

**POLARIZACION ANODICA DEL ACERO EN H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1.00 N  
MEDIANTE VOLTIMETRIA CICLICA  
Y ELECTRODO ROTATORIO**

Graciela González, Otnayver Rojas y Zoyla Hernández  
Facultad de Ingeniería,  
Universidad del Zulia  
Maracaibo, Venezuela

**RESUMEN**

Se presenta el efecto de varios parámetros sobre la forma y caracterización electroquímica de curvas de polarización anódica obtenidas mediante Voltimetría Cíclica y Electrodo Rotatorio de acero SAE 1010 en solución de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1.00 N normalizada. Siendo tales parámetros la velocidad angular de 0, 775, 1425 y 1525 RPM, el diámetro del disco de acero: 0.50; 0.65 y 0.80 cm; el diámetro total de las probetas montadas en resina fenólica (1.15; 1.45 y 3.11 cm.) y la velocidad de polarización en el rango de 0.28 a 2.00 mV/seg. Las probetas fueron desbastadas con papel de carburo de silicio y se limpiaron con acetona ultrasónicamente.

Se seleccionó 0.65 y 1.45 cm. como diámetros óptimos para las probetas, el rango de velocidad angular mencionado y una velocidad de polarización de 1.5 mV/seg. Operando en estas condiciones se fijó como rango de potencial el comprendido entre el potencial de reposo y + 1.6 Voltios. Se determinó que el acero SAE 1010 es inmune a la corrosión por picadura, el mecanismo de formación de la película pasiva es reversible, los potenciales de ruptura y de reactivación en las condiciones de trabajo permanecen fijos, mientras que el potencial pasivo primario es afectado aproximadamente 100 veces más por el diámetro del electrodo que por la velocidad angular. El espesor del material inerte del montaje de las probetas influye sobre la extensión de la zona de pasivación en las curvas.

**ABSTRACT**

The effect of the angular velocity (0; 775; 1425; 1525 RPM), diameter of the steel (0.50; 0.65; 0.80 cm), total diameter of the electrode (1.15; 1.45; 3.11 cm) and the polarization rate (0.28 to 2.00 mV/sec.) on the shape and electrochemical behaviour of potentiodynamic anodic polarization curves of mild steel in 1 N sulfuric acid solution are reported. The measurements were carried out using a steel rotating disk electrode by cyclic voltammetry in the potential range between the corrosion potential and + 1.6 volts.

The steel dissolution was found to be dependent of the electrode diameter and the angular ve-

locity. Best current distribution was exhibited at 0.65 and 1.45 cm of diameters and at 1.5 mV/sec. of polarization rate. The rupture potential and the reactivation potential values were not affected under the worked experimental conditions. On the other hand, the primary passive potential was dependent of the electrode diameter as well as its angular velocity. Being the effect of the first parameter a hundred fold with respect to the second one. Consequently, the total diameter of the working electrode must to be considered in order to develop a large pasivation region in the polarization curve. The mild steel was found to be immune to pitting corrosion and the mechanism of its passive layer was reversible under the worked experimental conditions.

**INTRODUCCION**

La corrosión localizada puede detectarse a nivel de campo haciendo uso de técnicas electroquímicas. La combinación de la velocidad de corrosión medida mediante polarización lineal, el cambio activo en el potencial de corrosión y la presencia de fluctuaciones erráticas en el potencial de corrosión se han tomado como indicativos del inicio de la corrosión localizada (1). Con el conocimiento de los potenciales de reposo, de ruptura y de protección también ha sido posible predecir la tendencia a la corrosión localizada a nivel de laboratorio, haciendo uso de las curvas de polarización anódica de un metal activo-pasivo. La obtención de estas curvas mediante Voltimetría Cíclica permite además de conocer los potenciales mencionados, tener más información acerca de la estabilidad y reversibilidad de la formación de la película pasiva que recubre el metal. Consiste la Voltimetría Cíclica en realizar una polarización anódica iniciada y finalizada al mismo valor de potencial, describiendo un ciclo. El rango del ciclo es previamente determinado y la presencia de histeréisis en la zona de pasivación está asociada con corrosión localizada.

El uso de la voltimetría Cíclica utilizando un electrodo rotatorio permite simular en el laboratorio el comportamiento de la interfase de un metal activo pasivo en un flujo. En estas condiciones la energía voltaica requerida para pasivarse el metal aumenta ocasionado por desplazamiento en el equili-

brio en comparación con situaciones estacionarias (2).

En este trabajo se estudia la influencia de la velocidad de polarización, el diámetro del electrodo y la velocidad angular sobre la forma y las diferentes zonas presentes en una curva de polarización anódica del acero comercial.

#### PARTE EXPERIMENTAL

Las pruebas de Voltimetría Cíclica se realizaron en solución fresca de ácido sulfúrico 1.00 N normalizada en una celda electrolítica tipo H. Se desaireó la solución burbujenado gas nitrógeno durante 20 minutos antes de iniciar cada prueba y durante el desarrollo de la misma. Se trabajó potenciodinámicamente a una velocidad de barrido ( $dE/dt$ ) de 1.5 mV/seg utilizando un potenciostato PAR modelo 173 y electrodo rotatorio METROHM E-628 a velocidades angulares de 0,775, 1425 y 1525 RPM. Todas las pruebas se realizaron por triplicado.

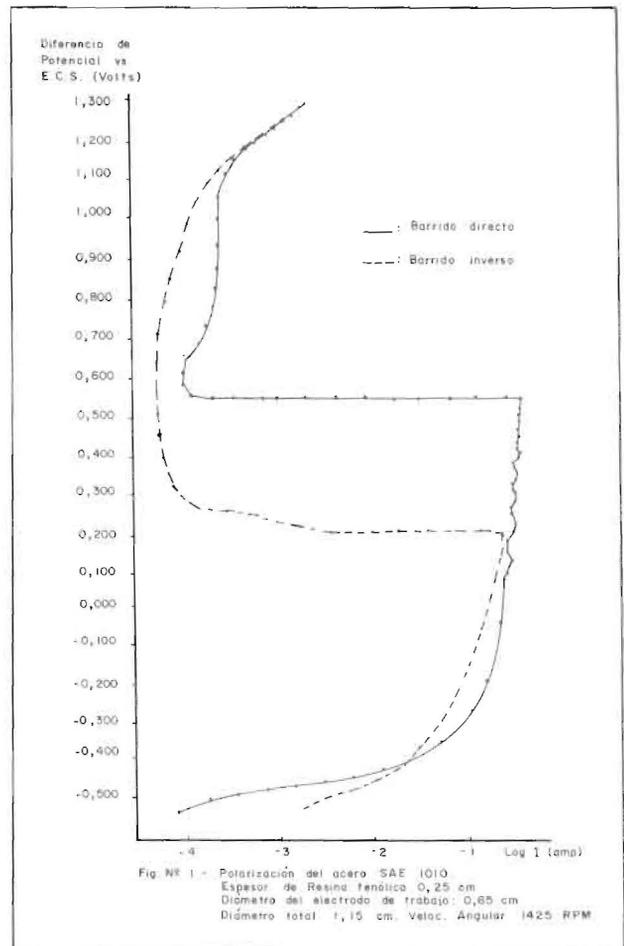
Como electrodo de trabajo se utilizó acero SAE 1010 en forma de disco de 0.50; 0.65 y 0.80 cm. de diámetro, montados en resina fenólica. El tratamiento de estas probetas consistió en desbastarlas con papel de carburo de silicio números 240, 320, 400 y 600 y limpiarlas con alcohol isopropílico antes del montaje y antes de cada prueba, en cuyo caso también se lavaron ultrasónicamente sumergidas en acetona. Como electrodo de referencia se utilizó cálmel saturado y como auxiliar platino.

#### RESULTADOS Y DISCUSION

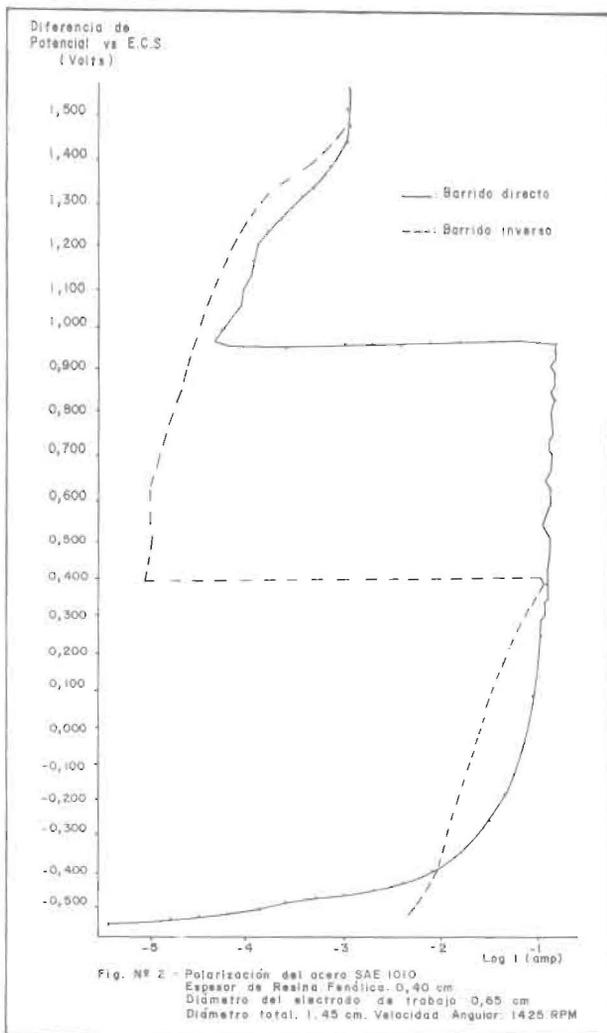
Con el fin de obtener curvas de polarización anódica del acero se investigó el efecto que ejerce el diámetro del electrodo del trabajo, la velocidad de polarización, la frecuencia de rotación y la metodología seguida para obtener dichas curvas sobre el desgaste de la probeta de acero, ya que al lograr un desgaste uniforme significa que la corriente se distribuye de manera homogénea y se cumplen las condiciones de Levich (3).

##### EFEECTO DEL DIAMETRO DEL ELECTRODO DE ACERO

Se conoce que el diámetro total del electrodo de trabajo (diámetro del acero más el diámetro del material inerte utilizado para el montaje de los electrodos) influye en los patrones de flujo cuando se usa un electrodo rotatorio (4), por lo que también debe afectar la forma de las curvas de polarización anódica de un metal activo-pasivo. De allí que se investigaron tres diámetros diferentes, e iguales a 1.15; 1.45 y 3.11 cm. con un diámetro activo fijo de 0.65 cm. En la fig. No.1 se presenta una curva de polarización con un electrodo de



1.15 cm. de diámetro, en la misma se observa un comportamiento activo-pasivo. El electrodo de 3.11 cm. no se pasivó a 1425 RPM, única frecuencia a la cual se efectuaron estas pruebas, por el contrario, se obtuvo una curva similar a las encontradas cuando existen efectos de borde, esta posibilidad se descartó al reducir el diámetro del mismo electrodo a 1.45 cm. como puede apreciarse en la figura No. 2. Esta observación confirma el buen uso de la resina fenólica (baquelita) para el montaje de electrodos sin efectos de bordes como fue demostrado anteriormente (5). La falta de zona de pasivación en la curva obtenida con electrodos de 3.11 cm. de diámetro podría atribuírsele a cierta turbulencia visible en el sistema, ocasionada por la proximidad entre las paredes de la celda electrolítica y el electrodo. Al comparar las figuras No. 1 y 2 se destaca una zona de pasivación más extensa (400 mV) al usar electrodos de 1.15 cm. de diámetro. Sin embargo, se seleccionó 1.45 cm. como



diámetro de trabajo ya que con éste se presentó un desgaste menor y más uniforme de la superficie de las probetas. El mayor desgaste presentado por las probetas de 1,15 cm. a pesar de poseer zona de pasivación extensa, pareciera indicar la contribución de otros factores al proceso de corrosión, tal podría ser cierto desgaste por erosión debido a interacción de las líneas de flujo. En consecuencia, actualmente esta investigación está dirigida al uso de otra geometría del electrodo de trabajo, basada en la recomendación de Blurton y Riddiford (4).

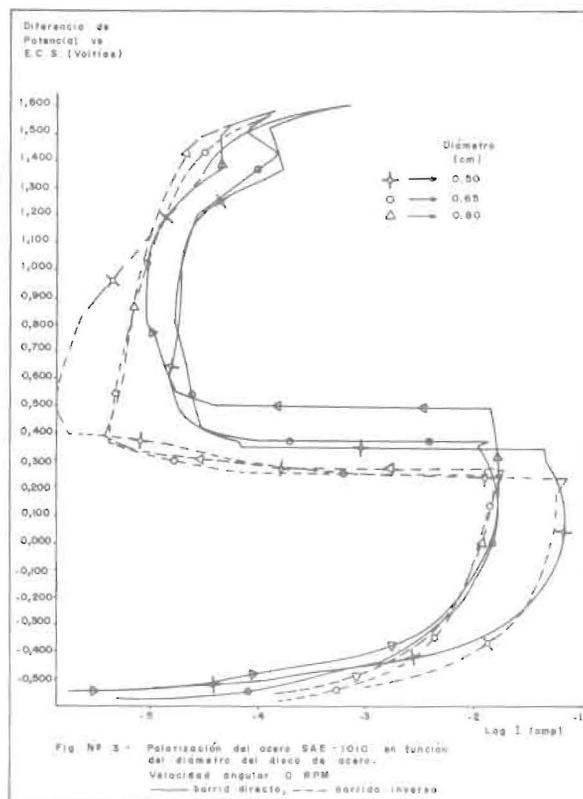
#### EFFECTO DE LA VELOCIDAD DE POLARIZACION

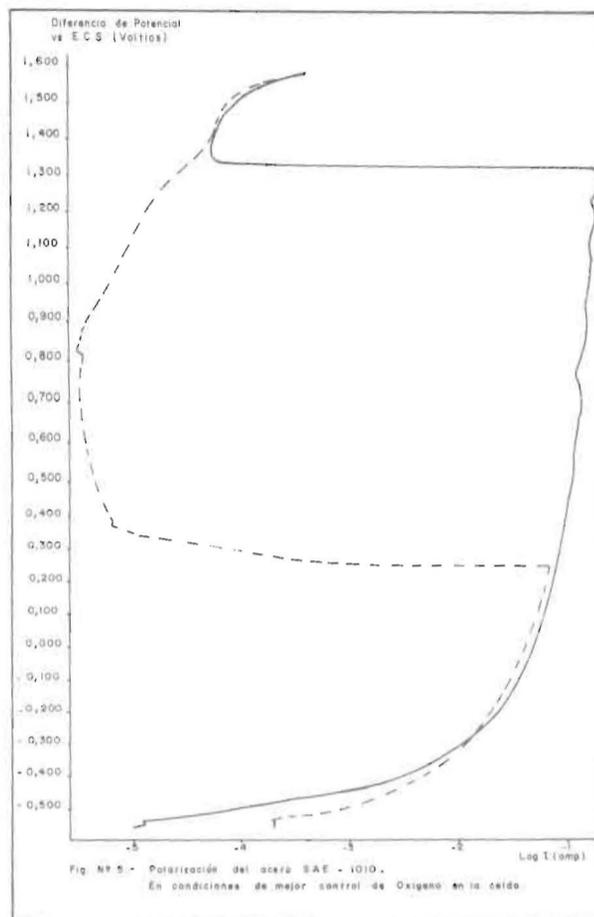
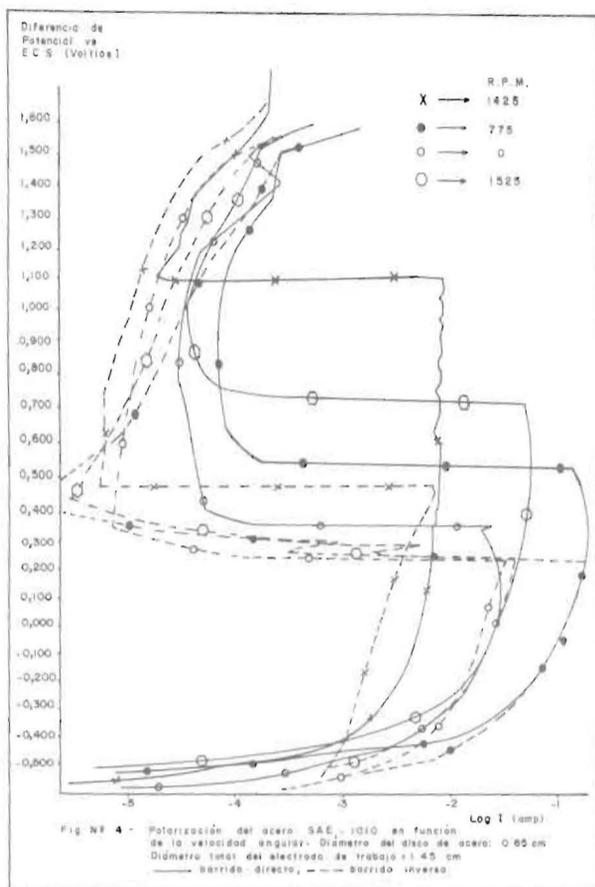
La velocidad de polarización utilizada en las

pruebas anteriores fue de 0,28 mV/seg. Ahora bien para disminuir el desgaste del electrodo, se aumentó la velocidad de polarización a 0,50; 0,80; 1,0; 1,25; 1,50 y 2,00 mV/seg; trabajando a una frecuencia fija de 1425 RPM y 1,45 cm. de diámetro del electrodo. Mediante observación visual se encontró un menor desgaste y más uniformidad del mismo a medida que aumentaba la  $dE/dt$ . Se seleccionó trabajar a 1,50 mV/seg por ser suficientemente rápida y adecuada para conseguir condiciones de estado estable. Según la literatura (6) tal condición se logra a velocidades de polarización menor o igual a 5 mV/seg.

#### VELOCIDAD ANGULAR

Utilizando la velocidad de polarización y el diámetro del electrodo seleccionados en base a lo expuesto anteriormente, se trabajó a 0,775, 1425 y a 1525 RPM (2), observándose en general, un desplazamiento de 20 a 30 mV del potencial de reposo hacia valores más nobles cuando la frecuencia del electrodo era diferente de cero. Las figuras 3 y 4





muestran curvas típicas, en general las curvas de barrido directo e inverso presentaron una separación de 42 a 1000 mV a nivel potencial pasivo primario y del potencial de reactivación como consecuencia del desplazamiento del potencial pasivo primario. A medida que aumenta el diámetro del electrodo y la velocidad angular, aumenta la energía voltaica requerida para que ocurra la pasivación. Igual efecto produce la casi ausencia de Oxígeno en el medio (fig. 5). La resistencia del material a pasivarse se manifiesta en algunas curvas de polarización por fluctuaciones que se inician aproximadamente a 0.600 voltios. Como en toda reacción electroquímica, si al electrodo de trabajo se le suministra una energía voltaica mayor que la de activación, se formará más fácilmente el compuesto intermetálico y se logrará obtener una zona de pasivación más amplia de allí que se decidió iniciar la polarización a + 1.6 voltios y regresar de nuevo a este valor, haciendo uso de la Voltimetría Cíclica. Se encontró un desgaste menor y más uniforme, lo que pareciera indicar que el primer barrido de + 1.6 voltios al potencial de reposo hace las veces de una limpieza electroquímica de la superficie, mejorando así la reproducibilidad de los re-

sultados. Sin embargo, no se logró igualar el potencial pasivo primario al potencial de reactivación y se consiguió que la técnica de compensación de IR no es lo más adecuado en este caso, donde el pH (0.50) de la solución de ácido sulfúrico implica el drenaje de altos valores de corriente.

#### CONCLUSIONES

El hecho de que la curva de polarización mediante barrido directo presente igual forma que la del barrido inverso y que la corriente sea aproximadamente igual en ambos sentidos, significa que el proceso de formación de la película pasiva es reversible.

La ausencia de lazos de histéresis en las curvas, hace concluir que el acero SAE 1010 en las condiciones de este estudio no es susceptible a corrosión por picadura.

El estudio comparativo de materiales o de medios corrosivos mediante la técnica de Voltimetría Cíclica con electrodo rotatorio debe hacerse utili-

zando diámetro de la probeta de 0.50 cm., velocidades angulares de 775 a 1525 RPM y el barrido iniciarse a potenciales positivos.

#### REFERENCIAS

- 1) BOMBARA G. BERNABAI U., "Anti-Corrosion", Marzo, 6-10 (1980).
- 2) HERNANDEZ Z. y ROJAS O., "Estudio de Películas Pasivadoras Mediante Voltimetría Cíclica". Trabajo especial de grado. LUZ-Facultad de Ingeniería, Dic. 1983.
- 3) LEVICH V.G., "Physicochemical Hydrodynamics", Prentice-Hall, 1962.
- 4) BLURTON K.F., RIDDIFORD A.C., "J. of Electroanal. Chem.", 10, 457-464 (1965).
- 5) DE DAMIA G.G., NAVA P. J.C. y RODRIGUEZ V.S. "Voltimetría Anódica del Acero Utilizando un Electrodo Rotatorio", XXXII Convención Anual de ASOVAC, Caracas, Nov. 1982.
- 6) BESSONE J., KARAKAYA L., LORBEER P., LORENZ W.J., "Electrochim. Acta", 22, 1147-1154 (1977).

Recibido el 2 de febrero de 1984