

实验九 钝铁在硫酸溶液中极化曲线的测定

一、开机前的准备

1. 内给定调节旋钮左旋到底
2. 电流量程选择“100mA”
3. 溶液电阻补偿开关置于“断”（整个实验过程中都置于“断”）
4. 参比电极RE（Reference electrode，红色）和辅助电极CE（Counter electrode，也叫对电极，红色）同时接在1K Ω 电阻的一端，工作电极WE（Work electrode，黑）接在电阻另一端
5. 将仪器插头接入电路，打开仪器面板上的电源开关

二、开机后的初始状态

1. 检查前面板显示是否如下：（1）“恒电位”工作方式指示灯亮；（2）“模拟”负载指示灯亮；（3）“0-2”指示灯亮；（4）“负载”工作状况的“断”指示灯亮。若各状态显示正确，预热15min
2. 调节“内给定调节旋钮”，看看I-V是否呈一千倍关系

三、实验操作步骤

电极处理：用砂纸将铁电极（铁棒比铁片好）擦至晶面光亮状，放入1M硫酸溶液中浸泡1min，取出用去离子水冲洗干净备用

电解池中放入1M硫酸溶液，将WE（铁电极），CE（铂电极，请勿触碰金属电极部分），RE（甘汞电极）分别放入电解池的三个支管中

将电解池正确接入电路

A. 阴极极化曲线测定

1. 工作方式选择“参比”
2. 负载选择为“电解池”
3. 通/断选择为“通”
4. 此时仪器电压显示的值为“自腐蚀电势I”，此时电流显示应该为零
5. 通/断选择“断”
6. 负载选择“模拟”
7. 工作方式按键选择“恒电位”
8. 再按通/断置于“通”
9. 调节内给定电位使电位显示为“自腐蚀电势I”，这个值应为正值，如果显示负值，按下+/-键
10. 将负载选择为“电解池”
11. 从“自腐蚀电势I”开始每次减少2、2、2、2、2、5、5、5、5、5、10、10、10、10、10、20、30、40、50、60mV，
12. 等电流稳定后，记录相应的恒电位和电流值

B. 阳极极化曲线测定:

1. 接通/断置于“断”
2. 工作方式选择为“参比”
3. 负载选择“电解池”
4. 再接通/断置于“通”
5. 此时仪器电压显示的值为“自腐蚀电势II”（此值与第一次不同，请思考！自腐蚀电势I和自腐蚀电势II要误差在10mV之内！）
6. 通/断选择“断”
7. 工作方式按键选择“恒电位”
8. 负载选择为“模拟”
9. 再接通/断置于“通”
10. 调节内给定使电位显示的值为“自腐蚀电势II”，此时电流显示应该为零
11. 将负载选择为“电解池”
12. 从“自腐电位II”开始，每次增加2、2、2、2、2、5、5、5、5、5、10、10、10、10、10、20、30、40、50、6mV
13. 等电流稳定后，记录相应的恒电位和电流值（注意：此时电流显示为负）

四、实验结束

1. 将通/断置于“断”
2. 负载选择“模拟”
3. “内给定”左旋到底
4. 关闭电源，拔下电源线
5. 清洗电解池和电极，将RE放回饱和KCl溶液中

注意事项

1. 开机前应注意检查面板，各档位是否正确
2. 测定前应先将三个电极接好，中途未关机前不得断开电极，否则会烧坏仪器；
3. 使用前应检查甘汞电极中饱和氯化钾是否在规定高度，是否保留有固态氯化钾晶体？
4. 一定要在通/断的“断”的状态下选择工作方式、负载选择

二、数据记录和处理

作 $\lg I \sim V_{\text{阴}}$ 曲线和 $\lg I \sim V_{\text{阳}}$ 曲线，根据斜率求Tafel常数 a_{H} ， b_{H} ， a_{Fe} ， b_{Fe}