

Application Note AN-EC-028

# Medición de la permeación de hidrógeno según ASTM G148

## Cómo trabajar con VIONIC powered by INTELLO para estudiar la permeabilidad del hidrógeno

En solución acuosa, los átomos de hidrógeno se producen en la superficie de la muestra mediante reacciones electroquímicas. La formación de hidrógeno se encuentra en diferentes situaciones, incluida la galvanoplastia, la corrosión y la protección catódica. Los átomos de hidrógeno formados pueden penetrar dentro del material de la muestra y acumularse en sitios defectuosos, causando grietas, induciendo a la corrosión y disminuyendo las propiedades mecánicas de la muestra.

Por lo tanto, es importante medir la permeación de hidrógeno en las muestras estudiando la evolución del hidrógeno y la difusión sucesiva en las muestras.

En esta nota de aplicación, los experimentos de permeación de hidrógeno se realizan siguiendo el procedimiento descrito en la norma ASTM G148.

## CONFIGURACION DE LA PRÁCTICA

El experimento se llevó a cabo en una celda H compuesta por dos cámaras separadas por el electrodo de trabajo compartido entre los compartimentos.

En un lado (es decir, el «lado de carga»), se forma hidrógeno en la superficie del electrodo de trabajo. El hidrógeno se detecta en el otro lado (es decir, «lado de oxidación» o «lado de detección») [1].

El experimento de permeación de hidrógeno se llevó a cabo con dos instrumentos VIONIC alimentados por INTELLO de Metrohm Autolab (Figura 1).



**Figure 1.** VIONIC impulsado por INTELLO.

Dado que ambos instrumentos compartían el mismo electrodo de trabajo, se configuraron en modo flotante: electrodo de trabajo conectado a tierra. El electrodo de trabajo no estaba físicamente conectado a tierra.

Se usó un instrumento para producir hidrógeno en la muestra aplicando una corriente negativa en modo galvanostático. El otro instrumento se usó en modo potenciostático para oxidar el hidrógeno permeado y medir la corriente de permeación resultante.

El electrodo de trabajo fue una lámina de acero inoxidable 316L de 50 µm de espesor. El área expuesta a cada lado de la celda H fue de 1,8 $cm.^2$. El lado de carga se llenó con una solución ácida compuesta de 1 mol/L de HCl en agua desionizada, donde 0,25 g/L de hidrogenoarseniato disódico heptahidratado ($Na_2HASO_4$ $7H_2O$) se anadió para promover la formación de hidrógeno y la permeación [2]. Se utilizó un PT.SHEET de Metrohm como contraelectrodo. No se utilizó electrodo de referencia.

El lado de oxidación se llenó con una solución acuosa de 0,1 mol/l de NaOH (solución alcalina). Un electrodo de referencia Metrohm Ag/AgCl 3 mol/L KCl y un electrodo de platino Metrohm PT.SHEET como electrodo de referencia y contraelectrodo, respectivamente. Ninguna de las soluciones se desaireó.

Los procedimientos consistieron en los siguientes pasos:

1. La solución alcalina se anade a la celda de oxidación, junto con los electrodos.
2. El procedimiento para detectar hidrógeno se inicia en la celda de oxidación. En modo potenciostático, se aplican +300 mV frente a OCP (potencial de circuito abierto). La corriente registrada disminuye debido a la relajación de la polarización.
3. Cuando la corriente de oxidación es estable, la solución ácida se agrega al lado de carga de la celda y se inicia el procedimiento de carga. En modo galvanostático, una corriente negativa (reductora) de -1 mA/cm2 se aplica al electrodo de trabajo. En este experimento se aplicó una corriente de -1,8 mA.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Figura 2 muestra el gráfico de corriente de oxidación frente al tiempo que está relacionado con la polarización en el lado de oxidación.

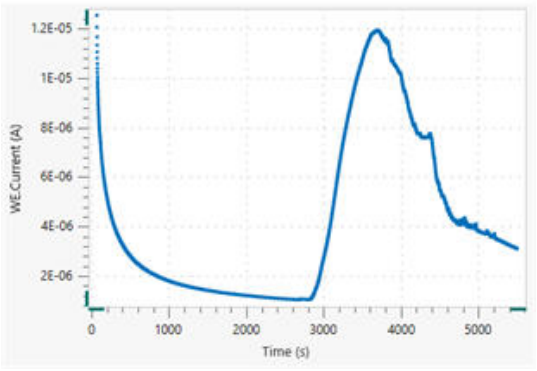



**Figure 2.** Gráfico que muestra la corriente de oxidación frente al tiempo.

Al comienzo de la grabación, la corriente disminuye debido a la relajación de la polarización. La polarización se induce aplicando 300 mV frente a OCP al electrodo de trabajo.

Aproximadamente a los 2700 s, se ve una pequena protuberancia en el gráfico. En ese momento, el lado de carga se llenó con la solución ácida y comenzó la producción de hidrógeno.

La permeación de hidrógeno comenzó a detectarse aproximadamente a los 2800 s. Aquí, la corriente aumentó nuevamente debido a que el hidrógeno se oxidó en el lado de detección.

## CONCLUSIÓN

En esta nota de aplicación, se presentó el estudio de la permeación de hidrógeno según la norma ASTM G148 en una muestra de acero inoxidable 316L.

Este trabajo fue posible con el uso de dos instrumentos VIONIC alimentados por INTELLO, ambos en modo flotante - electrodo de trabajo conectado a tierra.

Se utilizó una celda H para este estudio donde el electrodo de trabajo se compartió entre dos compartimentos. Un lado se usó para generar hidrógeno con una solución ácida y el otro lado se usó para detectar hidrógeno con una solución alcalina.

La permeación de hidrógeno se desencadenó utilizando arseniato de hidrógeno disódico heptahidratado, anadido en la solución ácida.

## REFERENCIAS

1. ASTM G148 - Práctica estándar para la evaluación de la absorción, permeación y transporte de hidrógeno en metales mediante una técnica electroquímica.
2. Charca, S. METRO. Estudio de Permeación y Difusión de Hidrógeno en Aceros: Modelo Predictivo para la Determinación de la Concentración de Hidrógeno Desorbido - ProQuest, Universidad de Puerto Rico, Mayaguez, 2006.

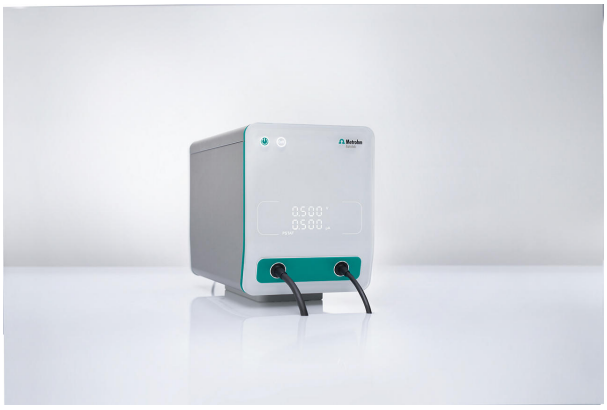
## PARA MÁS INFORMACIÓN

Puede obtener más información sobre esta nota de aplicación y el procedimiento de software INTELLO asociado con su distribuidor local de Metrohm. Puede encontrar información adicional sobre las especificaciones del instrumento en:
VIONIC powered by INTELLO

## CONTACT

Metrohm México
Calle. Xicoténcatl #181, Col
Del Carmen, Alcaldía
Coyoacán.
04100. Ciudad de México
México
info@metrohm.mx

## CONFIGURACIÓN



VIONIC
VIONIC es nuestro potenciostato/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 µs

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



### 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

Electrodo de referencia de plata/cloruro de plata con c(KCl) = 3 mol/L como electrolito de referencia.

Este electrodo de referencia es adecuado para aplicaciones acuosas, y la junta de esmerilado normal 14/15 permite un montaje fácil.