



Application Note AN-COR-012

ASTM G5: Misure di polarizzazione anodica potenziodinamica

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 potenziodinamica. 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.

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 (*E_{corr}*, 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**.

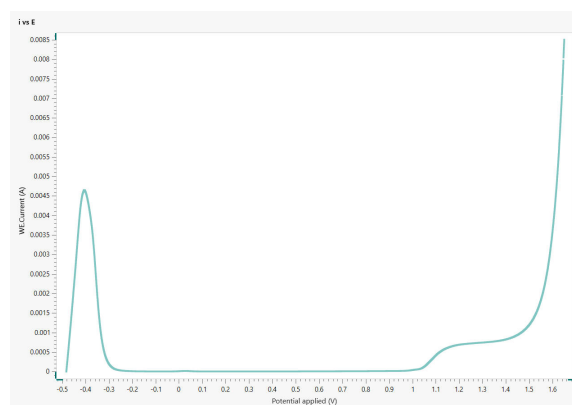


Figure 1. Grafico di *I* vs *E* per il campione di acciaio inossidabile sottoposto a corrosione in una soluzione di acido solforico pari a 0,5 mol/L.

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).

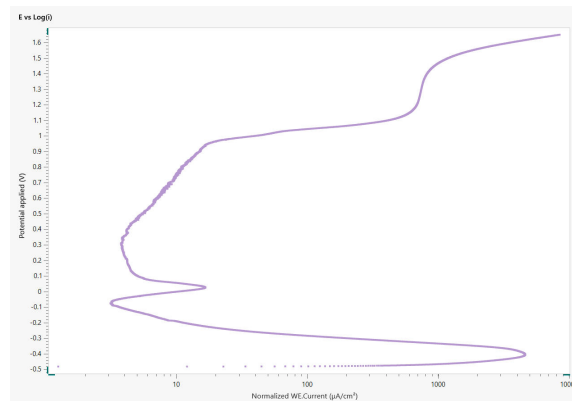


Figure 2. Il grafico corrispondente di $\log(j)$ rispetto a E per il campione di acciaio inossidabile corroso in una soluzione di acido solforico pari a 0,5 mol/L.

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**.

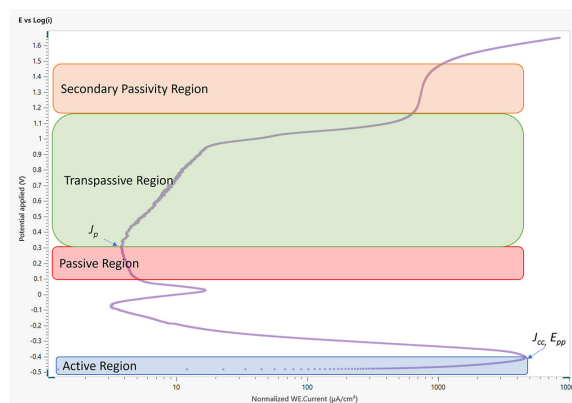


Figure 3. Questo grafico è identico alla Figura 2, ma le regioni del grafico sono ora evidenziate. La regione attiva è mostrata in blu, la regione passiva in rosso, la regione transpassiva in verde e la regione di passività secondaria in arancione.

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

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 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