

# Štúdium elektródových procesov v kryolitových taveninách metódou $E-\tau$ kriviek (I)

## Metóda a zariadenie

C. KUBÍK, M. MALINOVSKÝ

*Ústav anorganickej chémie Slovenskej akadémie vied,  
Bratislava*

*Venované prof. Dr. Ing. Mikulášovi Gregorovi, členovi korešpondentovi SAV,  
k 65. narodeninám*

Opisuje sa zariadenie na štúdium elektródových procesov v roztavených soliach metódou  $E-\tau$  kriviek, pričom prúdokruh je prakticky otvorený. Objektom štúdia bola zmes 93,75 % váh.  $\text{Na}_3\text{AlF}_6$  a 6,25 % váh.  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Oscilograficky sa sleduje časová závislosť potenciálu zápornej platinovej elektródy oproti porovnávacej elektróde. Na  $E-\tau$  krivkách sa zreteľne prejavujú štyri zdržania, ktorých potenciály nezávisia od pomeru veľkosti povrchu anodicky a katodicky polarizovanej elektródy, od vzdialenosti elektród a od spôsobu uskutočnenia polarizácie (napätovým, resp. galvanostatickým impulzom).

Poznanie charakteru procesov prebiehajúcich pri elektrolýze kryolitových tavenín na zápornej elektróde je dôležité z teoretického, ako aj z praktického hľadiska. Predložená metóda spočíva v sledovaní časového priebehu poklesu potenciálu inertnej platinovej elektródy po krátkodobej katodickej polarizácii. Zmena potenciálu oproti platinovej porovnávacej elektróde sa sleduje elektrónkovým oscilografom a fotograficky sa registruje. Predmetom skúmania tejto práce je tavenina o zložení 93,75 % váh.  $\text{Na}_3\text{AlF}_6$  a 6,25 % váh.  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Sledovaná časová závislosť poklesu potenciálu zápornej elektródy označená ako  $E-\tau$  krivka vykazuje niekoľko zdržaní potenciálu. Tieto sa pripisujú potenciálu elektródy počas reakcií prebiehajúcich pri samovoľnej oxidácii produktov krátkodobej elektrolýzy.

Podobným spôsobom pracoval L. N. Antipin [1] pri overovaní výsledkov získaných pri štúdiu taveniny  $\text{Na}_3\text{AlF}_6-\text{Al}_2\text{O}_3$  metódou  $I-E$  kriviek za použitia molybdénovej katódy a grafitovej anódy; po polhodinovej polarizácii sledoval samovoľný pokles potenciálu v 15 sekundových intervaloch, pričom napätie meral priamo medzi katodicky a anodicky polarizovanou elektródou. Oproti uvedenej metodike sme zaviedli porovnávaciu elektródu, pričom všetky tri elektródy boli z rovnakého materiálu (z platiny). Doba polarizácie sa podstatne skrátila (ca na 1,2 sek.), čo sa odzrkadlilo v skrátení trvania experimentu. Priebeh potenciálu sa plynule registroval na obrazovke oscilografu, takže meranie sa blížilo podmienkam bezprúdového stavu.

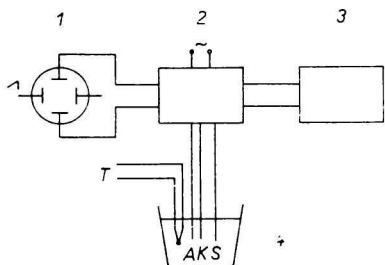
## Experimentálna časť

### Prístroje a zariadenia

Pracovalo sa podľa zapojenia znázorneného na obr. 1, resp. na obr. 2. Priebeh potenciálu sa sledoval elektrónkovým oscilografom pomalých dejov OPD 250 s obrazovkou 251QQ47/M  $\varnothing$  25 cm. Prístroj má vstupný odpor 1 M $\Omega$  a maximálnu citlivosť vertikálneho zosilňovača 150 mV/cm. Obrazovka má veľmi dobrú rozlišovaciu schopnosť. Rozsah časovej základne 0,01—60 Hz umožňuje vhodne voliť dobu priebehu lúča cez obrazovku. Na vstup oscilografu je prostredníctvom časového spínača (obr. 3) stále pripojená sledovaná elektróda K, ktorá sa pri impulze polarizuje katodicky, ako aj porovnávací elektróda (S), voči ktorej sa meria potenciál zápornej elektródy. Účelom časového spínača je privádzať na katódu a anódu krátkodobý impulz polarizujúceho napätia. Jeho funkcia bola podrobne opísaná v práci [5]. Konštrukcia umožňuje meniť dobu trvania impulzu od  $8 \cdot 10^{-3}$  sek. do 3,6 sek. Zdrojom polarizujúceho napätia je batéria olovených akumulátorov o napätí 4 V a kapacite 384 Ah.

Tavenina sa pripravuje v platinovom kelímku, ktorý súčasne slúži ako elektrolytická nádoba. Elektródy A, K, S sú platinové drôtičky  $\varnothing$  0,5 mm. Teplota taveniny sa meria termočlánkom Pt/PtRh 10. Kelímok s taveninou je počas merania umiestnený v silitovej peci vytemperovanej na teplotu experimentu.

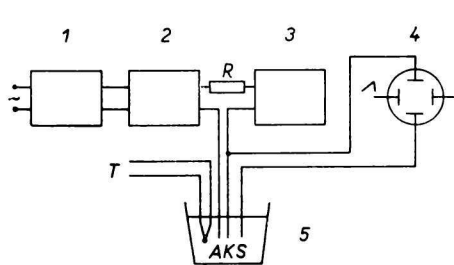
Pri zapojení podľa obr. 1 sa elektródy polarizujú napäťovým impulzom. Keďže tento impulz nie je presne definovaný, upravilo sa zariadenie pre prácu s galvanostatickým polarizujúcim impulzom (obr. 2). Zmena oproti predchádzajúcemu zapojeniu spočíva v tom, že ako zdroj prúdu sa použila batéria o napätí 150 V a kapacite 96 Ah. Napätie zdroja sa zráža odporom R (350  $\Omega$ ) zapojeným do série. Keďže časový spínač je konštruovaný na nízke napätie, privádza sa impulz na elektródy prostredníctvom relé ním ovládaného. Priebeh svetelného bodu cez obrazovku oscilografu sa fotografuje prístrojom Flexaret II. Tento typ umožňuje viacnásobnú expozíciu, čo dovoľuje zvýšiť presnosť merania kalibráciou napätia pri každej krivke. Ďalšou výhodou je možnosť sledovania priebehu experimentu na matnici prístroja aj počas expozície.



Obr. 1. Schéma zapojenia pri polarizácii napäťovým impulzom.

1. elektrónkový oscilograf; 2. časový spínač; 3. akumulátorová batéria; 4. kelímok s taveninou.

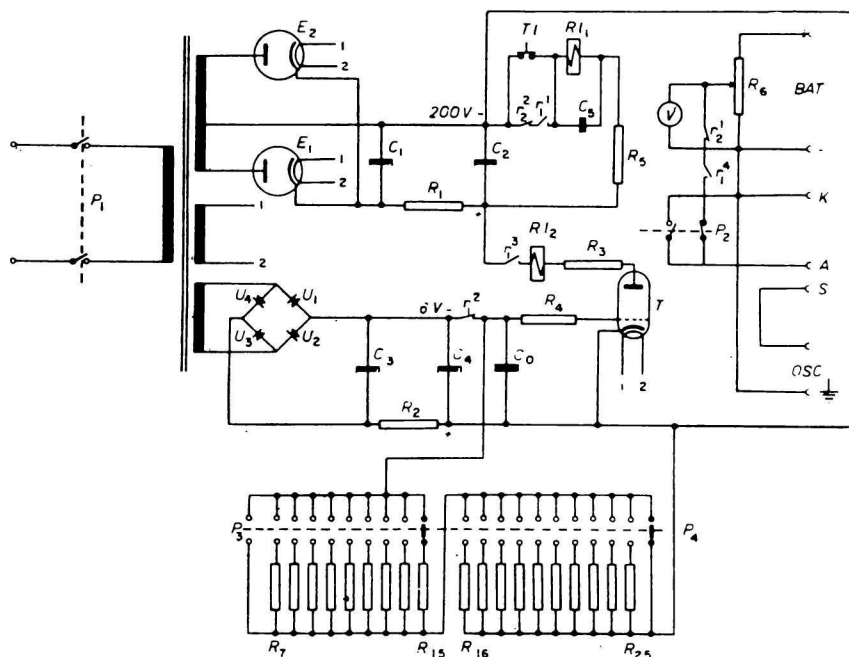
A — anóda; K — katóda; S — porovnávací elektróda; T — termočlánok.



Obr. 2. Schéma zapojenia pri polarizácii galvanostatickým impulzom.

1. časový spínač; 2. relé; 3. akumulátorová batéria; 4. elektrónkový oscilograf; 5. kelímok s taveninou.

A — anóda; K — katóda; R — odpor; S — porovnávací elektróda; T — termočlánok.



Obr. 3. Schéma časového spínača.

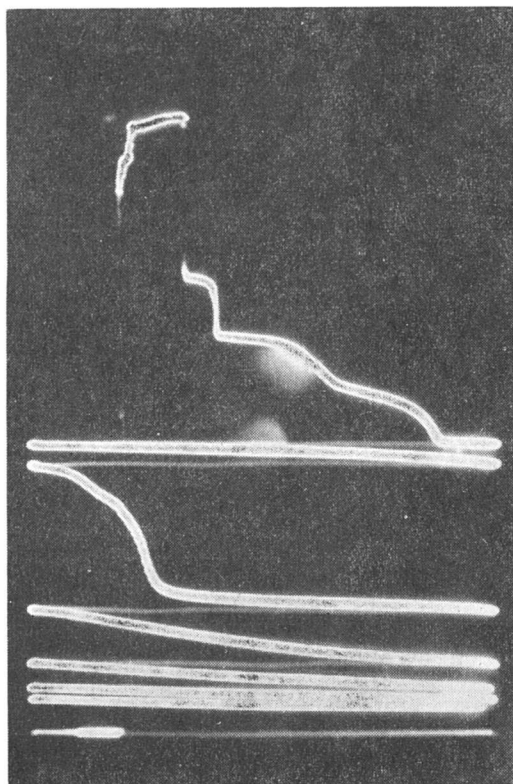
### Pracovný postup

Používané chemikálie: NaF p. a. vyžíhaný pol hodinu pri 600 °C, AlF<sub>3</sub> 99,0 — 99,5 % pripravený sublimáciou AlF<sub>3</sub> „čistý“ podľa [7], Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> „čistý“ 99,0 %, žíhaný jednu hodinu pri 1200 °C.

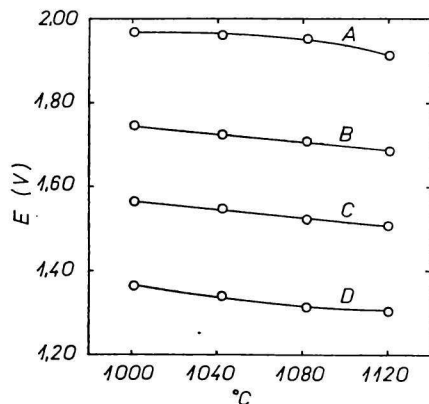
Tavenina o zložení 93,75 % váh. Na<sub>3</sub>AlF<sub>6</sub> a 6,25 % váh. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sa pripravila roztopením zmesi NaF, AlF<sub>3</sub> a Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> v platinovom kelímku s viečkom v silitovej peci. Po premiešaní sa do taveniny ponorili elektródy tak, že katodicky polarizovaná elektróda zasahovala 3 ± 0,2 mm pod hladinu taveniny, ostatné dve sa ponárali 5 ± 0,4 mm. Teplota sa merala termočlánkom Pt/PtRh (10 % Rh) ponoreným 10 mm pod hladinu taveniny.

Bezprostredne pred každým meraním a po jeho skončení sa naexponovala čiara nulového potenciálu a potenciálu 2,5 V. Toto opatrenie slúžilo na kontrolu stability oscilografu a umožňovalo podstatne zvýšiť presnosť experimentu. Pri meraní sa bezprostredne po otvorení uzáveru fotoaparátu priviedol pomocou časového spínača impulz na elektródy. Časový priebeh potenciálu zápornej elektródy pritom vytvoril charakteristickú vzostupnú vlnu. V okamihu skončenia impulzu záporný potenciál sledovanej elektródy poklesol skokom. Jeho ďalší pokles bol čoraz pomalší a pri určitých hodnotách potenciálu sa vytvárali výrazné a reprodukovateľné zdržania (obr. 4).

Experimentálne údaje sa vyhodnocovali premietnutím negatívu na milimetrový papier s 2,5 násobným zväčšením oproti skutočnosti. Keďže čiary rovnakého potenciálu boli mierne prehnuté, prepočítavali sa odčítané údaje na V pomocou kalibračných tabuliek.



Obr. 4.  $E-\tau$  krivka taveniny  $\text{Na}_3\text{AlF}_6-\text{Al}_2\text{O}_3$ .  
Polarizácia napätovým impulzom,  
teplota  $1120^\circ\text{C}$ .



Obr. 5. Teplotná závislosť zápornej hodnoty potenciálu jednotlivých zdržaní v tavenine o zložení 93,75 %  $\text{Na}_3\text{AlF}_6$  + 6,25 %  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (% váh.).

### Reprodukovateľnosť a vplyv rôznych faktorov na $E-\tau$ krivku

#### Reprodukovateľnosť meraní

Pracovalo sa pri teplote  $1120 \pm 5^\circ\text{C}$ . Elektródy sa polarizovali napätovým impulzom v trvaní 1,2 sek. S každou taveninou sa urobilo 6 až 7 záznamov  $E-\tau$  krivky. Po každej registrácii krivky však bolo potrebné odstrihnúť ponorenú časť zápornej elektródy so silne narušeným povrchom; v opačnom prípade by bola ďalšia krivka skreslená. Priebeh registrácie krivky trval okolo 20 sekúnd. Séria 6 až 7 meraní s jednou taveninou sa skončila za 20—25 minút. Vykonalo sa 65 meraní v 10 sériách. Pri vyhodnocovaní kriviek sme sa zamerali na potenciálové hodnoty 4 zdržaní, ktoré boli na krivkách veľmi zreteľne vyvinuté. V smere od najvyššieho záporného potenciálu k najnižšiemu sa označujú symbolmi A, B, C, D. Výsledky meraní uvádzajú tab. 1 a 2.

#### Vplyv dĺžky impulzu

Teplota taveniny bola  $1120 \pm 5^\circ\text{C}$ . V prvej sérii (s jednou taveninou) sa uskutočnilo 10 meraní, pričom sa dĺžka impulzu menila v rozmedzí danom konštrukciou časového spínača (od  $8 \cdot 10^{-3}$  sek. do 3,57 sek.). Druhá séria s inou taveninou rovnakého zloženia obsahovala 11 meraní v užšom intervale trvania impulzov od 0,439 sek. do 1,57 sek.

Trvanie impulzu sa meralo nukleárnym počítačom, na vstup ktorého sa počas impulzu privádzalo napätie s frekvenciou  $10 \pm 0,1$  kHz. Výsledky sú zhrnuté v tab. 3.

### Vplyv pomeru povrchu katódy a anódy

Vykonal sa dve série po piatich meraniach pri teplote  $1120 \pm 5$  °C, pričom anodicky polarizovanú elektródu tvoril vnútorný povrch platinového kelímka. Pomer veľkosti povrchu katódy k anóde bol ca 1 : 200. Výsledky sa porovnali s výsledkami získanými pri sledovaní reprodukovateľnosti, keď bol pomer povrchu katódy a anódy ca 1 : 1,6 (tab. 4).

### Vplyv vzdialenosti elektród

Elektródy sa umiestovali do kelímka s taveninou takým spôsobom, že ich vzájomná vzdialenosť bola najprv 3,5 mm, potom 7 mm a nakoniec 14 mm. Pri každej vzdialenosti sa vykonalo päť meraní s jednou taveninou pri teplote  $1120 \pm 5$  °C. Výsledky uvádzame v tab. 5.

Tabuľka 1

Reprodukovateľnosť potenciálových zdržaní na  $E-\tau$  krivkách pri polarizácii napäťovým impulzom. Vyhodnotenie 65 experimentov

Zdržanie	Priemerný potenciál (V)	Stredná kvadratická chyba (V)	Stredná kvadratická chyba aritmetického priemeru (V)
A	-1,854	$\pm 0,025$	$\pm 0,003$
B	-1,628	$\pm 0,024$	$\pm 0,003$
C	-1,448	$\pm 0,025$	$\pm 0,003$
D	-1,255	$\pm 0,025$	$\pm 0,003$

Tabuľka 2

Reprodukovateľnosť potenciálových zdržaní na  $E-\tau$  krivkách pri polarizácii napäťovým impulzom. Výsledky jednej série (hodnoty záporného potenciálu vo V)

Poradové číslo merania								
Zdržanie	1	2	3	4	5	6	7	Priemer
A	1,864	1,840	1,855	1,858	1,833	1,848	1,851	1,850
B	1,640	1,618	1,626	1,630	1,608	1,626	1,628	1,625
C	1,464	1,444	1,462	1,439	1,432	1,444	1,452	1,451
D	1,269	1,248	1,265	1,262	1,239	1,256	1,258	1,257

## Vplyv teploty

Teplotná závislosť potenciálu jednotlivých zdržaní sa v prípade kryolitových tavenín študovala v pomerne úzkom intervale teplôt. Dolná hranica je limitovaná ich pomerne vysokou teplotou primárnej kryštalizácie, horná je obmedzovaná tlakom pár taveniny.

Tabuľka 3

Závislosť potenciálu ( $-V$ ) jednotlivých zdržaní od dĺžky impulzu

Séria 1										
Zdržanie	Dĺžka impulzu (sek.)									
	0,008	0,053	0,082	0,121	0,247	0,308	0,903	1,48	2,45	3,57
A					1,888	1,902	1,878	1,856	1,845	1,798
B				1,699	1,688	1,689	1,637	1,627	1,606	1,553
C			1,481	1,486	1,476	1,475	1,404	1,378	1,377	1,356
D	1,356	1,326	1,313	1,314	1,283	1,283	1,241	1,226	1,221	1,159

Séria 2											
Zdržanie	Dĺžka impulzu (sek.)										
	0,439	0,533	0,648	0,778	0,902	1,025	1,16	1,24	1,30	1,40	1,57
A	1,838	1,836	1,860	1,864	1,822	1,859	1,861	1,860	1,861	1,840	1,798
B	1,668	1,631	1,631	1,642	1,658	1,632	1,637	1,625	1,626	1,611	1,616
C	1,480	1,460	1,461	1,466	1,432	1,440	1,432	1,425	1,436	1,429	1,428
D	1,252	1,231	1,231	1,226	1,244	1,242	1,254	1,236	1,242	1,226	1,240

Tabuľka 4

Vplyv pomeru povrchov katódy a anódy

Zdržanie	1 : 200	1 : 1,5
	Priemer z 10 meraní ( $-V$ )	Údaje z tab. 1 ( $-V$ )
A	1,851	1,854
B	1,624	1,628
C	1,452	1,448
D	1,252	1,255

Tabuľka 5

Vplyv vzdialeností elektród (priemer z 5 meraní)

Zdržanie	Vzdialenosť		
	3,5 mm	7 mm	14 mm
A	1,853	1,850	1,852
B	1,630	1,627	1,628
C	1,450	1,453	1,452
D	1,257	1,258	1,256

Pri štúdiu vplyvu teploty na potenciál jednotlivých zdržaní sa urobili štyri série po piatich meraniach pri teplotách 1002, 1042, 1082 a 1120 °C s presnosťou  $\pm 2$  °C (obr. 5).

### Polarizácia galvanostatickým impulzom

Dve série po piatich meraniach sa vykonali polarizáciou galvanostatickým impulzom pri  $1000 \pm 5$  °C a porovnávali sa s dvoma sériami piatich meraní uskutočnených v rovnakých podmienkach polarizáciou napäťovým impulzom. Výsledky sú zhrnuté v tab. 6 a 7. Priebeh  $E-\tau$  krivky pri polarizácii galvanostatickým impulzom znázorňuje obr. 6.

### Diskusia

Prednosťou metódy  $E-\tau$  kriviek v porovnaní s inými metódami štúdia elektródových procesov je najmä jednoduché usporiadanie experimentu. Vysoký vstupný odpor elektrónkového oscilografu zaručuje v podstate bezprúdový charakter merania potenciálu, takže prakticky nedochádza k sprievodným javom, ktoré by komplikovali spôsob vyhodnocovania (napätie, zložka potenciálu pripadajúca na odpor elektrolytu). Ďalšou výhodou je krátka doba

Tabuľka 6

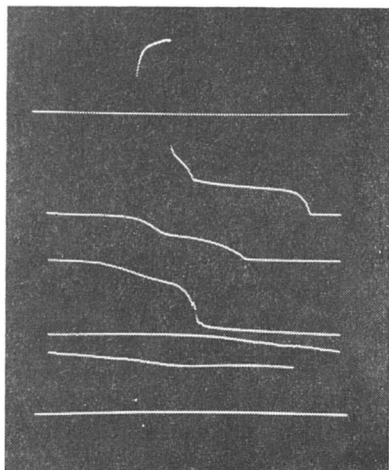
Potenciálové zdržanie na  $E-\tau$  krivkách. Polarizácia galvanostatickým impulzom

Zdrža- nie	Séria 1					Séria 2					Priemer
	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5	
A	1,901	1,921	1,909	1,927	1,914	1,898	1,917	1,920	1,924	1,915	$1,915 \pm 0,003$
B	1,700	1,699	1,687	1,702	1,692	1,682	1,693	1,693	1,699	1,692	$1,694 \pm 0,002$
C	1,518	1,509	1,504	1,510	1,510	1,497	1,502	1,514	1,507	1,509	$1,508 \pm 0,002$
D	1,301	1,304	1,302	1,319	1,307	1,298	1,308	1,312	1,316	1,306	$1,307 \pm 0,002$

Tabuľka 7

Potenciálové zdržanie na  $E-\tau$  krivkách. Polarizácia napäťovým impulzom

Zdrža- nie	Séria 1					Séria 2					Priemer
	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5	
A	1,895	1,912	1,914	1,922	1,917	1,899	1,926	1,914	1,929	1,915	$1,914 \pm 0,003$
B	1,681	1,690	1,692	1,695	1,690	1,686	1,700	1,691	1,703	1,695	$1,692 \pm 0,002$
C	1,497	1,508	1,511	1,512	1,511	1,507	1,519	1,509	1,522	1,510	$1,511 \pm 0,002$
D	1,292	1,306	1,302	1,310	1,311	1,302	1,312	1,308	1,320	1,309	$1,307 \pm 0,002$



Obr. 6.  $E-\tau$  krivka taveniny  $\text{Na}_3\text{AlF}_6-\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Polarizácia galvanostatickým impulzom, teplota  $1000^\circ\text{C}$ . Horizontálne priamky vyznačujú potenciál  $0,000\text{ V}$  a  $-2,500\text{ V}$ .

trvania experimentu, čo je dôležité najmä pri práci s nedostatočne stálymi taveninami, medzi ktoré patria aj taveniny na báze kryolitu. Krátke trvanie pokusu ďalej umožňuje uskutočniť s jednou taveninou väčší počet meraní a tak podstatne spresniť dosiahnuté výsledky. Zistilo sa, že tieto merania možno považovať prakticky za paralelné. Z dôvodov vysokej odolnosti sa používala ako materiál elektród a kelímka len platina. Zistilo sa však, že záporne polarizovaná elektróda je počas experimentu silne atakovaná vylučovaným hliníkom. Tento je schopný v podmienkach pokusu reagovať s platinou, čím značne ovplyvňuje vlastnosti elektródy. Preto je potrebné časť zápornej elektródy, ktorá zasahuje do taveniny, pred ďalším meraním odstrániť. Platinový drôtik používaný vo funkcii porovnávacej elektródy bol ponorený priamo do elektrolytu. Vlastnosťami platinovej elektródy v roztavených soliach sa zaoberajú práce [2—4]. Dokazujú, že v atmosfére kyslíka alebo v zmesiach plynov s kyslíkom má táto elektróda vždy kyslíkovú funkciu. V kryolitových taveninách sa bežne používa, napriek tomu, že sa nechová reverzibilne [6]. V našich podmienkach experimentu má stály a dobre reprodukovateľný potenciál.

Štúdiom tvaru kriviek a potenciálu jednotlivých zdržaní sa dokázalo, že metóda  $E-\tau$  kriviek poskytuje dobre reprodukovateľné výsledky. Kontrola stability oscilografu je pritom nevyhnutným opatrením. Pri práci uvedeným spôsobom je chyba jednotlivého merania  $\pm 25\text{ mV}$ , čo je pri meraniach v prostredí kryolitových tavenín dostatočná presnosť. Stredná chyba priemeru zo 65 meraní je  $\pm 3\text{ mV}$ . V praxi sa ukázalo, že uspokojivé výsledky dáva už séria 6 meraní v jednej tavenine. Výsledky môže do istej miery ovplyvniť dĺžka impulzu. Pri veľmi krátkej polarizácii sa nestačí na elektróde vylúčiť dostatočné množstvo produktov elektrolyzy. Preto jej potenciál nie je po



vypnutí polarizujúceho napätia stabilný (na  $E-\tau$  krivkách sú len niektoré nižšie zdržania a celý priebeh krivky je silne skreslený). Všetky opisované zdržania sa objavujú až pri impulze v trvaní minimálne 0,25 sek. Krivka však nadobúda obvyklý tvar až pri trvaní impulzu nad 0,9 sek. Pri impulzoch dlhších ako 1,5 sek. začínajú potenciály jednotlivých zdržaní mierne klesať, čo môže byť spôsobené väčšími nevratnými zmenami na zápornej elektróde. Optimálny interval dĺžky impulzu sa určil od 0,9 sek. do 1,5 sek. Vplyv pomeru povrchu katódy a anódy, ani vplyv vzájomnej vzdialenosti elektród na tvar krivky a výšku potenciálových zdržaní sa neprejavil. So vzrastajúcou teplotou dochádza k poklesu zápornej hodnoty potenciálu všetkých zdržaní. Ich dĺžka sa s rastúcou teplotou skraca, keďže reakcie na sledovanej elektróde prebiehajú väčšou rýchlosťou. Zistilo sa, že hodnoty potenciálu jednotlivých zdržaní na  $E-\tau$  krivkách nie sú závislé od charakteru impulzu. Pri oboch spôsoboch polarizácie (napätovým, resp. galvanostatickým impulzom) sa získali prakticky rovnaké výsledky. Jedinou podmienkou pre vznik a pravidelný tvar krivky je dostatočné množstvo spodín elektrolýzy na zápornej elektróde.

ИЗУЧЕНИЕ ЭЛЕКТРОДНЫХ ПРОЦЕССОВ В КРИОЛИТОВЫХ РАСПЛАВАХ  
МЕТОДОМ  $E-\tau$  КРИВЫХ (I)  
МЕТОД И АППАРАТУРА

Ц. Кубик, М. Малиновский

Институт неорганической химии Словацкой академии наук,  
Братислава

Описывается прибор для изучения электродных процессов в расплавленных солях методом  $E-\tau$  кривых, причем цепь тока практически раскрыта. Исследовалась смесь 93,75 % *вес.*  $\text{Na}_3\text{AlF}_6$  и 6,25 % *вес.*  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Были использованы платиновые электроды, которые поляризовались кратковременным импульсом. Осциллографически исследовалась зависимость потенциала отрицательного электрода относительно электрода сравнения в зависимости от времени. На  $E-\tau$  кривых отчетливо проявляются четыре задержки, обозначенные *A, B, C, D*, потенциалы которых не зависят от соотношения величины поверхности анодно и катодно поляризованных электродов, от взаимного расстояния электродов и от способа проведения поляризации (импульсом напряжения или же гальваностатическим). При изучении влияния импульса на потенциал отдельных задержек определили оптимальный интервал 0,9 — 1,5 *сек.* При использовании длины импульса в пределах данного интервала хорошо воспроизводятся все четыре задержки.

*Preložila T. Dillingeroová*

STUDY OF ELECTRODE PROCESSES IN THE CRYOLITE MELTS BY  
THE METHOD OF  $E-\tau$  CURVES (I)  
METHOD AND APPARATUS

C. Kubík, M. Malinovský

Institute of Inorganic Chemistry, Slovak Academy of Sciences,  
Bratislava

Apparatus with practically open circuit for study of electrode processes in fused salts by the method of  $E-\tau$  curves is described. A mixture consisting of 93.75 wt. %  $\text{Na}_3\text{AlF}_6$  and 6.25 wt. %  $\text{Al}_2\text{O}_3$  was investigated. Platinum electrodes polarised with short-duration pulse are used. The time dependance of the potential of the negative electrode was compared with that of the standard electrode. On the  $E-\tau$  curve we see distinctly four horizontal arrests designated by symbols *A*, *B*, *C* and *D*; their potentials depend neither on the surface area of the anodically and cathodically polarized electrode nor on the electrode distance nor on the mode of the polarization (by voltage or galvanostatic pulse). The influence of the duration of the pulse on the potential of the arrests was investigated and it was found that the optimal interval is 0.9 — 1.5 sec. Providing that the duration of the pulse is kept within this interval, the reproducibility of all four arrests is good.

Preložila V. Šašková

## LITERATÚRA

1. Antipin L. N., *Ž. fiz. chim.* **29**, 1668 (1955).
2. Delimarskij J. K., Kolotij A. A., Griščenko B. F., *Ukr. chim. ž.* **27**, 760 (1961).
3. Kolotij A. A., *Ukr. chim. ž.* **23**, 188 (1962).
4. Kolotij A. A., Delimarskij J. K., *Ukr. chim. ž.* **28**, 53 (1962).
5. Kubík C., Matiašovský K., Malinovský M., Zeman J., *Electrochim. Acta* **9**, 1521 (1964).
6. Mašovec V. P., Revazian A. A., *Trudy 4-go soveščanija po elektrochimii*, 334. Moskva 1959.
7. Matiašovský K., Malinovský M., Plško E., Kubík C., *Chem. zvesti* **14**, 487 (1960).

Do redakcie došlo 22. 5. 1967

Adresa autorov:

Ing. Ctirad Kubík, CSc., doc. Ing. Milan Malinovský, CSc., Ústav anorganickej chémie SAV, Bratislava, Dúbravská cesta 5.