

# VERSLAG

**Meetsessie 26-01-780 DUBBLE**

**20.04.2007 – 24.04.2007**

## **Deel 1**

Annemie Adriaens<sup>1</sup>, Mark Dowsett<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Universiteit Gent, Vakgroep Analytische Chemie, Krijgslaan 281-S12, 9000 Gent

<sup>2</sup> University of Warwick, Department of Physics, Coventry CV4 7AL, UK

### **1. Achtergrond en doelstelling**

Het koppelen van elektrochemische apparatuur met SR opstellingen voor het uitvoeren van in-situ analyses, biedt de mogelijkheid om gevormde chemische componenten te bestuderen gedurende het verloop van elektrochemische processen (i.e. in real-time of tijdsgeresolveerde metingen). Het is evident dat dergelijke metingen een significante bijdrage kunnen leveren tot het begrijpen van oppervlakreacties aan elektroden. De metingen uitgevoerd aan DUBBLE hebben als doel de ontwikkeling en toepassing van bovenvermelde tijdsgeresolveerde in-situ SR-technieken voor de studie van redoxprocessen onder gecontroleerde omstandigheden. Twee projecten worden hierbij beschouwd: (1) nagaan in hoeverre elektrochemische metingen ingezet kunnen worden om oppervlakbehandelingsprocessen van metalen voorwerpen te controleren (in-situ monitoring) en (2) de studie naar het gebruik van elektrochemische methoden als behandelingstechniek voor (oude) metalen voorwerpen.

In voorafgaande meetperioden (26-01-720, 26-01-726, 26-01-733, 26-01-747) werden de materialen van de speciaal hiervoor ontworpen elektrochemische cel getest op hun resistentie en mechanische eigenschappen wanneer bestraald met X-stralen. Daarnaast werd de optimale geometrie onderzocht voor het uitvoeren van XAS experimenten in de in-situ cel. Tenslotte werden testmetingen uitgevoerd op koperlegeringen in oplossing. Deze laatste toonden aan dat wanneer een corrosielaag bestaande uit koperchloride bedekt is met elektrolyt en kapton of LDPE venster, dat het XAS spectrum karakteristiek is voor de vloeistof en het venster en dus niet voor het te meten oppervlak. Dit op zichzelf is een interessant gegeven gezien XAS metingen ons hierbij de mogelijkheid geven om reacties in de oplossing te bestuderen, terwijl XRD metingen informatie geven over het oppervlak.

In de laatste meetsessie (26-01-759) werden experimenten uitgevoerd in het kader van een lopend project waarbij de doelstelling erin bestaat na te gaan in hoeverre corrosiepotentiaal-metingen kunnen dienen voor de in situ controle van het corrosiegedrag van metalen voorwerpen, teruggevonden in zoute en vochtige omgevingen, tijdens stabilisatieprocessen. Doorgaans worden dergelijke voorwerpen bewaard in verdunde natriumsesquicarbonaat-oplossingen ( $\text{NaHCO}_3 \cdot \text{Na}_2\text{CO}_3$ ) gebruikt om de chloride-ionen, die zeer corrosiebevorderend zijn voor koperlegeringen, uit de corrosielaag te logen waardoor verdere corrosie verhindert wordt. In de experimenten werden daarom koperstalen gecorrodeerd met atacamiet

ondergedompeld in verdund sesquicarbonaat, waarbij een simultane registratie van de corrosiepotentiaalmetingen en XAS spectra werd ondernomen.

Preliminare resultaten toonden aan dat een deel van de atacamietlaag in oplossing gaat als oplosbaar product, terwijl een deel gehecht blijft aan het kopersubstraat. Wanneer de oplossing na 16 uur vervangen wordt, heeft dit weinig effect op de corrosiepotentiaalmetingen, terwijl de XAS spectra gestaag veranderen. Dit impliceert dat er nog steeds materiaal in oplossing gaat, maar dat de achtergebleven laag niet langer chemisch (enkel fysisch) gehecht is aan het kopersubstraat.

## **2. Experimenten**

De experimenten in deze sessie werden in eerste instantie ondernomen om deze laatste resultaten te kunnen confirmeren en in tweede instantie om meer informatie te kunnen bekomen over de chemische reacties die plaats vinden aan het metaal/oplossing-scheidingsvlak. Hiervoor werd een reeks metingen opgestart waarbij atacamiet ondergedompeld werd in een natriumsesquicarbonaatoplossing en waarbij verschillende parameters (hoogte elektrode, invalshoek bundel, uitreehoek bundel) gevarieerd werden. In het tweede deel van deze meetsessie, welke zal plaats vinden in juli 2007, worden gelijkaardige experimenten gepland met de bedoeling de reactie van andere corrosieproducten na te gaan.