



Application Note AN-COR-016

ASTM G61: Prüfung der Anfälligkeit verschiedener Eisen-, Nickel- und Kobaltlegierungen für örtliche Korrosion

ASTM-konforme Methoden von Metrohm Autolab

Die ASTM G61 beschreibt ein standardisiertes Verfahren zur Prüfung der Anfälligkeit verschiedener Eisen-, Nickel- und Kobaltlegierungen für örtliche Korrosion in einer Chloridumgebung [1]. Das Potential, bei dem der anodische Strom schnell ansteigt, ist ein Hinweis auf Lochkorrosion (Lochfraß, Pitting). Je höher das Potential bei gleichen Scanraten ist, desto besser ist der Schutz gegen Lochkorrosion.

Durch die Verwendung eines Messgeräts und den ASTM-konformen Korrosionszellen von Metrohm Autolab ist es möglich, die Anforderungen dieser ASTM-Norm vollständig zu erfüllen. Die folgende Application Note beschreibt eine Beispielmessung, die mit dem VIONIC-Messsystem gemäß den Richtlinien der ASTM G61 durchgeführt wurde.

PROBENVORBEREITUNG

Es ist von entscheidender Bedeutung, dass die Oberfläche der Probe frei von Verunreinigungen ist. Unmittelbar vor dem Eintauchen in das korrosive Medium wurde die Probe (eine 1 cm₂ große Scheibe

aus Edelstahl des Typs 430) durch eine Kombination aus mechanischem Polieren mit Schleifpapier und alternativem Abspülen mit Reinstwasser und Isopropylalkohol gereinigt.

DURCHFÜHRUNG

Der Test besteht darin, das System auf Potentiale zu polarisieren, die positiver sind als das Leerlaufpotential (open circuit potential, OCP), bis der Strom einen vorgegebenen Wert erreicht (in der Regel 5 mA). Anschließend wird der Scan umgekehrt, wodurch eine Hystereseschleife im Voltammogramm entsteht. Je höher das Potential ist, bei dem sich die Hystereseschleife schließt, desto weniger anfällig ist die Legierung für Lochkorrosion.

Für dieses Experiment wurde die Probe (Edelstahl Typ 430) als Arbeitselektrode (WE) verwendet. Zwei Platinblech-Elektroden von Metrohm dienten als Gegenelektroden. Als Referenzelektrode kam eine mit 3 mol/L KCL befüllte Ag/AgCl-Referenzelektrode von Metrohm zum Einsatz. Die verwendete Zelle war die ASTM-konforme 1 L-Korrosionszelle von Metrohm Autolab. Der Elektrolyt bestand aus einer 3,5 % NaCl-Lösung (künstliches Meerwasser).

Als Vorbereitung wurde zur Entfernung von gelöstem

Sauerstoff im Elektrolyten eine Stunde lang Stickstoffgas in die Lösung eingeleitet. Danach wurde die Probe in den Elektrolyten eingetaucht, und die Entgasung eine weitere Stunde lang fortgesetzt.

10 Minuten vor Beginn der Polarisation (d. h. 50 Minuten nach dem Einsetzen der Probe) wurde das OCP der Gegenelektrode über den S2-Anschluss des VIONIC-Geräts aufgezeichnet. Anschließend wurde das OCP der Probe (WE) gemessen und der darauffolgende Scan bei 0 V vs. OCP gestartet. Die verwendete Scanrate betrug 167 µV/s mit einer Spannungsschritt (step potential) von 150 µV.

Der anodische Scan wurde so lange fortgeführt, bis der Strom den festgelegten Grenzwert (cutt-off) von 5 mA erreichte, woraufhin die Scanrichtung umgekehrt wurde. Die Messung wurde beendet, sobald entweder das Korrosionspotential (E_{corr}) erreicht wurde oder sich die Hystereseschleife geschlossen hatte (manuell beobachtet).

ERGEBNISSE UND DISKUSSION

Das OCP (Platinpotential) der Gegenelektrode wurde mit $E_{\text{C-OCP}} = 0,24$ V aufgezeichnet. Das Korrosionspotential der Arbeitselektrode wurde mit $E_{\text{corr}} = -0,28$ V vs. Ag/AgCl gemessen.

In **Abbildung 1** ist das resultierende Voltammogramm (I vs. E) dargestellt.

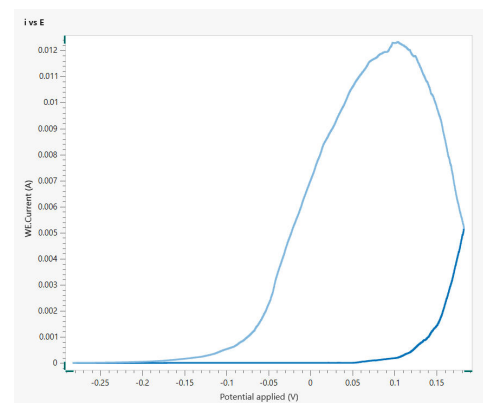


Abbildung 1. Voltammogramm (I vs E) der untersuchten Probe aus Edelstahl (Typ 430)

Die Daten wurden gemäß der ASTM-Norm G3 [2] transformiert und in **Abbildung 2** dargestellt, in der das Potential (E) gegen den dekadischen Logarithmus der Stromdichte (j) aufgetragen ist.

In diesem Fall zeigte die Probe eine offene Hystereseschleife, sodass die Messung beendet wurde, sobald das Korrosionspotential erneut erreicht war. E_{pitt} ist das Lochkorrosionspotential und entspricht dem Potential, bei dem die Lochkorrosion (örtlich begrenzt) beginnt. Zwischen dem ursprünglichen E_{corr} und E_{pitt} liegt ein Bereich passiver Stromdichte, in dem sich keine neuen Korrosionslöcher bilden können, bestehende jedoch weiterwachsen können [3]. Die ausgeprägte Hysterese weist darauf hin, dass an der Probe Lochkorrosion stattgefunden hat.

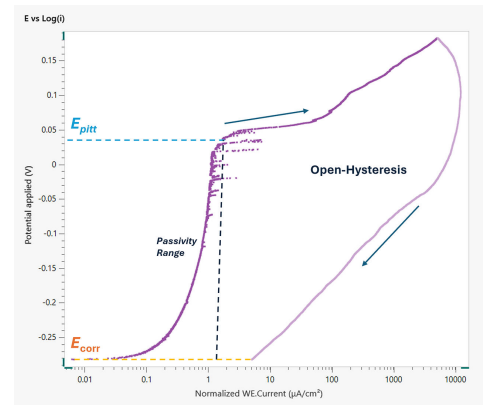


Abbildung 2. E vs.log(j)-Diagramm der untersuchten Probe. Das Korrosionspotential (E_{corr}), das Lochkorrosionspotential (E_{pitt}) und der Passivitätsbereich sind in der Grafik angegeben. Die Pfeile geben die Scanrichtung an.

REFERENZEN

1. G61 Standard Test Method for Conducting Cyclic Potentiodynamic Polarization Measurements for Localized Corrosion Susceptibility of Iron-, Nickel-, or Cobalt-Based Alloys. <https://www.astm.org/standards/g61> (accessed 2024-05-24).
2. Standard Practice for Conventions Applicable to Electrochemical Measurements in Corrosion Testing. <https://www.astm.org/g0003-14r19.html> (accessed 2024-03-08).
3. Bellezze, T.; Viceré, A.; Giuliani, G.; et al. Study of Localized Corrosion of AISI 430 and AISI 304 Batches Having Different Roughness. *Metals* **2018**, 8 (4), 244. DOI:10.3390/met8040244

CONTACT

Metrohm Inula
Shuttleworthstraße 25
1210 Wien

office@metrohm.at

KONFIGURATION



Platinblech-Elektrode

Diese Elektrode besteht aus einem dünnen, in einen Glasschaft eingebetteten Platinblech. Sie kann als Gegenelektrode für die meisten elektrochemischen Messungen eingesetzt werden. Ihre Oberfläche misst ungefähr 1 cm².



Ag/AgCl-Referenzelektrode mit KCl (Länge 12.5 cm)

Silber/Silberchlorid-Referenzelektrode mit Double-Junction System, Einbaulänge 10 cm.

Der Normschliff 14/15 ermöglicht eine einfache Montage, und das gegenüber Verschmutzung unempfindliche flexible Schliffdiaphragma kann jederzeit ersetzt werden. Der Referenz- und der Zwischenelektrolyt können je nach Verwendung frei gewählt werden und sind leicht auszutauschen. Dieser Sensor wird mit $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$ als Referenz- und Zwischenelektrolyt vorgefüllt.



1-L-Korrosionszelle

Die 1-L-Korrosionszelle von Autolab eignet sich für Korrosionsmessungen nach ASTM-Normen. Die Zelle hat einen Thermostatemantel für die Temperaturregelung und eine Reihe von Öffnungen für Gegenelektroden, pH-Sensor, Thermometer, Haber-Luggin-Kapillare und Gasspülung.

Die 1-L-Korrosionszelle wurde konzipiert für die Messung der Korrosionseigenschaften von 0.5 mm bis 4 mm dicken Rundproben mit 14.7 mm bis 16 mm Durchmesser, eingetaucht in einen Elektrolyten. Die exponierte Fläche beträgt 1 cm² und die Dichtungen sind aus Naturkautschuk.



VIONIC

VIONIC ist unser Potentiostat/Galvanostat der neuesten Generation, der mit der neuen Software INTELLO von Autolab ausgestattet ist.

VIONIC bietet die **am vielseitigsten kombinierten Spezifikationen aller Einzelgeräte**, die derzeit auf dem Markt sind.

- Ausgangsspannung: ± 50 V
- Standardstrom: ± 6 A
- EIS-Frequenz: bis zu 10 MHz
- Probennahmeintervall: bis zu 1 μ s

Im Preis für den VIONIC sind auch Funktionen enthalten, die bei den meisten anderen Geräten normalerweise mit zusätzlichen Kosten verbunden sind:

- Elektrochemische Impedanzspektroskopie (EIS)
- 4 Floating Modi (bei geerdeten Proben oder Messzellen)
- Zweite Messelektrode (S2)
- Analogger Scan