

# Determinación de la solubilidad de hidrógeno en $\text{TiO}_2$ formado sobre $\text{Ti}_6\text{Al}_4\text{V}$ a partir del concepto de impedancia de warburg

## Determination of the solubility of hydrogen in $\text{TiO}_2$ formed on $\text{Ti}_6\text{Al}_4\text{V}$ from warburg impedance concept

Juan Camilo Araque Castro<sup>1</sup>, Custodio Vásquez Quintero<sup>2</sup>, Hugo Armando Estupiñan Duran<sup>3</sup>, Darío Yesid Peña Ballesteros<sup>4</sup>

<sup>1</sup>Ing. Metalúrgico, Escuela de Ingeniería Metalúrgica, Facultad de Físicoquímicas, Universidad Industrial de Santander, GIC.

<sup>2</sup>Msc. En Ingeniería Metalúrgica, Profesor Titular, Escuela de Ingeniería Metalúrgica, Facultad de Físicoquímicas, Universidad Industrial de Santander, GIC.

<sup>3</sup>PhD en Ingeniería Química, Profesor Asistente en Dedicación Exclusiva, Departamento de Materiales y Minerales, Facultad de Minas, Universidad Nacional de Colombia.

<sup>4</sup>PhD en Corrosión, Profesor Asociado, Escuela de Ingeniería Metalúrgica, Facultad de Físicoquímicas, Universidad Industrial de Santander, GIC, [dypena@uis.edu.co](mailto:dypena@uis.edu.co)

Recibido 08/11/12, Aceptado 05/05/2013

### RESUMEN

Se obtuvieron películas anódicas porosas de  $\text{TiO}_2$  sobre una aleación  $\text{Ti}_6\text{Al}_4\text{V}$  mediante crecimiento galvanostático para densidades de corriente de 10, 20 y 35  $\text{mA}/\text{cm}^2$  en una solución de  $\text{H}_3\text{PO}_4$ . La morfología superficial de las películas fue analizada mediante SEM y AFM. Un aumento en la densidad de corriente genera superficies más homogéneas y poros más redondeados y de menor tamaño. La caracterización composicional realizada mediante EDS, mostró especies fosfatadas incorporadas a la película porosa, influencia por la cantidad de fósforo sobre el voltaje de rompimiento dieléctrico y su efecto como inhibidor en la disolución del óxido.

La solubilidad del hidrógeno se determinó mediante EIS, en una solución de NaOH, obteniendo modelos de circuitos eléctricos equivalentes que representan la fenomenología del proceso. El coeficiente de difusión de hidrógeno, se calculó para cada densidad de corriente a partir de la impedancia de Warburg simulada, encontrando valores entre  $10^{-21}$  y  $10^{-20}$ . Los resultados mostraron que un mayor espesor de película depositada conlleva a una mayor solubilidad de hidrógeno y menor permeabilidad; indicando que hay atrapamiento de hidrógeno en el recubrimiento, incluso, si no hay suficiente hidrógeno para formar hidruros, estas cantidades pueden causar deterioro del recubrimiento y una posterior falla del material.

Palabras Clave:  $\text{Ti}_6\text{Al}_4\text{V}$ , Crecimiento galvanostático,  $\text{TiO}_2$ , Espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS), Impedancia de Warburg, Solubilidad de hidrógeno, Coeficiente de difusión.

### ABSTRACT

Anodic porous films of  $\text{TiO}_2$  were obtained on a  $\text{Ti}_6\text{Al}_4\text{V}$  alloy by galvanostatic growth for values of current densities of 10, 20 and 35  $\text{mA}/\text{cm}^2$  in a solution 0.3 M  $\text{H}_3\text{PO}_4$ . The surface morphology of the films was analyzed by SEM and AFM. An increase in current density generates more homogeneous surface and more rounded and smaller pores. The compositional characterization was performed by EDS, where phosphate species was observed incorporated into the porous film, as well as the influence of phosphorus on the dielectric breakdown voltage and its effect in inhibiting the dissolution of the oxide.

To determine the solubility of hydrogen, electrochemical impedance spectroscopy, EIE, were tested in 0.5M NaOH solution, which was simulate an equivalent electrical circuits representing the phenomenology of the process. Then, the hydrogen diffusion coefficient was calculated for each value of current density. The values are within the range of  $10^{-21}$  and  $10^{-20}$ . The results showed that a thicker deposited film leads to higher solubility of hydrogen and lower permeability. This indicates that trapping of hydrogen is present in the coating, even if there is not enough hydrogen to form hydrides, these amounts can cause deterioration of the coating and subsequent material failure.

Keywords:  $\text{Ti}_6\text{Al}_4\text{V}$ , Galvanostatic Growth,  $\text{TiO}_2$ , Electrochemical impedance spectroscopy (EIS), Warburg impedance, Hydrogen solubility, Diffusion coefficient.