

# Особенности электрохимического эксперимента

# Повышенные требования к чистоте

Монослой вещества на поверхности электрода содержит  $\sim 10^{15}$  молекул на  $1 \text{ см}^2$  или  $10^{-9}$  моль/ $\text{см}^2$  и может образоваться, если концентрация примеси в растворе составляет  $\sim 10^{-4}$  моль/л. Адсорбция примесей на наиболее активных участках поверхности (0,1–0,01 монослоя) может значительно исказить результаты электрохимического эксперимента. Поэтому желательно, чтобы предельно допустимая концентрация примесей, способных адсорбироваться на поверхности, составляла  $10^{-5}$ – $10^{-6}$  моль/л.

# Вода

Обычная дистиллированная вода содержит много органических и неорганических примесей. Контроль неорганических примесей – удельная электропроводность. Для дистиллированной воды  $\sim 5 \text{ мкСм/см}^2$

Желательно использовать бидистиллят или тридистиллят. Специальные установки для приготовления чистой воды основанные на мембранным методах очистки позволяют достичь удельной электропроводности  $0,05 \text{ мкСм/см}$ .

# Очистка реактивов

Квалификации «хч» и «осч».

Дополнительная очистка:

Соли – перекристаллизация 2-4 раза из бидистиллята

Соляная кислота- двойная перегонка кислоты марки «хч» разбавленной водой в соотношении 2:1. Получается  $\text{HCl} \cdot 3,5\text{H}_2\text{O}$ .

Серная кислота – двойная перегонка при давлении 5-10 мм. рт ст. + предэлектролиз.

# Газы

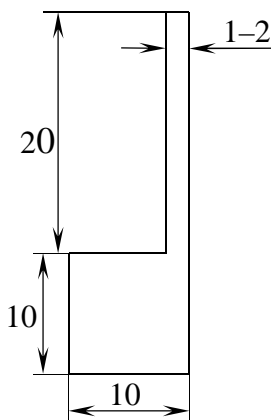
- Раствор, находящийся в равновесии с воздухом, содержит значительное количество растворенного кислорода, который является электрохимически активным и может исказить результаты электрохимических исследований. В таких случаях необходимо выдувать кислород инертными *газами*. Чаще всего используют азот или аргон. Для полного удаления кислорода из 100 мл раствора требуется пропускать инертный газ в течение ~30 мин со скоростью 1 пузырек в секунду. Эти газы выпускаются промышленностью разной степени очистки. Если содержание кислорода  $<0,005\%$ , то дополнительной очистки от кислорода не требуется. Проводят только очистку от органических примесей пропусканием через трубки, заполненные активированным углем. При необходимости удаления кислорода газ пропускают через трубку, нагретую до  $450\text{--}500^\circ\text{C}$  и заполненную медными стружками.
- Водород для исследований получают электролизом с использованием либо выпускаемых промышленностью генераторов водорода, либо собираемых лабораторных установок.

# Электроды

В отличие от жидкой поверхности, истинная площадь поверхности твердого электрода больше геометрической. Отношение истинной поверхности к видимой называют фактором шероховатости. Кроме того, поверхность твердого электрода является энергетически неоднородной. Для получения воспроизводимых результатов при измерениях на твердых электродах необходимо использовать разные способы обновления поверхности непосредственно в исследуемом электролите, что сделать трудно.

Поверхность *твердых* электродов перед измерениями необходимо подготовить. Причем важно, чтобы в серии экспериментов поверхность электродов подготавливалась одинаковыми методами. Используют механические и химические способы подготовки поверхности. Механические способы: шлифование и полирование шлифовальными кругами с использованием абразивных материалов различной степени зернистости. При полировании используют полировальные пасты или стеклянный порошок. Химические способы: обезжиривание, травление, химическое и электрохимическое полирование. При проведении измерений на твердых электродах следует помнить, что даже при использовании ультрачистых материалов результаты измерений могут зависеть от структуры поверхности (кристаллографической ориентации, типа и концентрации структурных дефектов).

Геометрическая форма твердых электродов может быть различной. Часто используют плоские электроды в виде пластинок прямоугольной или квадратной формы или в форме флажка (рис. 1).



Используют электроды в виде проволоки или в виде диска (вращающийся дисковый электрод). Нерабочую часть электрода изолируют полистиролом: покрывают 2–3 раза раствором полистирола в толуоле. Для изоляции можно использовать эпоксидный клей. Исследуемый электрод припаивают или приваривают точечной сваркой к токоотводу (медная или никелевая проволока). Геометрическую поверхность электрода тщательно измеряют линейкой или компаратором.