



Application Note AN-EC-025

Estudio de la región del hidrógeno en electrodos de platino con voltamperometría cíclica de barrido lineal

Cómo se puede usar VIONIC impulsado por INTELLO para caracterizar procesos en la interfaz Pt-electrolito

El estudio del comportamiento electroquímico de platino en medios ácidos es de crucial importancia en electroquímica fundamental y electrocatálisis. La mayoría de los procesos electrocatalíticos que ocurren en Pt Los electrodos son muy sensibles a la estructura del superficie de platino.

La voltamperometría cíclica (CV) es un método rápido ampliamente utilizado técnica de medición que proporciona tanto una Huella digital cualitativa y cuantitativa del platino. superficies. Una comparación de los resultados dados por lineal y escalera CVs se presenta en esta nota de aplicación.

CONFIGURACIÓN EXPERIMENTAL

Los experimentos de laboratorio de este estudio se realizaron con VIONIC impulsado por INTELLO de Metrohm Autolab (Figura 1).

Como estándar, VIONIC está equipado con un generador de escaneo lineal, lo que permite a los usuarios realizar barridos lineales y voltamperometrías cíclicas lineales en varias muestras. Se utilizó un alambre de Pt de Metrohm como electrodo de trabajo (WE), y el contraelectrodo (CE) fue el electrodo de lámina de platino. El electrodo Ag/AgCl 3 mol/L KCl se utilizó como referencia (RE).

Para la celda electroquímica, se empleó una celda Autolab Electroanalysis RRDE y se colocó dentro de una jaula de Metrohm Faraday.

Antes del experimento, la cristalería, los electrodos y la porción de teflón de la celda en contacto directo con el electrolito se limpiaron con soluciones oxidantes agresivas. Se puede proporcionar una descripción más detallada del protocolo de limpieza a pedido.

Una solución acuosa de ácido sulfúrico (0.5 mol/L H_2SO_4) se utilizó como electrolito en esta aplicación. Se utilizó agua ultrapura para preparar las soluciones de limpieza y enjuague, así como el electrolito. El electrolito se purgó con gas argón durante una hora antes de comenzar el experimento.

El procedimiento INTELLO para caracterizar la superficie del electrodo de platino consistió en un CV lineal seguido de un CV en escalera. Cada medición



Figure 1. VIONIC powered by INTELLO

de CV comenzó con la polarización del electrodo de trabajo a 0,15 V. Después de un período de estabilización de 3 s, siguieron las mediciones de CV lineal y de escalera. Cada CV constaba de tres escaneos, comenzando en 0,15 V, escaneando hasta el primero vértice a 1,35 V, luego escanea hasta el segundo vértice a -0,21 V y, finalmente, termina en 0,15 V.

En **Figura 2**, se muestra un voltamograma cíclico típico de un electrodo de platino en solución ácida, que destaca los diferentes eventos que ocurren en la interfase Pt-electrolito.

En azul, se muestra la región de adsorción-desorción de hidrógeno (región de hidrógeno). A tales potenciales y dependiendo de la dirección de exploración, el hidrógeno es adsorbido o desorbido en la interfase electrodo-electrolito de Pt. La reacción que ocurre en esta región se conoce como deposición de bajo potencial de hidrógeno (HUPD), que se muestra en **Ecuación 1**.

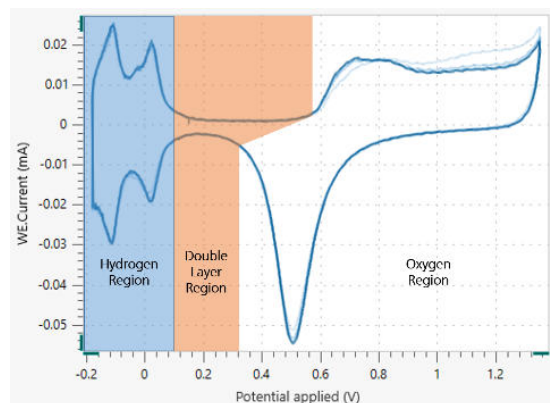
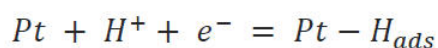


Figure 2. Voltamograma cíclico típico de un electrodo de Pt en ácido sulfúrico con tres áreas principales resaltadas. En azul, la región del hidrógeno, en naranja, la región de la doble capa y en blanco, la región del oxígeno.



1

CONFIGURACIÓN EXPERIMENTAL

La carga y descarga de la doble capa que forma la interfaz (conocida como región de doble capa) se muestra en naranja.

En blanco, se encuentra la región de oxígeno: la

región potencial donde el platino se oxida a óxido de platino durante la exploración anódica, y el óxido de platino se reduce a platino en la exploración inversa.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En **figura 3**, se muestran los voltamogramas cíclicos lineales realizados a diferentes velocidades de barrido y potenciales escalonados www.metrohm.com/electroquímica 3. Cada color

corresponde a un ciclo a una velocidad de escaneo diferente, que se explica en **Tabla 1**.

Se mantuvo un intervalo de muestreo constante de 10 ms para todas las mediciones.

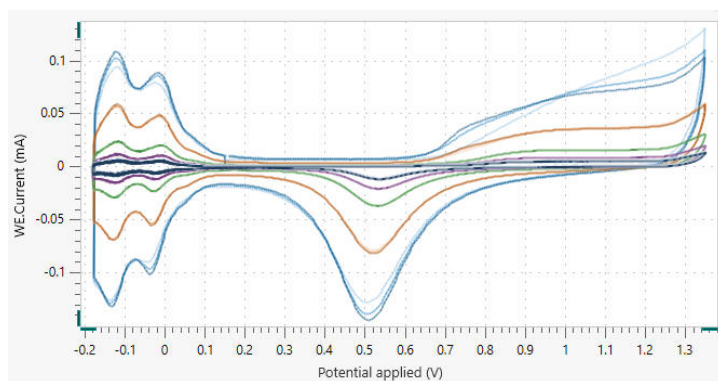


Figure 3. El CV lineal realizado en el electrodo de platino en ácido sulfúrico. Para los códigos de color, consulte la Tabla 1.

Tabla 1. Relación entre los colores de cada voltamperograma cíclico en figura 3 y Figura 4, con las velocidades de exploración correspondientes.

Color de datos	Tasa de exploración (mV/s)
Azul	500
Naranja	250
Verde	100
Púrpura	50
Negro	25

En **Figura 4**, se muestran los voltamogramas cíclicos de escalera realizados a diferentes velocidades de barrido y potenciales escalonados. Cada color corresponde a un ciclo a diferente velocidad de escaneo y potencial de paso (**tabla 1**). Tanto las tasas

de escaneo como los potenciales de paso se mantuvieron idénticos a los experimentos con CV lineal para tener un tiempo de intervalo de muestreo de 10 ms para todos los escaneos.

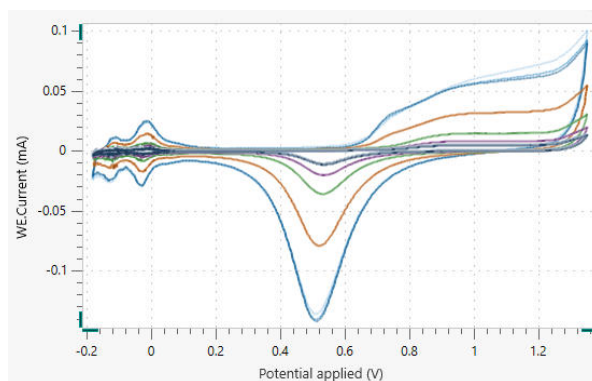


Figure 4. La escalera CV realizada en el electrodo de platino en ácido sulfúrico. Para los códigos de color, consulte la Tabla 1.

Los voltamogramas cíclicos lineales en **figura 3** exhiben picos en los potenciales negativos aplicados, asignados al proceso de adsorción/desorción de hidrógeno. Dichos picos se aplanan en los voltamogramas cíclicos de escalera que se muestran

en **Figura 4**.

Este comportamiento se destaca en **Figura 5**, donde se comparan los voltamogramas cíclicos registrados linealmente a 500 mV/s mediante voltamperometría lineal (en azul) y cíclica en escalera (en naranja).

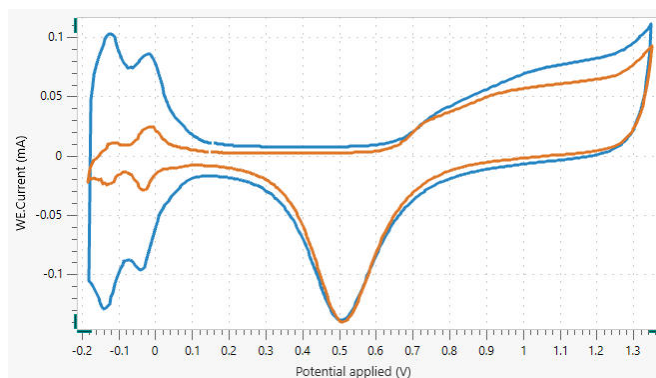


Figure 5. El voltamograma cíclico registrado a 500 mV/s utilizando CV lineal (azul) y CV en escalera (naranja).

La adsorción/desorción de hidrógeno es un proceso altamente capacitivo rápido y limitado en la superficie y ocurre en escalas de tiempo similares a la carga de la doble capa. En el caso de CV en escalera, debido a la naturaleza de «escalera» del perfil de potencial aplicado, no se muestrearán las corrientes de carga muy rápidas que resultan de cada paso aplicado en la

exploración de escalera. Esto conduciría a una corriente mucho más baja y errónea registrada para la región de adsorción-desorción de hidrógeno. En la nota de aplicación AN-EC-007 de Metrohm se encuentra una explicación más detallada de la diferencia entre los escaneos lineales y de escalera. [Nota de aplicación de Metrohm AN-EC-007](#)

CONCLUSIÓN

En esta nota de aplicación, se proporciona una comparación entre la voltamperometría lineal y cíclica en escalera en un electrodo de Pt en ácido sulfúrico. Una observación visual de los voltamogramas cíclicos muestra la necesidad de un CV lineal mediante un escaneo lineal para obtener una huella dactilar fiable

de la región de hidrógeno en los electrodos de platino.

La misma conclusión también es válida para muchas otras transferencias rápidas de electrones que ocurren en catalizadores inmovilizados en la superficie de un electrodo.

MÁS INFORMACIÓN

Puede obtener más información sobre esta nota de aplicación y el procedimiento de software INTELLO asociado con su distribuidor local de Metrohm. Puede

encontrar información adicional sobre las especificaciones del instrumento aquí:

[VIONIC powered by INTELLO](#)

CONTACT

Metrohm Hispania
Calle Aguacate 15
28044 Madrid

mh@metrohm.es

CONFIGURACIÓN



VIONIC

VIONIC es nuestro potencióstato/galvanostato de nueva generación que funciona con el nuevo software **INTELLO** de Autolab.

VIONIC ofrece las **especificaciones combinadas más versátiles de cualquier aparato individual** actualmente en el mercado.

- Tensión disponible: ± 50 V
- Corriente estándar: ± 6 A
- Frecuencia EIS: hasta 10 MHz
- Intervalo de muestreo: hasta 1 μ s

También se incluyen en el precio de VIONIC características que normalmente tendrían un coste adicional con la mayoría de los demás aparatos, como:

- Espectroscopía de impedancia electroquímica (EIS)
- Modo flotante seleccionable
- Second Sense (S2)
- Escaneo analógico