

旋转圆盘电极测试装置

1、基本原理

循环伏安法 (CV): 循环伏安法 (Cyclic Voltammetry) 是将样品置于工作电极, 然后控制电极电势以一定速率在一定区间内一次或多次往复扫描的电化学测试方法。在评估样品的催化性能时, 需要测量样品带有电化学活性的真实面积, 简称为电化学表面积 (electrochemical surface area, ECSA)。利用 CV 法可以测得样品的电化学表面积, 首先测得样品的 CV 图, 然后对 CV 图中氢区 (一般是正扫 0.00-0.25 V vs. RHE) 的面积进行积分而得到氢区的电量 Q, 再根据公式, 得到材料的电化学表面积 ECSA。

LSV 测试: 线性伏安扫描 (linear sweep voltammetry) 的原理同 CV, 区别是 LSV 只是单方向扫一次。通过使用旋转圆盘电极装置来获得样品对氧还原反应的极化曲线, 然后利用极化曲线上的电流值来计算样品在某个电压下催化氧还原反应的活性电流值。旋转圆盘电极装置的使用能够保证在 LSV 测试时电极表面的氧气浓度能够及时得到补充而保持不变, 便于得到准确的极限电流值。

二、操作规程

1、循环伏安法 (CV)

- (1) 旋转圆盘电极样品的制备: 将所需量的干燥样品, 与乙醇 (980) 和 Nafion 溶液 (20) 混合, 超声 3 h 使其混合均匀。之后每次使用前均需要再超声 15 分钟。然后取 5 的浆料滴于旋转圆盘电极的玻碳圆盘上 (面积为 0.247 cm², PINE 公司生产), 一边旋转一边用红外灯烤干 (旋涂的转速: 300 rpm), 即可制成电化学测试用的工作电极;
- (2) 将玻碳电极固定在旋转圆盘电极装置上: 将旋涂有催化剂样品的玻碳电极插入旋转圆盘电极装置, 并将两颗内置螺钉轻轻旋紧, 再将外面的卡箍拧紧;
- (3) 电解液的制备和三电极体系的组成: 配置合适浓度的电解液于电解池中, 通入 N₂ 至饱和, 选择合适的对电极和参比电极, 将工作电极 (玻碳电极)、对电极和参比电极连接至电化学工作站;
- (4) 程序设置和运行: CV 测试的工作电压范围是 0.05~1.2 (V vs RHE), 扫速是 20 mV/s, 设置合适的扫描圈数后, CV 测试开始。

2、LSV 测试:

- (1) LSV 的测试方法和 CV 测试类似，只是在制备好电解液后，需要往电解液里通入 O₂ 至饱和，并让玻碳电极在 1600 rpm 下稳定旋转，LSV 测试的工作电压是 0.2~1.2 (V vs RHE)、曲线的扫速是 5 mV/s。
- (2) 测试结束后，将玻碳电极上的样品通过超声和擦镜纸处理干净，将对电极和参比电极整理收拾妥当；
- (3) 关闭旋转圆盘电极装置，关闭电化学工作站，关闭使用的气瓶。

三、注意事项

- (1) 旋转圆盘电极样品的制备时，由于玻碳电极是处于 300 rpm 的转速下的，所以应将用移液枪吸取的样品溶液挤出后，轻轻的碰在玻碳电极的圆盘上，利用旋转将样品均匀的分散在圆盘表面；
- (2) 将固定在旋转圆盘电极装置上的玻碳电极下降到电解池中的时候，应观察是否在玻碳电极表面形成气泡，及时去除气泡以免影响测试结果；
- (3) 在 LSV 测试前，应缓慢的将玻碳电极的转速增加到 1600 rpm，不能瞬间将转速增加到 1600 rpm 以免损坏仪器；
- (4) 测试结束后，清洗涂覆有样品的玻碳电极时，不能超声太久以免损坏玻碳电极，可以结合擦镜纸的使用来清洗玻碳电极表面；
- (5) 实验结束后，玻碳电极、对电极、参比电极和电解池等贵重实验器材应妥当保存好，不能随意放置。

四、日常维护

旋转圆盘电极装置在日常维护中，应放置在干燥通风的环境中，避免水汽等对仪器造成的腐蚀而影响仪器的精度。

五、异常情况处理

无

六、仪器故障实例

无

七、维修日志

无

八、联系方式