



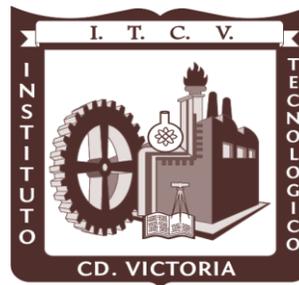
**EDUCACIÓN**  
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO  
Instituto Tecnológico de Cd. Victoria

# Instituto Tecnológico de Ciudad Victoria

División de Estudios de Posgrado e Investigación



Maestría Profesionalizante en Ingeniería Industrial

## TESIS

**Determinación de las variables críticas del proceso de galvanizado en caliente para la industria metal - mecánica**

Presentada por

Ing. Milton Daniel Ruiz Gallegos

como requisito para la obtención del grado de  
**Maestro en Ingeniería Industrial**

Director de Tesis:

Dr. Ricardo Daniel López García

Ciudad Victoria, Tamaulipas, México.

Agosto de 2020



**SEP**  
SECRETARÍA DE  
EDUCACIÓN PÚBLICA



TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO  
Instituto Tecnológico de Cd. Victoria

## AUTORIZACIÓN DE IMPRESIÓN DE TESIS

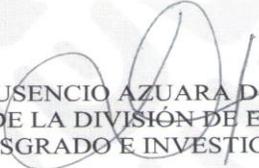
Cd. Victoria, Tamaulipas, a 24 de agosto de 2020

**C. MILTON DANIEL RUÍZ GALLEGOS**  
**CANDIDATO AL GRADO DE MAESTRO EN**  
**INGENIERIA INDUSTRIAL**  
**PRESENTE.-**

Los numerales 2.15.4 y 2.15.5 de los lineamientos para la operación de estudios de Posgrado en el TecNM (2019), y por recomendación del H. Comité tutorial, esta división le AUTORIZA imprimir y reproducir digitalmente la tesis “**DETERMINACIÓN DE LAS VARIABLES CRÍTICAS DEL PROCESO DE GALVANIZADO EN CALIENTE PARA LA INDUSTRIA METAL-MECÁNICA**” que tuvo a bien desarrollar en la División de Estudios de Posgrado e Investigación de este Instituto

Ruego a usted dar puntual seguimiento al formato en vigor que, para tal caso, indica las características de diseño que deberá contener tan importante documento.

**ATENTAMENTE**  
Excelencia en Educación Tecnológica  
“Verdad, Honestidad y Servicio”

  
**DR. AUSENCIO AZUARA DOMÍNGUEZ**  
**JEFE DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS**  
**DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN**

C.c.p. Archivo



**INSTITUTO TECNOLÓGICO**  
**DE CD. VICTORIA**  
DEPARTAMENTO DE  
DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE  
POSGRADO E INVESTIGACIÓN



Bld. Emilio Portes Gil No. 1301, Cd. Victoria, Tamaulipas, México.  
Tel. 01 (834) 1532000, Ext. 180 e-mail: dir\_cdvictoria@tecnm.mx  
www.tecnm.mx | www.itvictoria.edu.mx





**SEP**  
SECRETARÍA DE  
EDUCACIÓN PÚBLICA



**TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO**  
Instituto Tecnológico de Cd. Victoria

Cd. Victoria, Tamaulipas, a 21 de agosto de 2020

**ASUNTO: Carta de autorización**

**Dr. Ausencio Azuara Domínguez**  
**Jefe de la División de Estudios de posgrado e investigación**  
**PRESENTE.-**

Los numerales 2.15.4 y 2.15.5 de los lineamientos para la operación de estudios de Posgrado en el TecNM (2019), establece los requisitos para la obtención del examen de grado de Maestría en Ingeniería Industrial. En tal sentido, el H. Comité tutorial del C. **Milton Daniel Ruiz Gallegos**, estudiante del programa de Maestría en Ingeniería Industrial, con No. de control: **G-18380961**, después de haber realizado la revisión del contenido y formato de tesis: **“DETERMINACIÓN DE LAS VARIABLES CRÍTICAS DEL PROCESO DE GALVANIZADO EN CALIENTE PARA LA INDUSTRIA METAL-MECÁNICA”** emite su consentimiento para continuar con el proceso de obtención de grado académico correspondiente.

Por ese motivo pide a Usted **AUTORIZAR** al C. **Milton Daniel Ruiz Gallegos** la impresión y reproducción de la tesis *in comento*.

**ATENTAMENTE**  
Excelencia en Educación Tecnológica  
“Verdad, Honestidad y Servicio”

H. COMITÉ TUTORIAL

Dr. Ricardo Daniel López García  
Director



Dra. Adriana Mexicano Santoyo  
Revisora

Dra. Aracely Maldonado Reyes  
Revisora

INSTITUTO TECNOLÓGICO  
DE CD. VICTORIA  
DEPARTAMENTO DE  
DIVISION DE ESTUDIOS DE  
POSGRADO E INVESTIGACIÓN

C.c.p. Archivo



Bld. Emilio Portes Gil No. 1301, Cd. Victoria, Tamaulipas, México.  
Tel. 01 (834) 1532000, Ext. 180 e-mail: dir\_cdvictoria@tecnm.mx  
www.tecnm.mx | www.itvictoria.edu.mx





**SEP**  
SECRETARÍA DE  
EDUCACIÓN PÚBLICA



TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO  
Instituto Tecnológico de Cd. Victoria

Cd. Victoria, Tamaulipas, a 24 de agosto de 2020

Plantel: Instituto Tecnológico de Ciudad Victoria

CLAVE No: 28DIT0038U

Por este medio se le comunica al **C. MILTON DANIEL RUIZ GALLEGOS** con No. de control **G-18380961** Pasante de la **Maestría en Ingeniería Industrial del Instituto Tecnológico de Ciudad Victoria**

Que la fecha de examen de grado programada por la **División de Estudios de Posgrado e Investigación**, es: **el día 26 de Agosto de 2020, en la sala de directores a las 11:00 horas**

Mediante la opción: **Tesis de Maestría. "DETERMINACIÓN DE LAS VARIABLES CRÍTICAS DEL PROCESO DE GALVANIZADO EN CALIENTE PARA LA INDUSTRIA METAL-MECÁNICA"**

Teniendo como integrantes del jurado a los profesores:

**Presidente: Dr. Ricardo Daniel López García**  
**Secretario: Dra. Adriana Mexicano Santoyo**  
**Vocal: Dra Aracely Maldonado Reyes**  
**Vocal: Vocal Suplente: M.G.A. Iván Garza Greaves**

**No. De Cedula Prof. 11562638**  
**No. De Cedula Prof. 8041310**  
**No. De Cedula Prof. 11562590**  
**No. De Cedula Prof. 5631916**

Cd. Victoria, Tam., a 24 de agosto de 2020

Enterado

**C. MILTON DANIEL RUIZ GALLEGOS**

**DR. AUSENCIO AZUARA DOMÍNGUEZ**  
JEFE DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE  
POSGRADO E INVESTIGACIÓN

C.c.p. Miembros del Jurado  
Depto. De Servicios Escolares  
Archivo

ARCHIVO



Bld. Emilio Portes Gil No. 1301, Cd. Victoria, Tamaulipas, México.  
Tel. 01 (834) 1532000, Ext. 180 e-mail: dir\_cdvictoria@tecnm.mx  
www.tecnm.mx | www.itvictoria.edu.mx





**EDUCACIÓN**  
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



TECNOLÓGICO  
NACIONAL DE MÉXICO

Instituto Tecnológico de Cd. Victoria  
Subdirección Académica  
División de Estudios de Posgrado e Investigación

"2020, Año de Leona Vicario, Benemérita Madre de la Patria"

### CERTIFICADO

**C. MILTON DANIEL RUIZ GALLEGOS**  
**ESTUDIANTE DE LA MAESTRÍA EN INGENIERÍA INDUSTRIAL**  
**PRESENTE.**

Resulta grato informar a usted, que después de haber realizado un contraste entre los trabajos publicados y su tesis desarrollada en este instituto: "Determinación de las variables críticas del proceso de galvanizado en caliente para la industria metal - mecánica", se encontró que su trabajo presenta una probabilidad de 19.7% de contenido similar a otros textos, producto del análisis desarrollado en el portal [www.plagium.com](http://www.plagium.com).

Dado que el límite máximo acordado por el consejo es del 30% se le extiende el presente **CERTIFICADO DE NO PLAGIO** en Ciudad Victoria Tamaulipas, a los 8 días del mes de agosto de dosmil veinte.

**A T E N T A M E N T E**  
*Excelencia en Educación Tecnológica.*  
*"Verdad, Honestidad y Servicio"*

  
\_\_\_\_\_  
Ricardo Daniel López García  
Director(a) de Tesis

ccp.- Archivo DEPI  
Expediente



Bld. Emilio Portes Gil No. 1301, Cd. Victoria, Tamaulipas, México.  
Tel. 01 (834) 153-2000, Ext. 180 e-mail: [dir\\_cdvictoria@tecnm.mx](mailto:dir_cdvictoria@tecnm.mx)  
[www.tecnm.mx](http://www.tecnm.mx) | [www.itvictoria.edu.mx](http://www.itvictoria.edu.mx)



## **Dedicatoria**

*A mis padres Otilio y Martha quienes sin duda les debo todo, las personas que me han apoyado incondicionalmente.*

*A mi novia Laura por apoyarme en todo momento para lograr esta meta tan anhelada.*

*A mis hermanas Edna y Diana por brindarme fuerza para seguir con mis estudios.*

## **Agradecimientos**

Agradezco al Instituto Tecnológico de Ciudad Victoria, la Maestría en Ingeniería Industrial por los conocimientos inculcados. Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología por otorgar el apoyo económico y lograr cumplir esta meta.

Al Doctor Ricardo López, quien ha sido un mentor y un apoyo inigualable, gracias a él debo este proyecto y a quien le dedico, sin duda una figura respetable y un ejemplo a seguir.

A mis revisores Dra. Adriana Mexicano por su apoyo y sabiduría impartida en la maestría e igualmente a la Dra. Aracely Maldonado por el apoyo brindado en esta nueva etapa de éxito.

A mis compañeros quienes les agradezco su excelente amistad.

A la Universidad Autónoma de Hidalgo por recibirme al ayudarme en realizar mis pruebas.

## RESUMEN

El galvanizado por inmersión en caliente consiste de un recubrimiento metálico de Zn (Zinc) sobre un sustrato de acero y es ampliamente utilizado en la industria en general. En esta tesis se evalúa y explica este proceso sobre láminas de acero de bajo C (Carbono) con calibre 16 para uso de señalamientos viales, lo anterior para evitar su oxidación y prolongar su vida útil.

La información de esta investigación tiene como finalidad mostrar el proceso de galvanizado y su factibilidad para la industria, también se explica a detalle cómo se llevó a cabo y por qué este tipo de recubrimiento sobre láminas de acero bajo en C es importante, así como las diferentes aplicaciones donde es utilizado, sus ventajas en relación con el tiempo de vida y resistencia química que ofrece en los diferentes tipos de atmósferas.

Se realizaron dos pruebas de galvanizado por inmersión continua en caliente, la primera con 37 muestras y la segunda con 40 muestras de láminas de 1 pulgada de longitud por 1 pulgada de ancho. Se sometieron a diferentes temperaturas que abarcan rangos desde los 450°C hasta los 535°C. Se utilizó un baño líquido de Zn para sumergir las muestras que fueron previamente tratadas con la técnica de “sand blast” e inmersas en una solución de 1M de HCL, con tiempos de inmersión variables. Lo anterior con la finalidad de determinar las condiciones ideales en el proceso de galvanizado, obteniendo óptimas propiedades mecánicas y químicas.

Posteriormente, se realizó un análisis estructural y de propiedades mecánicas (microdureza) de recubrimientos de galvanizado por inmersión continua en caliente, a través de difracción de Rayos X para determinar su estructura cristalina aunado a la técnica de microscopía electrónica de barrido para caracterizar la morfología y composición química, para las propiedades mecánicas se utilizó un microdurómetro Vickers.

El objetivo de este trabajo fue elucidar las condiciones que favorecen una buena adherencia de recubrimientos de Zn sobre láminas de acero, evitando la formación de compuestos intermetálicos los cuales perjudican la calidad del recubrimiento.

## SUMMARY

The hot-dip galvanized is a metal coating of Zn on a metal substrate and it's amply used in general industry. In this thesis is evaluated and explain the process about the steel sheets of low C with caliber 16 for use of road marking, the above to avoid the oxidation and prolong it's useful live.

The information of this research has to purpose to show the galvanizing process and it's feasibility for the industry, it is also explained in detail how it was carried out and why this type of coating on low-C steel sheets is important, as well as the different applications where it is used, its advantages in relation to the life time and chemical resistance it offers in different types of atmospheres.

Two continuous hot dip galvanizing tests were performed, the first with 37 samples and the second with 40 samples of sheets 1 inch long by 1 inch wide. They were subjected to different temperatures ranging from 450 ° C to 535 ° C. A liquid Zn bath was used to immerse the samples that were previously treated with the "sand blast" technique and immersed in a 1M HCL solution, with variable immersion times. This in order to determine the ideal conditions in the galvanizing process, obtaining optimal mechanical and chemical properties.

Later, a structural and mechanical properties analysis (micro hardness) of continuous hot-dip galvanized coatings was performed through X-ray diffraction to determine it's crystalline structure combined with the scanning electron microscopy technique to characterize the morphology and chemical composition, for mechanical properties a Vickers micro durometer was used.

The objective of this work is to elucidate the conditions that favor a good adhesion of Zn coatings on steel sheets, avoiding the formation of intermetallic compounds which harm the quality of the coating.

## TABLA DE CONTENIDO

Capítulo I.-Introducción .....	1
1.1.-Descripción del problema .....	3
1.2.-Justificación .....	4
1.3.-Propuesta de solución .....	4
1.4.-Hipótesis .....	5
1.5.-Objetivos.....	5
1.5.1.-Objetivo general.....	5
1.5.2.-Objetivos específicos .....	5
1.6.-Alcances y limitaciones .....	6
1.6.1.-Alcances.....	6
1.6.2.-Limitaciones.....	6
1.7.-Organización del trabajo.....	6
Capítulo II.-Marco Teórico-Referencial .....	7
2.1.-Marco histórico .....	7
2.2.-Marco teórico.....	8
2.2.1.-Galvanizado en caliente .....	8
2.2.2.-Tipos de corrosión .....	9
2.2.2.1.-Corrosión galvánica .....	10
2.2.3.-Métodos de protección contra la corrosión.....	11
2.2.3.1.-Protección de barrera .....	11
2.2.3.2.-Proteccion catódica.....	12
2.2.3.3.-Pátina de zinc.....	12
2.2.3.4.-Resistencia a la abrasión.....	13
2.2.4.-Materiales utilizados en la industria del galvanizado .....	13
2.2.5.-Formación del recubrimiento del Zinc.....	15
2.2.6.-Composición Química .....	17
Capítulo III.-Galvanizado En Caliente.....	24
3.1.-Etapas del proceso de galvanizado .....	24

3.1.1.-Desengrase .....	25
3.1.2.-Enjuague .....	25
3.1.3.-Decapado .....	25
3.1.4.-Enjuague .....	25
3.1.5.-Uso de flux.....	26
3.1.6.-Secado.....	26
3.1.7.-Galvanizado .....	26
3.1.8.-Inspección .....	26
3.1.9.-Resultado del Galvanizado .....	27
3.2.-Rendimiento de los revestimientos del galvanizado.....	28
3.2.1.-En la atmósfera .....	28
3.2.2.-Entorno industrial .....	28
3.2.3.-Entornos marinos tropicales.....	28
3.2.4.-Entornos marinos templados.....	29
3.2.5.-Entornos suburbanos.....	29
3.2.6.-Entornos rurales .....	29
3.3.-Problemas más comunes en el proceso de galvanizado.....	31
3.4.-Normas aplicadas a la galvanización .....	33
3.4.1.-Normas ISO .....	33
3.4.2.-Norma NMX.....	33
3.4.3.-Normas ASTM.....	34
Capítulo IV.-Metodología.....	35
4.1.-Análisis químico .....	35
4.2.-Aplicación de la técnica <i>sand blast</i> .....	36
4.3.-Pruebas de inmersión.....	36
4.4.-Metalografía.....	38
4.5.-Análisis visual de capas intermetálicas mediante un Microscopio Óptico.....	39
4.6.-Difracción de rayos X (DRX).....	40
4.7.-Dureza Vickers .....	41
4.8.-Análisis de fases mediante software numérico .....	42
4.9.-Microscopio electrónico de barrido .....	43

Capítulo V.-Resultados y Conclusiones.....	44
5.1.-Pruebas de inmersión.....	44
5.2.-Disolución de Fe.....	48
5.3.-Microscopio óptico.....	49
5.4.-Difracción de rayos X (DRX).....	52
5.5.-Microscopía electrónica de barrido.....	57
5.6.-Microdureza Vickers.....	60
5.7.-Análisis de fases en software numérico.....	62
5.8.-Conclusiones.....	64
Referencias.....	65

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1.-Corrosión en el acero.....	10
Figura 2.2.-Par bimetálico.....	10
Figura 2.3.-Fotomicrografía del revestimiento galvanizado.....	13
Figura 2.4.-Aplicaciones del galvanizado.....	14
Figura 2.5.-Capas intermetálicas del galvanizado.....	16
Figura 3.1.-Etapas del proceso de galvanizado.....	27
Figura 3.2.-Tiempo hasta el primer trabajo de mantenimiento.....	30
Figura 4.1.-Sand Blast.....	36
Figura 4.2.-Crisol.....	37
Figura 4.3.-Tanque con mechón. ....	37
Figura 4.4.-Controlador de temperatura.....	37
Figura 4.5.-Termómetro digital.....	38
Figura 4.6.-Máquina de desbaste.....	39
Figura 4.7.-Láminas en baquelita.....	39
Figura 4.8.-Microscopio Nikon Epiphot 200.....	39
Figura 4.9.-Difractómetro de Rayos X Equinox 2000.....	41
Figura 4.10.-Microscopio Wilson 300fm HV.....	42
Figura 4.11.-Ejemplo medición de capas.....	42
Figura 4.12.-Microscopio Electrónico de Barrido JEOL modelo JSM-6300.....	43
Figura 5.1.-Láminas para señalamiento vial.....	45
Figura 5.2.-Láminas mal galvanizadas.....	46
Figura 5.3.-Lámina galvanizada.....	46
Figura 5.4.-Lámina con superficie rugosa.....	47
Figura 5.5.-Láminas con exceso de Zn.....	47
Figura 5.6.-Ecuación de Fe diluido en baño de Zn.....	49
Figura 5.7.-Superficie de la lámina galvanizada, con buena adherencia.....	49
Figura 5.8.-Lámina mal galvanizada.....	50
Figura 5.9.-Lámina galvanizada.....	50
Figura 5.10.-Lámina con ausencia de capa eta.....	51

Figura 5.11.-Lámina con exceso de Zn.....	51
Figura 5.12.-Espectro de muestra 1 sumergida a 474°C.....	53
Figura 5.13.-Espectro muestra 2 sumergida 473°C. ....	54
Figura 5.14.-Tres muestras similares a diferentes temperaturas, #2 sumergida a 473°C, #4 sumergida a 459°C y #5 sumergida a 453°C. ....	55
Figura 5.15.-Cuatro muestras similares a diferentes temperaturas, #1 sumergida a 474°C, #3 sumergida a 464°C, #6 sumergida a 455°C y #7 sumergida a 462°C.....	55
Figura 5.16.-Relación de cristalinidad vs tamaño de cristalita .....	57
Figura 5.17.-Microfotografía de lámina galvanizada 1000x.....	58
Figura 5.18.-Espectros de MEB A y B. ....	58
Figura 5.19.-Espectros de MEB C y D. ....	59
Figura 5.20.-Medición de capas intermetálicas.....	62
Figura 5.21.-Medición de capas intermetálicas con tamaño promedio.....	63
Figura 5.22.-Medición de capas intermetálicas con ausencia de capa eta ( $\eta$ ).....	63

## INDICE DE TABLAS

Tabla I.-Comparación de trabajos relacionados.....	23
Tabla II.-Resistencia a la corrosión de los recubrimientos galvanizados. ....	29
Tabla III.-Razones para galvanizar. ....	31
Tabla IV.-Análisis de problemas, causas y recomendaciones después del galvanizado .....	32
Tabla V.-Composición química del Zn.....	35
Tabla VI.-Especificaciones Microscopio Nikon Epiphot 200. ....	40
Tabla VII.-Especificaciones de Difractómetro de Rayos X.....	41
Tabla VIII.-Composición química del acero estudiado. ....	44
Tabla IX.-Análisis semicuantitativo de elementos presentes en espectro A.....	59
Tabla X.-Análisis semicuantitativo de elementos presentes en espectro B. ....	59
Tabla XI.-Análisis semicuantitativo de elementos presentes en espectro C.....	60
Tabla XII.-Análisis semicuantitativo de elementos presentes en espectro D. ....	60
Tabla XIII.-Mediciones de láminas microdureza Vickers. ....	62

# *Capítulo I*

## **INTRODUCCIÓN**

---

La ingeniería industrial, es el área que se encarga de implementar procesos de producción y llevar a cabo proyectos que permitan el desarrollo de las actividades de forma productiva y eficiente. Sus principales áreas de estudio son economía, finanzas, logística, y producción, estas áreas requieren de destrezas y conocimientos especializados, relacionados a las ciencias matemáticas, físicas y sociales, junto a los principios de diseño y análisis propios de la ingeniería [1]. Lo anterior permitirá puntualizar, predecir y evaluar los resultados que se obtienen de tales sistemas, implementándose así los cursos de acción más adecuados que garanticen el éxito de un proyecto industrial.

Para obtener conocimiento acerca de este proyecto, el proceso de galvanizado por inmersión continua en caliente es un proceso metalúrgico utilizado industrialmente para proteger piezas y componentes de acero contra la oxidación y la corrosión. La protección del recubrimiento de Zn puede aportar a los componentes recubiertos una vida entre 30 y 50 años dependiendo de las condiciones atmosféricas [2].

Lo anterior se logra sumergiendo estos componentes en un baño de Zn líquido el cual debe encontrarse a una temperatura cercana a 450°C, para lograr formar una capa de recubrimiento de Zn capaz de inhibir la reacción del O<sub>2</sub> con el Fe y formar óxido de hierro [3], principal causante de la oxidación y corrosión en componentes de acero. El galvanizado en caliente es un proceso económico y atractivo para las industrias y más específicamente en la construcción, siendo una alternativa para el uso de estructuras duraderas, resistentes y económicas. Sin embargo, en este proceso se encuentran involucradas una cantidad importante de variables que se necesitan considerar para el óptimo desempeño de los

recubrimientos formados. El diseño de fabricación de una planta de galvanizado en caliente consiste en diversas etapas, donde en cada una existe un proceso metalúrgico complejo. Por ello, es importante desarrollar un proceso o un sistema de producción industrial, que garantice una adecuada formación del recubrimiento metálico sobre el material a recubrir.

Desde un punto de vista tecnológico, los principios de la galvanización se han mantenido prácticamente invariables desde hace mucho tiempo [4]. Sin embargo, debido a nuevas aplicaciones en la industria automotriz y la construcción, en la actualidad existe una importante investigación de los aspectos del proceso de galvanizado y nuevos desarrollos con recubrimientos de Zn y otros elementos de aleación. En los últimos años una cantidad importante de investigaciones a nivel mundial se han enfocado en estudiar la influencia de la composición química del baño líquido y su efecto en la microestructura final, sus propiedades mecánicas y las propiedades en general de los recubrimientos galvanizados [5-14].

El presente trabajo se enfoca en dar respuesta para comprender el efecto de las diferentes variables en el proceso de galvanizado en caliente con la finalidad de obtener un recubrimiento de alta calidad y buenas propiedades mecánicas. Para esto, se determinó estudiar diferentes variables que afectan la calidad y las propiedades de los recubrimientos de Zn sobre sustratos de acero como son; el efecto de la temperatura del baño de Zn, la temperatura de las piezas sumergidas en el baño de Zn, la calidad de la superficie de las piezas metálicas, la velocidad de inmersión al baño líquido y el tiempo de permanencia a la temperatura el baño líquido.

Así mismo, se estudió y establecieron las condiciones óptimas de la adición de elementos que favorecen la reducción de la disolución de Fe en el líquido, causantes de la formación de compuestos intermetálicos sobre el recubrimiento formado y que disminuye la calidad, y propiedades mecánicas, favoreciendo a la aparición de grietas y fracturas del recubrimiento dando inicio a la corrosión de las piezas metálicas sumergidas en de baño de Zn.

## 1.1-Descripción del problema

Actualmente en Tamaulipas no existe una empresa que brinde el servicio de galvanizado por inmersión continua en caliente, por lo que surge la necesidad de evaluar las diferentes variables que intervienen en el proceso de galvanizado en caliente y así determinar los parámetros óptimos del proceso que garanticen tanto la buena adherencia del recubrimiento sobre el metal así como buenas propiedades mecánicas que sean capaces de soportar diferentes procesos de manufactura. Cuando se logre obtener las condiciones ideales para el proceso de galvanizado se estudiará la posibilidad de transferencia de tecnología a una empresa local interesada en implementar este proceso como parte de su proceso productivo. Actualmente esta empresa, adquiere la materia prima del acero para la manufactura de sus productos, para posteriormente enviarla al proceso de galvanizado en ciudades como Monterrey o el centro de la república, y finalmente pagar los gastos de envío a esta ciudad. Todo esto tiene un costo elevado por lo que el consumidor final paga una cantidad superior al valor comercial, adicionalmente evitando o disminuyendo estos gastos se puede aumentar el margen de ganancias y ser más competitivo.

El presente trabajo, propone presentar las condiciones ideales del proceso de galvanizado en caliente para obtener recubrimientos de alta calidad con las mejores propiedades mecánicas y disminuyendo la posibilidad de la formación de compuestos intermetálicos que disminuyeron la calidad del recubrimiento y provocan el inicio de la corrosión del material recubierto. Estableciendo las condiciones ideales del proceso, se puede proponer la construcción de un prototipo de planta de galvanizado por inmersión en caliente la cual podrá desarrollar tecnología básica del mismo proceso bajo las condiciones ideales. La generación de la información será útil para la puesta en marcha de un modelo industrial de galvanizado.

## 1.2.- Justificación

El galvanizado por inmersión en caliente es uno de los principales métodos para la protección de componentes de acero contra la corrosión [15].

El proyecto consiste, en conocer y establecer cuáles serán las condiciones ideales del galvanizado por inmersión en caliente para incursionar en nuevos segmentos de mercado, ya que las variables a tratar son muy complejas, a su vez, en un proyecto a corto plazo, se pretende transferir tecnología y acondicionar las instalaciones de la empresa para asegurar que los productos sean elaborados con la mejor calidad posible.

Con la puesta en marcha del presente proyecto, se podrá dar cumplimiento a las necesidades del mercado, lo que da como resultado un incremento en la operación de la empresa, sus ventas y a toda la población del estado, ya que beneficia a la economía Tamaulipeca que los productos de buena calidad sean producidos en el estado.

## 1.3.-Propuesta de solución

Se podrá aprender de cómo galvanizar productos de acero, realizando pruebas de laboratorio y con esto se podrá realizar un manual operativo de fabricación que ayude a establecer las mejores condiciones de galvanizado en caliente a nivel industrial, para su desarrollo, se realizarán los siguientes pasos:

- A) Establecer las condiciones óptimas de funcionamiento del equipo de fundición de Zn.
- B) Realizar una matriz experimental de pruebas de inmersión del material con la finalidad de determinar el rango adecuado de cada una de las variables estudiadas.
- C) Hacer pruebas de laboratorio del material verificado sus resultados y empezar a comprobar su efectividad.
- D) Realizar un manual con especificaciones técnicas de los parámetros a utilizar, serán entregados a la empresa correspondiente.

#### 1.4.-Hipótesis

Conociendo las mejores condiciones de operación del galvanizado en caliente se podrá realizar un proceso de producción por inmersión de láminas de acero, generando un manual de procesos que sea de utilidad para la empresa para la fabricación de piezas y componentes de los diversos productos que manejan. El impacto económico estimado en el ahorro por gastos de transporte y producción de galvanizado será de una ganancia mayor al 40% de sus ingresos anuales.

#### 1.5.-Objetivos

##### 1.5.1-Objetivo general

Determinar las condiciones ideales del proceso de galvanizado por inmersión en caliente para un galvanizado eficaz y capaz de producir a nivel industrial recubrimientos de Zn de alta calidad.

##### 1.5.2.-Objetivos específicos

- 1.- Realizar pruebas de temperatura del baño de galvanizado.
- 2.- Realizar las pruebas de inmersión *in situ* considerando las siguientes variables: tipo de acero, calidad superficial de las piezas a sumergir, tamaño y geometría de la pieza, temperatura de entrada de la pieza metálica, temperatura del baño líquido, nivel de agitación del baño líquido, tiempo de inmersión y eficiencia del enfriamiento.
- 3.- Análisis de la inspección visual del recubrimiento.
- 4.- Pruebas de laboratorio para determinar la calidad de las piezas recubiertas: prueba de dureza, espesor del recubrimiento formado (microscopía óptica), difracción de rayos-x, y microscopio electrónico de barrido.
- 5.- Elaboración de un reporte técnico de las condiciones ideales del proceso de galvanizado.

## 1.6.-Alcances y limitaciones

### 1.6.1-Alcances

- El presente proyecto proporcionara la información acerca del proceso de galvanizado para llevarlo a cabo en la empresa por primera vez en Tamaulipas.
- Servir como base de futuras inmersiones para agregar elementos químicos y mejorar el galvanizado.
- Incrementar la productividad y competitividad de la empresa.

### 1.6.2.-Limitaciones

- No contar con el equipo necesario de trabajo para fundición.
- Falta de materiales para sus pruebas.
- No contar con disponibilidad de personal para fundición.
- Falta de espacios seguros para el proceso de fundición.

## 1.7.-Organización del trabajo

La estructura de este trabajo se describe a continuación: el capítulo I, contiene la introducción, descripción del problema, justificación, propuesta de solución, hipótesis, objetivo general, objetivos específicos, alcances y limitaciones; en el capítulo II se muestra el marco teórico referencial y trabajos relacionados del galvanizado; para el capítulo III se tiene la explicación acerca del proceso de galvanizado así como sus normas ASTM, ISO y NOM; el capítulo IV la metodología y para el último capítulo V los resultados obtenidos tanto como las conclusiones.

# *Capítulo II*

## **MARCO TEÓRICO-REFERENCIAL**

---

### 2.1.-Marco histórico

La historia del galvanizado comienza en 1742, cuando P. Melouin, un químico francés, logró describir un método para revestir hierro al sumergirlo en zinc fundido en una presentación a la Real Academia Francesa. Después de treinta años, Luigi Galvani, de aquí el nombre del galvanizado, descubrió todavía más sobre el proceso electromecánico que se produce entre los materiales [14].

Las investigaciones de Galvani se extendieron en 1829 cuando Michael Faraday descubrió una acción sacrificial del zinc, y en 1836, el ingeniero Sorel obtuvo una patente para el proceso de galvanizado. Ya en 1850 una empresa británica ya empleaba 10,000 toneladas de zinc al año para usar como método de protección al acero, y en 1870 se abrió la primera planta de galvanizado en Estados Unidos. En la actualidad, el proceso de galvanizado en caliente puede encontrarse en todo tipo de aplicación e industrias importantes donde se utilice hierro o acero [16].

El galvanizado por inmersión en caliente tiene su historia de éxito probada y creciente en una gran cantidad de aplicaciones en todo el mundo [17], este proceso fue patentado en Francia hace unos 180 años. Desde entonces este proceso ha sido demostrado ser efectivo y rentable para la protección del acero.

## 2.2.-Marco teórico

### 2.2.1.-Galvanizado en caliente

El recubrimiento de Zn sobre el acero es el proceso más importante y económico utilizado para proteger los componentes de acero contra la corrosión ambiental [18]. Los principios del galvanizado se mantienen prácticamente invariables desde hace mucho tiempo visto del lado tecnológico, pero, debido a nuevas aplicaciones en la industria automotriz y la construcción, hoy en día existen importantes investigaciones sobre aspectos del proceso de galvanizado por inmersión en caliente y de recubrimientos a base de Zn [19].

La galvanización por inmersión en caliente es un proceso que brinda protección anticorrosiva a cualquier producto fabricado de material de acero, consiste en sumergir las piezas en un baño de Zn fundido, las piezas recubiertas por este tipo de proceso son ampliamente utilizadas en obras industriales, civiles, urbanas y comerciales [20].

El galvanizado por inmersión en caliente es el método más antiguo y económico utilizado para aplicar recubrimientos a base de Zn en los aceros para obtener una protección sacrificial contra la corrosión. La formación de fases o compuestos intermetálicos durante la galvanización depende de factores tales como; la velocidad de difusión del Zn en el sustrato de acero y la posterior reacción de aleación entre el Fe (Hierro) y el Zn, la temperatura del baño y la temperatura de los componentes antes de ingresar en el Zn [7].

El Zinc utilizado en plantas comerciales de galvanización contiene algunas impurezas metálicas, en algunos casos, las adiciones se hacen para poder influir en la morfología y la cinética de crecimiento de los recubrimientos de Zinc durante el proceso de galvanizado [8]. Es importante aclarar que cuando el acero contiene una cantidad importante de impurezas o el Zn tiene presencia de elementos como Fe y Si (Silicio), la formación de compuestos intermetálicos dentro del baño líquido es inevitable y difícil de controlar.

### 2.2.2.-Tipos de corrosión

La corrosión y la reparación del daño por corrosión son problemas multimillonarios a nivel mundial, y se estima que este problema le cuesta a los Estados Unidos aproximadamente \$423 mil millones, o cerca del 3% del PIB [21]. Sin embargo, el costo de la corrosión va mucho más allá de lo financiero, también puede generar el desperdicio de recursos naturales, fallas peligrosas y muchos otros costos indirectos. La corrosión es un fenómeno natural que no puede eliminarse por completo, no obstante, pensar que este proceso no puede hacerse nada es una idea equivocada [22].

La corrosión se define como el ataque que sufre un metal por parte de un medio en el que se halla y donde la presencia de oxígeno es la clave, con el consiguiente deterioro de sus propiedades. La importancia de la corrosión en la sociedad actual es fundamentada por el empleo masivo de metales en todo tipo de aplicaciones, estos metales están expuestos a una variedad de ambientes agresivos, razón por la que en su práctica la corrosión representa un grave problema que es difícil y frecuente de reconocer hasta que el deterior del material se ha vuelto irreversible [23].

El tipo de degradación es muy diferente para cada material, en los metales se tiene una pérdida de material a consecuencia del intercambio de electrones, esta afectación recibe el nombre de corrosión, sin embargo en los materiales cerámicos el proceso de corrosión es poco probable, este es un proceso que deteriora un material producido por un ataque químico o electroquímico en su ambiente. En el acero la corrosión por lo regular es de carácter electroquímico, donde existe una transferencia de electrones de un elemento a otro, entre los tipos de corrosión, existen diversos tipos como por ejemplo lo es ataque uniforme, corrosión galvánica, por picaduras, corrosión selectiva, corrosión bajo tensiones, corrosión intergranular y corrosión por erosión [5].

Una falla estructural presente en componentes de acero para la construcción puede observarse en la Figura 2.1, este tipo de fallas se deben a gran medida a las condiciones ambientales y a la falta de protección catódica del acero.



Figura 2.1.-Corrosión en el acero. [24]

#### 2.2.2.1.-Corrosión galvánica

Existen dos principales tipos de celdas galvánicas que ocasionan la corrosión: que es el par bimetálico y la celda de concentración. En la Figura 2.2, se muestra un par bimetálico, es como una batería, que consiste en dos metales diferentes sumergidos en una solución de electrolitos. Una corriente eléctrica (flujo de electrones) se genera cuando los dos electrodos están conectados por un trayecto conductivo externo.

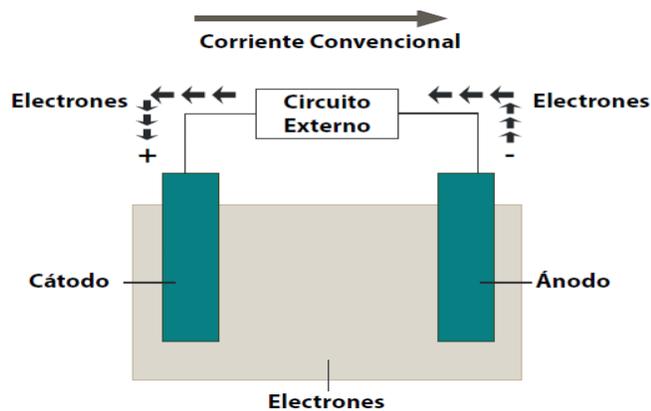


Figura 2.2.-Par bimetálico. [43]

Una celda de concentración contiene un ánodo y un cátodo del mismo metal o aleación y una vía de corriente de retorno. La fuerza electromotora surge de la diferencia en concentración de las superficies a través del trayecto externo. Existen cuatro elementos necesarios para que se produzca la corrosión en una celda galvánica:

**Ánodo:** El electrodo donde la reacción galvánica genera electrones. La corrosión ocurre en el ánodo. **Cátodo:** El electrodo que recibe los electrones. El cátodo está protegido de la corrosión. **Electrolito:** Este es un conductor por donde se transporta la corriente. Los electrolitos incluyen soluciones acuosas u otros líquidos. **Vía de corriente de retorno:** Esta es la vía metálica que conecta el ánodo con el cátodo. A menudo, es el metal subyacente.

Los cuatro elementos, ánodo, cátodo, electrolito y trayecto de corriente de retorno son necesarios para que se genere la corrosión. Si se quita cualquier de estos elementos detendrá el flujo de corriente y la corrosión galvánica no se producirá [24].

### 2.2.3.-Métodos de protección contra la corrosión

El acero es un material de construcción muy fluido y eficiente que puede ofrecer libertad en su diseño. Sin embargo, para los proyectos expuestos a la atmósfera y otros ambientes agresivos, es muy crítico revestir el acero para protegerlo contra la corrosión. Muy seguido los grandes proyectos de construcción tiene una vida útil de diseño óptimo de 50 a 100 años, donde es la necesidad de una protección contra la corrosión que sea durable y perdure. El amplio uso del galvanizado en caliente se debe a la doble naturaleza protectora del revestimiento. Es un revestimiento de barrera, este brinda un sólido de Zn unido metalúrgicamente que cubre por completo la superficie de acero y lo protege de la corrosión. El galvanizado en caliente brinda tres niveles de resistencia a la corrosión del acero: protección de barrera, protección catódica y pátina de zinc [24].

#### 2.2.3.1.-Protección de barrera

Es la primera línea de la defensa contra la corrosión se debe a la protección de barrera. Como suele pasar con las pinturas, el galvanizado en caliente brinda protección al aislar el acero de

los electrolitos que se encuentran en el ambiente. Mientras esta barrera este intacta, el acero estará protegido y no se podrá producir la corrosión, sin embargo, si se penetra esta barrera, comenzará la corrosión.

Ya que debe estar intacta la barrera para poder evitar la corrosión, se cuenta con dos propiedades de suma importancia de protección de barrera y es la adhesión al metal base y su resistencia a la abrasión. Su naturaleza impermeable y fuertemente unida del metal de zinc se vuelve un revestimiento de barrera excelente [24].

#### 2.2.3.2.-Proteccion catódica

A parte de la protección de barrera, el galvanizado por inmersión en caliente protege al acero de forma catódica, lo que significa que el zinc se corroerá por preferencia para proteger el acero desnudo. La protección catódica requiere cambiar un elemento del circuito de corrosión, y así se puede asegurar que el metal base se vuelva el elemento catódico del circuito.

Hay dos variaciones importantes del método catódico de protección contra la corrosión. La primera es un método de ánodo sacrificial, en este método se debe colocar en el circuito un metal o aleación anódicos al metal base bajo protección y se convierte en el ánodo. El metal base que está protegido se convierte en el cátodo y no se corroe. El ánodo se corroe y así es como se brinda la protección buscada [24].

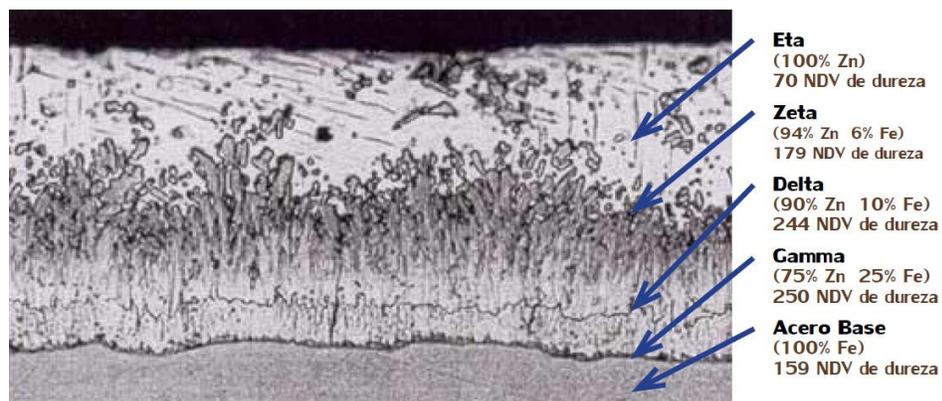
#### 2.2.3.3.-Pátina de zinc

La protección duradera contra la corrosión del galvanizado por inmersión en caliente es el desarrollo de la pátina de zinc. Esto nace con la formación de subproductos de la corrosión de zinc sobre la superficie del revestimiento. El zinc, como todos los metales, se corroe cuando se expone a la atmosfera. Si los revestimientos galvanizados están expuestos tanto a humedad y aire de libre fluidez, se van a formar subproductos de la corrosión naturalmente sobre la superficie del revestimiento. La formación de estos subproductos (óxido de zinc, hidróxido de zinc y carbonato de zinc) se producen durante los ciclos naturales de humectación y secado en el ambiente. La pátina de zinc cuando se desarrolla por completo

minimiza la tasa de corrosión del zinc hasta 1/30 parte de la tasa del acero en el mismo ambiente y actúa como una barrera adicional impermeable [24].

#### 2.2.3.4.-Resistencia a la abrasión

La característica única del revestimiento galvanizado por inmersión en caliente es el desarrollo de capas intermetálicas resistentes a la abrasión que están fuertemente unidas. En la Figura 2.3, se muestra lo que es un corte transversal de un revestimiento galvanizado en caliente de tres capas intermetálicas que son “gamma”, “delta”, y “zeta”, y la capa superior de zinc puro denominada como “eta”.



*Figura 2.3.-Fotomicrografía del revestimiento galvanizado. [24]*

Estas capas se van desarrollando de forma natural en la reacción metalúrgica entre el hierro en el acero y el zinc en la paila. En esta fotomicrografía, también se muestra la dureza de cada una de las capas como un número de dureza Vickers (NDV). Se puede observar las tres capas intermetálicas son más duras que el acero desnudo, y la capa de la fase “eta” posee ductilidad, lo que significa que dificulta mucho poder dañar el revestimiento del galvanizado en caliente [24].

#### 2.2.4.-Materiales utilizados en la industria del galvanizado

En la industria del galvanizado existen diferentes aplicaciones principales que son más comunes, en la Figura 2.4, se enlistan las diferentes aplicaciones donde se utiliza el

galvanizado por inmersión en caliente, como se puede notar la mayor parte de las piezas son ocupadas diariamente en la vida de las personas y van desde un simple tornillo hasta grandes edificaciones.



#### **EDIFICACIÓN**

Estructuras, Escaleras, Barandillas, Vallados, Andamios.



#### **INSTALACIONES INDUSTRIALES**

Naves, Estructuras, Depósitos y Tuberías.



#### **GRANDES ESTRUCTURAS**

Puentes, Túneles, Torres y Mástiles.



#### **AUTOMOCIÓN**

Chasis, Carrocerías y Piezas Diversas de Automóviles y Camiones.



#### **ARMADURAS PARA HORMIGÓN**

Estructura, Construcciones portuarias, Tableros de Puentes, Paneles de Fachada, Prefabricados de Hormigón.



#### **AGRICULTURA Y GANADERÍA**

Invernaderos, Silos, Almacenes, Establos y Corrales, Instalaciones Avícolas, Cercados y Equipos de Irrigación.



#### **CARRETERAS**

Pasarelas, Pórticos de Señalización, Barreras de Seguridad, Pantallas Acústicas, Parapetos.



#### **ELEMENTOS DE UNIÓN**

Tornillería, Clavos, Fijaciones y Accesorios de Tuberías.



#### **MOBILIARIO URBANO**

Farolas, Semáforo, Contenedores, Marquesinas, Bancas, Juegos, Casetas de Autobuses.



#### **DEPORTE Y TIEMPO LIBRE**

Estadios, Piscinas, Polideportivos, Sistema de Iluminación.



#### **ELECTRICIDAD**

Torres y subestaciones eléctricas, Antenas de Telefonía, Repartidores de televisión.



#### **TRANSPORTE**

Catenarias de Ferrocarril, Estaciones, Terminales, Embarcaderos, Almacenes, Instalaciones Auxiliares, Construcción Naval.

Figura 2.4.-Aplicaciones del galvanizado [41].

### 2.2.5.-Formación del recubrimiento de Zinc

El recubrimiento del galvanizado en caliente, consiste en un conjunto heterogéneo de diferentes fases que se forman debido a reacciones metalúrgicas del Fe y el Zn cuando una pieza de acero se sumerge dentro del zinc fundido [16]. Después de la solidificación, el recubrimiento consiste en una capa externa de 100% de zinc (capa  $\eta$ -eta) y capas internas llamadas capas de aleación que consisten en fases intermetálicas de hierro y zinc como la capa zeta ( $\zeta$ , 94% Zn – 6%Fe), capa delta ( $\delta$ , 90% Zn – 10% Fe) y una última capa gamma ( $\Gamma$ , 75% Zn – 25% Fe), ver Figura 2.5. Estas capas intermetálicas son relativamente más duras que el acero subyacente y proporcionan una protección excepcional contra daños en su recubrimiento.

El espesor del recubrimiento se puede optimizar seleccionando la química del baño adecuada y otras condiciones de galvanizado. Un espesor con insuficiente revestimiento, su vida útil reduce, el recubrimiento excesivo aumenta el peso y su costo, un recubrimiento típico en espesor están en un rango de 50-125  $\mu\text{m}$ . Agregando los elementos de aleación tales como Ni (Níquel), Mn (Manganeso), Al (Aluminio), Mg (Magnesio), Si (Silicio), Ti (Titanio), Co (Cobalto), Sb (Antimonio), al baño de Zn proporcionan una buena protección contra la corrosión [25].

A continuación se describen las fases intermetálicas formadas en el galvanizado, y el porcentaje de Fe y Zn en cada una de las capas es diferente [26].

#### -Fase Eta ( $\eta$ ):

La fase eta ( $\eta$ ) es la primer capa del galvanizado con un contenido de 100%Zn y 0%Fe, con una celda unitaria hexagonal, al ser puro en Zn esta es suave y dúctil con una dureza Vickers de 70.

-Fase Zeta ( $\zeta$ ):

La fase Z ( $\zeta$ ) tiene un contenido de hierro aproximado de 6%Fe y 94% Zn, se forma a partir de la reacción química y se encuentra entre la fase delta y la fase eta. Esta fase es isomorfa con una celda unitaria monoclinica con una dureza Vickers de 179.

-Fase Delta ( $\delta$ ):

La fase delta ( $\delta$ ) su composición de hierro es de 10%Fe y 90%Zn, esta se encuentra entre la fase gamma y la fase zeta con una celda unitaria hexagonal con una dureza Vickers de 244.

-Fase Gamma ( $\Gamma$ ):

La fase gamma ( $\Gamma$ ) tiene un porcentaje de hierro de 25%Fe y un 75%Zn, esta es la primer capa unida a la pieza de acero y es la más delgada y frágil a comparación de las demás debido a su contenido de Fe, tiene una celda unitaria cubica centrada en el cuerpo con una dureza Vickers de 250.

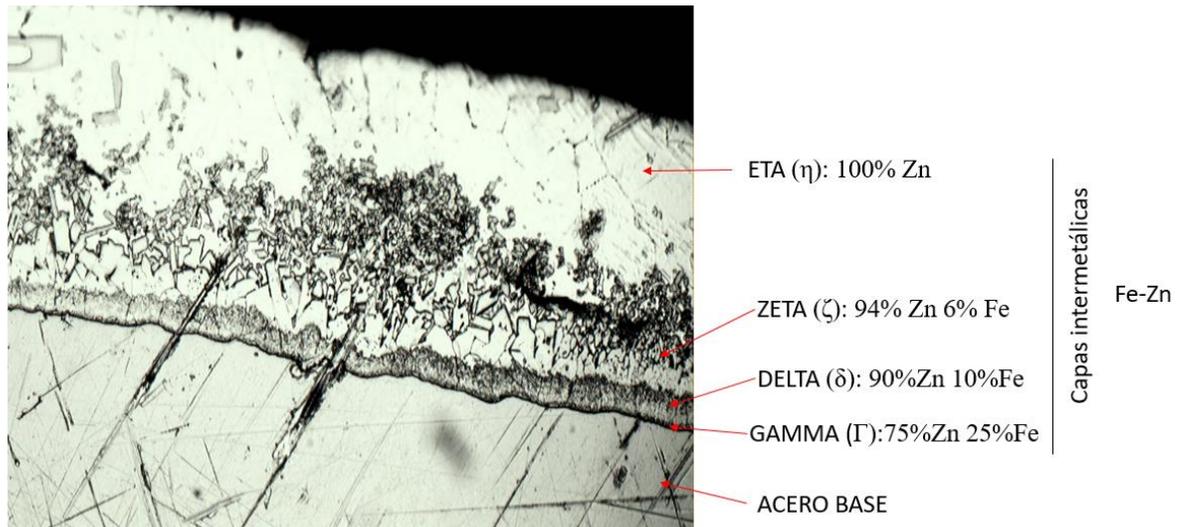


Figura 2.5.-Capas intermetálicas del galvanizado [26].

### 2.2.6.-Composición Química

El aluminio, el plomo, el estaño, el cobre y el níquel son los elementos utilizados y están presentes como adiciones de la aleación o como impurezas que se originan de las materias primas utilizadas durante el proceso. Sin embargo, estos elementos en el baño líquido afectan las características fisicoquímicas, el punto de fusión, la viscosidad, la tensión superficial, etc., el cobre, estaño y cadmio a concentraciones más altas de 1-2% en peso alteran significativamente la apariencia así como la estructura de los recubrimientos [27].

La adición de 0.025% en peso de Al en un baño puro de Zn cambia su morfología de sus capas de aleación de continuo y compacto a discontinuo [28]. Se forma una capa intermetálica muy delgada en el sustrato y no forman capas de aleación, después de 5 y 10 minutos se rompe la capa de inhibición y se desarrollan fases de aleación con el sustrato, principalmente de Fe.

A medida de la concentración de Al aumenta, el crecimiento de capa de inhibición y la disolución de Fe se aceleran, y esto lleva a la formación de la capa de inhibición más rápida y más gruesa [10]. El grosor final es aproximado a 50 nm para 0.2% en peso y para un 0.8% en peso de Al es de aproximadamente 390 nm, el cual es relativamente alto, la formación de la capa de inhibición depende de la concentración de Al y el tiempo de inmersión en función de la difusión de Fe y Al.

El Bismuto en cantidades de 0.5, 1.0 y 2.0% en peso en el baño de Zn, no afecta la morfología de los recubrimientos galvanizados, el Bi (Bismuto) que se añadió se acumula principalmente en la última capa “eta” y parte superior de la capa “zeta” en forma de inclusiones y esto ocasiona que se acelere la corrosión de recubrimiento porque el Bi es catódico para el Zn [14].

La adición de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (Alúmina) junto con  $\text{TiO}_2$  (Óxido de Titanio) [24] mejoraron aún más el rendimiento del recubrimiento por inmersión en caliente, los autores encontraron que el refuerzo con 0.1% de los óxidos mezclados en el recubrimiento era óptimo y también facilitó la protección de barrera sin poder afectar el rendimiento galvánico de este, los recubrimientos

con contenido de óxido de metal solitario resulto con un rendimiento inferior a comparación de un mixto reforzado con óxidos.

En un estudio reciente se sumergieron láminas de acero en 0.37% en peso de Si pre-electro chapadas con capa de Fe en el baño de Zn a una temperatura de 450°C durante varios intervalos de tiempo, el resultado fue que el alto contenido de Si en los aceros, se acumula en la superficie del sustrato de acero debido a la limitada solubilidad del Si en la capa gamma ( $\Gamma$ ), y la disolución de  $\alpha$ -Fe rico en Si en la capa delta ( $\delta$ ), acelera su crecimiento hacia el sustrato de acero y esto provoca la desaparición de la capa gamma ( $\Gamma$ ), con esto el recubrimiento se debilita y se vuelve demasiado grueso por la presencia de Si de los aceros hacia las capas del recubrimiento [30].

S. Shibli y Manu [7], demostraron que la formación de una capa de óxido de hierro en la superficie del acero antes de la inmersión al baño de Zn es muy efectiva en relación de rendimiento galvánico del recubrimiento, la capa de óxido de hierro suprime la difusión de Zn en el sustrato durante el inicio del proceso de galvanizado, el ion cloruro presente en el flujo desarrolla grietas y otros defectos menores lo que facilita la difusión del Zn en el sustrato de acero, las capas internas ricas en Fe son más beneficiosas que la capa externa de Zn puro en condiciones agresivas. La formación de fases o compuestos intermetálicos durante el galvanizado va a depender de la velocidad de difusión del zinc en la lámina y la reacción que ocurra entre el hierro y el zinc, en si todas las variables del proceso.

M. Dutta y col., [31], realizaron el proceso de galvanizado en baños de Zn-Mg con contenido alto y bajo de Mg y otro baño de Zn-Mg-Al, el recubrimiento fue posible a temperaturas inferiores que a las temperaturas del galvanizado convencional, la dureza de la superficie superior de los recubrimientos en estos 2 tipos de baños fue mayor que solo en baños de Zn puro, esto puede mejorar la resistencia al rayado como beneficiarse en el manejo de los aceros recubiertos. Los aceros galvanizados en el baño con Zn, Mg con 0.5% en peso y Al con 0.25% en peso, mostraron mejor resistencia a la corrosión que los aceros recubiertos en baños de Zn-Mg.

S. Shibli y Manu [9], realizaron una mejora del rendimiento al recubrimiento de Zn con Ni dispersado en la capa inferior, encontraron que la presencia del Ni mejora significativamente el rendimiento del galvanizado como las propiedades físicas incluida la soldabilidad y la dureza del recubrimiento, también reduce sustancialmente el espesor y la tasa de corrosión del galvanizado al igual que facilita la difusión de Zn, su superficie lisa y no porosa con este método se puede evitar la condensación de humedad sobre el recubrimiento y minimizar la velocidad de corrosión.

Recientemente S. Natali y col [32], analizaron un recubrimiento de Zn con adiciones de 0.2% en peso de Ti, encontrando que presentaban un espesor mayor que los recubrimientos tradicionales, con un tiempo de inmersión igual pero con mayor temperatura del baño, también demostraron que es posible obtener un recubrimiento del mismo grosor de una muestra galvanizada tradicional pero con menores tiempos de permanencia. Respecto a sus características mecánicas, estos recubrimientos Zn-Ti son más frágiles que los tradicionales, se debe a la fase eta ( $\eta$ ), representa un punto fácil de inicio de grietas por su fragilidad, por esta razón no son adecuados para tensiones dinámicas de tipo impulsivo, por el contrario, tiene una mayor dureza superficial promedio y pueden usarse en ciertos tipos de aplicaciones estáticas.

V. Cocco y col [12], compararon dos baños de Zn para analizar las fases intermetálicas y comportamiento a la flexión tanto como daños provocados. El contenido de los baños fue de Zn-Sn con 3% en peso de Sn y Zn-Ti con 0.5% en peso de Ti. El baño de Zn-Sn generó las fases intermetálicas tradicionales que se obtiene con baños de Zn puro, el baño de Zn-Ti presentó una capa multifásica y un espesor más grande de lo tradicional. Las pruebas de flexión muestran valores más altos de resistencia en Zn-Sn que los recubrimientos de Zn-Ti a pesar de que los espesores de este son mayores que los recubrimientos de Zn-Sn. Los daños provocados en los recubrimientos del baño de Zn-Sn se dieron en la fase delta ( $\delta$ ) y un poco en la fase zeta ( $\zeta$ ) debido a las grietas que provienen de la fase delta mientras que el baño de Zn-Ti no se observaron daños.

F. García y col [33], estudiaron el incremento en el contenido de Si a valores superiores de 1.3% de peso en el baño líquido de Al-Zn, el resultado fue que a estos contenidos de Si se reduce el espesor de la capa de aleación en la interfaz del revestimiento, este efecto se mejora aún más al agregar pequeñas cantidades de Ti al baño líquido Al-Zn-Si provocando un refinamiento general del espesor de la capa de aleación y las partículas que se presentan en la mayor parte del recubrimiento.

Y. Gui y col [25], realizaron adiciones de 0.05% de Ti en peso al baño de Zn, las partículas  $\Gamma_2$  se generan en la capa  $\eta$  lo que evita que se genere una capa zeta ( $\zeta$ ) coherente y compacta. Además cuanto más cantidad de Ti se agrega al baño aparecerán más partículas de  $\Gamma_2$ , estas partículas en los recubrimientos crecen notablemente al prolongar el tiempo de inmersión, con un mayor contenido de Ti.

Y. Xie y col [34]., analizaron baños de Zn - 5% en peso de Al - x Mg (x=0, 1, 2, 2.5, 3 y 5% en peso), su resultado fue que el Mg no forma ninguna fase nueva con las capas intermetálicas de Fe-Al, sin embargo, el Mg existe en dos formas en la capa de reacción, durante la nucleación y el crecimiento de los compuestos intermetálicos de Fe-Al, el Mg se agrega en los límites de grano de los compuestos intermetálicos Fe-Al lo que resulta el refinamiento del grano.

J. Culcasi y col [35]., estudiaron la adición de 0.18 a 0.30% de Al a un baño de Zn, con esto controlaron el crecimiento de las capas intermetálicas Fe-Zn produciéndose una capa intermetálica delgada de  $\text{Fe}_2\text{Al}_5$ , este dificulta la aleación entre la lámina de acero y el Zn fundido y se le conoce como capa de inhibición ya que inhibe o retarda la formación de fases de Fe-Zn indeseables con altos contenidos de Fe, sin embargo esta capa es inestable y el crecimiento local de las fases Fe-Zn se encuentra en tiempos de inmersión más largos.

Estudios recientes [36], añadieron pequeñas cantidades de Ni de 0.1 y 0.5% en peso al baño de Zn, los resultados fueron que el Ni redujo el espesor de los recubrimientos y el tamaño de grano respecto al galvanizado tradicional, también provocó cambios en la morfología de los recubrimientos, dado que afecta el crecimiento de las capas intermetálicas pero no afectó

significativamente la adherencia y origino un destacable incremento de la microdureza de los recubrimientos.

A. Bakhtiari [37], estudio la adición de Mn y su efecto en el espesor del recubrimiento, encontrando que este disminuye a una concentración por debajo de 0.1% en peso. Esta adición de Mn redujo las capas intermetálicas gamma ( $\Gamma$ ), delta ( $\delta$ ) y zeta ( $\zeta$ ). Esta reducción es importante y de beneficio para los recubrimientos de Zn, al agregar el Mn al baño de Zn dará una mayor resistencia a la corrosión de los recubrimientos galvanizados en caliente.

Agregando Mg de 0.50-0.75% y Sb de 0.08% en peso al baño de Zn da como resultado una mejora en las propiedades resistentes a la corrosión debido a la formación de la mezcla eutéctica de Zn/Al/Mg en los límites de grano y distribución de Sb dentro del recubrimiento [38].

El contenido de Mn fue evaluado en cantidades de 0.2% 0.5% y 0.7% en peso, encontrándose que se forma una película de óxido de Mn sobre la superficie [39], el color de este recubrimiento varía según las temperaturas a las que se sumerge el material. La adición de este elemento podría conducir al aumento del espesor de la capa delta ( $\delta$ ) del recubrimiento de Zn. Este revestimiento puede mejorar la resistencia a la corrosión.

Amadeh y col [40], estudiaron la resistencia a la corrosión de los recubrimientos de Zn por inmersión en caliente, demostrando que se puede mejorar mediante la adición de pequeñas cantidades de REM (Metal de tierras raras), Zn - 0.1% REM mostró mejor resistencia a la corrosión y la morfología de la superficie, la adición de la capa de recubrimiento de Zn-REM no afecta la naturaleza de los productos de corrosión que se forman en la superficie.

En la Tabla I se presenta una comparación de los trabajos relacionados para obtener una mejor comprensión de estos, acerca de sus composiciones químicas agregadas al baño de galvanizado. Elementos: Al (Aluminio), Sn (Estaño), Cu (Cobre), Ni (Níquel), Cd (Cadmio), Ti (Titanio), Si (Silicio), Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Óxido de Hierro), Mg (Magnesio), Mn (Manganeso), Sb (Antimonio), Bi (Bismuto), REM (Metal de Tierras raras).

TRABAJOS RELACIONADOS		ELEMENTOS AGREGADOS												
		Al	Sn	Cu	Ni	Cd	Ti	Si	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Mg	Mn	Sb	Bi	REM
Min et. al., 2018	Effects of aluminum concentration on the formation of inhibition layer during hot-dip galvanizing	●												
Xie, et. al., 2018	Effect of Mg on Fe-Al interface structure of hot-dip galvanized Zn-Al-Mg alloy coatings	●							●					
Barba, et. al., 2018	Influencia de la adición de pequeñas cantidades de Ni a baños de galvanizado por inmersión en caliente, en las propiedades de aceros al carbono galvanizados				●									
Cocco et. al., 2017	Sn and Ti influence on damage of bent hot-dip galvanizing phases		●				●							
Natali, et. al., 2015	Mechanical and structural characterization of Zn-Ti colored coatings						●							
Kumar, et. al., 2015	Effect of Mg addition (in Zn bath) on galvanized sheet quality	●							●		●			
Wang y Zeng, 2014	Effects of manganese addition on microstructures and corrosion behavior of hot-dip Zn coatings of hot-rolled steels									●				
Gui, et. al., 2014	Change rules of $\Gamma_2$ particles in hot-dipped Zn-Ti coating						●							
Oviedo, 2012	Estructura y caracterización de los recubrimientos galvanizados por inmersión en caliente, sobre aceros		●	●		●								
Bakhtiari, 2012	Effects of a small addition of Mn on modifying the coating thickness, structure and corrosion resistance of hot-dip galvanized coatings									●				
Dutta, et. al., 2010	Morphology and properties of hot dip Zn-Mg and Zn-Mg-Al alloy coatings on steel sheet	●							●					
Parvini y Rafiezadeh, 2009	Effect of aluminum on microstructure and thickness of galvanized layers on low carbon silicon-free steel	●												
Shibli, et. al., 2007	Electrochemical and structural characterization of the mixed oxides-reinforced hot-dip zinc coating						●							
Shibli y Manu, 2006	Improvement of hot-dip zinc coating by enriching the inner layers with iron oxide							●						
Pistofidis et. al., 2006	The effect of bismuth on the structure of zinc hot-dip galvanized coatings												●	

García, et. al., 2006	The role of Si and Ti additions on the formation of the alloy layer at the interface of hot-dip Al-Zn coatings on Steel strips	●						●	●									
Jintang, et. al., 2006	Influence of silicon on the $\alpha$ -Fe/ $\Gamma$ interface of hot-dip galvanized steels								●									
Shibli y Manu, 2004	Process and performance improvement of hot dip zinc coating by dispersed nickel in the under layer				●													
Amadeh, et. al., 2002	Effects or rare earth metal addition on surface morphology and corrosion resistance of hot-dipped zinc coatings																	●
Culcasi, et. al., 1999	Control of the growth of zinc-iron phases in the hot-dip galvanizing process	●																

*Tabla I.-Comparación de trabajos relacionados.*

En la Tabla I son presentados algunos ejemplos de los diferentes experimentos que se han realizado a lo largo del tiempo para la protección del acero por medio del proceso de galvanizado. En este trabajo se utilizó solo Zn electrolítico con alta pureza de 99.89%, sumado de un técnica que es la aplicación de *sand blast* para limpieza de láminas antes de su inmersión en el baño líquido de Zn. Para pruebas futuras se evaluara que elementos se pueden agregaran al baño líquido, ejemplos son Al, Si, Sn, Ti, Nb (Niobio) o algunas tierras raras ya que estos elementos ayudan a reducir la contaminación de Fe diluido que se desprende de las láminas de acero en el baño líquido de Zn.

# *Capítulo III*

## **GALVANIZADO EN CALIENTE**

---

El galvanizado por inmersión en caliente es el sistema ideal para la protección del acero, consiste en un metal de Zn fundido que recubre el sustrato de acero formando una capa protectora. Este método es eficaz para poder evitar la corrosión y así solucionar los diferentes problemas que se presentan en la mayor parte de las aplicaciones industriales, ningún otro procedimiento puede igualarlo por su seguridad, duración, bajos costos de conservación y economía a largo plazo [41].

### 3.1.-Etapas del proceso de galvanizado

La preparación de la superficie es lo más importante al momento de aplicar cualquier recubrimiento. La mayor parte de los problemas que se presentan en un material es cuando falla el recubrimiento antes de que termine su vida útil, esto se debe a una preparación incorrecta o inadecuada de la condición superficial de las piezas o componentes a recubrir [42]. El proceso de galvanizado contiene sus propios medios incorporados para el control de calidad sencillamente porque el zinc no reacciona con el material que no esté totalmente limpio. Cuando falla la preparación de la superficie, será visible inmediatamente cuando se retire el material del baño de zinc ya que este no estará cubierto totalmente como se espera [21], a continuación, se muestran los pasos a seguir para obtener un adecuado recubrimiento de acuerdo con [21];

### 3.1.1.-Desengrase

Las piezas a recubrir deben someterse a una solución alcalina caliente que debe rondar cerca de 40 °C a 50 °C, y así limpiar la superficie del material para eliminar los contaminantes orgánicos como la tierra, algunas marcas de pintura, así como la grasa o aceite, provenientes de procesos anteriores como conformado corte o doblado de las láminas. Su eliminación de la superficie es fundamental debido a que interfieren de manera determinante en la calidad de los productos terminados al inhibir directamente la reacción Zn-Fe. En el caso de la escoria de soldadura que no pueda eliminarse mediante el desengrasado debe quitarse antes del galvanizado mediante granallado, arenado u otros medios mecánicos. Existen soluciones desengrasantes del tipo ácido, pero son preferibles las alcalinas porque son de menor costo y mucho más eficientes.

### 3.1.2.-Enjuague

Después del desengrase, las piezas deben sumergirse en algún recipiente con agua limpia para eliminar el exceso del proceso del desengrase previo al decapado.

### 3.1.3.-Decapado

Una solución diluida de ácido sulfúrico caliente o ácido clorhídrico a temperatura ambiente elimina los óxidos de hierro de la superficie del material a fin de tener una superficie químicamente limpia, para asegurar una buena adherencia.

Los óxidos de hierro presentes pueden originarse en dos fuentes principales, como son: el óxido de laminación producido con la fabricación del acero. Óxidos de hierro generado como resultado de la corrosión atmosférica que ataca el acero desde el momento en el que está expuesto al ambiente.

### 3.1.4-Enjuague

Previo al fluxado se debe enjuagar en agua limpia para evitar el arrastre de ácido y hierro en la solución, las cuales pueden contaminar el fluxado y el zinc fundido.

### 3.1.5.-Uso de flux

En una solución de cloruro de zinc y amonio que sirve para proteger el material de la oxidación después del decapado y además que puede permitir al zinc el deslizarse sobre el material con más facilidad. Las piezas deben secarse y precalentarse antes de sumergirlas en el baño de zinc. El flux elimina pequeñas capas de óxido para proteger al material contra la oxidación antes de que pase al baño de zinc.

### 3.1.6.-Secado

El secado es principalmente como un proceso de eliminación de humedad para poder obtener un producto sólido y seco. La humedad se presenta como una solución líquida dentro del sólido.

### 3.1.7.-Galvanizado

Las piezas o componentes previamente pasadas por los procesos antes mencionados se sumergen por completo en un baño de zinc fundido. La química del baño esta especificada en la norma B6 de la ASTM y requiere al menos 98% de zinc puro mantenido aproximadamente a 450 °C. Mientras está sumergido, el zinc reacciona con el hierro en el acero y forma una serie de capas intermetálicas de aleación zinc/hierro.

Una vez que se completa el crecimiento del revestimiento del material se puede retirar del baño de galvanizado y se elimina el exceso de zinc mediante drenaje o vibración. El espesor del recubrimiento es proporcional al tiempo de inmersión.

### 3.1.8.-Inspección

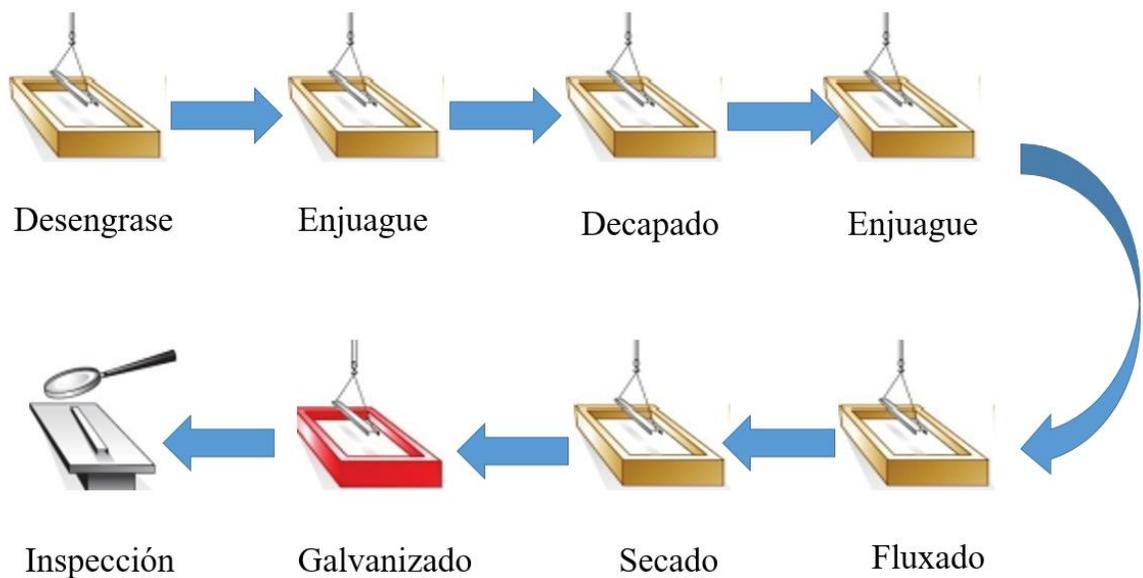
Una vez fuera del baño la inspección del acero galvanizado en caliente es simple y rápida, pueden enfriarse en agua o dejarse enfriar al aire libre. A continuación, se verifican para eliminar posibles rebabas, gotas punzantes y adherencias superficiales de cenizas. Se realizan ciertas cantidades de pruebas físicas y de laboratorio para determinar el espesor, la uniformidad, la adherencia y el aspecto.

Los productos galvanizados según estándares aceptados y aprobados se establecieron hace tiempo, el ASTM y la organización internacional para la estandarización (ISO).

### 3.1.9.-Resultado del Galvanizado

El espesor de los recubrimientos galvanizados es un criterio fundamental para poder establecer cuál es la calidad de estos. Se puede expresar normalmente en micrómetros ( $\mu\text{m}$ ), o como también puede realizarse en  $\text{g}/\text{m}^2$  (masa de recubrimiento por metro cuadrado de la superficie).

En la Figura 3.1, se muestra un ejemplo de cómo se deben seguir las etapas del proceso del galvanizado por inmersión en caliente, empezando por el desengrase para que la lámina entre sin manchas de aceite hasta la llegar a la inspección y verificar los aspectos que tiene el recubrimiento según las normas.



*Figura 3.1.-Etapas del proceso de galvanizado. [43]*

### 3.2.-Rendimiento de los revestimientos del galvanizado

Se han realizado estudios del rendimiento de los revestimientos galvanizados bajo diversas condiciones ambientales. La resistencia a la corrosión de revestimientos de zinc se determina principalmente por el espesor del revestimiento, pero cambia por las condiciones ambientales. La vida útil de un revestimiento es importante para el planteamiento y la elaboración de presupuesto del mantenimiento necesario, a continuación se muestran las diferentes condiciones ambientales [43];

#### 3.2.1.-En la atmósfera

El zinc comienza a corroerse como todos los metales, naturalmente cuando se expone a la atmósfera. El óxido de zinc es el producto de corrosión inicial sobre la superficie y se forma por reacción entre el revestimiento de zinc y el oxígeno en la atmósfera. Cuando el óxido de zinc interactúa con la humedad puede convertirse en hidróxido de zinc.

#### 3.2.2.-Entorno industrial

Este entorno es generalmente el más agresivo en términos de corrosión. Las emisiones al aire pueden contener algunos sulfuros y fosfatos que causan el consumo del revestimiento. Los escapes de los automóviles, los camiones y las plantas son algunos ejemplos de estas emisiones.

#### 3.2.3.-Entornos marinos tropicales

Se encuentra en regiones climáticas donde la temperatura rara vez cae por debajo del punto de congelación del agua. El alto grado de humedad en combinación con los cloruros en el aire, hace que estos climas sean casi tan corrosivos como los entornos industriales.

Las temperaturas más cálidas del ambiente marino tropical elevan el nivel de actividad de los elementos corrosivos en el revestimiento del material. También afecta la velocidad y dirección del viento, como también la proximidad de la costa.

### 3.2.4.-Entornos marinos templados

Son menos corrosivos que los entornos marinos tropicales debido a los niveles de temperatura y humedad más bajos de la región templada.

### 3.2.5.-Entornos suburbanos

Son casi generalmente menos corrosivos que los entornos industriales, se encuentra en comunidades perimetrales en su mayor parte, residenciales de las áreas céntricas o urbanas.

### 3.2.6-Entornos rurales

Son los menos agresivos de los cinco tipos. Esto se debe al nivel relativamente bajo de azufre y otras emisiones que se pueden encontrar en este tipo de entornos.

La Tabla II, indica el promedio de años útil del acero galvanizado, se muestra el espesor que debe tener el recubrimiento o también según su peso y esto define el tiempo de duración en las diferentes atmosferas:

Espesor del recubrimiento		N° de años promedio de duración hasta la aparición de una oxidación del 5% sobre el acero.			
Milésimas de plg.	gr/m <sup>2</sup>	Atmosfera rural	Atmosfera marina	Atmosfera urbana	Atmosfera industrial
0.0015 a 0.0031	259 a 557	17-35	12-20	10-15	4-8
0.0031 a 0.0047	557 a 844	35-50	20-35	15-25	8-12
0.0047 a 0.0078	884 a 1400	50-75	35-50	25-40	12-18

*Tabla II.-Resistencia a la corrosión de los recubrimientos galvanizados [24].*

En la Figura 3.2, se muestra la duración en años de cada tipo de entorno y el espesor promedio indicado de galvanizado por inmersión en caliente entre más grande sea el espesor más tiempo de duración.

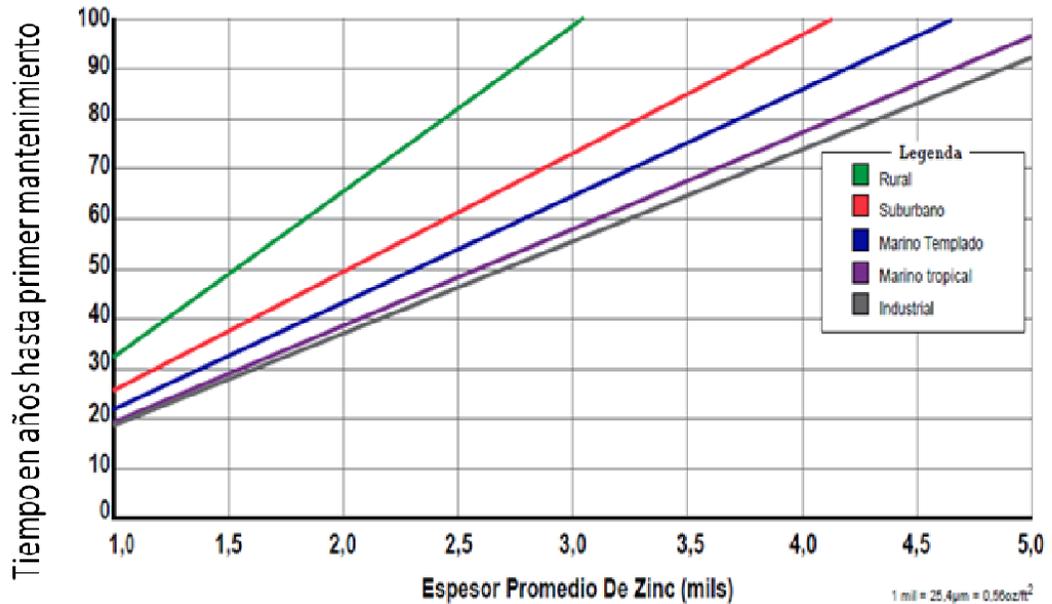


Figura 3.2.-Tiempo hasta el primer trabajo de mantenimiento [24].

En la Tabla III, se enlistaron 10 razones del porque es necesario realizar el galvanizado por inmersión en caliente, dando una idea clara de lo importante que es hoy en día el uso del material galvanizado.

<p><b>1.-Larga duración</b></p> <p>Un recubrimiento de 100 micras, puede durar de 12 a 25 años en un ambiente altamente corrosivo.</p>	<p><b>6.-Resistente</b></p> <p>El recubrimiento galvanizado es muy resistente a los golpes y raspones, gracias al Zn, al formar capas intermetálicas.</p>
--	---

<p><b>2.-Libre de mantenimiento</b></p> <p>Los recubrimientos galvanizados no requieren mantenimiento</p>	<p><b>7.-Se puede soldar</b></p> <p>Con procedimientos estandarizados bajo normas internacionales</p>
<p><b>3.-Economico</b></p> <p>Por su larga duración, sale más barato que solo pintar.</p>	<p><b>8.-Recubrimiento total</b></p> <p>Se recubre el 100% de la superficie de la pieza, tanto externa como interna.</p>
<p><b>4.-Versátil</b></p> <p>Se puede galvanizar piezas pequeñas como tornillos hasta grandes estructuras.</p>	<p><b>9.-No depende del clima</b></p> <p>Las estructuras galvanizadas pueden ser instaladas sin importar las condiciones del clima</p>
<p><b>5.-Fiable</b></p> <p>El galvanizado por inmersión en caliente es un proceso controlado y especificado por las normas ASTM, ISO y NMX.</p>	<p><b>10.-No contamina el medio ambiente</b></p> <p>El Zn del recubrimiento es 100% natural y no daña el medio ambiente.</p>

*Tabla III.-Razones para galvanizar [44].*

### 3.3.-Problemas más comunes en el proceso de galvanizado

En la Tabla IV se enlistaron una serie de casos en los que el galvanizado puede tener ciertos errores al momento de hacer el proceso por inmersión en caliente, los posibles problemas que se presenten así como sus posibles causas, acompañado de algunas recomendaciones al momento de este importante proceso.

Problema	Causas	Recomendaciones
Exceso de zinc	Superficie del material demasiado rugosa por decapado excesivo	Disminuir el tiempo de permanencia en el baño de decapado
	Temperatura del baño demasiado alta	Reducir la temperatura del baño de zinc
	Demasiado tiempo de permanencia en el baño de zinc	Disminuir el tiempo de permanencia del material en el baño
Ecurrido irregular	Artículos en contacto durante la extracción	Mantener separados los artículos
	Extracción demasiado rápida	Sacar el material más lentamente
	Baño de zinc demasiado frío	Aumentar la temperatura del baño
Recubrimiento gris oscuro	Composición del acero (mucho Si, P o C)	Típico de los aceros con alto Si y fundiciones
	Enfriamiento lento después de la galvanización	Evitar el apilamiento en caliente. Enfriar en agua
	Desprendimiento de hidrogeno durante la solidificación del recubrimiento	Evitar el decapado excesivo
Falta de adherencia	Residuos de grasa o aceite	Revisar el proceso de limpieza
	Residuos de oxido	Revisar la operación de decapado
	Baño de zinc con exceso de Al	Regular las adiciones de Al (0.006%) Max
	Defectos de laminación en el acero	Comprobar la calidad del acero suministrado
	Impurezas en la superficie del material	Revisar el estado del flux y la operación se secado
	Porcentaje del cadmio demasiado alto en el baño de zinc	Cambiar la calidad del lingote de zinc por uno de mayor pureza
	Enfriamiento lento después de la galvanización	Evitar el apilamiento en caliente, enfriar más rápidamente
Manchas blancas	Almacenamiento de artículos en forma compacta en condiciones de humedad	Almacenamiento y expedición en seco con buena ventilación, separar las piezas
	Empaquetado de artículos húmedos después de enfriamiento en agua	Enfriar en agua muy caliente. Utilizar jabón blando, petróleo.

*Tabla IV.-Análisis de problemas, causas y recomendaciones después del galvanizado [47].*

### 3.4.-Normas aplicadas a la galvanización

Las normas relacionadas principales para el proceso de galvanizado por inmersión en caliente según los estándares internacionales y europeos son presentados en las normas ISO, ASTM y algunas que existen en México (NOM) que rigen los estándares para el proceso según las condiciones que hay en el país [44], en dónde se muestran los requisitos generales sobre las especificaciones que debe hacer el cliente para generar el recubrimiento, las propiedades del galvanizado, además de requisitos que son relacionados al proceso y la seguridad [21].

#### 3.4.1.-Normas ISO

La organización internacional para la estandarización, está compuesta por representantes de los organismos de normalización que agrupan cerca de cien países y produce normas internacionales y comerciales. Su propósito es desarrollar normas que promuevan la cooperación en actividades económicas, científicas, intelectuales y tecnológicas, para facilitar el intercambio universal de bienes y servicios [21].

Las siguientes normas son relacionadas a la galvanización:

ISO 9001: se centra en todos los elementos de administración de calidad para tener un sistema efectivo que le permita administrar y mejorar la calidad de sus productos.

ISO 1459: Protección por galvanización en caliente

ISO 1461: Estándar internacional para recubrimientos de galvanizado por inmersión en caliente en productos de hierro y acero.

ISO 3575: Chorros continuos galvanizados en caliente

#### 3.4.2.-Norma NMX

Estas son elaboradas por un organismo nacional de normalización. Establecen los mínimos requisitos de la calidad en los productos y servicios, con el objetivo de proteger y orientar a los consumidores [44]. Esta norma mexicana específica las propiedades generales y los métodos de ensayo de los recubrimientos aplicados mediante inmersión en caliente en Zn

fundido (que no tenga más del 2 % de otros metales) sobre piezas y artículos diversos fabricados con hierro y acero [21].

NMX-H-004: industria siderúrgica-productos de hierro y acero recubiertos con Zn galvanizados por inmersión en caliente especificaciones y métodos de prueba.

### 3.4.3.-Normas ASTM

Se fundó en 1898, ASTM (Asociación Americana de Prueba de Materiales), es una organización internacional de desarrollo de normas más grande del mundo [44]. En ASTM se reúnen productores consumidores y usuarios entre otros para crear normas de consenso voluntarias [21] a continuación se presentan las normas ASTM sobre el galvanizado:

ASTM A123/A123M: especificación para revestimientos de Zn galvanizados por inmersión en caliente.

ASTM A780: practica estándar para la reparación de las áreas dañadas y sin recubrimientos de capas de galvanizados por inmersión en caliente.

ASTM A385: practica estándar para proveer revestimientos de Zn de alta calidad.

ASTM B6: Especificaciones para el Zn.

# Capítulo IV

## METODOLOGÍA

---

Para determinar las condiciones ideales del proceso de galvanizado por inmersión en caliente, en este capítulo se presenta la descripción de los procesos, equipo y material utilizado que fueron llevados a cabo para realizar las pruebas de recubrimiento de Zn.

### 4.1.-Análisis químico

El Zn es uno de los elementos que son menos comunes, se estima que forma parte de la corteza terrestre en un 0.0005-0.02%, ocupa el lugar #25 en orden de abundancia entre los elementos. Las principales ventajas a la hora de usar el Zn es por su punto bajo de fusión y en el hecho de que el Zn es anódico respecto al acero, es decir, cuando se pone en contacto con Fe o acero en presencia de un electrolito, el Zn se corroe con preferencia frente el Fe o acero [23,45].

El contenido de elementos químicos presentes en el Zn electrolítico utilizado para el presente proyecto se describe en la Tabla V:

Elementos	Zn	Pb	Mg	Al	Cd	Fe	Sn	Cu	Sb
Peso %	99.89	0.0050	0.00010	0.0050	0.0020	0.085	0.0050	0.00050	0.0050

*Tabla V.- Composición química del Zn.*

#### 4.2.-Aplicación de la técnica *sand blast*

El uso de la técnica de sand blast consiste en un sistema de lanzamiento de materiales abrasivos con aire a presión sobre cualquier superficie rígida, para remover óxido, escama de laminación, pintura y así preparándola para la aplicación de un recubrimiento. El espesor del recubrimiento de Zn sobre el acero incrementa usando esta técnica, este proceso se usa cuando se necesita un recubrimiento más grueso [28]. En la Figura 4.1, se muestra el equipo utilizado para la limpieza de las láminas con ayuda de un compresor y usando protección personal para someter el material.



*Figura 4.1.-Sand Blast [43].*

#### 4.3.-Pruebas de inmersión

Para este proyecto de galvanizado se utilizó un horno de piso revestido con material refractario provisto de un mechón para altas temperaturas, el crisol utilizado fue de material de grafito de 1" de espesor de pared, y con una capacidad promedio de 10 Kg, ver Figura 4.2, se vertió el contenido de 3 Kg de aleación de Zn-Al de 99% Zn y .005% Al, para su fusión, mientras que la temperatura fue monitoreada por un termopar digital situado en medio del baño líquido, el calentamiento fue mediante un calentador de piso, Figura 4.3. Antes de la inmersión en el baño, las láminas fueros limpiadas primeramente por arena a chorro y posteriormente se sumergieron en una solución de 1 M de HCL y se precalentaron a una temperatura entre 200-350°C, después, se sumergieron las láminas precalentadas y tratadas

con la solución acida en el baño liquido de Zn fundido a diferentes temperaturas y diferentes tiempos de permanencia.



*Figura 4.2.-Crisol.*



*Figura 4.3.-Tanque con mechón.*

El termopar consiste en dos metales diferentes unidos por un extremo, cuando la unión de los dos metales se calienta o enfría se produce un voltaje que se puede correlacionar con la temperatura. En la Figura 4.4, se muestra el termopar tipo-K el cual sirve para medir la temperatura en rangos de (-200 a 2316°C).



*Figura 4.4.-Controlador de temperatura [44].*

Para poder realizar las mediciones al tratamiento de las láminas antes de su inmersión se necesitó de un termómetro infrarrojo digital, en la Figura 4.5, se muestra este termómetro portátil que dispara un haz de luz a través del puntero laser.



*Figura 4.5.-Termómetro digital.*

#### 4.4.-Metalografía

Se realizó el método de pulido y desbaste, en una máquina EcoMet 30 (ver Figura 4.6) con lijas de SiC (Silicio de carburo), empezando con numeraciones de 120 hasta 4000 y con esto conseguir un rayado uniforme en las muestras de baquelita. En la Figura 4.7 se muestran las láminas galvanizadas montadas en baquelita primero para poder facilitar su manejo y para poder visualizar sus capas intermetálicas por medio de un microscopio óptico una vez preparadas.



*Figura 4.6.-Máquina de desbaste.*



*Figura 4.7.-Láminas en baquelita.*

#### 4.5.-Análisis visual de capas intermetálicas mediante un Microscopio Óptico

En un microscopio óptico se tomaron fotografías de las láminas galvanizadas para observar sus capas y así realizar las mediciones de cada una. En la Figura 4.8 se muestra el microscopio utilizado marca Nikon Epiphot 200, y en la Tabla VI, se describen sus especificaciones.



*Figura 4.8.-Microscopio Nikon Epiphot 200.*

Clasificaciones de entrada	12V DC, 8.5A
Corriente nominal	3A
Lámpara halógena	12V-100W Fuente de luz halógena
Entorno operativo	Temperatura de ambiente: 0°C a 40°C. Humedad relativa: 85% Max.

*Tabla VI.-Especificaciones Microscopio Nikon Epihot 200.*

#### 4.6.-Difracción de rayos X (DRX)

Para el análisis de la estructura e identificación de las fases cristalinas se utilizó un difractómetro Equinox 2000 (INEL, Artenay, Francia) con radiación  $\text{CoK}\alpha_1$  (1.79026 Å), (ver Figura 4.9). También se usó la base de datos PDF-2 (2004), Powder Diffraction File del ICDD (International Centre for Diffraction Data), así como el software Match 3, Phase Identification from Powder Diffraction, versión 2. Se colocaron en una porta muestras de aluminio. A continuación en la Tabla VII, se muestran las especificaciones del Difractómetro de Rayos X.

Radiación	$\text{CoK}\alpha_1$ (1.79026 Å)
Monocromador	Germanio, que separa $\text{K}\alpha_1/\text{K}\alpha_2$
Voltaje de operación	30Kv-20 mA
Mezcla de gas	Argón/Etano
Presión de gas	9.8 bars
Flujo de gas	1 a 3 burbujas/seg
Detección simultánea de rango	$2\theta$ de 0° a 110°

Óptica simple utilizando solo	$\text{K}\alpha_1$
Resolución de	0.95 (ancho de pico, o FWHM)

*Tabla VII.-Especificaciones de Difractómetro de Rayos X.*



*Figura 4.9.-Difractómetro de Rayos X Equinox 2000.*

#### 4.7.-Dureza Vickers

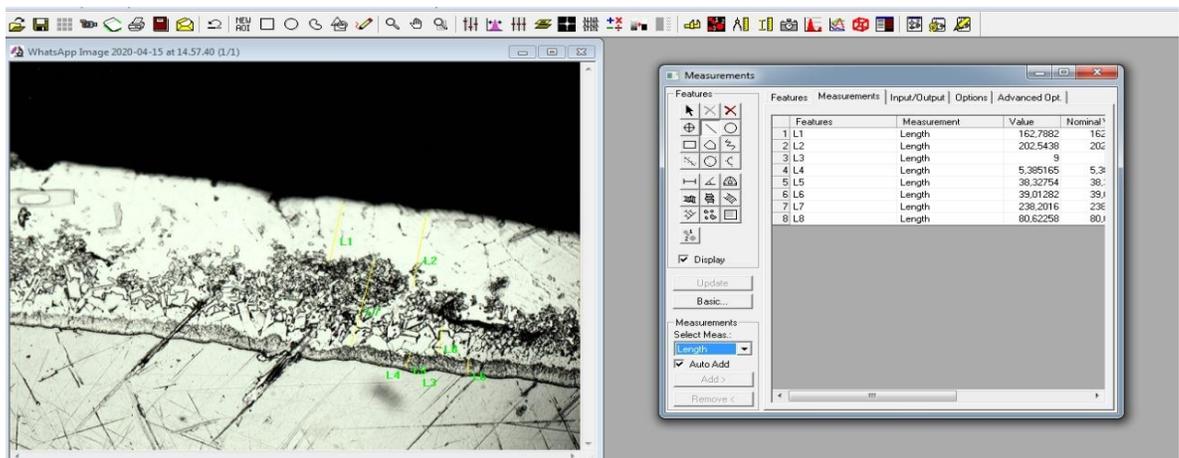
Para evaluar la dureza del recubrimiento se utilizó un microdureza Vickers para las pruebas del galvanizado, esto consiste en realizar sobre la superficie de una probeta, una huella con un penetrador en forma de pirámide recta de base cuadrada con un determinado ángulo en el vértice y después medir la diagonal de dicha huella al quitar la fuerza. Este tipo de prueba es muy similar al tipo Brinell, aunque está utiliza un penetrador piramidal de diamante con ángulo de  $130^\circ$  entre sus caras, el número de dureza Vickers está dado por la relación entre la fuerza aplicada y la superficie de la huella. En la Figura 4.10 se puede observar la máquina utilizada para el ensayo de microdureza Vickers.



*Figura 4.10.-Microscopio Wilson 300fm HV.*

#### 4.8.-Análisis de fases mediante software numérico

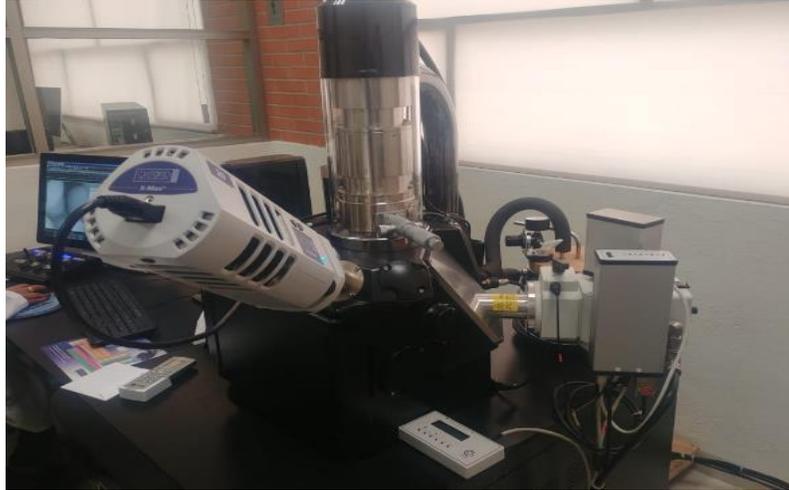
Para poder realizar las mediciones a las capas intermetálicas formadas durante la galvanización en caliente se utilizó el software Image-Pro. En la Figura 4.11, se muestra un ejemplo de las mediciones sobre las capas intermetálicas en las láminas calibre 16. Se realizaron 10 mediciones por capa evaluada se sumaron y se obtuvo un promedio.



*Figura 4.11.-Ejemplo medición de capas.*

#### 4.9.-Microscopio electrónico de barrido

Para conocer las características de las capas intermetálicas del galvanizado, así como su microestructura y su composición química de fases, se utilizó un Microscopio Electrónico de Barrido con microanálisis de energías dispersivas de Rayos X JEOL modelo JSM-6300 (JEOL Ltd., Tokio, Japón) (ver Figura 4.12) utilizando un voltaje de aceleración de 30 KV.



*Figura 4.12.-Microscopio Electrónico de Barrido JEOL modelo JSM-6300.*

# Capítulo V

## RESULTADOS Y CONCLUSIONES

En este capítulo se muestran los diferentes análisis realizados sobre muestras de láminas galvanizadas de un acero SAE 1018. En la Tabla VIII, se muestra su composición química del acero estudiado, la técnica utilizada para determinar cada elemento fue por combustión LECO en un instrumento modelo CS-244 para los elementos C y S, y por chispa el resto.

Elemento	C	Mn	S	P
Peso %	0.19	0.77	0.052	0.040

*Tabla VIII.-Composición química del acero estudiado.*

Para realizar las pruebas de inmersión en Zn en láminas calibre 16, su primer proceso es su limpieza y calentarlas a una temperatura entre 450-535 °C, en diferentes tiempos de inmersión, a continuación se describen los procesos utilizados para el presente proyecto.

### 5.1.-Pruebas de inmersión

La superficie de las piezas a galvanizar se limpió utilizando la técnica de sand blast, para eliminar de la superficie óxidos e impurezas, y después se sumergieron por un periodo entre 15 y 30 segundos en un baño de ácido clorhídrico para posteriormente realizar las pruebas de inmersión en el baño de Zn. Las piezas correspondieron a láminas de calibre 16 que son utilizadas para señalamiento vial. En la Figura 5.1, se muestra un ejemplo de los diferentes señalamientos utilizadas en calles o carreteras.

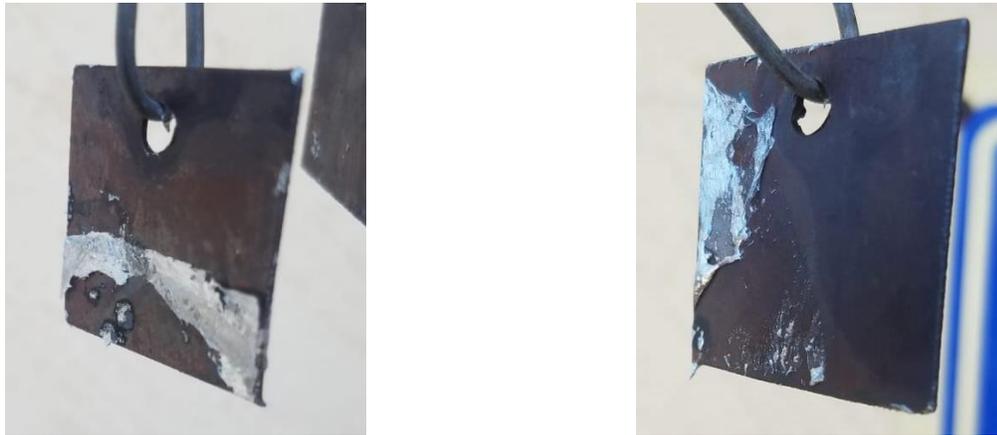


*Figura 5.1.-Láminas para señalamiento vial.*

El orden presentado de las variables que influyen en la fabricación de los recubrimientos de Zn sobre sustratos de aceros fueron las que se observaron que tienen mayor relevancia:

- Limpieza de la pieza
- Temperatura de la lámina
- Temperatura del baño líquido (Zn)
- Posición de entrada
- Tiempo de inmersión
- Enfriamiento

Se realizaron 2 fundiciones con una capacidad de 2 kg de Zn cada una, en la primera prueba se galvanizaron un total de 36 muestras de 1x1 pulgada sólo utilizando la técnica de sand blast sin inmersiones en ácido, cuando se inspecciona el acabado de una pieza galvanizada se puede apreciar variedad de condiciones en la superficie de éstas, varios factores pueden afectar los acabados donde unos se pueden controlar por el operador mientras otros son más difíciles de detectar. En la Figura 5.2, los recubrimientos obtenidos presentaron diferentes acabados superficiales en éstas sólo se limpiaron con chorro de arena y la temperatura del baño fue máximo de 450°C, el resultado fueron muestras de láminas no cubiertas de Zn con mal acabado superficial.



*Figura 5.2.-Láminas mal galvanizadas*

En la segunda prueba con la misma cantidad de Zn, se galvanizaron un total de 40 muestras usando sand blast y se sumergieron en ácido clorhídrico por tiempos de 15 a 30 segundos. En la Figura 5.3, el resultado se puede observar un acabado superficial con un recubrimiento bien adherido sobre la lámina de acero, la reacción metalúrgica entre el Fe de la lámina y el Zn, mejora sustancialmente cuando se sumergen previamente en una solución ácida.



*Figura 5.3.-Lámina galvanizada*

En la Figura 5.4, se muestran láminas galvanizadas con superficie rugosa, este acabado es incorrecto ya que algunas zonas no están cubiertas o tienen más contenido de Zn en algunas áreas, por lo que las láminas comenzarán a oxidarse sin la protección completa del recubrimiento. Este problema se observó cuando la temperatura de la lámina estaba por

debajo de 150°C y la temperatura del baño de Zn por debajo de 450°C. Es importante controlar ambas temperaturas para garantizar una correcta adherencia.



*Figura 5.4.-Lámina con superficie rugosa.*

A continuación se presenta otro caso, en la Figura 5.5, las láminas tienen un exceso de Zn por lo que el problema se debe a la velocidad de extracción del baño líquido y/o su drenaje no fue lo necesariamente rápido para drenar tanto como la posición de entrada fue incorrecta. El problema para estas 2 láminas se presenta en el momento del enfriamiento.



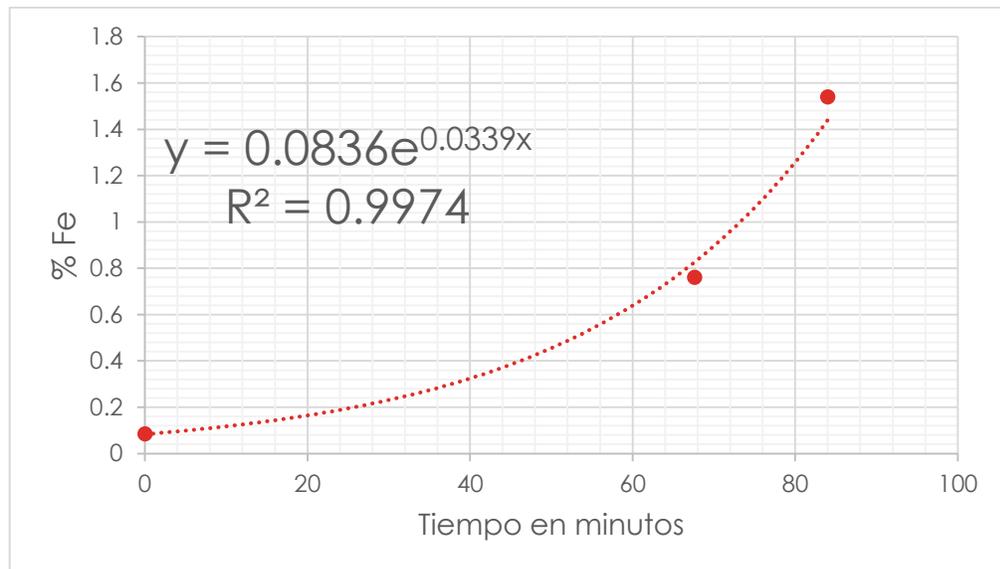
*Figura 5.5.-Láminas con exceso de Zn.*

## 5.2.-Disolución de Fe.

Uno de los problemas más recurrentes industrialmente hablando, es la rápida saturación de Fe en los baños de galvanizado. Las causas pueden ser variadas pero se debe principalmente en fallas en el control de la temperatura del baño líquido. En el presente trabajo, se analizaron muestras del Zn líquido mediante análisis químico para determinar la cantidad de Fe que existía y cómo evolucionaba durante las pruebas de galvanizado. En la primera fundición donde se galvanizaron 37 muestra se encontró la presencia de 0.763% Fe disuelto, mientras que en la segunda muestra de 40 láminas galvanizadas el contenido de Fe disuelto en el baño fue de 1.54% de Fe. Los porcentajes encontrado de Fe, representan un problema tanto en la condición superficial de las láminas como en las propiedades mecánicas. El Fe disuelto en el baño líquido por tener una densidad mayor que el Zn se acumula en la parte inferior del baño, sin embargo las partículas más pequeñas quedan suspendidas en la superficie del baño y pueden ser arrastradas por el recubrimiento de las láminas acumulándose en el recubrimiento y entonces serán de altos esfuerzos residuales. Este incremento de esfuerzos disminuye la resistencia de las láminas pero sobre todo la ductilidad, ya que al momento de ser conformadas por un proceso como doblado estas zonas se vuelven más frágiles agrietando o fracturando el recubrimiento, provocando un rompimiento e inicio de la oxidación y corrosión de la lámina de acero.

Un trabajo a futuro, será evaluar diferentes elementos como Si, Sn, Ti, Nb (Niobio) o algunas tierras raras por separadas y en combinación para evaluar el retardo en la disolución de Fe, o la formación de otros compuestos intermetálicos que no sean tan dañinos para el recubrimiento formado.

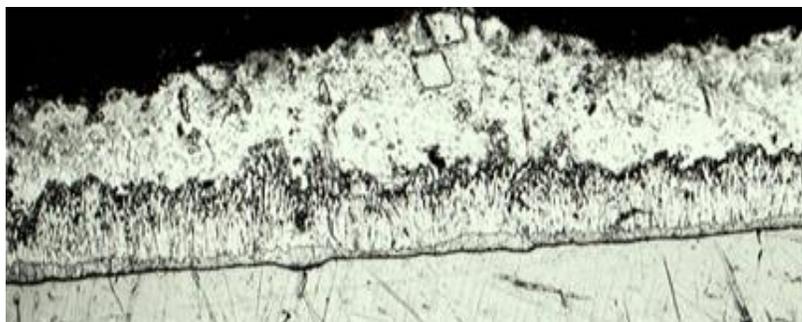
En la figura 5.6, se muestra el tiempo de permanencia de las láminas en el baño líquido y la presencia de Fe disuelto. Se pudo observar que a partir de 20 minutos de estudio o de tiempo acumulado de las muestras en el Zn, incrementa de una manera exponencial la disolución de Fe.



*Figura 5.6.-Ecuación de Fe diluido en baño de Zn.*

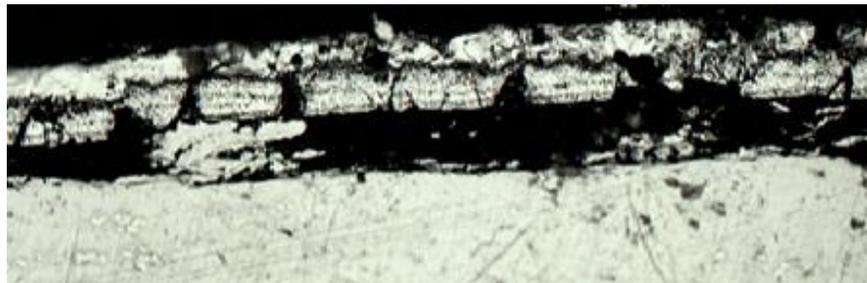
### 5.3.-Microscopio óptico

Con la ayuda de un microscopio óptico se logró capturar fotografías a las muestras galvanizadas y con éste medir sus capas intermetálicas, a continuación se presentan los resultados obtenidos. La Figura 5.7, corresponde a una muestra a galvanizar y previamente sometida al proceso de sand blast, se sumergió en un baño de ácido clorhídrico, añadido un tratamiento térmico antes de la inmersión con un tiempo de 30 segundos (aprox. 160°C) para después ser sumergido por 2 minutos, el tipo de recubrimiento es aceptable ya que no presenta grietas en sus capas intermetálicas, y presentó buena adherencia.



*Figura 5.7.-Superficie de la lámina galvanizada, con buena adherencia*

Como se puede ver en la Figura 5.8, no es correcta la adherencia del recubrimiento, en la mayoría de las zonas el recubrimiento no se adhirió correctamente. Las condiciones del galvanizado en este caso fueron de 1 minuto de inmersión dentro del baño de Zn, la temperatura fue de 462°C y la temperatura de entrada de 120 °C. Esta muestra no se sumergió en ácido y se ve afectada por este procedimiento, además que el tiempo dentro del baño de Zn no fue lo suficiente para garantizar su buena adherencia.



*Figura 5.8.-Lámina mal galvanizada*

En la Figura 5.9, se presenta la apariencia del recubrimiento sobre la lámina de acero, antes de la inmersión en Zn pasó por la técnica de sand blast y se sumergió en una solución ácida por 1 minuto, dentro del baño de Zn permaneció durante 2 minutos y la temperatura del baño fue de 600°C. El recubrimiento tiene apariencia aceptable, aunque se pueden observar partículas con morfologías “cuadradas” probablemente compuestos intermetálicos de Fe-Zn.



*Figura 5.9.-Lámina galvanizada*

En la Figura 5.10, se puede observar que presenta las primeras capas del recubrimiento uniformes, sin embargo, la última capa, no se añadió adecuadamente, así mismo por el tiempo que ha transcurrido se pueden observar una cantidad importante de compuestos intermetálicos ricos en Fe sobre el recubrimiento. Las condiciones de inmersión fueron, limpiadas con sand blast además de sumergidas en ácido por 1 minuto, el tiempo dentro del baño fue de 2 minutos, la temperatura de la lámina 160°C y la temperatura del baño de Zn fue de 465°C.



*Figura 5.10.-Lámina con ausencia de capa eta.*

En la Figura 5.11, se presenta una lámina con exceso de Zn en su última capa “eta”, esto se debe a su incorrecta inmersión y/o su drenaje al momento de retirarlo del baño líquido, su proceso es como sigue: limpieza por medio de sand blast posteriormente sumergida en la solución ácida mediante 1 minuto, la temperatura de la lámina antes de entrar al baño de Zn de 250°C, 3 minutos de inmersión y la temperatura del baño de 466°C.



*Figura 5.11.-Lámina con exceso de Zn*

#### 5.4.-Difraccion de rayos X (DRX)

Para llevar a cabo este análisis se dispuso de un difractómetro marca Inel modelo Equinox 2000 con detector CPS (Curved Position Sensitive Detector), como también la base de datos MATCH se utilizó para indexar los espectros, así mismo se realizó el cálculo de los parámetros por el método analítico. Los resultados de la difracción de Rayos - X fueron como sigue:

A partir de muestras de polvo de una porción superficial de la probeta galvanizada preparada para analizarse en difracción de Rayos X; se midieron los picos junto a los valores de cada radiación  $K\alpha_1$  que fueron obtenidos en el difractómetro de detector curvo. Posteriormente fueron calculados y resueltos analíticamente para los valores angulares de  $\theta$  hasta 110 grados; además, se listaron los valores  $2\theta$  para  $\alpha$ ; fueron calculados la distancia interplanar, parámetro de red, índices de Miller, el tamaño de cristalita, la cristalinidad de cada fase, y se siguió el proceso para completar el patrón de difracción de Rayos-X.

En la Figura 5.12 se presenta el difractograma de la muestra que contiene sustrato del acero estudiado recubierto con Zn, sometida a 60 segundos de calentamiento y en un medio ácido (HCL, 1 M) con un tiempo de 60 segundos de inmersión a una temperatura de 474 °C dentro del baño de Zn.

Para el experimento 1, en la Figura 5.12 se identificaron 11 picos, y se indexaron, el Zn cuyo PDF (Patrón de difracción) es [96230-0115] con  $d=2.55$  SC hexagonal con un parámetro de celda  $a=5.1489$  Å, Si (Silicio) [96901-1999] con  $d=3.13$  SC cúbico con un parámetro de celda  $a=5.4309$  Å, Jarosita [96901-0309] con  $d=2.34$  SC hexagonal con parámetro de celda  $a=7.3521$  Å, S (Azufre) [96100-7142] con  $d=3.97$  SC monoclinico con parámetro de celda  $a=7.4340$  Å, Fe [96101-1199] con  $d=2.14$  SC cúbico con parámetro de celda  $a=4.3030$  Å. Posteriormente se calcularon índices de Miller para conocer su estructura cristalina como sigue: Zn [111] FCC, Si [311] Hexagonal, Jarosita [311] Hexagonal, Hematita [111], se puede observar en el ángulo  $2\theta$   $41^\circ$  se encuentra el Zn.

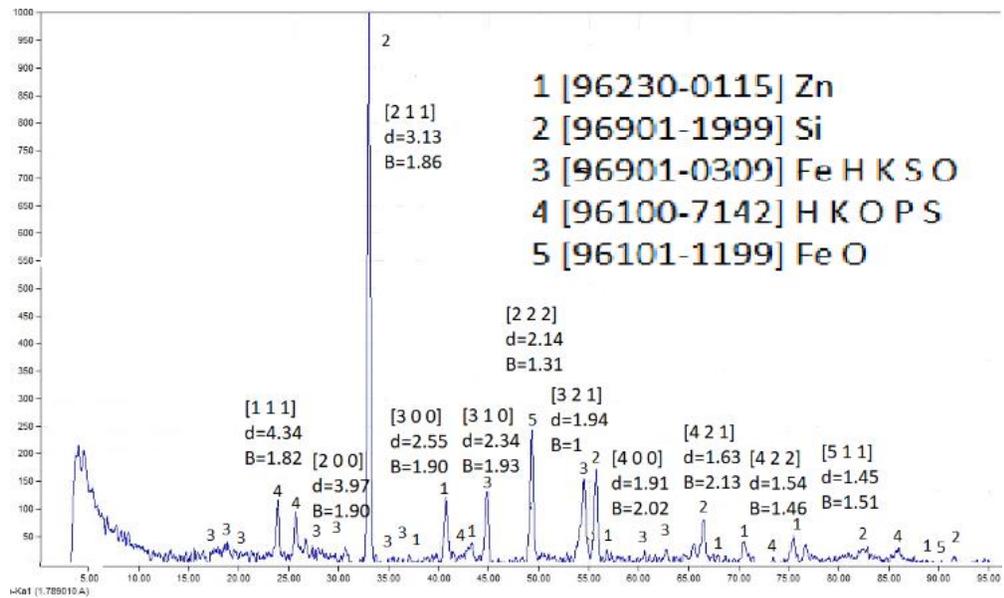


Figura 5.12.- Espectro de muestra 1 sumergida a 474°C.

En la Figura 5.13, se observa en el difractograma de la muestra que contiene sustrato de acero con recubrimiento de Zn, donde se mantuvo un minuto de calentamiento y en un medio ácido (HCL, 1 M) con dos minutos de inmersión a una temperatura de 473°C. Se muestra la diferencia en los espectros a diferencia de la muestra 1 y se encontró que es la pieza con mejores condiciones en su proceso de galvanizado. Para este experimento 2 representado en la Figura 3, se identificaron 10 picos, y se indexaron, el magnesio (Mg) cuyo PDF es [96901-3249] con  $d=2.06$  SC cúbica con parámetro de celda  $a=4.1330 \text{ \AA}$ , Ca (Calcio) [96900-8411] con  $d=1.67$  SC ortorrómbica con parámetro de celda  $a=6.557 \text{ \AA}$ , Ag (Plata) [96150-9187] con  $d=1.22$  SC cúbica con parámetro de celda  $a=6.9670 \text{ \AA}$ , Bi (bismuto) [96411-5839] con  $d=1.32$  SC tetragonal con parámetro de celda  $a=4.197 \text{ \AA}$ , Al (Aluminio) [96150-9033] con  $d=2.29$  SC cúbico con parámetro de celda  $a=3.240 \text{ \AA}$ .

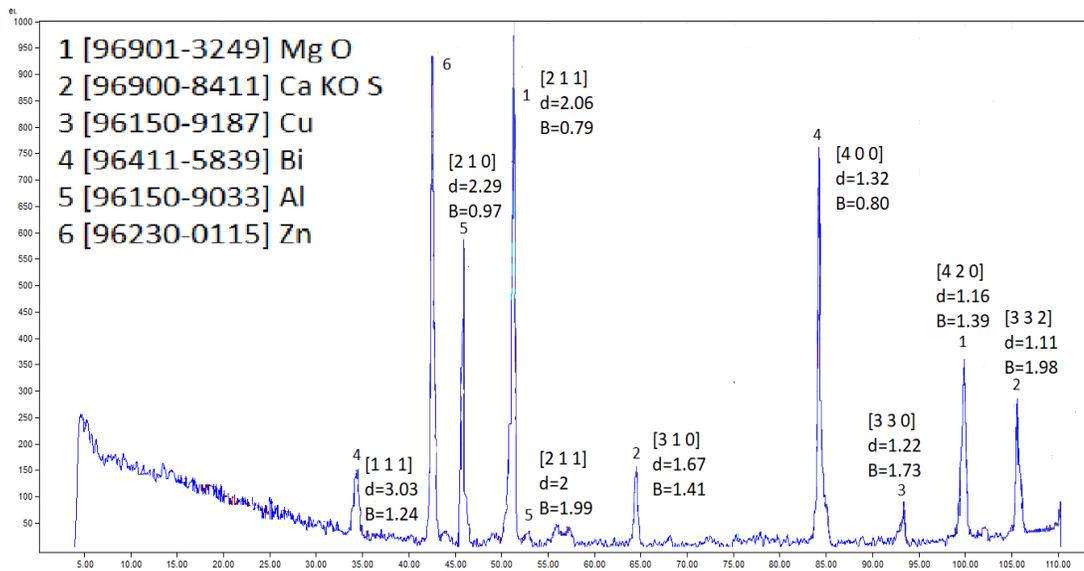


Figura 5.13.- Espectro muestra 2 sumergida 473°C.

En las Figuras 5.14 y 5.15 se presentan los resultados de las probetas analizadas por difracción de rayos-X. Como se puede observar en los difractogramas, las probetas 1, 3, 6 y 7 (grupo 1) presentan ángulos similares de  $2\theta$ . Así mismo, las muestras 2, 4 y 5 (grupo 2) son similares entre sí. Por ello se dividieron en dos grupos de análisis.

La Figura 5.14 representa las muestras 2, 4 y 5, donde se determinó la estructura cristalina utilizando el método analítico para una estructura cubica de acuerdo a [41]. Con base en lo anterior se estableció que su estructura cristalina es una cúbica centrada en las caras (FCC). También se determinó, que las fases con mayor % de cristalinidad son el 6 (27.77%), 1 (21.21%) y 5 (20%), se muestran en el espectro 2, a 473°C que es la temperatura del baño de Zn que presenta mejores propiedades cristalinas, y menor hidrólisis de Hierro (Fe) (Jarosita).

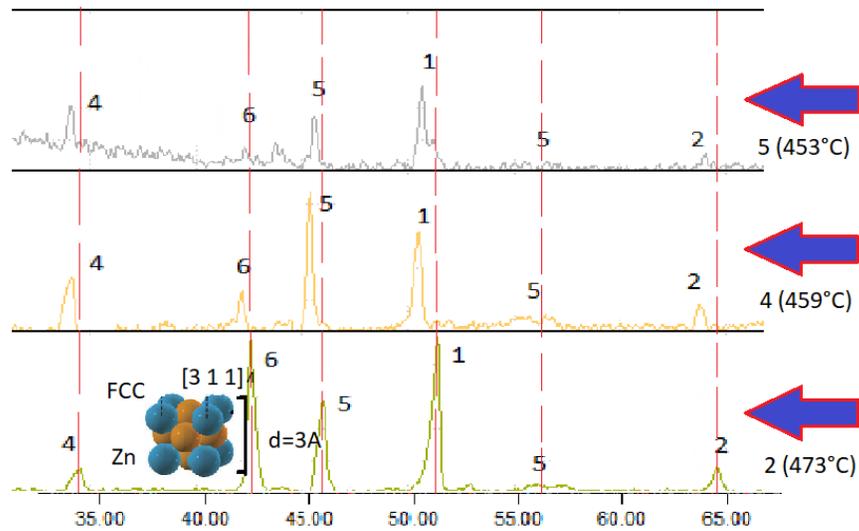


Figura 5.14.- Tres muestras similares a diferentes temperaturas, #2 sumergida a 473°C, #4 sumergida a 459°C y #5 sumergida a 453°C.

En la Figura 5.15 se determinó la estructura cristalina utilizando el método analítico para una estructura cúbica de acuerdo a [46]. Determinando que ésta presenta una estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo (BCC).

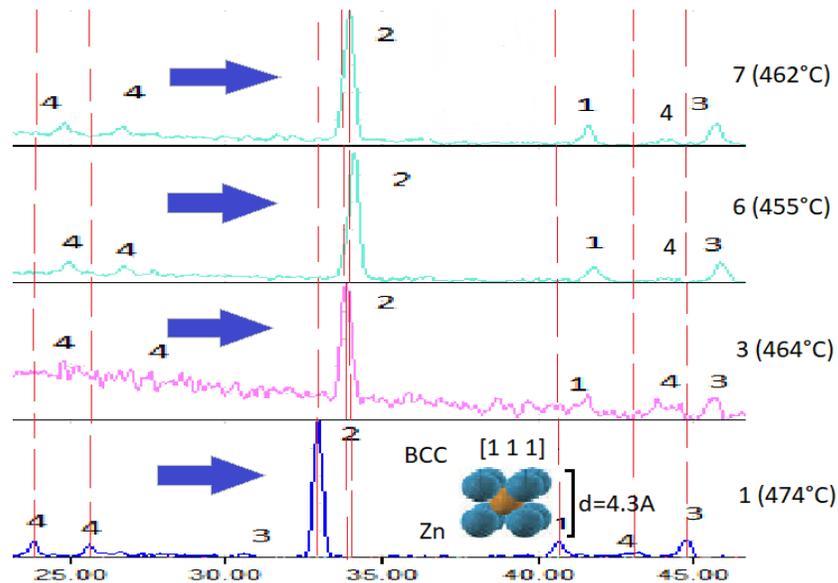


Figura 5.15.- Cuatro muestras similares a diferentes temperaturas, #1 sumergida a 474°C, #3 sumergida a 464°C, #6 sumergida a 455°C y #7 sumergida a 462°C.

También, en la Figura 5.15 se presenta en el primer espectro, muestra 1 a 474°C, muestra 3 a 464 °C y muestra 6 a 455 °C, un aumento del ángulo  $2\theta$ , y por lo tanto, una contracción de la celda cristalina [46], mientras en el espectro de la muestra 7 a 462°C se observa que se vuelve a expandir un poco la celda, así mismo, los cálculos realizados muestran los espectros 3 y 6 y presentan una estructura cristalina BCC y la muestra 7 una estructura FCC.

Dado que las temperaturas de las 7 muestras analizadas son relativamente cercanas y la composición química se mantienen constante (teóricamente) y lo que cambia es el tiempo de inmersión en el baño ácido, posiblemente se puede atribuir que el cambio de estructura cristalina está relacionada con el tiempo de inmersión en la solución ácida a la que son sometidas las probetas para su limpieza antes de su galvanizado.

También se debe considerar que debido a que algunas muestras presentaron mejor adherencia del recubrimiento en la lámina de acero a consecuencia de utilizar el medio ácido, fueron formadas sobre el sustrato las capas de recubrimiento gamma ( $\Gamma$ ), delta ( $\delta$ ), zeta ( $\zeta$ ) y eta ( $\eta$ ) y alguna de estas presenta este tipo de fases que favorecen a presentar un tipo de estructura cristalina FCC. Es conveniente, remarcar que las propiedades mecánicas de un material están influenciadas por la cantidad y el acomodo atómico dentro de la estructura cristalina. Así que, una estructura cristalina FCC tiene más átomos que una BCC, por lo tanto, la resistencia a ser deformada es mayor que la BCC.

En la Figura 5.16, se muestra la relación entre el tamaño de cristalita contra la cristalinidad. Como se puede observar las fases de hematites y de metales base como el Cu se ubican en las zonas de muy baja cristalinidad no mayor a 10 %, en el rango de mediana la jarosita de 25 % y la de mayor cristalinidad la tienen el Zn arriba de 40%. Entre tanto, el zinc se encuentra en un tamaño de cristalita de rango de 0.8-2.0 Å, esa diferencia se da posiblemente por las variables que existen en el proceso de galvanizado y quizá con mayor importancia el tiempo de inmersión en un baño ácido.

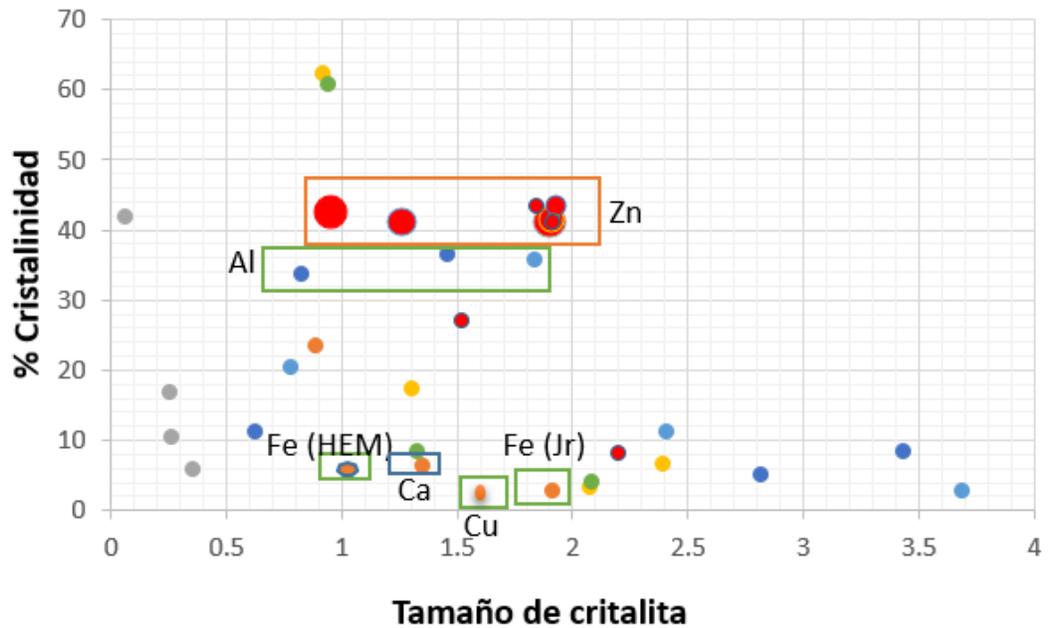


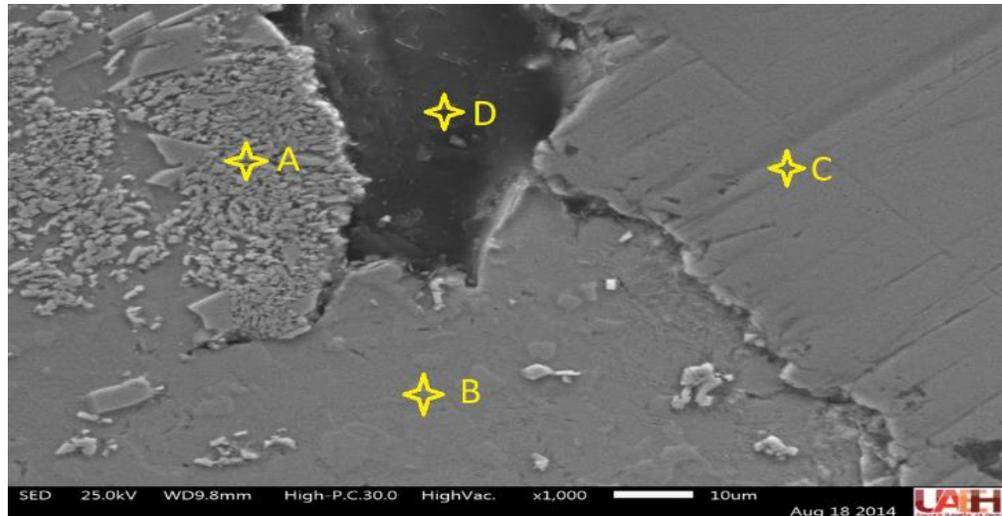
Figura 5.16.-Relación de cristalinidad vs tamaño de cristalita

### 5.5.- Microscopía electrónico de barrido

El análisis y caracterización se llevó a cabo mediante Microscopia Electrónica de Barrido (MEB) utilizando un microscopio JEOL modelo JSM-IT3000 dotado con un detector de EDS de rayos X (espectrómetro de dispersión de energía) marca Oxford, (ubicado en la UAEH), el cual fue utilizado para observar la morfología y la composición semicuantitativa de las fases presentes en el recubrimiento de Zn sobre el sustrato de acero.

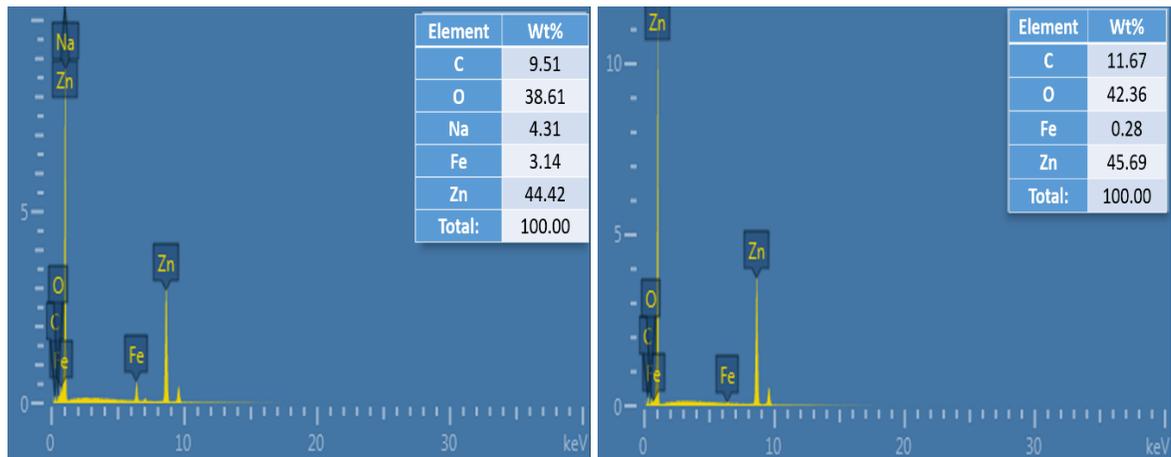
En la Figura 5.17, se presenta una imagen mediante electrones secundarios de una zona cercana entre la lámina de acero y el recubrimiento. Se analizaron 4 zonas (A, B, C y D) dentro de la muestra debido a las diferentes morfología presentes, con el objeto de conocer su composición química y observar también la diferencia en las morfología presentes. De acuerdo a los análisis obtenidos mediante EDS la zona A corresponde a compuestos intermetálicos Fe-Zn ricos en Fe compuestos formados por la disolución de la lámina, la zona B corresponde al Zn del recubrimiento, la zona C es el Fe de la lámina y la zona D representa una porosidad causada por el desprendimiento del recubrimiento de Zn. De acuerdo a las

mediciones la capa de recubrimiento sobre la lámina se encuentra en el rango de 250 a 280  $\mu\text{m}$ .



*Figura 5.17.- Microfotografía de lámina galvanizada 1000x.*

En las Figura 5.18, se muestran los espectros A y B tomados de la micrografía donde se demuestra el recubrimiento de Zn.



*Figura 5.18.-Espectros de MEB A y B.*

En la Figura 5.19 se muestra el espectro C donde se aprecia la parte de la lámina y el espectro D donde se encuentra un espacio no recubierto con Zn.

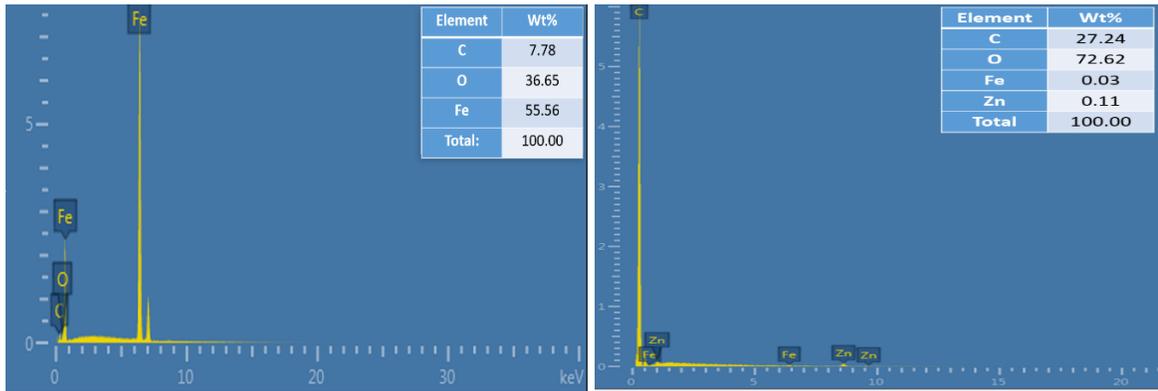


Figura 5.19.-Espectros de MEB C y D.

Las siguientes tablas corresponden los espectros tomados de la micrografía de la lámina galvanizada, se muestran los elementos que contiene así como sus porcentajes en peso:

Elemento	C	O	Na	Fe	Zn	Total
Peso %	9.51	38.61	4.31	3.14	44.42	100.00

Tabla IX.-Análisis semicuantitativo de elementos presentes en espectro A.

Elemento	C	O	Fe	Zn	Total
Peso %	11.67	42.36	0.28	45.69	100.00

Tabla X.- Análisis semicuantitativo de elementos presentes en espectro B.

Elemento	C	O	Fe	Total
Peso %	7.78	36.65	55.56	100.00

*Tabla XI.-Análisis semicuantitativo de elementos presentes en espectro C.*

Elemento	C	O	Fe	Zn	Total
Peso %	27.24	72.62	0.03	0.11	100.00

*Tabla XII.-Análisis semicuantitativo de elementos presentes en espectro D.*

### 5.6.-Microdureza Vickers

Las propiedades mecánicas tales como la resistencia mecánica, la ductilidad y la dureza en las láminas galvanizadas dependerán en gran medida del óptimo control durante el proceso de inmersión en caliente. Por lo tanto, controlar las diferentes variables que intervienen en este proceso resulta fundamental y crítico. Es conocido que la capa externa del recubrimiento es casi 100% Zn ( $\eta$ ) la cual absorbe cualquier esfuerzo o impacto externo, si por alguna razón esta capa se desprendiera la siguiente capa del recubrimiento gamma ( $\Gamma$ ) seguirá protegiendo al material. Es importante que durante el proceso de inmersión de las láminas de acero en el Zn sean controladas las reacciones metalúrgicas. La disolución de Fe proveniente de la lámina comienza a saturar el baño líquido, lo que ocasiona que pequeñas partículas de Fe y Fe-Zn comiencen a estar presentes tanto en el líquido como en el recubrimiento. Los compuestos intermetálicos Fe-Zn formados en las capas del recubrimiento concentran altos niveles de esfuerzos que son perjudiciales para la lámina galvanizada, ya que al aplicarse un proceso posterior de conformado mecánico como el doblado puede generar agrietamiento o fractura en el recubrimiento dejando expuesto el Fe de la lámina al medio ambiente provocando la oxidación y corrosión del material.

Ha sido reportado que para obtener óptimas propiedades mecánicas [26], la dureza en el recubrimiento debe estar en rangos de 50 a 340 HV, para la capa eta ( $\eta$ ): 70 HV, capa zeta ( $\zeta$ ):180 HV, capa delta ( $\delta$ ): 250 HV y capa gamma ( $\Gamma$ ): 320 HV. Para conocer la distribución de la dureza de los recubrimientos formados sobre el sustrato de acero, se realizaron ensayos de laboratorio para determinar el grado de microdureza en escala Vickers que se presentaban en el recubrimiento de acuerdo a las diferentes condiciones de inmersión. Se estudiaron 7 muestras y se realizaron 3 indentaciones y se obtuvo el promedio y la desviación estándar ( $\sigma$ ) de cada una.

En la Tabla XIII, se puede observar, que las muestras analizadas presentan una tendencia en el incremento de la escala de microdureza, conforme estas permanecieron mayor tiempo en el baño líquido. Lo anterior se puede atribuir a que a medida que las muestras son inmersas en el baño de Zn pequeñas cantidades de Fe son disueltas por la reacción química, y comienzan a acumularse en el baño líquido. Las partículas más pequeñas comienzan a precipitarse en la superficie del líquido y posteriormente son arrastradas por el recubrimiento, formando una cantidad de compuestos o fases intermetálicas. Con mayor presencia de Fe en el baño de Zn, la formación de compuestos intermetálicos Fe-Zn incrementa, y con ello el aumento en la dureza del recubrimiento.

Muestra	HV1	HV2	HV3	Suma	Promedio	$\sigma$
1	248	254	260	762	254	6
2	238	253	280	771	257	21,28
3	256	269	267	792	264	7
4	261	276	273	810	270	7,93
5	268	280	280	828	276	6,92
6	298	305	312	915	305	7

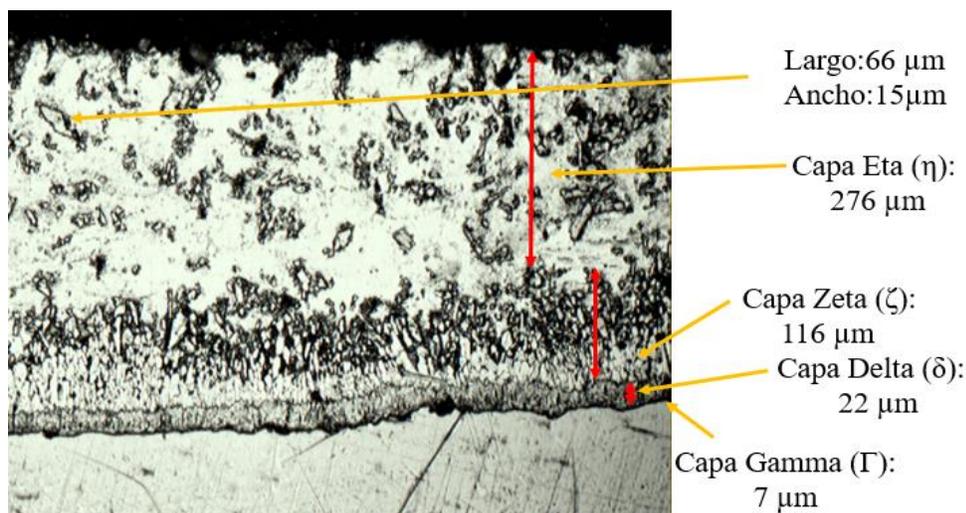
7	300	308	319	927	309	9,53
---	-----	-----	-----	-----	-----	------

*Tabla XIII.-Mediciones de láminas microdureza Vickers.*

### 5.7.-Análisis de fases en software numérico

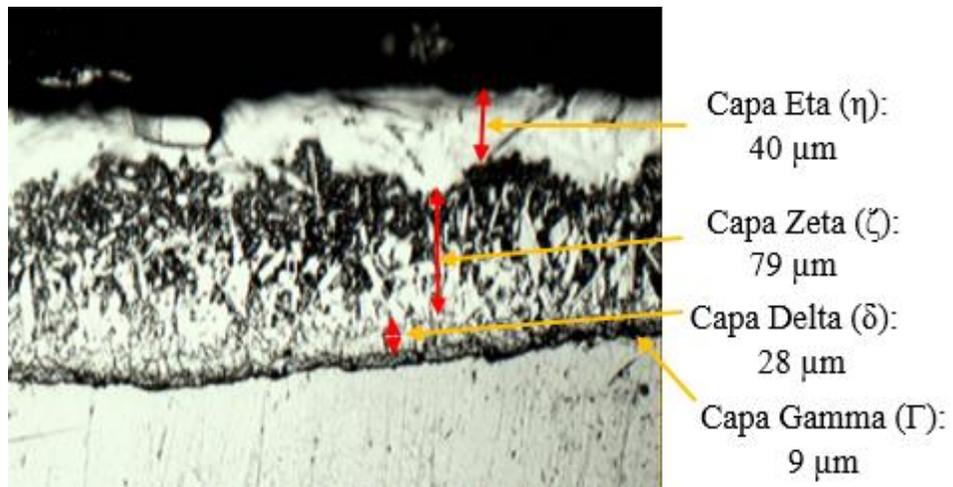
Por medio del software Image-pro se realizaron las mediciones de capas intermetálicas con el fin de determinar las diferentes medidas en los espesores de las capas que forman el recubrimiento, a continuación se presentan los resultados obtenidos:

En la Figura 5.20, se muestra la lámina galvanizada tratada con sand blast y uso de ácido clorhídrico con tratamiento de 30 segundos (aprox. 150°C) y con 2 minutos de inmersión a 465°C.



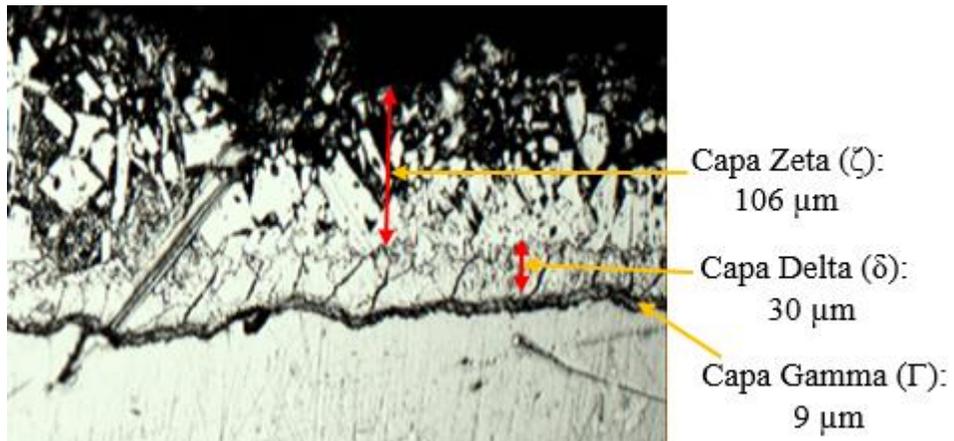
*Figura 5.20.-Medición de capas intermetálicas*

La siguiente lámina (ver Figura 5.21) con tratamiento de 2 minutos (aprox. 600°C) y 1 minuto de inmersión a 470°C, a diferencia de la Figura 5.19 el tamaño de la capa eta ( $\eta$ ) es menor.



*Figura 5.21.-Medición de capas intermetálicas con tamaño promedio*

En la Figura 5.22, se observa que contiene ausencia de su última capa eta, en este caso es aceptable ya que presenta sus demás capas sin presentar fracturas, para este procedimiento se trató un tiempo de 1 minuto mientras se sumergió un tiempo de 2 minutos a 465°C.



*Figura 5.22.-Medición de capas intermetálicas con ausencia de capa eta ( $\eta$ )*

## 5.8.-Conclusiones

Mediante DRX, se identificó el Zn BCC con 4.51% de cristalinidad y 1Å de tamaño de cristalito, Zn con FCC con 21.21% de cristalinidad y 2Å; se identificó Jarosita que demuestra que una inmersión en medio ácido provoca una hidrólisis de hierro y extracción de fósforo y azufre de la matriz de acero. Posiblemente se puede atribuir el cambio de estructura cristalina al tiempo de inmersión en la solución ácida donde son sometidas las probetas para su limpieza antes del galvanizado en caliente, favoreciendo a una mejor adherencia del recubrimiento sobre la lámina de Fe. Es conveniente encontrar una estructura cristalina con mayor cantidad de átomos como la FCC.

Así mismo, mediante MEB-EDS, se determinó que el promedio de las capas de galvanizado en caliente miden entre 250 a 280  $\mu\text{m}$ , para los tiempos y las condiciones que se estudiaron, esto acorde al promedio de la capa que se requiere.

Los ensayos de dureza mostraron que la presencia de Fe disuelto en el baño líquido incrementa la formación de compuestos intermetálicos Fe-Zn y por lo tanto un aumento en la escala de dureza. Por lo que se deben buscar condiciones óptimas para inhibir esta disolución y evitar el incremento acelerado de estos compuestos. Posiblemente la adición en pequeñas concentraciones de Si u otros elementos y combinaciones pueden mejorar la inhibición de estos compuestos.

A partir de los análisis realizados en este trabajo se puede concluir que existen condiciones ideales para el proceso de galvanizado en caliente asegurando una buena adherencia del recubrimiento sobre la lámina de Fe, para el caso de estudio una temperatura de 473°C, 1 min de precalentamiento de la lámina antes de la inmersión y 2 minutos de inmersión sobre el baño líquido lograron producir un recubrimiento uniforme capaz de inhibir la corrosión, además de la inmersión en un baño de solución ácida.

## **REFERENCIAS**

---

- [1] R. C. Vaughn, *Introducción a la Ingeniería Industrial*, 2<sup>da</sup> ed, Barcelona, Reverté S. A., 1998.
- [2] M. Flores, J. Ruiz, “La galvanización en caliente” Asociación Técnica Española, España, vol. 1, pp. 1-17, 2015.
- [3] J. Abad, “Estudio de la recuperación del zinc presente en los baños agotados de decapado procedentes de las industrias de galvanizado mediante técnicas electroquímicas” Ph. D., Universidad Politécnica de Valencia, Valencia, 2014.
- [4] C. Delgado, M. Bravo, “Estudio de pre-factibilidad de una planta de galvanizado en caliente para el sector industrial metal mecánica” Tesis de grado, Universidad Peruana de Ciencias Aplicadas, Perú, 2016.
- [5] D. Hernández, V. Sandoval, “Obtención de recubrimientos de zinc por inmersión en caliente con adición de manganeso y níquel” Tesis de grado, Universidad Nacional Autónoma de México, Cd. Mx., 2007.
- [6] V. Takáts, *et al*, “Ti oxidation states in Zn (Ti) coating of hot-dip galvanized steels”, Elsevier, Hungría, vol. 326, pp.121-125, 2017.
- [7] S. Shibli, R. Manu, “Improvement of hot-dip zinc coating by enriching the inner layers with iron oxide”, Elsevier, India, vol. 252, pp. 3058-3064, 2006.
- [8] P. Bicao, W. Jianhua, S. Xuping, L. Zhi, Y. Fucheng, “Effects of zinc bath temperature on the coatings of hot-dip galvanizing”, Elsevier, China, vol. 202, pp. 1785-1788, 2007.

- [9] S. Shibli, R. Manu, "Process and performance improvement of hot dip zinc coating by dispersed nickel in the under layer", Elsevier, India, vol. 197, pp. 103-108, 2004.
- [10] T. Min, et al, "Effects of aluminum concentration on the formation of inhibition layer during hot-dip galvanizing" Elsevier, China, vol. 200, pp. 394-402, 2018.
- [11] V. Cocco, F. Iacoviello, L. D'Agostino, S. Natali, "Damage micromechanisms in a hot dip galvanized Steel" Elsevier, Italia, pp. 231-236, 2017.
- [12] V. Cocco, F. Iacoviello, L. D'Agostino, S. Natali, "Sn and Ti influence on damage of bent hot-dip galvanizing phases" Elsevier, Italia, vol. 3, pp. 224-230, 2017.
- [13] N. Tan, J. Li, C. Guan, "Investigation of hot rolled galvanized steel without acid pickling" Elsevier, China, vol. 8, pp. 578-581, 2013.
- [14] N. Pistofidis, *et. al.*, "The effect of bismuth on the structure of zinc hot-dip galvanized coatings" Elsevier, Grecia, pp. 994-997, 2006.
- [15] P. Qiu, C. Leygraf, I. Wallinder, "Evolution of corrosion products and metal release from galvalume coatings on steel during short and long-term atmospheric exposures" Elsevier, Suecia, vol. 133, pp. 419-428, 2012.
- [16] S. Shibli, B.N. Meena, R. Remya, "A review on recent approaches in the field of hot dip zinc galvanizing process" Elsevier, India, vol. 262, pp. 210-215, 2014.
- [17] F. Berto, O. Fergani, "Fatigue behavior of welded structural steel subjected to hot-dip galvanization process" Elsevier, Noruega, vol. 101, pp. 439-447, 2017.

- [18] Y. Rico, E. Carrasquero, “Efecto de la composición química en el comportamiento mecánico de recubrimientos galvanizados por inmersión en caliente: una revisión.” *INGENIUS*, n. 18, pp. 30-39, 2017.
- [19] L. Castillo, J. Navarro, “Mejora del proceso de galvanizado en una empresa manufacturera de alambres de acero aplicando la metodología lean six sigma” Tesis de grado, Universidad Católica del Perú, Lima, Perú, 2013.
- [20] A. Barba, *et. al.* “Influencia de la adición de pequeñas cantidades de Ni a baños de galvanizado por inmersión en caliente, en las propiedades de aceros al carbono galvanizados” *SOMIM*, México, vol. 2, pp. 178-185, 2018.
- [21] M. Espinoza, E. Hidalgo, “Automatización del proceso de galvanizado en caliente”, Tesis de grado, Instituto Politécnico Nacional, México, D.F. 2015.
- [22] F. Martínez, *et al.*, “Reducción de problemas de adherencia en procesos de galvanizado mediante técnicas de minería de datos” *Revista metalurgia*, ISSN: 0034-8570, pp. 325-336, septiembre, 2007.
- [23] M. Mancera, “Ampliación de una planta galvanizadora en discontinuo por inmersión en caliente”, Proyecto de grado, Universidad de Cádiz, 2006.
- [24] American Galvanizers Association, “Galvanizado en caliente para protección contra la corrosión”, Guía del especificador, 2015. [Online] Disponible: [https://galvanizeit.org/uploads/publications/Galvanizado\\_Caliente\\_guia\\_especificador\\_small.pdf](https://galvanizeit.org/uploads/publications/Galvanizado_Caliente_guia_especificador_small.pdf)
- [25] Y. Gui, Q. Xu, Y. Guo, “Change rules of  $\Gamma_2$  particles in hot-dipped Zn-Ti coating” Elsevier, China, vol. 3, pp. 396-402, 2014.
- [26] A.R. Marder, “The metallurgy of zinc-coated Steel” Elsevier, vol. 45, pp. 191-271, 2000.

- [27] R. Oviedo, “Estructura y caracterización de los recubrimientos galvanizados por inmersión en caliente, sobre aceros” UNEXPO, Venezuela, vol. 2, pp. 25-36, 2012.
- [28] N. Parvini, E. Rafiezadeh, “Effect of aluminum on microstructure and thickness of galvanized layers on low carbon silicon-free Steel” Elsevier, Iran, vol. 6, pp. 25-29, 2009.
- [29] S. Shibli, A.C. Jayalekshmi, R. Remya, “Electrochemical and structural characterization of the mixed oxides-reinforced hot-dip zinc coating” Elsevier, India, vol. 201, pp. 7560-7565, 2007.
- [30] L. Jintang, C. Chunshan, K. Gang, X. Qiaoyu, C. Jinhong, “Influence of silicon on the  $\alpha$ -Fe/ $\Gamma$  interface of hot-dip galvanized steels” Elsevier, China, vol. 200, pp. 5277-2581, 2006.
- [31] M. Dutta, A. Kumar, S. Brat, “Morphology and properties of hot dip Zn-Mg and Zn-Mg-Al alloy coatings on Steel sheet” Elsevier, India, vol. 205, pp. 2578-2584, 2010.
- [32] S. Natali, V. Volpe, L. Zortea, C. Burattini, V. Cocco, F. Iacoviello, “Mechanical and structural characterization of Zn-Ti colored coatings” Elsevier, Italy, vol. 109, pp. 105-112, 2015.
- [33] F. Garcia, A. Salinas, E. Nava, “The role of Si and Ti additions on the formation of the alloy layer at the interface of hot-dip Al-Zn coatings on Steel strips” Elsevier, México, vol. 60, pp. 775-778, 2006.
- [34] Y. Xie, A. Du, X. Zhao, R. Ma, Y. Fan, X. Cao, “Effect of Mg on Fe-Al interface structure of hot-dip galvanized Zn-Al-Mg alloy coatings” Elsevier, China, vol. 337, pp. 313-320, 2018.
- [35] J. Culcasi, P. Sere, C. Elsner, A. Sarli, “Control of the growth of zinc-iron phases in the hot-dip galvanizing process” Elsevier, Argentina, vol. 122, pp. 21-23, 1999.
- [36] A. Barba, J. Cervantes, R. González, D. Hdz, V. Hdz, R. Valdez, A. Covelo, M. Hdz, “Influencia de la adición de pequeñas cantidades de Ni a baños de galvanizado por inmersión

en caliente, en las propiedades de aceros al carbono galvanizados” UNAM, México, vol. 2, pp. 20-28, 2018.

[37] A. Bakhtiari, “Effects of a small addition of Mn on modifying the coating thickness, structure and corrosion resistance of hot-dip galvanized coatings” Elsevier, Iran, vol. 18, pp. 1-7, 2012.

[38] S. Kumar, *et. al.* “Effect of Mg addition (in Zn bath) on galvanized sheet quality” Elsevier, India, vol. 1, pp. 354-360, 2015.

[39] Y. Wang, J. Zeng, “Effects of manganese addition on microstructures and corrosion behavior of hot-dip Zn coatings of hot-rolled steels” Elsevier, China, vol. 245, pp. 55-65, 2014.

[40] A. Amadeh, B. Pahlevani, S. Heshmati, “Effects or rare earth metal addition on Surface morphology and corrosion resistance of hot-dipped zinc coatings” Elsevier, Iran, vol. 44, pp. 2321-2331, 2002.

[41] D. Pinales, J. Márquez, “Diseño de un sistema electro neumático en el proceso de galvanizado de tuberías para caño” Tesis de grado, Instituto Politécnico Nacional, México, D.F. 2008.

[42] D. Mendoza, E. Vera, “Diseño de una planta para procesos de galvanizado y tropicalizado para accesorios automotrices” Tesis de grado, Escuela Politécnica de Latacunga, Ecuador, 2006.

[43] American Galvanizers Association, “Rendimiento de productos de acero galvanizado en caliente” Copyright © 2015. [Online] Disponible: [https://galvanizeit.org/uploads/publications/Performance\\_PubSpanish.pdf](https://galvanizeit.org/uploads/publications/Performance_PubSpanish.pdf)

[44] Metalmex industrial “Catálogo galvanizado por inmersión en caliente” Copyright © 2018.[Online]Disponible:<https://www.metelmex.com/wp-content/uploads/2016/05/catalogo-galvanizado-inmersion-caliente-metelmex.pdf>

[45] G. Mandal, D. Mandal, S. Das, R. Balasubramaniam, S. Mehrotra, “Microstructural study of galvanized coatings formed in pure as well as commercial grade zinc baths” Elsevier, India, vol. 62, pp. 35-40, 2009.

[46] C. Suryanarayana, M Norton, “X-Ray Diffraction”. 1st ed., New York: Springer Science, 1998.

[47] J. Vega, A. Guamán, “Proceso de galvanizado en caliente con recubrimiento de zinc para piezas metálicas” Proyecto de grado, Universidad Estatal de Milagro, Ecuador, 2011.