

循环伏安法判断电极过程

一. 实验目的

1. 掌握用循环伏安法判断电极过程可逆性。
2. 学习使用电化学工作站。

二. 实验原理

循环伏安法是将单扫描极谱法的线性扫描电位扫至某一电位值后,再回扫至原来的起始电位值。从循环伏安图上可获得阴、阳极峰电流和峰电位等重要参数,以此可判断电极过程的可逆性等。

循环伏安图如下:

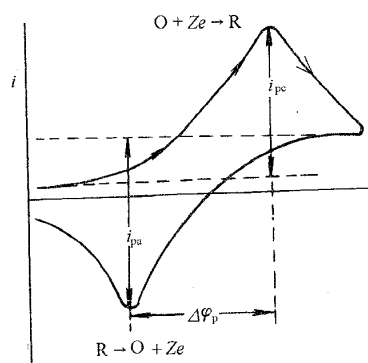


图 1 循环伏安图

对于可逆体系,峰电流符合 Sevcik-Randles 方程:

$$i_p = KZ^{3/2}AD^{1/2}v^{1/2}c$$

氧化峰峰电流与还原峰峰电流比:

$$i_{pa}/i_{pc} = 1$$

氧化峰峰电位与还原峰峰电位差:

$$\Delta \phi = \phi_{pa} - \phi_{pc} \approx 0.058/Z \text{ (V)}$$

条件电位 ϕ° ':

$$\phi^\circ ' = (\phi_{pa} + \phi_{pc})/2$$

由此可判断电极过程的可逆性。

三. 仪器和试剂

仪器: RST5100 电化学工作站, 三电极系统: 玻碳电极, 铂丝电极, 饱和甘汞电极。 N_2 钢瓶。

试剂: $1.00 \times 10^{-2} \text{ mol/L K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$, 1.0 mol/L KNO_3

四. 实验内容

考察 $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ 溶液的循环伏安行为。

实验操作步骤:

- 1、电极的预处理: 将玻碳电极进行抛光和清洗。
- 2、连接好仪器, 设定相关的参数, 通氮除氧。
- 3、记录不同扫描速率下的 $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ 循环伏安图。
- 4、记录不同浓度的 $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ 溶液循环伏安图。

五. 结果处理

- 1、由循环伏安曲线计算 i_{pa}/i_{pc} 、 $\Delta\phi$ 、 ϕ° 。
- 2、分别以 i_{pa} 和 i_{pc} 对扫速 $v^{1/2}$ 作图, 说明峰电流与扫速的关系。
3. 由以上结果判断电极过程的可逆性

六. 注意事项

1. 电极预处理情况直接影响循环伏安图形, 必须仔细清洗。
2. 通氮除氧后必须等溶液静止 1-2 min 再扫描。

七. 思考题

- 1、解释 $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ 溶液的循环伏安图形状。
- 2、如何用循环伏安法来判断电极过程的可逆性。
- 3、若 ϕ° 和 $\Delta\phi$ 值的实验结果与文献值有差异, 试说明其原因。