



Application Note AN-COR-012

ASTM G5: Standardmethode zur Prüfung der Korrosion von hochlegiertem Stahl

ASTM-konforme Methoden von Metrohm Autolab

Die ASTM G5 ist eine Standardmethode zur Prüfung der Korrosion von Edelstahl des Typs 430 mit einer potentiodynamischen anodischen Polarisationsmessung. Die primäre Anwendung dieser Prüfmethode liegt nicht in der Materialprüfung - sie bietet eine einfache Möglichkeit, die Genauigkeit der Prüfgeräte (d.h. PGSTAT und Korrosionszelle) zu

bestätigen. Mit einem Metrohm Autolab-Gerät und unseren ASTM-konformen Korrosionszellen ist es möglich, die Anforderungen dieser ASTM-Norm zu erfüllen.

Diese Application Note beschreibt eine Beispielmessung, die mit dem VIONIC-Messsystem gemäß den ASTM-Richtlinien 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. Es ist wichtig, dass dieser Reinigungsschritt kurz vor dem Eintauchen der Probe erfolgt, um eine erneute Kontamination der Oberfläche zu verhindern.

DURCHFÜHRUNG

Die Probe wurde in 1 N (0,5 mol/L) wässriger Schwefelsäure eingetaucht. Als Gegenelektroden wurden zwei Platinblech-Elektroden von Metrohm verwendet, als Referenzelektrode kam eine mit 3 mol/L KCL befüllte Ag/AgCl-Referenzelektrode von Metrohm zum Einsatz. Die in diesem Experiment eingesetzte Zelle war die ASTM-konforme 1 L-Korrosionszelle von Metrohm Autolab.

Um den Gehalt an gelöstem Sauerstoff zu minimieren, wurde die Schwefelsäurelösung durch Einleiten von Stickstoff eine Stunde lang entgast. Die Edelstahlscheibe (Typ 430) wurde 30 Minuten vor Beginn des Experiments während der Stickstoffbegasung in die Lösung eingetaucht. Während des gesamten Versuchs wurde eine Stickstoffatmosphäre über der Lösung

aufrechterhalten, um die Diffusion von Luftsauerstoff in die Lösung zu verhindern.

Für die Messung wurde ein VIONIC-Potentiostat/Galvanostat verwendet. Die Messprozedur und Datenverarbeitung erfolgten mit der INTELLO-Software.

Die Messmethode in der Norm ASTM G5 schreibt vor, dass ein Spannungsscan vom Korrosionspotential (E_{corr} , auch bekannt als Leerlaufpotential OCP) bis 1,60 V vs. eine gesättigte Kalomelektrode (SCE) [1] durchgeführt wird. In diesem Fall wurde jedoch eine Ag/AgCl-Referenzelektrode mit 3 mol/L KCL verwendet, weshalb das Endpotential auf 1,630 V angepasst wurde.

Die Daten wurden gemäß den Richtlinien der ASTM Standard Practice G3 [2] dargestellt.

ERGEBNISSE

Das Diagramm Strom (I) vs. Potential (E) ist in Abbildung 1 dargestellt.

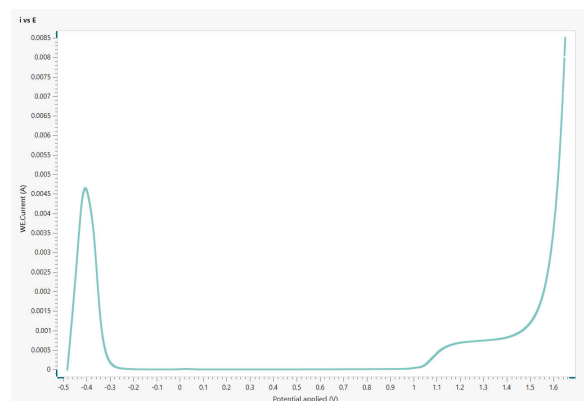


Abbildung 1. Das Diagramm I vs E für die korrodierende Edelstahlscheibe in 0,5 mol/L Schwefelsäurelösung.

Die Daten werden gemäß der ASTM-Norm G3 umgewandelt und in **Abbildung 2** in einem Diagramm dargestellt, bei dem das Potential (E) gegen den Logarithmus der Stromdichte (j) aufgetragen ist.

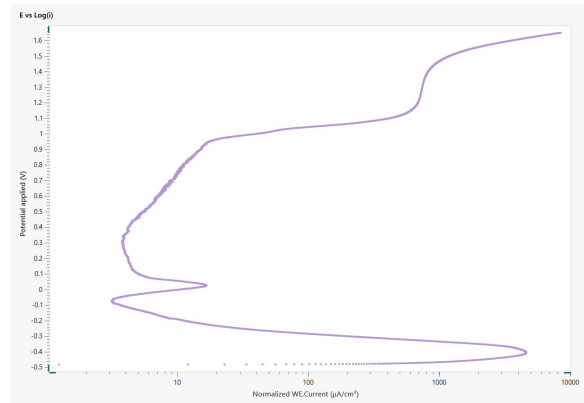


Abbildung 2. Die entsprechende Darstellung von $\log(j)$ vs. E für die korrodierende Edelstahlprobe in 0,5 mol/L Schwefelsäurelösung.

Die gemeinsamen Merkmale des Oxidationsprozesses von Edelstahl in sauren Lösungen sind in dieser Darstellung leichter zu erkennen. Zu diesen Merkmalen gehören die:

1. Aktive Region
2. Passive Region
3. Transpassive Region
4. Sekundäre Passivitätsregion

Diese vier Regionen sind in der Darstellung in **Abbildung 3** hervorgehoben.

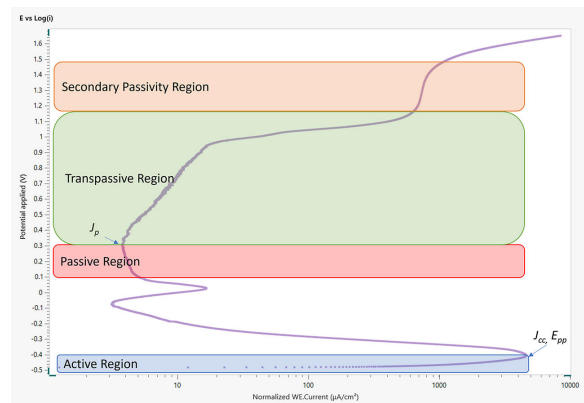


Abbildung 3. Diese Darstellung ist identisch mit **Abbildung 2**, aber die Regionen in der Darstellung sind jetzt farblich hervorgehoben. Die aktive Region ist in blau, die passive Region in rot, die transpassive Region in grün und die sekundäre Passivitätsregion in orange dargestellt.

ERGEBNISSE

Die *aktive Region* (**Abbildung 3**, in Blau) ist durch einen starken Anstieg der Stromdichte gekennzeichnet, was der Oxidation (Korrosion) der Edelstahlprobe entspricht, bis das primäre Passivierungspotential (E_{pp}) erreicht wird. E_{pp} entspricht auch einer kritischen Stromdichte (j_{cc}). Für Potentiale oberhalb von E_{pp} fällt die Stromdichte ab, was üblicherweise mit der Bildung einer schützenden (passivierenden) Schicht auf der Elektrodenoberfläche

verbunden ist.

Nach einem kleinen Peak – dessen Ursprung vermutlich auf die aktive Auflösung von Edelstahl aus einer mit Kupfer angereicherten Schicht zurückzuführen ist [3], ändert sich die Stromdichte kaum von ihrem passiven Stromdichtewert (j_p), selbst wenn das Potential erhöht wird. Dies wird als passive Region bezeichnet (**Abbildung 3**, in Rot).

Bei Potentialen oberhalb des Bereichs, in dem j_p

auftritt, steigt die Stromdichte erneut an, da die Passivschicht durchbrochen wird. Dies wird als transpassive Region bezeichnet (**Abbildung 3**, in Grün).

Jenseits der transpassiven Region tritt die Kurve in einen weiteren Abschnitt ein, in dem die Stromdichte

mit dem angelegten Potential nicht wesentlich zunimmt. Dies wird als sekundäre Passivierungsregion bezeichnet (**Abbildung 3**, in Orange). Darüber hinaus kann Sauerstoffentwicklung auftreten, was in **Abbildung 2** jedoch nicht dargestellt ist.

REFERENZEN

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

CONTACT

Metrohm Schweiz AG
Industriestrasse 13
4800 Zofingen

info@metrohm.ch

KONFIGURATION



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)
- Analog Scan