



Application Note AN-COR-016

サイクリックポテンシオダイナミック分極試験の標準試験法

メトローム オートラボのASTM準拠メソッド

ASTM G61は、塩化物環境下における鉄、ニッケル、コバルトなどの各種合金の局部腐食感受性を試験するための標準化された試験方法です[1]。陽極電流が急激に増加する電位は孔食の発生を示す指標です。同じ走査速度で電位が高いほど、孔食に対する保護性能が高いことを示します。

メトロームオートラボの装置とASTM準拠の腐食セルを使用することで、このASTM規格の要件を完全に満たすことができます。以下のアプリケーションノートでは、ASTM G61のガイドラインに従って、INTELLOを搭載したVIONICを使用して行った測定例について説明します。

サンプルの準備

サンプル表面が汚染されていないことが不可欠です。そのため、腐食性媒体に浸漬する直前に、サンプル(430ステンレス鋼、1cm²のディスク)を、サンド

ペーパーによる機械研磨と、超純水とイソプロピルアルコールによる洗浄を交互に行うことで洗浄しました。

実験

この試験は、電流が所定の値(通常5mA)に達するまで、開路電位(OCP)よりも正の電位にシステムを分極させることで行われます。その後、スキャンを反転させ、ボルタモグラム上にヒステリシスループを形成します。ヒステリシスループが閉じる電位が高いほど、合金の孔食発生の可能性が低くなります。この実験では、サンプル(430ステンレス鋼)を作用電極(WE)として使用しました。対電極にはメトロームの白金シート電極2枚を使用しました。参照電極には、Ag/AgCl 3 mol/L KCl電極を使用しました。本研究で使用したセルは、ASTM準拠のメトロームオートラボの1L腐食セルです。電解液は3.5% NaCl溶液(人工海水)です。

準備工程では、電解液に溶解した酸素を除去するため、窒素ガスを溶液に1時間吹き込みました。1時間後、サンプルを電解液に浸漬させて、さらに1時間脱ガスを継続しました。

次に、分極開始10分前(挿入後50分)に、VIONICのS2接続を用いて対電極のOCPを記録した。サンプル(WE)のOCPを測定し、OCPに対する0Vからスキャンを開始しました。スキャン速度は167 $\mu\text{V/s}$ 、ステップ電位は150 μV としました。

陽極スキャンは、電流が5 mAに達するまで継続され、その時点でスキャン方向を逆転させます。測定は、腐食電位(E_{corr})に到達するか、ヒステリシスが閉じたことが手動で確認されると終了となります。

実験結果と議論

対電極の OCP (白金電位) は $E_{\text{C-OCP}} = 0.24 \text{ V}$ と記録されました。作用電極の腐食電位は $E_{\text{corr}} = -0.28 \text{ V vs Ag/AgCl}$ と記録されました。

図 1 に、実験結果として得られたボルタモグラム (i vs E) を示します。

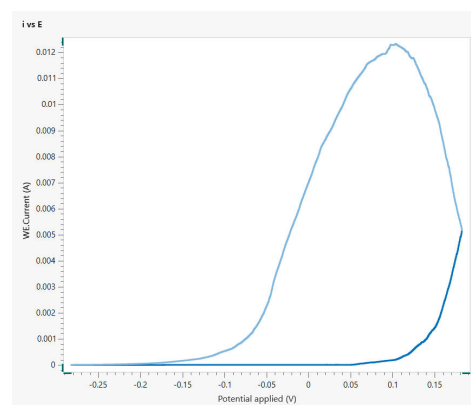


図 1. 430 ステンレス鋼サンプルのボルタモグラム (i vs E)

データはASTM規格G3[2]に従って変換され、図2には電位(E)と電流密度(j)の対数の関係を示すプロットが示されています。

この場合、このサンプルはオープンヒステリシスを示したため、腐食電位が再び到達した時点で測定を終了しました。 E_{pitt} は孔食電位であり、孔食(局所的)腐食が始まる電位に相当します。初期の E_{corr} と E_{pitt} の間は、新たな孔食は形成されないものの、既存の孔食は伝播できる電流密度不動態域です[3]。高いヒステリシスは、サンプルが孔食腐食を起こしたことを示しています。

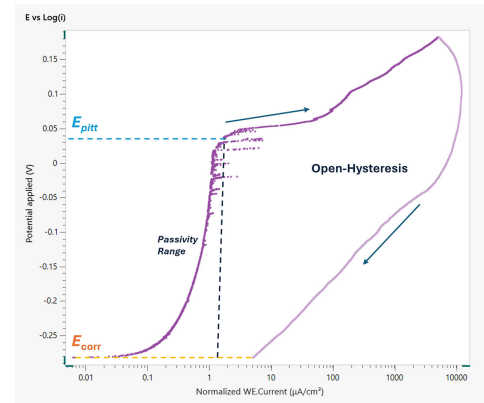


図 2. サンプルのE vs log(j)プロット。腐食電位 (E_{corr})、孔食電位 (E_{pitt})、および不動態範囲がすべてプロット上に示されています。矢印はスキャン方向を示しています。

REFERENCES

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](https://doi.org/10.3390/met8040244)

CONTACT

メトロームジャパン株式会社
143-0006 東京都大田区平和島6-1-1
null 東京流通センター アネックス9階

metrohm.jp@metrohm.jp

装置構成



Platinum sheet electrode

This electrode consists of a thin sheet of platinum embedded into a glass shaft. This electrode can be used as a counter electrode for most electrochemical measurements. The surface area is approximatively 1 cm².



Ag/AgClKCl (12.5 cm)

ダブルジャンクションシステムを備えた銀/塩化銀参照電極、取り付け長さ10 cm。

すり合わせ14/15により簡単に取り付けることができ、また、汚れに耐性のあるフレキシブルなグランドジョイントダイアフラムといつでも取り換えることが可能です。参照電解質およびブリッジ電解質は、用途に応じて自由に選択でき、また容易に交換することができます。このセンサーには、参照電解質およびブリッジ電解質として $c(\text{KCl}) = 3 \text{ mol/L}$ が事前に充填されています。



1 L corrosion cell

The Autolab 1 L corrosion cell is suitable for corrosion measurements according to ASTM standards. The cell has a thermostatic jacket for temperature control and a series of openings for counter electrodes, pH sensor, thermometer, Luggin-Haber capillary and gas purging. The 1 l corrosion cell has been designed to measure the corrosion properties samples with a diameter ranging from 14.7 mm to 16 mm and a thickness from 0.5 mm up to 4 mm. The exposed surface is 1 cm² and the seals are made out of natural rubber.



VIONIC

VIONIC is our new-generation potentiostat/galvanostat that is powered by Autolab's new INTELLO software. VIONIC offers the most versatile combined specifications of any single instrument currently on the market. Compliance voltage: ± 50 V; Standard current ± 6 A; EIS frequency: up to 10 MHz; Sampling interval: down to 1 μ s; Also included in VIONIC's price are features that would usually carry an additional cost with most other instruments such as: Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS); Selectable Floating; Second Sense (S2); Analog Scan;