

实验四 钝化体系阳极极化曲线的测定

一、目的要求：

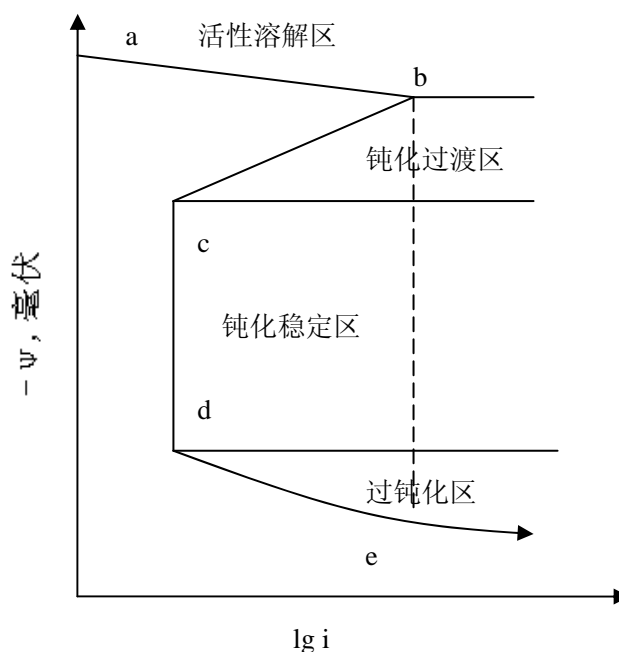
- 1、握用恒电位法和恒电流法测定阳极极化曲线的原理和方法，并比较之。
- 2、通过阳极极化曲线的测定，判断实施阳极保护的可能性，初步选取阳极保护的技术参数。
- 3、掌握恒电位仪的使用方法。

二、基本原理：

阳极电位和电流密度的关系曲线叫做阳极极化曲线。为了判定金属在电解质溶液中采用阳极保护的可能。选择阳极保护的三个主要技术参数—致钝电流密度、维钝电流密度和钝化区电位范围。必须测定阳极极化曲线。

阳极极化曲线可以用恒电流法测得。恒电位法测量极化曲线是以电极电位为主要变量，即依靠适当的电路使电极电位维持在某一预定数值。记下达到稳定的电流值，然后调节电路使电极电位维持在另一值。再记下对应的电流值。在得到足够的的数据以后，就可以画出电流密度(或电流密度的对数)和电位之间的关系曲线。恒电流法测极化曲线原理见实验 1。现以 18-8 不锈钢在 5%硫酸中的阳极极化曲线为例(见图 1)来说明恒电位法和恒电流法测阳极极化曲线时的区别。

图 1 中曲线 ABCDE 为恒电位法测得的阳极极化曲线。当电位逐渐向正向移动到某一值 B 时，钝化开始发生。由于电位是人为维持恒定的，所以电流密度逐渐减到 C，在 BC 电位区间是活化—钝化过渡区；当继续提高电位时，金属随之进入稳钝状态。这时金属以与维钝电流密度相当的速度溶解着，在相当大的一段电位变化范围(从 C 到 D)，电



流密度维持不变。最后，当电位移到很正的数值时，金属进入过钝化区。此时电流密度又重新增大。

曲线 $ABEF$ 是用恒电流法测得的阳极极化曲线。用恒电流法测量时，由 A 点开始逐渐增加电流密度。当达到 B 点时，金属开始钝化。由于人为控制电流密度的恒定，因此电极电位突跃增加到很正的数值(到达 E 点)。跃过钝化区，进入过钝化区。当在增加电流密度时，所测得的曲线在过钝化区内(EF)。因此，用恒电流法测不出金属进入钝化区的真实情况，而是从活化区跃入过钝化区。

比较这两种方法测得的阳极极化曲线，显然两种方法测得的结果是完全不同的。由此可见，当极化曲线上电极电位是电流密度的单值函数时，即在阳极极化过程中电极表面状态不发生大的变化，恒电流法和恒电位法可以得到同样的结果。而当电极表面在电极过程中发生很大变化的情况下，电极电位是电流密度的多值函数。用恒电流法不能测出完整的极化曲线。恒电位法常用来研究一些电极表面在电极过程中发生很大变化的电极反应。

本实验中采用恒电位仪来达到控制电极电位恒定的目的，并测定各电位值所对应的电流值，计算出相应的电流密度值。将各点在半对数坐标纸上绘出电位与电流对数曲线，即得恒电位阳极极化曲线。用恒电流仪逐点控制电流值恒定。测定相对应的阳极电位，同样可以绘成恒电流阳极极化曲线。

本实验中所用的电极装置，辅助电极，参比电极均与实验 1 中相同。

三、仪器：

恒电位/恒电流仪(1 台)、饱和甘汞电极(1 支)、铂电极(1 支)、毫安表(1 个)、烧杯(500ml, 1 只)、鲁金毛细管(1 只)、铁架(2 个)、自由夹与十字夹(各 3 个)、洗耳球(1 个)、滴管(1 支)、导线(若干)、恒温水浴装置(1 套)

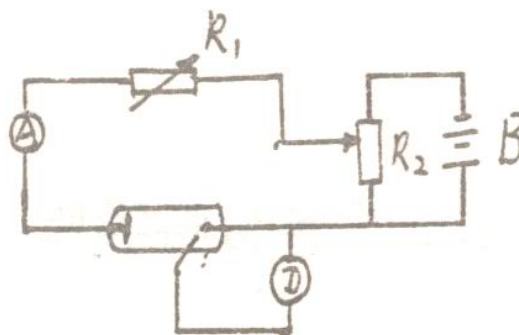
四、材料与药品：

碳钢试样、饱和碳酸氢氨溶液、无水乙醇、脱脂棉、滤纸、饱和氯化钾溶液、金刚砂布。

五、实验装置及操作步骤：

1、测量装置线路如图 2 所示。

2、操作步骤：



1)用 1#-2/0#金刚砂布依次打磨电极，测量暴露表面尺寸，然后用无水乙醇除去油污。

2)在烧杯中倒入待测溶液，将鲁金毛细管活塞打开，用洗耳球吸入介质至活塞处，关闭活塞，活塞上端用滴管加入饱和氯化钾溶液，插入饱和甘汞电极，固定好辅助电极、参比电极和待测电极。

3)按图 2 所示用导线分别将待测电极和参比电极与恒电位仪的相应输出接线端相连。按恒电位仪的操作步骤(见附录二)先测定研究电极的开路电位即稳定电位，然后进行阴极极化 2 分钟，极化电位调至-0.9 伏(SEC，以下同)左右，断开电源稳定 1 分钟，再测定待测电极的自腐蚀电位，然后由此电位开始进行阳极极化。

4)调节恒电位仪进行阳极极化。在电位负于 400mv 时步进速率可采用 20mv/min，-400—1000mv 之间可采用 50mv/min 的电位步进速率，正于+1000mv 时电位步进速率可采用 20mv/min，采样时间均为 1 分钟。每调一次电位在达到规定采样时间时记下电流值。同时注意观察电极表面的现象。当极化电位达到+1200mv 以上时即可停止极化测量，将电位调至开路电位值，断开极化电源。

5)按步骤(1)重新处理试样。仍按图 2 接好线路，按仪器的操作规程进行恒电流极化曲线的测量。恒电流极化测量对于暴露面积为 0.785cm²的电极，可采用如下的步进速率：0-500uA 范围采用 30mA/min；500-3000uA 可采用 500uA/min；3000-7000uA 可采用 1000uA/min；采样时间为 1 分钟，但在电位突跃时可等电位值稳定后再记下电位值。

六、数据处理及结果：

1、数据记录：

实验时间：_____，室温：_____，介质：_____；实验材料：_____，
 试样暴露表面尺寸：_____，试样暴露表面积：_____，参比电极：_____，
 辅助电极：_____，自腐蚀电位：_____，采用时间：_____

测量数据可记录下表：

(1) 恒电位极化曲线：

电位, mv(SCE)	电流, uA	1.uA/cm ²		备注

(2)恒电流极化曲线：

电流, μA	$1.\mu\text{A}/\text{cm}^2$	电流对数	电位, mV	备注

2、数据处理及结果：在同一张坐标纸上作出用恒电位法和用恒电流法测出的电位与电流对数的关系曲线；指出致钝电流密度、致钝电位、维钝电流密度、钝化电位区间，活化—钝化过渡电位区间，析氧电位，并指出实验材料在介质中所处的自然腐蚀电位。

七、思考与讨论：

- 1、分析所测得的阳极极化曲线上各段和各特征点的物理意义。
- 2、阳极极化曲线对实施阳极保护有什么指导意义？
- 3、比较恒电位法所测阳极极化曲线和恒电流法测阳极极化曲线的测定结果。