



Application Note AN-COR-016

ASTM G61: Método de prueba estándar para realizar polarización potenciodinámica cíclica

Métodos conformes con ASTM de Metrohm Autolab

ASTM G61 es un método estandarizado para probar la susceptibilidad de varias aleaciones de hierro, níquel y cobalto a la corrosión localizada dentro de un entorno de cloruro [1]. El potencial en el cual la corriente anódica aumenta rápidamente es una indicación de picado. Cuanto mayor sea el potencial, para las mismas velocidades de escaneo, indica una mejor protección contra la corrosión por picado.

Al utilizar un instrumento Metrohm Autolab y nuestras celdas de corrosión que cumplen con la norma ASTM, es posible cumplir plenamente con los requisitos de esta norma ASTM. La siguiente nota de aplicación describe un ejemplo de medición que se realizó utilizando VIONIC con tecnología INTELLO de acuerdo con las pautas de ASTM G61.

PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Es esencial que la superficie de la muestra esté libre de contaminación. Por lo tanto, justo antes de la inmersión en el medio corrosivo, la muestra (un disco de 1 cm² de acero inoxidable Tipo 430) se limpió

mediante una combinación de pulido mecánico con papel de lija y enjuague alternativamente con agua ultrapura y alcohol isopropílico.

EXPERIMENTO

La prueba consiste en polarizar el sistema hacia potenciales más positivos que el potencial de circuito abierto (OCP) hasta que la corriente alcance un valor predeterminado (normalmente 5 mA). Luego se invierte el escaneo, formándose un bucle de histéresis en el voltamograma. Cuanto mayor sea el potencial en el que se cierra el bucle de histéresis, menos propensa será la aleación a sufrir corrosión por picado.

Para este experimento, la muestra (430 SS) se utilizó como electrodo de trabajo (WE). Como contraelectrodo se utilizaron dos electrodos de lámina de platino Metrohm. Como electrodo de referencia, se eligió un electrodo de KCl de 3 mol/L. La celda utilizada en este estudio fue la celda de corrosión Metrohm Autolab 1 L conforme a ASTM. El electrolito era una solución de NaCl al 3,5% (agua de mar artificial).

Se burbujó gas nitrógeno en la solución durante una hora durante el paso de preparación para eliminar cualquier oxígeno disuelto en el electrolito. Después de una hora, la muestra se sumergió en el electrolito y la desgasificación continuó durante otra hora.

Luego, 10 minutos antes del inicio de la polarización (es decir, 50 minutos después de la inserción), se registró el OCP del contraelectrodo utilizando la conexión S2 de VIONIC. Se midió el OCP de la muestra (WE) y el escaneo comenzó desde 0 V vs OCP. La velocidad de escaneo utilizada fue de 167 $\mu\text{V/s}$ con un potencial de paso de 150 μV .

El escaneo anódico continúa hasta que se alcanza un corte de corriente de 5 mA, momento en el cual se invierte la dirección del escaneo. La medición se detiene cuando el potencial de corrosión (E_{corr}) se alcanza o se cierra la histéresis (lo que se detecta mediante observación manual).

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

El OCP (potencial de platino) del contraelectrodo se registró como $E_{\text{C-OCP}} = 0.24$ V. El potencial de corrosión del electrodo de trabajo se registró como $E_{\text{corr}} = -0.28$ V vs Ag/AgCl.

En **Figura 1** se muestra el voltamograma resultante (I vs E).

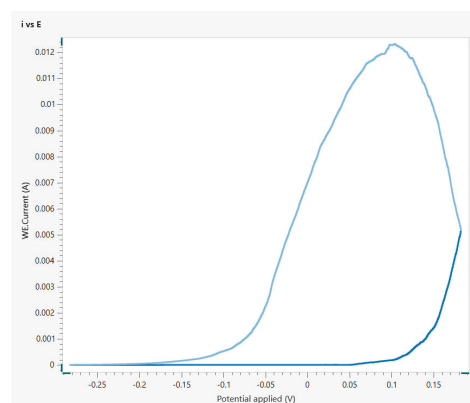


Figure 1. Voltamograma (I vs E) de la muestra de acero inoxidable tipo 430 bajo investigación.

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

En este caso, esta muestra presentó una histéresis abierta, por lo que la medición finalizó una vez que se alcanzó nuevamente el potencial de corrosión. E_{pitt} es el potencial de picado y corresponde al potencial en el que comienza la corrosión por picado (localizada). Entre la inicial E_{corr} y E_{pitt} es un rango de pasividad de densidad de corriente donde no se pueden formar nuevos hoyos, pero los existentes pueden propagarse [3]. La alta histéresis indica que la muestra ha sufrido corrosión por picado.

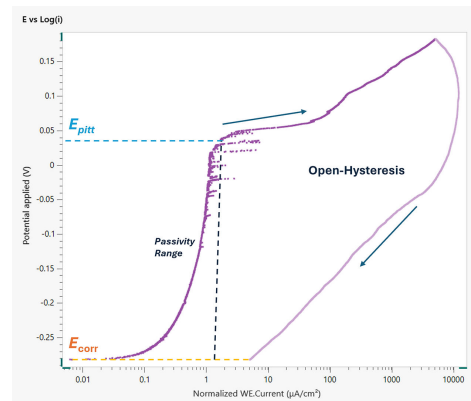


Figure 2. Gráfico E vs log(j) de la muestra bajo investigación. El potencial de corrosión (E_{corr}), el potencial de picaduras (E_{pitt}) y el rango de pasividad se indican en el gráfico. Las flechas indican la dirección de escaneo.

REFERENCIAS

1. G61 Método de prueba estándar para realizar mediciones de polarización potenciodinámica cíclica para la susceptibilidad a la corrosión localizada de aleaciones a base de hierro, níquel o cobalto.
<https://www.astm.org/standards/g61> (consultado el 24/05/2024).
2. Práctica estándar para convenciones aplicables a mediciones electroquímicas en pruebas de corrosión. <https://www.astm.org/g0003-14r19.html> (consultado el 8 de marzo de 2024).
3. Bellezze, T.; Viceré, A.; Giuliani, G.; et al. Estudio de la corrosión localizada de lotes AISI 430 y AISI 304 con diferente rugosidad. Rieles **2018**, 8 (4), 244. DOI:10.3390/met8040244

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es

CONFIGURACIÓN



Electrodo de placa de platino

Este electrodo consta de una fina placa de platino contenida en un vástago de vidrio. Se puede utilizar como contraelectrodo para la mayoría de las medidas electroquímicas. La superficie útil es aproximadamente 1 cm².



Electrodo de referencia Ag/AgCl con KCl (longitud: 12,5 cm)

Electrodo de referencia de plata/cloruro de plata con sistema de doble unión, longitud de instalación de 10 cm.

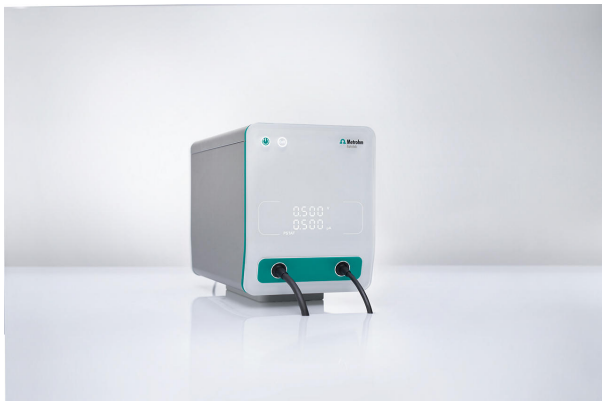
El esmerilado normal 14/15 permite una instalación sencilla y el diafragma esmerilado flexible, resistente a la contaminación, puede sustituirse en cualquier momento. El electrolito de referencia y el electrolito intermedio se pueden seleccionar libremente según la aplicación y son fáciles de sustituir. Este sensor está prellenado con $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$ como electrolito de referencia y electrolito intermedio.



Celda de corrosión de 1 L

La celda de corrosión Autolab 1 L es apta para las medidas de corrosión conforme a las normas ASTM. Esta celda dispone de una envoltura termostática para la regulación de temperatura y una serie de orificios para los contraelectrodos, el sensor de pH, el termómetro, el capilar de Luggin-Haber y la purga de gas.

La celda de corrosión de 1 L se ha diseñado para medir las propiedades de corrosión de muestras con un diámetro de 14,7 mm a 16 mm y un grosor de 0,5 mm a 4 mm. La superficie expuesta es de 1 cm² y las juntas están hechas de goma natural.



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