



Application Note AN-COR-016

ASTM G61: Metodo di prova standard per la conduzione della polarizzazione potenziodinamica ciclica

Metodi conformi ASTM di Metrohm Autolab

ASTM G61 è un metodo standardizzato per testare la suscettibilità di varie leghe di ferro, nichel e cobalto alla corrosione localizzata in un ambiente con cloruri [1]. Il potenziale al quale la corrente anodica aumenta rapidamente è un'indicazione di corrosione per vaiolatura. Un potenziale più elevato, a parità di velocità di scansione, indica una migliore protezione contro la corrosione per vaiolatura.

Utilizzando uno strumento Metrohm Autolab e le nostre celle di corrosione conformi ASTM, è possibile soddisfare pienamente i requisiti di questo standard. La seguente Nota Applicativa descrive un esempio di misurazione effettuata utilizzando VIONIC powered by INTELLO secondo le linee guida ASTM G61.

PREPARAZIONE DEL CAMPIONE

È essenziale che la superficie del campione sia priva di contaminanti. Pertanto, appena 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.

ANALISI

Il test consiste nel polarizzare il sistema verso potenziali più positivi del potenziale a circuito aperto (OCP) fino a quando la corrente non raggiunge un valore predeterminato (solitamente 5 mA). Successivamente, la scansione viene invertita, formando un ciclo di isteresi sul voltammogramma. Maggiore è il potenziale a cui il ciclo di isteresi si chiude, minore è la predisposizione della lega alla corrosione per vaiolatura.

Per questo esperimento, il campione (430 SS) è stato utilizzato come elettrodo di lavoro (WE). Due elettrodi a lamina di platino Metrohm sono stati utilizzati come controelettrodo. Come elettrodo di riferimento, è stato scelto un elettrodo 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. L'elettrolita era una soluzione di NaCl al 3,5% (acqua di mare artificiale).

Durante la fase di preparazione, l'azoto gassoso è stato gorgogliato nella soluzione per un'ora per rimuovere l'ossigeno disciolto nell'elettrolita. Dopo un'ora, il campione è stato immerso nell'elettrolita e il degassaggio è continuato per un'altra ora.

Quindi, 10 minuti prima dell'inizio della polarizzazione (ovvero 50 minuti dopo l'inserimento), è stata registrata la OCP del controelettrodo utilizzando la connessione S2 del VIONIC. È stata misurata la OCP del campione (WE) e la scansione è iniziata da 0 V vs OCP. La velocità di scansione utilizzata era di 167 $\mu\text{V/s}$ con un potenziale di gradino di 150 μV .

La scansione anodica continua fino al raggiungimento di un limite di corrente di 5 mA, a quel punto la direzione della scansione viene invertita. La misurazione si interrompe al raggiungimento del potenziale di corrosione (E_{corr}) o alla chiusura dell'isteresi (rilevata tramite osservazione manuale).

RISULTATI E DISCUSSIONE

L'OCP (potenziale di platino) del controelettrodo è stato registrato come $E_{\text{C-OCP}} = 0,24$ V. Il potenziale di corrosione dell'elettrodo di lavoro è stato registrato come $E_{\text{corr}} = -0,28$ V rispetto ad Ag/AgCl.

Nella **Figura 1** è mostrato il voltammogramma risultante (I vs E).

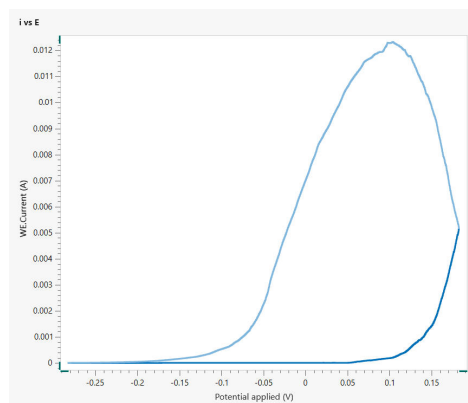


Figure 1. Voltammogramma (I vs E) del campione di acciaio inossidabile tipo 430 in esame.

RISULTATI E DISCUSSIONE

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

In questo caso, il campione ha mostrato un'isteresi aperta, quindi la misurazione è terminata una volta raggiunto nuovamente il potenziale di corrosione. E_{pitt} è il potenziale di pitting e corrisponde al potenziale a cui inizia la corrosione per pitting (localizzata). Tra l' E_{corr} iniziale e l' E_{pitt} si trova un intervallo di passività della densità di corrente in cui non è possibile la formazione di nuove pitture, ma quelle esistenti possono propagarsi [3]. L'elevata isteresi indica che il campione ha subito corrosione per pitting.

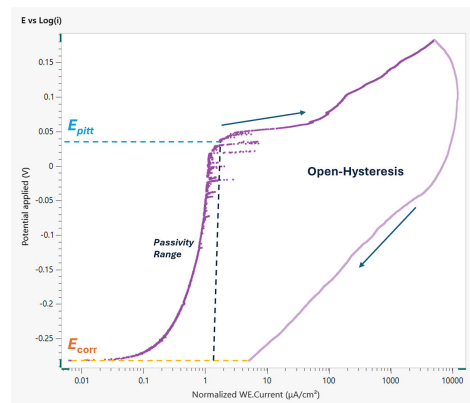


Figure 2. Grafico E vs log(j) del campione in esame. Il grafico indica il potenziale di corrosione (E_{corr}), il potenziale di pitting (E_{pitt}) e l'intervallo di passività. Le frecce indicano la direzione di scansione.

RIFERIMENTI

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

info@metrohm.it

CONFIGURAZIONE



Elettrodo a foglio di platino

Questo elettrodo è costituito da un foglio sottile di platino incorporato in uno stelo in vetro. Questo elettrodo può essere usato come controelettrodo per la maggior parte di misure elettrochimiche. La superficie è di circa 1 cm².



Elettrodo di riferimento Ag/AgCl con KCl (lunghezza 12,5 cm)

Elettrodo di riferimento argento/cloruro di argento con sistema Double-Junction, lunghezza di inserimento 10 cm.

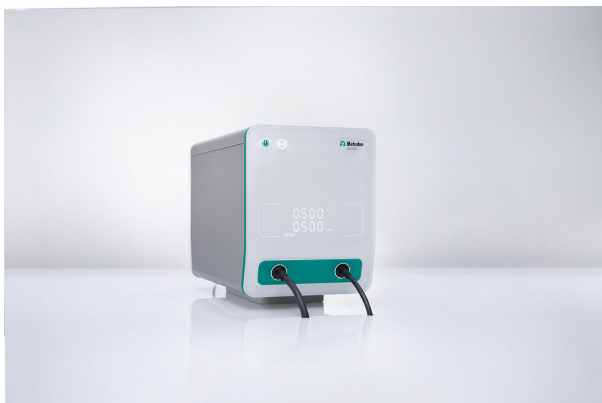
Il giunto conico 14/15 consente un montaggio rapido e il diaframma flessibile a smeriglio insensibile allo sporco può essere sostituito in qualsiasi momento. L'elettrolita di riferimento e intermedio possono essere scelti liberamente a seconda dell'utilizzo e sono facili da sostituire. Questo sensore viene preriempito con $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$ come elettrolita intermedio e di riferimento.



Cella di corrosione da 1 L

La cella di corrosione da 1 L dell'Autolab è adatta alle misure di corrosione secondo gli standard ASTM. La cella ha un rivestimento termostatico per il controllo della temperatura e una serie di aperture per controelettrodi, sensore di pH, termometro, capillare Luggin-Haber e spurgo gas.

La cella di corrosione da 1 L è stata progettata per misurare le proprietà di corrosione di campioni di diametro da 14,7 mm a 16 mm e spessore da 0,5 mm a 4 mm. La superficie esposta è di 1 cm² e le guarnizioni sono realizzate in gomma naturale.



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 versatile 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