



Application Note AN-EC-028

Misurazione della permeazione dell'idrogeno secondo ASTM G148

Come VIONIC powered by INTELLO può essere utilizzato per studiare la permeazione dell'idrogeno

In soluzione acquosa, gli atomi di idrogeno vengono prodotti sulla superficie del campione tramite reazioni elettrochimiche. La formazione di idrogeno si verifica in diverse situazioni, tra cui galvanica, corrosione e protezione catodica. Gli atomi di idrogeno formati possono permeare all'interno del materiale del campione e accumularsi in siti difettosi, causando crepe, inducendo corrosione e riducendo le proprietà

meccaniche del campione.

È quindi importante misurare la permeazione dell'idrogeno nei campioni studiando l'evoluzione dell'idrogeno e la successiva diffusione nei campioni.

In questa Application Note, gli esperimenti di permeazione dell'idrogeno vengono condotti seguendo la procedura descritta nello standard ASTM G148.

EXPERIMENTAL SETUP

L'esperimento è stato condotto in una cella H composta da due camere separate dall'elettrodo di lavoro condiviso tra i compartimenti.

Da un lato (il "lato di carica"), l'idrogeno si forma sulla superficie dell'elettrodo di lavoro. L'idrogeno viene

rilevato dall'altro lato (il "lato di ossidazione" o "lato di rilevamento") [1].

L'esperimento di permeazione dell'idrogeno è stato condotto con due strumenti VIONIC powered by INTELLO di Metrohm Autolab (**Figura 1**).



Figure 1. VIONIC powered by INTELLO.

Poiché entrambi gli strumenti condividevano lo stesso elettrodo di lavoro, erano impostati in modalità flottante, ovvero con l'elettrodo di lavoro collegato a terra. L'elettrodo di lavoro non era fisicamente collegato a terra.

Uno strumento è stato utilizzato per produrre idrogeno sul campione applicando una corrente negativa in modalità galvanostatica. L'altro strumento è stato utilizzato in modalità potenziostatica per ossidare l'idrogeno permeato e misurare la corrente di permeazione risultante.

L'elettrodo di lavoro era costituito da una lamina di acciaio inossidabile 316L dello spessore di 50 μm . L'area esposta su ciascun lato della cella H era di 1,8 cm^2 .

The charging side was filled with an acidic solution composed of 1 mol/L HCl in deionized water, where 0.25 g/L of disodium hydrogen arsenate heptahydrate ($\text{Na}_2\text{HAsO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) was added to promote the hydrogen formation and permeation [2]. A Metrohm PT.SHEET was used as counter electrode. No reference electrode was used.

Il lato di ossidazione è stato riempito con una soluzione acquosa di NaOH 0,1 mol/L (soluzione alcalina). Un elettrodo di riferimento Metrohm Ag/AgCl 3 mol/L KCl e un elettrodo di platino Metrohm PT.SHEET sono stati utilizzati rispettivamente come elettrodo di riferimento e controelettrodo.

Nessuna delle soluzioni è stata deaerata.

Le procedure consistevano nei seguenti passaggi:

1. La soluzione alcalina viene aggiunta alla cella di ossidazione insieme agli elettrodi.

RISULTATI E DISCUSSIONE

La **Figura 2** mostra il grafico della corrente di ossidazione in funzione del tempo, correlato alla

2. La procedura per rilevare l'idrogeno viene avviata nella cella di ossidazione. In modalità potenziostatica, viene applicata una corrente di +300 mV rispetto al potenziale di circuito aperto (OCP). La corrente registrata diminuisce a causa del rilassamento della polarizzazione.
3. Quando la corrente di ossidazione è stabile, la soluzione acida viene aggiunta al lato di carica della cella e la procedura di carica viene avviata. In modalità galvanostatica, una corrente negativa (riduttiva) di -1 mA/ cm^2 viene applicata all'elettrodo di lavoro. In questo esperimento, è stata applicata una corrente di -1,8 mA.

polarizzazione sul lato di ossidazione.



Figure 2. Grafico che mostra la corrente di ossidazione in funzione del tempo.

All'inizio della registrazione, la corrente diminuisce a causa del rilassamento della polarizzazione. La polarizzazione viene indotta applicando 300 mV rispetto all'OCP all'elettrodo di lavoro.

A circa 2700 s, si nota una piccola protuberanza nel grafico. In quel momento, il lato di carica è stato

riempito con la soluzione acida e la produzione di idrogeno è iniziata.

La permeazione dell'idrogeno ha iniziato a essere rilevata a circa 2800 s. A questo punto, la corrente è aumentata nuovamente a causa dell'ossidazione dell'idrogeno sul lato di rilevamento.

CONCLUSIONI

In questa Application Note è stato presentato lo studio della permeazione dell'idrogeno secondo ASTM G148 su un campione di acciaio inossidabile 316L.

Questo lavoro è stato possibile grazie all'utilizzo di due strumenti VIONIC powered by INTELLO entrambi in modalità flottante, ovvero con l'elettrodo di lavoro collegato a terra.

Per questo studio è stata utilizzata una cella H in cui

l'elettrodo di lavoro era condiviso tra due compartimenti. Un lato è stato utilizzato per generare idrogeno con una soluzione acida, mentre l'altro lato è stato utilizzato per rilevare l'idrogeno con una soluzione alcalina.

La permeazione dell'idrogeno è stata innescata utilizzando arseniato disodico eptaidrato, aggiunto alla soluzione acida.

RIFERIMENTI

1. ASTM G148 - Standard Practice for Evaluation of Hydrogen Uptake, Permeation, and Transport in Metals by an Electrochemical Technique.
2. Charca, S. M. Study of Hydrogen Permeation and Diffusion in Steels: Predictive Model for Determination of Desorbed Hydrogen Concentration - ProQuest, University of Puerto Rico, Mayaguez, 2006.

ULTERIORI INFORMAZIONI

Ulteriori informazioni su questa Nota Applicativa e sulla relativa procedura software INTELLO sono disponibili presso il distributore Metrohm locale.

Ulteriori informazioni sulle specifiche dello strumento sono disponibili all'indirizzo:

[Elettrochimica | Metrohm](#)

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



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

Elettrodo di riferimento argento/cloruro di argento con $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$ come elettrolita di riferimento. Questo elettrodo di riferimento è adatto alle applicazioni acquose e il giunto conico 14/15 consente uno smontaggio semplice.