




МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Дальневосточный федеральный университет»
(ДФУ)

ШКОЛА ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУК

«СОГЛАСОВАНО»
Руководитель ОП Химия


(подпись) А.А. Капустина
(Ф.И.О. рук. ОП)
«26» июня 2015г.

«УТВЕРЖДАЮ»
Заведующая кафедрой
общей, неорганической и
элементоорганической химии

А.А. Капустина
(подпись) (Ф.И.О. зав. каф.)
«26» июня 2015г.

РАБОЧАЯ ПРОГРАММА УЧЕБНОЙ ДИСЦИПЛИНЫ
Электрохимия
Направление подготовки 04.03.01 Химия
профиль «Фундаментальная химия»
Форма подготовки очная

курс 4 семестр 8
лекции __ часов
практические занятия __ час.
лабораторные работы 110 час.
в том числе с использованием МАО лаб.100 час.
в том числе в электронной форме лек. ___/пр. ___/лаб. _____ час.
всего часов аудиторной нагрузки 110 час.
в том числе с использованием МАО 100 час.
самостоятельная работа 70 час.
в том числе на подготовку к экзамену 45 час.
курсовая работа / курсовой проект 8 семестр
зачет __ семестр
экзамен 8 семестр

Рабочая программа составлена в соответствии с требованиями федерального государственного образовательного стандарта высшего образования, утвержденного приказом Министерства образования и науки РФ от 12.03.2015 № 210

Рабочая программа обсуждена на заседании кафедры Физической и аналитической химии ШЕН протокол № 9 от « 5 » июня 2015 г.

Заведующий кафедрой физической и аналитической химии ШЕН к.х.н., профессор Кондриков Н.Б.

Составитель: к.х.н., доцент Щитовская Е.В.

Оборотная сторона титульного листа РПУД

I. Рабочая программа пересмотрена на заседании кафедры:

Протокол от «_____» _____ 20__ г. № _____

Заведующий кафедрой _____
(подпись) (И.О. Фамилия)

II. Рабочая программа пересмотрена на заседании кафедры:

Протокол от «_____» _____ 20__ г. № _____

Заведующий кафедрой _____
(подпись) (И.О. Фамилия)

АННОТАЦИЯ к рабочей программе дисциплины «Электрохимия»

Дисциплина «Электрохимия» разработана для студентов направления 04.03.01 – Химия, профиль «Фундаментальная химия» в соответствии с ФГОС ВПО по данному направлению. Входит в часть дисциплин по выбору учебного плана: Б1.В.ДВ.1.3 Трудоемкость дисциплины 5 зачетных единиц (180) часов. Дисциплина включает, 110 часов лабораторных занятий и 70 часов самостоятельной работы, из которых 45 на подготовку к экзамену. Реализуется в 8 семестре.

Дисциплина «Электрохимия» опирается на знания, умения и навыки, усвоенные при изучении таких дисциплин, как «Физика», «Неорганическая химия», «Органическая химия», «Физическая химия». Знания, полученные при изучении дисциплины «Электрохимия», используются при прохождении производственной практики. Содержание дисциплины охватывает следующий круг вопросов: цели, задачи, методы, Программа учебного курса «Электрохимия» предназначена для бакалавров и направлена на формирование систематизированного представления об предназначенный для организации учебной работы по дисциплине, содержит основной теоретический материал, задания для самостоятельной работы и рекомендации по их выполнению, описание лабораторных и комплект тестовых заданий, глоссарий, средства педагогического контроля. Лабораторный практикум составляют задания, сформированные на материале профессиональной направленности классической электрохимии и новых исследований в области электрохимии.

Одной из новаций данной программы является акцент на необходимость существенной активизации самостоятельной работы бакалавров по осмыслению и анализу методов.

Цель: познакомить студентов с основными теоретическими представлениями о строении двойного электрического слоя, адсорбции на электродах, кинетике электродных процессов, а также с методами изучения равновесий и скоростей электродных процессов в электрохимических системах

Задачи:

– изложение основных положений электрохимической термодинамики и кинетики, привитие навыков использования электрохимических методов для решения научных и прикладных задач;

– понимания возможности различных электрохимических методов, роли электрохимии в создании принципиально новых видов технологии, в том числе и нанотехнологии, новых источников энергии, борьбы с коррозией в медицинской химии, в получении сверхчистых материалов функционального значения;

– знакомство с аппаратным оснащением и условиями проведения эксперимента, привития навыков интерпретации и грамотной оценки экспериментальных данных, в том числе публикуемых в научной литературе.

Для успешного изучения дисциплины «Электрохимия» у обучающихся должны быть сформированы следующие предварительные компетенции:

– Знание основных разделов неорганической, органической, аналитической и физической химии.

– Умение применять полученные при изучении основных разделов химии знания к объяснению фактов и результатов электрохимических экспериментов.

– Навыки проведения химических опытов и объяснения их результатов.

Планируемые результаты обучения по данной дисциплине (знания, умения, владения), соотнесенные с планируемыми результатами освоения образовательной программы, характеризуют этапы формирования следующих компетенций (общепрофессиональные / профессиональные компетенции):

Код и формулировка компетенции	Этапы формирования компетенции	
ОПК-2 владение навыками химического эксперимента, основными синтетическими и аналитическими методами получения и исследования химических веществ и реакций	Знает	<ul style="list-style-type: none"> • основные методы исследований в области электрохимии; • основное современное оборудование и приборы, применяемые для исследований в области электрохимии. • методики экспериментов и исследований.
	Умеет	<ul style="list-style-type: none"> • выбирать методики и средства решения задач; • организовывать проведение экспериментов и испытаний, проводить их обработку и анализировать их результаты; • проводить исследования на экспериментальных установках
	Владеет	<ul style="list-style-type: none"> • навыками химического эксперимента, основными синтетическими и аналитическими методами получения и исследования химических веществ и реакций..
ОПК-6 знание норм техники безопасности и умением реализовать их в лабораторных и технологических условиях	Знает	<ul style="list-style-type: none"> • Нормы и правила техники безопасности при работе в лаборатории электрохимии; • Основные инструкции по работе на электрохимическом оборудовании
	Умеет	<ul style="list-style-type: none"> • Соблюдать правила техники безопасности при работе в лаборатории электрохимии; • Организовать работу в лаборатории электрохимии с соблюдением норм техники безопасности
	Владеет	<ul style="list-style-type: none"> • Навыками безопасной работы в электрохимической лаборатории;

		<ul style="list-style-type: none"> • Навыками работы на электрохимическом оборудовании;
ПК-4 способность применять основные естественнонаучные законы и закономерности развития химической науки при анализе полученных результатов	Знает	<ul style="list-style-type: none"> • основы теоретической электрохимии; • способы и варианты применения законов, термодинамических соотношений и кинетических уравнений для решения научных и практических задач;
	Умеет	<ul style="list-style-type: none"> • осуществлять стандартные электрохимические измерения, • обрабатывать результаты электрохимических исследований, • ориентироваться в современной литературе по электрохимии, • пользоваться справочной литературой по электрохимии
	Владеет	<ul style="list-style-type: none"> • основами аналитического, логического и графического анализа составляющих частей фундаментальных разделов электрохимии

Для формирования вышеуказанных компетенций в рамках дисциплины «Электрохимия» применяются следующие методы активного/интерактивного обучения: презентации с последующим обсуждением материалов, работа в малых группах при выполнении и обсуждении лабораторных и экспериментальных исследований для курсовых работ, моделирование процессов и ситуаций с их обсуждением в процессе выполнения лабораторных работ.

I. СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ ТЕОРЕТИЧЕСКОЙ ЧАСТИ КУРСА

Теоретическая часть курса не предусмотрена

II. СТРУКТУРА И СОДЕРЖАНИЕ ПРАКТИЧЕСКОЙ ЧАСТИ КУРСА

Лабораторные работы (110 час.)

Лабораторная работа 1. Электрохимические ячейки и электроды Особенности проведения электрохимического эксперимента. (5 час)

Принцип работы электрохимической аппаратуры. Приготовление растворов и электродов.

Лабораторная работа № 2. Гальванические покрытия (5 час)

Меднение, хромирование, никелирование. (Расчет состава электролитов, приготовление электролитов, подготовка поверхности и покрытие образцов) **в том числе с использованием интерактивного метода обучения – Моделирование процессов и ситуаций с их обсуждением (2 час), работа в малых группах (3 час).**

Лабораторная работа 3. Метод кривых заряжения (20 час).

А) Кривые заряжения гладкого платинового электрода (10 час),

в том числе с использованием интерактивного метода обучения – Моделирование процессов и ситуаций с их обсуждением (5 час)

Б) Кривые заряжения платинированного платинового электрода (10 час),

в том числе с использованием интерактивного метода обучения – моделирование процессов и ситуаций с их обсуждением (5 час)

Лабораторная работа 4. Определение состояния поверхности различных электродов потенциодинамическим методом (10 час),

в том числе с использованием интерактивного метода обучения – презентации с использованием слайдов, компьютера (2 час), с последующим обсуждением материалов и работа в малых группах (8 час).

Лабораторная работа 5. Электрохимические методы (10 час)

Электрохимические методы изучения процессов адсорбции органических веществ, механизма реакций электровосстановления и электроокисления, в том числе с использованием интерактивного метода обучения – моделирование производственных процессов и ситуаций (10 час)

Лабораторная работа 6. Стационарные постоянноточковые электрохимические методы исследований (20 час), в том числе с использованием интерактивного метода обучения – моделирование процессов и ситуаций с их обсуждением (15 час).

А) Гальваностатический метод (10 час), в том числе с использованием интерактивного метода обучения – работа в малых группах (10 час)

Б) Потенциостатический метод (10 час), в том числе с использованием интерактивного метода обучения – работа в малых группах (5 час)

Лабораторная работа 7. Перенапряжение реакции выделения водорода на различных металлах (20 час).

А) Перенапряжение реакции выделения водорода на платинированном платиновом и медном электродах (10 час),

в том числе с использованием интерактивного метода обучения – работа в малых группах (10 час)

Б) Перенапряжение реакции выделения водорода на золотом и серебряном электроде (10 час),

в том числе с использованием интерактивного метода обучения – работа в малых группах (5 час)

Лабораторная работа № 8. Электрохимическая коррозия (20 час).

Изучение электрохимического поведения цинка в растворе гидроксида калия с использованием интерактивного метода обучения – моделирование процессов и ситуаций с их обсуждением (20 час)

А) Гальваностатический метод (10 час),

в том числе с использованием интерактивного метода обучения – моделирование процессов и ситуаций с их обсуждением (10 час).

Б) Потенциостатический метод (10 час)

Лабораторная работа № 9. Измерение электрохимического импеданса (20 час), в том числе с использованием интерактивного метода обучения – презентации с использованием компьютера с последующим обсуждением материалов (20 час).

А) Измерение электрохимического импеданса (5 час),

в том числе с использованием интерактивного метода обучения – Работа в малых группах (5 час)

Б) Подбор электрохимической ячейки по результатам импедансных измерений (5 час),

в том числе с использованием интерактивного метода обучения – Работа в малых группах (5 час)

В) Измерение электрохимического импеданса образцов, полученных в ходе выполнения курсовых работ (5 час),

в том числе с использованием интерактивного метода обучения – Работа в малых группах (5 час)

Г) Подбор электрохимической ячейки по результатам импедансных измерений индивидуальных образцов (6 час),

в том числе с использованием интерактивного метода обучения – Работа в малых группах (5 час).

III. УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ РАБОТЫ ОБУЧАЮЩИХСЯ

Учебно-методическое обеспечение самостоятельной работы обучающихся по дисциплине «Электрохимия» представлено в Приложении 1 и включает в себя:

- план-график выполнения самостоятельной работы по дисциплине, в том числе примерные нормы времени на выполнение по каждому заданию;
- характеристика заданий для самостоятельной работы обучающихся и методические рекомендации по их выполнению;

- требования к представлению и оформлению результатов самостоятельной работы;
- критерии оценки выполнения самостоятельной работы.

IV. КОНТРОЛЬ ДОСТИЖЕНИЯ ЦЕЛЕЙ КУРСА

№ п/п	Контролируемые разделы / темы дисциплины	Коды и этапы формирования компетенций		Оценочные средства - наименование	
				текущий контроль	промежуточная аттестация
1.	Тема 1. Изучение строения ДЭС Лабораторная работа 1. Электрохимические ячейки и электроды. Особенности проведения электрохимического эксперимента. Принцип работы электрохимической аппаратуры. Приготовление растворов и электродов Лабораторная работа 2. Метод кривых заряжения Лабораторная работа 3. Определение состояния поверхности различных электродов потенциодинамическим методом Лабораторная работа 4. Электрохимические методы изучения процессов адсорбции	ОПК-2 ПК-4 ОПК-6	Знает	Проверка готовности к лабораторной работе собеседование (УО-1). Сдача коллоквиума №1, 2, 3 (УО-2)	Курсовая работа (ПР-5); Экзаменационные вопросы № 1-30
			Умеет	Проверка отчета по лабораторной работе собеседование (УО-1).	Курсовая работа (ПР-5); Экзаменационные вопросы №1 – 30.
			Владеет	Проверка результатов лабораторных работ (ПР-6). Сдача коллоквиумов № 1, 2, 3 (УО-2)	Курсовая работа (ПР-5); Экзаменационные вопросы 1-30

	<p>органических веществ, механизма реакций электровосстановления и электроокисления</p> <p>Тема 2. Электрохимическая кинетика</p> <p>Лабораторная работа 5. Стационарные постоянноточные электрохимические методы исследований</p> <p>Лабораторная работа 6. Перенапряжение реакции выделения водорода на различных металлах</p> <p>Лабораторная работа № 7. Электрохимическая коррозия</p> <p>Лабораторная работа № 8. Измерение электрохимического импеданса</p> <p>Лабораторная работа № 9. Гальванические покрытия</p>				
2.	<p>Коллоквиум № 1</p> <p>Двойной электрический слой (ДЭС). Различные случаи его образования на межфазной границе металл-раствор. Адсорбционный</p>	ОПК-2	Знает	<p>Проверка отчета по лабораторным работам</p> <p>Тестовый контроль (ПР-1). Сдача коллоквиумов №1, 2 и 3 (УО-2)</p>	<p>Курсовая работа (ПР-5);</p> <p>Экзаменационные вопросы 1-30</p>

<p>метод изучения строения ДЭС. Коллоквиум № 2 Методы электрокапиллярных кривых и зависимости дифференциальной емкости от потенциала.</p>		Умеет	Выполнение лабораторных работ и подготовка отчета (ПР-6) Собеседование (УО-1). Сдача коллоквиумов №1, 2, 3 (УО-2)	Курсовая работа (ПР-5); Экзаменационные вопросы 1-30
<p>Коллоквиум № 3 Емкость двойного электрического слоя</p>		Владеет	Проведение лабораторных работ (ПР-6)	Курсовая работа (ПР-5); Экзаменационные вопросы 1-30

Методические материалы, определяющие процедуры оценивания знаний, умений и навыков, а также критерии и показатели, необходимые для оценки знаний, умений, навыков и характеризующие этапы формирования компетенций в процессе освоения образовательной программы, представлены в Приложении 2.

V. СПИСОК УЧЕБНОЙ ЛИТЕРАТУРЫ И ИНФОРМАЦИОННО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Основная литература (электронные и печатные издания)

1. Дамаскин, Б.Б. Электрохимия: учебник для вузов. / Б.Б. Дамаскин, О.А. Петрий, Г.А. Цирлина. – М.: Лань, 2015. – 672с.
http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_id=58166

2. Дамаскин, Б.Б. Электрохимия: учебник для вузов. / Б.Б. Дамаскин, О.А. Петрий, Г.А. Цирлина. – М.: Лань, 2015. – 670с.
<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:777369&theme=FEFU>

3. Бонд, А.М. Электроаналитические методы. Теория и практика / А.М. Бонд, Д. Инцельт, Ш. Коморски-Ловрич, Р. Дж. Комптон, М. Ловрич, Х. Лозе, Ф. Маркен, А. Нойдек, У. Реттер, З. Стойек, Д. А. Фидлер, Ф. Шольц // Под ред. Ф. Шольца. Пер. с англ. под ред. В. Н. Майстренко. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2012. – 326с.

<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:253266&theme=FEFU>

4. Электрохимические методы. Теория и практика / А.М. Бонд, Д. Инцельт, Ш. Коморски-Ловрич, Р. Дж. Комптон, М. Ловрич, Х. Лозе, Ф. Маркен, А. Нойдек, У. Реттер, З. Стойек, Д.а. Фидлер, Ф. Шольц // Под ред. Ф. Шольца. Пер. с англ. под ред. В.Н. Майстренко. – М. : БИНОМ. Лаборатория знаний, 2006. – 326 с. <http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:253266&theme=FEFU>

5. Лепешев, А. А. Плазмохимический синтез нанодисперсных порошков и полимерных наноконструкций [Электронный ресурс] / А. А. Лепешев, А. В. Ушаков, И. В. Карпов. - Красноярск : Сиб. федер. ун-т, 2012. - 328 с. - ISBN 978-5-7638-2502-2.

<http://znanium.com/catalog.php?item=booksearch&code=%D0%AD%D0%BB%D0%B5%D0%BA%D1%82%D1%80%D0%BE%D1%85%D0%B8%D0%BC%D0%B8%D1%8F&page=4#none>

6. Белюстин, А.А. Потенциометрия: физико-химические основы и применения: Учебное пособие / А.А.Белюстин.-СПб:Лань, 2015.-336 с.

<http://e.lanbook.com/view/book/60646/page2/>

Дополнительная литература

(печатные и электронные издания)

1. Дамаскин, Б.Б. Введение в электрохимическую кинетику: учебное пособие / Б.Б. Дамаскин, О. А. Петрий. – М.: Высш. шк., 1983. – 400с. <http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:47391&theme=FEFU>

2. Багоцкий, В.С. Основы электрохимии / В. С. Багоцкий. - М.: Химия, 1988. – 400с. <http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:56171&theme=FEFU>

3. Петрий, О.А. Практикум по электрохимии: учебное пособие для химических специальностей вузов / О.А. Петрий, Б.Б. Дамаскин, Б.И. Подловченко. - М.: Высш. шк., 1991. – 288с.

<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:246523&theme=FEFU>

4. Антропов, Л.И. Теоретическая электрохимия / Л.И. Антропов. - М.: Высш. шк., 1984. – 519с.

<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:249620&theme=FEFU>

5. Феттер, К. Электрохимическая кинетика / К. Феттер. – М.: Химия, 1987. – 856с. <http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:68622&theme=FEFU>

Перечень ресурсов информационно-телекоммуникационной сети «Интернет»

1. Васильев, С. Ю. Электрохимия. Структура, системы и материалы. История. http://www.elch.chem.msu.ru/rus/fnm/fnm13_1.pdf

2. Васильев, С. Ю. Равновесные свойства полярных растворителей и растворов электролитов http://www.elch.chem.msu.ru/rus/fnm/fnm13_2.pdf

3. Васильев, С. Ю. Неравновесные явления в растворах электролитов http://www.elch.chem.msu.ru/rus/fnm/fnm13_3.pdf
4. Васильев, С. Ю. Строение заряженных межфазных границ. Понятия, термодинамика, феноменология http://www.elch.chem.msu.ru/rus/fnm/fnm13_56.pdf
5. Васильев, С. Ю. Кинетика стадии массопереноса http://www.elch.chem.msu.ru/rus/fnm/fnm13_7.pdf
6. Васильев, С. Ю. Кинетика стадии переноса заряда и сложных электрохимических реакций http://www.elch.chem.msu.ru/rus/fnm/fnm13_8.pdf
7. Васильев, С. Ю. Кинетика стадии переноса заряда и сложных электрохимических реакций http://www.elch.chem.msu.ru/rus/fnm/fnm13_9.pdf
8. Прохорова, Г. К. Введение в электрохимические методы анализа / Г. К. Прохорова, под. ред. П. К. Агасян, В. М. Иванова. – М. : МГУ, 1991. – 97 с. <http://www.chem.msu.ru/rus/books/prochor/all.pdf>
9. <http://e.lanbook.com>
10. <http://www.studentlibrary.ru>
11. <http://znanium.com>

Перечень информационных технологий и программного обеспечения
Программное обеспечение для работы на электрохимическом оборудовании:

1. «Nova 1.5» для работы на потенциостате-гальваностате AUTOLAB/PGSTAT 302N
2. «Zplot» для работы на потенциостате-гальваностате «Solartron» 12608W

VI. МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОСВОЕНИЮ ДИСЦИПЛИНЫ

Рекомендации по планированию и организации времени, отведенного на изучение дисциплины

Время, отведённое на самостоятельную работу, должно быть использовано обучающимся планомерно в течение семестра.

Планирование – важнейшая черта человеческой деятельности. Для организации учебной деятельности эффективным вариантом является использование средств, напоминающих о стоящих перед вами задачах, и их последовательности выполнения. В роли таких средств могут быть IT-технологии (смартфоны, планшеты, компьютеры и т.п.), имеющие приложения/программы по организации распорядка дня/месяца/года и сигнализирующих о важных событиях, например, о выполнении заданий по дисциплине «Электрохимия».

Регулярность – первое условие поисков более эффективных способов работы. Рекомендуется выбрать день/дни недели для регулярной подготовки по дисциплине «Электрохимия», это позволит морально настроиться на выполнение поставленных задач, подготовиться к ним и выработать правила выполнения для них, например, сначала проработка материала лекций, чтение первоисточников, затем выделение и фиксирование основных идей. Рекомендованное среднее время два часа на одно занятие.

Описание последовательности действий, обучающихся при изучении дисциплины

В соответствии с целями и задачами дисциплины студент изучает на занятиях и дома разделы лекционного курса, готовится к практическим занятиям, проходит контрольные точки текущей аттестации, включающие разные формы проверки усвоения материала (собеседование и тестирование).

Освоение дисциплины включает несколько составных элементов учебной деятельности:

1. Внимательное чтение рабочей программы учебной дисциплины (помогает целостно увидеть структуру изучаемых вопросов). В ней содержится перечень контрольных испытаний для всех разделов и тем, включая экзамен; указаны сроки сдачи заданий, предусмотренных учебной программой курса дисциплины «Электрохимия».

2. Неотъемлемой составной частью освоения курса является посещение лекций и их конспектирование. Глубокому освоению лекционного материала способствует предварительная подготовка, включающая чтение предыдущей лекции, работу с учебниками.

3. Регулярная подготовка к практическим занятиям и активная работа на них, включающая:

- повторение материала лекции по теме;
- знакомство с планом занятия и списком основной и дополнительной литературы, с рекомендациями по подготовке к занятию;
- изучение научных сведений по данной теме в разных учебных пособиях;
- чтение первоисточников и предлагаемой дополнительной литературы;
- посещение консультаций с целью выяснения возникших сложных вопросов при подготовке к практическим занятиям.

4. Подготовка к экзамену (в течение семестра), повторение материала всего курса дисциплины.

Рекомендации по работе с литературой

Изучение дисциплины следует начинать с проработки тематического плана лекций, уделяя особое внимание структуре и содержанию темы и основных понятий. Изучение «сложных» тем следует начинать с составления логической

схемы основных понятий, категорий, связей между ними. Целесообразно прибегнуть к классификации материала, в частности при изучении тем, в которых присутствует большое количество незнакомых понятий, категорий, теорий, концепций, либо насыщенных информацией типологического характера.

При работе с литературой обязательно выписывать все выходные данные по каждому источнику. Можно выписывать кратко основные идеи автора и иногда приводить наиболее яркие и показательные цитаты (с указанием страниц). Ищите аргументы «за» или «против» идеи автора.

Чтение научного текста является частью познавательной деятельности. Ее цель – извлечение из текста необходимой информации. От того на сколько осознанна читающим собственная внутренняя установка (найти нужные сведения, усвоить информацию полностью или частично, критически проанализировать материал и т.п.) во многом зависит эффективность осуществляемого действия.

Используйте основные установки при чтении научного текста:

1. информационно-поисковая (задача – найти, выделить искомую информацию);

2. усваивающая (усилия читателя направлены на то, чтобы как можно полнее осознать и запомнить как сами сведения излагаемые автором, так и всю логику его рассуждений);

3. аналитико-критическая (читатель стремится критически осмыслить материал, проанализировав его, определив свое отношение к нему);

4. творческая (создает у читателя готовность в том или ином виде – как отправной пункт для своих рассуждений, как образ для действия по аналогии и т.п. – использовать суждения автора, ход его мыслей, результат наблюдения, разработанную методику, дополнить их, подвергнуть новой проверке).

Для работы с научными текстами применяйте следующие виды чтения:

1. библиографическое – просматривание карточек каталога, рекомендательных списков, сводных списков журналов и статей за год и т.п.;

2. просмотрное – используется для поиска материалов, содержащих нужную информацию, обычно к нему прибегают сразу после работы со списками литературы и каталогами, в результате такого просмотра читатель устанавливает, какие из источников будут использованы в дальнейшей работе;

3. ознакомительное – подразумевает сплошное, достаточно подробное прочтение отобранных статей, глав, отдельных страниц, цель – познакомиться с характером информации, узнать, какие вопросы вынесены автором на рассмотрение, провести сортировку материала;

4. изучающее – предполагает доскональное освоение материала; в ходе такого чтения проявляется доверие читателя к автору, готовность принять изложенную информацию, реализуется установка на предельно полное понимание материала;

5. аналитико-критическое и творческое чтение – два вида чтения близкие между собой тем, что участвуют в решении исследовательских задач. Первый из них предполагает направленный критический анализ, как самой информации, так и способов ее получения и подачи автором; второе – поиск тех суждений, фактов, по которым или в связи с которыми, читатель считает нужным высказать собственные мысли.

Основным для студента является изучающее чтение – именно оно позволяет в работе с учебной литературой накапливать знания в профессиональной области.

При работе с литературой можно использовать основные виды систематизированной записи прочитанного:

1. Аннотирование – предельно краткое связное описание просмотренной или прочитанной книги (статьи), ее содержания, источников, характера и назначения.

2. Планирование – краткая логическая организация текста, раскрывающая содержание и структуру изучаемого материала.

3. Тезирование – лаконичное воспроизведение основных утверждений автора без привлечения фактического материала.

4. Цитирование – дословное выписывание из текста выдержек, извлечений, наиболее существенно отражающих ту или иную мысль автора.

5. Конспектирование – краткое и последовательное изложение содержания прочитанного.

Методические рекомендации для подготовки к вопросам по лабораторным работам

Для качественного выполнения лабораторных работ каждый студент должен заранее подготовиться к очередной работе. Подготовка складывается из изучения цели, задач и содержания лабораторной работы, повторения теоретического материала, относящегося к работе, и теоретическом ознакомления со свойствами химических веществ до выполнения работы. Результаты подготовки отражаются студентами в рабочих тетрадях, куда записываются перечень необходимых измерительных приборов и аппаратура, план выполнения лабораторной работы, расчетные формулы и зарисовываются схемы установок, таблицы для записи опытных и расчетных данных. Все записи в рабочих тетрадях как при подготовке к работе, так и в процессе выполнения ее должны вестись аккуратно.

В начале занятия преподаватель путем опроса и ознакомления с записями в рабочих тетрадях проверяет подготовленность каждого студента. Неподготовленные студенты к выполнению лабораторной работы не допускаются.

Требования к представлению и оформлению лабораторных работ

Подготовка к лабораторным работам оценивается в ходе устного опроса по пятибалльной системе.

Отчеты по лабораторным работам составляются студентами индивидуально и защищаются устно, оцениваются по пятибалльной системе.

Отчеты по лабораторным работам представляются в электронной форме, подготовленные как текстовые документы в редакторе MSWord.

Отчет по работе должен быть обобщающим документом, включать всю информацию по выполнению заданий, в том числе, уравнения реакций, таблицы, методику проведения лабораторных опытов, список литературы, расчеты и т. д.

Структурно отчет по лабораторной работе, как текстовый документ, комплектуется по следующей схеме:

Титульный лист – обязательная компонента отчета, первая страница отчета, по принятой для лабораторных работ форме (титульный лист отчета должен размещаться в общем файле, где представлен текст отчета).

Исходные данные к выполнению заданий – обязательная компонента отчета, с новой страницы, содержат указание варианта, темы и т.д.).

Основная часть – материалы выполнения заданий, разбивается по рубрикам, соответствующих заданиям работы, с иерархической структурой: пункты – подпункты и т. д.

Рекомендуется в основной части отчета заголовки рубрик (подрубрик) давать исходя из формулировок заданий, в форме отглагольных существительных.

Выводы – обязательная компонента отчета, содержит обобщающие выводы по работе (какие задачи решены, оценка результатов, что освоено при выполнении работы).

Список литературы – обязательная компонента отчета, с новой страницы, содержит список источников, использованных при выполнении работы, включая электронные источники (список нумерованный, в соответствии с правилами описания библиографии).

Оформление плана-конспекта занятия и отчета по лабораторной работе. План-конспект занятия и отчет по лабораторной работе относится к категории «письменная работа», оформляется по правилам оформления письменных работ студентами ДВФУ.

Необходимо обратить внимание на следующие аспекты в оформлении отчетов работ:

- набор текста;
- структурирование работы;
- оформление заголовков всех видов (рубрик-подрубрик-пунктов-подпунктов, рисунков, таблиц, приложений);
- оформление перечислений (списков с нумерацией или маркировкой);
- оформление таблиц;
- оформление иллюстраций (графики, рисунки, фотографии, схемы);
- набор и оформление математических выражений (формул);
- оформление списков литературы (библиографических описаний) и ссылок на источники, цитирования.

Набор текста осуществляется на компьютере, в соответствии со следующими требованиями:

- печать – на одной стороне листа белой бумаги формата А4 (размер 210 на 297 мм.);
- интервал межстрочный – полуторный;
- шрифт – Times New Roman;
- размер шрифта - 14 пт., в том числе в заголовках (в таблицах допускается 10-12 пт.);
- выравнивание текста – «по ширине»;
- поля страницы - левое – 25-30 мм, правое – 10 мм, верхнее и нижнее – 20 мм;
- нумерация страниц – в правом нижнем углу страницы (для страниц с книжной ориентацией), сквозная, от титульного листа до последней страницы, арабскими цифрами (первой страницей считается титульный лист, на котором номер не ставится, на следующей странице проставляется цифра «2» и т. д.).
- режим автоматического переноса слов, за исключением титульного листа и заголовков всех уровней (перенос слов для отдельного абзаца блокируется средствами MSWord с помощью команды «Формат» – абзац при выборе опции «запретить автоматический перенос слов»).

Если рисунок или таблица размещены на листе формата больше А4, их следует учитывать как одну страницу. Номер страницы в этих случаях допускается не проставлять.

Список литературы и все приложения включаются в общую в сквозную нумерацию страниц работы.

Задание на дом к лабораторному занятию №1-9

Просмотреть методическое пособие к практическим занятиям и подготовиться к беседе по теоретической части и выполнению лабораторной работы.

Методическое пособие к лабораторным работам находится в Приложении 3.

Подготовка к экзамену

В процессе подготовки к экзамену, следует ликвидировать имеющиеся пробелы в знаниях, углубить, систематизировать и упорядочить знания. Особое внимание следует уделить организации подготовки к экзаменам. Для этого важны следующие моменты - соблюдение режима дня: сон не менее 8 часов в сутки; занятия заканчивать не позднее, чем за 2-3 часа до сна; прогулки на свежем воздухе, неустойчивые занятия спортом во время перерывов между занятиями. Наличие полных собственных конспектов лекций является необходимым условием успешной сдачи экзамена. Если пропущена какая-либо лекция, необходимо ее восстановить, обдумать, устранить возникшие вопросы, чтобы запоминание материала было осознанным. Следует помнить, что при подготовке к экзаменам вначале надо просмотреть материал по всем вопросам сдаваемой дисциплины, далее отметить для себя наиболее трудные вопросы и обязательно в них разобраться. В заключение еще раз целесообразно повторить основные положения.

VII. МАТЕРИАЛЬНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ДИСЦИПЛИНЫ

Химическая лаборатория с вытяжными шкафами, водоснабжением, сушильный шкаф, рН-метры, нагревательные приборы, химическая посуда, реактивы

Электрохимическое оборудование:

Электрохимический комплекс нанесения покрытий на материалы ЭХК-02024 (Россия) – 1 шт.

Потенциостат-гальваностат PGU200V-500 mA (Германия – 1 шт.

Потенциостат-гальваностат PGU1000V-1A-E (Германия) – 1 шт.

Высокочастотная система электрохимического анализа и обработки поверхности материалов Solartron 12608W (Великобритания) – 1 шт.

Комплекс для исследований и электрохимических процессов в материалах AUTOLAB 302N (Великобритания) – 1 шт.

Потенциостат-гальваностат IPC-Pro (Россия) -1 шт.

Потенциостат П-5827 (Россия) – 1 шт.

Потенциостат П-5827М (Россия) – 1 шт.

Потенциостат П-5848 (Россия) – 1 шт.

Источник питания Б5-49 (Россия) – 1 шт.



МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Дальневосточный федеральный университет»
(ДВФУ)

ШКОЛА ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУК

**УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ САМОСТОЯТЕЛЬНОЙ
РАБОТЫ ОБУЧАЮЩИХСЯ**

**по дисциплине «Электрохимия»
Направление подготовки 04.03.01 Химия
профиль «Фундаментальная химия»
Форма подготовки очная**

**Владивосток
2015**

План-график выполнения самостоятельной работы по дисциплине

№ п/п	Дата/сроки выполнения	Вид самостоятельной работы	Примерные нормы времени на выполнение	Форма контроля
1	09.02-15.02.16	Подготовка к выполнению эксперимента на лабораторной работе № 1	1 час	Опрос по технике безопасности
2	16.02-22.02.16	Подготовка к выполнению эксперимента на лабораторной работе № 2(А)	1 час	Опрос перед началом занятия. Принятие отчета о выполнении лабораторной работы.
3	23.02-29.02.16	Подготовка к выполнению эксперимента на лабораторной работе № 2(Б)	1 час	Опрос перед началом занятия. Принятие отчета о выполнении лабораторной работы.
4	01.02-07.03.16	Подготовка к выполнению эксперимента на лабораторной работе № 3	1 час	Опрос перед началом занятия. Принятие отчета о выполнении лабораторной работы.
5	08.03-14.03.16	Подготовка к сдаче коллоквиума № 1	3 часа	Принятие коллоквиума с оценкой в соответствии с рейтинг-планом
6	15.03-21.03.16	Подготовка к выполнению эксперимента на лабораторной работе № 4 (А)	1 час	Опрос перед началом занятия. Принятие отчета о выполнении лабораторной работы.
7	22.03-28.03.16	Подготовка к выполнению эксперимента на лабораторной работе № 4 (Б)	1 часа	Опрос перед началом занятия. Принятие отчета о выполнении лабораторной работы.
8	29.03-05.04.16	Подготовка к сдаче коллоквиума № 2	4 часа	Принятие коллоквиума с оценкой в соответствии с рейтинг-планом

9	05.04-11.04.16	Подготовка к выполнению эксперимента на лабораторной работе № 5(А)	1 час	Опрос перед началом занятия. Принятие отчета о выполнении лабораторной работы.
10	12.04-18.04.16	Подготовка к выполнению эксперимента на лабораторной работе № 5 (Б)	1 час	Опрос перед началом занятия. Принятие отчета о выполнении лабораторной работы.
11	19.04-25.04.16	Подготовка к сдаче коллоквиума № 3	4 часа	Принятие коллоквиума с оценкой в соответствии с рейтинг-планом, тестирование
12	26.04-02.05.16	Подготовка к выполнению эксперимента на лабораторной работе № 6 (А)	1 час	Опрос перед началом занятия. Принятие отчета о выполнении лабораторной работы.
13	03.05-09.05.16	Подготовка к выполнению эксперимента на лабораторной работе № 6 (Б)	1 час	Опрос перед началом занятия. Принятие отчета о выполнении лабораторной работы.
14	10.05-16.05.16	Подготовка к выполнению эксперимента на лабораторной работе № 6 (В)	1 час	Опрос перед началом занятия. Принятие отчета о выполнении лабораторной работы.
15	17.05-23.05.16	Подготовка к выполнению эксперимента на лабораторной работе № 7	1 час	Опрос перед началом занятия. Принятие отчета о выполнении лабораторной работы.
16	24.05-31.05.16	Подготовка к выполнению эксперимента на лабораторной работе № 8	1 час	Опрос перед началом занятия. Принятие отчета о выполнении лабораторной работы.
17	31.05-07.06.16	Подготовка к выполнению эксперимента на лабораторной	1 час	Опрос перед началом занятия. Принятие отчета о выполнении

		работе № 9.		лабораторной работы.
18	Экзаменационная сессия	Подготовка к экзамену	45 часов	Экзамен

Задание на дом к лабораторным работам № 1-9

Просмотреть учебники и методическое пособие к практическим занятиям и подготовиться к выполнению лабораторной работы.

Задание на дом к коллоквиумам № 1-3

Просмотреть учебники и методическое пособие к практическим занятиям, подготовиться к ответам на вопросы коллоквиума.

Структура отчета по лабораторной работе

Отчеты по лабораторным работам представляются в электронной форме, подготовленные как текстовые документы в редакторе MSWord, а также расчеты в MS Excell.

Отчет по работе должен быть обобщающим документом, включать всю информацию по выполнению заданий, в том числе, уравнения реакций, таблицы, методику проведения лабораторных опытов, список литературы, расчеты и т. д.

Структурно отчет по лабораторной работе, как текстовый документ, комплектуется по следующей схеме:

- *Титульный лист* – обязательная компонента отчета, первая страница отчета, по принятой для лабораторных работ форме (титульный лист отчета должен размещаться в общем файле, где представлен текст отчета);
- *Исходные данные к выполнению заданий* – обязательная компонента отчета, с новой страницы, содержат указание варианта, темы и т.д.);
- *Основная часть* – материалы выполнения заданий, разбивается по рубрикам, соответствующих заданиям работы, с иерархической структурой: пункты – подпункты и т. д.

Рекомендуется в основной части отчета заголовки рубрик (подрубрик) давать исходя из формулировок заданий, в форме отглагольных существительных;

- *Выводы* – обязательная компонента отчета, содержит обобщающие выводы по работе (какие задачи решены, оценка результатов, что освоено при выполнении работы);
- *Список литературы* – обязательная компонента отчета, с новой страницы, содержит список источников, использованных при выполнении работы, включая электронные источники (список нумерованный, в соответствии с правилами описания библиографии).

Набор текста осуществляется на компьютере, в соответствии со следующими требованиями:

- печать – на одной стороне листа белой бумаги формата А4 (размер 210 на 297 мм.);
- интервал межстрочный – полуторный;
- шрифт – Times New Roman;
- размер шрифта - 14 пт., в том числе в заголовках (в таблицах допускается 10-12 пт.);
- выравнивание текста – «по ширине»;
- поля страницы - левое – 25-30 мм, правое – 10 мм, верхнее и нижнее – 20 мм
- нумерация страниц – в правом нижнем углу страницы (для страниц с книжной ориентацией), сквозная, от титульного листа до последней страницы, арабскими цифрами (первой страницей считается титульный лист, на котором номер не ставится, на следующей странице проставляется цифра «2» и т. д.).
- режим автоматического переноса слов, за исключением титульного листа и заголовков всех уровней (перенос слов для отдельного абзаца блокируется средствами MSWord с помощью команды «Формат» – абзац при выборе опции «запретить автоматический перенос слов»).

Если рисунок или таблица размещены на листе формата больше А4, их следует учитывать как одну страницу. Номер страницы в этих случаях допускается не проставлять.

Список литературы и все *приложения* включаются в общую в сквозную нумерацию страниц работы.

Критерии оценки выполнения лабораторной работы

Оценивание лабораторных работ проводится по критериям:

- Полнота и качество выполненных заданий;
- Теоретическое обоснование полученного результата;
- Качество оформления отчета, использование правил и стандартов оформления текстовых и электронных документов;
- Отсутствие фактических ошибок, связанных с пониманием темы.

Оценивание отчета по лабораторной работе по критериям:

- Определены цели и задачи;
- Выбраны метод и средства проведения эксперимента;
- Проведены необходимые расчеты;
- Построены графики и проведена их обработка для вычисления результатов;
- Правильно оформлен документ.

Критерии оценки подготовки к лабораторным работам

Подготовка к лабораторным работам оценивается в ходе устного опроса по пятибалльной системе.

Отчеты по лабораторным работам составляются студентами индивидуально и защищаются устно, оцениваются по пятибалльной системе.

По теме для самостоятельного изучения студенты опрашиваются устно на консультациях согласно графику, оцениваются по пятибалльной системе.

Оценка «Отлично»

- А) Задание выполнено полностью.
- Б) Отчет/ответ составлен грамотно.
- В) Ответы на вопросы полные и грамотные.
- Г) Материал понят, осознан и усвоен.

Оценка «Хорошо»

- А), Б) - те же, что и при оценке «Отлично».
- В) Неточности в ответах на вопросы, которые исправляются после уточняющих вопросов.
- Г) Материал понят, осознан и усвоен.

Оценка «Удовлетворительно»

- А), Б) - те же, что и при оценке «Отлично».
- В) Неточности в ответах на вопросы, которые не всегда исправляются после уточняющих вопросов.
- Г) Материал понят, осознан, но усвоен не достаточно полно.

Оценка «Неудовлетворительно»

- А) Программа не выполнена полностью.
- Б) Устный отчет и ответы на вопросы не полные и не грамотные.
- В) Материал не понят, не осознан и не усвоен.



МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Дальневосточный федеральный университет»
(ДВФУ)

ШКОЛА ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУК

ФОНД ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ

по дисциплине «Электрохимия»
Направление подготовки **04.03.01 Химия**
профиль «Фундаментальная химия»
Форма подготовки очная

Владивосток
2015

Паспорт ФОС по дисциплине «Электрохимия»

Код и формулировка компетенции	Этапы формирования компетенции	
<p>владение навыками химического эксперимента, основными синтетическими и аналитическими методами получения и исследования химических веществ и реакций (ОПК-2)</p>	Знает	<ul style="list-style-type: none"> • основные методы исследований в области электрохимии; • основное современное оборудования и приборы, применяемые для исследований в области электрохимии. • методики экспериментов и исследований.
	Умеет	<ul style="list-style-type: none"> • выбирать методики и средства решения задач; • организовывать проведение экспериментов и испытаний, проводить их обработку и анализировать их результаты; • проводить исследования на экспериментальных установках
	Владеет	<ul style="list-style-type: none"> • навыками химического эксперимента, основными синтетическими и аналитическими методами получения и исследования химических веществ и реакций
<p>знанием норм техники безопасности и умением реализовать их в лабораторных и технологических условиях (ОПК-6)</p>	Знает	<ul style="list-style-type: none"> • Нормы и правила техники безопасности при работе в лаборатории электрохимии; • Основные инструкции по работе на электрохимическом оборудовании
	Умеет	<ul style="list-style-type: none"> • Соблюдать правила техники безопасности при работе в лаборатории электрохимии; • Организовать работу в лаборатории электрохимии с соблюдением норм техники безопасности
	Владеет	<ul style="list-style-type: none"> • Навыками безопасной работы в электрохимической лаборатории; • Навыками работы на электрохимическом оборудовании;
<p>способностью применять основные естественнонаучные законы и закономерности развития химической науки при анализе полученных результатов (ПК-4)</p>	Знает	<ul style="list-style-type: none"> • основы теоретической электрохимии; • способы и варианты применения законов, термодинамических соотношений и кинетических уравнений для решения научных и практических задач;
	Умеет	<ul style="list-style-type: none"> • осуществлять стандартные электрохимические измерения, • обрабатывать результаты электрохимических исследований, • ориентироваться в современной литературе по электрохимии, • пользоваться справочной литературой по электрохимии
	Владеет	<ul style="list-style-type: none"> • основами аналитического, логического и графического анализа составляющих частей фундаментальных разделов электрохимии

№ п/п	Контролируемые разделы / темы дисциплины	Коды и этапы формирования компетенций		Оценочные средства - наименование	
				текущий контроль	промежуточная аттестация
1.	<p>Тема 1. Изучение строения ДЭС Лабораторная работа 1. Электрохимические ячейки и электроды. Особенности проведения электрохимического эксперимента. Принцип работы электрохимической аппаратуры. Приготовление растворов и электродов</p> <p>Лабораторная работа 2. Метод кривых заряжения</p> <p>Лабораторная работа 3. Определение состояния поверхности различных электродов потенциодинамическим методом</p> <p>Лабораторная работа 4. Электрохимические методы изучения процессов адсорбции органических веществ, механизма реакций электровосстановления и электроокисления</p>	ОПК-2 ПК-4 ОПК-6	Знает	Проверка готовности к лабораторной работе собеседование (УО-1). Сдача коллоквиума №1, 2, 3 (УО-2).	Курсовая работа (ПР-5); Экзаменационные вопросы № 1-30
			Умеет	Проверка отчета по лабораторной работе собеседование (УО-1).	Курсовая работа (ПР-5); Экзаменационные вопросы №1 – 30.
			Владеет	Проверка результатов лабораторных работ (ПР-6). Сдача коллоквиумов № 1, 2, 3 (УО-2).	Курсовая работа (ПР-5); Экзаменационные вопросы 1-30

	<p>ия</p> <p>Тема 2. Электрохимическая кинетика Лабораторная работа 5. Стационарные постоянноточные электрохимические методы исследований Лабораторная работа 6. Перенапряжение реакции выделения водорода на различных металлах Лабораторная работа № 7. Электрохимическая коррозия Лабораторная работа № 8. Измерение электрохимического импеданса Лабораторная работа № 9. Гальванические покрытия</p>				
2.	<p>Коллоквиум № 1 Двойной электрический слой (ДЭС). Различные случаи его образования на межфазной границе металл-раствор. Адсорбционный метод изучения строения ДЭС. Коллоквиум № 2 Методы электрокапиллярных кривых и зависимости</p>	ОПК-2	Знает	Проверка отчета по лабораторным работам Тестовый контроль (ПР-1). Сдача коллоквиумов №1, 2 и 3 (УО-2)	Курсовая работа (ПР-5); Экзаменационные вопросы 1-30
			Умеет	Выполнение лабораторных работ и подготовка отчета (ПР-6) Собеседование (УО-1). Сдача коллоквиумов	Курсовая работа (ПР-5); Экзаменационные вопросы 1-30

дифференциальной емкости от потенциала. Коллоквиум № 3 Емкость двойного электрического слоя		№1, 2, 3 (УО-2).
	Владеет	Проведение лабораторных работ (ПР-6) Курсовая работа (ПР-5); Экзаменационные вопросы 1-30

Шкала оценивания уровня сформированности компетенций

Код и формулировка компетенции	Этапы формирования компетенции		критерии	показатели
ОПК-2 – владением навыками химического эксперимента, основными синтетическими и аналитическими методами получения и исследования химических веществ и реакций	знает (пороговый уровень)	-основные методы исследований в области электрохимии; -основное современное оборудование и приборы, применяемые для исследований в области электрохимии. -методики экспериментов и исследований	Знание содержания основных экспериментальных методов исследований в области электрохимии, их инструментального обеспечения.	Знание основных методов исследований в области электрохимии; Знание основного современного оборудования и методик исследований в электрохимии.
	умеет (продвинутый)	-выбирать методики и средства решения задач; - организовывать проведение экспериментов и испытаний, проводить их	Умение применять методы исследований в области электрохимии; умение работать на основном современном оборудовании и приборах, применяемых для исследований в области	Умение выбрать методы и средства для решения задач в области электрохимии; способность провести электрохимические исследования и анализ полученных результатов

		<p>обработку и анализировать их результаты ;</p> <p>-проводить исследования на экспериментальных установках</p>	<p>электрохимии; методик экспериментов и исследований,</p>	
	<p>владеет (высокий)</p>	<p>-навыками химического эксперимента, основными синтетическими и аналитическими методами получения и исследования химических веществ и реакций.</p>	<p>Владение методами исследований в области электрохимии; методами работы основном современном оборудовании и приборах, применяемых для исследований в области электрохимии; методик экспериментов и исследований</p>	<p>Способность выбора и использования методов и средств решения задач в области электрохимии;. Способность работы основном современном оборудовании и приборах, применяемых для исследований в области электрохимии;</p>
<p>ОПК-6 – знанием норм техники безопасности и умением реализовать их в лабораторных и технологических условиях</p>	<p>знает (пороговый уровень)</p>	<p>-Нормы и правила техники безопасности при работе в лаборатории электрохимии;</p> <p>-Основные инструкции по работе на электрохимическом оборудовании</p>	<p>Знание норм и правил техники безопасности при работе в лаборатории электрохимии, знание основных инструкций по работе на электрохимическом оборудовании</p>	<p>Знание основных норм безопасной работы в электрохимической лаборатории.</p>
	<p>умеет (продвинутый)</p>	<p>- Соблюдать правила техники безопасности</p>	<p>Прочные и глубокие знания норм и правил техники безопасности при работе в лабора-</p>	<p>Умение проводить работы в электрохимической лаборатории с</p>

		сти при работе в лаборатории электрохимии; - Организовать работу в лаборатории и электрохимии с соблюдением норм техники безопасности	тории электрохимии, основных инструкций по работе на электрохимическом оборудовании	соблюдением норм безопасности: уверенное владение умениями и навыками работы на электрохимическом оборудовании.
	владеет (высокий)	-Навыками безопасной работы в электрохимической лаборатории; -Навыками работы на электрохимическом оборудовании	прочные и глубокие знания норм и правил техники безопасности при работе в лаборатории электрохимии, основных инструкций по работе на электрохимическом оборудовании.	Способность применить навыки безопасной работы в электрохимической лаборатории.
ПК-4 – способностью применять основные естественнонаучные законы и закономерности развития химической науки при анализе полученных результатов	знает (пороговый уровень)	-основы теоретической электрохимии; -способы и варианты применения законов, термодинамических соотношений и кинетических уравнений для решения научных и практических задач;	знать основы теоретической электрохимии, основных естественнонаучных законов и закономерностей развития химической науки	Знание способов электрохимических измерений и обработки результатов электрохимических исследований, используя основные естественнонаучные законы.
	умеет	-	Уметь применять	Умение

	(продвинутый)	<p>осуществлять стандартные электрохимические измерения,</p> <p>- обрабатывать результаты электрохимических исследований,</p> <p>- ориентироваться в современной литературе по электрохимии, пользоваться справочной литературой по электрохимии</p>	<p>знания теоретической электрохимии в процессе электрохимических исследований</p>	<p>проведения стандартных электрохимические измерений и обработки результатов электрохимических исследований. Умение ориентироваться в современной литературе по электрохимии и проблемах, , решаемых электрохимией.</p>
	владеет (высокий)	<p>основами аналитического, логического и графического анализа составляющих частей фундаментальных разделов электрохимии</p>	<p>Владение основными методами проведения исследований в теоретической электрохимии на основе применения основных естественнонаучных законов и закономерностей развития химической науки.</p>	<p>Способность провести стандартные электрохимические измерения и обработать результаты электрохимических исследований, на основе применения основных естественнонаучных законов и закономерностей развития химической науки.</p>

Методические рекомендации, определяющие процедуры оценивания результатов освоения дисциплины

Промежуточная аттестация студентов. Промежуточная аттестация студентов по дисциплине проводится в соответствии с локальными нормативными актами ДВФУ и является обязательной.

1. Экзамен (Средство промежуточного контроля) – Вопросы к экзамену, образцы билетов.

2. Курсовая работа (ПР-5). (Продукт самостоятельной работы обучающегося, представляющий собой краткое изложение в письменном виде полученных результатов теоретического анализа определенной научной (учебно-исследовательской) темы, где автор раскрывает суть исследуемой проблемы, приводит различные точки зрения, а также собственные взгляды на нее). – требования к курсовым работам, примерные темы курсовых работ.

Вопросы к экзамену

1. Двойной электрический слой (ДЭС). Основные процессы, приводящие к образованию ДЭС на границе металл-раствор.

2. Адсорбция (понятие), электростатическая и специфическая адсорбция; адсорбция по Ленгмюру, гиббсовская адсорбция; поверхностная концентрация и поверхностный избыток.

3. Идеально-поляризуемый и идеально-неполяризуемый электроды, применение в электрохимии.

4. Потенциал нулевого заряда. Методы определения потенциала нулевого заряда.

5. “Приведенный” потенциал (по Л.И. Антропову), его практическое применение.

6. Электрокапиллярная кривая, кривая заряжения, поляризационная кривая.

7. Поверхностное (пограничное) натяжение. Факторы, влияющие на пограничное натяжение на границе ртуть-раствор.

8. Представление о поверхностно-активных (ПА) и поверхностно-неактивных ионах. Зависимость гиббсовской адсорбции катионов и анионов от потенциала электрода (индифферентный и ПА-электролит).

9. Электрокапиллярные кривые и кривые дифференциальной емкости в присутствии органических веществ.

10. Основное уравнение электрокапиллярности (вывод и анализ).

11. Поляризационная емкость электрода, емкость ДЭС, псевдоемкость. Методика измерения емкости ДЭС.

12. I и II уравнения Липпмана, применение в электрохимии.

13. Дифференциальная и интегральная емкость ДЭС, соотношение между ними.
14. Ток заряжения и фарадеевский ток.
15. Модельные теории ДЭС (Гельмгольца, Гуи-Чапмена, Штерна). Изменение концентрации ионов и потенциала электрода на границе металл-раствор в зависимости от расстояния от поверхности (для индифферентного и ПА-электролиза на незаряженной и положительно заряженной поверхности).
16. Представление Грэма о строении ДЭС. Внутренняя и внешняя плоскости Гельмгольца.
17. Плотный и диффузный ДЭС. Факторы, влияющие на толщину плотного и диффузного ДЭС.
18. Особенности строения ДЭС, связанных дискретным характером специфически адсорбирующихся ионов. Экспериментальное проявление эффекта дискретности.
19. Модель ДЭС в присутствии органических веществ.
20. Поляризация, перенапряжение, причины.
21. Теория замедленного разряда. Вывод основного уравнения (А.Н. Фрумкин).
22. Влияние строения ДЭС на скорость разряда и перенапряжение выделения водорода.
23. Общее уравнение поляризационной кривой для реакции разряда ионизации ионов гидроксония.
24. Ток обмена, экспериментальное определение.
25. Механизмы массопереноса: диффузия, миграция, конвекция. Основное уравнение диффузионной кинетики.
26. Стационарная и нестационарная диффузия.
27. Диффузионный слой, пограничный слой (Прандтля).
28. Общие меры электробезопасности. Индивидуальные защитные средства. Условия пожарной безопасности в электротехнических устройствах.
29. Статическое электричество и меры борьбы с ним. Защита от статического электричества.
30. Электрохимические приборы и правила работы с ними (потенциостаты/гальваностаты).

Образцы экзаменационных билетов

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральное государственное автономное образовательное
учреждение высшего образования

«Дальневосточный федеральный университет»

Школа естественных наук

ООП 04.03.01- Химия

Дисциплина «Электрохимия»

Форма обучения – очная

Семестр 8 2015- 2016 учебного года

Реализующая кафедра: Физической и аналитической химии

Экзаменационный билет № 1

1. Механизм образования и принципы экспериментальных методов изучения двойного электрического слоя (ДЭС). Адсорбционный метод определения заряда поверхности, потенциала нулевого заряда.

2. Электродная поляризация, понятие, возможные причины поляризации.

Зав. кафедрой _____ Кондриков Н.Б.

М.П. (школы)

**МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ**

**Федеральное государственное автономное образовательное
учреждение высшего профессионального образования**

«Дальневосточный федеральный университет»

Школа естественных наук

ООП 04.03.01-Химия

Дисциплина «Электрохимия»

Форма обучения очная

Семестр 8 2015 - 2016 учебного года

Реализующая кафедра: Физической и аналитической химии

Экзаменационный билет № 2

1. Метод электрокапиллярных кривых. Адсорбционное уравнение Гиббса, поверхностный избыток и поверхностная концентрация. Вывод общего уравнения электрокапиллярности.
2. Теория замедленного разряда Фольмера-Фрумкина, основное уравнение теории (вывод для реакции разряда - ионизации водорода).

Зав. кафедрой _____ Кондриков Н.Б.

М.П. (школы)

Требования к курсовым работам

Выполнение курсовой работы студентами рассматривается как вид промежуточной аттестации. По своему содержанию курсовая работа приближается к самостоятельной исследовательской работе, где должно найти отражение не только полученная сумма знаний по курсу учебной программы, но и новые решения актуальных вопросов. Курсовая работа играет исключительно важную роль в обучении студентов, в подготовке их к практической деятельности. Курсовая работа представляет собой самостоятельный научно-исследовательский труд, позволяющий определить способности студента решать научные и практические проблемы изучаемых дисциплин, логически правильно и последовательно излагать результаты своего исследования. Выполнение курсовых работ способствует выработке у студентов умения творчески изучать учебную дисциплину, тесно увязывать теоретические положения с практикой, вести конкретные самостоятельные исследования. Подготовка курсовой работы способствует приобретению студентами методических навыков выполнения элементов научного исследования, составления плана работы и библиографии по теме, изучение

литературы и других источников, помогает развитию навыков по сбору и анализу собранного материала и литературному изложению результатов исследования.

К курсовой работе предъявляются следующие требования:

- курсовая работа должна быть написана на достаточно высоком теоретическом уровне;
- работа должна быть написана самостоятельно;
- работа должна быть написана четким и грамотным языком и правильно оформлена;
- работа выполняется в сроки, определенные учебным планом.

Подготовка курсовой работы включает следующие этапы:

- выбор темы исследования;
- выбор методов достижения целей курсовой работы;
- подбор и первоначальное ознакомление с литературой по избранной теме;
- изучение отобранных литературных источников;
- составление окончательного варианта плана;
- практическое выполнение работы, согласно ранее утвержденным руководителем планом, обработка полученных данных; сравнение полученных данных с результатами, найденными в ранее опубликованных источниках, а также их систематизация и обобщение;
- написание текста курсовой работы;
- защита курсовой работы на кафедре.

Требование к оформлению курсовой работы.

Отчет о практике объемом до 60 машинописных страниц включает в себя:

- введение, где обоснована тема работы, ее актуальность, прописаны цели и задачи в соответствии с полученным от руководителя заданием;
- содержание работы, в котором находят отражение следующие вопросы: литературный обзор по теме исследования, обсуждение полученных результатов и сравнение их с ранее проведенными синтезами (если таковые имелись), методы синтеза, химические и физико-химические методы анализа полученных соединений;
- выводы;
- список литературы;
- приложение.

Курсовая работа оформляется в соответствии с требованиями ГОСТ Н 7.0.5.-2008.

Набор текста осуществляется на компьютере, в соответствии со следующими требованиями:

- печать – на одной стороне листа белой бумаги формата А4 (размер 210x297 мм);

- межстрочный интервал – полуторный;

- шрифт – Times New Roman;

- размер шрифта - 14 пт, в том числе в заголовках (в таблицах допускается 10-12 пт);

- выравнивание текста – «по ширине»;

- поля страницы: левое – 30 мм, правое – 10 мм, верхнее и нижнее – 20 мм;

- нумерация страниц – в правом нижнем углу страницы (для страниц с книжной ориентацией), сквозная, от титульного листа до последней страницы, арабскими цифрами (первой страницей считается титульный лист, на котором номер не ставится, на следующей странице проставляется цифра «2» и т. д.).

- режим автоматического переноса слов, за исключением титульного листа и заголовков всех уровней (перенос слов для отдельного абзаца блокируется средствами MSWord с помощью команды «Формат» – абзац при выборе опции «запретить автоматический перенос слов»).

Если рисунок или таблица размещены на листе формата больше А4, их следует учитывать как одну страницу. Номер страницы в этих случаях допускается не проставлять. Список литературы и все приложения включаются в общую в сквозную нумерацию страниц работы.

Отчет открывается титульным листом. Титульный лист не нумеруется. На втором листе печатается содержание отчета с указанием страниц, отвечающих началу каждого раздела. Слово «Содержание» записывают посередине листа с прописной буквы без точки.

Таблицы оформляются в удобном формате и размере. Допускается изменять размер шрифта в таблице меньший, чем в тексте. Таблицы обязательно имеют номер и название. Таблицы следует нумеровать арабскими цифрами сквозной нумерацией. Допускается нумеровать таблицы в пределах раздела, тогда номер таблицы состоит из номера раздела и порядкового номера таблицы в разделе, разделенных точкой. Таблицу следует располагать непосредственно после текста, в котором она упоминается впервые. Название таблицы должно отражать ее содержание, быть точным, кратким. Название таблицы следует помещать над таблицей слева, без абзацного отступа в одну строку с ее номером через тире. Для всех величин, приведенных в таблице, должны быть указаны единицы измерения. Если в конце страницы таблица прерывается и ее продолжение буде на следующей странице, то в первой части таблицы нижнюю гори-

горизонтальную черту, ограничивающую таблицу, не проводят. На следующей странице пишут слова «Продолжение таблицы» или «Окончание таблицы», повторяют шапку таблицы или нумерацию граф таблицы.

Уравнения и формулы из текста выделяют отдельными строками. Выше и ниже каждой формулы должен быть оставлен пробел не менее одной строки. Расшифровку символов и значений числовых коэффициентов следует давать под формулой. Обозначения символов дают подряд, через точку с запятой.

Все рисунки рекомендуется размещать непосредственно после текста, в котором на него впервые ссылаются или на следующей странице. При этом следует писать «...в соответствии с рисунком 1». Нумерация рисунков может быть сквозная или по разделам. Слово «Рисунок» с его номером и наименованием через тире помещают под рисунком.

Сведения о различных видах источников, таких как книги, статьи, отчеты и т.п. следует располагать в алфавитном порядке, оформленным согласно требованиям ГОСТ Р 7.0.5.-2008. Источники иностранной литературы вписываются на языке оригинала в алфавитном порядке в том виде, в каком они приводятся на титульном листе или в периодическом издании в конце списка литературы.

Приложения формируются по порядку появления ссылок в тексте. В приложении приводят второстепенный либо вспомогательный материал. Им могут быть инструкции, методики, протоколы и акты испытаний, вспомогательные материалы, некоторые таблицы и пр. В тексте обязательно должны быть ссылки на приложения. Приложения помещаются после списка использованной литературы. Каждое приложение оформляется на отдельной странице, которая нумеруется. Наверху посередине страницы пишется слово «Приложение» с прописной буквы. Если приложений несколько, их обозначают заглавными буквами русского алфавита, начиная с А.

После проверки научным руководителем работа выносится на защиту, в случае его соответствия предъявленным требованиям, в противном случае – возвращается на доработку студенту.

Защита курсовой работы проходит на заседании кафедры.

На защите студент должен ориентироваться в содержании работы, подробно отвечать на вопросы теоретического и практического характера.

По курсовой работе выставляется дифференцированный зачет.

Темы курсовых работ

1. Исследование электрокаталитических свойств ОРТА, модифицированных оксидами переходных металлов;

2. Исследование электрохимических свойств углеродных волокон, модифицированных соединениями железа, в области заряжения ДЭС;

3. Формирование методом плазменно-электролитического оксидирования покрытий на титане, содержащих соединения циркония, марганца, никеля, кобальта и меди;

4. Формирование и исследование нанотубулярных покрытий, полученных анодным оксидированием Ti;

5. Электрохимическое формирование магнитных нанопроволок в упорядоченных матрицах Al_2O_3 , полученных анодным оксидированием;

6. Плазменно-электролитическое формирование медь содержащих оксидных покрытий на Ti;

7. Исследование электрохимических свойств углеродного волокна, модифицированного соединениями железа в растворах электролита с добавлением фенола;

8. Формирование полимерных пленок на основе акриламида, методом электрополимеризации;

9. Состав и каталитическая активность оксидных покрытий на титане, содержащих соединения циркония, марганца, никеля, кобальта, меди;

10. Индикаторные свойства плазменно-электролитических слоев на титане в кислотно-основном титровании и прямой потенциометрии.

Текущий контроль

Примерный перечень оценочных средств (ОС)

I. Устный опрос

1. Собеседование (УО-1) (Средство контроля, организованное как специальная беседа преподавателя с обучающимся на темы, связанные с изучаемой дисциплиной, и рассчитанное на выяснение объема знаний обучающегося по определенному разделу, теме, проблеме и т.п.) - Вопросы по темам/разделам дисциплины при проверке готовности к выполнению лабораторных работ.

1. Коллоквиум (УО-2) (Средство контроля усвоения учебного материала темы, раздела или разделов дисциплины, организованное как учебное занятие в виде собеседования преподавателя с обучающимися.) Вопросы по темам / разделам дисциплины.

Вопросы собеседований (примерные)

Лабораторная работа 1. Вводное занятие

1. Электрохимические ячейки и электроды.
2. Особенности проведения электрохимического эксперимента.
3. Принцип работы электрохимической аппаратуры.
4. Приготовление растворов и электродов.

Лабораторная работа 2. Метод кривых заряжения

1. Что представляет собой кривая заряжения? Для чего она снимается?
Методы снятия кривой заряжения.

2. Адсорбция атомов водорода и кислорода на платиновом электроде. Свойства адсорбированных атомов Н и О. Логарифмическая изотерма адсорбции атомов водорода, ее теоретическое обоснование.

3. Поляризация емкость платинового электрода. Расчет емкости двойного электрического слоя из «водородной области» кривой заряжения.

4. Представление о полном и свободном заряде поверхности.

5. Влияние материала электрода и состава электролита на форму кривой заряжения.

Лабораторная работа 3. Определение состояния поверхности различных электродов потенциодинамическим методом

1. Можно ли непосредственно экспериментальным путем доказать образование двойного электрического слоя на границе раздела металл / раствор?

2. Какой потенциал носит название потенциала нулевого заряда? От чего он зависит?

3. Какой потенциал носит название “приведенного” потенциала?

4. Чем определяется знак потенциала электрода в “приведенной” шкале? Когда удобно ею пользоваться?

5. Какие сведения о структуре двойного электрического слоя и каким образом можно получить с помощью адсорбционного метода?

Лабораторная работа 4. Электрохимические методы изучения процессов адсорбции органических веществ, механизма реакций электровосстановления и электроокисления

1. Какие явления связаны с образованием границы раздела фаз?

2. Что означает термин “адсорбция”? Укажите причины положительной и отрицательной адсорбции.

3. Напишите фундаментальное уравнение Гиббса для межфазного поверхностного слоя в случае постоянства температуры и давления. Дайте определение величин, входящих в него.

4. Есть ли принципиальное различие в понятиях “поверхностный избыток” и “поверхностная концентрация”?

5. Можно ли определить поверхностную концентрацию компонентов? Каковы пути описания связи поверхностной концентрации с объемной?

6. Какие сведения о структуре двойного электрического слоя и каким образом можно получить с помощью адсорбционного метода?

Планы коллоквиумов

Коллоквиум № 1 Двойной электрический слой (ДЭС). Различные случаи его образования на межфазной границе металл-раствор. Адсорбционный метод изучения строения ДЭС.

Вопросы:

1. Какие явления связаны с образованием границы раздела фаз?
2. Что означает термин “адсорбция”? Укажите причины положительной и отрицательной адсорбции.
3. Напишите фундаментальное уравнение Гиббса для межфазного поверхностного слоя в случае постоянства температуры и давления. Дайте определение величин, входящих в него.
4. Есть ли принципиальное различие в понятиях “поверхностный избыток” и “поверхностная концентрация”?
5. Можно ли определить поверхностную концентрацию компонентов? Каковы пути описания связи поверхностной концентрации с объемной?
6. Что является причиной возникновения скачка потенциалов на границе раздела фаз?
7. Какие основные процессы, происходящие на границе металл/раствор, приводят к образованию двойного электрического слоя? Укажите, где локализуется и от чего зависит скачок потенциала в каждом из рассмотренных случаев.
8. Какие заряженные частицы могут принимать участие в обмене между фазами при установлении равновесия на межфазной границе?
9. Чем термодинамически обусловлено образование заряда на поверхности металла, опущенного в раствор соли этого металла?
10. Может ли отсутствовать заряд на поверхности металла, опущенного в раствор своей соли?
11. Какой электрод называется идеально поляризуемым? Каково его применение в электрохимии?
12. Какие электроды называются идеально неполяризуемыми? Какое применение они находят?
13. Можно ли непосредственно экспериментальным путем доказать образование двойного электрического слоя на границе раздела металл / раствор?
14. Какой потенциал носит название потенциала нулевого заряда? От чего он зависит?
15. Какой потенциал носит название “приведенного” потенциала?
16. Чем определяется знак потенциала электрода в “приведенной” шкале? Когда удобно ею пользоваться?

17. Какие сведения о структуре двойного электрического слоя и каким образом можно получить с помощью адсорбционного метода?

Коллоквиум № 2 Методы электрокапиллярных кривых и зависимости дифференциальной емкости от потенциала.

1. Какое термодинамическое соотношение носит название основного уравнения электрокапиллярности?

2. Зависит ли потенциал нулевого заряда и максимальное значение пограничного натяжения от природы и концентрации электролита?

3. От чего зависит величина пограничного натяжения в системе ртуть - раствор электролита?

4. Объясните, почему пограничное натяжение ртути (σ) в инактивном электролите зависит от потенциала электрода. Нарисуйте график типичной зависимости σ от потенциала.

5. Как зависит пограничное натяжение от концентрации поверхностно неактивного 1,1-валентного электролита?

6. Сформулируйте критерии, позволяющие провести индикацию поверхностной инактивности ионов электролита.

7. Каково влияние поверхностно активного электролита на изменение формы электрокапиллярной кривой? Какова природа этого изменения?

8. Возможна ли адсорбция поверхностно-инактивных катионов на положительно заряженной поверхности электрода?

9. Как на основании экспериментальных данных можно определить плотность заряда электрода и потенциал нулевого заряда?

10. Напишите I и II уравнения Липпмана. Какое применение в электрохимии они находят?

11. Какие сведения о двойном электрическом слое можно получить из электрокапиллярной кривой?

12. Возможна ли экспериментальная проверка I уравнения Липпмана?

13. Как определить гиббсовскую адсорбцию отдельных ионов поверхностно-неактивного электролита из электрокапиллярных измерений?

14. Представьте графически и объясните зависимость адсорбции катионов и анионов от потенциала в разбавленных эквимольных растворах KF , KCl и KJ . Каково соотношение между значениями потенциалов нулевого заряда в этих электролитах?

15. Каким образом из электрокапиллярных кривых ртутного электрода рассчитывают специфическую адсорбцию ионов?

16. Нарисуйте на одном графике электрокапиллярные кривые ртутного электрода в растворах следующих электролитов: NaF , NaJ , $NaF+TiNO_3$, $NaF+[(C_3H_7)_4N]^+$.

17. За счет каких сил происходит специфическая адсорбция ионов? Приведите примеры катионов и анионов, способных к специфической адсорбции на поверхности ртути.

18. Какие электролиты называются поверхностно неактивными?

19. Как из зависимости пограничного натяжения от потенциала определяется адсорбция поверхностно-активных органических веществ?

20. Что собой представляет поверхностный избыток, найденный из результатов электрокапиллярных измерений с помощью уравнения Гиббса?

21. Как влияет специфическая адсорбция органических молекул на пограничное натяжение ртути в растворе сильного электролита?

Коллоквиум № 3 Емкость двойного электрического слоя

Контрольные вопросы

1. От чего зависит электрическая емкость межфазной границы металл/раствор?

2. В чем различие дифференциальной и интегральной емкости двойного электрического слоя (ДЭС)? Выведите соотношение между ними. Какую из этих величин и почему используют для изучения строения границы?

3. Что называется током заряжения?

4. Какое различие между поляризационной емкостью электрода, псевдоемкостью и емкостью ДЭС?

5. Покажите, при каких условиях эквивалентную электрическую схему измерительной электрохимической ячейки можно представить в виде последовательного соединения емкости двойного слоя на исследуемом электроде и сопротивления раствора?

6. Какую информацию о строении ДЭС можно получить из кривых дифференциальной емкости?

7. Объясните влияние потенциала и концентрации электролита на дифференциальную емкость.

8. Как из зависимости дифференциальной емкости от потенциала определяется потенциал нулевого заряда?

9. Каким образом из кривых дифференциальной емкости можно определить плотность заряда электрода и работу обратимого образования единицы поверхности? Какие экспериментальные данные для этого необходимы?

10. Почему потенциал минимума на кривой дифференциальной емкости не совпадает с потенциалом нулевого заряда в присутствии специфически адсорбирующихся ионов?

11. Правильно ли утверждение, что потенциал минимума на C, E -кривых соответствует потенциалу нулевого заряда?

12. Как влияет адсорбция органических веществ на емкость двойного электрического слоя? Каковы особенности кривых дифференциальной емкости в присутствии поверхностно-активных веществ?

13. Каким образом рассчитывается адсорбция поверхностно-активных органических веществ из кривых зависимости дифференциальной емкости от потенциала?

14. Какими экспериментальными методами может быть определена емкость ДЭС? В чем преимущества метода кривых дифференциальной емкости по сравнению с методом электрокапиллярных кривых?

II. Письменные работы

1. Тест (ПР-1) (Система стандартизированных заданий, позволяющая автоматизировать процедуру измерения уровня знаний и умений обучающегося) – Фонд тестовых заданий.

2. Лабораторная работа (ПР-2). (Средство для закрепления и практического освоения материала по определенному разделу) – Комплект лабораторных заданий представлен в приложении 3.

Тестовые задания для текущей проверки (ПР-1)

УКАЖИТЕ НОМЕР ПРАВИЛЬНОГО ОТВЕТА

1. СПЕЦИФИЧЕСКАЯ АДСОРБЦИЯ ИОНОВ НА МЕЖФАЗНОЙ ГРАНИЦЕ МЕТАЛЛ/РАСТВОР ПРОИСХОДИТ ЗА СЧЕТ СИЛ

- 1) Ван-дер-Ваальса
- 2) кулоновских
- 3) химических
- 4) химических и Ван-дер-Ваальса

2. ЗНАК ПОТЕНЦИАЛА ЭЛЕКТРОДА ПО РАЦИОНАЛЬНОЙ (ПРИВЕДЕННОЙ) ШКАЛЕ ОПРЕДЕЛЯЕТСЯ ЗНАКОМ

- 1) заряда специфически адсорбирующихся ионов
- 2) ψ_1 - потенциала
- 3) заряда электрода
- 4) заряда ионов в двойном электрическом слое

3. ЭЛЕКТРОД, НА КОТОРОМ ОТСУТСТВУЕТ ОБМЕН ЭЛЕКТРИЧЕСКИМИ ЗАРЯДАМИ МЕЖДУ ФАЗАМИ, НАЗЫВАЕТСЯ

- 1) обратимым
- 2) необратимым
- 3) идеально-поляризуемым
- 4) идеально-неполяризуемым

4. ПОТЕНЦИАЛ, СООТВЕТСТВУЮЩИЙ МАКСИМУМУ ЭЛЕКТРОКАПИЛЛЯРНОЙ КРИВОЙ, ОТВЕЧАЕТ ПОТЕНЦИАЛУ НУЛЕВОГО ЗАРЯДА ЭЛЕКТРОДА В ЭЛЕКТРОЛИТЕ

- 1) индифферентном
- 2) поверхностно-активном
- 3) любом
- 4) симметричном

5. ЭЛЕКТРОДНЫЙ ПОТЕНЦИАЛ, ПРИ КОТОРОМ НА ПОВЕРХНОСТИ МЕТАЛЛА НЕТ СВОБОДНЫХ ЗАРЯДОВ, НАЗЫВАЕТСЯ ПОТЕНЦИАЛОМ

- 1) стандартным
- 2) стационарным
- 3) нулевого заряда
- 4) приведенны

6. ЕСЛИ КОНЦЕНТРАЦИЯ ЧАСТИЦ В ПОВЕРХНОСТНОМ СЛОЕ ПО МЕРЕ ПРИБЛИЖЕНИЯ К ГРАНИЦЕ РАЗДЕЛА ФАЗ УВЕЛИЧИВАЕТСЯ, ТО АДСОРБЦИЯ НАЗЫВАЕТСЯ

- 1) электростатической
- 2) специфической
- 3) положительной
- 4) отрицательной

7. ГИББСОВСКАЯ АДСОРБЦИЯ ЯВЛЯЕТСЯ ВЕЛИЧИНОЙ

- 1) всегда положительной
- 2) всегда отрицательной
- 3) как положительной, так и отрицательной

8. ПРИЧИНОЙ ВОЗНИКНОВЕНИЯ СКАЧКА ПОТЕНЦИАЛА НА ГРАНИЦЕ МЕТАЛЛ/РАСТВОР ЭЛЕКТРОЛИТА ЯВЛЯЕТСЯ

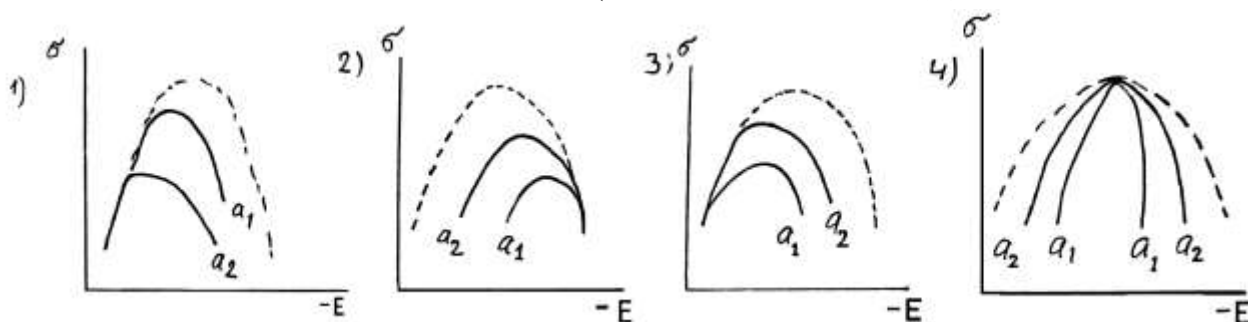
- 1) образование диффузионного слоя
- 2) образование двойного электрического слоя
- 3) омическое падение напряжения в растворе
- 4) различная подвижность катионов и анионов электролита

9. ОБРАЗОВАНИЕ ДВОЙНОГО ЭЛЕКТРИЧЕСКОГО СЛОЯ НА ГРАНИЦЕ РТУТЬ/РАСТВОР ФТОРИДА НАТРИЯ ПРИ БОЛЬШОМ ПОЛОЖИТЕЛЬНО ЗАРЯДЕ ЭЛЕКТРОДА ПРОИСХОДИТ ЗА СЧЕТ

- 1) электростатической адсорбции анионов

- 2) специфической адсорбции анионов
- 3) специфической адсорбции катионов
- 4) электростатической адсорбции катионов

10. ГРАФИКИ ЗАВИСИМОСТИ ПОВЕРХНОСТНОГО НАТЯЖЕНИЯ РТУТИ ОТ ПОТЕНЦИАЛА В РАСТВОРАХ $\text{NaF} + \text{Tl}^+$ С РАЗЛИЧНОЙ АКТИВНОСТЬЮ КАТИОНОВ ТАЛЛИЯ ($a_1 < a_2$) ИМЕЮТ ВИД



Правильный ответ: _____

Лабораторные работы (110 час.)

Цель: организация процесса изучения теоретического содержания в интерактивном режиме

Задачи:

- совершенствование способов поиска, обработки и предоставления новой информации;
- развитие коммуникативных навыков;
- актуализация и визуализация изучаемого содержания в презентации.

Описание содержания лабораторных работ представлено в приложении 3.

Лабораторная работа 1. Электрохимические ячейки и электроды. Особенности проведения электрохимического эксперимента. Принцип работы электрохимической аппаратуры. Приготовление растворов и электродов (6 час), **в том числе с использованием интерактивных форм обучения – презентации с использованием компьютера, с последующим обсуждением материалов (4 часа).**

Лабораторная работа 2. Метод кривых заряжения (18 час).

А) Кривые заряжения гладкого платинового электрода (12 час), в том числе с использованием интерактивных форм обучения – Моделирование процессов и ситуаций с их обсуждением (6 часов)

Б) Кривые заряжения платинированного платинового электрода (6 час), Моделирование процессов и ситуаций с их обсуждением (6 часов)

Лабораторная работа 3. Определение состояния поверхности различных электродов потенциодинамическим методом (6 час), в том числе с использованием интерактивных форм обучения – презентации с использованием слайдов, компьютера, с последующим обсуждением материалов (6 часов).

Лабораторная работа 4. Электрохимические методы изучения процессов адсорбции органических веществ, механизма реакций электровосстановления и электроокисления (12 час), в том числе с использованием интерактивных форм обучения – Моделирование производственных процессов и ситуаций (8 часов)

Лабораторная работа 5. Стационарные постоянноточковые электрохимические методы исследований (12 час), в том числе с использованием интерактивных форм обучения – Моделирование процессов и ситуаций с их обсуждением (4 часа)

А) Гальваностатический метод (6 час), в том числе с использованием интерактивных форм обучения – Работа в малых группах (4 часа)

Б) Потенциостатический метод (6 час), Работа в малых группах (4 часа)

Лабораторная работа 6. Перенапряжение реакции выделения водорода на различных металлах (18 час).

А) Перенапряжение реакции выделения водорода на платинированном платиновом электроде и гладком платиновом электроде (6 час), в том числе с использованием интерактивных форм обучения – Работа в малых группах (6 часов)

Б) Перенапряжение реакции выделения водорода на золотом и серебряном электроде (6 час), в том числе с использованием интерактивных форм обучения – Работа в малых группах (6 часов)

В) Перенапряжение реакции выделения водорода на медном и палладиевом электродах (6 час), в том числе с использованием интерактивных форм обучения – Работа в малых группах (6 часов)

Лабораторная работа № 7. Электрохимическая коррозия (6 час).

Изучение электрохимического поведения цинка в растворе гидроксида калия, в том числе с использованием интерактивных форм обучения – Моделирование процессов и ситуаций с их обсуждением (6 часа)

А) Гальваностатический метод (4 часа)

Б) Потенциостатический метод (2 часа)

Лабораторная работа № 8. Измерение электрохимического импеданса (24 часа), в том числе с использованием интерактивных форм обучения – презентации с использованием компьютера с последующим обсуждением материалов (4 часа).

А) Измерение электрохимического импеданса (6 час), в том числе с использованием интерактивных форм обучения – Работа в малых группах (4 часа)

Б) Подбор электрохимической ячейки по результатам импедансных измерений (6 час), в том числе с использованием интерактивных форм обучения – Работа в малых группах (6 часов)

В) Измерение электрохимического импеданса образцов, полученных в ходе выполнения курсовых работ (6 час), в том числе с использованием интерактивных форм обучения – Работа в малых группах (6 часов)

Г) Подбор электрохимической ячейки по результатам импедансных измерений индивидуальных образцов (6 час), в том числе с использованием интерактивных форм обучения – Работа в малых группах (6 часов)

Лабораторная работа № 9. Гальванические покрытия (8 часов),

Меднение, хромирование, никелирование. (Расчет состава электролитов, приготовление электролитов, подготовка поверхности и покрытие образцов). (4 часа). в том числе с использованием интерактивных форм обучения – Моделирование процессов и ситуаций с их обсуждением (2 часа) и Работа в малых группах (6 часов)

Критерии оценки знаний умений и навыков при текущей проверке

I. Оценка устных ответов:

Отметка "Отлично"

1. Дан полный и правильный ответ на основе изученных теорий.
2. Материал понят и изучен.
3. Материал изложен в определенной логической последовательности, литературным языком.
4. Ответ самостоятельный.

Отметка "Хорошо"

- 1, 2, 3, 4 – аналогично отметке "Отлично".
5. Допущены 2-3 незначительные ошибки, исправленные по требованию учителя, наблюдалась "шероховатость" в изложении материала.

Отметка "Удовлетворительно"

1. Учебный материал, в основном, изложен полно, но при этом допущены 1-2 существенные ошибки (например, неумение применять законы и теории к объяснению новых фактов).

2. Ответ неполный, хотя и соответствует требуемой глубине, построен несвязно.

Отметка "Неудовлетворительно"

1. Незнание или непонимание большей или наиболее существенной части учебного материала.

2. Допущены существенные ошибки, которые не исправляются после уточняющих вопросов, материал изложен несвязно.



МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Дальневосточный федеральный университет»
(ДФУ)

ШКОЛА ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУК

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по дисциплине «Электрохимия»
Направление подготовки 04.03.01 Химия
профиль «Фундаментальная химия»
Форма подготовки очная

Владивосток
2015

Щитовская, Е.В.

Щ64 Практикум к спецкурсу «Теоретическая электрохимия» : для проведения лабораторных работ, выполняемых на электрохимическом комплексе AUTOLAB-302N / Е.В. Щитовская, Н.Б. Кондриков, А.С. Лапина ; Дальневосточный федеральный университет, Школа естественных наук, кафедра физической и аналитической химии. – Владивосток : Дальневост. федерал. ун-т, 2013. – 50 с.

Практикум предназначен для выполнения лабораторных работ по спецкурсу «Теоретическая электрохимия» для студентов 4-го и 5-го курсов кафедры физической и аналитической химии ШЕН ДВФУ, специализирующихся по направлению «Физическая химия».

Лабораторная работа 1. Вводное занятие

Электрохимические ячейки и электроды. Особенности проведения электрохимического эксперимента. Принцип работы электрохимической аппаратуры. Приготовление растворов и электродов.(6 часов).

Курс «Теоретическая электрохимия» посвящен изучению ряда совершенно новых теоретических и прикладных направлений, а также новых концепций, относящихся к структуре электрохимических межфазных границ и закономерностям туннелирования заряженных частиц.

Основные задачи дисциплины состоят в формировании у студентов понимания возможности различных электрохимических методов, роли электрохимии в создании принципиально новых видов технологии, в том числе и нанотехнологии, новых источников энергии, борьбы с коррозией в медицинской химии, в получении сверхчистых материалов функционального значения. Знакомство с аппаратурным оснащением и условиями проведения эксперимента, привития навыков интерпретации и грамотной оценки экспериментальных данных, в том числе публикуемых в научной литературе.

Задача специального практикума – дать возможность студенту закрепить и применить теоретические знания по электрохимии к изучению различных электрохимических процессов, использовать современное оборудование, приборы, материалы; привить навыки рационального поиска, отбора и использования информации; умения вести обработку результатов эксперимента с тем, чтобы подготовить студента к его будущей самостоятельной работе в различных областях химической науки и современной технологии.

В настоящем методическом пособии представлены лабораторные работы по спецкурсу с использованием современного электрохимического комплекса AUTOLAB-302N.

AUTOLAB/PGSTAT302N



Прибор AUTOLAB/PGSTAT302N это высокомощный потенциостат/гальваностат с максимальным выходным током 2 А (20 А с BOOSTER20A) и с выходным напряжением 30 В. Устройство PGSTAT302N является эталоном для высокоскоростных потенциостатов/гальваностатов.

При частотной полосе свыше 1 МГц, инструмент PGSTAT302N может быть оснащен всеми доступными модулями Autolab, благодаря чему этот прибор является самым высокоскоростным и наиболее универсальным. В распоряжении имеются аналоговые и цифровые входы и выходы для интерфейсов и внешних управляющих устройств.

Основные параметры

Присоединения электродов.....	2, 3 или 4
Диапазон потенциалов	+/- 10 В
Выходное напряжение	+/- 30 В
Максимальный ток	+/- 2 А (20 А с BOOSTER20А)
Диапазоны токов	1 А до 10 нА, на 9 декадах (расширение вниз до 100 пА с применением модуля ECD)
Точность по потенциалу	+/- 0,2 %
Разрешающая способность	0,3 мкВ по потенциалу
Точность по току	+/- 0,2 %
Разрешающая способность	0,0003 % по току (текущего диапазона)
Входной импеданс	> 1 ГОм
Частотная полоса потенциостата	1 МГц
Интерфейс компьютера	USB
Программное обеспечение	NOVA
Специальная опция	Динамическая компенсация омического падения (iR-drop)

ПОРЯДОК РАБОТЫ НА ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОМ КОМПЛЕКСЕ «AUTOLAB/PGSTAT302N»

1) Подключить электроды к ячейке.

Рабочий электрод – красный штекер с биркой WE (Working electrode), с подсоединенным штекером с биркой S (Sensor Electrode)

Вспомогательный электрод – черный штекер с биркой CE (Counter electrode)

Электрод сравнения – голубой штекер с биркой RE (Reference electrode)

2) Включить прибор. Кнопка включения находится слева на корпусе прибора. Убедиться, что появилась надпись слева внизу о том, что загружается программное обеспечение (Uploading firmware 1..100%); Запустить программу NOVA (ярлык Nova 1.5 на рабочем столе) При включении прибора может появиться надпись Booster not detected. Нажимаем ОК. Включаем ячейку. Кнопка включения ячейки находится справа на корпусе прибора. Приступаем к созданию программы эксперимента (см. приложение).

3) Запускаем проверку программы эксперимента (menu / tools / check procedure или горячие клавиши Alt + F1). Если ошибок не найдено, запускаем эксперимент (кнопка Start слева внизу в программе NOVA)

Лабораторная работа 2. Метод кривых заряжения (12 час).

А) Кривые заряжения гладкого платинового электрода (6 час)

Краткая теория.

Снятие кривых заряжения на гладких электродах вследствие быстрого изменения потенциала во времени производится с помощью электронных

самопишущих потенциометров, позволяющих автоматически регистрировать потенциал исследуемого электрода при поляризации его постоянным током.

Цель работы: знакомство с методикой автоматического снятия кривых заряжения на гладких электродах для определения их истинной поверхности.

Под величиной площади поверхности (S) наиболее часто подразумевают видимую (геометрическую) площадь поверхности металла. Она практически совпадает с истинной поверхностью лишь в случае очень гладких электродов – жидких (ртуть, амальгамы) и твердых металлов, подвергнутых высококачественной полировке или приготовленных в форме так называемых каплевидных электродов. В большинстве же случаев приходится иметь дело с более или менее шероховатыми твердыми образцами. Для них, как известно, отношение истинной поверхности к геометрической характеризуется фактором шероховатости: $f_{\phi} = \frac{S_{\text{эндо}}}{S}$. Фактор шероховатости обычных твердых электродов часто находится в пределах 2 – 4.

В настоящей работе применяется электронный автоматический потенциометр ЭПП – 09. Схема экспериментальной установки приведена на рис.1. Система состоит из двух частей: измерительной /В/ и поляризационной /А/.

В измерительную часть входят: электрод сравнения (C_p) для измерения потенциала; высокоомный потенциометр постоянного тока Р – 307; гальванометр с теневой стрелкой типа М 198/1 для определения момента компенсации; электронный самописец типа ЭПП – 09; переключатели.

Поляризационная часть электрической схемы включает источник тока – батарею щелочных аккумуляторов типа АКН – 2 с общим напряжением 250 В; каскад реостатов различной мощности, необходимых для плавного регулирования тока поляризации в широких пределах; дифференциальный миллиамперметр типа М – 104; специальную электрохимическую ячейку для проведения исследуемой реакции.

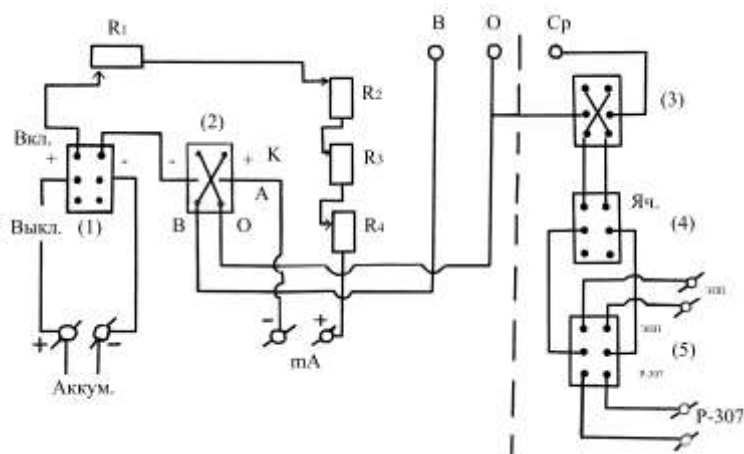


Рис. 1. Принципиальная схема экспериментальной установки

Щиток управления позволяет измерять потенциал основного электрода по потенциометру, переключать измерение на самописец, проводить настройку компенсационной схемы потенциометра и самописца.

ВЫПОЛНЕНИЕ РАБОТЫ

1. Подготовка электрода.

В работе большое внимание должно быть уделено предварительной подготовке электродов, которая необходима не только для удаления с поверхности электрода случайных загрязнений, но и удаления поглощенного кислорода, присутствие которого замедляет установление равновесия.

Обезжирить электрод в горячем растворе 0,1 н NaOH, промывают дистиллированной водой, протравливают в смеси концентрированной H₂SO₄ и H₂O₂ (3:1 по объему), промыть дистиллированной водой и подвергнуть электрохимической чистке в следующей последовательности:

катодно	в 0,1 н NaOH	I = 150 мА	t = 30 минут
анодно	в 0,1 н NaOH	I = 100 мА	t = 30 минут
катодно	в 0,1 н H₂SO₄	I = 200 мА	t = 30 минут

Очищенный платиновый электрод промывают бидистиллатом.

2. Включить самописец ЭПП – 09 и усилитель в розетку переменного тока.

3. Заполнить водородный электрод 0,1 н раствором H₂SO₄, включить электролизер для получения водорода в цепь постоянного тока (в соответствии со знаком, указанным на розетке и вилке). Следить за уровнем раствора в электролизере и током в его цепи, величина которого не должна превышать 1,5 А.

4. Предварительно вымытую ячейку и электролитический ключ заполнить рабочим раствором – очищенный 0,1 (или 1 н) раствор H₂SO₄, поместить в нее подготовленный электрод и поляризовать его катодным током сначала (I = 100 – 200 мкА)*, одновременно пропуская аргон (в течение 1 часа), как только потенциал достигнет 0,0 В, постепенно уменьшать ток до 40 - 100 мкА пока потенциал электрода не достигнет 0,0 В.

5. Пока происходит поляризация, подготовить прибор для снятия неполной кривой заряжения (0,2 – 0,7 В), для чего необходимо произвести настройку шкалы самописца на 1 В. Для этого подсоединить провода от усилителя самописца к клемме «U_K» потенциометра Р-307, на щитке управления тумблер «ЭПП-09» поставить в положение «Р-307», а тумблер на усилителе на «0» и с помощью переменного сопротивления на нем установить перо самописца на нуль. Затем на Р-307 выставить потенциал 0,5 В (тумблер на Р-307-«грубо» должен быть включен), на усилителе тумблер поставить в положение «Ячейка». Перо самописца при этом отклонится от нуля, и с помощью магазина

*В зависимости от скорости падения потенциала.

сопротивлений Р-307 установить его на деление 50 шкалы самописца, соответствующее значению потенциала электрода 0,5 В. Затем проверить нуль самописца, для чего тумблер на усилителе поставить в положение «0», и если стрелка самописца не становится на нулевое значение, подвести ее с помощью сопротивления на усилителе.

Переведя переключатель на усилителе в положение «Яч», проверить, установится ли перо самописца на делении 50. Если нет, то снова с помощью магазина сопротивлений Р-33 поставить перо самописца точно на 50. После этого, задавая на поренциометре Р-307 последовательно значения потенциала 0,4; 0,3; 0,2; 0,1; 0,6; 0,7 В, следят за соответствующими отклонениями пера самописца.

6. Снятие неполной кривой заряжения.

Поставить переключатель усилителя «0 – Яч» в положение «0», перебросить провода от самописца, присоединенные ранее к « U_K » потенциометра Р-307 на щиток, подключив их к клемме «ЭПП». Отключить катодную поляризацию (на щитке тумблер (1) поставить на «выкл.») и дегазацию раствора, замерить потенциал исследуемого электрода с помощью потенциометра Р-307 (тумблер (5) в положении «Р-307»); на усилителе переключатель поставить в положение «Ячейка».

Затем снимают кривую заряжения, задав анодный ток ($I = 20 - 100 \text{ мкА}$)* и одновременно включив диаграмму самописца ЭПП. Неполную кривую заряжения снимают до потенциала $E = 0,7 \text{ В}$ (по водородному электроду сравнения в том же растворе 0,1 н H_2SO_4), что соответствует положению стрелки самописца – 70. При достижении $E = 0,7 \text{ В}$ переключают поляризацию на катодную и доходят до $E = 0,4 \text{ В}$. Затем снова включают анодный ток до достижения $E = 0,6 \text{ В}$, переключают на катодный и т. д., проводят параллельную анодно-катодную поляризацию электрода в интервале потенциалов 0,4 – 0,6 В до тех пор, пока «зубцы» на диаграмме самописца не станут одинаковыми и симметричными.

7. Снятие полной кривой заряжения ($E = 0,02 - 1,45 \text{ В}$).

Предварительно необходимо перестроить шкалу самописца на 23 (см.п.5). Потенциал электрода путем катодной поляризации ($E = 10 - 20 \text{ мкА}$) (или 100 мкА)* довести до 0,02 В. С этого значения снять анодную кривую заряжения в интервале потенциалов $E = 0,02 - 1,45 \text{ В}$, а затем катодную. Последнюю кривую называют полной кривой заряжения, т.к. в этом случае охватывается практически весь интервал потенциалов между соответствующими ионизации атомов водорода и выделению кислорода.

На полной кривой заряжения выделить 3 области:

1) водородную (0,02 – 0,35 В),

2) двойнослойную (0,4 – 0,75 В),

3) кислородную (0,75 – 1,45 В).

По неполной кривой заряжения рассчитывают:

1) количество адсорбированных атомов водорода (по водородной области),

2) истинную поверхность электрода (по двойнослойной области – пилообразной кривой в интервале потенциалов 0,4 – 0,6 В,

3) фактор шероховатости.

Расчет количества адсорбированных атомов водорода проводят по формуле:

$$A_H = \frac{\theta_H \cdot N_A}{F} = \frac{I \cdot t_H \cdot N_A}{F}, \quad (1)$$

где I – ток поляризации, А;

t_H – время, необходимое для снятия всего адсорбированного водорода (с учетом поправки на заряджение двойного электрического слоя), с;

N_A – число Авогадро, $6,02 \cdot 10^{23}$ атомов;

F – число Фарадея, 96500, Кл/моль.

Степень заполнения поверхности $N_{адс.}$ находят из выражения:

$$\theta_H = \frac{A_H}{S_{ист.} \cdot 1,31 \cdot 10^{15}}, \quad (2)$$

где $S_{ист.}$ – истинная поверхность электрода, $см^2$;

$1,31 \cdot 10^{15}$ – количество атомов водорода на $1 см^2$ поверхности платины, соответствующее монослойному покрытию.

Для определения истинной поверхности электрода, необходимо по «пиле» рассчитать его дифференциальную емкость (C), т.к.:

$$S_{ист.} = \frac{C}{C_0}, \text{ где } C = \frac{\Delta Q}{\Delta E} = \frac{I \cdot \Delta t}{\Delta E},$$

C_0 – емкость $1 см^2$ поверхности, равная $36 \cdot 10^{-6}$ Ф/см².

$\Delta E = 0,6 - 0,4 = 0,2$ В;

Δt – время в с, за которое произошло это изменение потенциала. Его можно найти, зная скорость продвижения диаграммной ленты (v) и расстояние (l), которое прошла лента самописца при смещении потенциала.

Скорость продвижения диаграммной ленты зависит от расположения зубчатых колес на осях редуктора самописца. Ее можно узнать, сняв щиток, закрывающий редуктор самописца, по имеющейся на нем таблице.

$$\Delta t = \frac{l}{v}.$$

Фактор шероховатости электрода определяют по формуле:

$$f_{шер.} = \frac{S_{ист.}}{S_{вид.}}$$

$S_{\text{вид.}}$ – это геометрическая площадь поверхности электрода.

Вопросы к работе

6. Что представляет собой кривая заряжения? Для чего она снимается?
Методы снятия кривой заряжения.

7. Адсорбция атомов водорода и кислорода на платиновом электроде. Свойства адсорбированных атомов Н и О. Логарифмическая изотерма адсорбции атомов водорода, ее теоретическое обоснование.

8. Поляризационная емкость платинового электрода. Расчет емкости двойного электрического слоя из «водородной области» кривой заряжения.

9. Представление о полном и свободном заряде поверхности.

10. Влияние материала электрода и состава электролита на форму кривой заряжения.

Литература

1. Дамаскин, Б.Б. Введение в электрохимическую кинетику / Б.Б. Дамаскин, О.А. Петрий // Учебник для вузов. – М. : Высш. шк., 1983. – 416 с.

2. Практикум по электрохимии: учебное пособие для химических специальностей вузов / О.А. Петрий, Б. Б. Дамаскин, Б. И. Подловченко, М. : Высшая школа, 1991. – 288 с.

Б) Кривые заряжения платинированного платинового электрода (6 час)

1. Общая теоретическая часть

Строение двойного электрического слоя для металлов группы платины в водных растворах электролитов отличается следующими особенностями:

1) участием в образовании двойного слоя, наряду с ионами раствора и молекулами растворителя, адсорбирующихся на поверхности электродов атомов водорода и кислорода;

2) образованием прочных хемосорбционных связей между поверхностью металла и адсорбирующимися ионами;

3) необратимым характером адсорбции органических соединений.

Основные данные о строении двойного электрического слоя и адсорбционных явлениях для металлов группы платины были получены методами кривых заряжения, потенциодинамических кривых и адсорбционным.

Сущность метода кривых заряжения состоит в том, что при постоянной силе тока пропускают электричество в таких условиях, когда длительное протекание электрохимического процесса при постоянном потенциале исключено. Потенциал электрода в этом случае непрерывно изменяется в

зависимости от количества пропущенного электричества. *Кривой заряжения* называют зависимость потенциала электрода E от количества электричества ΔQ , сообщенного электроду. Наиболее удобно при измерении кривых заряжения для металлов группы платины использовать в качестве электрода сравнения обратимый водородный электрод в том же растворе. Потенциалы, измеренные относительно этого электрода, обозначают через E_r .

Чаще всего при снятии кривых заряжения поддерживают постоянным ток, пропускаемый через ячейку ($I = \text{const}$), т.е. измерения проводят в гальваностатических условиях. При $I = \text{const}$ количество электричества и время t связаны между собой прямо пропорциональной зависимостью $\Delta Q = It$, поэтому, наряду с изображением кривой заряжения в координатах $E_r - \Delta Q$, можно пользоваться координатами $E_r - t$.

Для того чтобы при снятии кривых заряжения получить данные о строении двойного электрического слоя, необходимо исключить возможность протекания посторонних электрохимических реакций, например, электровосстановление кислорода и электроокисление водорода, растворенных в электролите, процессы с участием различных загрязнений и т.д. В случае идеально поляризуемого электрода все электричество идет на заряжение двойного электрического слоя, так что кривая заряжения представляет собой прямую (рис.1), наклон которой характеризует емкость двойного электрического слоя

$$C: \quad C = \frac{\Delta Q}{\Delta E} \quad (1),$$

где ΔE - изменение потенциала электрода,
 ΔQ - количество пропущенного электричества.

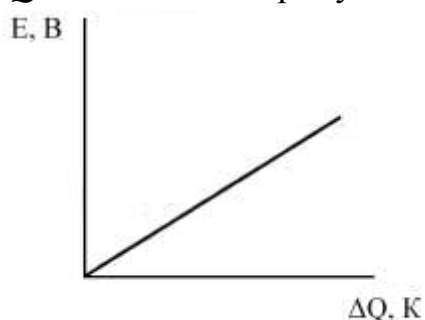


Рис.1 Кривая заряжения идеально поляризуемого электрода.

Если на электроде, кроме двойного электрического слоя, состоящего из ионов, имеются адсорбированные нейтральные атомы водорода, то ток будет идти как на заряжение двойного электрического слоя, так и на ионизацию атомов водорода. Такой электрод уже не является идеально поляризуемым.

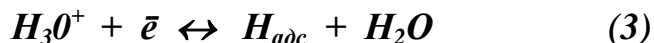
Примером такого рода электродов может служить платинированный платиновый электрод, погруженный в раствор кислоты, насыщенной водородом. В такой системе могут протекать следующие процессы:



При снятии анодной кривой заряжения на таком электроде убыль адсорбированного на поверхности электрода водорода, который находится в равновесии с растворенным молекулярным водородом, будет пополняться в результате диффузии последнего к поверхности электрода и перехода его в адсорбированные атомы. Этот процесс мешает снятию кривой заряжения, и для того, чтобы исключить его и другие посторонние электрохимические реакции, используются два метода. В методе быстрого заряжения токами большой плотности (Боуден, Райдил и Батлер) время заряжения составляло $\sim 0,1$ сек, причем предполагалось, что за это время растворенный водород не успевает продиффундировать к поверхности электрода в значительном количестве. Однако этот метод имеет тот недостаток, что из-за медленности протекания адсорбционных процессов на электроде новые значения потенциалов не будут соответствовать состоянию равновесия на электроде. Чтобы равновесие успело установиться, необходимо увеличить время заряжения и поляризовать электрод малыми плотностями тока.

В методе Шлыгина-Фрумкина используются электроды с очень большой истинной поверхностью: отношение истинной поверхности к видимой (геометрической) составляет несколько тысяч. Снятие кривых заряжения по этому методу производят на платинированном электроде, покрытым слоем платиновой черни. После насыщения раствора очищенным водородом растворенный водород выдувается из объема раствора током аргона. Так как энергия связи атомов водорода с платиной очень велика, то количество адсорбированного водорода при этом практически не изменяется.

Если применение газообразного водорода по каким-либо причинам невозможно, то посадку водорода на поверхность платинированного платинового электрода можно осуществить путем катодного выделения водорода по реакции:



Поскольку энергия связи адсорбированного водорода на платине достаточно велика, а истинная поверхность платинированного платинового электрода значительно превышает видимую, то насыщение водорода будет наблюдаться только на поверхности электрода и почти не происходит в объеме. Если при этом предварительно пропустить через раствор ток аргона в течение 15-20 мин, то кривая заряжения не будет искажена следами кислорода. Но даже при использовании сравнительно больших платинированных платиновых

электродов и ячеек с малым объемом электролита снятие кривых заряжения можно начинать лишь в том случае, если потенциал электрода превышает обратимый водородный в том же растворе не менее чем на 30 мВ.

Общий вид кривой заряжения платинированного платинового электрода в 0,1 н H₂SO₄ представлен на рис.2.

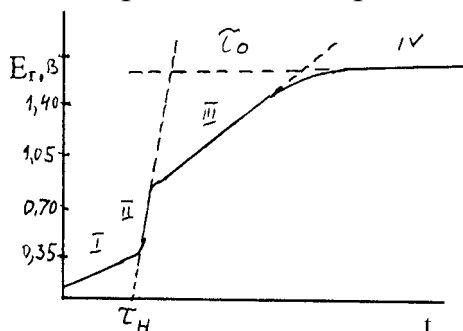


Рис.2. Анодная кривая заряжения, полученная на Pt/Pt в кислом растворе:
 I - водородная область; II - двойнослойная область; III - кислородная область;
 IV - область выделения кислорода.

Эта кривая, снятая в интервале 0,05-1,5 В, называется полной кривой заряжения, так как охватывает практически весь интервал потенциалов между соответствующими выделению водорода и выделению кислорода. На полной кривой заряжения платинированного платинового электрода выделяют три области: водородную ($E_r = 0,03-0,035$ В); двойнослойную (0,4-0,75 В) и кислородную (0,75-1,45 В). Однако это деление условно. Действительно, количество электричества ΔQ , сообщенное электроду, затрачивается на изменение количества адсорбированного водорода ΔA_H или кислорода ΔA_O и изменение свободного заряда поверхности q :

$$\Delta Q_I = -\Delta A_H SF + \Delta q S \quad (4)$$

$$\Delta Q_{III} = 2\Delta A_O SF + \Delta q S \quad (5),$$

где S - истинная поверхность электрода. Коэффициент 2 перед ΔA_O означает, что на посадку одного атома кислорода требуется два электрона:

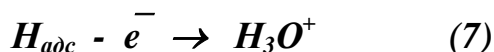


(кислый раствор)



(щелочной раствор) (6)

В водородной области кривой заряжения $|\Delta A_H SF| > \Delta q S$, а кислородной $2\Delta A_O SF > \Delta q S$, т.е. основная часть подводимого электричества затрачивается соответственно на посадку - ионизацию водорода:



или кислорода (реакция б). В двойнослойной области основная часть подводимого электричества затрачивается на изменение заряда двойного электрического слоя:

$$Q_{II} = \Delta qS \quad (8).$$

Измерения изоэлектрических сдвигов потенциала показали, что в сернокислых растворах в двойнослойной области потенциалов происходит постепенное уменьшение количества адсорбированного водорода и возрастание количества адсорбированного кислорода, т.е. перекрывание областей адсорбции водорода и кислорода. Степень этого перекрывания зависит от pH раствора и концентрации сульфат-ионов и уменьшается с ростом концентрации SO_4^{2-} и уменьшением pH . В целом, однако, количество адсорбированного водорода и кислорода в сернокислых растворах на платине в двойнослойной области невелико. Степень перекрывания областей адсорбции водорода и кислорода зависит также от природы металла. Так, она наименьшая в сернокислых растворах на палладии и возрастает при переходе к платине, иридию, родию, рутению и осмию. Рассмотренная кривая заряжения имеет три участка с различными наклонами. Поскольку $\frac{\Delta Q}{\Delta E} = C_{полн} \cdot S$ (9), то наклон кривой дает дифференциальную поляризационную емкость электрода. Расчет показывает, что в водородной и кислородной областях $C_{полн}$ значительно превышает емкость двойного электрического слоя. Такие значения $C_{полн}$ обусловлены протеканием электрохимических реакций посадки-ионизации водорода или кислорода при изменении потенциала электрода. Однако и в двойнослойной области емкость платинового электрода оказывается выше по сравнению с емкостью ртутного электрода при положительном заряде поверхности в растворах сульфатов. Этот факт подтверждает представление о присутствии в двойнослойной области в сернокислых растворах адсорбированного водорода и кислорода.

Для того, чтобы дифференциальная емкость, определяемая по наклону кривой заряжения в двойнослойной области, действительно соответствовала емкости двойного электрического слоя, снимают неполную кривую заряжения в интервале потенциалов 0,03-0,70 В с последующей попеременной катодно-анодно-катодной. поляризацией в интервале $E_r = 0,4 \div 0,6 В$ (рис.3) до тех пор, пока время изменения потенциала от 0,6 до 0,4 В (t_k), определяемое точно с помощью секундомера, не совпадет со временем изменения потенциала от 0,4 до 0,6 В (t_a).

Равенство $t_k = t_a$ означает, что поверхность платины свободна от атомов водорода и кислорода, так что все подводимое электричество затрачивается на

изменение заряда двойного электрического слоя, и дифференциальная емкость платинового электрода при этом равна емкости двойного электрического слоя.

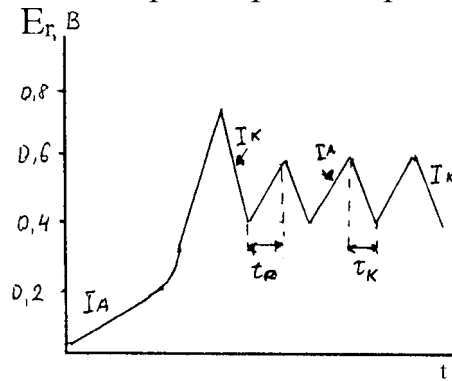


Рис. 3. Неполная кривая заряжения Pt/Pt

Так как $Q_{II} = \Delta q S$, а дифференциальная емкость двойного слоя

$$C_{DC} = \frac{\Delta Q_{II}}{\Delta E} = \frac{I \Delta t_{DC}}{\Delta E} = \frac{\Delta q S}{\Delta E}, \quad \text{то} \quad \frac{\Delta q}{\Delta E} = C_0 \quad - \quad \text{емкость} \quad 1 \quad \text{см}^2$$

поверхности, поэтому, зная емкость электрода в двойном слое, можно непосредственно вычислить его истинную поверхность:

$$S_{ист} = \frac{I \Delta t_{DC}}{\Delta E C_0},$$

где I - сила поляризующего тока (А), ΔE - изменение потенциала в двойнослойной области при снятии неполной кривой заряжения (рис.3), равное 0,2 В, Δt_{DC} - время в секундах, за которое это изменение происходит. Величина C_0 зависит от заряда поверхности электрода и составляет 18-20 мкФ/см² для отрицательно заряженной поверхности и 36 мкФ/см² для положительно заряженной поверхности. Как показали адсорбционные измерения, двойнослойная область кривой заряжения на платине отвечает положительному заряду поверхности, поэтому величину истинной поверхности следует рассчитывать по уравнению

$$S_{ист} = \frac{I \cdot \Delta t_{DC}}{0,2 \cdot 36 \cdot 10^{-6}}, \quad \text{см}^2 \quad (10)$$

Водородная область кривой заряжения характеризует адсорбционную способность Pt/Pt по водороду, поэтому по ней можно определить:

- 1) количество адсорбированных атомов (ΔA_H);
- 2) энергию связи $Pt-H_{адс}$,
- 3) степень заполнения поверхности платины адсорбированными атомами водорода (Θ_H),
- 4) а также, построив изотерму адсорбции водорода, рассчитать фактор неоднородности поверхности (f).

Для проведения этих расчетов нужно знать количество электричества ΔQ_H , необходимое для ионизации адсорбированных атомов водорода $\Delta Q_H = -\Delta A_H \cdot S \cdot F$, которое также равно $\Delta Q_H = I \cdot \tau_H$, причем время τ_H должно определяться с учетом заряжения двойного слоя, как показано на рис.2.

Так, количество водорода, адсорбированного на платине равно:

$$\Delta A_H (\text{ммоль/см}^2) = -\frac{\Delta Q_H}{F \cdot S_{\text{ист}}} = -\frac{I \tau_H}{F \cdot S_{\text{ист}}} \quad (11),$$

или

$$\Delta A_H (\text{атомов/см}^2) = -\frac{I \tau_H}{F \cdot S_{\text{ист}}} \cdot N_A \quad (11a)$$

здесь F - число Фарадея (96500 К/моль-эquiv); $S_{\text{ист}}$ - истинная поверхность электрода, рассчитываемая по двойнослойной области кривой заряжения (уравнение 10); N_A - число Авогадро ($6,02 \cdot 10^{23}$ ат/моль).

В настоящее время установлено, что в растворах серной кислоты при обратимом водородном потенциале на каждом поверхностном атоме платины адсорбирован один атом водорода, а на каждом *квадратном сантиметре* поверхности электрода находится $1,31 \cdot 10^{15}$ атомов платины, значит, на нем может адсорбироваться столько же атомов водорода. В соответствии с этим, степень заполнения поверхности электрода атомами водорода определяется как:

$$\Theta_H = \frac{\Delta A_H}{1,31 \cdot 10^{15}} \quad (12)$$

Под энергией связи водорода с поверхностью электрода, в частности *Pt-H*, понимают работу, которую необходимо затратить на десорбцию атомов водорода с платины, точнее на ионизацию адсорбированного водорода. Работу эту можно выразить следующим уравнением:

$$W'_{\text{адс}} = \int_0^Q E_r dQ = \int_0^t E_r I dt = I \int_0^t E_r dt \quad (13)$$

т.е. она равна площади под кривой заряжения (в водородной области). Площадь эта, как следует из кривых заряжения (рис.4) увеличивается при переходе от кислого раствора к щелочному.

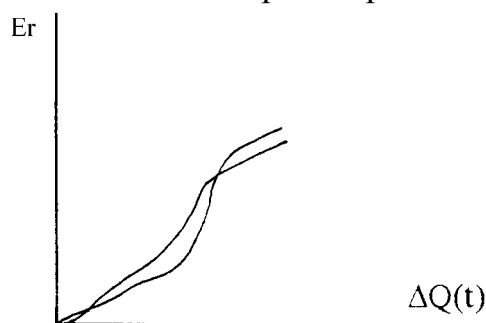


Рис.4. Кривые заряжения Pt/Pt электрода в 0,5 М Н₂SO₄ (1) и 1 М КОН (2).

Увеличение работы адсорбции, т.е. упрочнение связи адсорбированного водорода с поверхностью платины, с увеличением pH раствора является результатом дипольного характера связи $Pt-H_{адс}$, что приводит к электростатическому взаимодействию между ионами двойного электрического слоя и указанными диполями. В кислых растворах в области средних и малых заполнений поверхности адсорбированным водородом двойной электрический слой образован положительными зарядами металла и отрицательными зарядами анионов раствора. В щелочных растворах, как показывают адсорбционные данные, во всей области потенциалов двойной электрический слой образован отрицательными зарядами металла и катионами раствора. Если учесть, что диполь $Pt-H_{адс}$ в области малых и средних заполнений поверхности обращен отрицательным концом к раствору, то, очевидно, присутствие анионов в двойном слое будет ослаблять энергию связи водорода с платиной, а присутствие катионов - ее увеличивать.

В первом приближении ход кривой заряжения в водородной области можно считать линейным, так что площадь под кривой заряжения можно вычислить как площадь треугольника, т.е.

$$W_{адс} = 1/2 Q_H \cdot E_r = 1/2 I \tau_H E_r \quad (14).$$

Линейная зависимость между потенциалом и количеством электричества означает, что количество адсорбированного водорода зависит от логарифма давления молекулярного водорода.

Действительно, поскольку в водородной области $\Delta Q_H = kE_r$ и $\Delta A_H = -\frac{\Delta Q_H}{F \cdot S} = -\frac{kE_r}{F \cdot S}$, то, подставив значение потенциала водородного электрода $E_r = \frac{2,3RT}{F} \lg a(H_3 O^+) - \frac{2,3RT}{2F} \lg P(H_2)$ в уравнение для ΔA_H , получим, что $A_H = a + b \lg P(H_2)$ (15),

где **a** и **b** - константы.

Выполнение этого уравнения означает, что адсорбция водорода на платине описывается логарифмической изотермой. Если бы адсорбция водорода подчинялась изотерме Ленгмюра, то должно было бы выполняться соотношение справедливое для адсорбции двухатомного газа, диссоциирующего на атомы.

$$A_H = A_H^{\max} \frac{a' \sqrt{P(H_2)}}{1 + a' \sqrt{P(H_2)}} \quad (16),$$

или

$$\Theta = \frac{a' \sqrt{P(H_2)}}{1 + a' \sqrt{P(H_2)}} \quad (16a)$$

Наблюдаемая экспериментально логарифмическая изотерма означает, что заполнение поверхности водородом с увеличением его давления возрастает медленнее, чем можно было бы ожидать для изотермы Ленгмюра. Такую зависимость можно объяснить наличием сил отталкивания между адсорбированными частицами, а также энергетической неоднородностью поверхности. Действительно, частицы из первых порций адсорбирующегося вещества будут располагаться на больших расстояниях друг от друга, и силы отталкивания между ними будут малы. По мере заполнения поверхности силы отталкивания возрастают, и новым порциям вещества адсорбироваться труднее. В соответствии с этим энергия адсорбции уменьшается по мере заполнения поверхности адсорбатом.

Энергетическая неоднородность поверхности электрода предполагает наличие на поверхности центров адсорбции с различной энергией связи. Первые порции адсорбирующихся частиц садятся на наиболее активные центры, тогда как последующие - на центры с более низкой энергией связи.

Логарифмическая изотерма адсорбции была выведена теоретически М.И.Темкиным для истолкования результатов измерения кривых заряжения на Pt/Pt электроде. В области средних заполнений поверхности адсорбатом ($0,2 \leq \Theta \leq 0,8$), теоретическая изотерма имеет вид:

$$\Theta = const + \frac{2,3}{f} \lg P(H_2) \quad (17),$$

где f - фактор неоднородности поверхности, характеризующий разницу теплот адсорбции на центрах с максимальной и минимальной теплотами адсорбции. Поэтому, чем больше f , тем сильнее выражена неоднородность поверхности.

Как видно из уравнения изотермы (17), для определения фактора неоднородности платинового электрода необходимо построить изотерму адсорбции водорода $\Theta = f(\lg P(H_2))$. Для этого пересчитывают значения потенциала E_r в величины давлений водорода в соответствии с уравнением Нернста:

$$\lg P_{H_2} = 2 \lg a_{H^+} - \frac{E_r}{0,029} \quad (18),$$

где a_{H^+} - средняя активность H_2SO_4 , $a_{H^+} = \gamma_{\pm} c$. Средние коэффициенты активности γ_{\pm} для 0,1 N и 1N растворов серной кислоты соответственно равны 0,34 и 0,156.

Затем проводят горизонтальные линии через ординаты, которые отвечают давлениям, отличающимся друг от друга на порядок (рис.5).

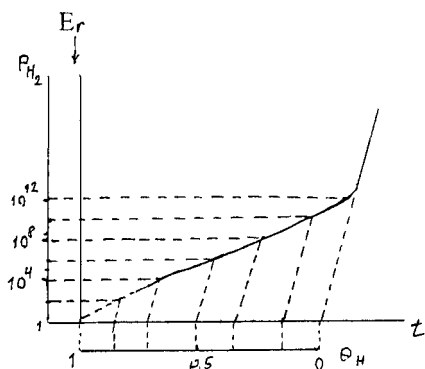


Рис.5. Иллюстрация к построению изотермы адсорбции водорода из водородного участка кривой заряжения в H_2SO_4 на Pt/Pt электроде

Из точек пересечения этих прямых с кривой заряжения проводят прямые параллельно участку $E_r, \Delta Q$ - кривой в двойнослойной области до пересечения с осью абсцисс. Это делается для введения поправки на заряджение двойного электрического слоя. Принимая $\Theta_H = 1$ при $lgP(H_2) = 0$ ($P(H_2) = 1$ атм) и $\Theta_H = 0$ в двойнослойной области, пересчитывают абсциссы точек пересечения в величины Θ_H и строят изотерму адсорбции атомов водорода в координатах $\Theta_H - lgP(H_2)$ (рис.6).

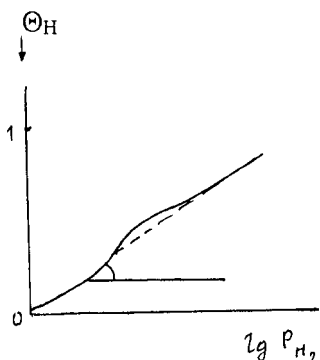


Рис. 6. Изотерма адсорбции водорода на платине в растворе H_2SO_4

В области средних заполнений изотерму адсорбции водорода можно приближенно аппроксимировать прямой линией, по наклону которой в соответствии с уравнением (17) рассчитывают фактор неоднородности f :

$$tg \angle = \frac{2,3}{f} \quad (19).$$

Детальное рассмотрение кривой заряжения и изотермы адсорбции водорода показывает, что в действительности они не являются строго линейными и на них наблюдаются два перегиба. Эти перегибы свидетельствуют о том, что поверхность платинового электрода не является идеально равномерно - неоднородной, как это предполагалось М.И.Темкиным при теоретическом выводе логарифмической изотермы адсорбции водорода.

Представление о существовании на поверхности металла очень широкого спектра энергетически различных адсорбционных центров требует физического обоснования, хотя небольшое число разных типов адсорбционных центров на твердой поверхности имеется всегда (например, ребра, грани, дефекты решетки). Эти центры обуславливают так называемую “биографическую” неоднородность поверхности.

Адсорбция водорода на платинированном платиновом электроде является обратимой, так как кривые заряжения (рис.7), снятые в прямом и обратном направлениях, начиная с любой точки I или III участков, практически совпадают.

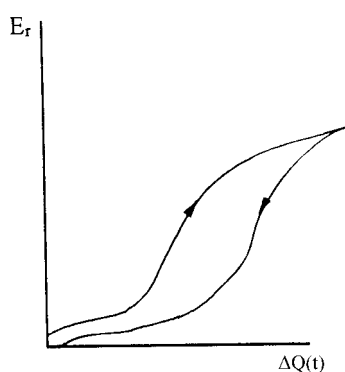


Рис.7. Кривая заряжения на платине

Обратимость кривой заряжения указывает, что состояния, через которые проходит электрод при снятии кривой заряжения, являются равновесными. В отличие от обратимой адсорбции атомов водорода адсорбция кислорода на платине является необратимой. Этот вывод следует из наличия гистерезиса при снятии обратного хода кривой заряжения.

2. Экспериментальная часть

Для снятия кривой заряжения платинированного электрода используется трехэлектродная ячейка, представленная на рис.8.

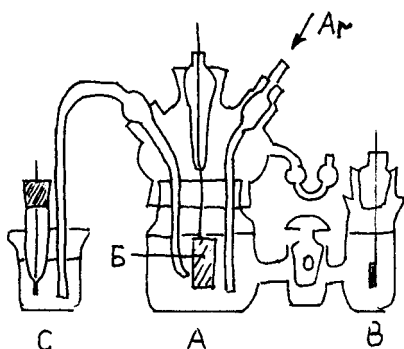


Рис. 8. Ячейка для снятия кривых заряжения

В центральной ее части (А) находится исследуемый электрод (Б). Пропускание тока через него осуществляется с помощью вспомогательного электрода, представляющего собой платиновую проволоку, помещенную в боковой сосуд (В).

Потенциал исследуемого электрода измеряется по отношению к хлорсеребряному электроду (С), который соединяется с ячейкой с помощью электролитического мостика (Д), заполненного рабочим раствором.

Платинированный платиновый электрод представляет собой кусок платиновой жести (или сетки), на котором электролитически высажена платина. Платинирование ведется из 2%-го раствора гексахлорплатиновой кислоты (H_2PtCl_6) с платиновым анодом в виде цилиндра при плотности тока $2,9 \cdot 10^{-3} A/cm^2$ видимой поверхности. Электрод при этом покрывается черным бархатным слоем платиновой черни. Оставшиеся в порах черни следы газообразного хлора восстанавливаются водородом в хлороводород, который вымывается гораздо легче, чем хлор. Для восстановления хлора электрод поляризуется катодным током в течение 1 часа в растворе $0,1 N H_2SO_4$.

Приготовление платинированного платинового электрода

Перед платинировкой электрод обезжирить в горячем растворе $0,1 N NaOH$, промыть дистиллированной водой. Затем протравить его в смеси концентрированной H_2SO_4 с H_2O_2 (в соотношении 3:1 по объему), промыть дистиллированной водой и подвергнуть электрохимической чистке в следующей последовательности:

катодно	в $0,1 N NaOH$	$I = 150 mA$	$t = 30 мин$
анодно	в $0,1 N NaOH$	$I = 100 mA$	$t = 30 мин$
катодно	в $0,1 N H_2SO_4$	$I = 200 mA$	$t = 30 мин$

На каждом этапе электрод тщательно промывают бидистиллятом.

Плотность тока платинирования $2,9 \cdot 10^{-3} A/cm^2$. Время платинирования определяется из расчета высадки на поверхность электрода $0,1 г$ платины. Грамм-эквивалент платины равен $195,23:4=48,8 г$.

Если видимая поверхность электрода $S_{вид.}$, то для электролиза требуется сила тока $J = 2,9 \cdot 10^{-3} \cdot S_{вид.}$ (А).

Для выделения $48,8 г$ платины требуется 96500 кулонов электричества, а для выделения $0,1 г$ платины требуется X кулонов, отсюда:

$$X = \frac{96500 \cdot 0,1}{48,8} = 197,74 \text{ кул.}$$

Выход по току составляет 70% , поэтому с поправкой требуется:

$$Q = \frac{197,74 \cdot 100}{70} = 282,48 \text{ кул.}$$

Время электролиза определяется по формуле:

$$t = \frac{Q}{I} = \frac{282,48 \text{ кул.}}{2,9 \cdot 10^{-3} \cdot S_{\text{вид.}} (A)} (\text{сек})$$

$S_{\text{вид.}}$ для Pt-лист = $(1 \text{ см} \cdot 1,5 \text{ см}) \cdot 2$; $S_{\text{вид.}}$ для Pt-сетка = $(1 \text{ см} \cdot 1,5 \text{ см}) \cdot 2,4$ где $(1 \text{ см} \cdot 1,5 \text{ см})$ - размеры электрода, а **2** и **2,4** - коэффициент пересчета.

Порядок проведения работы

1. **Подготовка электрода.** Платинированный платиновый электрод предварительно очищают путем его катодно-анодно-катодной поляризации. Необходимость очистки вызвана тем, что во время хранения электрода на его поверхности могут адсорбироваться случайные примеси, как содержащиеся в бидистилляте, так и попадающие на электрод или в бидистиллят из атмосферы. Для того чтобы Pt/Pt электроды могли быть использованы в течение длительного времени, их следует в перерыве между измерениями хранить в бидистилляте, избегая высушивания электродов и контакта их с воздухом. Очистку проводят в стаканчике, в котором находится вспомогательный платиновый электрод. Стаканчик и вспомогательный электрод должны быть предварительно тщательно вымыты и не менее трех раз ополоснуты бидистиллятом. Для поляризации электрода используют специально собранную установку (чистку) или потенциостат. В стаканчик заливают 0,1 N раствор H_2SO_4 . Вначале через электрод в течение 30 минут пропускают катодный ток, затем анодный и снова катодный в течение того же промежутка времени. Плотность тока при поляризации рабочего электрода составляет 50-60 mA/cm^2 видимой поверхности (для Pt/Pt электродов с $S_{\text{вид.}} = (1 \text{ см} \cdot 1,5 \text{ см}) \cdot 2,4$

$J = 150-250 \text{ mA}$), при этом с поверхности электрода выделяются пузырьки водорода или кислорода. При смене направления тока необходимо заменить раствор электролита, ополоснув после удаления старого раствора электроды и стаканчик бидистиллятом.

2. Пока проводится очистка электрода, следует тщательно промыть и собрать ячейку для снятия кривых заряжения (см. рис.8). Затем заполнить ее 0,1 N раствором H_2SO_4 , закрыть кран (или шлиф), отделяющий катодное пространство от анодного, чтобы избежать попадания за счет диффузии к поверхности исследуемого электрода продуктов, возникающих при прохождении тока на вспомогательном электроде. В качестве вспомогательного электрода используют платиновую проволоку.

3. Подготовленный электрод промывают бидистиллятом и помещают в ячейку, которую подключают к потенциостату (П-5827М). Обязательно записывают начальный потенциал электрода. Если электрод чистый, то $E_{\text{нач.}}$ не должен находиться в области двойного электрического слоя 0,4-0,6 В по

обратимому водородному электроду ($\cong 0,130-0,330 \text{ В}$ по хлорсеребряному электроду сравнения).

4. Установить на потенциостате гальваностатический режим работы, выставить катодный ток (-) $0,5-1 \text{ мА}$ (U_2), включить ячейку (в режиме “ток”) и поляризовать (т.е. пропускать ток) до тех пор, пока не установится постоянное значение потенциала электрода, указывающее на полное насыщение поверхности электрода водородом. Потенциал электрода при отключении тока поляризации должен составлять 0 В по обратимому водородному электроду (или $\cong -0,270 \text{ В}$ по хлорсеребряному электроду сравнения) и удерживаться при этом потенциале в течение $5-10 \text{ мин}$.

5. Устанавливают на потенциостате потенциостатический режим, выставляют на блоке задающих напряжений (U_1) потенциал $\cong -0,270 \text{ В}$, включают ячейку (в режиме “потенциал”) и, открыв соответствующий кран ячейки и зажим на шланге, пропускают аргон в течение 30 мин , регулируя его давление таким образом, чтобы газ проходил через раствор ячейки в виде отдельных пузырьков (ток поддержки при отключении аргона в режиме “потенциал” не должен превышать 10 мкА).

6. Выключают ячейку и перекрывают аргон. Потенциал рабочего электрода в течение $5-10 \text{ мин}$ должен практически оставаться постоянным и составлять $0,020-0,030 \text{ В}$ ($0,250-0,240 \text{ В}$). Такой потенциал гарантирует отсутствие растворенного водорода в электролите и водорода в газовой фазе над раствором ячейки в количестве, способном оказать влияние на результаты измерения кривых заряжения.

7. Приступают к снятию кривых заряжения.

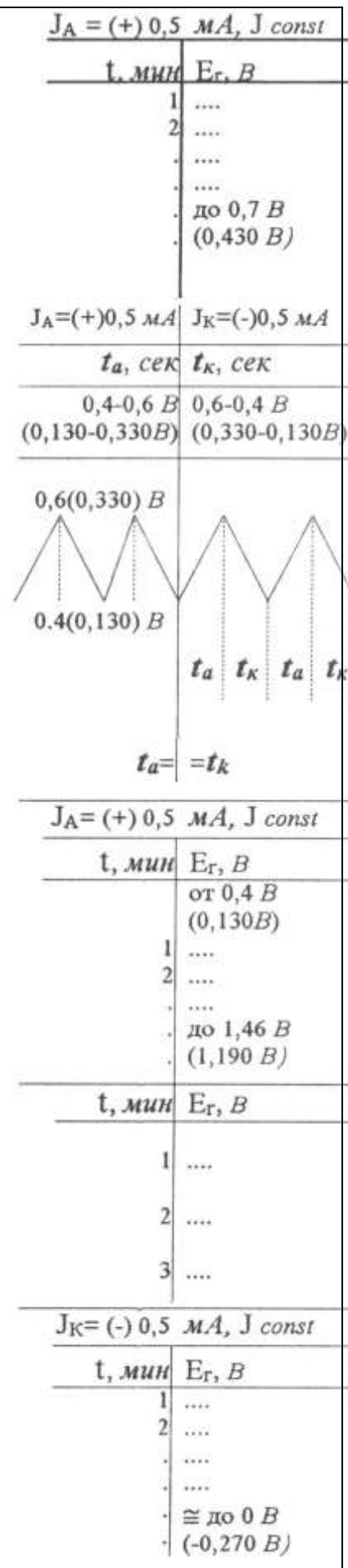
а) Для этого на потенциостате вновь устанавливают гальваностатический режим работы, задают на U_1 или U_2 силу тока ($0,5 \text{ mA}$ или 1 mA), включают ячейку (режим “ток”) и записывают значение потенциала электрода каждую минуту до $E_r = 0,7 \text{ B}$ ($0,430 \text{ B}$).

б) При достижении величины $E_r = 0,7 \text{ B}$ ($0,430 \text{ B}$) изменить направление тока на катодное (-) и дойти до $E_r = 0,4 \text{ B}$ ($0,130$), не фиксируя время изменения потенциала; затем переключить ток на анодный (+) и дойти до $E_r = 0,6 \text{ B}$ ($0,330 \text{ B}$), опять включить катодный ток (-) и т.д., снимать “пилообразную” кривую заряжения ($0,4\text{-}0,6 \text{ B} - 0,6\text{-}0,4 \text{ B}$), отмечая по секундомеру время, за которое происходит изменение потенциала в интервале $0,4\text{-}0,6 \text{ B}$ и наоборот. Кривые попеременной катодно-анодной поляризации снимают до тех пор, пока $t_k = t_a$.

в) Как только достигли этого равенства, от $E_r = 0,4 \text{ B}$ ($0,130$) включить анодный ток (+) $0,5 \text{ mA}$ или 1 mA (на U_1 или U_2) и поляризовать до тех пор, пока не достигнем величины $E_r = 1,46 \text{ B}$ ($1,190 \text{ B}$), записывая значение потенциала электрода каждую минуту.

г) Анодная поляризация прекращается по достижении значения потенциала $E_r = 1,46 \text{ B}$ ($1,190$), ток размыкается на 3 мин (ячейка отключена) и определяется свободное падение потенциала во времени (записывается значение потенциала электрода каждую минуту).

д) Затем включается катодная поляризация (-) с той же плотностью тока и снимается кривая катодного хода до начала выделения пузырьков водорода. Значение потенциала электрода записывают каждую минуту до $E_r = 0 \text{ B}$ ($-0,270 \text{ B}$).



3. Задание к работе

По указанию преподавателя снять следующие кривые заряжения:

1) анодную и катодную кривые в интервале потенциалов $E_r = 0,03-0,35 \text{ В}$;
2) после возвращения к потенциалу $0,03 \text{ В}$ и проверки его стабильности (при разомкнутой цепи) снять анодную кривую в интервале потенциалов $0,03 - 0,75 \text{ В}$. При достижении величины $E_r = 0,75 \text{ В}$ изменить направление тока на катодное и дойти до $E_r = 0,4 \text{ В}$, переключить ток на анодный и дойти до $E_r = 0,6 \text{ В}$, опять включить катодный ток и т.д. снимать “пилообразную” кривую заряжения ($0,6-0,4 \text{ В}$), отмечая по секундомеру время, за которое происходит изменение потенциала в интервале $0,4-0,6 \text{ В}$ и наоборот. Кривые попеременной катодно-анодной поляризации снимают до тех пор, пока $t_k = t_a$ (см. рис.3).

3) полную анодную и катодную кривые заряжения в интервале потенциалов $E_r = 0,03 - 1,46 \text{ В}$.

4. Обработка результатов

I. На основании полученных данных построить кривые заряжения $E - t$. Сравнить кривые заряжения, измеренные в различных интервалах потенциалов. На полной кривой заряжения выделить водородную, двойнослойную и кислородную области.

II. По водородной области кривой заряжения

1. Определить:

- а) количество адсорбированных атомов водорода (A_H);
- б) энергию связи $Pt/Pt - H_{адс}$;
- в) степень заполнения поверхности адсорбированными атомами водорода (Θ_H).

2. Построить изотерму адсорбции атомов водорода и определить фактор неоднородности поверхности (f).

III. По двойнослойной области “пилообразной” кривой заряжения рассчитать емкость платинового электрода, его истинную поверхность и фактор шероховатости.

Вопросы к работе

1. Что представляет собой кривая заряжения? Для чего она снимается? Методы снятия кривых заряжения.

2. Адсорбция атомов водорода и кислорода на платиновом электроде.

3. Свойства адсорбированных атомов H и O. Логарифмическая изотерма адсорбции атомов водорода, ее теоретическое обоснование.

4. Поляризационная емкость платинового электрода. Расчет емкости двойного электрического слоя из водородной области кривой заряжения (метод изоэлектрических сдвигов потенциала).

5. Представление о полном и свободном заряде поверхности.

6. Влияние материала электрода и состава электролита на форму кривой заряжения.

Литература

1. Дамаскин, Б.Б. Электрохимия: учебник для вузов. / Б.Б. Дамаскин, О.А. Петрий, Г.А. Цирлина. – М.: Лань, 2015. – 672с.

http://e.lanbook.com/books/element.php?pl1_id=58166

2. Лукомский, Ю.Я. Физико-химические основы электрохимии, учебное пособие / Ю.Я. Лукомский, Ю.Д. Гамбург – Долгопрудный: Интеллект, 2013. – 446с. <http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:719079&theme=FEFU>

3. Бонд, А.М. Электроаналитические методы. Теория и практика / А.М. Бонд, Д. Инцельт, Ш. Коморски-Ловрич, Р. Дж. Комптон, М. Ловрич, Х. Лозе, Ф. Маркен, А. Нойдек, У. Реттер, З. Стойек, Д. А. Фидлер, Ф. Шольц // Под ред. Ф. Шольца. Пер. с англ. под ред. В. Н. Майстренко. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2012. – 326с.

<http://lib.dvfu.ru:8080/lib/item?id=chamo:253266&theme=FEFU>

4. Миомандр, Ф. Электрохимия / Ф. Миоандер, С. Садки, П. Одебер, Р. Меалле-Рено – М. : Техносфера, 2008. – 360 с.

5. Электрохимические методы. Теория и практика / А.М. Бонд, Д. Инцельт, Ш. Коморски-Ловрич, Р. Дж. Комптон, М. Ловрич, Х. Лозе, Ф. Маркен, А. Нойдек, У. Реттер, З. Стойек, Д.а. Фидлер, Ф. Шольц // Под ред. Ф. Шольца. Пер. с англ. под ред. В.Н. Майстренко. – М. : БИНОМ. Лаборатория знаний, 2012. – 326 с.