

Советские полярграфы

(Краткая сравнительная характеристика)

Полярографический метод — самый молодой из физико-химических методов анализа, но он очень быстро нашел применение в различных областях науки и техники. Значительное количество работ, проведенных в различных институтах (ГИИХ, НИИУФ, ГИРЕДМЕТ, ГИНЦВЕТМЕТ и др.), показало, что этот метод имеет большое значение в заводской практике контроля производства, особенно при анализах цветных металлов, электролитов, чистых реактивов и т. д.

Это ставит перед нами задачу — дать лабораториям высококачественный прибор — полярограф.

Насколько нам известно, ряд организаций изготавливает эти приборы. Каждая модель имеет свои недостатки и достоинства. В настоящей статье мы дадим краткую характеристику каждой из них.

Модель М-6 (рис. 1 и 2), выпуск 1938 г., изготавливается Одесским филиалом ГИРЕДМЕТ. Весь прибор смонтирован на деревянном столике. Так как ножки стола не имеют перекладин, установка не имеет прочного основания и шатается. Прибор сверху закрывается деревянным капотом. Это, безусловно, целесообразно, так как предохраняет барабан от пыли. К сожалению, дерево не было достаточно просушено, и спустя 4 мес. капот покоробило. Фотобарабан съемный. Передняя втулка и ось сделаны из однородного мягкого металла — алюминия и поэтому заедает. Мы с трудом сняли барабан и заменили втулку, сделав ее из фосфористой бронзы. Непонятно, почему ГИРЕДМЕТ избегает ставить отдельные детали из пластмасс. Внутренний вал фото, а также потенциометрический барабан следовало сделать из текстолита. В модели М-6 — первый деревянный, а второй чугунный, покрытый лаком. Последний особенно неудобно при чистке потенциометрического барабана, так как окрашивает в черный цвет, что может сказаться на контакте. В ряде случаев при съемке полярограмм удобно иметь свободный ход потенциометрического барабана. Этого в модели М-6 не предусмотрено.

Важнейший вопрос в полярографии — подбор чувствительности (редуктор) и гальванометр. Не останавливаясь на вопросе подбора гальванометров (период колеба-

ния, R_g , R_{kp}), нужно отметить, что при порче гальванометра редуктор теряет свою ценность, так как трудно подобрать гальванометр с точно такой же характеристикой. Отсюда следует, что при выпуске полярографов с редуктором необходимо организовать производство специальных гальванометров.

Неудачна конструкция капилляра. Крепление капилляра к стеклянной головке, вставляемой в каучуковую трубку менделеевской замазкой, ненадежно. Кстати, в жаркий летний день замазка размягчилась и под тяжестью ртути выползла, что привело к порче капилляра.

Монтаж и механическая работа выполнены не очень тщательно. В частности, если почему-либо произошел разрыв тока в цепи, то очень трудно проверить, ибо провода одинаковые и переплетены между собой. Необходимо ставить шнур с разноцветной оплеткой.

К положительным моментам конструкции следует отнести: наличие съемного барабана и фотостола. Это исключает необходимость работать в специальной кабине или фотокабинете.

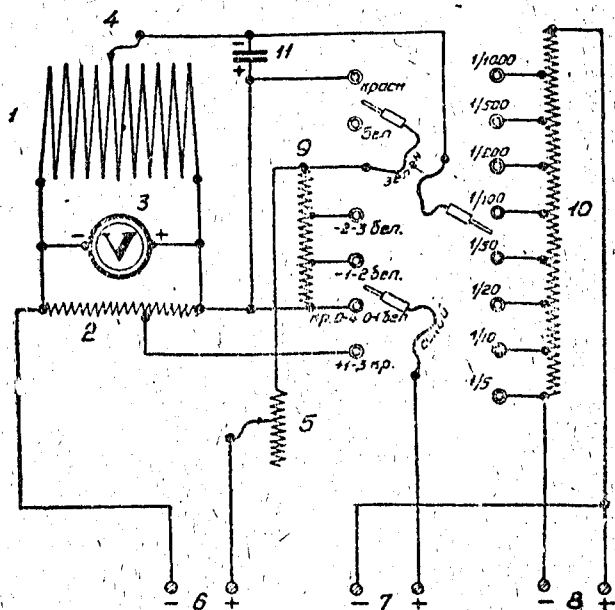


Рис. 1. Полярограф М-6; схема постоянного тока: 1—потенциометр, 2—добавочное сопротивление, 3—вольтметр, 4—ползун, 5—реостат, 6—аккумулятор, 7—электролизер, 8—гальванометр, 9—переключатель напряжений, 10—переключатель чувствительности, 11—конденсатор

Рис. 2. Полярграф М-6; схема переменного тока: 1 — сеть переменного тока, 2 — понижающий трансформатор, 3 — выключатель мотора, 4 — выключатель моргуна, 5 — выключатель осветителя, 6 — мотор, 7 — моргун, 8 — осветитель, 9 — контактор моргуна, 10 — нульстоп

Возможность передвижения прибора вдоль горизонтальной оси имеет практическое значение, так как позволяет, не передвигая корректором гальванометра, «расширять» шкалу. Правда, нам неизвестно, на каком расстоянии можно двигать прибор, не внося погрешности с изменением угла падения луча.

Потенциометрический контакт работает вполне удовлетворительно, что отчасти объясняется формой его. Весьма удобно, что питание прибора (мотор, осветитель и моргуны) от осветительной сети.

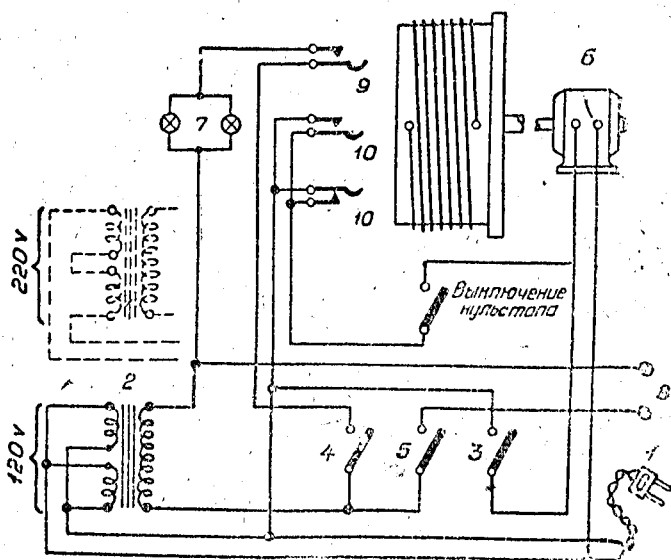


Рис. 2

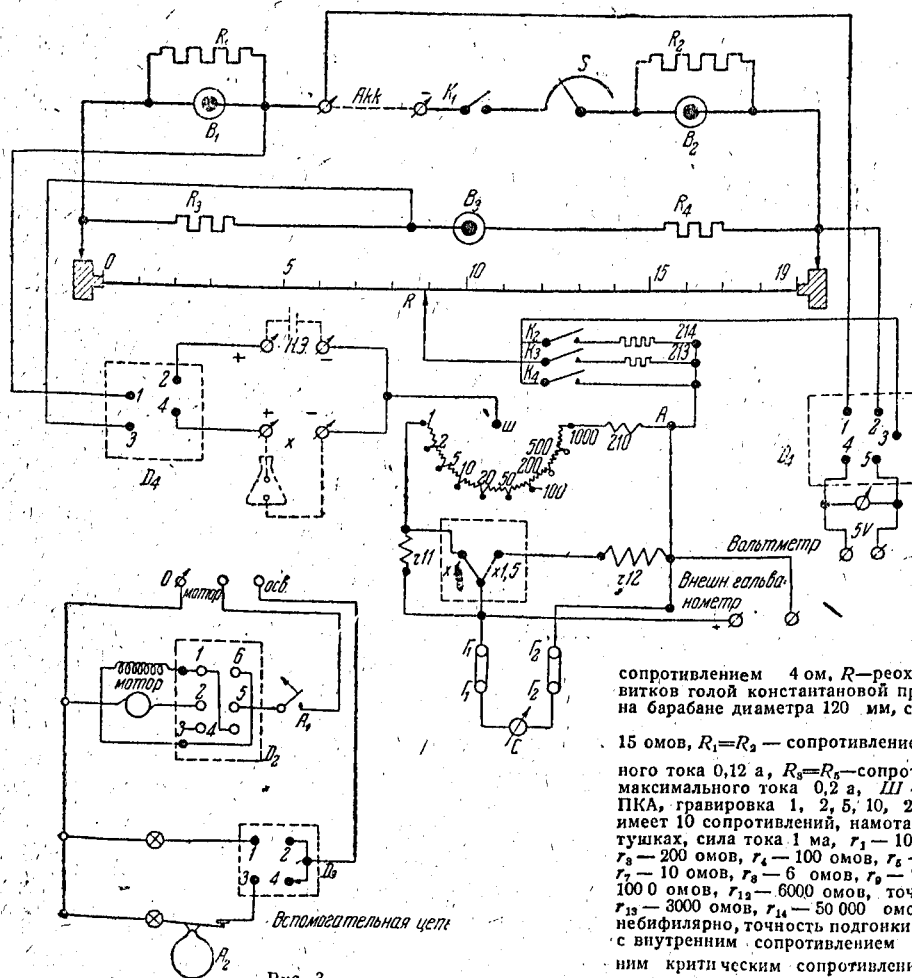


Рис. 3

Рис. 3. Принципиальная схема полярграфа завода Геологоразведка: Φ — зажимы для включения проводов, B — выключатели в виде зажима, K — кнопочные ключи, Π — джеки с тремя положениями, A — автоматические выключатели, Π — универсальный шунт Айртона, R — сопротивление с большим током (больше 100 ма), r — сопротивление с малым током (меньше 1 ма), G — гальванометр, V — вольтметр 4 мм, K_1, K_2, K_3, K_4 — однополюсные кнопки ПКА с фиксации, K_5 — двухполюсная кнопка ПКА, a — автоматический выключатель мотора, связанный с кассетой, A_1 — периодический выключатель освещения абсцисс, связанный с барабаном, S — двойной реостат, состоящий из тонкого S' и грубого S'' , S' — виток голой константановой проволоки диаметром 0,6, длиной 180 мм, сопротивлением 0,4 ома, S'' — около 50 витков той же проволоки, длиной 2350 мм, сопротивлением 4 ома, R — реохорд, состоящий из 19 витков голой константановой проволоки диаметром 0,6, на барабане диаметра 120 мм, сопротивлением проволоки $R \pm 0,05$

сопротивлением 4 ома, R — реохорд, состоящий из 19 витков голой константановой проволоки диаметром 0,6, на барабане диаметра 120 мм, сопротивлением проволоки $R \pm 0,05$

15 омов, $R_1=R_2$ — сопротивление = $\frac{0,95}{0,12}$ максимального тока 0,12 а, $R_3=R_4$ — сопротивление 100 омов $\pm 0,05$ максимального тока 0,2 а, Π — рычажная декада от ПКА, гравировка 1, 2, 5, 10, 20, 50, 100, 200, 500, 1000, имеет 10 сопротивлений, намотанных бифилярно на катушках, сила тока 1 ма, r_1 — 1000 омов, r_2 — 600 омов, r_3 — 200 омов, r_4 — 100 омов, r_5 — 60 омов, r_6 — 20 омов, r_7 — 10 омов, r_8 — 6 омов, r_9 — 2 ома, r_{10} — 2 ома, r_{11} — 100 0 омов, r_{12} — 6000 омов, точность подгонки $\pm 0,1\%$, r_{13} — 3000 омов, r_{14} — 50 000 омов, также на катушках, небифилярно, точность подгонки $\pm 1\%$, G — гальванометр с внутренним сопротивлением R_g — 400 омов и внешней критическим сопротивлением R_{krit} — 2000 омов

Модель Геохима — ЦНИГРИ (Ленинград), выпуск 1936 г. В основном этот прибор является копией прибора фирмы Неедлей и описан в литературе. Весь прибор смонтирован на лакированной чугунной панели и ставится на стол со специальным креплением. В течение почти трехлетнего периода прибор работает вполне удовлетворительно.

К недостаткам прибора следует отнести необходимость работы в специальной комнате, так как фотобарабан не съемный. Контакт потенциометрического барабана выполнен в виде шпенечка с бороздкой. Последняя часть стирается и вызывает необходимость «подточка», что весьма неудобно, ибо требует тщательного выполнения, в противном случае контакт соскакивает. Не очень надежно выполнены щетки, подающие ток к потенциометрическому барабану. Осветитель питается постоянным током (12—24 в), это не всегда удобно, особенно в условиях заводской лаборатории.

Завод «Геологоразведка» (Ленинград) разработал и освоил полярограф несколько отличной конструкции (рис. 3). Это довольно портативный прибор (30 × 30 × 20 см), смонтированный на металлической панели (алюминиевой) и полностью (за исключением фотобарабана) закрыт от пыли и воздействия внешней среды металлическим капотом. На верхней крышке имеются три окошечка для наблюдения за вольтметром, зайчиком гальванометра и потенциометрическими барабанами.

Последний сделан из текстолита. Барабан имеет прямой, обратный и свободный ход. Переключатель скорости позволяет изменять последнюю почти в два раза (6' и 10').

Главное отличие этого прибора — специальный гальванометр, смонтированный на панели полярографа. Характеристики его: $T = 6$ сек., $R_g = 400$, $R_{kp} = 2400$, $I = 4,7 \cdot 10^{-9}$ а/мм.

Луч света, отраженный от поверхности зеркала, проходит через систему зеркал и линз (3 шт.) и падает на щель фотоба-

рабана. Это сделало возможным значительно сократить расстояние между гальванометром и щелью фотобарабана. При помощи корректора зайчик может быть возвращен к началу щели три раза без внесения погрешности в определение, что значительно расширяет измеряемый диапазон.

Редуктор имеет 10 переключателей и к нему же имеется мультипликатор на 1 и 1,5. Таким образом диапазон в подборе чувствительности увеличен в два раза. Это имеет большое значение при работе с большой чувствительностью.

В отличие от прибора ГИРЕДМЕТ установленный вольтметр позволяет не только измерять напряжение аккумулятора, но при помощи переключателя следить за изменением э. д. с. в процессе поляризации.

Фотобарабан съемный. Конструкция его, а также съем значительно проще, чем в приборе ГИРЕДМЕТ.

Монтаж и механическая часть выполнены вполне удовлетворительно.

Нужно лишь отметить, что подвижной контакт выполнен, как и в приборе ЦНИГРИ, в виде шпенечка с бороздкой, что, как мы уже отмечали, не совсем удобно.

Резюмируя изложенное, нужно отметить, что, поскольку нам известно, прибор завода «Геологоразведка» является наиболее совершенным. Необходимо принять все меры к быстрой организации серийного выпуска его, а также обеспечить минимальную стоимость его, чтобы не лишать заводские лаборатории возможности пользоваться им.

В заключение считаем нужным отметить, что в процессе рационализации последнего прибора необходимо разработать схему компенсации как «бесфарадеевских» токов, так и токов электролиза. Поскольку нам известно, этим вопросом занимается ряд институтов и организаций. Обмен мнений по этому вопросу на предстоящей аналитической конференции позволит выработать наиболее совершенную схему, что значительно расширит области применения полярографического метода анализа.