



Application Note AN-COR-012

ASTM G5: Mediciones de polarización anódica potenciodinámica

Métodos conformes con ASTM de Metrohm Autolab

La norma ASTM G5 es un método estándar para probar la corrosión del acero inoxidable tipo 430 con una medición de polarización anódica potenciodinámica. El uso principal de este método de prueba en realidad no es en las pruebas de materiales: ofrece una forma sencilla de confirmar la precisión del equipo de prueba (es decir, PGSTAT y

celda de corrosión). Con un instrumento Metrohm Autolab y nuestras celdas de corrosión compatibles con ASTM, es posible cumplir con los requisitos de esta norma ASTM.

Esta nota de aplicación describe un ejemplo de medición que se realizó utilizando VIONIC con tecnología INTELLO de acuerdo con las pautas ASTM.

PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Es fundamental que la superficie de la muestra esté libre de contaminación. Justo antes de sumergirla en el medio corrosivo, la muestra (un disco de 1 cm² de acero inoxidable tipo 430) se limpió mediante pulido mecánico con papel de lija y, alternativamente,

La muestra se sumergió en ácido sulfúrico acuoso 1 N (0,5 mol/L) y se utilizaron dos electrodos de lámina de platino Metrohm como contraelectrodo. Como electrodo de referencia se eligió un electrodo de referencia Metrohm Ag/AgCl 3 mol/L KCl. La celda utilizada en este estudio fue la celda de corrosión Metrohm Autolab de 1 L conforme a ASTM.

Para minimizar el oxígeno disuelto, la solución de ácido sulfúrico se desaireó burbujeando gas nitrógeno a través de ella durante una hora. El disco de acero inoxidable tipo 430 se sumergió en la solución 30 minutos antes del experimento durante la N₂ paso burbujeante. Se mantuvo una manta de nitrógeno sobre la solución durante todo el experimento para obstruir cualquier difusión de

enjuague con agua ultrapura y alcohol isopropílico. Es importante realizar esto justo antes de sumergir la muestra para evitar la recontaminación de la superficie.

oxígeno atmosférico en la solución.

Para la medición se utilizó un potenciostato/galvanostato VIONIC. El procedimiento y tratamiento de los datos se realizó con el software INTELLO.

El método estándar ASTM G5 requiere que se inicie un escaneo de voltaje a partir del potencial de corrosión ($m_{i_{corr}}$, también conocido como potencial de circuito abierto OCP) a 1,60 V frente al electrodo de calomelanos saturado (SCE) [1]. En este caso, el sistema de electrodos de referencia empleado fue Ag/AgCl 3 mol/L KCl, por lo que el potencial final se ajustó a 1,630 V.

Los datos se graficaron de acuerdo con las pautas establecidas en la Práctica Estándar G3 de ASTM [2].

RESULTADOS

La gráfica de la corriente (I) frente al potencial (E) se muestra en **Figura 1**.

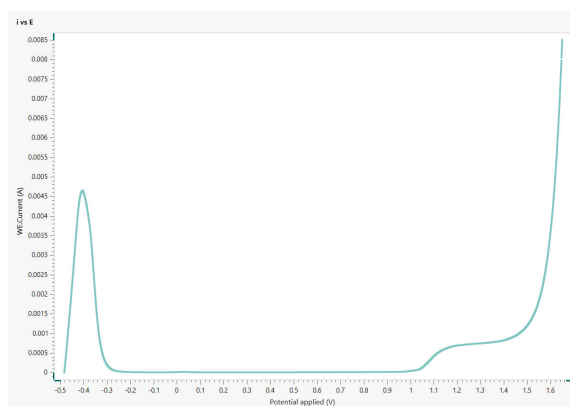


Figure 1. Una gráfica de I vs E para la muestra corroída de acero inoxidable en una solución de ácido sulfúrico de 0,5 mol/L.

Los datos se transforman según la norma ASTM G3 en **Figura 2**, donde se muestra una gráfica del potencial (E) frente al logaritmo de la densidad de corriente (j).

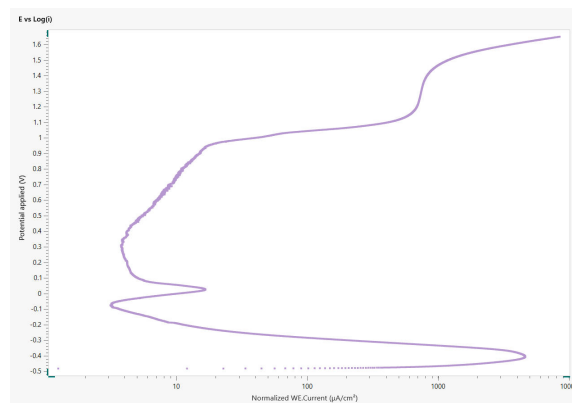


Figure 2. La gráfica correspondiente de $\log(j)$ vs E para la muestra corroída de acero inoxidable en solución de ácido sulfúrico de 0,5 mol/L.

Las características comunes relacionadas con el proceso de oxidación del acero inoxidable en soluciones ácidas se distinguen más fácilmente en este gráfico. Estas características incluyen:

1. Región activa
2. Región pasiva
3. Región transpasiva
4. Región de pasividad secundaria

Estas cuatro regiones se destacan en el gráfico.

Figura 3.

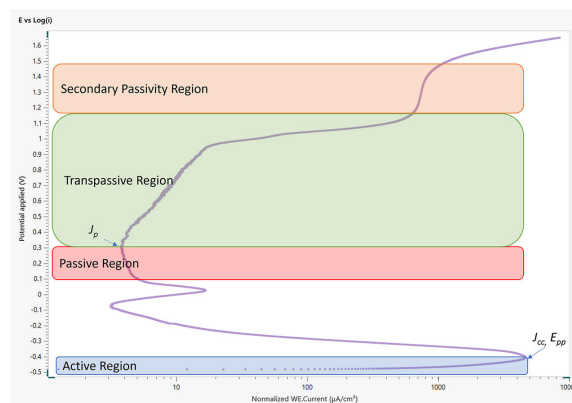


Figure 3. Este gráfico es idéntico a la Figura 2, pero las regiones en el gráfico ahora están resaltadas. La Región Activa se muestra en azul, la Región Pasiva en rojo, la Región Transpasiva en verde y la Región de Pasividad Secundaria en naranja.

RESULTADOS

La Región Activa (**Figura 3**, en azul) se caracteriza por un gran aumento de la densidad de corriente, correspondiente a la oxidación (corrosión) de la muestra de acero inoxidable, hasta que se alcanza el potencial de pasivación primaria (E_{pp}) se alcanza. El E_{pp} también corresponde a una densidad de corriente crítica (j_{cc}). Para potenciales superiores a los E_{pp} , la densidad de corriente disminuye, lo que suele estar asociado con la formación de una capa

protectora (pasivante) en la superficie del electrodo. Después de un pequeño pico, cuyo origen probablemente esté relacionado con la disolución activa del acero inoxidable de una capa enriquecida con Cu [3], la densidad de corriente no cambia sustancialmente de su valor de densidad de corriente pasiva (j_p) incluso cuando el potencial aumenta. Esta se llama Región Pasiva (**Figura 3**, en rojo).

En potenciales superiores a donde j_p ocurre, la densidad de corriente aumenta nuevamente debido a la rotura de la capa pasiva. Esto se denomina Región Transpasiva. (**Figura 3**, en verde). Más allá de la Región Transpasiva, la curva entra en otra sección donde la densidad de corriente no

aumenta mucho con el potencial aplicado. Esto se denomina Región de Pasividad Secundaria (**Figura 3**, en naranja). Además de esto, puede ocurrir una evolución de oxígeno, lo cual no se muestra en **Figura 2**.

REFERENCIAS

1. *Standard Reference Test Method for Making Potentiodynamic Anodic Polarization Measurements*. <https://www.astm.org/g0005-14r21.html> (accessed 2024-03-08).
2. *Standard Practice for Conventions Applicable to Electrochemical Measurements in Corrosion Testing*. <https://www.astm.org/g0003-14r19.html> (accessed 2024-03-08).
3. Ruel, F.; Volovitch, P.; Peguet, L.; et al. On the Origin of the Second Anodic Peak During the Polarization of Stainless Steel in Sulfuric Acid. *Corrosion* **2013**, 69 (6), 536–542. DOI:10.5006/0820

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es

CONFIGURACIÓN



VIONIC

VIONIC es nuestro potencióstato/galvanostato de nueva generación que funciona con el nuevo software **INTELLO** de Autolab.

VIONIC ofrece las **especificaciones combinadas más versátiles de cualquier aparato individual** actualmente en el mercado.

- Tensión disponible: ± 50 V
- Corriente estándar: ± 6 A
- Frecuencia EIS: hasta 10 MHz
- Intervalo de muestreo: hasta 1 μ s

También se incluyen en el precio de VIONIC características que normalmente tendrían un coste adicional con la mayoría de los demás aparatos, como:

- Espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS)
- Modo flotante seleccionable
- Second Sense (S2)
- Escaneo analógico