



ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКАЯ ЯЧЕЙКА «Э-ЗС»

РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ

Черноголовка – 2017

www.potentiostat.ru

Уважаемый покупатель, благодарим Вас за приобретение нашего оборудования. Настоящее руководство по эксплуатации содержит сведения об устройстве и характеристиках электрохимической ячейки типа Э-3С и указания, необходимые для правильной и безопасной эксплуатации, соблюдение которых обеспечит ее долгосрочную и исправную работу.

Главной особенностью электрохимической ячейки Э-3С является то, что она может быть термостатируема. То есть ее можно нагреть или охладить при помощи жидкого хладагента до нужной температуры при помощи внешнего термостата. Для этого у основной емкости ячейки имеется стеклянная рубашка с двумя подводами.

В комплектацию ячейки традиционно входят все компоненты для полноценного формирования цепи электрода сравнения, то есть сам электрод сравнения (хлорсеребрянный), а также двухкрановый электролитический ключ (мостик электрода сравнения).

При работе с электрохимической ячейкой Э-3С Вы можете установить вспомогательный электрод как прямо в рабочую емкость, так и использовать однокрановый мостик. Он дает возможность хорошо разделить пространства рабочего и вспомогательного электродов, но не позволяет работать с высокими токами.

Ячейка Э-3С может быть успешно использована для различных классических электрохимических приложений, в которых требуется термостатирование. Например, при работе с большими токами при проведении электросинтеза, может потребоваться охлаждение ячейки, или наоборот ее нагрев для повышения кинетики электрохимических процессов.

Отсутствие сливного крана в основании рабочей емкости, позволяет использовать магнитную мешалку.

СОДЕРЖАНИЕ

1.2	Комплектность поставки	4
1.3	Устройство и рекомендации по использованию	5
2.1	Меры безопасности	12

1. КОМПЛЕКТНОСТЬ ПОСТАВКИ

Таблица 1

Комплектность поставки электрохимической ячейки Э-3С

Наименование	Кол-во, шт	Материал
Основная рабочая емкость с рубашкой термостатирования	1	Стекло
Электролитический ключ двухкрановый с емкостью для электрода сравнения	1	Стекло
Продувка погружная с выпускным патрубком	1	Стекло
Электрод сравнения хлор-серебрянный	1	Стекло и др. материалы
Электролитический ключ однокрановый с емкостью для вспомогательного электрода		Стекло
Электролитический ключ на основе пористого стекла с емкостью для вспомогательного электрода	1	Стекло
Полимерная пробка	1	Пластик

Комплектность поставки и внешний вид изделия могут быть изменены производителем и не отражены в настоящем руководстве.

В настоящей комплектации перечислены только обязательные компоненты поставки. Также в нее могут входить сопутствующие материалы и принадлежности, облегчающие эксплуатацию ячейки. Их номенклатура не табулируется, а их наличие не является обязательным.

2. УСТРОЙСТВО И РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ИСПОЛЬЗОВАНИЮ

Ячейка изготовлена из стекла, все соединения выполнены на шлифах 14 калибра. Основная рабочая емкость имеет четыре вертикальных входных шлифа. В них вставляются электролитический ключ, продувка, рабочий электрод. Четвертый шлиф может быть заткнут пробкой или в него может быть вставлен вспомогательный электрод, или мостик – ключ вспомогательного электрода. Также, в него может быть вставлен сосуд подготовки рабочего раствора, если таковой имеется, или иные компоненты, в том числе и для вспомогательного электрода.



Рис.1. Внешний вид основной емкости ячейки, заполненной раствором.

Жидкость для термостатирования запускается и циркулирует во внешней рубашке основной емкости. При этом, традиционно, рекомендуется впускать жидкость снизу, а выпускать – сверху. Внутренний рабочий объем не контактирует с объемом рубашки. Для циркулирования и поддержания температуры термостатирующей жидкости (чаще всего воды) требуется жидкостной термостат, обычно достаточно умеренной мощности (при правильном обслуживании и установке ячейки).



Рис.2. Внешний вид ячейки в сборе, заполненной раствором.

Стеклянный разделительный кран мостика вспомогательного электрода не должен быть заклинен, он должен свободно поворачиваться пальцем, но при этом не должен самопроизвольно вращаться. Электрический контакт через него обеспечивается через тонкую прослойку электролита между притертыми поверхностями крана, поэтому они не должны быть сухими, а должны быть как следует смочены рабочим электролитом. Кран ни в коем случае нельзя смазывать какими либо ГСМ или иным гидрофобным материалом.

Следите за тем, чтобы кран не пересыхал во время работы.

Чем аккуратнее будут соблюдены эти рекомендации, тем с большими токами одного и того же потенциостата Вы сможете работать (при прочих равных условиях – тип и площадь рабочего электрода и тп).

Емкость основного рабочего объема составляет приблизительно 50 мл.

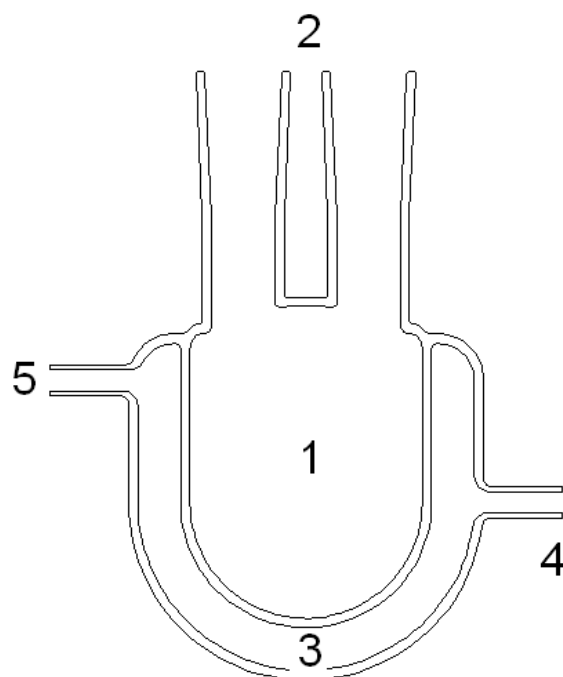


Рис. 3. Основная рабочая емкость.

1 – основной рабочий объем, 2 – шлифы для рабочего электрода, электролитических мостиков (ключей), продувки, 3 – емкость для заполнения термостатирующей жидкостью, 4 – впускной патрубков жидкости термостатирования, 5 – выпускной патрубков жидкости термостатирования.

При сборке ячейки ее удобнее всего фиксировать в штативе за основной объем, используя крупную лапку. Емкость вспомогательного электрода при этом должна быть расположена в сторону, противоположную лапке.

В том случае, если предполагается вакуумная откачка рабочего объема, необходимо заткнуть вспомогательную емкость пробкой, чтобы воздух не засасывался через нее. Однако вакуумирование ячейки не рекомендуется.

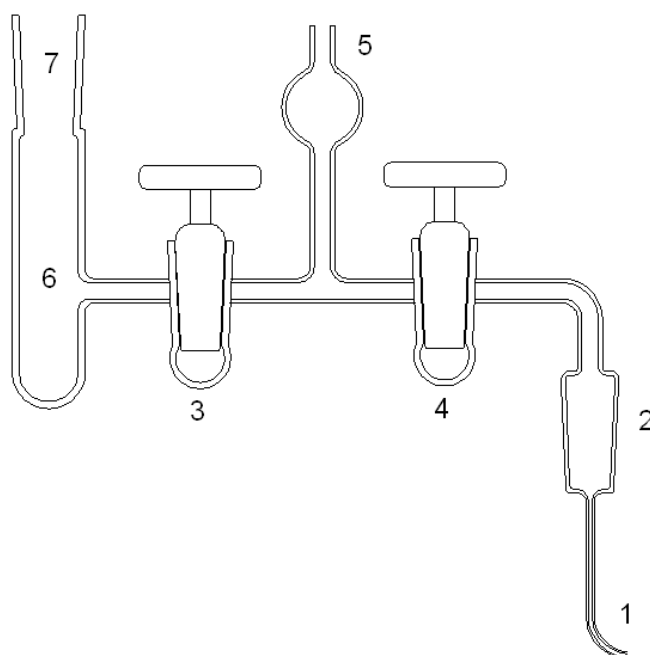


Рис. 4. Электролитический ключ (мостик).

- 1- носик для подвода к рабочему электроду (капилляр Лuggина), 2 - шлиф для фиксации в основной рабочей емкости, 3 – 4 – краны для заполнения, 5 - трубка для засасывания растворов через краны, 6 – емкость электрода сравнения, 7 – шлиф электрода сравнения.

Внимание: носик ключа является самым уязвимым и хрупким местом ячейки, будьте предельно аккуратны при эксплуатации этого узла.

Электролитический ключ имеет два разделительных заливных крана, а также трубку-отвод для заполнения ключа растворами. Одним концом ключ погружается в основную рабочую емкость. С другой стороны имеется емкость, в которую погружается электрод сравнения.

Стеклянные разделительные краны ключа не должны быть заклинены, они должны свободно поворачиваться пальцем, но при этом не должны самопроизвольно вращаться. Электрический контакт через них обеспечивается через тонкую прослойку электролита между притертыми поверхностями каждого крана, поэтому они не должны быть сухими, а должны быть как следует смочены рабочим электролитом. Кран ни в коем случае нельзя смазывать какими либо ГСМ.

Следите за тем, чтобы краны не пересыхали во время работы.

Чем аккуратнее будут соблюдены эти рекомендации, тем более устойчиво будет работать потенциостат, и Вы будете получать более качественные экспериментальные данные.

Электролитический ключ удобнее всего заполнять начиная с крана, более близкого к капилляру (номер 4 на рис. 4). Для этого кран 3 перекрывают, кран 4 открывают, и через трубку 5 аккуратно засасывают рабочий раствор из основного объема следя за отсутствием пузырей. Если пузыри образовались, необходимо слить раствор, и заполнить заново. В первой стадии рабочий раствор должен дойти до тройного соединения трубок в центре ключа и на 2-5 мм зайти в вертикальную трубку.

После этого кран 4 закрывают, и открывают кран 3. Производят заполнение из емкости 6 раствором вспомогательного электрода до надежного смешения растворов при отсутствии пузырей.

При введении электрода сравнения в предназначенный для него сосуд, будьте внимательны, и следите за тем, чтобы вытесняемый раствор не переполнил сосуд и не перетек через край. При необходимости удалите излишки раствора при помощи пипетки.

Для фиксации по высоте электрода сравнения, не имеющего шлифа, удобно использовать отрезок силиконовой трубки, надетый на электрод сравнения на подходящей высоте.

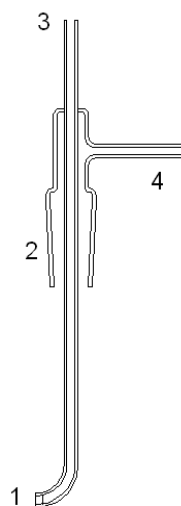


Рис. 5. Продувка.

1 – пористо-стеклянный выпускной коллектор, 2 - шлиф для фиксации в ячейке, 3 – трубка для ввода газа, 4 - трубка для отвода отработанных газов, или для откачки под вакуумом.

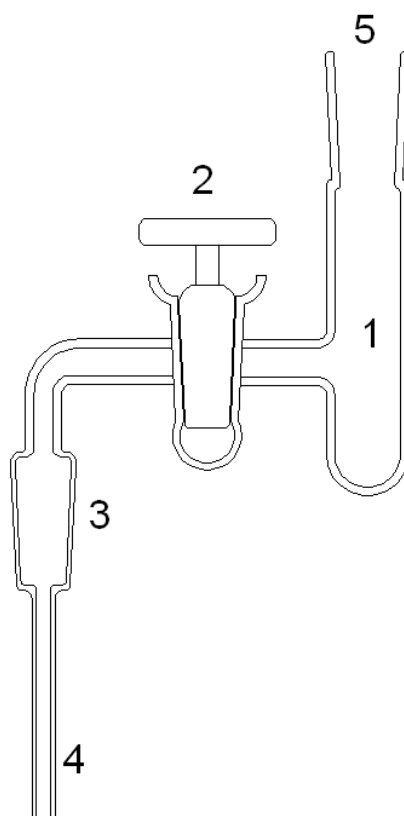


Рис. 6. Ключ (мостик) вспомогательного электрода. 1- емкость вспомогательного электрода, 2 – разделительный кран, 3 шлиф крепления к основной емкости, 4 – носик мостика вспомогательного электрода, 5 шлиф установки вспомогательного электрода.

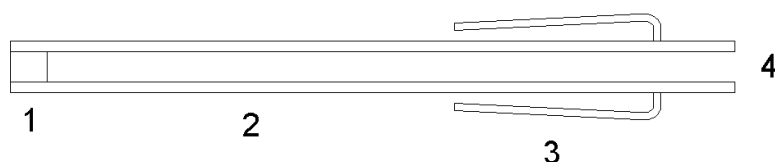


Рис. 7. Ключ (мостик) вспомогательного электрода на основе пористого стекла (показан горизонтально, рабочее положение - вертикальное). 1 – дно из пористого стекла, 2 – рабочая емкость-трубка для погружения проволочного вспомогательного электрода, 3 – шлиф крепления к основной емкости, 4 – отверстие ввода вспомогательного электрода.

Мостик вспомогательного электрода на основе крана рекомендуется использовать в тех случаях, когда требуется хорошее разделение объемов рабочего и вспомогательного электродов, и не требуются большие рабочие токи (условно до нескольких миллиампер).

Мостик вспомогательного электрода на основе пористого стекла рекомендуется для тех случаев, когда не столь критично механическое разделение емкостей рабочего и вспо-

могательного электродов, но требуются значительные рабочие токи (десятки миллиампер). Диаметр трубки-емкости 5-6 мм.

Хлорсеребряный электрод сравнения поставляется вместе со своим паспортом. Его подробное описание, а также требования и рекомендации по эксплуатации, потенциал относительно стандартного, пожалуйста смотрите в этом паспорте.

Перед первым использованием ячейку – ключ, основную рабочую емкость, а также продувку – необходимо тщательно вымыть с помощью концентрированной серной кислоты, затем содой, (с обильным мытьем водой каждый раз).

Окончательно необходимо сполоснуть ячейку и все ее компоненты дистиллированной водой или более чистой водой (би- или тридистиллят, миллипор и т.д.) или растворителем, в зависимости от Вашей рабочей задачи используемых реактивов.

3. МЕРЫ БЕЗОПАСНОСТИ

Электрохимическая ячейка изготовлена из стекла и является очень хрупким изделием. Особенно уязвим носик электрода сравнения. Пожалуйста, будьте осторожны при сборке и эксплуатации ячейки. Ячейка не имеет гарантии изготовителя, многие механические поломки, как правило, не подлежат ремонту, а сломанный узел, как правило, может быть только заменен на новый, и практически никогда не может быть отремонтирован.

Стеклянные изделия и их осколки могут быть опасны для экспериментатора.

Также необходимо соблюдать общепринятые меры безопасности при работе с химическими реактивами.

Определенную электрическую опасность могут представлять электроды потенциостата, особенно высоковольтного.

Будьте аккуратны, работайте только в резиновых перчатках, защитных очках и халате.