

**Espectroscopia  
FTIR**

**Monitoreo de  
polimerización**

**Caracterización  
química de  
materiales**



**Fecha Publicación :**  
13/10/2017

**Elaborado por:**  
Mauricio Acelas  
Químico, MSc.

## **QUÍMICA DE LOS EPÓXIDOS AL DESCUBIERTO: NUEVA VISIÓN EN LA CARACTERIZACIÓN DE RECUBRIMIENTOS Y CONTROL DE LA CORROSIÓN MEDIANTE ESPECTROSCOPIA INFRARROJA CON TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR)**

La corrosión interna es un fenómeno ampliamente conocido que impacta de manera importante a diversas compañías con actividades de transporte a través de tuberías en todo el mundo. Para prevenir fallas en el corto plazo y mejorar la resistencia al desgaste, se han desarrollado un gran número de formulaciones epóxicas para su uso como recubrimientos internos. Los sistemas de revestimiento epóxico de adhesión por fusión (FBE) constituyen un tipo importante de material cobertor, cuyo origen se remonta a la década de 1960 y continúan, hoy en día, siendo el producto más empleado dada su su excelente adherencia al acero, buena resistencia química y algunas otras características de interés.<sup>1</sup>

Con el objetivo de asegurar un adecuado desempeño de las tuberías recubiertas con FBE frente a la exposición con los diferentes fluidos de transporte y las condiciones en campo, los laboratorios de la **CIC** ejecutan un conjunto de ensayos físico-mecánicos y químicos a este material. Esta evaluación involucra, por ejemplo, la determinación de propiedades tales como la tendencia al ampollamiento, el espesor, la porosidad y mediciones de adherencia.

Para evaluar la resistencia química del material, la espectroscopia infrarroja (FTIR) es, quizás, la técnica de análisis no destructivo más versátil disponible, cuyo resultado provee información detallada acerca de cambios estructurales ocurridos directamente en la matriz polimérica.

Como en todos los tipos de espectroscopia, la FTIR involucra la interacción (absorción cuantizada) de radiación electromagnética con la materia, dentro de un rango de longitudes de onda entre 2500 y 20000 nm ( $4000$  a  $500$   $\text{cm}^{-1}$ ). La energía de los fotones asociados a esta parte del espectro infrarrojo son capaces de inducir excitación a nivel vibracional de los diferentes átomos enlazados covalentemente, obteniendo como resultado un espectro.

La implementación reciente del análisis (H)ATR FTIR por parte de la **CIC** como un ensayo robusto para el control de calidad de materiales empleados en recubrimientos (entre otras muestras), permite una rápida correlación de los cambios asociados a las intensidades o frecuencias de absorción observadas en el espectro IR; confirmando, de este modo, si existen modificaciones químicas importantes que puedan impactar de manera negativa la función protectora y/o anticorrosiva del polímero.

## Caso de estudio: evaluación de la resistencia química de una muestra de recubrimiento FBE

Previo a la exposición en laboratorio, se tomó el espectro ATR FTIR (4000 - 600  $\text{cm}^{-1}$ ) de una muestra de FBE, correctamente aplicada sobre la superficie de una probeta metálica. Lo anterior con el objetivo de identificar los grupos funcionales principales contenidos en la estructura polimérica. Tal como se esperaba, se lograron individualizar tres bandas de absorción<sup>2,3</sup> relacionadas con la estructura molecular de la resina (Figura 1).



Estructura del anillo epóxico (oxirano)

•**3038  $\text{cm}^{-1}$** . Vibración de tensión C-H de anillos de oxirano residuales.

•**1033  $\text{cm}^{-1}$** . Vibración de tensión C-O alifática.

•**895  $\text{cm}^{-1}$** . Vibración de balanceo  $\text{CH}_2$  de anillos de oxirano residuales.

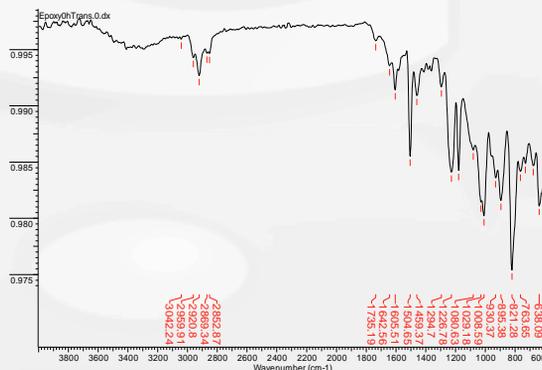
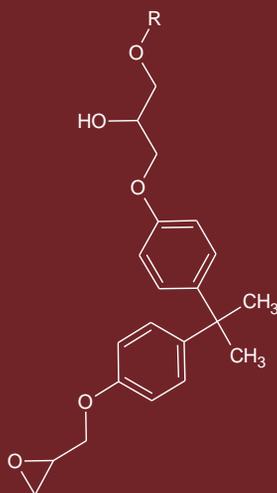


Figura 1. Espectro IR del FBE sin exposición

Posterior a la exposición (fluido de pozo, 3000 psi y  $50^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ ) durante 72 horas, se realizó la adquisición de un nuevo espectro sobre la superficie del recubrimiento. La comparación espectral confirmó la preservación de la integridad molecular con cambios menores asociados con una extensión del proceso de polimerización (curado) que involucra los grupos epóxido residuales y las aminas libres dentro de la formulación (Figura 2). El incremento en la intensidad de la banda en  $1033 \text{ cm}^{-1}$  y la disminución de la señal en  $895 \text{ cm}^{-1}$ , constituyen evidencia sólida del proceso anteriormente descrito. La observación espectroscópica también es consistente con la modificación de la dureza Barcol, cuya magnitud aumentó de 43 a 67.



Epóxico residual de tipo bisfenol A

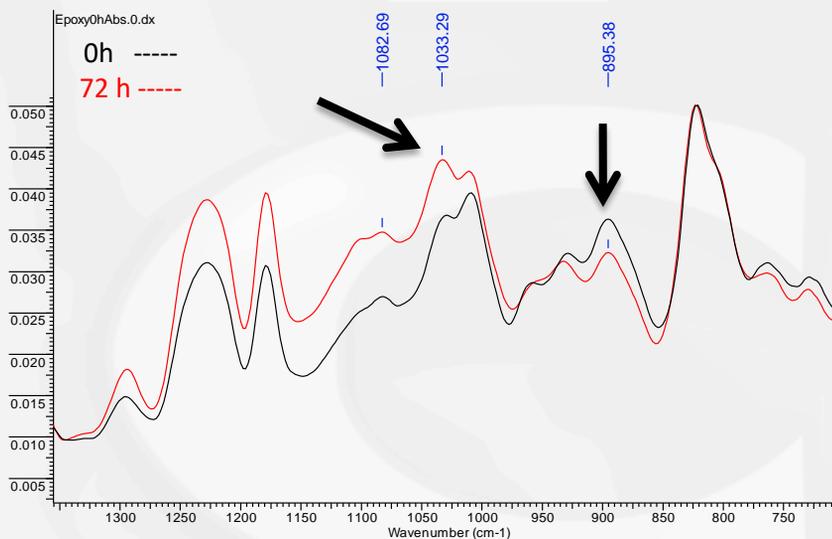


Figura 2. Espectros FTIR comparativos

Así, el análisis FTIR reveló para el FBE evaluado, un comportamiento químico deseable: una mejora de sus propiedades protectoras mediante el incremento del grado de entrecruzamiento de la superficie del recubrimiento. El cambio químico aquí observado, previene la aparición temprana de defectos que puedan llegar a comprometer el sustrato metálico, haciéndolo adecuado para su aplicación en campo.

En consecuencia, la aplicación de análisis FTIR para evaluar el comportamiento de un sistema de recubrimiento orgánico en presencia de un medio específico, independiente de las condiciones operacionales de presión y temperatura, constituye una herramienta de rápida y confiable respuesta, que permite establecer la susceptibilidad de este material a la ocurrencia de corrosión química.

Actualmente, los especialistas de la Corporación para la Investigación de la Corrosión están diseñando otras aplicaciones de la espectroscopia FTIR relacionadas con la identificación y cuantificación de aditivos poliméricos de alto impacto a la salud, cuantificación del avance de procesos de curado (polimerización) y evaluación de la estabilidad de aditivos químicos en la industria de hidrocarburos, entre otros.

## Referencias

1. Kehr, J. A.; Enos, D. G. FBE, a Foundation for Pipeline Corrosion Coatings. **2000**. Conference paper. NACE International.
2. González-González, M.; Baselga, J.; Cabanelas, J. C. Applications of FTIR on Epoxy Resins - Identification, Monitoring the Curing Process, Phase Separation and Water Uptake. INTECH Open Access Publisher, **2012**.
3. Evans, C. J.; Carter, J. P.; Appadoo, D. R. T.; Wong, A.; McNaughton, D. Synchrotron Infrared Spectroscopy of the  $\nu_4$ ,  $\nu_8$ ,  $\nu_{10}$ ,  $\nu_{11}$  and  $\nu_{14}$  Fundamental Bands of Thiirane. *J. Mol. Spectros.* **2015**. 316, 32-37.