

# Razvoj elektrokemijskog generatora hipoklorita za dezinfekciju vode in situ

---

Defterdarović, Haris

Undergraduate thesis / Završni rad

2016

*Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj:* **University of Zagreb, Faculty of Chemical Engineering and Technology / Sveučilište u Zagrebu, Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije**

*Permanent link / Trajna poveznica:* <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:149:871651>

*Rights / Prava:* [In copyright](#)/[Zaštićeno autorskim pravom.](#)

*Download date / Datum preuzimanja:* **2024-07-03**



*Repository / Repozitorij:*

[Repository of Faculty of Chemical Engineering and Technology University of Zagreb](#)



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET KEMIJSKOG INŽENJERSTVA I TEHNOLOGIJE  
SVEUČILIŠNI PREDDIPLOMSKI STUDIJ

Haris Defterdarović

**ZAVRŠNI RAD**

Zagreb, rujan 2016.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU  
FAKULTET KEMIJSKOG INŽENJERSTVA I TEHNOLOGIJE  
SVEUČILIŠNI PREDDIPLOMSKI STUDIJ

Haris Defterdarović

**RAZVOJ ELEKTROKEMIJSKOG GENERATORA  
HIPOKLORITA ZA DEZINFEKCIJU VODE *in situ***

**ZAVRŠNI RAD**

Voditelj rada:

Prof. dr. sc. Sanja Martinez

Članovi ispitnog povjerenstva:

Prof. dr. sc. Sanja Martinez

Dr. sc. Suzana Sopčić, stručni suradnik

Dr. sc. Ivana Grčić, znanstveni suradnik

Zagreb, rujan 2016.

*Zahvaljujem voditeljici rada prof. dr. sc. Sanji Martinez na prihvaćanju voditeljstva i velikoj pomoći savjetima, objašnjenjima i susretljivosti tijekom izrade eksperimentalnog dijela rada, kao i na korisnim uputama i savjetima tijekom pisanja rada.*

*Zahvaljujem djelatnicima Zavoda koji su mi na bilo koji način pomogli tijekom izrade eksperimentalnog dijela rada.*

*Zahvaljujem mojoj obitelji, kao i svim prijateljima i kolegama na podršci i razumijevanju koju su mi pružali tijekom školovanja.*

# SAŽETAK

Voda je bitan sastojak svih živih organizama, a neophodna je i nenadomjestiva kao hrana za ljude i životinje, kao predmet i sredstvo rada u mnogim industrijama, kao proizvodno sredstvo u poljoprivredi, šumarstvu i ribarstvu i za održavanje prirodnog okoliša.

Kod vode za piće vrlo je važno održavanje njezine kakvoće u organoleptičkom i bakteriološkom smislu u čemu nezaobilaznu ulogu imaju postupci dezinfekcije vode. Za dezinfekciju vode danas su u širokoj primjeni različite metode koje se temelje na kemijskim ili fizikalnim procesima.

Cilj ovog završnog rada bilo je dobivanje hipokloritne kiseline postupkom elektrolize koja bi se *in situ* upotrebljavala za dezinfekciju vode.

Kao anode korištene su titanske elektrode tipa 1A, 4A i 10A, a kao katoda korištena je grafitna elektroda. Elektroliza se provodila u dvije kombinacije elektrolita. U prvoj je otopina natrijeva klorida bila katolit, a destilirana voda anolit. U drugoj se kombinaciji otopina natrijeva klorida nalazila u oba prostora elektrokemijske ćelije. Produkti nastali elektrolizom u anodnom prostoru ispitivani su cikličkom voltametrijom.

U provedenim pokusima elektrolize u kojima je u katodnom prostoru membranske elektrokemijske ćelije u početnom stanju bila otopina natrijevog klorida, a u anodnom prostoru destilirana voda, na temelju dobivenih cikličkih voltamograma zaključeno je da je primjenom bilo koje od ispitivanih elektroda 1A, 4A ili 10A, dobivena hipokloritna kiselina.

U pokusima u kojima je u oba prostora membranske elektrokemijske ćelije u početnom stanju bila otopina natrijeva klorida, na temelju dobivenih cikličkih voltamograma zaključeno je da primjenom bilo koje od ispitivanih elektroda 1A, 4A ili 10A, nije dobivena hipokloritna kiselina. Usporedbom s literaturno dostupnim podacima zaključeno je da su dobivene krivulje cikličkih voltamograma karakteristične za otopinu natrijeva klorida.

U daljnjim istraživanjima potrebno je ispitati utjecaj procesnih parametara na konverziju reaktanata, te djelotvornost hipokloritne kiseline kao sredstva za dezinfekciju vode *in situ*.

Ključne riječi: elektroliza, hipokloritna kiselina, ciklička voltometrija

# SUMMARY

Water is essential ingredient of all living organisms. It is vital and irreplaceable as food and feed, as the subject and mean of the work in many industrial branches, agriculture, forestry and fishery and for environmental preservation.

It is very important for potable water to ensure its quality especially regarding organoleptic and microbiological parameters. Water disinfection procedures plays unavoidable role. Different methods for water disinfection, based on chemical or physical techniques, are widely applied today.

The objective of this bachelor graduate thesis was to obtain hypochlorous acid by the mean of electrolysis, thus enabling *in situ* application of it for water disinfection.

Electrodes of the type 1A, 4A and 10A were used as anodes, and graphite electrode as cathode. Electrolysis was performed in two combinations of electrolyte. In the first one water solution of sodium chloride was used as catholyte, and distilled water as anolyte. In the second one sodium chloride solution was in both spaces of electrolytic cell. Products obtained by electrolysis in anodic space of the cell were investigated by the use of cyclic voltammetry.

On the basis of the obtained cyclic voltammograms it was concluded that in the experiments in which in the cathodic space of the membrane electrochemical cell solution of sodium chloride was charged and in anodic space distilled water, by the application of any electrode between 1A, 4A or 10A hypochlorous acid was obtained.

In the experiments in which in both anodic and cathodic spaces water solution of sodium chloride was charged, by the use of any electrode between 1A, 4A and 10A, no hypochlorous acid was obtained. It was concluded on the basis of the obtained cyclic voltammograms, as well. By the comparison with literature data it was found that curves of cyclic voltammograms are characteristic for sodium chloride solution.

In further research the influence of the process parameters at reactant conversion should be studied. Efficiency of the obtained hypochlorous acid *in situ* as water disinfectant should be studied, as well.

Key words: electrolysis, hypochlorous acid, cyclic voltammetry

# Sadržaj

1	UVOD .....	1
2	OPĆI DIO .....	2
2.1	HIPOKLORITNA KISELINA .....	2
2.2	DOBIVANJE HIPOKLORITNE KISELINE .....	3
2.3	PARAMETRI KOJI UTJEČU NA ISHODNI REZULTAT ELEKTROKEMIJSKE REAKCIJE .....	4
2.3.1	ODABIR ELEKTRODA .....	5
2.3.2	PROCESNI PARAMETRI .....	6
2.4	ELEKTROLIZA.....	7
2.5	CIKLIČKA VOLTAMETRIJA .....	9
3	EKSPERIMENTALNI DIO .....	11
3.1	Materijali i metode .....	11
3.2	Provedba mjerenja .....	11
3.2.1	Snimanje krivulje ovisnosti jakosti struje o potencijalu .....	11
3.2.2	Mjerenje otpora .....	12
3.2.3	Mjerenje pH i električne provodnosti elektrolita .....	13
3.2.4	Određivanje hipokloritne kiseline cikličkom voltametrijom .....	14
4	REZULTATI .....	16
4.1	Snimanje krivulje ovisnosti jakosti struje o potencijalu .....	16
4.2	Mjerenje otpora .....	18
4.3	Mjerenje pH i električne provodnosti elektrolita .....	22
4.4	Dokazivanje hipokloritne kiseline cikličkom voltametrijom .....	24
5	RASPRAVA .....	33
6	ZAKLJUČAK.....	36
7	POPIS SIMBOLA .....	37
8	LITERATURA.....	38
9	ŽIVOTOPIS.....	40

# 1 UVOD

Voda je najrasprostranjenija kapljevina na Zemlji. Smatra se da voda čini više od dvije trećine površine Zemlje, od čega oko 4 % otpada na slatke vode (podzemne vode, slatkovodna jezera i rijeke), a ostatak su slane (mora i oceani). Voda je i bitan sastojak svih živih organizama o kojoj ovisi njihovo preživljavanje. Neophodna je i nenadomjestiva kao hrana za ljude i životinje, kao predmet i sredstvo rada u mnogim industrijama, kao proizvodno sredstvo u poljoprivredi, šumarstvu i ribarstvu i za održavanje prirodnog okoliša.

Kod vode za piće nezaobilazno je održavanje njene kakvoće u organoleptičkom i bakteriološkom smislu. U postizanju te kakvoće veliku i nezaobilaznu ulogu imaju postupci dezinfekcije vode. Za dezinfekciju vode danas su u širokoj primjeni različite metode koje se temelje na kemijskim ili fizikalnim procesima.

U ovom radu opisan je elektrokemijski postupak dobivanja hipokloritne kiseline u elektrokemijskom generatoru s membranom, a koja se *in situ* može primijeniti za dezinfekciju vode.



## 2 OPĆI DIO

Proces pripreme vode za piće čine filtracija, dezinfekcija, fina filtracija i skladištenje vode u vodospremnici. Za dezinfekciju vode koriste se metode temeljene na fizikalnim i kemijskim procesima.

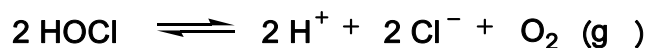
Fizikalnim dezinfekcijskim procesima mikroorganizmi se iz vode uklanjaju zračenjem i to ultraljubičastim i ionizirajućim, zagrijavanjem na povišenu temperaturu, ultrazvukom ili propuštanjem kroz membranske filtere. Glavni nedostatak fizikalnih metoda je nemogućnost skladištenja na duže vrijeme tako dezinficirane vode.<sup>1</sup>

U kemijskim metodama dezinfekcije vode upotrebljavaju se ozon, klor, natrijev hipoklorit ili klorov dioksid. Ova kemijska sredstva, uz to što ubijaju mikroorganizme, svojim svojstvima omogućuju skladištenje vode kroz duži vremenski period.<sup>1</sup> Stoga su kemijska sredstva za dezinfekciju vode u upotrebi već desetljećima.

Osim fizikalnih i kemijskih metoda dezinfekcije vode, od tridesetih godina prošlog stoljeća, sve širu primjenu nalazi elektrokemijska metoda.<sup>1</sup>

### 2.1 HIPOKLORITNA KISELINA

Hipokloritna kiselina, strukturne formule HOCl, predstavnik je klora stupnja oksidacije + 1. Ubraja se u kategoriju slabih kiselina. Njena konstanta disocijacije iznosi  $K = 3,2 \times 10^{-8}$  mol/L. Standardni redoks potencijal redukcije hipokloritne kiseline u elementarni klor iznosi  $E^0 = + 1,63$  V zbog čega se svrstava u jaka oksidacijska sredstva, jača čak i od klora i permanganata. Redukcija hipokloritne kiseline ne staje na kloru, već može ići i do klorida jer je i elementarni klor jako oksidacijsko sredstvo. Poznata je isključivo vodena otopina hipokloritne kiseline koja je vrlo nepostojana zbog čega se djelomično razlaže prema sljedećoj jednadžbi:<sup>2</sup>



Hipokloritna kiselina tvori soli hipoklorite, koji se dobivaju disproporcioniranjem hipokloritne kiseline u lužnatoj otopini kako je prikazano jednadžbom:

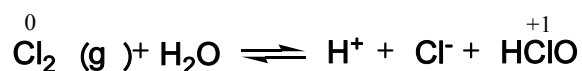


Hipokloriti su stabilniji od same hipokloritne kiseline ukoliko se nalaze u dovoljno lužnatoj otopini. Soli hipokloritne kiseline, kao i sama hipokloritna kiselina, su jaka oksidacijska sredstva, ali slabija od hipokloritne kiseline. Stoga hipokloritna kiselina može oksidirati vlastite soli.<sup>2</sup>

Hipokloritna kiselina se upotrebljava za dezinfekciju vode jer djeluje u nekoliko sekundi, dok njena sol, koja se također koristi kao dezinfekcijsko sredstvo, djeluje tek nakon trideset minuta.<sup>3,4</sup>

## 2.2 DOBIVANJE HIPOKLORITNE KISELINE

Hipokloritna kiselina se može dobiti kemijskim i elektrokemijskim putem. Kemijskim putem se dobiva u malim količinama disproporcioniranjem otopljenog klora u vodi prema sljedećoj jednadžbi:

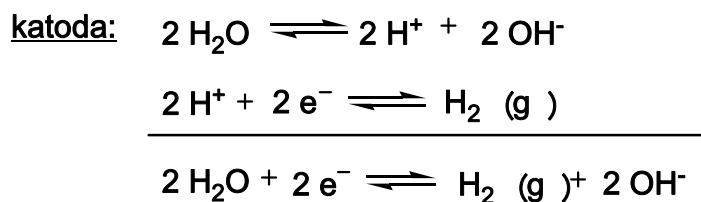


Ravnoteža disproporcioniranja se može pomaknuti udesno uklanjanjem vodikovih ( $\text{H}^+$ ) i kloridnih ( $\text{Cl}^-$ ) iona pomoću srebrova oksida,  $\text{Ag}_2\text{O}$ , pri čemu nastaje netopljivi talog srebrova klorida,  $\text{AgCl}$ .<sup>2</sup>

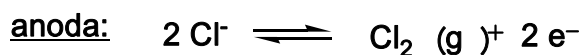
Elektrokemijskim putem hipokloritna kiselina dobiva se elektrolizom vodene otopine natrijeva klorida,  $\text{NaCl(aq)}$ . Elektrolizer se sastoji od katodnog i anodnog prostora koji su odijeljeni membranom. Membrana je izrađena od sintrovanog polietilena ili polipropilena odgovarajućih veličina pora kako bi se postigao neometani prolazak kloridnih iona prema anodi. Skuplja verzija membrane je ionski izmjenjivač koji zahtjeva veće dimenzije i elektrolizera i svih drugih komponenti sustava. Uloga membrane je sprečavanje miješanja elektrolita u katodnom i anodnom prostoru kako ne bi došlo do nastanka natrijeva hipoklorita,  $\text{NaOCl}$ . Vodena otopina natrijeva klorida ide u katodni prostor dok u anodni prostor ide destilirana voda.

Na katodi se mogu odvijati redukcija natrija ili redukcija vode. Upotrebom živine katode, zbog prenapona vodika na živi, dolazi do izlučivanja natrija. U korist izlučivanja natrija ide i velika koncentracija natrijevih iona dok se koncentracija izlučenog elementarnog natrija smanjuje zbog stvaranja natrijeva amalgama. Ukoliko se ne koristi živina katoda tada se odvija redukcija vode pri čemu nastaje vodik ( $\text{H}_2$ ) i hidroksidni ioni ( $\text{OH}^-$ ). S obzirom da

je natrijev klorid disociran u vodi, natrijevi ioni reagiraju s nastalim hidroksidnim ionima pri čemu nastaje natrijeva lužina, a disocirani kloridni ioni putuju kroz membranu prema pozitivnom polu, odnosno anodi.



Na anodi dolazi do oksidacije kloridnih iona pri čemu nastaje elementarni klor ( $\text{Cl}_2$ ). Nastali klor se disproporcionira prema gore navedenoj jednadžbi kemijskog postupka dobivanja hipokloritne kiseline.



Kao anoda upotrebljava se dimenzijski stabilna anoda (DSA) izrađena od titana koji je presvučen rutenij oksidom ili titan dioksidom. Prinos hipokloritne kiseline na DSA elektrodi je veći nego na grafitnoj ili platinskoj.

Kao katoda upotrebljava se titanska elektroda. Iz katodnog prostora izlazi otopina koja sadržava  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Cl}^-$  i  $\text{OH}^-$  ione. Uparavanjem otopine na izlazu iz katodnog prostora izlučuje se natrijev klorid ( $\text{NaCl}$ ), a u otopini zaostaje natrijeva lužina ( $\text{NaOH}$ ). Nastala otopina  $\text{NaOH}$  sadržava malu koncentraciju kloridnih iona koji se vrlo teško izlučuju. Ovo je i razlogom što se takva otopina ne može upotrebljavati u industrijskim procesima u kojima je potrebna velika čistoća natrijeve lužine.<sup>5,6</sup>

## 2.3 PARAMETRI KOJI UTJEČU NA ISHODNI REZULTAT ELEKTROKEMIJSKE REAKCIJE

Pri dobivanju hipokloritne kiseline za dezinfekciju vode *in situ* potrebno je odabrati odgovarajuće elektrode te optimirati procesne parametre kako bi prinos hipokloritne kiseline bio zadovoljavajući. Parametri koji utječu na uspješnost procesa mogu se podijeliti u dvije skupine.

### 2.3.1 ODABIR ELEKTRODA

Prva skupina je odabir odgovarajućih svojstava elektroda kako bi se na njima mogla odvijati željena elektrokemijska reakcija uz što manju potrošnju električne struje. Drugu skupinu čine procesni parametri kao na primjer koncentracija otopine natrijeva klorida (NaCl), gustoća struje, temperatura elektrolitne otopine, pH elektrolitne otopine, protok elektrolita i hidrodinamički uvjeti u sustavu.

Pri odabiru elektroda najvažnije je odabrati odgovarajući materijal za elektrokemijsku reakciju kako prenapon ne bi bio prevelik ili kako tijekom elektrolize ne bi došlo do razlaganja elektrode. Svojstva elektrode koje ona mora zadovoljavati podrazumijevaju nužno dobru elektrokatalitičku aktivnost, odličnu stabilnost pod uvjetima otvorenoga strujnoga kruga, te da su lako dostupne na tržištu po prihvatljivoj cijeni. Ukoliko se ne može udovoljiti svim tim zahtjevima sa tehnološkog stanovišta prihvatljivija je elektroda koja ima lošija elektrokatalitička svojstva, ali mora imati bolju stabilnost.<sup>7,8</sup>

#### **Anoda**

Za dobivanje hipokloritne kiseline najpogodniji materijal za izradu anode je titan presvučen slojem plemenitog oksida. S geometrijskog stanovišta najpogodnije je da je anoda izrađena u obliku mrežice, jer se na taj način mjehurići klora koji nastaju na anodi razbijaju te se povećava njihova topljivost u otopini. Kada je anoda mrežastog oblika tada je prenapon na anodi mali, a iskorištenje struje je veliko.<sup>7,8</sup>

#### **Katoda**

Kao materijal za izradu katode najpogodniji je titan. Kao i kod anode najpogodniji geometrijski oblik je mrežasti kako bi se, u ovom slučaju mjehurići vodika koji se razvijaju katodnom reakcijom, razbijali na njenoj površini. Na katodi se osim vodika stvaraju i hidroksidni ioni koji s  $\text{Ca}^{2+}$  i  $\text{Mg}^{2+}$  ionima prisutnima u tvrdoj vodi, tvore magnezijeve i kalcijeve hidrokside. Nastali kalcijev i magnezijev hidroksid talože se na površini elektrode što dovodi do povećanja pada napona. Za ispiranje istaloženih soli elektroda se ispiru otopinom klorovodične kiseline. Ovaj postupak se može izbjeći upotrebom destilirane vode.<sup>7,8</sup>

## 2.3.2 PROCESNI PARAMETRI

### Koncentracija natrijeva klorida

Elektrokemijsko dobivanje hipokloritne kiseline provodi se u 3,5 %-tnoj otopini natrijeva klorida. U nekim se postupcima upotrebljava čak i morska voda, ali zbog prisutnosti drugih nepoželjnih primjesa koje mogu utjecati na tijek procesa elektrolize, primjerenija je upotreba laboratorijski pripremljene otopine.

### Gustoća struje i temperatura

Količina struje koja prolazi kroz sustav je gustoća struje i ona opisuje koliko je struje prošlo po jediničnoj površini elektrode. Pri dobivanju hipokloritne kiseline povećanjem gustoće struje raste i koncentracija hipokloritne kiseline. Međutim, kontinuirano povećanje gustoće struje dovodi i do povećanja temperature u elektrokemijskoj ćeliji posljedica čega može biti termički raspad hipokloritne kiseline.

### Protok

Protok je direktno povezan s koncentracijom hipokloritne kiseline, gustoćom struje i stupnjem reakcijske konverzije, a time i iskorištenja same elektrolize.

### Hidrodinamički uvjeti u sustavu

Kako bi se poboljšala doprema reaktanata na površinu elektroda potrebno je u sustav uvesti miješanje. Osim miješanja uspješnost procesa se postiže i ugrađivanjem usmjeravajućih kanala na površinu elektroda čime se poboljšava kontakt između reaktanata i elektrode.

### pH anodnog prostora

O vrijednosti pH otopine ovisi da li će u anodnom prostoru nastati hipokloritna kiselina, HClO, ili hipokloriti, ClO<sup>-</sup>. Naime, pri pH > 8,5 u otopini će prevladavati hipokloriti, a pri pH < 5,5 prevladavat će hipokloritna kiselina. Pri pH većem od 10 u otopini se gotovo isključivo nalaze samo hipokloriti, dok pri neutralnom pH otopina sadržava oko 75 % nedisocirane hipokloritne kiseline i 25 % hipoklorita.<sup>9</sup>

## 2.4 ELEKTROLIZA

Elektroliza je nespontana redoks-reakcija koja se provodi pomoću vanjskog izvora električnog napona. Smjer struje koja teče kroz elektrokemijsku ćeliju suprotnoga je smjera od reakcije koja bi se spontano odvijala između dva redoks-sustava koji sudjeluju u elektrodnim reakcijama. Kako bi električna struja iz vanjskog izvora električnog napona mogla teći kroz elektrokemijsku ćeliju vanjski napon mora biti veći od elektromotorne sile članka. Ukoliko je napon vanjskog izvora manji od elektromotorne sile članka, struja neće teći kroz članak. Elektrokemijska ćelija nije ništa drugo nego galvanski članak u kojemu su elektrode spojene električnim vodičem i vanjskim izvorom električnoga napona.

Kada na elektrode elektrokemijske ćelije narinemo vanjski napon, koji se postupno s vremenom povećava, već pri malim vrijednostima narinutoga napona kroz elektrokemijsku ćeliju počinje teći električna struja. Jakost struje je na početku vrlo mala, ali postepeno raste dok narinuti napon ne postigne vrijednosti kada jakost struje naglo poraste. Vrijednost narinutoga napona kod kojega je došlo do naglog rasta jakosti struje naziva se napon razlaganja. Zbog narinutoga napona na jednoj od elektroda se odvija redukcija, a na drugoj oksidacija.

Pri malim vrijednostima jakosti struje na katodi i anodi se odvijaju elektrokemijske reakcije, te su aktiviteti elektroaktivnih tvari na površini elektroda manji od jediničnog aktiviteta. Kada se na površinama elektroda postignu jedinični aktiviteti elektroaktivnih tvari dolazi do naglog porasta jakosti struje, te je u tom trenutku vrijednost narinutoga napona jednaka razlici standardnih elektrodnih potencijala jednog i drugog redoks-sustava. Teorijski napon razlaganja izračunava se iz razlike ravnotežnih potencijala elektroda:

$$E_{\text{razlaganja}} = E_{\text{katode}} - E_{\text{anode}}$$

Napon razlaganja ima negativni predznak jer se odnosi na nespontani proces, a promjena slobodne entalpije ima pozitivnu vrijednost. Eksperimentalna vrijednost napona razlaganja uvijek ima veću vrijednost od teoretski izračunatoga napona razlaganja. Razlog je što potencijali elektroda moraju biti veći od ravnotežnih potencijala kako bi kroz elektrokemijsku ćeliju mogla teći struja određene jakosti. Razlika između potencijala elektroda pri kojemu se postiže određena jakost struje i ravnotežnoga potencijala naziva se prenapon elektrodne reakcije, a označava se malim grčkim slovom eta,  $\eta$ . Vrijednost prenapona ovisi o mnogim kinetičkim parametrima, a ovi pak o nekoliko čimbenika od kojih su dva najvažnija materijal elektrode i omski otpor. Što se materijala elektrode tiče u radu s

elektrodama načinjenim od izrazito mekih metala kao što su kositar, cink, olovo i živa potreban je izrazito veliki prenapon.<sup>10</sup> Drugi čimbenik koji utječe na vrijednost prenapona je omski otpor. Omski otpor se definira kao otpor koji otopina elektrokemijske ćelije pruža električnoj struji, odnosno usmjerenom gibanju naboja. Kako bi se postiglo protjecanje struje kroz elektrokemijsku ćeliju omski otpor se svladava većim narinutim naponom. Prema Ohmovom zakonu višak napona dan je jednadžbom:

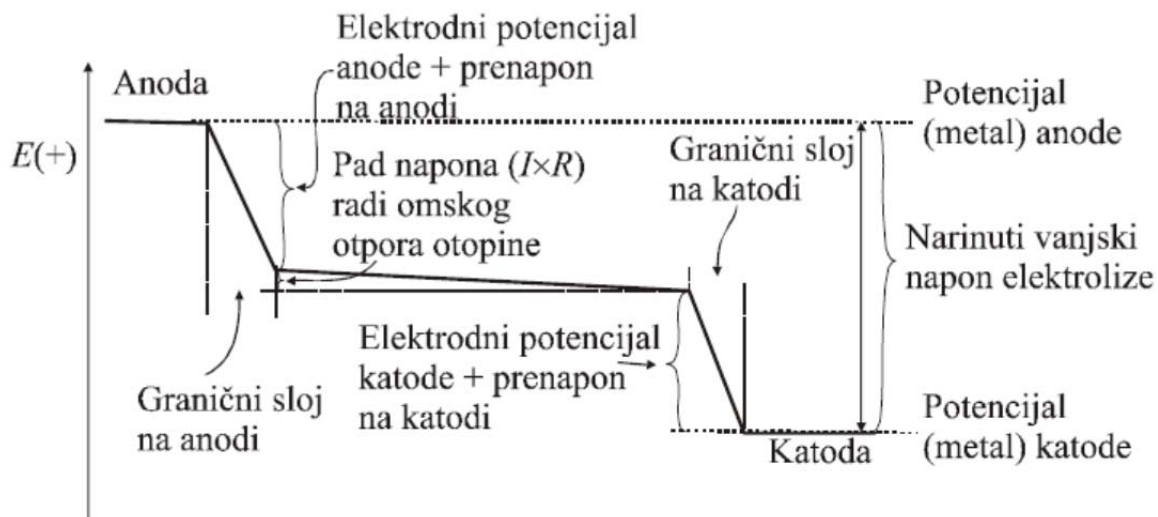
$$E = I \cdot R$$

a uvrštavanjem u jednadžbu za napon razlaganja, radni napon elektrolize jednak je:

$$E_{\text{elektrolize}} = (E_{\text{katode}} + \eta_{\text{katode}}) - (E_{\text{anode}} + \eta_{\text{anode}}) - I \cdot R$$

gdje su  $E_{\text{katode}}$  i  $E_{\text{anode}}$  ravnotežni elektrodni potencijali redoks-sustava katode i anode, a  $\eta_{\text{katode}}$  i  $\eta_{\text{anode}}$  prenaponi na katodi i anodi koji omogućuju prolaz određene jakosti struje kroz katodu i anodu, a  $I \cdot R$  je višak napona potreban za svladavanje omskog otpora elektrokemijske ćelije. Negativan predznak viška napona  $I \cdot R$  upućuje na nespontanost procesa.

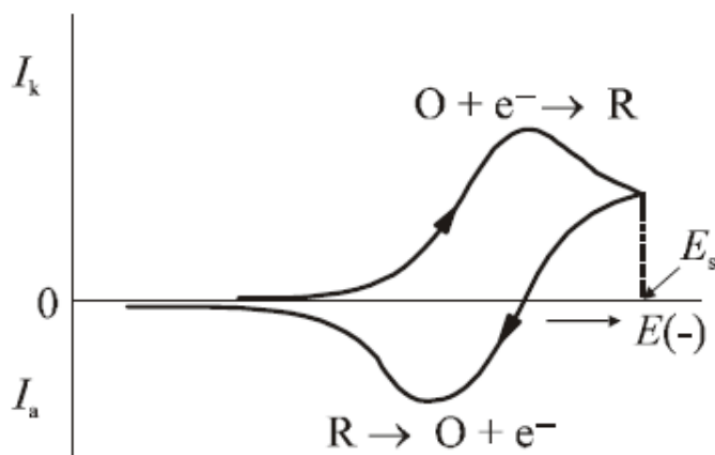
Ukupni radni napon elektrolize čine tri razlike potencijala u elektrokemijskoj ćeliji. Dvije razlike potencijala su posljedica pada napona na graničnoj površini elektroda-otopina, a treća razlika potencijala je posljedica pada napona kroz otopinu ćelije (Slika 1).<sup>10</sup>



**Slika 1.** Razdioba narinutoga vanjskog napona elektrolize kroz elektrokemijsku ćeliju.<sup>10</sup>

## 2.5 CIKLIČKA VOLTAMETRIJA

Ciklička voltametrija pripada u skupinu elektroanalitičkih postupaka mjerenja u kojima je signal pobude linearno promijenjivi potencijal, a signal odziva je struja koja se mjeri kao funkcija narinutog potencijala. Postupak se temelji na linearnoj promijeni početnoga potencijala radne elektrode,  $E_{\text{poč.}}$  s vremenom, do konačnog potencijala,  $E_{\text{kon.}}$  i natrag. Rezultat ovakve linearne trokutaste pobude je elektrokemijska reakcija na elektrodi koja se registrira krivuljom struja-potencijal. Brzina promjene potencijala može se mijenjati u širokom rasponu od 0,04 do 1000 V/s. Upravo zbog toga ciklička voltametrija se može upotrebljavati za ispitivanje kako sporih, tako i brzih elektrodnih reakcija. Signal odziva u cikličkoj voltametriji ima karakteristični oblik s dva vrha koji predstavljaju maksimalnu vrijednost katodne i anodne reakcije, a grafički prikaz cikličke voltametrije se naziva ciklički voltamogram (Slika 2).<sup>11</sup>



**Slika 2.** Signal odziva cikličke voltametrije.<sup>11</sup>

Tijekom provedbe cikličke voltametrije signal pobude mijenja smjer. Na početku mjerenja napon signala pobude postaje negativan, čime signal odziva, odnosno struja postaje katodna struja te se odvija reakcija redukcije elektrodoksidanta (O). Redukcijom elektrodoksidanta (O) dolazi do smanjenja njegove koncentracije na površini elektrode, a koncentracija elektrooksidanta (R) na površini elektrode se povećava. Smanjenjem koncentracije dolazi do uspostavljanja koncentracijskog profila tvari O kao funkcija udaljenosti od površine elektrode što uzrokuje difuziju čestica tvari O iz otopine prema površini elektrode.



S obzirom da se koncentracija elektrooksidanta (R) na površini elektrode povećava dolazi do uspostavljanja koncentracijskog profila elektrooksidanta (R) te on difundira s površine elektrode u otopinu.

Kod određene potencijala  $E_s$  (Slika 2) potencijal postaje pozitivan. Pri tom potencijalu odvija se trenutačna redukcija svih čestica elektroreduktanda (O) koje pristignu na površinu elektrode. Koncentracija elektroreduktanda (O) na površini elektrode tada je praktički nula te se pojavljuje maksimalni tok njegovih čestica iz otopine prema površini elektrode. Kada potencijal postane pozitivniji od formalnog elektrodnog potencijala redoks-reakcije, struja postaje anodna struja te započinje oksidacija elektrooksidanta (R). Struja ćelije tada je jednaka razlici katodne (pozitivne) i anodne (negativne) struje. Pri određenom potencijalu anodna struja postiže maksimalnu vrijednost, a nakon toga počinje padati dok ne dođe na vrijednost početne struje.

Tijekom provedbe cikličke voltametrije na površini elektrode odvijaju se tri procesa koji se s obzirom na brzinu prijenosa naboja mogu svrstati u sljedeće skupine:

- a) **reverzibilni proces** - brzina prijenosa naboja je puno veća od difuzije pa se na površini elektrode konstantno uspostavlja ravnoteža dana Nernstovom jednadžbom. U ovom procesu vrijednost struje ovisi o dopremi reaktanta na površinu elektrode.
- b) **ireverzibilni proces** - brzina difuzije je mnogo veća od prijenosa naboja te struja slijedi Butler-Volmerovu jednadžbu.
- c) **kvazireverzibilni proces** - proces koji se pri malim brzinama promjene potencijala ponaša reverzibilno, a porastom brzine pokazuje odstupanje od reverzibilnog ponašanja.

## 3 EKSPERIMENTALNI DIO

### 3.1 Materijali i metode

U ovom radu korištene su sljedeće otopine, uređaji i tipovi elektroda:

- 1) 3,5 %-tna vodena otopina natrijeva klorida, NaCl
- 2) 10 %-tna otopina sumporne kiseline, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>
- 3) Destilirana voda
- 4) Redestilirana voda
- 5) Potenciostat-galvanostat „PalmSens<sup>3cc</sup>“
- 6) pH-metar LAB860
- 7) Multimetar Oakton PCD 650
- 8) Program *PSTrace 4.5*
- 9) Potenciometar Laboratory Power Supply EA-PS 3016-20B
- 10) Multimetar UNI-T UT30C
- 11) Elektrokemijska ćelija sa sinter staklom
- 12) Magnetska mješalica
- 13) Troelektrodni sustav:
  - a) Radna elektroda: tri titanske elektrode sa različitom hrpavošću površine (1A, 4A, 10A), geometrijske površine  $A = 0,03848 \text{ cm}^2$
  - b) Protuelektroda: grafitna elektroda
  - c) Indikatorske elektrode: zasićena kalomelna elektroda i platinska elektroda

### 3.2 Provedba mjerenja

#### 3.2.1 Snimanje krivulje ovisnosti jakosti struje o potencijalu

Način spajanja aparature za snimanje krivulje ovisnosti jakosti struje o potencijalu je sljedeći: u ćeliju sa sinter staklom istovremeno je u anodni prostor stavljeno 100 mL destilirane vode, a u katodni prostor 10 mL 3,5 %-tne vodene otopine natrijeva klorida, ubačen magnetski mješlač, te je ćelija stavljena na magnetsku mješalicu. Radna i indikatorske elektrode postavljene su u anodni prostor, a protuelektroda u katodni prostor. Snop od četiri žice sa različito obojenim kontaktima (crvena, zelena, plava i crna) spojene su u potenciostat-galvanostat „PalmSens<sup>3cc</sup>“. Dodatne dvije žice spojene su tako da je jedna spojena u plus, a

druga u minus utičnicu pH-metra LAB860. Snop žica sa obojenim kontaktima spojen je kako slijedi: crvena na radnu elektrodu, crna na protuelektrodu, a plava na zasićenu kalomelnu elektrodu. Žica iz plus utičnice pH-metra spojena je na referentnu elektrodu, a druga žica iz minus utičnice spojena je na zasićenu kalomelnu elektrodu. U programu *PSTrace 4.5* odabrana je opcija *Linear Sweep* u kojoj su postavljeni parametri prikazani u Tablici 1. Brzina miješanja iznosila je 335 rpm. Mjerenje su provedena u različitim kombinacijama elektrolita i to svaka kombinacija sa svakom od tri tipa elektroda.

U drugom tipu mjerenja kao elektrolit upotrebljena je u oba elektrodna prostora 3,5 %-tna otopina natrijeva klorida, a u trećem tipu destilirana voda. Daljni tijek provedbe anodne polarizacije u ova dva tipa mjerenja jednak je gore opisanome.

**Tablica 1.** Postavke parametara u programu *PSTrace 4.5* za tehniku *Linear Sweep*.

<b>Početni parametri</b>	
$E_{\text{condition}}$	0,0 V
$t_{\text{condition}}$	0 s
$E_{\text{deposition}}$	0,0 V
$t_{\text{deposition}}$	0 s
<b><i>Linear Sweep</i> parametri</b>	
$t_{\text{equilibrium}}$	1000,0 s
$E_{\text{begin}}$	0,0 V
$E_{\text{end}}$	2,0 V
$E_{\text{step}}$	0,002 V
Scan rate	0,01 V/s

### 3.2.2 Mjerenje otpora

Način spajanja aparature za mjerenje krivulje ovisnosti jakosti struje o potencijalu kao i postavke parametara za opciju *Linear Sweep* programa *PSTrace 4.5* opisan je u poglavlju 3.2.1 Snimanje krivulje ovisnosti jakosti struje o potencijalu.

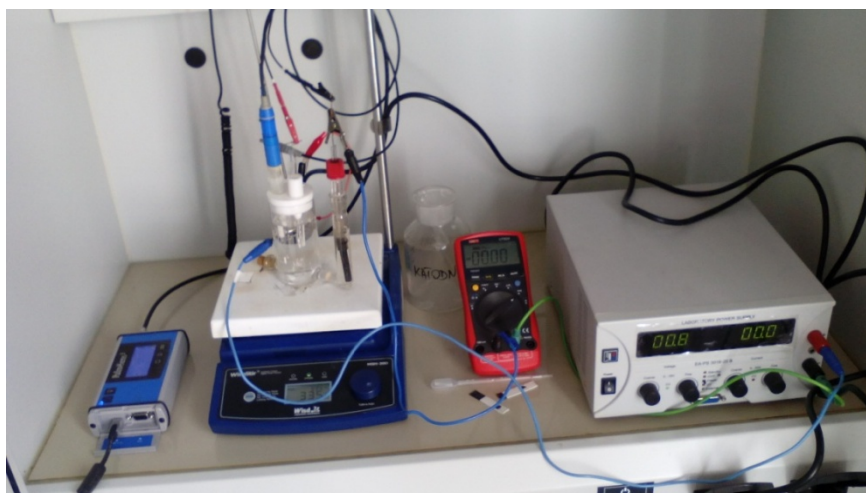
Nakon završetka mjerenja ovisnosti jakosti struje o potencijalu u programu *PSTrace 4.5* pod Technique odabrana je opcija *Impedance Spectroscopy* te parametri postavljeni kako je navedeno u Tablici 2. Nastajanje produkta mjereno je u različitim kombinacijama elektrolita i to svaka kombinacija sa svakom od tri tipa elektroda.

U drugom tipu mjerenja u odnosu na elektrolit kao elektrolit upotrebljena je u oba elektrodna prostora 3,5 %-tna otopina natrijeva klorida, a u trećem tipu destilirana voda. Daljni tijek provedbe anodne polarizacije u ova dva tipa mjerenja jednak je opisanome u poglavlju 3.2.1 Snimanje krivulje ovisnosti jakosti struje o potencijalu.

**Tablica 2.** Postavke parametara u programu *PSTrace 4.5* za impedancijsku spektroskopiju.

Impedancijska spektroskopija	
$E_{dc}$	upisati potencijal koji program pokazuje
$E_{ac}$	0,01 V
$n$ frequencies	5
Max frequencies	50000 Hz
Min frequencies	50000 Hz
$t$ Min sampling	0,01 s
$t$ Max sampling	200,0 s

### 3.2.3 Mjerenje pH i električne provodnosti elektrolita



**Slika 3.** Aparatura za dobivanje hipokloritne kiseline.

Slika 3 prikazuje aparaturu za mjerenje pH i električne provodnosti elektrolita. Način spajanja elektrokemijske ćelije te elektroda na vanjski izvor napona i uređaje za praćenje struje i potencijala je sljedeći: u ćeliju sa sinter staklom istovremeno je u anodni prostor stavljeno 100 mL destilirane vode, a u katodni prostor 10 mL 3,5 %-tne vodene otopine natrijeva klorida, ubačen magnetski mješač, te je ćelija stavljena na magnetsku mješalicu.

Radna i indikatorske elektrode postavljene su u anodni prostor, a protuelektroda u katodni prostor. Snop od četiri žice sa različito obojenim kontaktima (crvena, zelena, plava i crna) spojene su u potencio-stat-galvanostat „PalmSens<sup>3c</sup>“. Dodatne dvije žice spojene su tako da je jedna spojena u plus, a druga u minus utičnicu potenciometru Laboratory Power Supply EA-PS 3016-20B. Žica koja ide iz plusa spojena je na anodu, a žica koja ide iz minusa u multimetar UNI-T UT30C. Multimetar UNI-T UT30C spojen je na protuelektrodu. Snop žica sa obojenim kontaktima spojen je kako slijedi: crvena na radnu elektrodu, crna na protuelektrodu, a plava na zasićenu kalomelnu elektrodu. U programu *PSTrace 4.5* odabrana je opcija *Linear Sweep* u kojoj su postavljeni parametri prikazani u Tablici 1. Brzina miješanja iznosila je 335 rpm. Uključenjem Laboratory Power Supply EA-PS 3016-20B dobiven je potencijal i nastala struja praćena je na multimetru UNI-T UT30C. Pri tome jakost struje nije smjela biti veća od 16 mA i tijekom mjerenja vrijednost struje morala je biti konstantna.

Nakon završetka elektrolize otopina iz anodnoga prostora ćelije prelivena je u čašu te su izmjereni pH i električna provodnost elektrolita upotrebom multimetra Oakton PCD 650. Elektroda multimetra Oakton PCD 650 prije uranjanja u otopinu isprana je destiliranom vodom. Nakon očitavanja vrijednosti pH elektroda je isprana prije ponovnog uranjanja u anolit. Na multimetru Oakton PCD 650 tipkom F3 odabrano je mjerenje električne provodnosti elektrolita, uronjena elektroda te je pričekano dok se vrijednosti na zaslonu nisu ustabilile.

U drugom tipu mjerenja kao elektrolit koristila se 3,5 %-tna otopina natrijeva klorida u oba prostora elektrokemijske ćelije.

Navedena dva tipa mjerenja u odnosu na elektrolit provedena su sa sva tri tipa elektroda. Po završetku mjerenja elektroda je isprana i uronjena natrag u otopinu KCl.

### **3.2.4 Određivanje hipokloritne kiseline cikličkom voltametrijom**

Postupak provedbe elektrolize te način spajanja elektrokemijske ćelije i elektroda na vansjki izvor napona, te uređaje za mjerenje struje i potencijala opisan je u poglavlju 3.2.3 Mjerenje pH i električne provodnosti elektrolita. Nakon završetka elektrolize otopina iz anodnoga prostora ćelije prelivena je u čašu.

Prije mjerenja cikličkom voltametrijom pripremljena je radna elektroda poliranjem  $\text{Al}_2\text{O}_3$  prahom te ispiranjem etanolom i redestiliranom vodom. U cikličkoj voltametrijom

platinska elektroda je radna. Elektrode su postavljene u elektrokemijsku ćeliju s 10 %-tnom sumpornom kiselinom ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) u kojoj je radna elektroda polarizirana u rasponu potencijala  $E_{\text{poč}} = -0,5 \text{ V}$  do  $E_{\text{kon}} = 1,7 \text{ V}$ , uz brzinu promjene potencijala  $0,1 \text{ Vs}^{-1}$  i broj ciklusa 30. Elektrode su preseljene u čašu s anolitom te je u programu *PSTrace 4.5* odabrana opcija *Cyclic Voltammetry* i postavljeni su parametri navedeni u Tablici 3. Nakon završetka mjerenja elektrode su isprane redestiliranom vodom.

U drugom tipu mjerenja kao elektrolit koristila se 3,5 %-tna otopina natrijeva klorida u oba prostora elektrokemijske ćelije. Navedena dva tipa mjerenja u odnosu na elektrolit provedena su sa sva tri tipa elektroda.

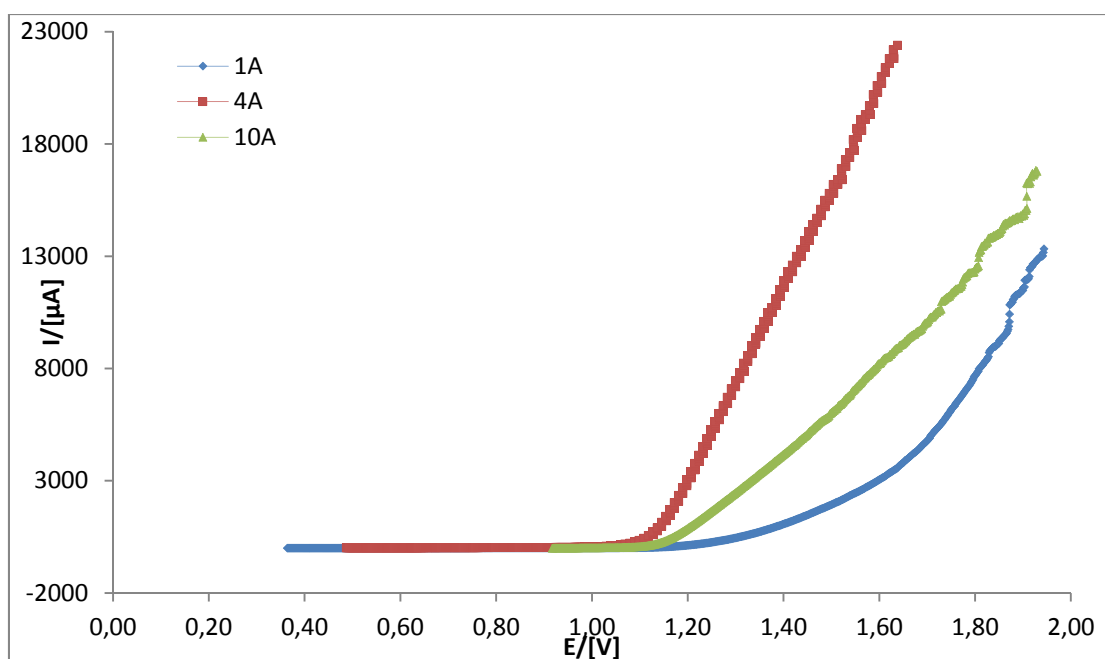
**Tablica 3.** Postavke parametara u programu *PCTrace 4.5* za cikličku voltametriju.

<b>Ciklička voltametrija</b>	
$E_{\text{equilibrium}}$	0 s
$E_{\text{begin}}$	potencijal koji pokazuje uređaj
$E_{\text{vertex1}}$	-0,5 V
$E_{\text{vertex2}}$	1,7 V
$E_{\text{step}}$	0,005
Scan Rate	0,1 V/s
Broj ciklusa	4

## 4 REZULTATI

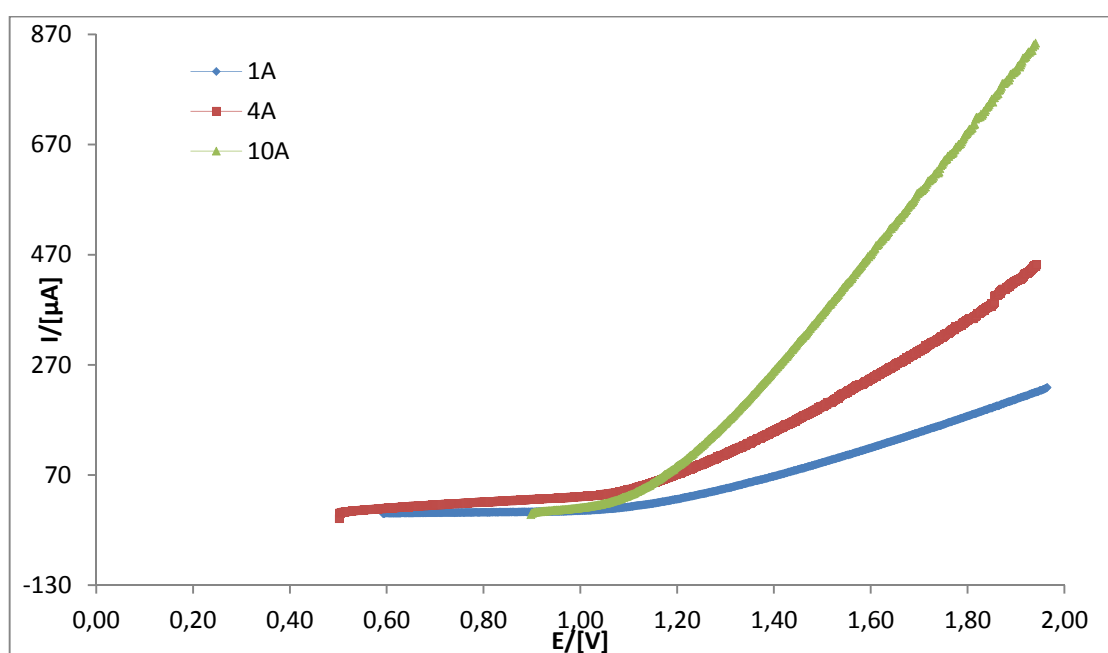
### 4.1 Snimanje krivulje ovisnosti jakosti struje o potencijalu

Na Slici 4 prikazan je strujni odziv elektroda 1A, 4A, 10A u ovisnosti o potencijalu. Mjerenje je provedeno u elektrolitnoj otopini 3,5 %-tne vodene otopine natrijeva klorida, NaCl, u području potencijala od 0,0 V do 2,0 V uz brzinu promjene potencijala 0,01 V/s. Struja se u početku mjerenja ne mijenja dok narinuti potencijal ne postigne odgovarajuću vrijednost nakon čega struja linearno raste. Vrijednost narinutog potencijala pri kojemu dolazi do naglog rasta struje ovisi o tipu elektrode. Narinuti potencijal pri kojemu je došlo do linearnog rasta struje za elektrodu 1A iznosi 1,50 V, za elektrodu 4A iznosi 1,10 V, dok za elektrodu 10A iznosi 1,14 V. Maksimalno izmjerena jakost struje u danj elektrolitnoj otopini iznosila je za elektrodu 1A 13300  $\mu\text{A}$ , za elektrodu 4A 22400  $\mu\text{A}$ , a za elektrodu 10A 16800  $\mu\text{A}$ . Vrijednost potencijala izmjerena pH-metrom LAB860 na početku i na kraju mjerenja iznosi 0,364 V odnosno 0,974 V za elektrodu 1A, 0,359 V odnosno 1,144 V za elektrodu 4A te 0,917 V odnosno 1,133 V za elektrodu 10A. Tijekom mjerenja na obje elektrode dolazi do intenzivnog razvijanja mjehurića plina. Prema mirisu koji se osjetio iz anodnog prostora zaključeno je da se radi o kloru,  $\text{Cl}_2(\text{g})$ .



**Slika 4.** Grafički prikaz ovisnosti struje o potencijalu kada se u oba prostora elektrokemijske ćelije koristi 3,5 %-tna vodena otopina NaCl.

Na Slici 5 prikazan je strujni odziv elektroda 1A, 4A, 10A u ovisnosti o potencijalu. Mjerenje je provedeno u različitim elektrolitnim otopinama. Kao elektrolit u katodnom prostoru koristila se 3,5 %-tna vodena otopina natrijeva klorida, NaCl, a u anodnom prostoru kao elektrolit koristila se destilirana voda. Područje potencijala u kojem je izvedeno mjerenje je od 0,0 V do 2,0 V uz brzinu promjene potencijala 0,01 V/s. Prva zabilježena točka mjerenja elektroda 4A i 10A pokazuje blago negativne vrijednosti struje nakon čega slijedi kontinuirani rast. Sva tri tipa elektroda pokazuju nagli rast vrijednosti struje pri sličnoj vrijednosti narinutog potencijala. Vrijednost narinutog potencijala pri kojoj dolazi do naglog rasta struje za elektrodu 1A iznosi 1,21 V, za elektrodu 4A iznosi 1,18 V, a za elektrodu 10A ona je 1,20 V. Maksimano izmjerena jakost struje iznosila je za elektrodu 1A 229  $\mu\text{A}$ , za elektrodu 4A 452  $\mu\text{A}$  a za elektrodu 10A 854  $\mu\text{A}$ . Vrijednost potencijala izmjerena pH-metrom LAB860 na početku i na kraju mjerenja iznosi 0,594 V odnosno 0,979 V za elektrodu 1A, 0,506 V odnosno 1,017 V za elektrodu 4A, te 0,898 V odnosno 1,114 V za elektrodu 10A. Tijekom mjerenja na anodi dolazi do razvijanja sitnih mjehurića plina, dok na katodi nema vidljivog razvijanja mjehurića plina. Prema mirisu koji se osjetio iz anodnog prostora zaključeno je da se radi o kloru,  $\text{Cl}_2(\text{g})$ .

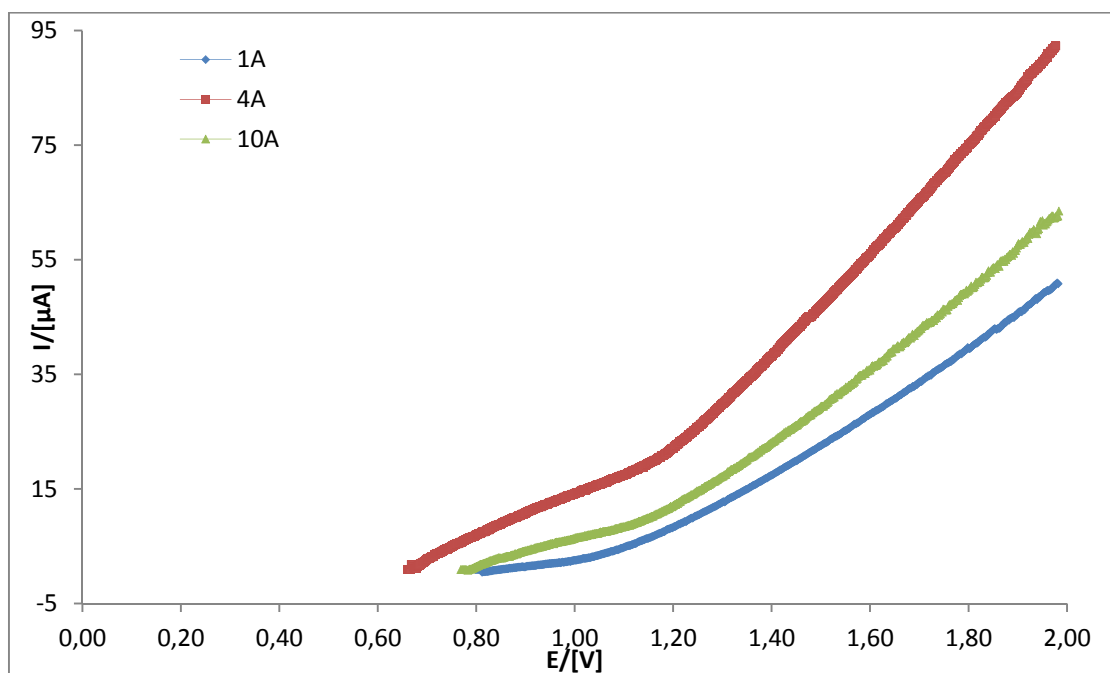


**Slika 5.** Grafički prikaz ovisnosti struje o potencijalu kada se kao katolit koristi 3,5 %-tna vodena otopina NaCl, a kao anolit destilirana voda.

Na Slici 6 prikazan je strujni odziv elektroda 1A, 4A, 10A u ovisnosti o potencijalu. Kao elektrolitna otopina korištena je destilirana voda u oba prostora elektrokemijske ćelije. Područje potencijala u kojem je izvedeno mjerenje je od 0,0 V do 2,0 V uz brzinu promjene



potencijala 0,01 V/s. Struja od samog početka mjerenja pokazuje linearni rast. Krivulja je podijeljena u dva dijela. Prvi dio krivulje pokazuje linearni rast vrijednosti struje uz manji nagib u odnosu na drugi dio krivulje. Vrijednost narinutog potencijala pri kojem dolazi do naglog rasta struje gotovo je identičan za elektrode 4A i 10A, dok elektroda 1A pokazuje blago odstupanje. Vrijednosti narinutog potencijala su sljedeće: za elektrodu 1A 1,17 V, za elektrodu 4A 1,21 V, a za elektrodu 10A 1,22 V. Maksimalno izmjerena vrijednost struje iznosila je za elektrodu 1A 50,8  $\mu\text{A}$ , za elektrodu 4A 92,3  $\mu\text{A}$  a za elektrodu 10A 63,5  $\mu\text{A}$ . Vrijednost potencijala izmjerena pH-metrom LAB860 na početku i na kraju mjerenja iznosi 0,798 V odnosno 1,002 V za elektrodu 1A, 0,660 V odnosno 0,920 V za elektrodu 4A te 0,769 V odnosno 1,025 V za elektrodu 10A. Tijekom izvođenja pokusa nije bilo vidljivog razvijanja mjehurića plina ni na jednoj elektrodi.

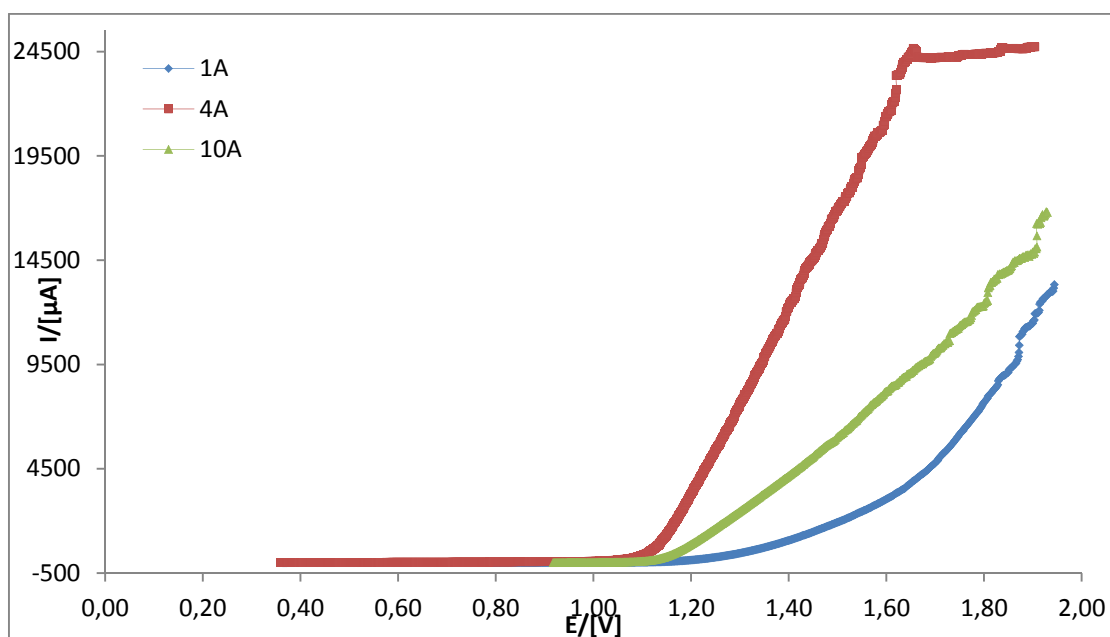


**Slika 6.** Grafički prikaz ovisnosti struje o potencijalu kada se kao elektrolit koristi destilirana voda u oba prostora elektrokemijske ćelije.

## 4.2 Mjerenje otpora

Na Slici 7 prikazan je strujni odziv elektroda 1A, 4A, 10A u ovisnosti o potencijalu. Mjerenje je provedeno u elektrolitnoj otopini 3,5 %-tne vodene otopine natrijeva klorida, NaCl, u području potencijala od 0,0 V do 2,0 V uz brzinu promjene potencijala 0,01 V/s.

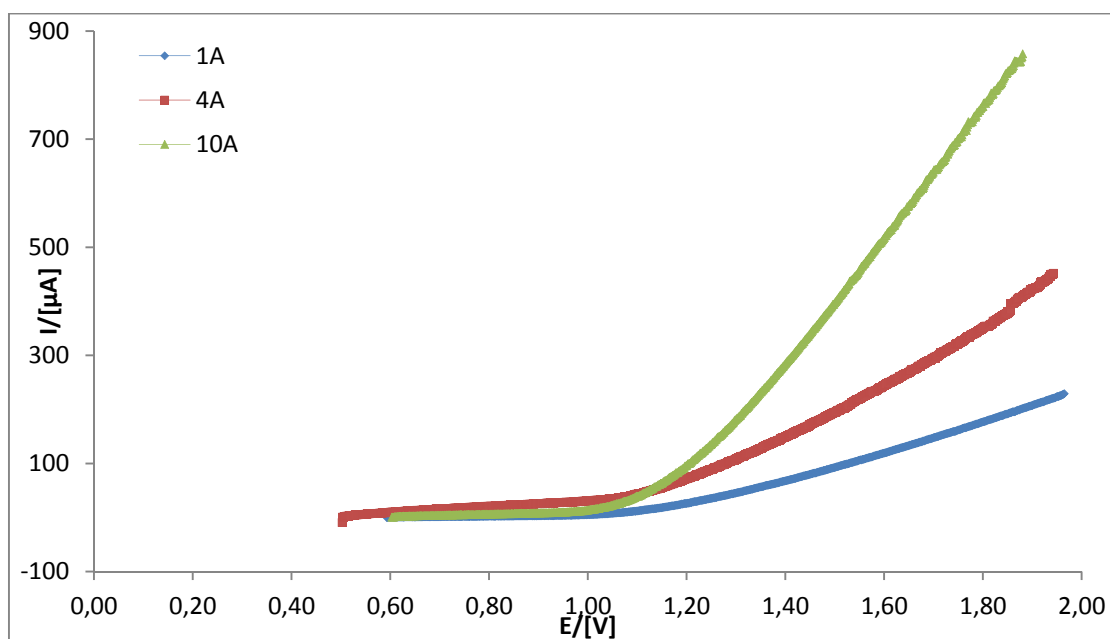
Struja se u početku mjerenja ne mijenja dok narinuti potencijal ne postigne odgovarajuću vrijednost nakon čega struja linearno raste. Na početku mjerenja sve tri elektrode pokazuju blago negativne vrijednosti struje nakon čega slijedi linearni rast. Vrijednost struje za elektrodu 4A se na kraju mjerenja stabilizira te ima gotovo nepromijenjenu vrijednost. Vrijednost narinutog potencijala pri kojem dolazi do naglog rasta struje ovisi o tipu elektrode. Vrijednost narinutog potencijala pri kojem dolazi do linearnog rasta struje za elektrodu 1A iznosi 1,56 V, za elektrodu 4A iznosi 1,13 V, dok je za elektrodu 10A iznosi 1,23 V. Maksimalno izmjerena vrijednost struje u danoj elektrolitnoj otopini iznosila je za elektrodu 1A 13300  $\mu\text{A}$ , za elektrodu 4A 24700  $\mu\text{A}$ , a za elektrodu 10A 16800  $\mu\text{A}$ . Vrijednost potencijala izmjerena pH-metrom LAB860 na početku i na kraju mjerenja iznosi 0,401 V odnosno 1,012 V za elektrodu 1A, 0,335 V odnosno 0,988 V za elektrodu 4A, te 0,768 V odnosno 1,141 V za elektrodu 10A. Otpor elektrolita u anodnom prostoru izmjeren nakon završetka reakcije iznosi je za elektrodu 1A 41,303  $\Omega$ , za elektrodu 4A 38,867  $\Omega$  te za elektrodu 10A 41,489  $\Omega$ . Tijekom mjerenja na obje elektrode dolazi do intenzivnog razvijanja mjehurića plina. Prema mirisu koji se osjetio iz anodnog prostora zaključeno je da se radi o kloru,  $\text{Cl}_2(\text{g})$ .



**Slika 7.** Grafički prikaz ovisnosti struje o potencijalu kada se u oba prostora elektrokemijske ćelije koristi 3,5 %-tna vodena otopina NaCl pri pokusu u kojemu se mjeri otpor.

Na Slici 8 prikazan je strujni odziv elektroda 1A, 4A, 10A u ovisnosti o potencijalu. Mjerenje je provedeno u različitim elektrolitnim otopinama. Kao elektrolit u katodnom

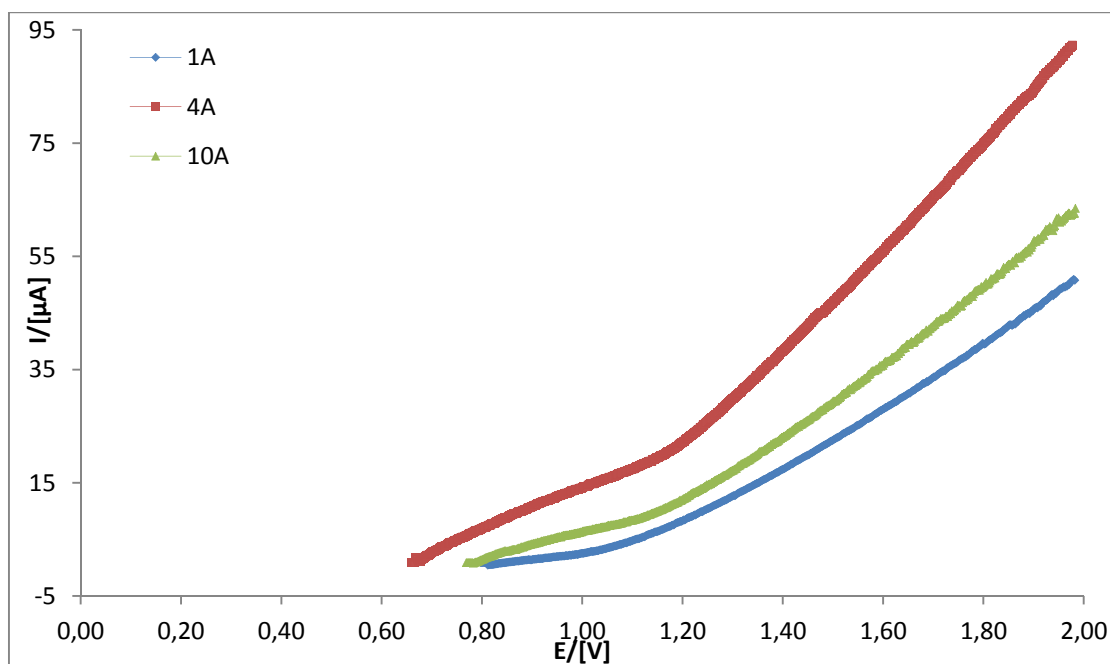
prostoru koristila se 3,5 %-tna vodena otopina natrijeva klorida, NaCl, a u anodnom prostoru kao elektrolit koristila se destilirana voda. Područje potencijala u kojem je izvedeno mjerenje je od 0,0 V do 2,0 V uz brzinu promjene potencijala 0,01 V/s. Prva točka mjerenja elektrode 4A pokazuje blago negativnu vrijednost struje nakon čega slijedi kontinuirani rast. Sva tri tipa elektroda pokazuju nagli rast vrijednosti struje pri sličnoj vrijednosti narinutog potencijala. Vrijednost narinutog potencijala pri kojoj dolazi do naglog rasta struje za elektrodu 1A iznosi 1,18 V, za elektrodu 4A iznosi 1,21 V, a za elektrodu 10A ona je 1,15 V. Maksimano izmjerena vrijednost struje iznosila je za elektrodu 1A 229  $\mu\text{A}$ , za elektrodu 4A 452  $\mu\text{A}$ , a za elektrodu 10A 858  $\mu\text{A}$ . Vrijednost potencijala izmjerena pH-metrom LAB860 na početku i na kraju mjerenja iznosi 0,498 V odnosno 0,980 V za elektrodu 1A, 0,512 V odnosno 1,021 V za elektrodu 4A, te 0,603 V odnosno 1,043 V za elektrodu 10A. Otpor elektrolita u anodnom prostoru izmjeren nakon završetka reakcije iznosi je za elektrodu 1A 1565  $\Omega$ , za elektrodu 4A 1265  $\Omega$ , te za elektrodu 10A 1401  $\Omega$ . Tijekom mjerenja na anodi dolazi do razvijanja sitnih mjehurića plina, dok na katodi nema vidljivog razvijanja mjehurića plina. Prema mirisu koji se osjetio iz anodnog prostora zaključeno je da se radi o kloru,  $\text{Cl}_2(\text{g})$ .



**Slika 8.** Grafički prikaz ovisnosti struje o potencijalu kada se kao katolit koristi 3,5 %-tna vodena otopina NaCl, a kao anolit destilirana voda pri pokusu u kojemu se mjeri otpor.

Na Slici 9 prikazan je strujni odziv elektroda 1A, 4A, 10A u ovisnosti o potencijalu. Kao elektrolitna otopina korištena je destilirana voda u oba prostora elektrokemijske ćelije.

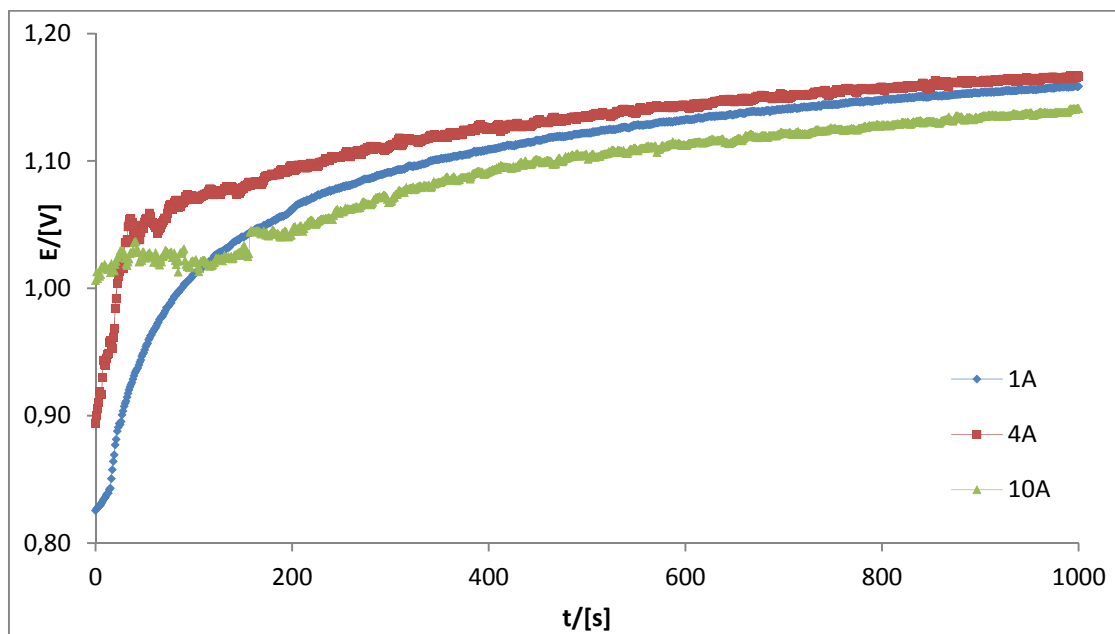
Područje potencijala u kojem je izvedeno mjerenje je od 0,0 V do 2,0 V uz brzinu promjene potencijala 0,01 V/s. Struja od samog početka mjerenja pokazuje linearni rast. Krivulja je podijeljena u dva dijela. Prvi dio krivulje pokazuje linearni rast vrijednosti struje uz manji nagib u odnosu na drugi dio krivulje. Vrijednost narinutog potencijala pri kojem dolazi do naglog rasta struje gotovo je identičan za elektrode 4A i 10A, dok elektroda 1A pokazuje blago odstupanje. Vrijednosti narinutog potencijala su sljedeće: za elektrodu 1A 1,15 V, za elektrodu 4A 1,22 V, a za elektrodu 10A 1,23 V. Maksimalno izmjerena vrijednost struje iznosila je za elektrodu 1A 50,8  $\mu\text{A}$ , za elektrodu 4A 92,1  $\mu\text{A}$ , a za elektrodu 10A 63,5  $\mu\text{A}$ . Otpor elektrolita u anodnom prostoru izmjeren nakon završetka reakcije iznosi je za elektrodu 1A 3473  $\Omega$ , za elektrodu 4A 2446  $\Omega$ , te za elektrodu 10A 2748  $\Omega$ . Vrijednost potencijala izmjerena pH-metrom LAB860 na početku i na kraju mjerenja iznosi 0,798 V odnosno 1,002 V za elektrodu 1A, 0,660 V odnosno 0,920 V za elektrodu 4A, te 0,769 V odnosno 1,025 V za elektrodu 10A. Tijekom izvođenja pokusa nije bilo vidljivog razvijanja mjehurića plina ni na jednoj elektrodi.



**Slika 9.** Grafički prikaz ovisnosti struje o potencijalu kada se kao elektrolit koristi destilirana voda u oba prostora elektrokemijske ćelije pri pokusu u kojemu se mjeri otpor.

### 4.3 Mjerenje pH i električne provodnosti elektrolita

Na Slici 10 prikazana je grafička ovisnost potencijala reakcije o vremenu trajanja elektrolize za elektrode 1A, 4A, 10A. Mjerenje je provedeno u različitim elektrolitnim otopinama. Kao elektrolit u katodnom prostoru koristila se 3,5 %-tna vodena otopina natrijeva klorida, NaCl, a u anodnom prostoru kao elektrolit koristila se destilirana voda. Vrijeme odvijanja elektrolize je 1000 s, a jakost struje je tijekom cijelo vremena odvijanja pokusa održavana na konstantnoj vrijednosti. Vrijednosti jakosti struje za svaku elektrodu prikazane su u Tablici 4. Konstantna jakost struje održavana je pomoću promjene vrijednosti narinutog potencijala. Vrijednosti narinutog potencijala na početku i na kraju mjerenja su sljedeće: za elektrodu 1A 15,0 V odnosno 13,8 V, za elektrodu 4A 16,3 V odnosno 14,1 V, a za elektrodu 10A 16,3 V odnosno 12,9 V. Tijekom odvijanja elektrolize došlo je do promjene pH, električne provodnosti te potencijala elektrolitne otopine u anodnom prostoru. Vrijednosti na početku (označene s 1) i na kraju mjerenja (označene s 2) prikazane su u Tablici 4. Tijekom mjerenja na obje elektrode dolazi do intenzivnog razvijanja mjehurića plina. Prema mirisu koji se osjetio iz anodnog prostora zaključeno je da se radi o kloru,  $\text{Cl}_2(\text{g})$ .



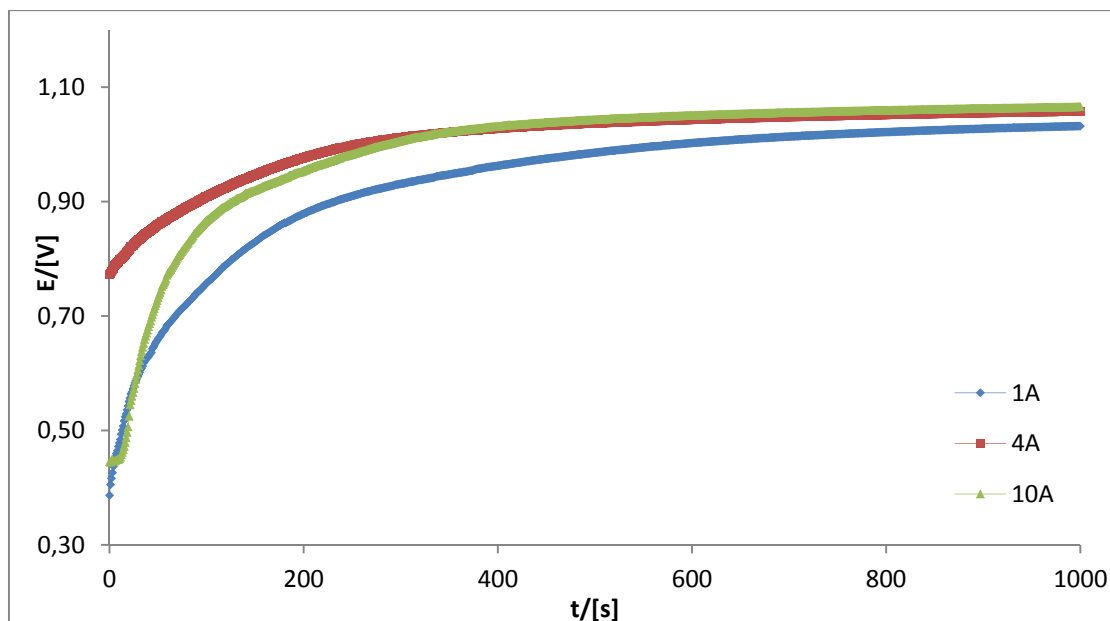
**Slika 10.** Grafički prikaz ovisnosti potencijala o vremenu trajanja elektrolize kada se kao katolit koristi 3,5 %-tna vodena otopina NaCl, a kao anolit destilirana voda radi mjerenja pH i električne provodnosti.

**Tablica 4.** Prikaz vrijednosti jakosti struje, pH, električne provodnosti te potencijala elektrolita prije i poslije elektrolize kada se kao katolit koristi 3,5%-tna vodena otopina NaCl, a kao anolit destilirana voda.

Tip elektrode	$I/[\text{mA}]$	$\text{pH}_1$	$\text{pH}_2$	$\kappa_1/[\text{mS/cm}]$	$\kappa_2/[\text{mS/cm}]$	$E_1/[\text{V}]$	$E_2/[\text{V}]$
1A	4,04	6,47	3,30	0,47610	1,497	0,791	1,160
4A	3,30	5,84	3,22	0,09657	1,124	0,900	1,166
10A	3,30	5,50	3,38	0,08827	1,255	0,603	1,143

Na Slici 12 prikazana je grafička ovisnost potencijala reakcije o vremenu trajanja elektrolize za elektrode 1A, 4A, 10A. Kao elektrolit u oba prostora elektrokemijske ćelije korištena je 3,5 %-tna vodena otopina natrijeva klorida, NaCl. Vrijeme odvijanja elektrolize je 1000 s, a jakost struje je tijekom cijelo vremena odvijanja pokusa održavana na konstantnoj vrijednosti. Vrijednosti jakosti struje za svaku elektrodu prikazane su u Tablici 5. Konstantna jakost struje održavana je pomoću promjene vrijednosti narinutog potencijala. Vrijednosti narinutog potencijala na početku i na kraju mjerenja su sljedeće: za elektrodu 1A 2,5 V odnosno 3,2 V, za elektrodu 4A 3,2 V odnosno 3,8 V, a za elektrodu 10A 4,1 V odnosno 4,9 V. Tijekom odvijanja elektrolize došlo je do promjene pH, električne provodnosti te potencijala elektrolitne otopine u anodnom prostoru. Vrijednosti na početku (označene s 1) i na kraju mjerenja (označene s 2) prikazane su u Tablici 5. Tijekom mjerenja na obje elektrode dolazi do intenzivnog razvijanja mjehurića plina. Prema mirisu koji se osjetio iz anodnog prostora zaključeno je da se radi o kloru,  $\text{Cl}_2(\text{g})$ .

Upotrebom elektrode 1A razvijanje mjehurića plina intenzivira se tek pred kraj mjerenja, a intenzitet razvijanja mjehurića plina pri upotrebi elektrode 4A je puno intenzivniji. Najjači intenzitet razvijanja mjehurića plina je prilikom korištenja elektrode 10A.



**Slika 12.** Grafički prikaz potencijala o vremenu trajanja elektrolize kada se u oba prostora elektrokemijske ćelije koristi 3,5 % vodena otopina NaCl radi mjerenja pH i električne provodnosti.

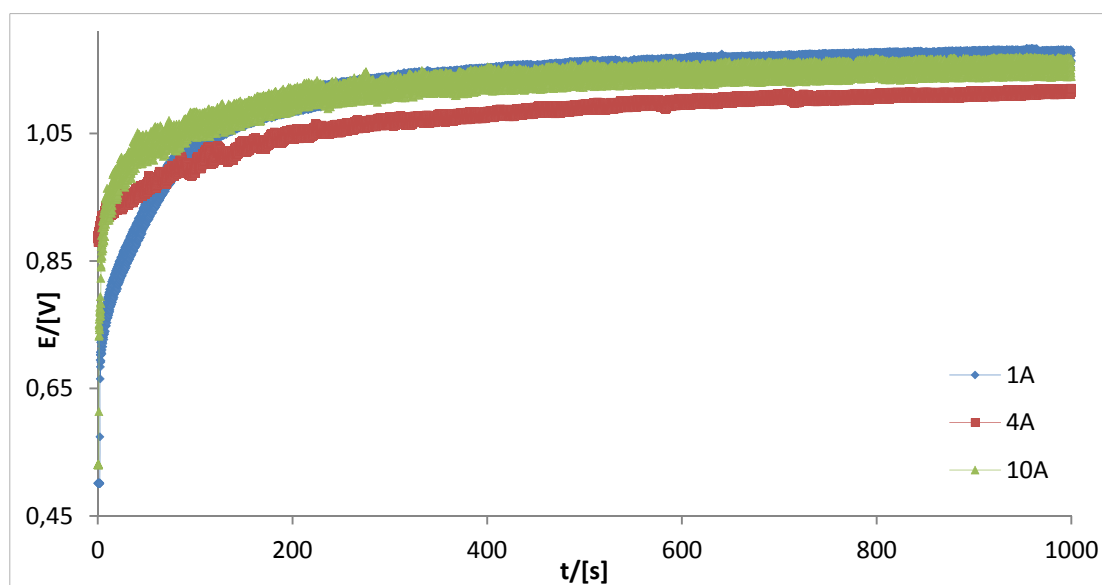
**Tablica 5.** Prikaz vrijednosti jakosti struje, pH, električne provodnosti te potencijala elektrolita prije i poslije elektrolize kada se kao elektrolit u oba prostora elektrokemijske ćelije koristi 3,5 %-tna vodena otopina NaCl.

Tip elektrode	$I$ /[mA]	pH <sub>1</sub>	pH <sub>2</sub>	$\kappa_1$ /[mS/cm]	$\kappa_2$ /[mS/cm]	$E_1$ /[V]	$E_2$ /[V]
1A	4,00	6,25	3,64	55,37	55,71	0,372	1,032
4A	7,00	5,86	3,33	57,86	58,09	0,373	1,058
10A	10,00	5,81	3,18	56,99	58,17	0,450	1,066

#### 4.4 Dokazivanje hipokloritne kiseline cikličkom voltametrijom

Na Slici 13 prikazana je grafička ovisnost potencijala reakcije o vremenu trajanja elektrolize za elektrode 1A, 4A, 10A. Mjerenje je provedeno u različitim elektrolitnim otopinama. Kao elektrolit u katodnom prostoru koristila se 3,5 %-tna vodena otopina natrijeva klorida, NaCl, a u anodnom prostoru kao elektrolit koristila se destilirana voda. Vrijeme odvijanja elektrolize je 1000 s, a jakost struje je tijekom cijelog vremena odvijanja pokusa održavana na konstantnoj vrijednosti. Vrijednosti jakosti struje za svaku elektrodu prikazane su u Tablici 6. Konstantna jakost struje održavana je pomoću promjene vrijednosti narinutog

potencijala. Vrijednosti narinutog potencijala na početku i na kraju mjerenja su sljedeće: za elektrodu 1A 16,1 V odnosno 14,9 V, za elektrodu 4A 15,6 V odnosno 13,9 V, a za elektrodu 10A 15,7 V odnosno 13,9 V. Tijekom odvijanja elektrolize došlo je do promjene potencijala elektrolitne otopine u anodnom prostoru. Vrijednosti na početku (označene s 1) i na kraju mjerenja (označene s 2) prikazane su u Tablici 6. Tijekom mjerenja na obje elektrode dolazi do intenzivnog razvijanja mjehurića plina. Razvijanje je intenzivnije na anodi. Prema mirisu koji se osjetio iz anodnog prostora zaključeno je da se radi o kloru,  $\text{Cl}_2(\text{g})$ .



**Slika 13.** Grafički prikaz ovisnosti potencijala o vremenu trajanja elektrolize kada se kao katolit koristi 3,5 %-tna vodena otopina NaCl, a kao anolit destilirana voda radi dokazivanja hipoklortine kiseline.

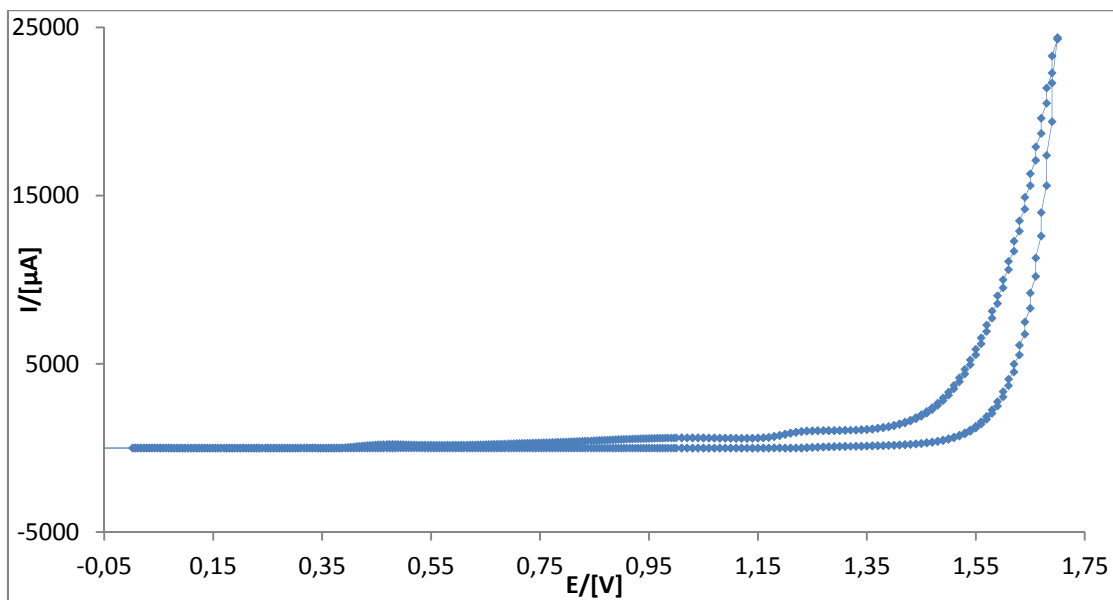
**Tablica 6.** Prikaz vrijednosti jakosti struje te potencijala elektrolita prije i poslije elektrolize kada se kao katolit koristi 3,5 %-tna vodena otopina NaCl, a kao anolit destilirana voda.

Tip elektrode	$I/[\text{mA}]$	$E_1/[\text{V}]$	$E_2/[\text{V}]$
1A	3,60	0,501	1,164
4A	3,00	0,886	1,113
10A	3,60	0,531	1,157

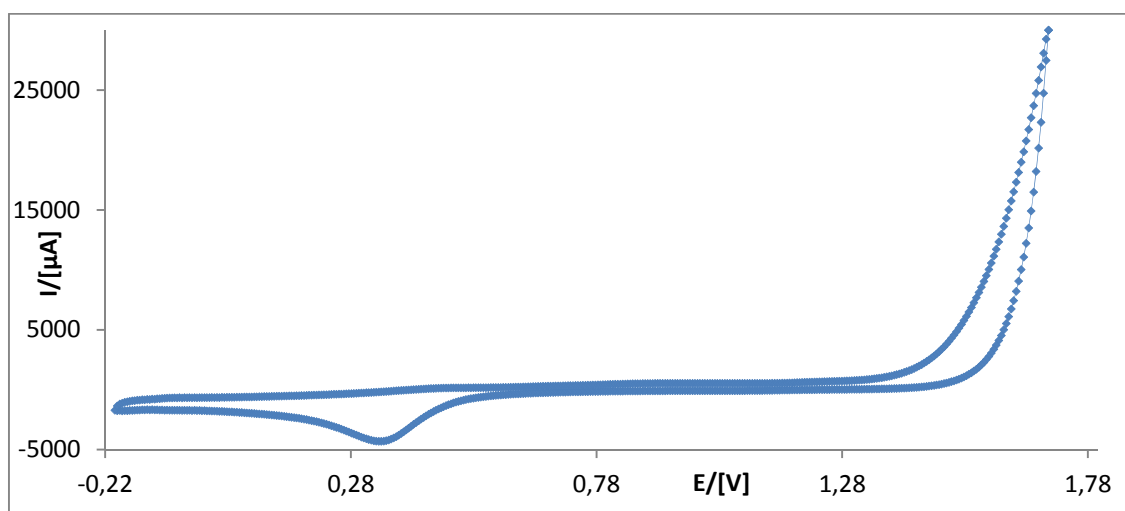
Na Slikama 14 do 16 prikazani su redom ciklički voltamogrami aktivacije platinske elektrode prije izvođenja cikličke voltametrije u elektrolitnoj otopini nastaloj u anodnom prostoru nakon elektrolize korištenjem elektrode 1A, 4A odnosno 10A. Ciklička voltametrija



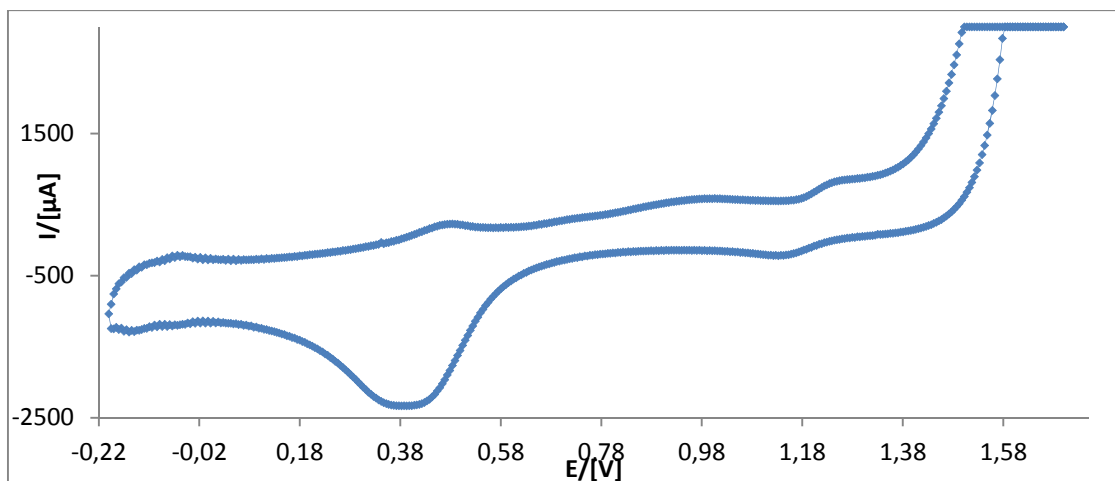
aktivacije platinske elektrode rađena je u području potencijala od  $-0,5$  V do  $1,7$  V uz brzinu promjene potencijala  $0,1$  V/s. Ciklički voltamogrami na Slikama 14 i 15 imaju sličan oblik krivulje kao i vrijednosti struje. Slika 16 pokazuje značajno odstupanje u obliku krivulje i vrijednostima struje u odnosu na prethodna dva voltamograma.



**Slika 14.** Ciklički voltamogram koji prikazuje aktivaciju platinske elektrode u 10 %-tnoj otopini sumporne kiseline,  $H_2SO_4$ , prije provedbe cikličke voltametrije u otopini nastaloj elektrolizom s elektrodom 1A.

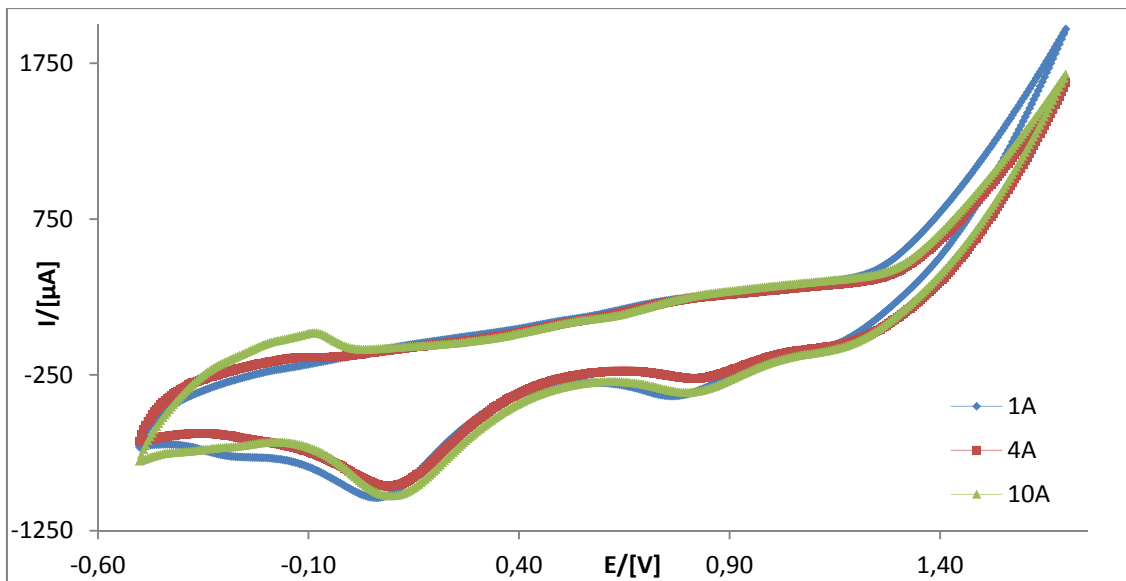


**Slika 15.** Ciklički voltamogram koji prikazuje aktivaciju platinske elektrode u 10 %-tnoj otopini sumporne kiseline,  $H_2SO_4$ , prije provedbe cikličke voltametrije u otopini nastaloj elektrolizom s elektrodom 4A.



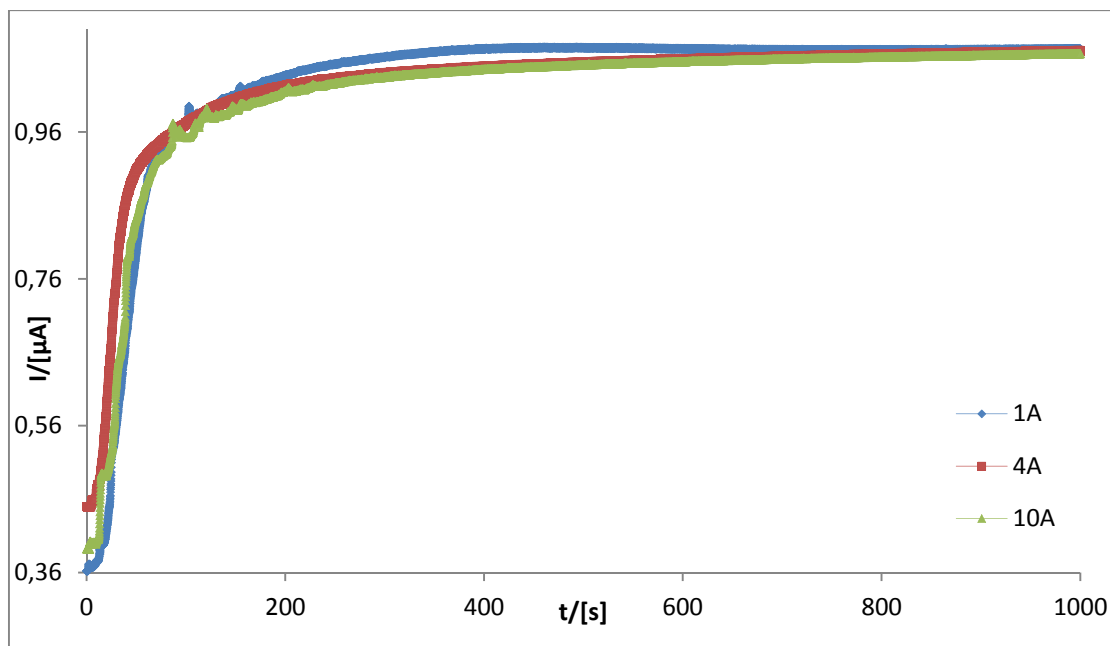
**Slika 16.** Ciklički voltamogram koji prikazuje aktivaciju platinske elektrode u 10 %-tnoj otopini sumporne kiseline,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , prije provedbe cikličke voltametrije u otopini nastaloj elektrolizom s elektrodom 10A.

Na Slici 17 prikazani su ciklički voltamogrami elektrolitnih otopina anodnog prostora nastalih elektrolizom. Elektroliti su na početku mjerenja bili različiti pa se tako u katodnom prostoru nalazila 3,5 %-tna vodena otopina natrijeva klorida,  $\text{NaCl}$ , a u anodnom prostoru destilirana voda. Voltamogrami su snimani u području potencijala od  $-0,5$  V do  $1,7$  V uz brzinu promjene potencijala  $0,1$  V/s. Svaka krivulja predstavlja jedan tip elektrode s kojom je izvedena elektroliza. Prva točka mjerenja nalazi se kod sve tri krivulje u području potencijala od  $1,05$  V do  $1,10$  V te nakon toga njene vrijednosti padaju. Vrijednost struje prve točke je negativna, te se smanjuje sve do potencijala  $-0,5$  V kada njena vrijednost počinje rasti. Krivulje se gotovo preklapaju te su im signali na istom mjestu što ukazuje da su produkti sve tri elektrolize isti.



**Slika 17.** Ciklički voltamogrami koji prikazuju dokazivanje hipokloritne kiseline dobivene nakon elektrolize kada se kao katolit koristi 3,5 %-tna vodena otopina NaCl, a kao anolit destilirana voda.

Na Slici 18 prikazana je grafička ovisnost potencijala reakcije o vremenu trajanja elektrolize za elektrode 1A, 4A, 10A. Kao elektrolit u oba prostora elektrokemijske ćelije korištena je 3,5 %-tna vodena otopina natrijeva klorida, NaCl. Vrijeme odvijanja elektrolize je 1000 s, a jakost struje je tijekom cijelo vremena odvijanja pokusa održavana na konstantnoj vrijednosti. Vrijednosti jakosti struje za svaku elektrodu prikazane su u Tablici 7. Konstantna jakost struje održavana je pomoću promjene vrijednosti narinutog potencijala. Vrijednosti narinutog potencijala na početku i na kraju mjerenja su sljedeće: za elektrodu 1A 3,5 V odnosno 4,2 V, za elektrodu 4A 4,2 V odnosno 4,7 V, a za elektrodu 10A 4,3 V odnosno 4,8 V. Tijekom odvijanja elektrolize došlo je do promjene potencijala elektrolitne otopine u anodnom prostoru. Vrijednosti na početku (označene s 1) i na kraju mjerenja (označene s 2) prikazane su u Tablici 7. Tijekom mjerenja na obje elektrode dolazi do intenzivnog razvijanja mjehurića plina. Prema mirisu koji se osjetio iz anodnog prostora zaključeno je da se radi o kloru,  $\text{Cl}_2(\text{g})$ .

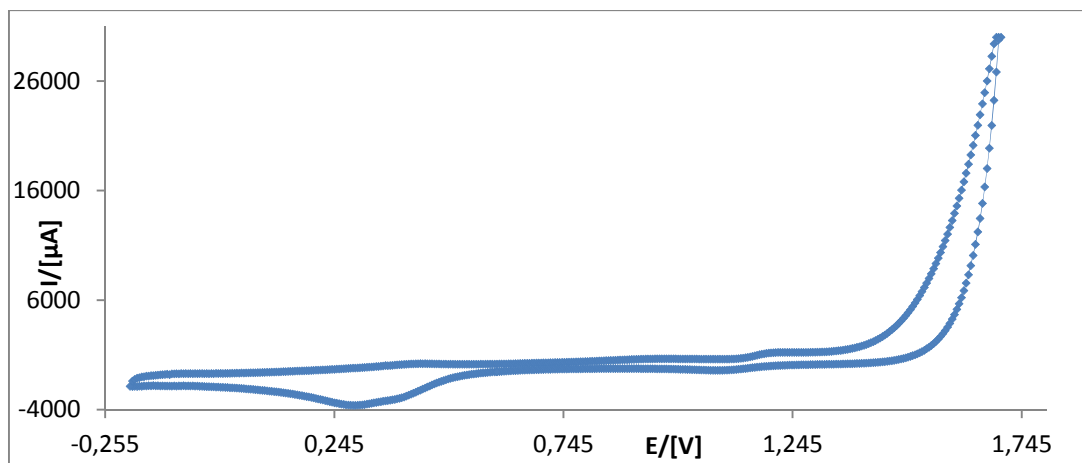


**Slika 18.** Grafički prikaz potencijala o vremenu trajanja elektrolize kada se u oba prostora elektrokemijske ćelije koristi 3,5 %-tna vodena otopina NaCl.

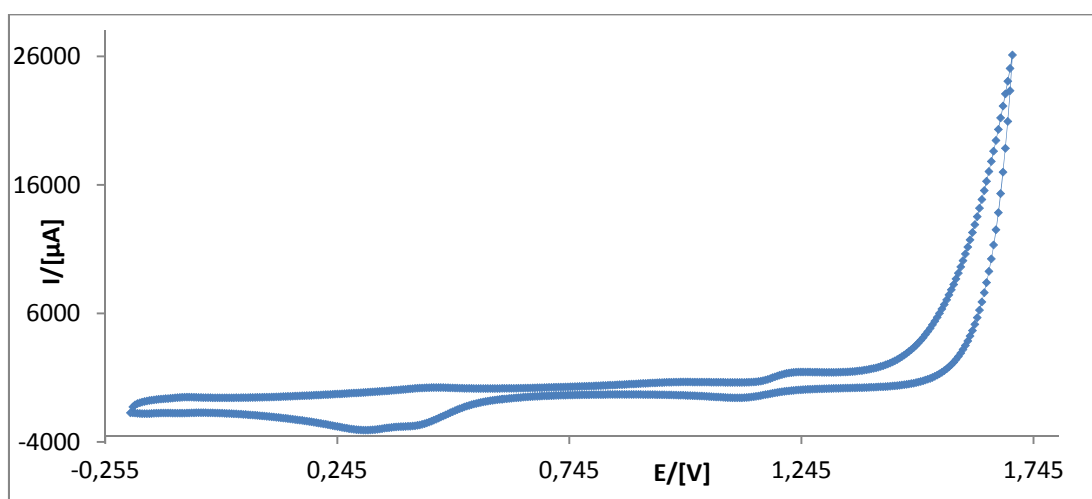
**Tablica 7.** Prikaz vrijednosti jakosti struje te potencijala elektrolita prije i poslije elektrolize kada se u oba prostora elektrokemijske ćelije koristi 3,5 %-tna vodena otopina natrijeva klorida, NaCl.

Tip elektrode	$I$ /[mA]	$E_1$ /[V]	$E_2$ /[V]
1A	10,00	0,362	1,073
4A	10,00	0,450	1,071
10A	10,00	0,392	1,067

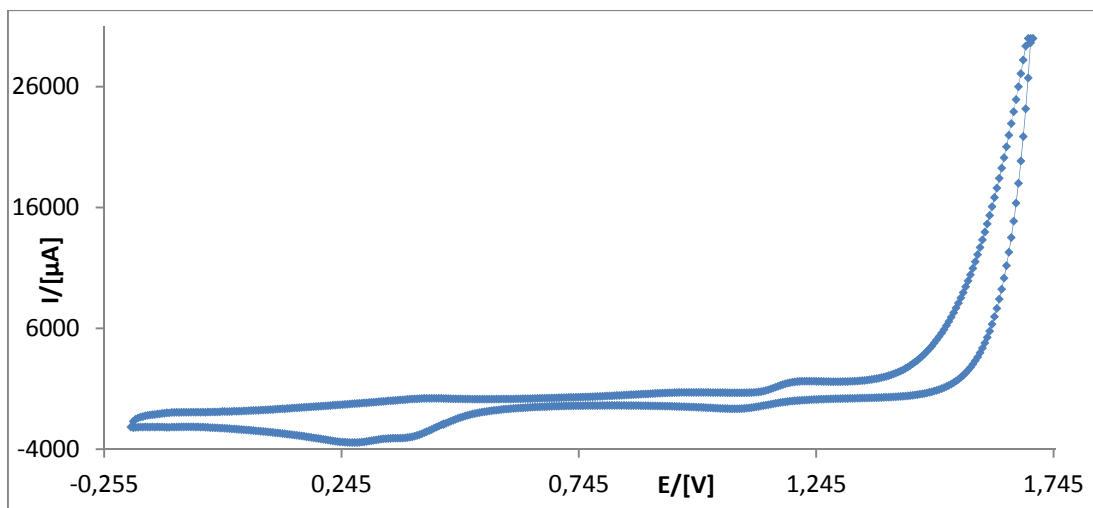
Na Slikama 19 do 21 prikazani su redom ciklički voltamogrami aktivacije platinske elektrode prije izvođenja cikličke voltametrije u elektrolitnoj otopini nastaloj u anodnom prostoru nakon elektrolize korištenjem elektrode 1A, 4A odnosno 10A. Ciklička voltametrija aktivacije platinske elektrode provedena je u području potencijala od – 0,5 V do 1,7 V uz brzinu promjene potencijala 0,1 V/s. Sva tri voltamograma pokazuju sličan oblik krivulje kao i vrijednosti struje i potencijala.



**Slika 19.** Ciklički voltamogram koji prikazuje aktivaciju platinske elektrode u 10 %-tnoj otopini sumporne kiseline,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , prije provedbe cikličke voltametrije u otopini nastaloj elektrolizom s elektrodom 1A.

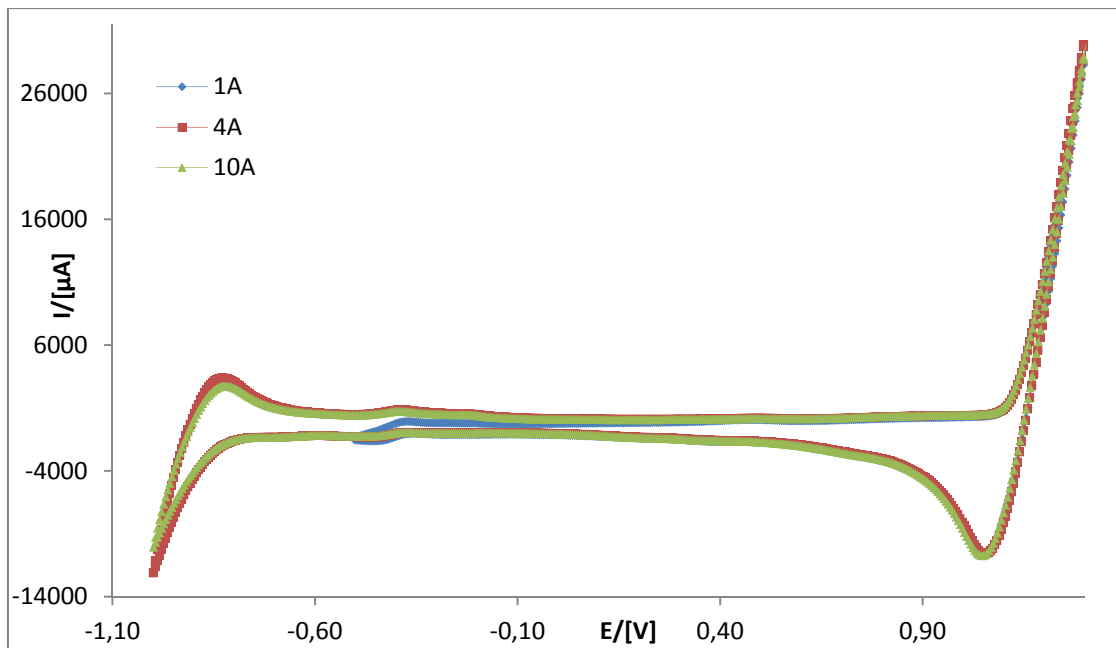


**Slika 20.** Ciklički voltamogram koji prikazuje aktivaciju platinske elektrode u 10 %-tnoj otopini sumporne kiseline,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , prije provedbe cikličke voltametrije u otopini nastaloj elektrolizom s elektrodom 4A.



**Slika 21.** Ciklički voltamogram koji prikazuje aktivaciju platinske elektrode u 10 %-tnoj otopini sumporne kiseline,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , prije provedbe cikličke voltametrije u otopini nastaloj elektrolizom s elektrodom 10A.

Na Slici 22 prikazani su ciklički voltamogrami elektrolitnih otopina anodnog prostora nastalih elektrolizom. Na početku mjerenja u oba dva prostora elektrokemijske ćelije bila je 3,5 %-tna vodena otopina natrijeva klorida,  $\text{NaCl}$ . Voltamogrami su snimani u području potencijala od  $-0,5$  V do  $1,7$  V uz brzinu promjene potencijala  $0,1$  V/s. Svaka krivulja predstavlja jedan tip elektrode s kojom je izvedena elektroliza. Prva točka mjerenja nalazi se kod sve tri krivulje u području potencijala od  $1,10$  V do  $1,15$  V te nakon toga njihove vrijednosti padaju. Vrijednost struje prve točke je negativna te se kod elektrode 4A i 10A smanjuje sve do potencijala  $-1,0$  V. Dok se kod elektrode 1A smanjuje do  $-0,6$  V. Kod definiranog potencijala dolazi do porasta vrijednosti struje. Krivulje elektroda 4A i 10A se gotovo u svakom svom dijelu preklapaju, a krivulja 1A pokazuje odstupanje u lijevom dijelu voltamograma.



**Slika 22.** Ciklički voltamogrami koji prikazuju dokazivanje hipokloritne kiseline dobivene nakon elektrolize kada se u oba prostora elektrokemijske ćelije koristi 3,5 %-tna vodena otopina NaCl.

## 5 RASPRAVA

Cilj ovog završnog rada bio je dobivanje hipokloritne kiseline postupkom elektrolize kada se kao katolit koristi 3,5 %-tna vodena otopina natrijeva klorida, NaCl, a kao anolit destilirana voda. Tijekom izvođenja pokusa provedena je anodna polarizacija, mjerenje otpora, pH, električna provodnost, te ciklička voltometrija kao ključni dokaz da dobiveni produkt elektrolize u anodnom prostoru sadržava hipokloritnu kiselinu.

Provedeni su pokusi s tri kombinacije početnoga sastava katolita i anolita:

- A. 3,5 %-tna vodena otopina natrijevog klorida u katodnom prostoru, a destilirana voda u anodnom prostoru,
- B. 3,5 %-tna vodena otopina natrijevog klorida i u katodnom i u anodnom prostoru,
- C. destilirana voda i u katodnom i u anodnom prostoru.

Anodnom polarizacijom sve tri kombinacije elektrolita pokazuju znatan rast jakosti struje što upućuje na oksidaciju prisutnih elektroaktivnih specija. U području potencijala od 1,10 V do 1,50 V postignut je napon razlaganja. Najveće vrijednosti struje postignute su radom u 3,5 %-tnoj vodenoj otopini natrijeva klorida u oba prostora elektrokemijske ćelije (kombinacija elektrolita B), a najslabiji radom u destiliranoj vodi kao elektrolita u oba prostora membranske elektrokemijske ćelije (kombinacija elektrolita C). Elektroda 10A pokazala je najveći odziv kada se kao elektrolitna otopina koristila kombinacija dvaju različitih elektrolita (kombinacija elektrolita A).

Mjerenjem otpora utvrđeno je da se najveći otpori javljaju kada se kao elektrolit koristila samo destilirana voda (kombinacija elektrolita C). Koncentracija iona odnosno nosioca naboja u destiliranoj vodi je izrazito mala te iznosi tek  $10^{-7}$  M. Najmanji otpor se javljao kada se kao elektrolit u oba prostora koristila 3,5 %-tna vodena otopina natrijeva klorida (kombinacija elektrolita B). To je posljedica prisutnosti natrijevih,  $\text{Na}^+$ , i klordinih iona,  $\text{Cl}^-$ , koji su nosioci naboja. Prilikom korištenja 3,5 %-tne vodene otopine natrijeva klorida, NaCl, kao katolita i destilirane vode kao anolita (kombinacija elektrolita A) javljali su se veliki otpori, što je najvjerojatnije posljedica nepostojanja ionskih nosioca naboja u anodnom prostoru i manjeg stupnja disocijacije produkata elektrokemijske reakcije u istom.

Električna provodnost,  $\kappa$ , obrnuto je proporcionalna izmjerenim vrijednostima otpora. Elektrolitna otopina u kojoj se koristila isključivo 3,5 %-tna vodena otopina natrijeva klorida (kombinacija elektrolita B) pokazuje više desetaka puta veće vrijednosti električne provodnosti nego kombinacija dviju elektrolitnih otopina (kombinacija elektrolita A).



Međusobni odnos između električnih provodnosti ovih dviju elektrolitnih otopina prikazana je u Tablici 8.

**Tablica 8.** Ovisnost električne provodnosti o sastavu elektrolita i vrsti primijenjene elektrode.

Elektrolitna otopina	Tip elektrode		
	1A	4A	10A
	$\kappa/[\text{mScm}^{-1}]$	$\kappa/[\text{mScm}^{-1}]$	$\kappa/[\text{mScm}^{-1}]$
NaCl (K) + NaCl (A)	55,71	58,09	58,17
NaCl (K) + H <sub>2</sub> O (A)	1,497	1,124	1,255

Nakon elektrolize pH otopine nastale u anodnom prostoru nalazi se u kiselom području, a vrijednosti su dane u Tablici 9. Mjerenje pH vrijednosti je bila indikatorska metoda za određivanje ionske forme produkata elektrolize. Ukoliko je pH otopine nakon elektrolize manji od 5,5 dominantna specija je hipokloritna kiselina, a ukoliko je veći od 8,5 dominantna specija je hipokloritni ion.

**Tablica 9.** Vrijednosti pH izmjerene nakon elektrolize.

Elektrolitna otopina	Tip elektrode		
	1A	4A	10A
	$R/[\Omega]$	$R/[\Omega]$	$R/[\Omega]$
NaCl (K) + NaCl (A)	3,64	3,33	3,18
NaCl (K) + H <sub>2</sub> O (A)	3,30	3,22	3,38

Dobiveni ciklički voltamogrami prikazani su na Slikama 17 i 22.

Ciklički voltamogrami na Slici 17 pokazuju tri redukcijska minimuma:

- Prvi redukcijski minimum sve tri krivulje nalazi se na  $0,80 \pm 0,03$  V vs. ZKE, te se na temelju literaturnih podataka<sup>12</sup> može pripisati redukciji hipokloritne kiseline.
- Drugi redukcijski minimum sve tri krivulje nalazi se na  $0,10 \pm 0,03$  V vs. ZKE, te se na temelju literaturnih podataka<sup>12</sup> može pripisati izmjeni jednog elektrona sa specijama u otopini.

- Treći redukcijski minimum sve tri krivulje nalazi se na  $-0,484 \pm 0,003$  V vs. ZKE i na temelju literaturnih podataka<sup>12</sup> može se pripisati odvijanju najmanje dva procesa i to redukciji nekog oblika površinskog oksida metala elektrode i redukciji kisika.

Na temelju ovih cikličkih voltamograma može se zaključiti da je u provedenim pokusima elektrolize u kojima je u katodnom prostoru membranske elektrokemijske ćelije u početnom stanju bila otopina natrijevog klorida, a u anodnom prostoru destilirana voda, primjenom bilo koje od ispitivanih elektroda 1A, 4A ili 10A, dobivena hipokloritna kiselina.

Ciklički voltamogrami na Slici 22 pokazuju jedan oksidacijski maksimum i tri redukcijska minimuma:

- Oksidacijski maksimum sve tri krivulje nalazi se na 1,30 V vs. ZKE, te se na temelju literaturnih podataka<sup>13</sup> može pripisati oksidaciji klorida u elementarni klor.
- Prvi redukcijski minimum sve tri krivulje nalazi se na 1,07 V vs. ZKE, te se na temelju literaturnih podataka<sup>13</sup> može pripisati redukciji elementarnog klora sa površine elektrode u kloride.
- Drugi redukcijski minimum voltamogramske krivulje za elektrodu 1A nalazi se na  $-0,36$  V vs. ZKE, te se na temelju literaturnih podataka<sup>13</sup> može pripisati odvijanju redukcije nekog oblika površinskog oksida metala elektrode.
- Treći redukcijski minimum voltamogramskih krivulja za elektrode 4A i 10A nalazi se na  $-0,991 \pm 0,008$  V vs. ZKE, te se na temelju literaturnih podataka<sup>13</sup> može pripisati odvijanju redukcije nekog oblika površinskog oksida metala elektrode.

Na temelju ovih cikličkih voltamograma može se zaključiti da u provedenim pokusima elektrolize u kojima je i u katodnom i u anodnom prostoru membranske elektrokemijske ćelije u početnom stanju bila otopina natrijevog klorida, primjenom bilo koje od ispitivanih elektroda 1A, 4A ili 10A, nije dobivena hipokloritna kiselina. Usporedbom s literaturno dostupnim podacima vidljivo je da su dobivene krivulje cikličkih voltamograma karakteristične za otopinu natrijeva klorida.<sup>13</sup> Uz to uočeno je da postoje izvjesne razlike u nastalim produktima kada se koristila elektroda 1A.

## 6 ZAKLJUČAK

- Cilj rada je bio dobivanje hipokloritne kiseline elektrokemijskim postupkom *in situ*.
  - Kao katolit upotrebljena je 3,5 %-tna vodena otopina natrijeva klorida, a kao anolit destilirana voda.
  - Grafitna elektroda je upotrebljena kao katoda, a titanske elektrode 1A, 4A i 10A kao anode.
  - Tijekom provedbe elektrolize mjereni su potencijal i jakost struje.
- U dobivenom anolitu nakon provedene elektrolize mjereni su sljedeći parametri: otpor elektrolita, pH elektrolita i električna provodnost. Mjerenja su provedena na sobnoj temperaturi.
- Anolit dobiven nakon završetka elektrolize ispitivan je cikličkom voltametrijom.
  - Na temelju dobivenih cikličkih voltamograma može se zaključiti da je u provedenim pokusima elektrolize u kojima je u katodnom prostoru membranske elektrokemijske ćelije u početnom stanju bila otopina natrijevog klorida, a u anodnom prostoru destilirana voda, primjenom bilo koje od ispitivanih elektroda 1A, 4A ili 10A, dobivena hipokloritna kiselina.
- Provedeni su i pokusi u kojima je i u katodnom i u anodnom prostoru membranske elektrokemijske ćelije u početnom stanju bila otopina natrijeva klorida.
  - Na temelju cikličkih voltamograma dobivenih mjerenjem u anolitu nakon završetka elektrolize može se zaključiti da, primjenom bilo koje od ispitivanih elektroda 1A, 4A ili 10A, nije dobivena hipokloritna kiselina. Usporedbom s literaturno dostupnim podacima vidljivo je da su dobivene krivulje cikličkih voltamograma karakteristične za otopinu natrijeva klorida. Uz to uočeno je da postoje izvjesne razlike u nastalim produktima kada se koristila elektroda 1A.
- U daljnjim istraživanjima potrebno je ispitati utjecaj procesnih parametara na konverziju reaktanata, te djelotvornost hipokloritne kiseline kao sredstva za dezinfekciju vode *in situ*.

## 7 POPIS SIMBOLA

$A$	površina radne elektrode
$E$	elektrodni potencijal redoks sustava
$E^{\theta}$	standardni elektrodni potencijal
$I$	jakost električne struje
$K$	konstanta disocijacije
pH	negativni logaritam brojčane vrijednosti koncentracije ( $\text{mol L}^{-1}$ ) vodikovih iona
$R$	električni otpor
$\eta$	prenapon elektrodne reakcije
$\kappa$	električna provodnost (konduktivnost)

## 8 LITERATURA

1. Kraft, A., Electrochemical Water Disinfection: A Short Review, *Platinum Metals Rev.* **52**(3) (2008) 177-185.
2. Filipović, I., Lipanović, S., *Opća i anorganska kemija*, III. izdanje, ur. Ivanček, L., Školska knjiga, Zagreb, 1979., str. 512-513.
3. Wang, L. et al. Hypochlorous acid as a potential wound care agent. Part I. Stabilized hypochlorous acid: a component of the inorganic armamentarium of innate immunity, *J. Burns Wounds* **2007**, 65-79.
4. Robson, M. C. et al. Hypochlorous acid as a potential wound care agent. Part II. Stabilized hypochlorous acid: its role in decreasing tissue bacterial bioburden and overcoming the inhibition of infection on wound healing, *J. Burns Wounds* **2007**, 80-90.
5. Filipović, I., Lipanović, S., *Opća i anorganska kemija*, III. izdanje, ur. Ivanček, L., Školska knjiga, Zagreb, 1979., str. 508-510.
6. Chang, R., *General Chemistry, The Essential Concepts*, Fourth edition, Ed. Peterson, K. A., McGraw-Hill Higher Education, New York, 2006., str. 648-649.
7. Asokan, K., Subramanian, K., Design of a Tank Electrolyser for In-situ Generation of NaClO, *Proceedings of the World Congress on Engineering and Computer Science 2009*. Vol 1. San Francisco, USA. ISBN 978-988-17012-6-8.
8. Robertson, P. M., Gnehm, W., Ponto, L., High efficiency hypochlorite generation, *J. Appl. Electrochem.* **13** (1983) 307-315.
9. Pathiratne, K. A. S., Skandaraja, S. S., Jayasena, E. M. C. M., Linear sweep voltammetric determination of free chlorine in waters using graphite working electrodes, *J. Natn. Sci. Foundation Sri Lanka* **36**(1) (2008) 25-31.
10. Piljac, I., *Senzori fizikalnih veličina i elektroanalitičke metode*. ur. Piljac, I., MEDIAPRINT-TISKARA HRASTIĆ d.o.o., Zagreb, digitalizirano izdanje 2015., str. 75-79. (ISBN 978-953-58487-0-7).
11. Piljac, I., *Senzori fizikalnih veličina i elektroanalitičke metode*. ur. Piljac, I., MEDIAPRINT-TISKARA HRASTIĆ d.o.o., Zagreb, digitalizirano izdanje 2015., str. 391-404. (ISBN 978-953-58487-0-7).
12. Ordeig, O. et al., Continuous Detection of Hypochlorous Acid/Hypochlorite for Water Quality Monitoring and Control, *Electroanalysis* **17**(18) (2005) 1641-1648.

13. Gomes, L., Miwa, D. W., Malpass, G. R. P., Motheo, A. J., Electrochemical Degradation of the Dye Reactive Orange 16 using Electrochemical Flow – Cell, *J.Braz. Chem. Soc.* **22** (7) (2011) 1299-1306.

## 9 ŽIVOTOPIS

Rođen sam u Zagrebu, 2. kolovoza 1991. godine.

Godine 2006. upisujem Prirodoslovnu školu Vladimir Prelog u Zagrebu, smjer Kemijski tehničar, a 2010. Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije, Sveučilišta u Zagrebu, smjer Primijenjena kemija.

Stručnu praksu odradio sam na Institutu Ruđer Bošković u Zagrebu, Zavod za organsku kemiju i biokemiju, pod mentorstvom dr. sc. Andreje Jakas.