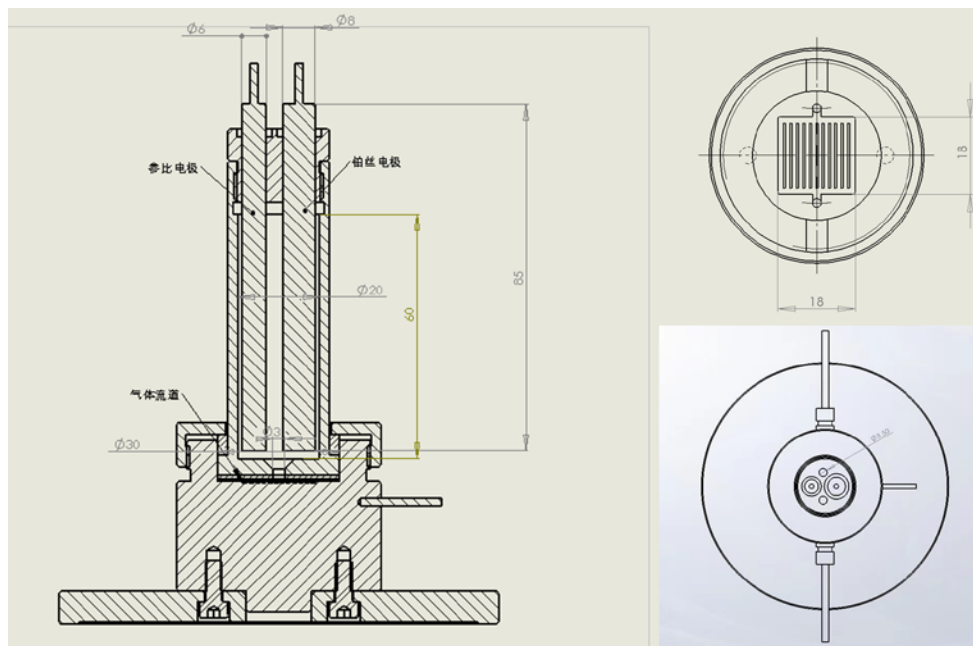


# GDE 与可逆氢电极 SOP

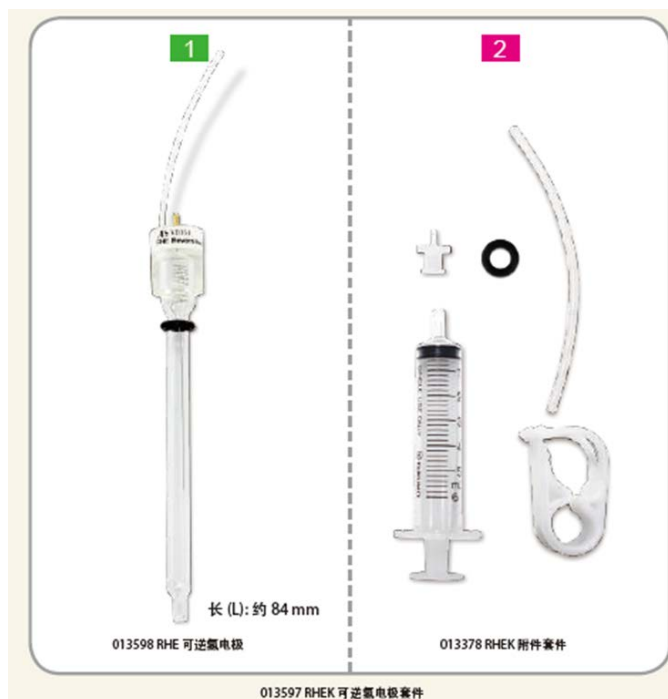
巩书燕 2021.12

气体扩散电极为天津艾达公司定制 GDE Cell

基本参数：容积 40 ml，反应面积直径 3 mm，气体流道 18 mm\*18 mm，对电极开口 8 mm，参比电极开口 6 mm，可根据要求定制。



参比电极为 ALS RHEK 可逆氢电极套件



## RHEK 可逆氢电极使用说明

- (1) 将 RHE 可逆氢电极和对电极 (Pt 丝长度约 50 cm), 安装在装有硫酸/高氯酸的强酸性溶液的电化学池。“一次性注射器”连接到“硅胶管”开口的一端并确认“管夹”为松开状态后, 拉注射器的柱塞让溶液填充在电极的腔内。在闭合管夹之前, 请检查硅胶管中的液面是否充满硅胶管, 并且在电极溶液中没有任何气泡。确认电极溶液中没有任何气泡后, 闭合管夹。然后, 将注射器从硅胶管上取下。
- (2) 将工作电极的电极引线连接到 RHE 可逆氢电极, 参比电极和对电极的引线连接到对电极 Pt 丝。电解时使用计时电流法 (CA), 当通过**两库仑的电量**后停止电解。**在这种情况下, 请务必设定工作电极的电位相对于对电极为负(-)电势。**如果使用 4mol/L 高氯酸作为电解质溶液, 工作电极上外加-3V 的电压时, 电解的时间约为 3 分钟。当使用 0.5mol/L 的硫酸和- 3V 的外加电压时, 电解时间将约为 8 分钟。
- (3) 电化学测量时将工作电极引线连接到工作电极, 参比电极引线连接到 RHE 的接头上即可进行测量。

## Nafion 膜为杜邦公司 N117

预处理方法 (建议):

- (1) 首先将 Nafion117 膜在 80 °C 下, 用 5 wt.% 的  $\text{H}_2\text{O}_2$  水溶液处理 1h, 去除膜内有机杂质, 用去离子水反复冲洗后再将其浸泡在 80 °C 的去离子水中煮 1 h, 完全除去残余  $\text{H}_2\text{O}_2$ 。(实际操作中未用  $\text{H}_2\text{O}_2$  清洗)
- (2) 将膜浸泡于 80 °C、0.5 M 的  $\text{H}_2\text{SO}_4$  溶液中煮 0.5 h, 通过离子交换将膜转换为  $\text{H}^+$  型, 用去离子水反复冲洗, 用去离子水反复冲洗后再将其浸泡在 80 °C 的去离子水中煮 0.5 h, 完全除去残余  $\text{H}_2\text{SO}_4$ 。

## 催化剂 INK 配制与制备电极

- (1) 取白色小瓶, 瓶盖扣放于无尘纸上, 于瓶盖上记录下样品名、日期及空瓶除静电后质量 M1
- (2) 打开催化剂样品瓶, 瓶盖扣放于无尘纸上, 除静电 (瓶口四周, 瓶里外), 手指弹拨取 ~1 mg 样品 (勿使用称量纸、钥匙), 记录质量 M2
- (3) 计算并记录样品质量  $M3=M1-M2$
- (4) 使用移液枪将超纯水与异丙醇 ( $V1: V2=3:1$ , ink 浓度 0.5 mg/mL) 加入装有称量好的催化剂的小瓶, Nafion Alfa 5wt% 溶液及 C 载体量根据实验情况添加。超声分散, 功率~80%, 温度~20 °C, 超声时间不宜过长。样品分散为纳米片, 震荡时可观察到小纳米片在瓶壁滑落, 无颗粒存在。
- (5) 将裁剪好的直径约 2.5 cm 的碳纸放置于加热板上 (设置温度约 120 °C), 边超声边手混匀同时使用移液枪吸取 20  $\mu\text{L}$  ink, 取液时使枪头位于 ink 中心位置, 滴电极时移液枪头勿碰触碳纸表面, 先滴少量后全部滴下, 使 ink 覆盖碳纸的中心部分, 待 ink

干燥 (约几分钟), 多次滴加。

## GDE 测试

- (1) 将制备好的碳纸电极、预处理后的 Nafion N117(直径约 2.5 cm)依次放于 GDE Cell 的气体流道上方, 盖上气体密封片 (GDE Cell 购买时自带, 中间开口直径 3 mm), 可先在气体密封片中间开孔处滴加一滴电解液浸润, 将聚四氟电解液池安装, 拧紧后再倒入电解液, 否则电解液会流入气体流道, 腐蚀不锈钢流道。盖上聚四氟顶盖。
- (2) 将 RHE 可逆氢电极及 Pt 丝对电极 (Pt 丝置于直径约 6 mm 玻璃管中, 底部有砂板防止溶液中气泡进入)浸入电解液中, 可用滴管将电解液加入 Pt 丝对电极玻璃管中, 按照 RHEK 可逆氢电极使用方法产氢, 按照说明连接好电极线。打开电化学工作站及电脑电源, 双击桌面图标 “EC-Lab” 启动软件, 确定设备已连接, 载入实验设置 Experiment-load settings-D:/EC-lab settings/GDE/HER
- (3) 电解完成后, 重新按照说明连接好电极线, 接通  $N_2$ ,  $N_2$  经过鼓泡器进入 GDE Cell, 出口端连接质量流量计。载入实验设置 Experiment-load settings-D:/EC-lab settings/GDE/ $N_2$ -CV, 进行电极活化, 电阻一般为十几欧姆, 若电阻过大, 检查催化剂及 Nafion 膜连接问题。
- (4)  $N_2$  活化之后, 改换  $O_2$ , 载入实验设置 Experiment-load settings-D:/EC-lab settings/GDE/CP-PEIS。测试完成可用 MATLAB 处理数据。
- (5) 测试完成, 拆卸电极线, 将参比电极及对电极取出, 并将参比电解液及对电极中电解液倒出, 去离子水冲洗电极; 拧开聚四氟顶盖, 倒出电解液 (注意, 倒出电解液后再拧松聚四氟池子, 防止电解液泄露), 用镊子取出气体密封片、Nafion 膜及碳纸电极。去离子水冲洗聚四氟池子及顶盖, 气体密封片、Nafion 膜于去离子水中超声清洗。

- (6) 实验结束后将电解液废液倒入废酸瓶，清理纯水仪附近及底部水渍，清理实验废弃物，罩好塑料罩及防尘罩，关闭 O<sub>2</sub>, N<sub>2</sub> 钢瓶总阀。