



Application Note AN-COR-012

ASTM G5: Misure di polarizzazione anodica potenziodynamica

ASTM-compliant methods from Metrohm Autolab

L'ASTM G5 è un metodo standard per testare la corrosione dell'acciaio inossidabile tipo 430 con una misurazione della polarizzazione anodica potenziodynamica. L'uso principale di questo metodo di prova non è in realtà nei test sui materiali, ma offre un modo semplice per confermare l'accuratezza dell'apparecchiatura di prova (ad esempio, PGSTAT e

cella di corrosione). Con uno strumento Metrohm Autolab e le nostre celle di corrosione conformi agli standard ASTM, è possibile soddisfare i requisiti di questo standard ASTM.

Questa Application Note descrive un esempio di misurazione effettuata utilizzando VIONIC powered by INTELLO secondo le linee guida ASTM.

PREPARAZIONE DEL CAMPIONE

È fondamentale che la superficie del campione sia priva di contaminazioni. Immediatamente prima dell'immersione nel mezzo corrosivo, il campione (un disco di acciaio inossidabile tipo 430 da 1 cm²) è stato pulito mediante una combinazione di lucidatura

meccanica con carta vetrata e risciacquo alternato con acqua ultrapura e alcol isopropilico. È importante che questa operazione venga eseguita immediatamente prima dell'immersione del campione per evitare una ricontaminazione della superficie.

ANALISI

Il campione è stato immerso in acido solforico acquoso 1 N (0,5 mol/L) e due elettrodi a lamina di platino Metrohm sono stati utilizzati come controelettrodo. Come elettrodo di riferimento, è stato scelto un elettrodo di riferimento Metrohm Ag/AgCl 3 mol/L KCl. La cella utilizzata in questo studio è stata la cella di corrosione Metrohm Autolab da 1 L, conforme agli standard ASTM.

Per ridurre al minimo l'ossigeno disciolto, la soluzione di acido solforico è stata deaerata facendo gorgogliare azoto gassoso al suo interno per un'ora. Il disco in acciaio inossidabile Tipo 430 è stato immerso nella soluzione 30 minuti prima dell'esperimento, durante la fase di gorgogliamento di N₂. Durante l'esperimento, è stata mantenuta una copertura di azoto sopra la soluzione per impedire la diffusione

dell'ossigeno atmosferico nella soluzione.

Per la misurazione è stato utilizzato un potenziostato/galvanostato VIONIC. La procedura e l'elaborazione dei dati sono state eseguite con il software INTELLO.

Il metodo standard ASTM G5 richiede che venga avviata una scansione di tensione dal potenziale di corrosione (Ecorr, noto anche come potenziale a circuito aperto OCP) a 1.60 V rispetto all'elettrodo a calomelano saturo (SCE) [1]. In questo caso, il sistema di elettrodi di riferimento impiegato era Ag/AgCl 3 mol/L KCl, quindi il potenziale finale è stato regolato a 1.630 V.

I dati sono stati tracciati in conformità con le linee guida stabilite con ASTM Standard Practice G3 [2].

RISULTATI

Il grafico della corrente (I) rispetto al potenziale (E) è mostrato in **Figura 1**.

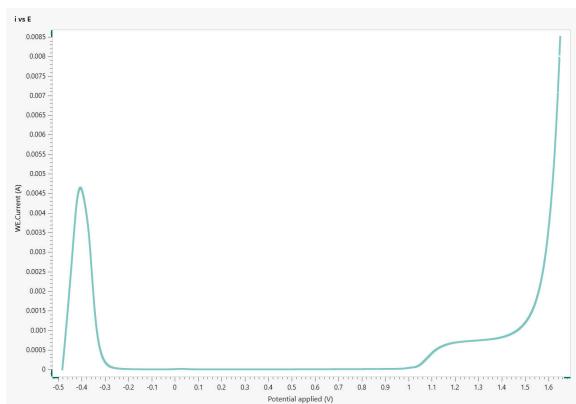


Figure 1. Grafico di I vs E per il campione di acciaio inossidabile sottoposto a corrosione in una soluzione di acido solforico pari a 0,5 mol/L.

I dati vengono trasformati secondo lo standard ASTM G3 nella **Figura 2**, dove viene mostrato un grafico del potenziale (E) in funzione del logaritmo della densità di corrente (j).

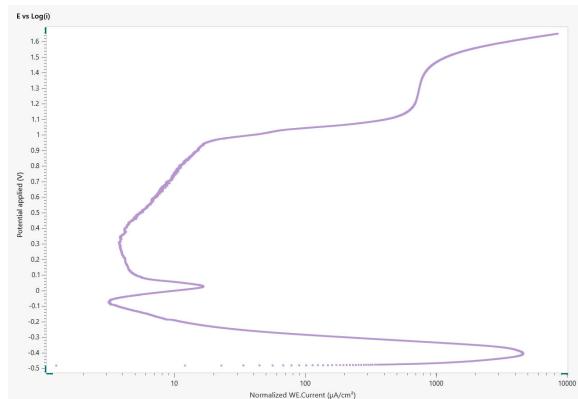


Figura 2. Il grafico corrispondente di $\log(j)$ rispetto a E per il campione di acciaio inossidabile corroso in una soluzione di acido solforico pari a 0,5 mol/L.

Le caratteristiche comuni relative al processo di ossidazione dell'acciaio inossidabile in soluzioni acide sono più facilmente distinguibili in questo grafico. Queste caratteristiche includono:

1. Regione attiva
2. Regione passiva
3. Regione transpassiva
4. Regione di passività secondaria

Queste quattro regioni sono evidenziate nel grafico della **Figura 3**.

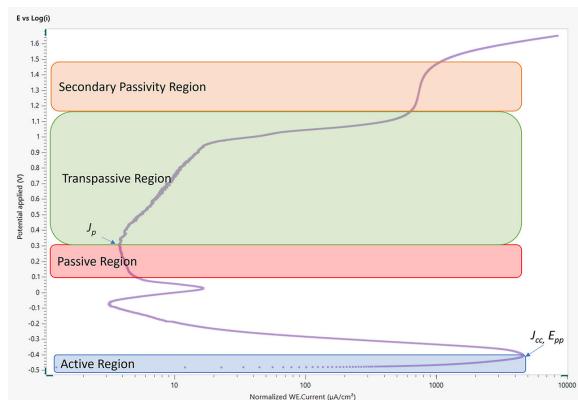


Figura 3. Questo grafico è identico alla Figura 2, ma le regioni del grafico sono ora evidenziate. La regione attiva è mostrata in blu, la regione passiva in rosso, la regione transpassiva in verde e la regione di passività secondaria in arancione.

La regione attiva (**Figura 3**, in blu) è caratterizzata da un forte aumento della densità di corrente, corrispondente all'ossidazione (corrosione) del campione di acciaio inossidabile, fino al raggiungimento del potenziale di passivazione primaria (E_{pp}). L' E_{pp} corrisponde anche a una densità di corrente critica (j_{cc}). Per potenziali superiori all' E_{pp} , la densità di corrente diminuisce, fenomeno solitamente associato alla formazione di uno strato

protettivo (passivante) sulla superficie dell'elettrodo. Dopo un piccolo picco, la cui origine è probabilmente correlata alla dissoluzione attiva dell'acciaio inossidabile da uno strato arricchito di Cu [3], la densità di corrente non cambia sostanzialmente dal suo valore di densità di corrente passiva (j_p) anche quando il potenziale viene aumentato. Questa è chiamata regione passiva (**Figura 3**, in rosso). A potenziali superiori a quelli in cui si verifica j_p , la

densità di corrente aumenta nuovamente a causa della rottura dello strato passivo. Questa è definita regione transpassiva (**Figura 3**, in verde).

Oltre la regione transpassiva, la curva entra in un'altra sezione in cui la densità di corrente non aumenta di

molto con il potenziale applicato. Questa è chiamata regione di passività secondaria (**Figura 3**, in arancione). Oltre a questa, può verificarsi l'evoluzione di ossigeno, non mostrata in **Figura 2**.

RIFERIMENTI

1. *Standard Reference Test Method for Making Potentiodynamic Anodic Polarization Measurements.* <https://www.astm.org/g0005-14r21.html> (accessed 2024-03-08).
2. *Standard Practice for Conventions Applicable to Electrochemical Measurements in Corrosion Testing.* <https://www.astm.org/g0003-14r19.html> (accessed 2024-03-08).
3. Ruel, F.; Volovitch, P.; Peguet, L.; et al. On the Origin of the Second Anodic Peak During the Polarization of Stainless Steel in Sulfuric Acid. *Corrosion* **2013**, *69* (6), 536–542.
[DOI:10.5006/0820](https://doi.org/10.5006/0820)

CONTACT

Metrohm Italiana Srl
Via G. Di Vittorio, 5
21040 Origgio (VA)

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



VIONIC

VIONIC è il nostro potenziostato/galvanostato di nuova generazione, con il nuovo software di Autolab INTELLO.

VIONIC offre la **combinazione di caratteristiche tecniche più versatili di qualsiasi altro strumento singolo** disponibile al momento sul mercato.

- Tensione conforme: ± 50 V
- Corrente standard ± 6 A
- Frequenza EIS: fino a 10 MHz
- Intervallo di campionatura fino a 1 μ s

Nel prezzo di **VIONIC** sono incluse anche funzioni che normalmente rappresenterebbero un costo aggiuntivo con la maggior parte degli altri strumenti quali ad esempio:

- Spettroscopia di impedenza elettrochimica (EIS)
- Modalità flottante selezionabile
- Secondo elettrodo di rilevamento (S2)
- Scansione analogica