

НОВЫЙ ПУТЬ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА МЕТАЛЛОВ

АВТОМАТИЧЕСКИЙ ПРИБОР ДЛЯ КОМБИНИРОВАННОГО ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОГО МЕТОДА АНАЛИЗА С КОНТРОЛЕМ РАЗНОСТИ ПОТЕНЦИАЛОВ И МИНИМАЛЬНОЙ СИЛЫ ТОКА

П. Н. Коваленко

Ростовский н/Д государственный университет им. В. М. Молотова

Ранее нами был описан комбинированный электрохимический метод анализа цветных металлов [1]. В этом методе при электролитическом отделении больших количеств основных металлов от их загрязнений, находящихся в электролите часто в виде следов, в основном применен принцип контроля разности потенциалов. Этот контроль заданного для электролиза напряжения в большинстве случаев достаточен для наших целей электролитического отделения основного компонента методом комбинированных определений металлов.

В подавляющем большинстве случаев разделения металлов сила тока, убывающая до минимального значения в конце электролиза, может служить в качестве индикатора на полноту отделения основного компонента. Наблюдение за постоянством напряжения и падением силы тока до определенного значения при электролизе составляет неприятную, отнимающую иногда много времени, операцию.

С целью облегчения наблюдения за ходом электролиза при разделении металлов нами разработан автоматический прибор, поддерживающий постоянным напряжение, а если это нужно, то и поддерживающий постоянным катодный потенциал и реагирующий на заданную, минимального значения, силу тока, т. е. сигнализирующий конец электролиза металла.

Построение схемы цепей для контроля катодного потенциала было описано Гиклингом [2], а также Гальдвеллем, Паркером и Дилем [3]. Но эти автоматические приборы предназначены только для контроля катодного потенциала и не обладают простотой и удобством измерения. Хотя схема цепи Гиклинга имеет преимущества электронного тока и не включает в себе механических движущихся частей, но практически она имеет применение только для электролизного тока, равного 0,5А и этот контроль можно осуществлять только в одном направлении.

В схеме электрической цепи Гальдвелла, Паркера и Дилия применяется большей силы ток, но он также контролируется в одном направлении, т. е. реагирует на увеличение катодного потенциала в отрицательную сторону, но не корректирует потенциал в случае положительного направления. Кроме того, обе цепи указанных авторов требуют обязательного предварительного калибрования до употребления. Прибор, описанный Лингейном [4], также контролирует катодный потенциал, но имеет приспособление, для того чтобы реагировать на изменение потенциала в обоих направлениях.

Механическая связь мотора с главным потенциометром (100-ваттный,

30-омный радиопотенциометр) осуществляется приводным ремнем через деревянный шкив. Такой способ передачи движения в точных приборах не является надежным. Кроме того, этот прибор также не реагирует на конец электроотделения металлов. Прибор, описываемый нами в этой

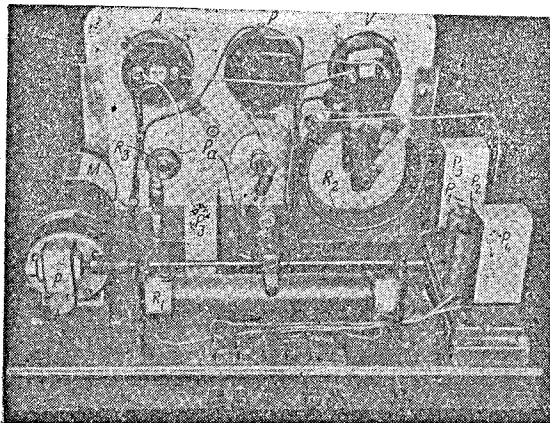


Рис. 1. Основные детали автоматического прибора (обозначение см. рис. 3)

систем реле, включающихся в момент нарушения равновесия компенсации схемы, и реверсионный мотор, соединенный редуктором P с потен-

статье, дает возможность быстро переключаться на полярографирование электролитов, оставшихся после электролитического отделения основного компонента. Он отличается простотой и собирается легко. Основные детали этого прибора приводятся на рис. 1. Общий вид прибора показан на рис. 2. Последовательное включение деталей в электрической цепи показаны на рис. 3.

Как видно из схемы рис. 3, автоматический прибор представляет собой совокупность различных

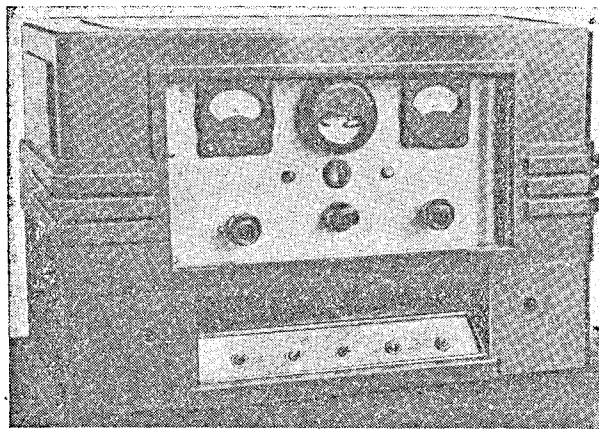


Рис. 2. Общий вид автоматического прибора для электролиза металлов

циометром. Вся система состоит из нескольких электрических цепей, находящихся в подчинении друг у друга.

Цепь мотора (M)

• 12-вольтовый реверсионный мотор мощностью 15—20 W включается в момент включения реле P_1 и P_2 . В зависимости от включения одного из этих реле мотор вращается в ту или другую сторону. Реверсионность мотора достигается изменением полярности на обмотке возбуждения мотора.

чается. Для изготовления этого нулевого реле (P_0) берется магнито-электрический миллиамперметр на 15—20 мА. На конце стрелки миллиамперметра укрепляется платиновая проволока длиной 5 мм таким образом, чтобы по обе стороны стрелки выступало по 2,5 мм этой проволоки. По обеим сторонам нулевого деления шкалы миллиамперметра на расстоянии 5 мм от центра шкалы в каждую сторону устанавливаются стеклянные капилляры, наполненные ртутью. С одного конца капилляр запаян и в его донышко впаяна платиновая проволока. С другого конца капилляр имеет отверстие 0,6 мм, в которое входит и выходит платиновая игла, насаженная на стрелку миллиамперметра. Таким образом, платиновая проволока, укрепленная на стрелке миллиамперметра, входит в отверстие капилляра и в необходимый для нас момент контактирует со ртутью. Разрыв шунтируется сопротивлением порядка $5 \frac{1}{2} \Omega$, включенным последовательно с конденсатором на $2000 \mu F$.

Ступенчатая система реле $P_1 - P_2$, $P_3 - P_4$ и P_0 необходима для постепенного повышения силы тока, так как нулевое реле P_0 может пропустить только минимальную силу тока, не достаточную для срабатывания реле, включающего мотор.

Цепь электролизной ячейки

Цепь электролизной ячейки состоит из источника постоянного тока в 5—10 В, 10 Ω -потенциометра R_1 , сидящего на валу мотора, необходимого для регулирования напряжения электролиза, и реостата R_2 с сопротивлением в 10 Ω для установки вручную заданного напряжения, служащего для регулирования подаваемого на потенциометр R_1 напряжения. В цепь реостата R_2 включен выключатель Π_6 для выключения источника тока (5—10 В); к ползунку потенциометра R_1 приключен амперметр (A с шунтом на 0,3 и 3,0 А), который вторым полюсом присоединен к положительному контакту электролизной ячейки. Отрицательный конец электролизной ячейки включен в один из концов магнитоэлектрического реле P_a , второй конец магнитоэлектрического реле P_a приключен к отрицательному полюсу источника (5—10 В) через выключатель Π_6 и реостат R_2 .

В разрыв контактов магнитоэлектрического реле, имеющего приспособление для установки на срабатывание в конце электролиза при заданной силе тока (минимальной), включено электромагнитное реле P_5 , служащее для включения цепи полярографа после окончания электролиза основного компонента (при отделении его от загрязнений).

P_a — магнитоэлектрическое реле служит для включения полярографа в момент окончания выделения основного компонента. Это реле (P_a) имеет приспособление для установления необходимой, заранее заданной нами силы тока, при которой происходит включение тока, производящего электролиз, и представляет собой прибор магнитоэлектрической системы щиткового типа $M - 52$ (миллиамперметр), рассчитанный на силу тока, обычно применяемую при электролизе металлов (до 5 А). На конце стрелки миллиамперметра с добавочным шунтом укрепляется платиновая проволока. На особом кронштейне, ось которого укреплена против оси прибора, устанавливается капилляр с ртутью, подобный капилляру в нулевом реле (P_0). Перемещая этот капилляр по шкале, мы можем изменять и устанавливать необходимую нам силу тока, при которой цепь электролизной ячейки должна быть выключена (конец электролиза).

Реле P_5 — чувствительное реле (0,5 В, 3 мА) подобно реле P_3 и P_4 . В момент начала электролиза якорек реле P_5 срабатывает, причем контакты размыкаются, так как реле P_a в этот момент замкнуто.

При падении силы тока во время электролиза до заданного минимального значения реле P_a размыкается и контакты реле P_5 включают электрическую цепь полярографа. Следовательно, до включения электролизной

цепи (при электролитическом отделении основного компонента) полярограф должен быть включен ручным выключателем.

Потенциометр R_1 представляет собой реостат Рустрата небольшого размера на $10-15 \Omega$ и 3 А.

Стержень реостата, по которому движется ползунок, заменен стержнем с винтообразной нарезкой, шаг которой равен 1 мм. В верхней части ползунка имеется гайка с нарезкой, резьба этой гайки соответствует резьбе стержня, по которому движается ползунок. Стержень укреплен в щеках реостата на шарикоподшипниках. Один конец стержня удлиннен и выходит по другую сторону щеки реостата. Этот конец стержня соединяется муфтой с осью редуктора. Стержень, вращаясь от реверсивного мотора (через редуктор) в ту или другую сторону, двигает ползунок по обмотке потенциометра, поддерживая постоянным заданное напряжение.

Проволочный реостат R_2 с сопротивлением 10Ω на 3 А цилиндрического типа служит для регулирования напряжения, подаваемого на потенциометр R_1 . Регулирование этого напряжения реостатом R_2 позволяет удерживать ползунок в центральной части потенциометра.

Этот реостат представляет собой круговой цилиндр, диаметр круга 20 см.

Компенсационная цепь

Эта цепь состоит из потенциометра R_3 с сопротивлением в $8,0 \Omega$ на 0,3 А, предназначенного для компенсации напряжения при электролизе, источника тока на 2 В, выключателя этого тока Π_4 , нулевого магнитоэлектрического реле (P_0) с ртутными контактами, переключателя Π_3 , служащего для переключения автоматического регулирования катодного потенциала при электролизе металлов.

R_3 — радиопотенциометр цилиндрического типа. Служит для компенсации основного напряжения электролизера, им же можно изменять в случае необходимости приложенное для электролиза напряжение путем простого поворота в ту или другую сторону ручки потенциометра. Прибор автоматически производит установку на заданное напряжение.

Детали прибора смонтированы на доске и заключены в ящик размером $0,4 \times 0,3 \times 0,25$ (в метрах) с выводом переключателей (тумблеров) наружу. На передний план прибора выведены смонтированные на щитковой доске вольтметр на 15 В, для контроля напряжения при электролизе, амперметр для измерения силы тока в электролизной цепи с Шунтом на 0,3 и 3,0 А.

Выводы

1. Разработан прибор для электролиза солей, который автоматически поддерживает постоянным разность потенциалов при электролитических определениях и отделениях металлов.

2. Прибор имеет приспособление для автоматического выключения электролизного тока при заданной минимальной силе тока.

3. При падении силы тока до минимального значения прибор автоматически выключает электролитическую цепь, работающую на разделение металлов и автоматически переключает ток на полярограф.

4. Прибор имеет чувствительность $0,015 \text{ В}$ и применим для регулирования катодного потенциала в обоих направлениях.

Поступила в редакцию
10.1.1948 г.

ЛИТЕРАТУРА

¹ П. Н. Коваленко, Новый путь электрохимического анализа металлов (находится в печати). ² Hicling, Trans. Far. Soc. 38, 27 (1942). ³ Galdwell, Parker u. Diehl, Ind. Eng. Chem., Anal. Ed. 16, 532 (1944). ⁴ Lingane, Ind. Eng. Chem., Anal. Ed. 17, 332 (1945).