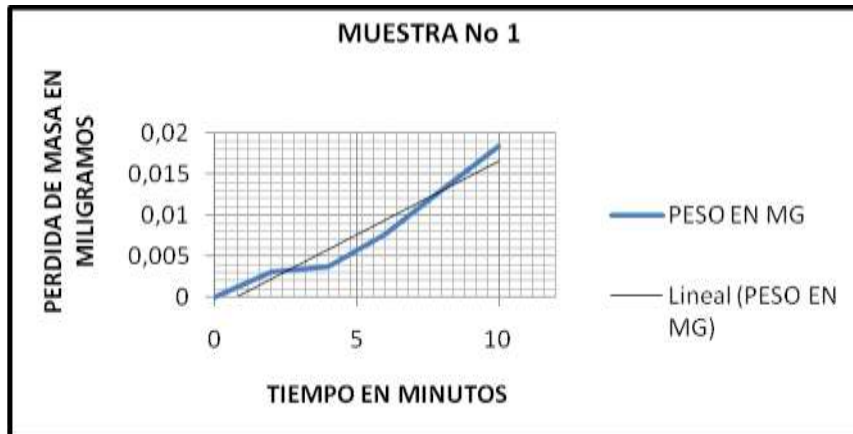


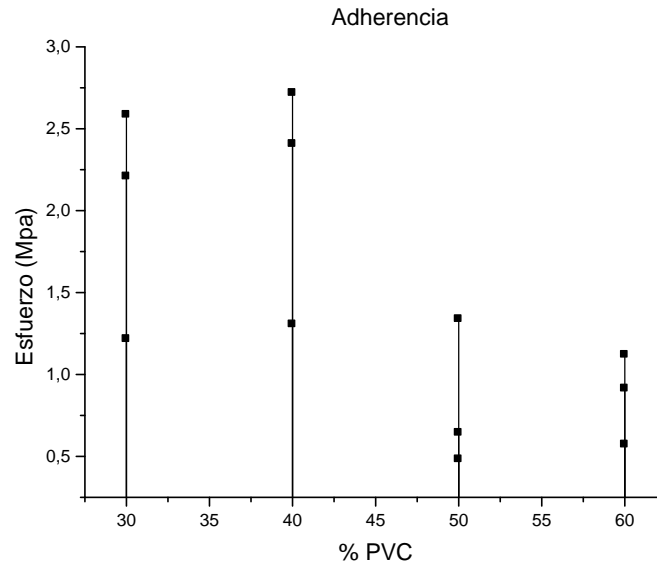
Figura3. Gráfico de resistencia al desgaste muestra

De lo anterior se puede deducir que los sistemas 4, 7, 11 que fueron formulados con un PVC de 60%,50% y 50% respectivamente, no son tan resistentes al desgaste con relación a los demás sistemas formulados y aplicados.

**Adherencia.** Otra prueba importante para evaluar las pinturas es la adherencia. Se evalúa teniendo en cuenta el esfuerzo necesario para despegar el recubrimiento y viene dado en mega pascales o psi.

Tabla4. Datos de esfuerzo aplicado para adherencia teniendo en cuenta el % de PVC

% PVC	Esfuerzo aplicado en Mpa
30	1,2158
40	2,718
50	1,338
60	0,914
30	2,585
40	1,306
50	0,644
60	1,12
30	2,2085
40	2,407
50	0,482
60	0,572



**Figura4. Gráfico que relaciona el esfuerzo aplicado con % PVC**

El gráfico y los datos anteriores muestran que la adherencia de los productos obtenidos con un % PVC del 30 y 40% tienen una alta adherencia, mientras que los sistemas obtenidos con el 50 y 60%, no soportaron mayor esfuerzo. De estos datos se deduce que las pinturas con mejor comportamiento en cuanto a adherencia son los que tienen menos concentración en volumen de pigmento. El mayor valor de la adherencia, presentado por la pintura es atribuible a su bajo PVC, es decir, alto contenido en resina epóxica, lo cual implica una buena adhesión al sustrato, pues en términos generales, se sabe que a valores de PVC bajos existirá una mayor cohesión de la película al sustrato.

**Espectroscopia de impedancia electroquímica.** El ensayo en cámara de niebla salina permitió observar que después de 672 horas de exposición las muestras presentaron un grado de ampollamiento mínimo y algunas no evidenciaron nada de corrosión. Por lo tanto se puede deducir que el comportamiento del pigmento es muy bueno como recubrimiento anticorrosivo. De los diagramas de Bode y potenciales de corrosión se deduce que las probetas con menor % de PVC tienen un comportamiento típico de recubrimientos, las muestras con PVC entre 50 y 60% la frecuencia aumenta y los valores de impedancia disminuyen. Esto quiere decir que si la impedancia aumenta la resistencia del recubrimiento aumenta. De los resultados obtenidos en todas las pruebas realizadas se concluye que el mejor comportamiento lo mostraron los productos con PVC del 30 y 40 %, mientras los recubrimientos que se formularon con PVC de 50 y 60 % mostraron baja adherencia, elevada viscosidad y baja resistencia al desgaste así como la disminución de la resistencia a la corrosión.

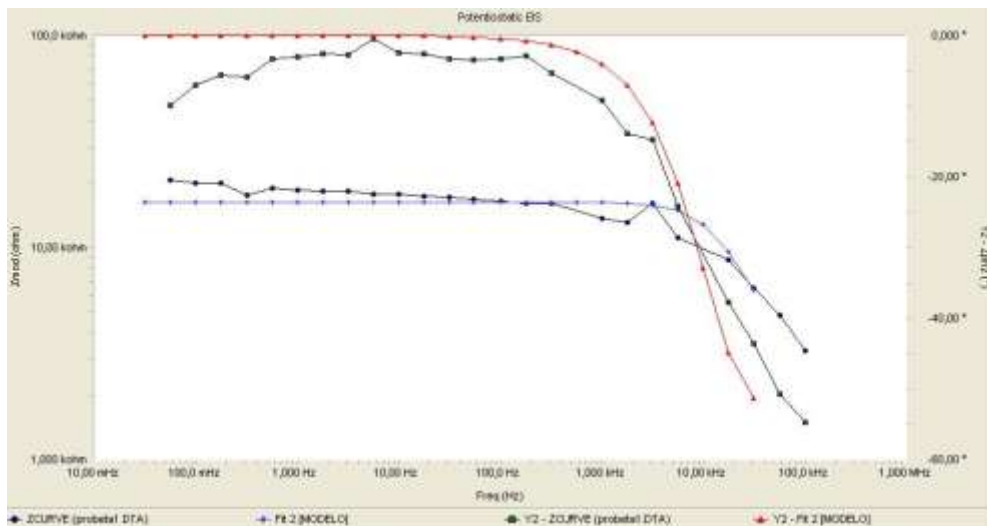


Figura 5. Diagrama de Bode general para sistemas de 30 y 40 % PVC

## CONCLUSIONES

El estudio realizado mostró que el óxido de hierro micáceo puede tener bastantes aplicaciones en la industria en especial como pigmento en la formulación de pinturas anticorrosivas.

A partir de la caracterización de los doce sistemas obtenidos se determinó que a mayor % de PVC la viscosidad aumenta, lo cual hace que la aplicación sea complicada, el porcentaje de sólidos aumente y la densidad para estos sistemas sea más elevada.

Por medio de la técnica de impedancia electroquímica y potenciales de corrosión se concluye que los sistemas que tienen mayor % de PVC disminuyen su resistencia a la corrosión.

Las muestras con PVC del 50 y 60% mostraron que la adherencia de dichos sistemas fue la peor así como las determinaciones de resistencia al desgaste. Los sistemas con PVC elevados no tienen un buen comportamiento a desgaste por cavitación.

En general el óxido de hierro micáceo muestra un buen desempeño como pigmento anticorrosivo con % de PVC entre 30 y 40%. Por lo tanto debe ser utilizado debido a las propiedades características de este tipo de pigmento, destacando que el Miox es natural, por lo tanto no es contaminante y es económico.

## BIBLIOGRAFIA

- [1] ESCOBAR SIERRA, Diana. Tesis Doctoral "Estudio y caracterización electroquímica de la magnetita como constituyente de herrumbres y de pinturas anticorrosivas". Doctorado en Ciencias Químicas, Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Antioquia. Medellín.2002
- [2] CABALLERO DE SÁNCHEZ, Griselda. Tesis de maestría "Evaluación de algunas magnetitas naturales como pigmentos de pinturas anticorrosivas". Maestría en ciencias químicas. Facultad de Ciencias Exactas y Naturales. Universidad de Antioquia. Medellín.2005
- [3] M. O. Bustamante, A. C. Gaviria & O. J. Restrepo. Notas de clase de la asignatura concentración de minerales. Instituto de minerales CIMEX, facultad de minas, escuela de materiales. UN sede Medellín
- [4] A.F. López. Caracterización y beneficio de especularita para la obtención de pigmentos naturales usados en pinturas anticorrosivas. Tesis de pregrado. Facultad de Ingeniería. Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia. 2008.