



高等学校“十三五”实验实训规划教材

GAODENG XUEXIAO “13·5” SHIYAN SHIXUN GUIHUA JIAOCAI

# 电 化 学 实 验

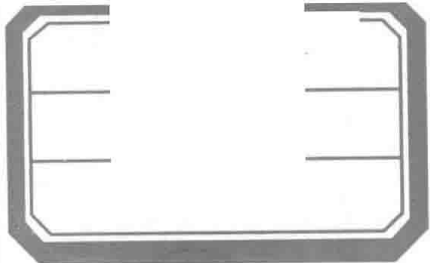
李 栋 主 编

李之锋 刘小林 姚文俐 张 骞 副主编



冶金工业出版社

[www.cnmip.com.cn](http://www.cnmip.com.cn)



高等学校“十三五”实验实训规划教材

# 电化学实验

李 栋 主编

李之锋 刘小林 姚文俐 张 骞 副主编

北 京

冶金工业出版社

2020

## 内 容 提 要

本书内容涉及化学电源、电镀、腐蚀与防护等方面的 36 个基础性和综合实验。本书旨在加深学生及电化学从业者对电化学实验知识的理解和掌握，从而提高其实验方案设计能力、实验操作能力和创新能力等。

本书可作为高等院校应用化学、电化学、材料科学等专业以及相关专业学生的实验课教学用书，也可供该专业领域的科研人员等阅读参考。

### 图书在版编目 ( CIP ) 数据

电化学实验/李栋主编. —北京: 冶金工业出版社,  
2020. 6

高等学校“十三五”实验实训规划教材

ISBN 978-7-5024-8273-2

I. ①电… II. ①李… III. ①电化学—化学实验—  
高等学校—教材 IV. ①O6-334

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2020) 第 221591 号

出 版 人 苏长永

地 址 北京市东城区高祝院北巷 39 号 邮编 100009 电话 (010)64027926

网 址 www.cnmp.com.cn 电子信箱 yjcs@cnmp.com.cn

责任编辑 王梦梦 美术编辑 郑小利 版式设计 禹蕊

责任校对 郑娟 责任印制 李玉山

ISBN 978-7-5024-8273-2

冶金工业出版社出版发行; 各地新华书店经销; 固安华明印业有限公司印刷

2020 年 6 月第 1 版, 2020 年 6 月第 1 次印刷

787mm×1092mm 1/16; 9.5 印张; 228 千字; 145 页

**39.00 元**

冶金工业出版社 投稿电话 (010)64027932 投稿信箱 tougao@cnmp.com.cn

冶金工业出版社营销中心 电话 (010)64044283 传真 (010)64027893

冶金工业出版社天猫旗舰店 yjgycbs.tmall.com

(本书如有印装质量问题, 本社营销中心负责退换)

# 前 言

---

电化学实验与化学化工以及材料科学、生物学等学科有着非常密切的联系，随着电化学在化学电源（铅酸蓄电池、锂离子电池、全固态电池、锂空气电池、燃料电池等）、电催化、电化学合成、电镀、腐蚀与防护以及电化学分析等领域的广泛应用，电化学得到了快速发展。

电化学是一门建立在实验基础上的学科，具有很强的实践性，要求学生、技术人员具备良好的实验设计能力、动手能力以及对实验结果的分析能力。本实验教材主要涉及化学电源、电镀、腐蚀与防护等方面的基础性实验和综合实验，旨在加深学生和电化学从业者对电化学理论知识的理解和掌握，从而提高他们的实验方案设计能力、实验操作能力、创新能力以及独立处理科学问题的能力，为今后的科研和生产工作打下坚实的基础。

本书可供高等院校应用化学、电化学、材料等专业及相关专业的学生使用，也可供科研和现场生产技术人员等阅读参考。

本书在编写过程中参考了兄弟院校的电化学、电化学实验教材和国内外相关文献，在此向文献作者表示感谢。同时，非常感谢江西理工大学、江西省教育厅自然科学基金（GJJ190432）及国家自然科学基金（21865012、52064018）对本教材出版的大力支持。

由于编者学识水平所限，书中不足之处，诚恳同行专家和读者批评指正。

编 者

2019年12月

# 目 录

---

实验 1 银-氯化银参比电极的制备 .....	1
实验 2 阴极极化曲线的测量 .....	3
实验 3 线性极化技术测量电解水析氢过电位 .....	6
实验 4 阳极极化曲线的测定 .....	8
实验 5 线性极化测量腐蚀速率 .....	11
实验 6 线性极化技术测量铝合金表面纳米化前后腐蚀性能 .....	18
实验 7 恒电位方波法测粉末电极真实表面积 .....	21
实验 8 稳态恒电位法测量镍的阳极钝化行为 .....	24
实验 9 电位阶跃技术研究二氧化锰沉积的电化学行为 .....	28
实验 10 计时电量法研究 $\text{NiCl}_2(\text{bpy})_3$ (bpy: 2, 2-联吡啶) 在 DMF 中的扩散系数 .....	32
实验 11 线性电势扫描伏安曲线研究氢和氧在铂电极上的吸附行为 .....	35
实验 12 恒电流暂态法测定电化学反应过程的速率常数与交换电流密度 .....	38
实验 13 电池体系中欧姆内阻的精确测量 .....	43
实验 14 循环伏安法测定电极反应过程及反应参数 .....	46
实验 15 质子交换膜燃料电池阴极催化剂 ORR 性能测试 .....	52
实验 16 双电层微分电容的测量及其在表面活性物质吸附研究中的应用 .....	55
实验 17 金属覆盖层电化学行为及界面防腐机理研究 .....	59
实验 18 电化学阻抗法研究偏高岭土水泥浆料的性能 .....	63
实验 19 柔性锂离子电池设计中交流阻抗测试方法的应用 .....	68
实验 20 添加剂对低温电解液性能影响研究 .....	73
实验 21 阳极溶出伏安法检测痕量金属 .....	77
实验 22 伏安法测定添加剂的整平能力 .....	80

---

实验 23	稳态扩散时反应粒子的扩散系数的测定 .....	83
实验 24	电镀液电流效率的测定 .....	87
实验 25	聚合物材料的表层电镀 .....	89
实验 26	铝合金表面的铜镍双镀层修饰 .....	92
实验 27	电合成制备复合 ZnO-SnO <sub>2</sub> 纳米粉及其光催化性能 .....	94
实验 28	电合成苯甲酸镍 .....	96
实验 29	循环伏安法和恒电位法合成聚苯胺 .....	99
实验 30	锌/二氧化锰纸板电池的组装与电化学性能测试 .....	103
实验 31	高镍正极材料 LiNi <sub>0.8</sub> Co <sub>0.1</sub> Mn <sub>0.1</sub> O <sub>2</sub> 的制备与电池性能测试 .....	106
实验 32	电解抛光法制样 .....	123
实验 33	钢铁热碱氧化发蓝处理 .....	127
实验 34	铝阳极的电解着色 .....	130
实验 35	金属铁、镍的电化学腐蚀行为探讨 .....	134
实验 36	不同喷丸时间对硬质合金耐腐蚀性能的影响 .....	139
参考文献	.....	143
附录	.....	144

# 实验 1 银-氯化银参比电极的制备

## 1.1 实验目的

- (1) 理解参比电极的性能特征。
- (2) 掌握参比电极的工作原理与常用参比电极的种类。
- (3) 掌握常用参比电极的制备方法。

## 1.2 实验原理

参比电极就是在测量各种电极电势时被作为比较的参照电极。因参比电极的电势数值已知，将被测定的电极与参比电极构成电池，测定电池电动势，就可计算出被测定电极的电极电势。参比电极的电极反应必须是单一的可逆反应，电极电势也必须稳定和重现性好。

通常将多用微溶盐电极作为参比电极，氢电极只是一个理想的但不易于实现的参比电极，所以在实际应用中常选用其他电极作为参比电极，它们的氢标准电极电位是已知的。常用的参比电极有氢电极、甘汞电极、氧化汞电极、硫酸亚汞电极、氯化银电极等。在实际使用中应根据被测溶液的性质和浓度选择组成相同或相近的参比电极，如在含有  $\text{Cl}^-$  的溶液中可选用甘汞电极或氯化银电极；在硫酸或硫酸盐溶液中，可选用硫酸亚汞电极；在碱性溶液中可选用氯化汞电极。这种选择方法可使液接界电位减至最小程度，从而提高测量结果的准确性，并减少对参比电极的污染。

氯化银参比电极不会被极化，可以提供精确的数据。由于实验室中使用汞越来越少，因此氯化银电极的应用越来越多。氯化银电极可以表示为  $\text{Ag}|\text{AgCl}(\text{s}), \text{KCl}(\text{l})$ ，其电极反应为：



$$\varphi = \varphi^\ominus - (RT/F) \ln a_{\text{Cl}^-}$$

氯化银电极平衡电位的数值取决于氯离子的活度  $a_{\text{Cl}^-}$ 。

## 1.3 实验主要仪器与试剂材料

整流电源，电镀槽，电解槽，银电极，0.1mol/L KCl 溶液，0.1mol/L HCl 溶液，8%  $\text{HNO}_3$  溶液，丙酮银片，标准甘汞电极，去离子水，滤纸，297 $\mu\text{m}$ 、147 $\mu\text{m}$ 、74 $\mu\text{m}$ （50目、100目、200目）砂纸。

## 1.4 实验步骤

实验步骤为：

(1) 先用  $297\mu\text{m}$  (50 目) 粗砂纸除去银电极表面的物质，再分别用  $147\mu\text{m}$  (100 目) 和  $74\mu\text{m}$  (200 目) 砂纸进行打磨，并用丙酮溶液清洗银电极，除去表面油污。

(2) 用水清洗银电极后，放入  $8\%\text{HNO}_3$  溶液中  $1\text{min}$  左右除去表面氧化物。

(3) 清洗后，进行电镀银。控制镀液温度为  $40\sim 50^\circ\text{C}$ ，阳极用银片，阴极电流密度设为  $0.1\text{A}/\text{dm}^2$ ，电镀  $30\text{min}$ ，电镀线路如图 1-1 所示。

(4) 将镀好的银电极用蒸馏水洗净。再以银电极作为阳极，银片作为阴极，在  $0.1\text{mol}/\text{L}$  的  $\text{HCl}$  溶液中以阳极电流密度  $0.1\text{A}/\text{dm}^2$  进行电解，电解  $30\text{min}$ ，制得氯化银电极（表面为淡紫色）。取出用蒸馏水洗净，放在  $0.1\text{mol}/\text{L}$  的  $\text{KCl}$  溶液中浸泡。

(5) 取标准的甘汞电极作为基准，分别测量制备的 2 支参比电极的电极电位和两者之间的相对电位，测量线路如图 1-2 所示。

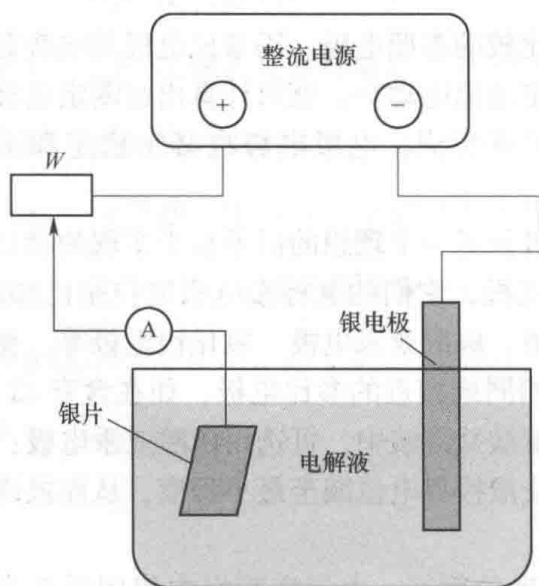


图 1-1 电镀银线路图

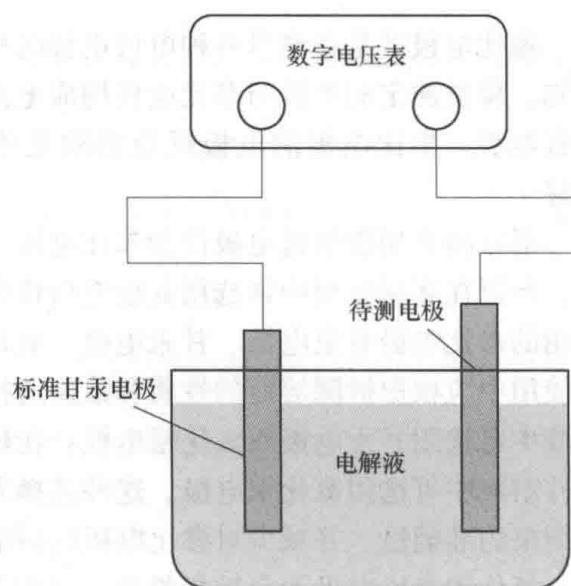


图 1-2 测量线路图

## 1.5 思考题

以标准的甘汞电极为参比电极，测量制备的两支银/氯化银电极之间的电位差，分析引起电势差的影响因素。

## 实验 2 阴极极化曲线的测量

### 2.1 实验目的

- (1) 理解测量极化曲线的基本原理。
- (2) 掌握测定阴极极化曲线的实验方法。
- (3) 了解根据极化曲线分析溶液中添加剂作用及方法。

### 2.2 实验原理

在电化科学中，很多电化学反应表现在电极的极化上，因此测量电极的极化曲线是很重要的研究方法。在电流通过电极与电解液间界面时，电极电位将偏离平衡电极电位，当电位向负向偏离时，称之为阴极极化，向正向偏离时，称之为阳极极化。在电镀工艺中，用测定阴极极化的方法研究电镀液各组分及工艺条件对阴极极化的影响，而阳极极化可用来研究阳极行为或腐蚀现象。

所谓极化曲线就是电位与电流密度之间的关系曲线。测量极化曲线的方法分为恒电流法和恒电位法，而每种方法又可以分为稳态法和暂态法。本实验是测量在碱性镀锌溶液中，香草醛光亮剂对阴极极化的影响。

### 2.3 实验主要仪器与试剂材料

电化学工作站 1 台，电解池 1 个。

ZnO, NaOH, 香草醛, 低碳钢板 (表面积为  $1\text{cm}^2$ ) 1 块, 锌电极 1 个, 硫酸亚汞电极 1 个。

### 2.4 实验步骤

(1) 配置电解液。按下列组成配置实验所需的电解质溶液：

- 1) ZnO 12g/L + NaOH 120g/L;
- 2) ZnO 12g/L + NaOH 120g/L + 香草醛 0.2g/L。

(2) 测量阴极极化曲线。本实验采用 CHI 电化学工作站中的线性电位扫描法分别测量上述两种电解液中的阴极极化曲线：

1) 接好线路。接好实验装置 (如图 2-1 所示, 一般红色夹头接辅助电极, 白色夹头接参比电极, 绿色夹头接工作电极)。

2) 研究电极为低碳钢电极，将待测的电极用金相砂纸打磨，除去氧化膜，用丙酮洗涤除油后，用酒精和蒸馏水冲洗干净，再用滤纸吸干，放进电解池中。

3) 电解池中的辅助电极为锌电极，参比电极为硫酸亚汞电极。

4) 依次打开电化学工作站、计算机、显示器等的电源，预热 30min 后启动 CHI760E 软件。

5) 执行“Control”菜单中的“Open Circuit Potential”命令，获得开路电压（见图 2-2）。

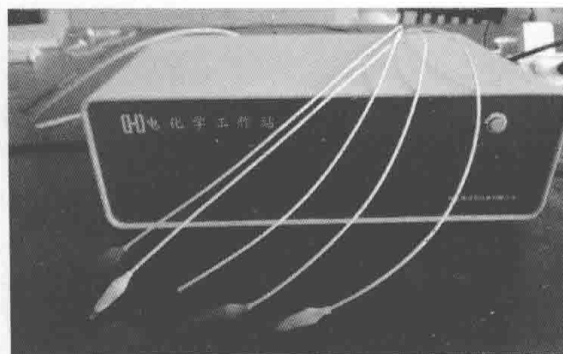


图 2-1 CHI760E 电化学工作站

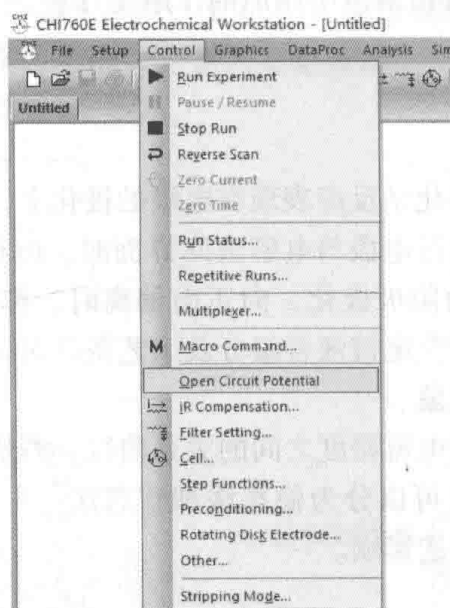


图 2-2 电化学工作站开路电压测试软件操作图

6) 在 Setup 菜单中点击“Technique”选项。在弹出菜单中选择“Linear Sweep Voltammetry”测试方法，然后点击 OK 按钮（见图 2-3）。

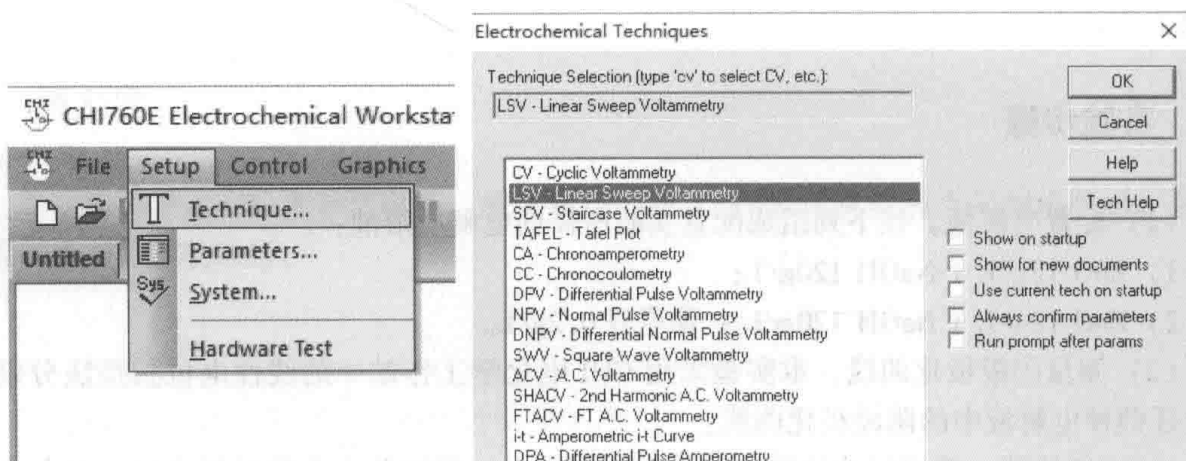


图 2-3 线性电位扫描测试软件操作图

7) 在 Setup 菜单中点击“Parameters”选项。在弹出菜单中输入测试条件：Init E (初始电位) 为  $-1.15\text{V}$ ，Final E (终止电位) 为  $-2.2\text{V}$ ，Scan Rate (扫描速率) 为  $0.003\text{V/s}$ ，Sample Interval (取点间隔) 为  $0.001\text{V}$ ，Quiet Time (静止时间) 为  $2\text{s}$ ，Sensitivity (灵敏度) 为  $1 \times 10^{-6}$ ，选择 Auto-Sensitivity。然后点击 OK 按钮 (见图 2-4)。

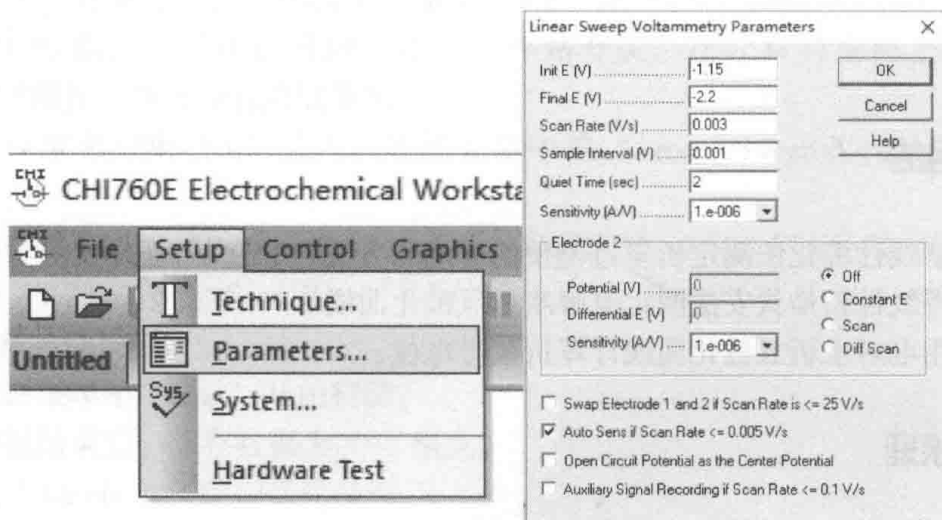


图 2-4 测试参数设置图

8) 在 Control 菜单中点击“Run Experiment”选项，进行极化曲线的测量 (见图 2-5)。

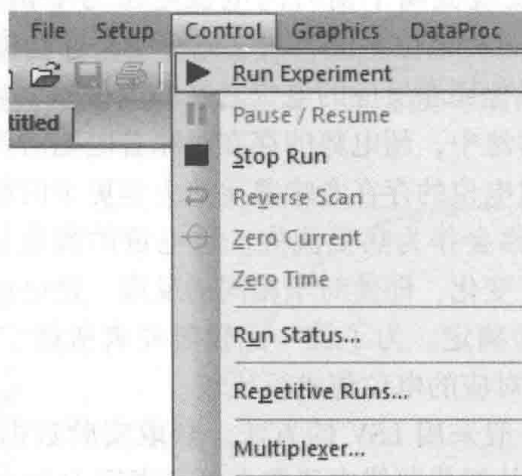


图 2-5 测试运行操作图

9) 改变溶液组成，测试电极在第二种溶液中的阴极极化曲线，测试条件同上。

(3) 实验完毕，关闭仪器，将研究电极清洗干净待用。

## 2.5 思考题

对比添加香草醛前后碱性镀锌溶液的两条阴极极化曲线，分析香草醛添加剂对极化曲线的影响。

## 实验3 线性极化技术测量电解水析氢过电位

### 3.1 实验目的

- (1) 了解线性极化法测定析氢过电位的原理和方法。
- (2) 掌握线性扫描伏安法测定电解水析氢极化曲线。
- (3) 应用电解水析氢极化曲线计算析氢过电位。

### 3.2 实验原理

由水分解的反应式可知，水分解包含两个半反应，即析氧反应（OER）和析氢反应（HER）。析氧反应： $O^{2-} + 2e \rightarrow \frac{1}{2} O_2 \uparrow$ ；析氢反应： $2H^+ + 2e \rightarrow H_2 \uparrow$ 。

电解水需要 1.23V 的外电压，用来克服水分解的势垒。过电位是电极的电位差值，又叫超电势，为一个电极反应偏离平衡时的电极电位与平衡电位的差值，无电流通过（平衡状态下）和有电流通过时电位差值。在电化学中，过电位是半反应的热力学确定的还原电位与实验观察到的氧化还原反应的电位之间的电位差（电压）。该物理量与电池的电压效率直接相关。在电解池中，超电势的存在意味着电池需要比热力学预期驱动反应更多的能量。在原电池中，过电位的存在意味着比热力学更少的能量被回收预测。在每种情况下，多余的/缺失的能量都会作为热量流失。过电位的数量是特定于每个单元设计的，并且在单元和操作条件之间变化，即使对于相同的反应。过电位通过测量实现给定电流密度（通常小）的电位来实验确定。为了统一比较研究者所做实验的结果，国际上采用在电流密度为  $10\text{mA}/\text{cm}^2$  时所对应的电位值进行比较。

获得过电位的确定值一般采用 LSV 的方法，获取实验数据，然后通过绘图软件例如 Origin 绘制极化曲线，然后从极化曲线中读取在电流密度为  $10\text{mA}/\text{cm}^2$  时所对应的电位值。

### 3.3 实验主要仪器与试剂材料

#### 3.3.1 实验仪器

CHI760E 电化学工作站 1 台，三口 H 型电极瓶 1 个，对电极（石墨棒）1 根，参比电极（银/氯化银电极）1 个，工作电极（纯泡沫镍  $1\text{cm} \times 1\text{cm}$ ）1 片。

#### 3.3.2 试剂及材料

试剂及材料有  $1\text{mol}/\text{L}$  KOH，纯泡沫镍。

### 3.4 实验步骤

测量 1mol/L 的 KOH 析氢极化曲线，实验步骤如下：

- (1) 清洗三电极瓶，装入 1mol/L 的 KOH 溶液。放入参比电极、对电极、工作电极。
- (2) 接好线路，打开计算机的电化学工作站开关。在计算机桌面上用鼠标点击 CHI760E 软件图标，进入分析测试系统。
- (3) 选择菜单中的“T”进入，选择菜单中的“Linear Sweep Voltammetry”，点击“OK”退出。
- (4) 选择菜单中的“Parameters”进入试验参数设置。Initial  $E(V)$  和 Final  $E(V)$  分别设置为 -0.8V 和 -1.6V，Scan Rate (V/s) 为 0.005，Sensitivity (A/s) 为  $1 \times 10^{-3}$ 。其余参数可选择自动设置。
- (5) 选择菜单中“Run”开始扫描。
- (6) 扫描结束后，保存数据为 TXT 格式。
- (7) 进入 Origin 软件绘制极化曲线。
- (8) 关闭工作站电源，取出电极，清洗干净，清洗三电极瓶，结束实验。

### 3.5 实验数据分析

实验数据处理与分析如下：

- (1) 绘制极化曲线并根据极化曲线获得过电位。

如图 3-1 可知，在电流密度为  $10\text{mA}/\text{cm}^2$  时，即虚线与极化曲线的交点，纯 NF 的过电位是 250mV。

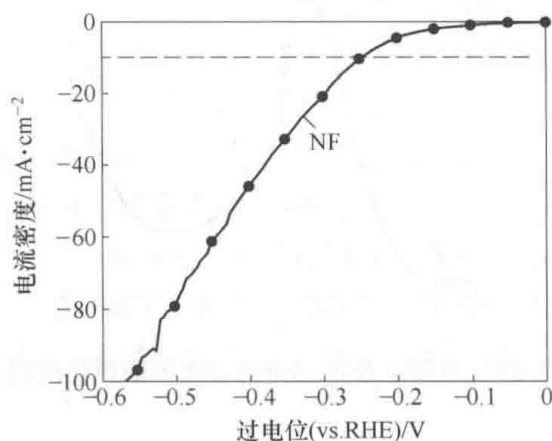


图 3-1 在 1mol/L KOH 溶液中 NF 的过电位极化曲线

- (2) 试分析溶液 pH 值对析氢过电位的影响。根据能斯特方程 ( $E_{\text{RHE}} = E_{\text{Ag}/\text{AgCl}} + 0.098 + 0.059 \times \text{pH}$ ) 将电势转换为可逆氢电极。即可逆氢电极等于参比电极加 0.098 加 0.059 乘以 pH 值。过电位 ( $\eta$ ) 根据公式  $\eta(V) = E_{\text{RHE}} - 1.23V$  可以计算得到。所以可以看出溶液的 pH 值对析氢过电位的影响是在碱性溶液中，氢过电位随 pH 值增加而减小。

## 实验 4 阳极极化曲线的测定

### 4.1 实验目的

- (1) 理解阳极极化曲线测试的基本原理和方法。
- (2) 测定镍电极在电解液中有无  $\text{Cl}^-$  存在条件下的阳极极化曲线。
- (3) 通过实验巩固对电极钝化与活化过程的理解。

### 4.2 实验原理

线性电位扫描法是指控制电极电位在一定的电位范围内，以一定的速度均匀连续变化，同时记录下各电位下反应的电流密度，从而得到电位-电流密度曲线，即稳态极化曲线。在这种情况下，电位是自变量，电流密度是因变量，极化曲线表示稳态电流密度与电位之间的函数关系： $i = f(\varphi)$ 。

线性电位扫描法可测定阴极极化曲线，也可测定阳极极化曲线。特别适用于测定电极表面状态有特殊变化的极化曲线，如测定具有阳极钝化行为的阳极极化曲线。用线性电位扫描法测得的阳极极化曲线如图 4-1 的曲线  $ABCD$  所示。

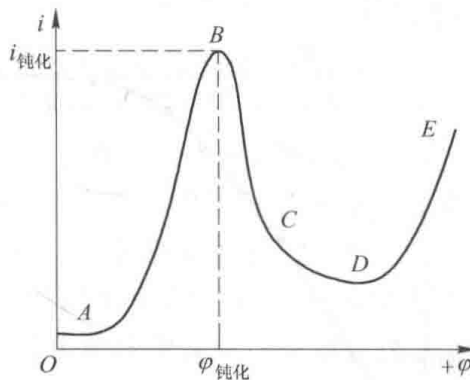


图 4-1 控制电位法测得的金属阳极极化曲线

由图 4-1 可知，整个曲线可分为 4 个区域， $AB$  段为活性溶解区，此时金属进行正常的阳极溶解，阳极电流随电位改变服从 Tafel 公式的半对数关系； $BC$  段为过渡钝化区，此时由于金属开始发生钝化，随电极电位的正移，金属的溶解速度反而减小了； $CD$  段为稳定钝化区，在该区域中金属的溶解速度基本上不随电位而改变； $DE$  段为过度钝化区，此时金属溶解速度重新随电位的正移而增大，为氧的析出或高价金属离子的生成。

从这种阳极极化曲线上可以得到下列一些参数： $\varphi_c$ ，临界钝化电位， $i_c$ ，临界钝化电流密度。这些参数用恒电流法是测不出来的。可见，线性电位扫描法对金属与溶液相互作用

用过程的描述是相当详尽的。

从上述极化曲线可以看出,具有钝化行为的阳极极化曲线的一个重要特点是存在着所谓“负坡度”区域,即曲线的BCD段。由于这种极化曲线上每一个电流值对着几个不同的电位值,故具有这样特性的极化曲线是无法用恒电流法测得的。因而线性电位扫描法是研究金属钝化的重要手段,用线性电位扫描法测得的阳极极化曲线可以研究影响金属钝化的各种因素。影响金属钝化的因素很多,主要有以下3个方面。

(1) 溶液的组成。溶液中存在的 $H^+$ 、卤素离子以及某些具有氧化性的阴离子,对金属的钝化行为有着显著的影响。在酸性和中性溶液中随着 $H^+$ 浓度的降低,临界钝化电流密度减小,临界钝化电位也向负方向移动。卤素离子,尤其是 $Cl^-$ 则妨碍金属的钝化过程,并能破坏金属的钝态,使溶解速率大大增加。某些具有氧化性的阴离子(如 $CrO_4^{2-}$ 等)则可促进金属的钝化。

(2) 金属的组成和结构。各种金属的钝化能力不同。以铁族金属为例,其钝化能力的顺序为 $Cr>Ni>Fe$ 。在金属中加入其他组分可以改变金属的钝化行为,如在铁中加入镍和铬可以大大提高铁的钝化倾向及钝态的稳定性。

(3) 外界条件。温度、搅拌对钝化有影响。一般来说,提高温度和加强搅拌都不利于钝化过程的发生。

### 4.3 实验主要仪器与试剂材料

CHI 电化学工作站 1 台,镍电极(单面表面积为 $1cm^2$ ,另一面用石蜡封住) 1 个,硫酸亚汞电极 1 个,铂电极 1 个。

试剂及材料分别有 $0.5mol/L H_2SO_4$ 溶液, $0.5mol/L H_2SO_4 + 0.005mol/L KCl$ 溶液, $0.5mol/L H_2SO_4 + 0.05mol/L KCl$ 。

### 4.4 实验步骤

(1) 配置以下 3 种电解质溶液:

(1)  $0.5mol/L H_2SO_4$ 溶液中的阳极极化曲线。

(2)  $0.5mol/L H_2SO_4 + 0.005mol/L KCl$ 溶液中的阳极极化曲线。

(3)  $0.5mol/L H_2SO_4 + 0.05mol/L KCl$ 溶液中的阳极极化曲线。

(2) 测量阳极极化曲线。采用线性电位扫描法分别测量镍在上述 3 种溶液中的极化曲线。

1) 接好实验装置(如图 2-1 所示,一般红色夹头接辅助电极,白色夹头接参比电极,绿色夹头接工作电极)。其中,电位扫描范围为 $-0.2\sim 1.7V$ ;扫描速率为 $5mV/s$ 。

2) 将待测镍电极的一面用金相砂纸打磨,除去氧化膜,用丙酮洗涤除油。再用酒精擦洗后采用蒸馏水冲洗干净,用滤纸吸干,放进电解池中。电解池中的辅助电极为铂电极,参比电极为硫酸亚汞电极,电解池中注入 $0.5mol/L H_2SO_4$ 溶液。

3) 依次打开电化学工作站、计算机、显示器等电源,预热 30min 后启动 CHI760E 软件(见图 2-1)。

4) 在“Setup”的菜单中执行“Technique”命令，在显示的对话框中选择“Open Circuit Potential - Time”，获得稳定的自然电位（见图 4-2）。

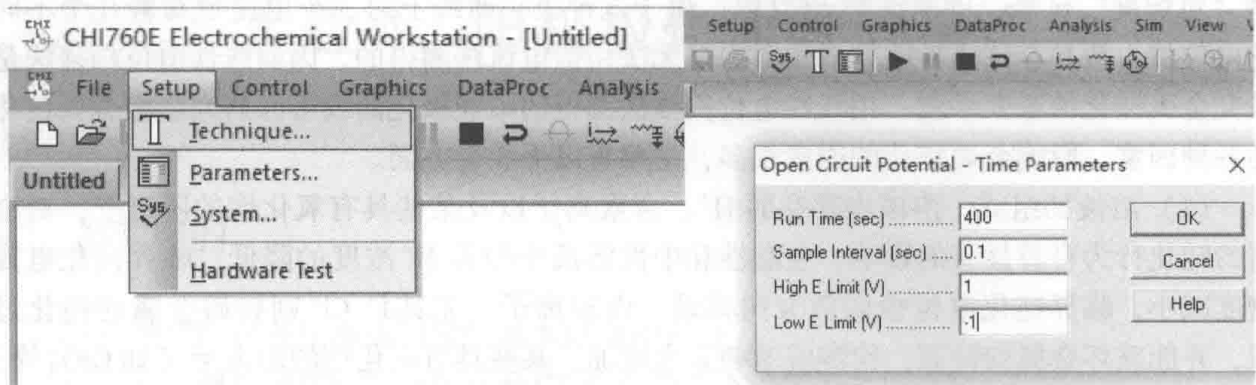


图 4-2 电位测试软件操作图

5) 在 Setup 菜单中点击“Technique”选项，在弹出菜单中选择“Linear Sweep Voltammetry”测试方法，然后点击 OK 按钮（见图 4-3）。

6) 在 Setup 菜单中点击“Parameters”选项。在弹出菜单中输入测试条件：Init E 为  $-0.2\text{V}$ ，Final E 为  $1.6\text{V}$ ，Scan Rate 为  $0.005\text{V/s}$ ，Sample Interval 为  $0.001\text{V}$ ，Quiet Time 为  $2\text{s}$ ，Sensitivity 为  $1 \times 10^{-6}$ ，选择 Auto-sensitivity。然后点击 OK 按钮，软件使用方法如实验 2 所示。

7) 在 Control 菜单中点击“Run Experiment”选项，进行极化曲线的测量，软件使用方法如实验 2 所示。

(3) 改变溶液组成，测试镍电极在  $0.005\text{mol/L KCl} + 0.5\text{mol/L H}_2\text{SO}_4$  溶液中的阳极极化曲线，测试条件同上。

(4) 实验完毕，关闭仪器，将研究电极清洗干净待用。

## 4.5 思考题

(1) 如何获得 3 个体系的临界钝化电位和临界钝化电流密度。

(2) 对比 3 条曲线，分析不同电解液体系中，镍阳极极化曲线有何异同，并说明影响极化曲线的因素。

# 实验 5 线性极化测量腐蚀速率

## 5.1 实验目的

- (1) 熟悉电化学线性极化法测量金属腐蚀速率的原理。
- (2) 掌握电位扫描测试不锈钢在不同介质中的塔菲尔曲线，并计算极化电阻与腐蚀电流。
- (3) 分析不同介质对不锈钢腐蚀速率的影响。

## 5.2 实验原理

金属腐蚀的大部分过程为电化学腐蚀，在腐蚀过程中发生如下反应：



式中，M 为金属；O 为物质的氧化态；R 为物质的还原态。

根据电极能斯特方程可知：不同的金属对于同一种电解质溶液通常表现出不同的电极电位，如果按发生电化学反应从高到低的顺序进行排列，就可得到金属在某种溶液中发生腐蚀时的电位顺序；并可以根据两金属在腐蚀时的电位顺序，判断在该电解液中，金属可能发生腐蚀的先后、难易关系。金属作为阳极被腐蚀时，失去的电子愈多则流出的电量愈大，金属溶解的也就愈多，溶解量或腐蚀量之间的关系服从法拉第定律。

$$m = \frac{QM}{nF} = \frac{It_1M}{nF} \quad (5-4)$$

$$v = \frac{m}{St_2} = \frac{3600IM}{SnF} \quad (5-5)$$

式中， $m$  为金属的溶解质量，g； $Q$  为产生的电量，C； $M$  为腐蚀金属的原子量，g/mol； $n$  为 1mol 反应产生得失电子数，mol； $I$  为腐蚀电流，A； $t_1$  为腐蚀时间，s； $t_2$  为腐蚀时间，h； $F$  为法拉第常数，96500C/mol； $v$  为腐蚀速率，g/(m<sup>2</sup>·h)； $S$  为腐蚀面积，m<sup>2</sup>。

$$v = \frac{M}{nF} i_{\text{corr}} = 3.73 \times 10^{-4} \frac{M}{n} i_{\text{corr}} \quad (5-6)$$

金属的腐蚀速率若用腐蚀电流密度  $i_{\text{corr}}$  来表示，单位为  $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ ，它们之间的关系可以用式 (5-6) 表示。

极化电位与极化电流或极化电流密度之间的关系曲线称为极化曲线。极化曲线在金属腐蚀研究中有重要的意义。测量腐蚀体系的阴阳极极化曲线可以揭示腐蚀的控制因素及缓