ICS 77.040.99
CCS H 21

中 华 人 民 共 和 国 国 家 标 准

GB/T 24488—2021
代替GB/T 24488—2009

镁合金牺牲阳极电化学性能测试方法

Test method for electrochemical properties of magnesium alloys sacrificial anode

2021-08-20发布　　2022-03-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会　发布

前　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则　第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替GB/T 24488—2009《镁合金牺牲阳极电化学性能测试方法》，与GB/T 24488—2009相比，除结构调整和编辑性修改外，主要技术变化如下：

a) 更改了“范围”，并将安全事项更改为“警示”（见第1章，2009年版的第1章）；
b) 增加了“规范性引用文件”一章（见第2章）；
c) 增加了“术语和定义”一章（见第3章）；
d) 更改了“方法原理”（见第3章，2009年版的第3章）；
e) 增加了“试验条件”（见第5章）；
f) “预防与保护措施”更改为“警示”，与“试剂”一章合并（见第6章，2009年版的第4章、第5章）；
g) “装置”更改为“仪器设备”，增加了可使用万用表，去掉了天平的最大称量要求，增加了烘箱的温控精度，详细规定了钢制阴极试验坩埚的尺寸与底部浇铸料的要求，更改了铜库仑计铜线、连接件的要求，纠正了库仑计介质名称（见第7章，2009年版的第3章）；
h) “取样”更改为“试样”，将安全要求作为警示放到该章开始，去掉了试样的建议切割和加工参数，增加试样的尺寸公差及粗糙度要求，更改挤压热水器阳极的取样制样方法并附示意图，增加了铸造热水器阳极的取样制样方法并附示意图（见第8章，2009年版的第6章）；
i) “试样准备”更改为“试验准备”，放到“试验步骤”一章下，将原来的“称量”与“制样”放到“试验准备”一节，更改了试样胶带的缠绕表达方式，更改了挤压热水器阳极端面密封要求（见9.1，2009年版的6.2、6.3、6.4）；
j) “操作步骤”更改为“试样测定”，放到“试验步骤”一章下，将库仑计的安装以及电路安装由“试样准备”一节放到“试验步骤”一节，电路安装中更改铜线要求，增加电路中各连接的接触电阻要求，增加闭路电位测量时间偏差，库仑计导线更改为库仑计阴极铜丝（见9.2，2009年版的第7章和6.4.2，6.4.3）；
k) “计算及报告”更改为“试验数据处理”，增加计算结果表示到小数点的位数，增加数值修约规则（见第10章，2009年版的第8章）；
l) 对重复性和再现性增加了要求表述（见第11章，2009年版的第9章）；
m) 增加试验报告内容（见第12章）；
n) 删除附录A（见2009年版的附录A）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本文件起草单位：淄博德源金属材料有限公司、山东省科学院新材料研究所、河南特润科技服务有限公司、西安海镁特镁业有限公司、浙江泰普森新材料科技有限公司、中山捷豹特种材料科技有限公司、国家镁及镁合金产品质量监督检验中心、厦门火炬特种金属材料有限公司、山东理工大学、山东银光钰源轻金属精密成型有限公司、中科院海洋研究所、北京华北轻合金有限公司、南京云海特种金属股份有限公司、山东宏泰科技有限公司、上海交通大学、鹤壁市质量技术监督检验测试中心。

本文件主要起草人：柴韶春、翟慎宝、王曹宇、石宪柱、钱亚锋、卜艳霞、易亮玉、高亚飞、周吉学、甄子胜、张阳阳、韩莉、崔红卫、唐守秋、王鲁东、仝仲盛、王迎新、王前进、李言涛、翟乃一、王胜青、

温军国、赵建峰。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2009年首次发布为GB/T 24488—2009;

——本次为第一次修订。

镁合金牺牲阳极电化学性能测试方法

警示——本文件没有阐明所有与使用有关的安全事项，本文件的使用者应采取适当的安全和健康措施，并制定相应的规章制度。

1 范围

本文件规定了镁合金牺牲阳极试样在饱和硫酸钙和氢氧化镁介质中工作时的电化学性能试验方法。

本文件适用于以饱和硫酸钙和氢氧化镁试验电解液模拟埋地阳极填充环境下镁合金牺牲阳极(以下简称埋地阳极)电化学性能的测试。淡水中使用的热水器用镁合金牺牲阳极(以下简称热水器阳极)电化学性能的测试可参照使用。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件。不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 17731 镁合金牺牲阳极

3 术语和定义

GB/T 17731界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

闭路电位 closed circuit potential

在电解质中，阴极与牺牲阳极相连，当有电流通过时，牺牲阳极相对参比电极的电位。

3.2

开路电位 open circuit potential

在电解质中，阴极与牺牲阳极相连，当断开电流1 h 时后，牺牲阳极相对参比电极的电位。

3.3

实际电容量 practical current capacity

实际测量消耗单位质量的牺牲阳极所产生的电量。

[来源：GB/T 17731—2015,3.1]

3.4

理论电容量 theoretical current capacity

根据法拉弟定律计算消耗单位质量的牺牲阳极所产生的电量。

[来源：GB/T 17731—2015,3.2]

3.5

电流效率 current efficiency

实际电容量和理论电容量的百分比。

4 方法原理

以恒定的直流电流流经由预称重的镁合金阳极试样、钢制阴极试验坩埚和电解液组成的串联试验电池14 d。试验期间多次测量试样的氧化电位以及试验结束断开电流1 h 后测量试样的氧化电位，并测量流经电池总的电量。试验结束后，清洗、称量每个试样，计算试样单位损失质量获得的电量。

5 试验条件

试验时，电解液的温度应保持在22 ℃±5℃范围内。

6 试剂

警示——使用库仑计溶液和阳极清洗液时，要求对眼睛和皮肤进行保护，应在通风实验柜中进行试样清洗；清洗液的处理应符合相应的法律法规。

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

6.1 水：GB/T 6682,三级或更高级。

6.2 电解液(饱和硫酸钙-氢氧化镁溶液):称取5.0 g 硫酸钙($CaSO_4 \cdot 2H_2O$)、0.1 g氢氧化镁

[$Mg(OH)_2$] 溶解于1000 mL 的水中，混匀。

6.3 库仑计溶液：将235 g 五水硫酸铜($CuSO_4 \cdot 5H_2O$)、27 mL 98%的浓硫酸(H_2SO_4)、50 mL未改性乙醇依次加入900 mL 的水中，混匀。

6.4 阳极清洗液：称取250 g 三氧化铬(CrO_3) 溶解于1000 mL 的水中，混匀。

7 仪器设备

7.1 直流电源：输出电压12 V,输出电流不低于2 mA。

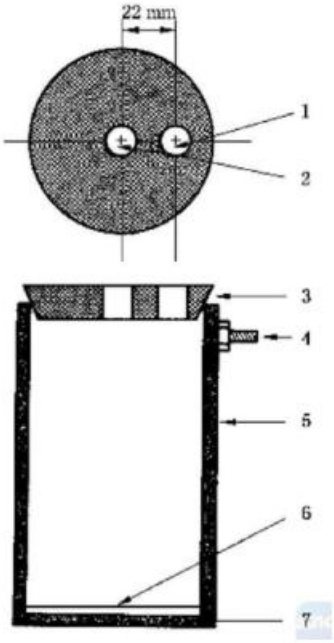
7.2 参比电极：饱和甘汞电极。

7.3 电位计或万用表：输入阻抗不小于10^7 a。

7.4 天平：感量0.1 mg。

7.5 烘箱：温度不低于110℃,温控精度不低于±5℃。

7.6 钢制阴极试验坩埚：结构示意图如图1所示。



标引序号说明：

1——孔直径12.7 mm(参比电极)；

2——孔直径12.7 mm(阳极)；

3——橡皮塞；

4——钎焊 M8 黄铜螺栓(配有螺母)；

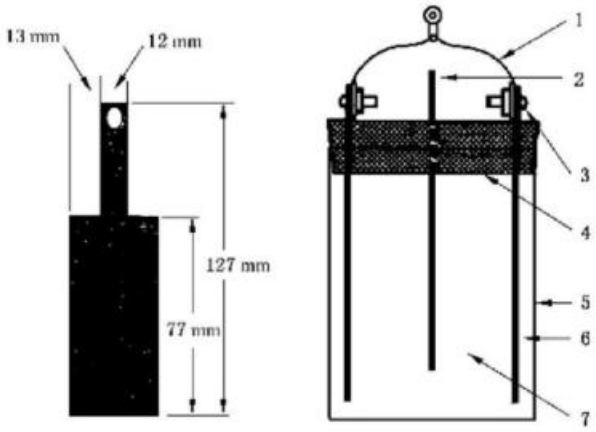
5——内径Φ78 mm 的优质碳素钢管，高165 mm, 容积大于625 mL;

6——底部浇铸约3 mm 厚环氧树脂；

7——钢管末端焊接底板。

图 1 钢制阴极试验坩埚结构示意图

7.7 铜库仑计或电子库仑计：铜库仑计构造示意图如图2所示。



标引序号说明：

1——0.75 mm² 铜线，用接线端子连接；

2——预称重的阴极紫铜丝，直径0.51 mm;

3——M6螺栓和螺母；

4——橡皮塞；

5——300 mL玻璃烧杯；

6——2块1.5 mm～6 mm厚的紫铜板；

7——库仑计溶液。

图 2 铜库仑计构造示意图

8 试样

警示——切割和加工过程中产生的镁屑易引起燃烧，镁的加工处理步骤应该非常小心

8.1 埋地阳极取样及制样的典型示意图见图3。沿埋地阳极宽度方向离边缘约13 mm 处截取截面尺寸为16 mm×16 mm、长180 mm 的5支试样，然后将其加工成直径为12.7 mm±0.1 mm,长度为152 mm±1 mm,表面粗糙度Ra≤3.2 μm的试样，试样两端加工，其中一端加盖标记。

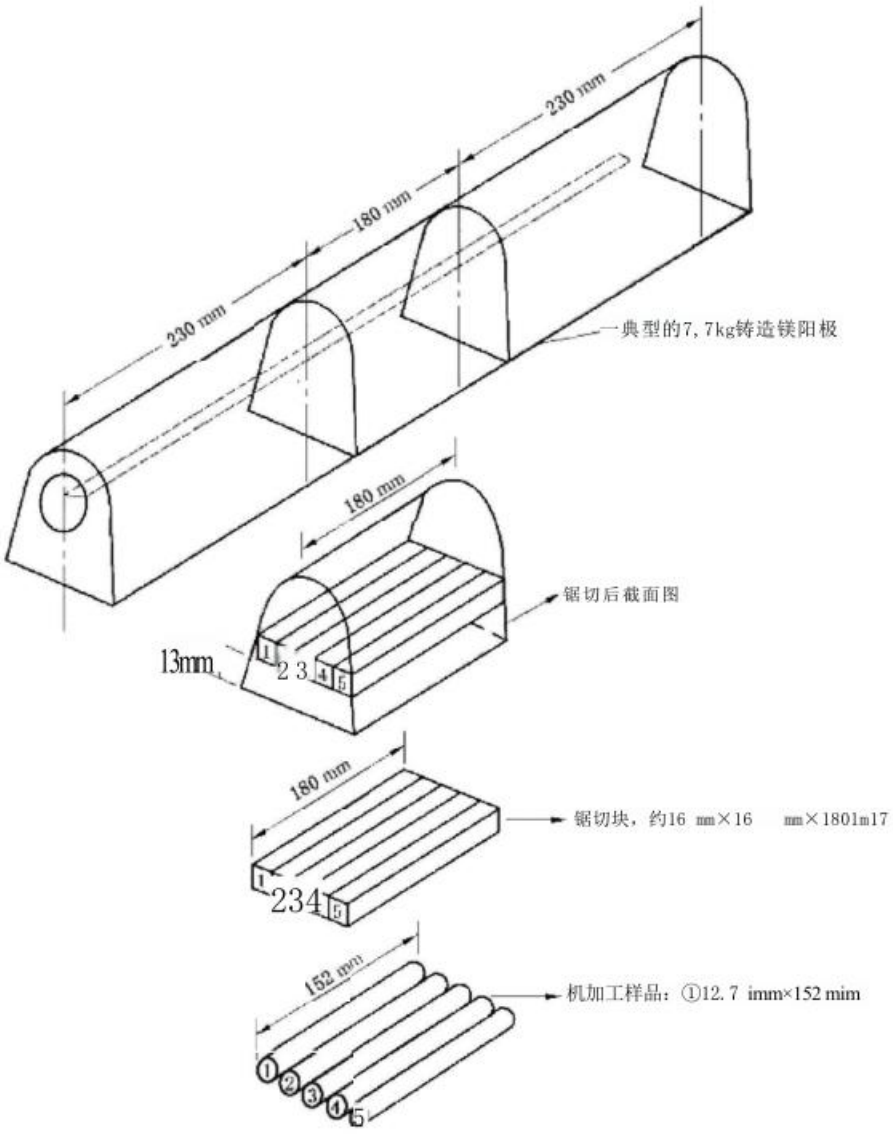


图 3 从埋地铸造阳极上取样制样示意图

8.2 热水器阳极从同一炉次的同一批次连续取5支试样，并截取180 mm 长。挤压热水器阳极取样及制样的典型示意图见图4,铸造热水器阳极取样及制样的典型示意图见图5,然后按照8.1进行加工。

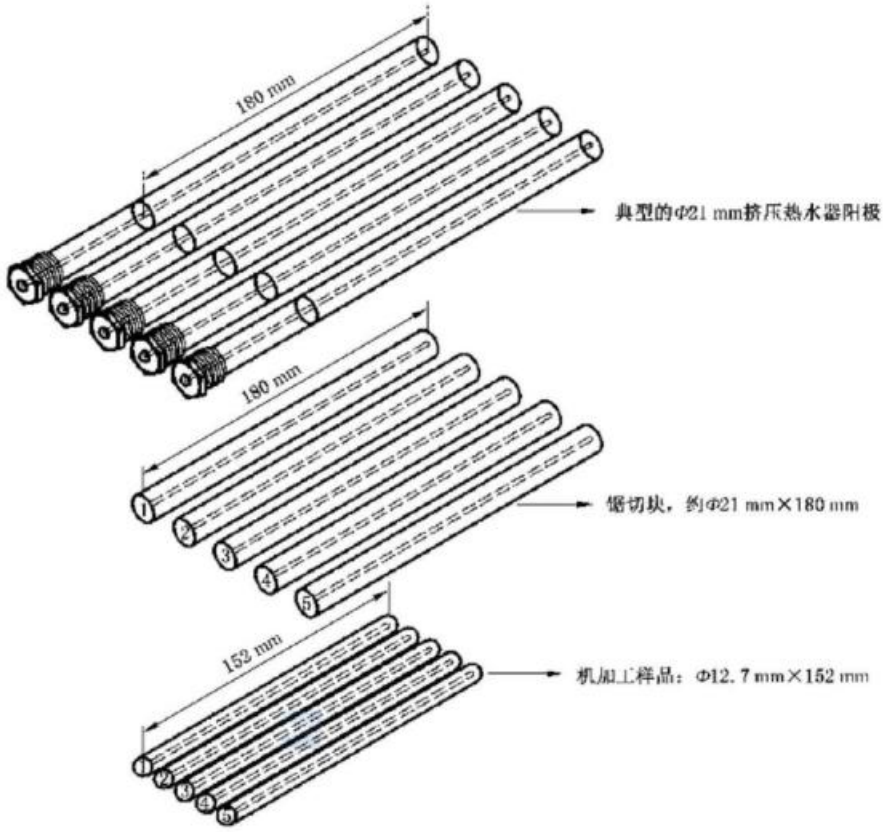


图 4　挤压热水器阳极取样及制样示意图

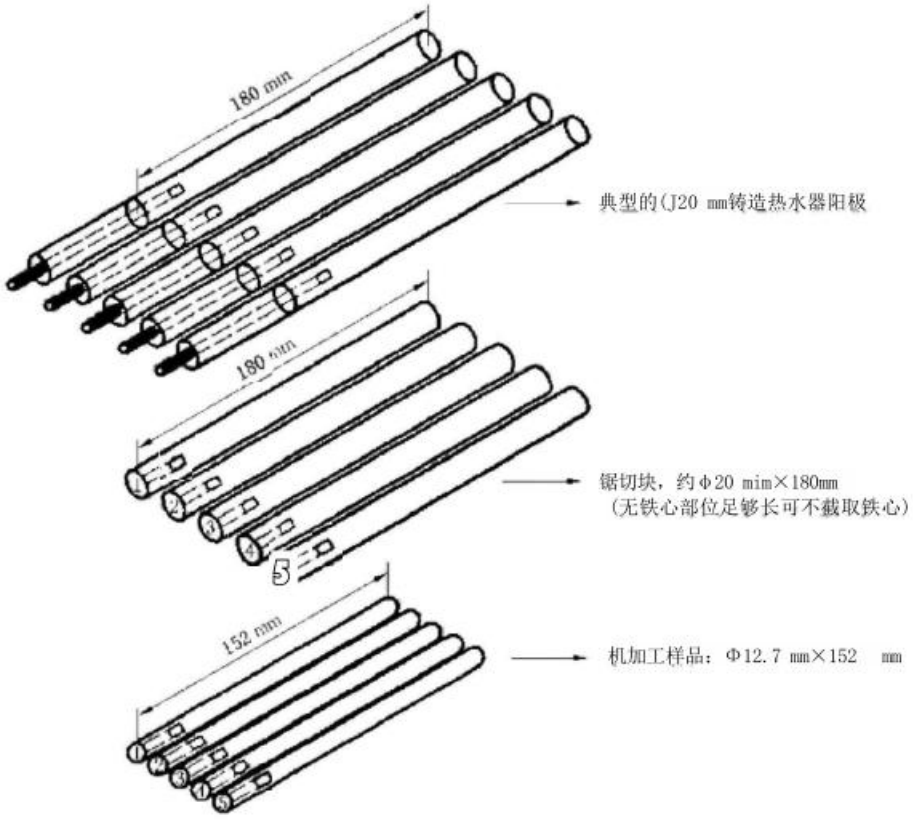


图 5　铸造热水器阳极取样及制样示意图

9 试验步骤

9.1 试验准备

9.1.1 采用铜库仑计(如图2所示)时，应用细磨料(00#或更细)研磨库仑计阴极铜丝，然后放入烘箱中，在105 ℃干燥15 min,冷却至室温，称重，精确至0.1 mg。将阳极铜片装入库仑计溶液之前应进行清洗，铜丝和铜片的纯度应不小于99.9%。

9.1.2 依次用水和丙酮清洗阳极试样，然后放入烘箱，在105 ℃干燥30 min,冷却至室温，称重，精确至0.1 mg。用丙酮清洗后，为避免试样污染，应戴手套拿试样。

9.1.3 埋地阳极试样：用绝缘胶带缠绕距试样浸入端面100 mm～139 mm之间的部分，使试样浸入面积为41.2 cm^2。

9.1.4 挤压热水器镁阳极试样：用绝缘材料密封浸入端面与距其10 mm 的部分，用绝缘胶带缠绕距离试样浸入端面113.2 mm～142 mm之间的部分，使试样浸入面积为41.2 cm^2。

9.1.5 铸造热水器镁阳极试样：按照9.1.3埋地阳极试样方法进行处理。

9.1.6 用软塑料刷洗阴极试验坩埚。若阴极试验坩埚内表面完全被一种高电阻涂层所覆盖，无法得到所需电流情况下，应用喷砂、金属丝刷或刮削等方法去除表面的高电阻涂层。

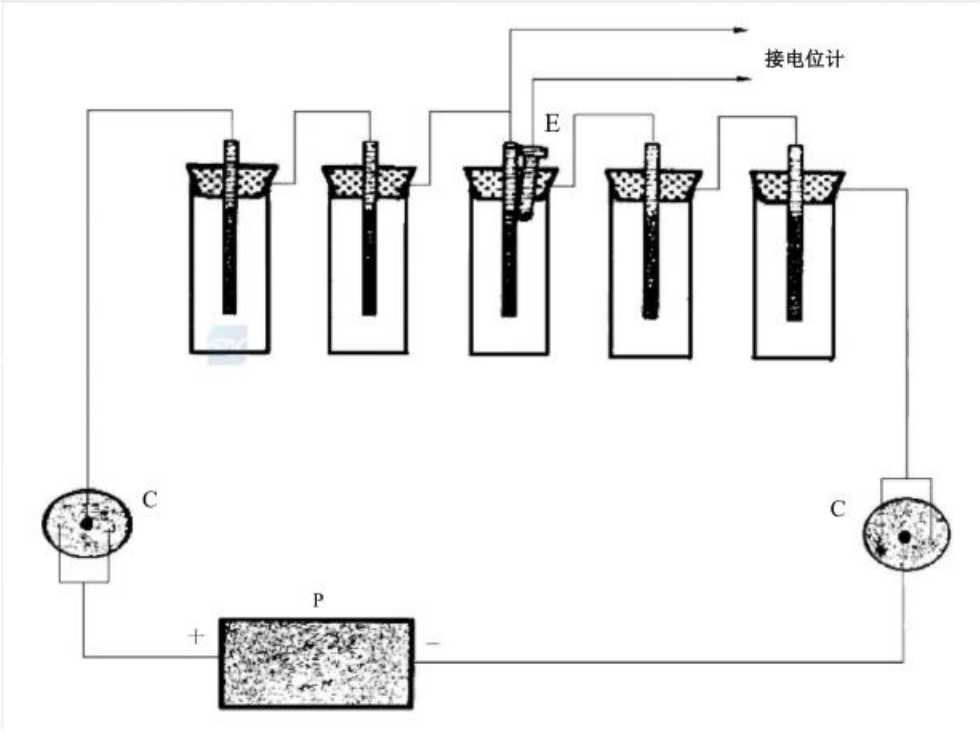
9.2 试样测定

9.2.1 电解液加入阴极试验坩埚，溶液距顶端约15 mm。

9.2.2 试样插入橡皮塞，然后装入阴极试验坩埚。

9.2.3 阳极铜片与阴极铜丝装入库仑计溶液，铜丝浸入的长度为10 mm～50 mm。

9.2.4 完整的试验电路示意图见图6,回路使用0.75 mm^2 绝缘绞合铜线，每根导线的各端接有鳄鱼夹子或接线端子，回路中各连接接触电阻应小于0.01 Ω,只有在测量氧化电位时，才使用甘汞电极。



标引序号说明：

P——直流电源；

C———铜库仑计；

E——甘汞电极。

图 6 试验电路示意图

9.2.5 接通电源，调节电流至1.60 mA,记录实验开始时间，并定期检查调整，确保阳极电流密度为0.039 mA/cm²。

9.2.6 用饱和甘汞电极和电位计，在第1天、第7天、第14天测量试样的闭路电位，测量时间偏差小于1 h,每个试样电位测定电路如图6所示，进行测量时，甘汞参比电极的尖端应距试样表面10 mm 内 。

9.2.7 试验14 d后，断开电路，1 h 后测量试样的开路电位，测量方法等同于9.2.6闭路电位的测量方法。

9.2.8 试验完毕后，先拆除试样上的导线，然后将试样从电解液中取出，并拔去橡皮塞，最后将试样上的胶带去掉。

9.2.9 将一支未试验试样放入预加热至60℃~80℃的清洗液中，放置10 min(或放入室温清洗液中30 min),然后用自来水清洗，最后在105℃烘箱中干燥30 min, 如果该试样质量损失大于5 mg, 则倒掉清洗液；如果该试样质量损失小于5mg, 则把试验过的试样和未试验的试样一同放置在60℃~80℃的清洗液中10 min 或放入室温清洗液中30 min, 然后用自来水清洗，并在105 ℃烘箱中干燥3 h, 如果未试验试样的质量损失大于5 mg, 则重复9.2.1～9.2.9步骤。

9.2.10 采用铜库仑计时，应取下库仑计上的阴极铜丝，然后用自来水清洗，最后放入烘箱，在105℃干燥30 min。

9.2.11 将试样、未试验的试样以及铜库仑计阴极铜丝从烘箱中取出，冷却到室温，称重，精确至0.1 mg。

为了避免污染试样和库仑计阴极铜丝，在称重过程中应该戴手套。

10 试验数据处理

10.1 计算在14 d 试验期间流经试验电池的电量 Q_1 (A·h)。 采用铜库仑计时，按公式(1)计算 Q_1 。采用电子库仑计时，按公式(2)计算电量 Q_1 。

$$Q_1 = 0.8433(m_2 - m_1) \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

0.8433——铜的理论电容量，单位为安培小时每克(A·h/g);

m_2 ——铜库仑计阴极线的最后质量，单位为克(g);

m_1 ——铜库仑计阴极线的初始质量，单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后四位。

$$Q_1 = Q/3600 \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

Q—— 从电子库仑计上测得的电量值。

计算结果表示到小数点后四位。

10.2 计算每支试样损失单位质量得到的 Qg(A·h/g) 和5支试样的算术平均值，实际电容量按公式(3)计算：

$$Qg = Q_1 / (mMg_1 - mMg_2) \quad \cdots\cdots (3)$$

式中：

mMg_1 ——镁阳极试样的初始质量，单位为克(g);

mMg_2—— 镁阳极试样的最后质量，单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后四位。

10.3 计算每支试样的电流效率 η (%)和5支试样的算术平均值，电流效率按公式(4)计算：

$$\eta = (Qg/Q) \times 100 \quad \cdots\cdots (4)$$

式中：

Q—— 镁合金牺牲阳极理论电容量，单位为安培小时每克(A·h/g)。

计算结果表示到小数点后两位。

10.4 读取每支试样的闭路电位、开路电位并计算5支试样的算术平均值，计算结果精确到小数点后两位。

10.5 数字修约规则按GB/T 8170的有关规则进行。

11 精密度

11.1 重复性

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果(5支试样的平均值)的绝对差值不大于以下数值，以大于以下数值的情况不超过5%为前提。

实际电容量：≤0.06 A·h/g。

最后闭路电位：≤0.01 V。

开路电位：≤0.02 V。

11.2 再现性

在不同的实验室，由不同的操作者使用不同的设备，按相同的测试方法，对同一被测对象相互独立

进行测试获得的两次独立测试结果(5支试样的平均值)的绝对差值不大于以下数值，以大于以下数值的情况不超过5%为前提。

实际电容量：≤0.15 A·h/g。

最后闭路电位：≤0.05 V。

开路电位：≤0.08 V。

12 试验报告

试验报告应包括但不限于以下几方面的内容：

———试验对象；

——本文件编号；

——试验数据(包括电位、电容量、电流效率)；

——电解液温度；

———观察到的异常现象；

———试验日期和试验人员。