



Жидкостные электрохимические ячейки
SmartStat® SC-1 и SC-2

Руководство по эксплуатации

Уважаемый пользователь! Мы благодарим Вас за приобретение и использование научного оборудования SmartStat. В этом руководстве приведены подробные характеристики жидкостных электрохимических ячеек SC-1 и SC-2.

Обе ячейки являются стеклянными трехэлектродными с разделенными пространствами вспомогательного и рабочего электродов. Основной рабочий объем составляет 70 мл. В дополнение к основному рабочему объему, у каждой ячейки имеется сосуд для установки электрода сравнения. Он соединен с основным объемом трубкой, на которой установлен разделитель на основе крана или пористого стекла. Термостатирование ячеек не предусмотрено.

Ячейка SC-1 имеет в основании сливной кран для быстрой смены рабочего раствора. Разделение пространство вспомогательного и рабочего электродов устроено с помощью пористого стекла. Ячейка SC-2 не имеет сливного крана, что позволяет эксплуатировать ее с магнитной мешалкой. Разделение рабочего и вспомогательного электродов устроено с помощью крана. Он позволяет достичь более сильного разделения по сравнению с пористым стеклом, но максимально достижимые рабочие токи при этом оказываются ниже, так как на кране падает более высокое напряжение. Высоковольтный потенциостат позволяет повысить максимальный рабочий ток.



Содержание

1.	Комплектность поставки	4
2.	Устройство и рекомендации по использованию	5
3.	Меры безопасности	10

1. Комплектность поставки

Таблица 1. Комплектность поставки электрохимических ячеек SC-1 и SC-2.

Наименование	SC-1	SC-2
Основная рабочая емкость с боковым сосудом для вспомогательного электрода	1	1
Электролитический ключ двухкрановый с емкостью для электрода сравнения	1	1
Продувка погружная с выпускным патрубком	1	1
Электрод сравнения хлорсеребряный	1	1
Фторопластовая пробка для установки трубчатого рабочего или вспомогательного электрода диаметром 6 мм	2	2
Полимерная глухая пробка	1	1
Руководство по эксплуатации	1	1

Комплектность поставки и внешний вид ячейки 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 наличие не является обязательным.

Рабочие и вспомогательные электроды на основе различных материалов и различной формы могут быть приобретены дополнительно, в соответствии с решаемой задачей. Также можно приобрести дополнительные пробки с отверстиями под электроды диаметром 6 или 8 мм.

2. Устройство и рекомендации по использованию



Рис. 1. Внешний вид собранной ячейки SC-1 без электродов и пробок.

Большая часть компонентов ячеек изготовлена из стекла. Все они стандартизованы и при необходимости любой из них можно приобрести дополнительно. Все компоненты (электроды, продувки, мостики и пробки) взаимозаменяемы для обоих типов ячеек. 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 полимерной пробкой из комплекта поставки или в него может быть установлен вспомогательный электрод. Также, в него может быть установлен сосуд подготовки рабочего раствора, если таковой имеется, или иные компоненты.

От основного рабочего объема имеется отвод к меньшей емкости вспомогательного электрода. Этот отвод осуществляется с помощью стеклянной трубки, в которую впаян стеклянный кран или пористое стекло. Он нужен для того, чтобы механически разделить емкости рабочего и вспомогательного электродов, но при этом обеспечить электрический контакт между ними. Стеклянный кран ячейки SC-2 обеспечивает более сильное разделение, чем, пористое стекло ячейки

SC-1. Однако, при этом, как правило, требуется более высокое выходное напряжение потенциостата (зависит от величины рабочего тока).

Стеклянный разделительный кран вспомогательного электрода ячейки SC-2 не должен быть заклинен, он должен свободно поворачиваться пальцем, но при этом нельзя, чтобы он самопроизвольно вращался. 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.

Пористое стекло ячейки SC-1, в отличие от крана, создает меньшее падение напряжения, что позволяет использовать приборы с относительно невысоким выходным напряжением в 15 В при достаточных токах. При заполнении ячейки рекомендуется одновременно (или с минимальным по времени интервалом) заполнять основную и вспомогательные емкости. Это особенно актуально в том случае, если они заполняются разными по составу растворами. Дело в том, что пористый разделитель хоть и медленно, но все же пропускает растворы. Поэтому, если уровни растворов по его стороны будут различаться, то произойдет подтекание их из одной емкости в другую, и составы растворов могут поменяться. Например, в рабочей емкости снизится количество введенного для синтеза реагента, в случае если он перетечет во вспомогательную емкость, и снизит выход продукта. В другом случае, если фоновый электролит перетечет в основную емкость, может снизиться концентрация реагента в основном объеме. Если же заливаются одинаковые растворы, эта ситуация не является критичной.



Рис. 2. Внешний вид основных компонентов ячейки SC-2 по отдельности.

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

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.

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

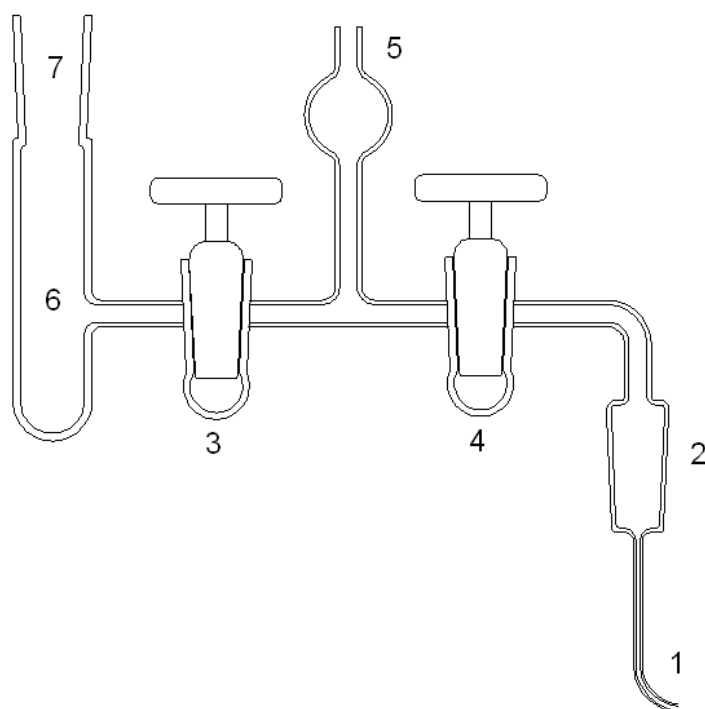


Рис. 3. Схема двухкранового электролитического ключа (мостика). 1 – носик для подвода к рабочему электроду (капилляр Лuggина), 2 - шлиф для фиксации в основной рабочей емкости, 3 – 4 – краны для заполнения, 5 - трубка для засасывания растворов через краны, 6 – емкость электрода сравнения, 7 – шлиф электрода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

Электролитический ключ (мостик) 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 устанавливают 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. По мере высыхания крана растет его сопротивление и снижается запас устойчивости потенциостата. Это проявляется как повышение зашумленности вольтамперных кривых (вследствие более сильного влияния наводок, а также из-за роста переходных процессов в потенциостате).

Капилляр Луггина является самым уязвимым и хрупким узлом ячейки, будьте предельно аккуратны при эксплуатации мостика, особенно при установке его в ячейку. Электролитический ключ удобнее всего заполнять начиная с крана, более близкого к капилляру (номер 4 на рис. 3). 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 электрода сравнения 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, можно использовать отрезок силиконовой трубки или кольцо, надетое на электрод сравнения на требуемой высоте.

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.

Фторопластовые пробки имеют отверстия, в которые устанавливаются рабочие и вспомогательные электроды. Используются трубчатые электроды. Для их фиксации может использоваться резиновое кольцо, которое вводится в специальное углубление в пробке без резьбы. Могут использоваться электроды с фторопластовым трубчатым держателем диаметром 6 мм (для электродов диаметром 8 мм необходимо дополнительно приобрести соответствующую им пробку). Глубину установки рабочих и вспомогательных электродов можно регулировать, в соответствии с объемом электролита в ячейке.

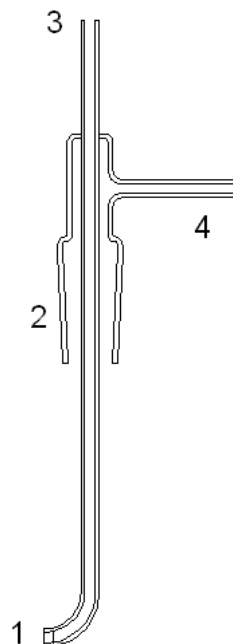


Рис. 4. Схема продувки. 1 – пористо-стеклянный выпускной коллектор, 2 - шлиф для фиксации в ячейке, 3 – трубка для ввода газа, 4 - трубка для отвода отработанных газов, или откачки ячейки под вакуумом.

Для корректной работы потенциостата с жидкостными ячейками обязательно требуется экранирование. Клетку Фарадея (экранирующий шкаф) можно приобрести дополнительно. Шкаф заземляется на специальный разъем заземления на передней панели потенциостата.

Перед первым использованием ячейку, сосуд электрода сравнения, основную рабочую емкость, 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 и 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 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.

Высокоточное оборудование для электрохимических исследований

SmartStat®

Изготовитель: Electrochemical Instruments

Россия, Московская область, г. Черноголовка

Телефон: 8(495)720-31-57

Адрес тех. поддержки: potentiostat@mail.ru

www.smart-stat.ru