



Politechnika Wroclawska

Laboratorium technologiczne

Część węglowa

Ćw. W2

Wytwarzanie wodoru metodą elektrokatalitycznego rozkładu wody

Opracowane przez:
mgr inż. Karolina Kordek-Khalil

Wrocław 2020

I. Wstęp

Innowacje w obszarze wodorowych ogniw paliwowych, zdolnych do efektywnego przekształcania energii zgromadzonej w postaci wodoru w energię elektryczną powodują przyrost zainteresowania wodorem jako nośnikiem energii, ponieważ charakteryzuje się on wysoką, nieosiągalną przez baterie gęstością energii na jednostkę masy. Szybki rozwój w dziedzinie ogniw paliwowych zaowocował seryjną już od 2014 produkcją samochodów z napędem wodorowym. Poza innowacyjnymi zastosowaniami wodoru, surowiec ten jest również wciąż niezbędny w gałęziach przemysłu wielkotonażowego takich jak produkcja amoniaku, petrochemia oraz metalurgia. Pomimo wzrostowego trendu światowej konsumpcji tego surowca, jego produkcja nadal w ponad 95% bazuje na surowcach nieodnawialnych. Ich zasoby kurczą się jednak przez cały czas. Dlatego też pożądane jest opracowanie efektywnej metody produkcji wodoru z surowców odnawialnych na szeroką skalę.

II. Elektroliza wody

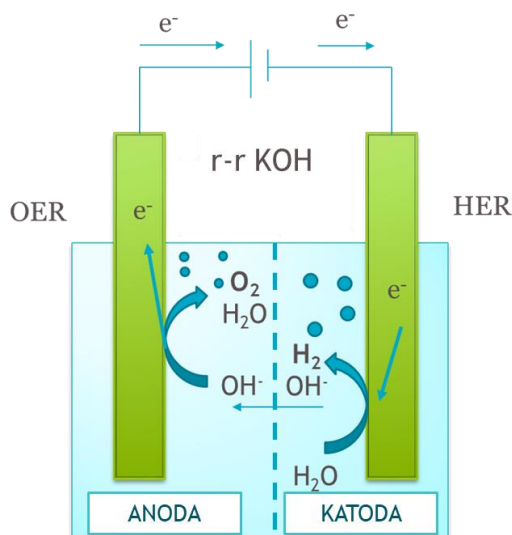
Elektrolityczny rozkład wody jest procesem znanym od dziesiątek lat. W jego trakcie, pod wpływem napięcia przyłożonego pomiędzy elektrody znajdujące się w tym samym elektrolicie, na powierzchni ujemnie naładowanej katody zachodzi proces redukcji, którego produktem jest wodór (ang. *hydrogen evolution reaction* - HER). W zależności od pH elektrolitu reakcja ta przebiega zgodnie z jednym z równań:

- (a) $2\text{H}^+ + 2\text{e}^- = \text{H}_2\uparrow$ w środowisku kwaśnym lub
- (b) $2\text{H}_2\text{O} + 2\text{e}^- = \text{H}_2\uparrow + 2\text{OH}^-$ w środowisku zasadowym.

Aby cały proces redoks mógł się zakończyć, na anodzie musi zajść reakcja utleniania. W przypadku całkowitego rozkładu wody jest to proces wydzielania tlenu (ang. *oxygen evolution reaction* - OER) według jednego z równań:

- (a) $2\text{H}_2\text{O} = \text{O}_2\uparrow + 4\text{H}^+ + 4\text{e}^-$ w środowisku kwaśnym lub
- (b) $2\text{OH}^- = \text{O}_2\uparrow + 2\text{H}^+ + 4\text{e}^-$ w środowisku zasadowym.

Elektrolizer z elektrolitem alkalicznym został schematycznie przedstawiony na Rysunek 1.



Rysunek 1 Schematyczne przedstawienie elektrolizera pracującego w elektrolicie alkalicznym.

Cząsteczka wody jest jedną z najbardziej termodynamicznie stabilnych substancji występujących w naturze. Jeśli chcemy spowodować rozkład tej cząsteczki na tlen i wodór, musimy pomiędzy elektrody przyłożyć napięcie przewyższające napięcie równowagowe w ogniwie.

Teoretyczne (wynikające z termodynamiki) napięcie potrzebne do rozkładu wody na wodór i tlen wynosi 1,23 V. W praktyce jednak jest ono znacznie wyższe, ze względu na konieczność pokonania dodatkowych

występujących w układzie oporów, do których należą m. in. opory elektryczne związane z okablowaniem i połączeniami w obwodzie, opory związane z transportem jonów oraz cząsteczek w elektrolizerze, a także opory powodowane przez osadzanie na elektrodach powstałych pęcherzyków tlenu i wodoru.

Jednak w dobrze skonstruowanym elektrolizerze największe opory związane są z energiami aktywacji HER i OER. Każdy z oporów powoduje, że aby przeprowadzić elektrolizę do elektrod przyłożyć trzeba dodatkowe napięcie, nazywane nadnapięciem.

Opory aktywacji reakcji chemicznych, wyrażane najczęściej jako nadpotencjały reakcji i oznaczane symbolem η , mogą być obniżane dzięki wykorzystaniu elektrokatalizatorów.

$$\eta = E - E_{równ}$$

gdzie E to zmierzony potencjał, a $E_{równ}$ to równowagowy potencjał reakcji.

Czyli na całkowite napięcie potrzebne do przeprowadzenia procesu elektrolizy składają się poniższe składowe.

$$U = E_{anoda} - E_{katoda} + \sum |\eta| + iR$$

Gdzie U to napięcie przyłożone do elektrolizera [V], E_{katoda} i E_{anoda} [V] to potencjały odpowiednio katody i anody, i reprezentuje natężenie prądu [A], a R sumę oporów nie pochodzących od aktywacji reakcji elektrodowych [Ω], gdzie:

$$\sum |\eta| = |\eta_{anoda}| + |\eta_{katoda}|$$

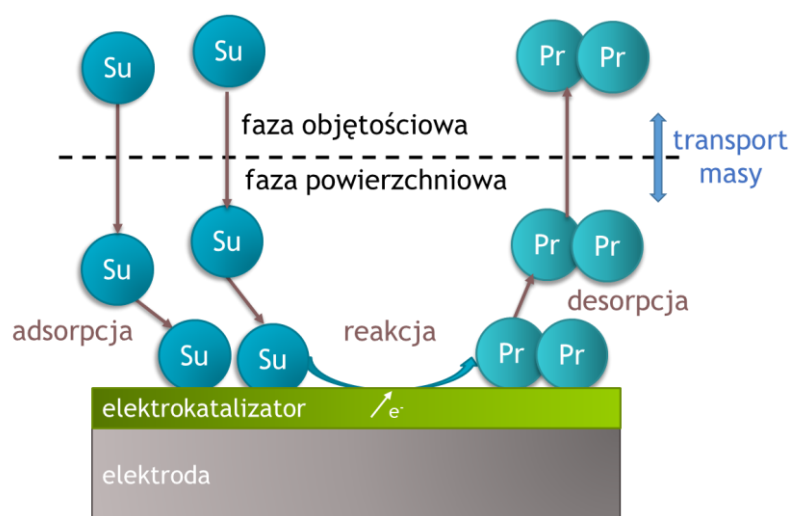
Elektroliza w warunkach przemysłowych odbywa się zwykle przy gęstości prądu ok. 400 mA cm⁻² i wymaga zastosowania pomiędzy elektrodami napięcia ok. 1.8- 2.0 V. Odbywa się zwykle z zastosowaniem mocnych elektrolitów aby zapewnić wysoką mobilność jonów oraz wysokie przewodnictwo jonowe w elektrolicie. Zwykle wykorzystuje się w tym celu elektrolity o odczynie silnie kwasowym lub zasadowym. Elektroliza w środowisku kwasowym jest zwykle przeprowadzana w elektrolizerach typu PEM (ang. *proton exchange membrane*) i pozwala na produkcję wodoru z dużą wydajnością. Jednakże elektroliza wody w środowisku alkalicznym pozwala na otrzymanie wodoru o większej czystości, ze względu na niskie prężności par elektrolitów, w odróżnieniu do lotnych par kwasów, które mogą zanieczyszczać wytworzony gaz. Co więcej, w niskim pH niestabilnych jest wiele metali przejściowych, dlatego zastosowanie elektrolitów alkalicznych otwiera możliwość wykorzystania metali przejściowych jako elektrokatalizatorów.

Niemniej jednak, w roztworach o niskim pH, HER zachodzi stosunkowo łatwo, w odróżnieniu od środowiska alkalicznego, gdzie wydzielenie wodoru wymaga dodatkowego etapu dysocjacji cząsteczki wody, powodując znacznie zwiększenie nadpotencjału reakcji. Odwrotną sytuację obserwujemy w przypadku OER, w której etap dysocjacji cząsteczki wody pomijany jest w elektrolicie zasadowym, powoduje jednak dodatkowe nadpotencjały w elektrolicie kwaśnym. Wyzwaniem współczesnej elektrokatalizy jest znalezienie elektrokatalizatorów reakcji wydzielania wodoru oraz tlenu z wody, które będą działać efektywnie w tym samym elektrolicie. OER w porównaniu z HER jest reakcją bardziej złożoną ze względu na większą liczbę elektronów biorących w niej udział i dlatego zwykle wiąże się ona z większymi nadpotencjałami. Dlatego częściej dąży się do opracowania elektrokatalizatorów HER i OER, które działałyby wydajnie w tym samym elektrolicie zasadowym.

III. Elektrokatalizatory

Katalizatory definiowane są jako substancje zmniejszające energię aktywacji reakcji chemicznej nie zmieniając jednocześnie własności chemicznych. Ta definicja może być rozszerzona o elektrokatalizatory, które ulegają interakcji z reagentami podczas reakcji elektrochemicznej, ale po tej reakcji pozostają niezmienione. Reakcja elektrochemiczna to taka podczas której zachodzi transfer elektronów. Wyróżniamy ich dwa rodzaje – reakcje utleniania oraz redukcji w zależności od tego czy podczas reakcji elektrony są dostarczane czy pobierane? z elektrody. Kiedy rośnie potencjał elektrody, jest ona coraz bardziej

zubożona w elektrony. Dlatego wyciąga je od reagentów, powodując zachodzenie reakcji utleniania. Odwrotny proces ma miejsce kiedy przykładamy do elektrody ujemny potencjał (polaryzujemy ją ujemnie). Im niższy potencjał tym większy nadmiar elektronów jest dostarczany do elektrody, powodując reakcje redukcji. Anoda to elektroda na której zachodzi utlenianie, a katoda to ta na której zachodzi redukcja. Główna różnica pomiędzy konwencjonalną katalizą a elektrokatalizą leży w sposobie kontroli szybkości reakcji. Podczas gdy w konwencjonalnych reakcjach temperatura zmienia stałą równowagi reakcji, co może wpływać na jej szybkość, w elektrokatalizie szybkość reakcji kontrolowana jest przez zmianę potencjału elektrody. Zmiana potencjału elektrody o 1 V odpowiada zmianie energii swobodnej o ok. 100 kJ mol^{-1} , więc jego regulacja pozwala do pewnego stopnia kontrolować szybkość pożądaných oraz pasożytniczych reakcji elektrochemicznych. Zmiana potencjału może wpływać nie tylko na energie aktywacji reakcji elektrodowych, ale też modyfikować wyraźnie właściwości fazy powierzchniowej. Schemat działania elektrokatalizatora reakcji redukcji został przedstawiony na Rysunek 2.



Rysunek 2 Schematyczne przedstawienie elektrokatalitycznej reakcji redukcji.

Do elektrokatalizatorów o najwyższej znanej obecnie aktywności należą materiały na bazie metali szlachetnych, takich jak platyna w przypadku HER oraz ruten i iryd w przypadku OER. Ich wysoka cena wraz z małymi zasobami w skorupie ziemskiej powoduje, że zastosowanie ich na dużą skalę jest utrudnione. Motywuje to badania nad ich tańszymi odpowiednikami, otwierając gałąź nauki nazywaną elektrokatalizą wolną od metali szlachetnych (ang. noble metal-free electrocatalysis). Dotychczas odkryto już wiele związków metali przejściowych, w szczególności żelaza, niklu oraz kobaltu o bardzo dobrych właściwościach elektrokatalitycznych. W przypadku HER wyjątkową aktywnością charakteryzują się metaliczne nanocząstki, a także fosforiki, azotki oraz siarczki metali, dla OER natomiast obiecującymi materiałami okazały się tlenki oraz wodorotlenki wymienionych metali, spinele i perowskity zawierające metale przejściowe, a także ich mieszaniny. Wykazano również, że kompozyty faz aktywnych w HER i OER pozwoliły otrzymać wydajne elektrokatalizatory dwufunkcyjne możliwe do zastosowania w obu reakcjach elektrodowych.

Do strategii pozwalających zwiększać aktywność elektrokatalityczną zalicza się również tworzenie elektrokatalizatorów zawierających w strukturze dwa lub więcej metali. Istotne jest również modelowanie geometrii oraz morfologii materiałów elektrokatalitycznych, ponieważ silnie mogą one wpływać na wielkość oraz dostępność powierzchni na której mogą zachodzić reakcje elektrochemiczne (transport masy), jak również efektywny przepływ elektronów do lub z miejsc aktywnych (transport ładunku). Rozszerzanie powierzchni elektrokatalizatorów prowadzi również do zmniejszania wielkości elektrokatalitycznych cząstek w kierunku rozmiarów nanometrycznych w celu zwiększania stosunku ich powierzchni do objętości.

Poza aktywnością katalityczną, istotną właściwością materiałów elektrodowych jest również ich przewodnictwo elektryczne, zapewniające efektywny przepływ ładunku w układzie elektrochemicznym.

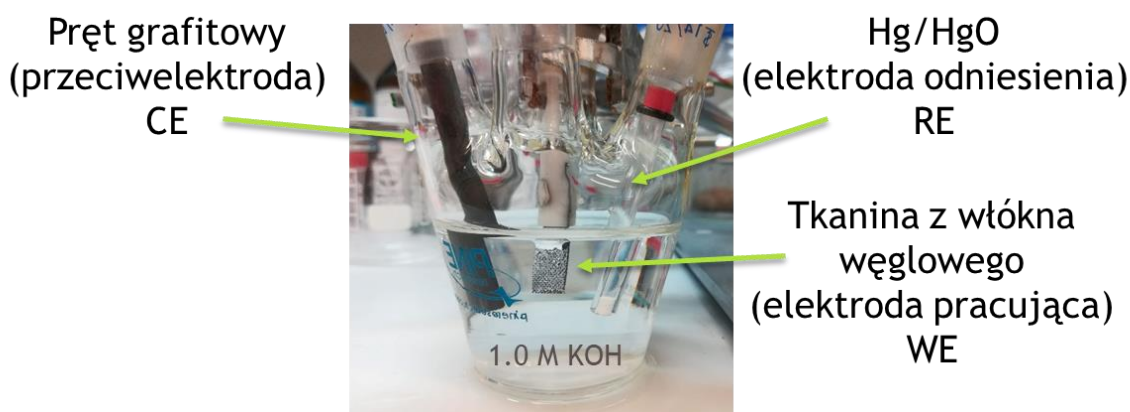
Dlatego też coraz częściej łączy się aktywne fazy ceramiczne w kompozyty z materiałami węglowymi o dużym przewodnictwie elektrycznym (szczególnie grafenem, nanorurkami oraz nanowłóknami węglowymi). Wprowadzenie nanomateriałów węglowych do takiego układu często zwiększa też powierzchnię właściwą kompozytu. Wraz z zainteresowaniem kompozytami związków metali z nanomateriałami węglowymi w aspekcie elektrokatalitycznym zauważono, że niektóre materiały węglowe same w sobie wykazują aktywność elektrokatalityczną w reakcjach rozkładu wody. Pomimo, że aktywności takiej nie wykazują warstwy grafenowe budujące strukturę większości materiałów węglowych, to jednak badania pokazują, że różne defekty wprowadzane do tych materiałów powodują redystrybucję ładunków i spinów w ich strukturze, a tym samym ich uaktywnienie w procesach elektrokatalitycznych. Do takich defektów należą m. in. domieszki niemetaliczne, wakanse lub granice ziaren. Według doniesień literaturowych, najbardziej obiecujące w elektrokatalizie są nanomateriały węglowe domieszkowane azotem, siarką, fosforem, borem lub kombinacjami tych pierwiastków. Poprawę właściwości elektrokatalitycznych, przypisywaną najczęściej obecności powierzchniowych grup karbonylowych i/lub karboksylowych, obserwowano też po utlenieniu powierzchni materiałów węglowych, bez wprowadzania do ich struktury pierwiastków innych niż tlen i wodór. Obecnie, niektórzy badacze postulują, że na właściwości elektrokatalityczne materiałów węglowych większy wpływ niż grupy funkcyjne lub domieszki mają właśnie defekty (takie jak granice ziaren, wakansje itp.). Ograniczenie w zastosowaniu większości obecnie badanych elektrokatalizatorów stanowi ich proszkowa forma. Ze względu na to, że pośredniczą one w reakcjach elektrochemicznych pojawia się konieczność ich naniesienia na powierzchnię elektrod. Wymaga to zwykle zastosowania spoiw polimerowych (jak np. Nafion), które mogą utrudniać dyfuzję reagentów do powierzchni elektrod, zwiększając opory całego układu i tym samym ograniczając jego efektywność. Dlatego atrakcyjne wydają się metody bezpośredniej modyfikacji powierzchni materiałów w celu otrzymania elektrod bežnośnikowych. Takie elektrody wykonane są z materiałów przewodzących, takich jak metale, np. piana niklowa lub materiały węglowe, takie jak arkusze lub tkaniny z włókna węglowego. Tkaniny z włókna węglowego charakteryzują się obok wysokiego przewodnictwa elektrycznego, również innymi zaletami, takimi jak giętkość, wytrzymałość mechaniczna oraz niska gęstość.

Idea bežnośnikowych elektrod obejmuje bezpośrednią modyfikację powierzchni elektrody poprzez naniesienie aktywnego elektrokatalitycznie materiału poprzez metody takie jak impregnacja w roztworze soli metali, elektroosadzanie lub osadzanie laserem impulsowym (ang. PLD – *pulsed laser deposition*). Brak konieczności zastosowania spoiw polimerowych zapewnia bezpośredni kontakt elektryczny materiału aktywnego z podłożem. Z tego też powodu właściwości powierzchniowe podłoża mają w tym przypadku duży wpływ na oddziaływanie z materiałem naniesionym i tym samym na aktywność elektrokatalityczną całego kompozytu. Odmienne podejście stanowi modyfikacja samej powierzchni elektrody węglowej poprzez (1) domieszkowanie heteroatomami, (2) tworzenie defektów powierzchniowych lub (3) rozwinięcie powierzchni. W takim przypadku nie powstaje materiał kompozytowy, a jednofazowy materiał węglowy o zmodyfikowanej powierzchni. Daje to możliwość otrzymywania elektrokatalizatorów bežnośnikowych całkowicie wolnych od metali. Ich dodatkowym atutem jest wyjątkowa stabilność, gdyż zniwelowany zostaje problem osypywania się materiału naniesionego na elektrodę podczas intensywnego wydzielania się na niej gazu. Do zalet stosowania elektrod bežnośnikowych należy również możliwość wykorzystania ich trójwymiarowej struktury porowatej do zwiększenia powierzchni, na której zachodzą reakcje.

IV. Pomiar aktywności elektrokatalitycznej w reakcji wydzielania wodoru/tlenu (HER/OER) metodą woltamperometrii liniowej (LSV)

Woltamperometria liniowa (ang. linear sweep voltammetry – LSV) jest elektrochemiczną metodą wykorzystywaną do badania aktywności elektrokatalitycznej materiałów. W badaniu tą metodą stosowany jest

standardowy trójelektrodowy układ, jak pokazany na Rysunek 3. Badana elektroda elektrokatalityczna jest podłączona jako elektroda pracująca (ang. working electrode – WE). Jej potencjał ustalany jest przez potencjostat względem elektrody odniesienia (ang. reference electrode – RE), czyli elektrody która powinna się charakteryzować stałym, niezmiennym potencjałem. W elektrolitach alkalicznych często stosowaną elektrodą odniesienia (referencyjną) jest Hg/HgO. Podczas pomiaru, w układzie prąd płynie przez elektrodę pracującą, inicjując reakcje utleniania lub redukcji. Jeśli na elektrodzie pracującej ma miejsce reakcja redukcji (np. HER) wtedy w układzie musi zajść również reakcja utleniania. Zachodzi ona na tzw. przeciwelektrodzie (ang. Counter electrode – CE). Jako przeciwelektrody wykorzystuje się najczęściej materiały o wysokim przewodnictwie elektrycznym, jak np. platyna lub grafit. W przeciwnym przypadku, gdy na elektrodzie pracującej zachodzi utlenianie, na przeciwelektrodzie ma miejsce reakcja redukcji.



Rysunek 3 Zdjęcie układu trójelektrodowego do badania właściwości elektrokatalitycznych metodą voltamperometrii liniowej (LSV).

Podczas pomiaru, potencjał elektrody pracującej względem elektrody odniesienia jest zmieniany ze stałą szybkością wyrażoną w mV sek^{-1} powodując coraz silniej redukujące warunki na powierzchni elektrody gdy potencjał jest obniżany lub coraz silniej utleniające warunki kiedy potencjał rośnie. Wraz ze zmianą potencjału można zaobserwować zmianę natężenia płynącego przez elektrodę prądu, które jest miarą szybkości reakcji elektrochemicznej. I prawo Faraday mówi o tym że masa produktu wydzielonego na elektrodzie jest wprost proporcjonalna do natężenia prądu który przepływa przez elektrodę. Można ją obliczyć zgodnie z równaniem:

$$m = k i t$$

gdzie m to masa wydzielonego produktu (g), i reprezentuje natężenie prądu [A], t to czas reakcji [s], a k reprezentuje wartość stałą (tzw. równoważnik elektrochemiczny).

Natężenie prądu (i) można przeliczyć na gęstość prądu (j), czyli natężenie przypadające na jednostkę powierzchni elektrokatalizatora, które oblicza się na podstawie wzoru:

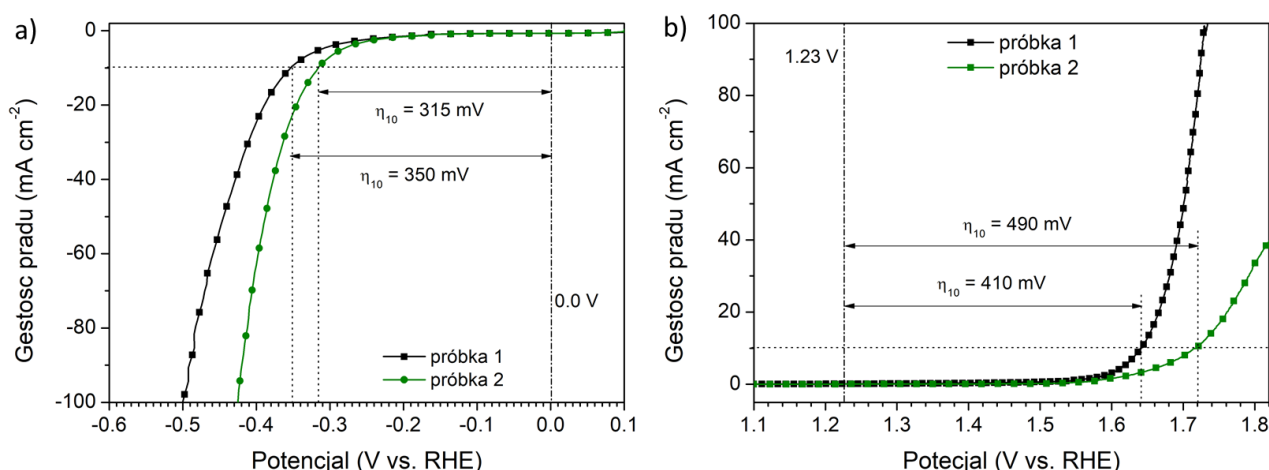
$$j = \frac{i}{s},$$

Gdzie j to gęstość prądu [mA cm^{-2}], a s to powierzchnia elektrokatalizatora [cm^2].

Przy założeniu że 100% przepływającego prądu jest spożytkowana na badaną reakcję elektrochemiczną (HER lub OER), gęstość prądu jest wprost proporcjonalna do szybkości reakcji. Dlatego, aby porównać efektywność elektrokatalizatorów porównuje się zwykle potencjał potrzebny do wywołania przy użyciu danego elektrokatalizatora reakcji chemicznej z daną gęstością prądu – najczęściej 10 lub 100 mA cm^{-2} . Jako nadpotencjał reakcji przy danej gęstości prądu (η) definiuje się różnicę pomiędzy potencjałem standardowym reakcji a faktycznym potencjałem, przy którym osiągamy gęstość prądu. Dla HER za standardowy potencjał reakcji przyjmujemy 0,0 V vs. RHE, zaś dla OER 1,23 V vs. RHE. Na Rysunek 4 przedstawiono przykładowe krzywe polaryzacyjne dla (a) HER oraz (b) OER, a także sposób graficznego wyznaczenia nadpotencjału obu reakcji przy gęstości prądu 10 mA cm^{-2} .

W dziedzinie elektrokatalizy przyjęło się podawać potencjały w odniesieniu do odwracalnej elektrody wodorowej (ang. *reversible hydrogen electrode* – RHE). Jest to rodzaj wodorowej elektrody odniesienia, której potencjał zmienia się wraz z pH. Elektroda taka jest wykonana z platyny pokrytej czernią platynową i omywana jest gazowym wodorem o ciśnieniu 101,325 kPa. Jednakże pomiary elektrochemiczne łatwiej jest wykonywać stosując prostsze elektrody odniesienia, a następnie przeliczając potencjał względem takiej elektrody na potencjał względem RHE za pomocą odpowiednich równań. W elektrolitach zasadowych szczególnie użyteczną elektrodą odniesienia jest elektroda tlenkowo-rtęciowa (Hg/HgO). Potencjał względem Hg/HgO przelicza się na potencjał względem RHE zgodnie z równaniem:

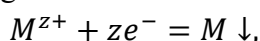
$$E_{RHE} = E_{Hg/HgO} + 0.098 + 0.059 pH.$$



Rysunek 4 Przykładowe krzywe polaryzacyjne dla dwóch próbek dla (a) reakcji wydzielania wodoru (HER) i (b) reakcji wydzielania tlenu (OER), wraz z prezentacją wyznaczania nadpotencjału reakcji przy gęstości prądu 10 mA cm^{-2} .

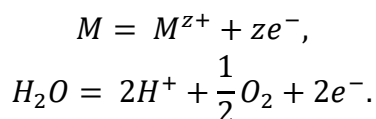
V. Elektroosadzanie powłok elektrokatalitycznych

Elektroosadzanie jest stosunkowo łatwą w wykonaniu metodą umożliwiającą nanoszenie powłok na bazie metali na przewodzące podłoża. Układ do elektroosadzania składa się z co najmniej dwóch elektrod (anody i katody), roztworu elektrolitu (nazywanego zwykle kąpielą elektrolityczną) oraz zewnętrznego źródła napięcia (np. baterii lub potencjostatu). W najprostszym układzie, materiał na który ma być naniesiona powłoka jest podłączony do układu jako katoda, a kationy metali obecne w elektrolicie pod wpływem przyłożonego potencjału ulegają na niej reakcji redukcji, zgodnie z równaniem:

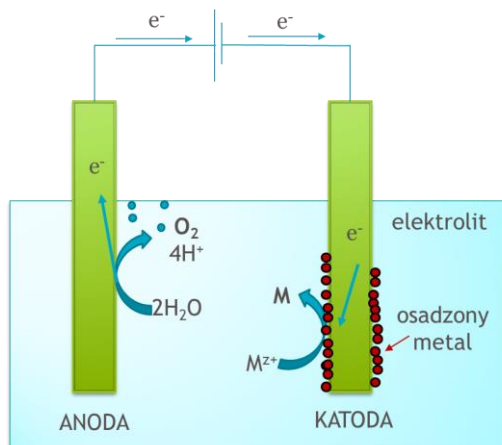


gdzie M to dowolny metal, a z to liczba przeniesionych elektronów.

Aby zachować bilans ładunku, na anodzie musi jednocześnie zajść reakcja utlenienia. Może być to reakcja roztwarzania materiału z którego jest wykonana anoda lub reakcja wydzielania tlenu na obojętnej anodzie, zgodnie z jednym z równań:

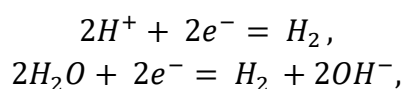


Schemat procesu elektroosadzania przedstawiono na Rysunek 5.

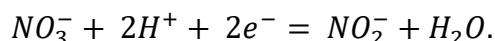


Rysunek 5 Schemat procesu elektroosadzania.

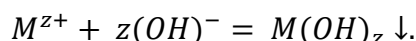
Podczas elektroosadzania może również mieć miejsce powstanie faz innych niż metaliczne. W redukujących warunkach elektroosadzania na katodzie poza reakcją osadzania zajść może również reakcja wydzielania wodoru zgodnie z jednym z równań:



lub redukcja przeciwjonów, np.:



Wszystkie powyższe reakcje powodują konsumpcję kationów H^+ lub wytworzenie jonów OH^- , zwiększając lokalnie pH elektrolitu w pobliżu katody. Ze względu na to, możliwe jest osadzenie zamiast fazy metalicznej, fazy wodorotlenkowej, zgodnie z równaniem:



Właściwości powłok otrzymanych przez elektroosadzanie zależą od wielu parametrów syntezy, w szczególności od: składu kąpeli – rodzaju i stężenia jonów, gęstości prądu, czasu osadzania, mieszania, dodatków do kąpeli oraz właściwości i przygotowania powierzchni na którą powłoka jest nanoszona.

VI. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest przygotowanie serii kompozytowych elektrod elektrokatalitycznych poprzez naniesienie na tkaninę z włókna węglowego powłok na bazie metali nieszlachetnych metodą elektroosadzania, a następnie porównanie aktywności elektrokatalitycznej otrzymanych powłok w reakcji wydzielania wodoru (HER) i/lub reakcji wydzielania tlenu (OER) z wody.

VII. Wykonanie ćwiczenia

1. Przygotowanie elektrod z tkaniny z włókien węglowych

Z tkaniny wykonanej z włókien węglowych należy wyciąć prostokątne elektrody o wymiarach $1 \times 2 \text{ cm}^2$. Elektrody należy przemyć kolejno w acetonie, izopropanolu i wodzie.

Przygotować roztwór z którego przeprowadzone zostanie elektroosadzanie. Rozpuścić w wodzie Milli-Q odpowiednią masę roztworu soli metalu. O rodzaj stosowanej soli metalu oraz stężenie roztworu należy zapytać prowadzącego. Zmontować układ trójelektrodowy jak na Rysunek 3 (zastosować inną elektrodę referencyjną - Ag/AgCl).

Za pomocą programu ustawić parametry procesu elektroosadzania (czas, potencjał/natężenie prądu).

2. Zbadanie aktywności elektrokatalitycznej próbek w HER i/lub OER metodą woltamperometrii liniowej w roztworze 1.0 M KOH.

Zmontować układ trójelektrodowy jak na Rysunek 3. Za pomocą programu, wybrać parametry, tzn. zakres potencjału w ramach którego będzie przeprowadzony skan (zwykle dla HER od -0,8 V do -1,6V vs. Hg/HgO, a dla OER od 0,0 do 1,0 V vs. Hg/HgO) oraz szybkość skanowania (zwykle 1-5 mV s⁻¹). Pomiar dla każdej próbki powtórzyć min. dwukrotnie.

3. Analiza wyników

Krzywe polaryzacyjne dla wszystkich próbek należy przedstawić na jednym wykresie zależności gęstości prądu [mA cm⁻²] od potencjału [V vs. RHE] (podobnym jak na Rysunek 4). Aby przekonwertować zarejestrowany potencjał vs. HgO na potencjał vs. RHE należy skorzystać z poniższego wzoru:

$$E_{RHE} = E_{Hg/HgO} + 0.098 + 0.059 pH - iR$$

Gdzie za R przyjąć wartość 1 Ω. Porównać wartości nadpotencjału potrzebnego do wydzielenia na otrzymanych elektrodach wodoru/tlenu z gęstością prądu 10 mA cm⁻². Wyniki skomentować i przedstawić wnioski.

VIII. Literatura

1. K. Zeng, D. Zhang, *Prog. Energy Combust. Sci.* **2010**, *36*, 307
2. Hydrogen on the rise, *Nat Energy*, **2016**, *1*, 16127
3. I. Roger, M. A. Shipman, M. D. Symes, *Nat. Rev. Chem.* **2017**, *1*, 3
4. K. Kordek, E. Lorenc-Grabowska, P. Rutkowski, *Sustainable Energy Fuels*, **2020**, *4*, 369-379
5. S. Anantharaj et al., *Energy Environ. Sci.*, **2018**, *11*, 744-771

Zagadnienia na kartkówkę: metody produkcji wodoru oraz jego wykorzystanie, elektroliza wody, wpływ pH roztworów wodnych na proces elektrolizy, elektroosadanie, elektrochemiczne metody badania aktywności elektrokatalitycznej materiałów