

文章编号: 1007-2985(2009)06-0091-03

# 碳钢在碳酸铵溶液中钝化曲线测定实验的改进<sup>\*</sup>

何则强, 熊利芝, 吴显明, 刘文萍, 杨朝霞

(吉首大学化学化工学院, 湖南 吉首 416000)

**摘 要:** 利用 CHI660B 电化学工作站替代恒电势仪, 采用线性扫描法测定碳钢在碳酸铵溶液中的钝化曲线, 结果显示: 该方法与传统测定方法相比, 具有操作简便、灵敏度和精度高、数据处理方便等优点。

**关键词:** 物理化学实验; 钝化; 教学改革

中图分类号: O64

文献标识码: B

恒电势法测定金属在溶液中的极化曲线是物理化学实验中的一个十分重要的电化学实验。通过极化曲线的测定, 可使学生掌握有关金属电极的极化、阳极的溶解、金属材料的腐蚀与保护、钝化和过钝化、阴极的电沉积等方面的知识。这些知识可应用于金属的腐蚀与防护, 如研究土壤腐蚀、潮湿大气腐蚀、氯离子的腐蚀、测试缓蚀剂的缓蚀机理和缓蚀效果等; 还可应用于电镀、电解、以及电分析等领域。因此, 对金属钝化曲线进行测定, 对于切实提高学生电化学实验和研究技能具有重要意义。

但是, 目前大部分高校在开设此实验时采用的还是恒电位仪, 在电路结构、测试手段、仪器的规格和价格上都存在操作过程复杂、实验精度不高、学生难于掌握等缺点<sup>[1-2]</sup>, 导致许多高校的相关专业开设“金属钝化曲线测定”实验存在困难, 不能够满足实验教学的即先进性、教育性和创新性要求。针对这一现状, 笔者充分利用现有的科研设备, 将学生实验开设到教师的研究室, 采用国内先进的电化学工作站替代传统的恒电位仪, 对“碳钢在碳酸铵溶液中钝化曲线的测定”实验进行了改进。

## 1 实验原理

金属钝化现象是很常见的。用控制电位法测量能够钝化的金属阳极溶解过程时, 一般都可得到如图 1 所示的阳极极化曲线。图中的曲线可分成 4 个区域<sup>[1-2]</sup>:

(1) AB 段为活性溶解区。此时金属进行正常的阳极溶解, 阳极电流随电位的变化符合 Tafel 公式<sup>[3]</sup>。

(2) BC 段为过渡钝化区。电位达到 B 点时, 电流为最大值, 此时的电流称为钝化电流( $i_{\text{钝}}$ ), 所对应的电位称为临界电位或钝化电位( $E_{\text{钝}}$ )。电位过 B 点后, 金属开始钝化, 其溶解速度不断降低并过渡到钝化状态(C 点之后)。

(3) 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。此时的电流称为钝态金属的稳定溶解电流。

(4) DE 段为过钝化区。D 点之后阳极电流又重新随电位的正移而增大, 此时可能是高价金属离子的

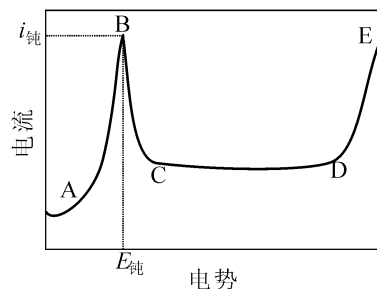


图 1 金属钝化曲线示意图

\* 收稿日期: 2009-06-17

基金项目: 吉首大学教学改革研究课题(教通[2006]12号)

作者简介: 何则强(1974-), 男, 湖南益阳人, 吉首大学化学化工学院副教授, 博士, 主要从事物理化学及其实验的教学研究。

产生,也可能是水电解析出的  $O_2$ ,还可能是两者同时出现.

## 2 结果与讨论

### 2.1 试剂与仪器

试剂:  $2.0 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} (\text{NH}_4)_2 \text{CO}_3$  溶液;  $0.5 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{H}_2 \text{SO}_4$  溶液; 丙酮; 蒸馏水; 饱和 KCl 溶液.

仪器: CHI660B 电化学工作站; 计算机; 超声波清洗器; 碳钢电极(普通碳钢片,面积为  $1 \text{ cm}^2$ ); 饱和甘汞电极; 铂电极;  $\text{KNO}_3$  盐桥; 电解杯; 烧杯.

### 2.2 实验线路

笔者利用 CHI660B 电化学工作站的线性电位扫描法功能测定碳钢在碳酸氢氨溶液中的钝化曲线.与传统方法相比,CHI660B 电化学工作站在视窗界面下操作,有操作简便、精度和灵敏度高以及处理数据方便等优点.将该仪器的功能应用到基础物理化学实验中,不但提高了物理化学实验的测试层次,也可提高学生基础实验的兴趣.

采用美国 CH Instruments 公司生产(或由上海辰华仪器公司组装)的 CHI660B 电化学工作站用于该实验测量.实验测量装置如图 2 所示.

### 2.3 实验方法

采用线性扫描伏安法(LSV)测定碳钢在碳酸铵溶液中的钝化曲线<sup>[4]</sup>.实验使用了三电极体系.三电极构成 2 个回路,一个是极化回路,另一个是电位测量回路.极化回路中有极化电流通过,极化电流大小的控制和测量在此电路中进行;电位测量回路用电位测量或控制仪器来测量或控制研究电极相对于参比电极的电位,这一回路中几乎没有电流通过.利用三电极体系可同时测定通过研究电极的电流和电位,从而得到单个电极的极化曲线<sup>[5]</sup>.

实验中应注意辅助电极的表面积要比研究电极的大.为减小液体接界电位和避免测定溶液对参比电极的污染,用盐桥将参比电极与研究电极连接.注意盐桥的一端尽量靠近研究电极,以减小研究电极与参比电极之间溶液的欧姆电位降对电位测量和控制的影响.盐桥的另一端与参比电极相通.实验中研究电极为碳钢电极,辅助电极为铂电极,参比电极为饱和甘汞电极.实验前依次用金相砂纸和绒布将研究电极打磨光亮平整,再分别用丙酮和蒸馏水在超声波中清洗.先将辅助电极和参比电极与仪器连接,在计算机上设置好测量方法和测量参数,然后连接研究电极,并迅速测量.

### 2.4 实验步骤

(1) 打开仪器和计算机的电源开关,预热 15 min.研究电极用 6 号金相砂纸打磨后,用重蒸馏水冲洗干净,擦干后放入已洗净并装有  $2.0 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} (\text{NH}_4)_2 \text{CO}_3$  溶液的电解池中.分别装好辅助电极和参比电极,并按图 2 接好测量线路.

(2) 通过计算机使 CHI 仪器进入 Windows 工作界面;在工具栏里选中“Control”,此时屏幕上显示一系列命令菜单,再选中“Open Circuit Potential”,数秒钟后屏幕上即显示开路电位值;在工具栏里点击“T”,再选中“Linear Sweep Voltammetry”;然后在工具栏里选中“Parameter”,在需设定参数的对话框里分别输入:

- > 初始电位(Init E): 设定为比先前所测得的开路电位- 0.1 V;
- > 终止电位(Final E): 设为 1.2 V;
- > 扫描速率(Scan Rate): 0.01 V;
- > 采样间隔(Sample Interval): 0.001 V;
- > 初始电位下的极化时间(Quiet Time): 200 s;
- > 电流灵敏度(Sensitivity): 设为 0.001 安培(1E- 3A).

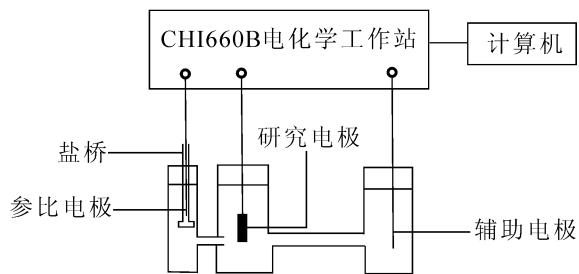


图 2 实验线路示意图

设定参数后,点击“OK”,再点击工具栏中的运行键,此时仪器开始运行,屏幕上即时显示极化时间值(即在初始电位下阴极极化);300 s后扫描开始,屏幕显示电流随电位的变化曲线;扫描结束后点击工具栏中的“Graphics”,再点击“Graph Options”,在对话框中分别填入电极面积和所用的参比电极及必要的注解,并将实验结果存盘。

(3) 重复上述步骤进行测量。每次测量前必须用金相砂纸打磨工作电极并清洗干净。

## 2.5 实验结果

图3为实验得到的碳钢在 $2.0 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 碳酸铵溶液中的钝化曲线。可以看到,在 $2.0 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ 碳酸铵溶液中的钝化电位在约0.631 V处,与文献值比较吻合<sup>[6]</sup>。

结果表明,实验通过改进后,大大简化了操作步骤,缩短了实验时间,减少了学生手工作图时带来的一些不必要的误差及作图所需花费的时间,提高了实验的精确度。同时整个实验包括开机预热在内只需30 min到60 min,几乎每个人都能够亲自操作,改变了原有实验几个学生一组同时做实验现象,为学生动手能力的培养提供了更多的机会。

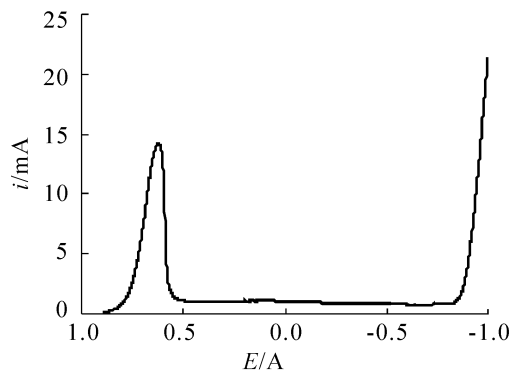


图3 碳钢在碳酸铵溶液中的钝化曲线

## 参考文献:

- [1] 蔡显鄂, 项一飞, 刘衍光. 物理化学实验 [M]. 第2版. 北京: 高等教育出版社, 1999: 33.
- [2] 北京大学化学学院物理化学实验教学组. 物理化学实验 [M]. 第4版. 北京: 北京大学出版社, 2002.
- [3] 胡英. 物理化学(下册) [M]. 第4版. 北京: 高等教育出版社, 1999: 275-276.
- [4] 张祖训, 汪尔康. 电化学原理和方法 [M]. 北京: 科学出版社, 2000: 224-225.
- [5] 刘永辉. 电化学测试技术 [M]. 北京: 北京航空学院出版社, 1987.
- [6] 朱良俊, 范少华. 关于金属阳极钝化曲线测定实验中的几个问题 [J]. 阜阳师范学院学报: 自然科学版, 2000, 17(3): 17-18.

# Improvement of the Determination Experiment of Passivation Curves of Carbon Steel in Ammonium Carbonate Solution

HE Ze-qiang, XIONG Li-zhi, WU Xian-ming, LIU Wen-ping, YANG Zhao-xia  
(College of Chemistry and Chemical Engineering, Jishou University, Jishou 416000, Hunan China)

**Abstract:** The passivation curves of carbon steel in ammonium carbonate solution are determined by linear sweep voltammetry method with electrochemical work station of CHI 660 B to replace potentiostatic meter. Compared with the traditional method, this method has some advantages such as easy operation, high sensitivity and precision, convenient data processing.

**Key words:** physical chemistry experiment; passivation; teaching reform

(责任编辑 易必武)