

旋转环盘电极-UV 紫外原位电化学测试系统

电化学测量技术应用于学术研究和工业的各个领域，为了获取更多的实验数据，电化学技术常常与其他技术相结合。我们开发出一种用于产品光谱分析的新型电化学测量系统，该测试基于旋转环盘电极装置上，整套测试系统和测试结果界面如下图 4 所示。

实验装置

测量系统由旋转环盘圆盘电极，光纤光导和电动定位单元（用于光学部分）组成，该系统的示意图如图 1 所示。图 2 显示了初步测量系统。图 3 是底部的电极和光路示意图。

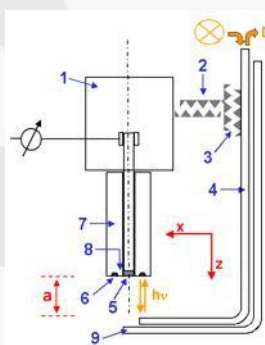


图 1: 实验装置示意图
1、旋转电极驱动马达； 2、 x 轴定位；
3、 z 轴定位； 4、 光纤导光管； 5、圆盘电极； 6、环电极； 7、护套； 8、环盘绝缘环； 9、Haber-Luggin 探针； a、光纤和电极之间的可变距离

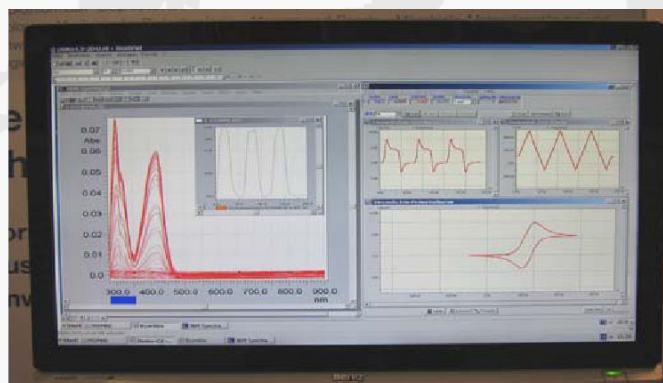


图 2: 测量系统（包括旋转单元、光谱部分和电化学电池）光纤在旋转电极头之下，圆盘电极材料（最好是铂金或金），圆环可用作镜子来反射光。定位系统准确固定光路的位置。



图 3: 两种类型的电极和光束的位置示意图 左边是环盘电极，右边是盘电极，利用该装置中的光谱可以检测到盘电极上的反应产物，如催化中间产物的检测，腐蚀中间产物的检测。

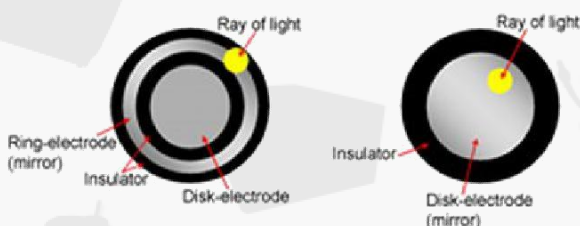


图 4: 旋转环盘电极-UV紫外原位电化学测试系统
此系统包含电化学测试部分，光谱部分，旋转电极部分，测试池。软件同时控制电极的旋转，电化学信号和光谱信号的施加及测量。数据同步，测试数据可追溯到在某个电位下发生的反应及相应的光谱数据。

结果与分析

测试溶液为亚铁氰化钾 ($K_4[Fe(CN)_6]$)，旋转电极的速度为 10rpm。实验过程中，浅黄色亚铁氰化钾 ($K_4[Fe(CN)_6]$) 被氧化形成橙色铁氰化物。可见光范围内吸收率的变化可以通过光谱检测，吸光度与对应施加的电势的变化曲线（如图 5）。该光谱的测量不会引起体系电化学行为的变化。

如何确定电极和光纤之间的距离？我们进行了一系列的实验，在进行光谱测量时改变光导 z 的位置。吸光度随着距离的增加而增加，直到 2 mm 的距离时才获得如图的线性关系曲线。体系在施加电位的同时，可通过光谱数据观察溶液颜色，可看到与之施加的电位相对应的颜色变化。

电化学和光谱数据可以相互验证实验过程中的物质反应变化。

我们还研究了旋转速率对光谱信号的影响，光谱信号的强度与电极的旋转速率有很大的关系，随着转速的增加，光谱信号变弱。最高每分钟 200 rpm 可获得稳定的结果。在不同转速下测得的氧化产物（铁氰化物）的 UV / VIS 光谱如图 6 所示。

总结：

1. 演示新光谱电化学系统的功能。
2. 通过光谱表征电化学反应产生的物质。
3. 光导放置在靠近电极的位置才能获得最佳的光谱结果。
4. 稳定的光谱信号的条件是旋转速度每分钟 200 rpm。
5. 进行更深入的实验，适用于电极动力学研究

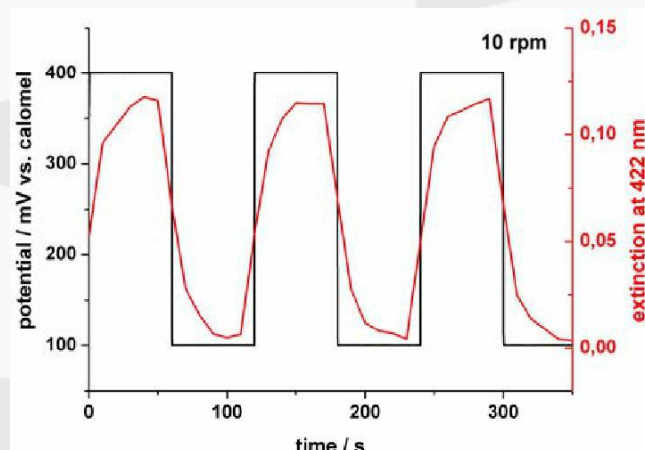


图 5: 亚铁氰化物溶液中的光谱电化学测量，电位-时间和吸光度-时间图谱

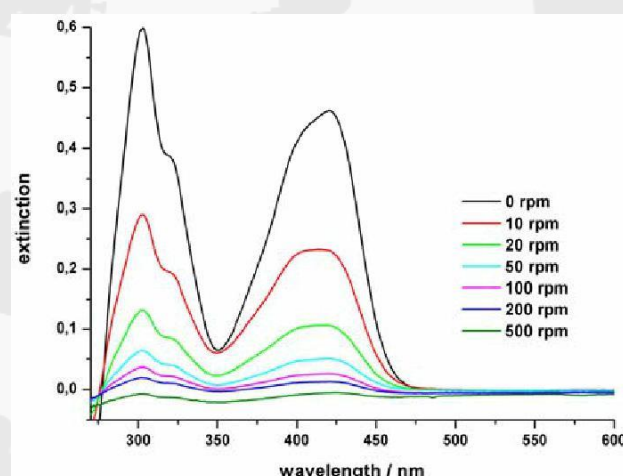


图 6: 在不同转速下电化学反应下的铁氰化物的 UV / VIS 光谱



爱谱斯中国有限公司

<http://www.ips-jaissle.cn/>