ЖУРНАЛ ФИЗИЧЕСКОЙ ХИМИИ
Т. XXXIV 1960 № 7

УСТАНОВКА С ВРАЩАЮЩИМСЯ ДИСКОВЫМ ЭЛЕКТРОДОМ

М. П. Белянчиков, Ю. В. Плесков и В. Г. Номинов

После развития В. Г. Левичем [1] теории конвективной диффузии применительно к вращающемуся в растворе диску, метод вращающегося дискового электрода находит весьма широкое применение в практике физико-химического исследования: для определения концентрации и коэффициентов диффузии растворенных веществ, для изучения кинетики электрохимических процессов, растворения твердого тела в жидкости, некоторых гомогенных химических процессов и т. п. [2—6].

В ряде случаев необходимо вести измерения в условиях интенсивной подачи реагирующего вещества из объема раствора к поверхности электрода (при сохранении ламинарного режима течения жидкости), что осуществляется увеличением скорости вращения диска. Описанные в литературе установки с вращающимся электродом [2, 7] позволяют достичь скорости вращения 20000—22000 об/мин. Они обладают рядом конструктивных недостатков и неудобны в работе (отсутствует плавная регулировка числа оборотов, невозможны сколько-нибудь продолжительные измерения при высокой скорости вращения и т. д.). Описываемая ниже лабораторная установка свободна от перечисленных недостатков и позволяет производить изучение электрохимических процессов в условиях интенсивного перемешивания раствора. Скорость вращения электрода плавно меняется в интервале 900—33000 об/мин.; стабильность скорости вращения ± 1% от установленного значения.

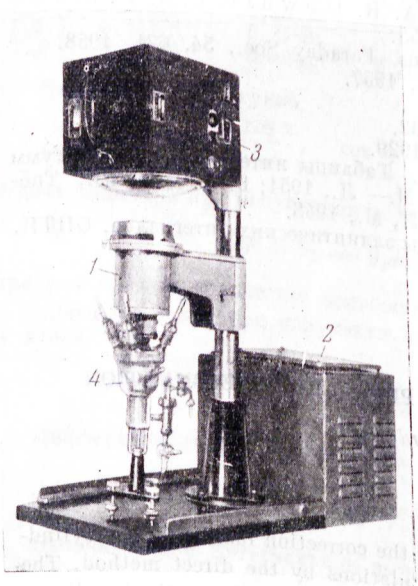

Рис. 1. Общий вид установки с вращающимся электродом: *1* — электродвигатель; *2* — электронный генератор; *3* — строботахометр; *4* — электрохимическая ячейка

Установка смонтирована на настольном штативе (рис. 1) и включает в себя следующие части:

1. Высокочастотный электродвигатель с вертикально расположенным валом, на нижнем конце которого укреплен электрод.

2. Электронный генератор, приводящий электродвигатель во вращение.

3. Строботахометр ПСТ-1 для измерения скорости вращения.

4. Электрохимическая ячейка.

Электродвигатель. Вкачестве привода применяется высокочастотный короткозамкнутый асинхронный электродвигатель трехфазного тока мощностью 0,05 *квт* (рис. 2). Статор *3* двигателя собран из пластин электротехнической стали Э-44, толщиной 0,35 *мм*. Число пазов $z_1 = 12$. Обмотка статора двухслойная, выполнена проводом ПЭВ-2.

Пакет статора размещен внутри корпуса *8*, представляющего собой полый цилиндр. С обоих торцов к корпусу крепятся щитки *6* и *12*, в которых установлены подшипники *11*. Центрирование статора и щитков по одной поверхности исключает образование заметной серпообразности воздушного зазора между ротором и статором, что необходимо для безвибрационной работы двигателя на высоких оборотах.

Опорами вала ротора *5* служат радиально-упорные шарикоподшипники ЦКБ-667 с посадочным диаметром под вал 9 *мм*. Их особенность заключается в наличии так называемого «замка» на внутреннем кольце и базировании сепаратора по бортам наружного кольца. Предварительный натяг подшипников, необходимый для нормальной работы двигателя, осуществляется пружиной *10* и составляет 2—3 *кг*. Ротор двигателя состоит из пластин железа и «беличьего колеса». Число прутьев $z_2 = 10$.

Электронный генератор. Питание электродвигателя осуществляется от электронного силового генератора мощностью 0,1 *квт*. Скорость вращения ротора электродвигателя изменяется путем изменения частоты генератора в интервале 15—550 *гц*. Генератор состоит из задающего генератора, каскада предварительного усиления, конечной ступени, блока питания и набора емкостей для сдвига фаз в обмотке двигателя (рис. 3).

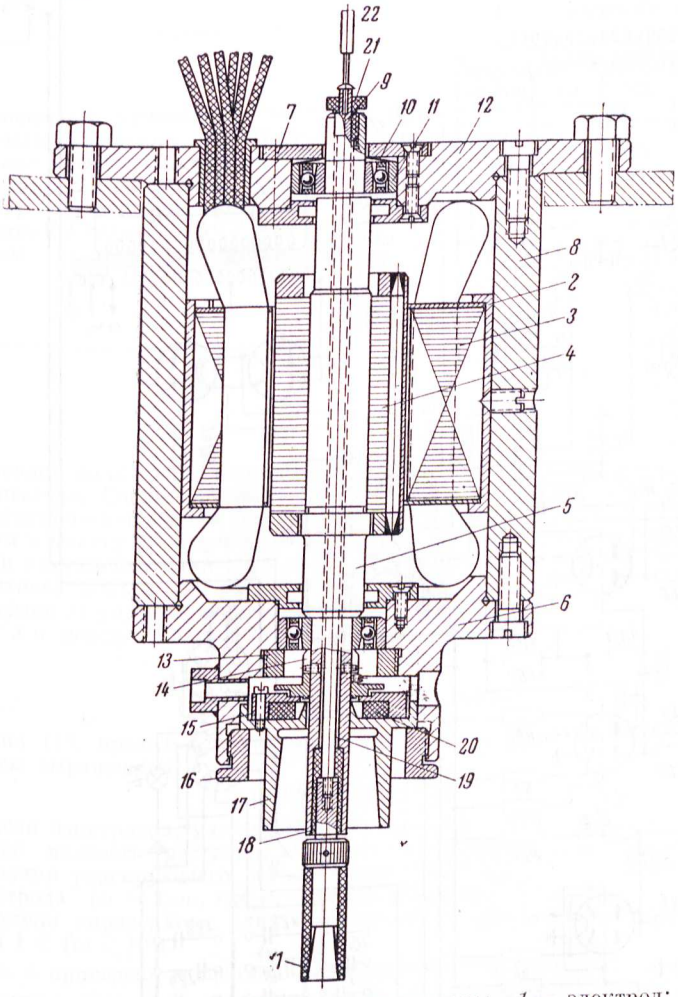

Рис. 2. Высокочастотный электродвигатель: *1* — электрод; *2* — стакан статора; *3* — пластина статора, *4* — пластина ротора; *5* — вал ротора; *6* — щиток нижний; *7* — шайба; *8* — корпус; *9* — валик; *10* — пружина; *11* — подшипник; *12* — щиток верхний; *13* — гайка; *14* — втулка; *15* — медно-графитное кольцо; *16* — гайка; *17* — конус; *18* — изолирующая втулка; *19* — изолирующая трубка, *20* — упругий элемент, *21* — изолирующая втулка; *22* — медно-графитная игла

Задающий генератор работает на лампах 6Ж3П и 6Н1П по двухкаскадной RC-схеме. Параметры частотно-избирательного четырехполюсника в цепи положительной обратной связи рассчитаны на частоты 15—550 *гц*. Этот интервал разбит на четыре диапазона, причем ступенчатая регулировка частоты производится переключением емкостей частотно-избирательного четырехполюсника *, а плавная регулировка — переменным сдвоенным сопротивлением.

Фазопереворачивающая ступень работает на лампе 6Н9 по автобалансной схеме, предмощный каскад — на лампе 6Н7 по парафазной схеме. Конечная ступень собрана по двухтактной ультралинейной схеме на лампах ГУ-50 по две лампы в плече. Для

* Одновременно с переключением диапазонов происходит переключение емкостей для сдвига фаз в обмотке двигателя.

коррекции частотной характеристики усилителя управляющие сетки лампы ГУ-50 шунтируются цепочками из сопротивлений и емкостей. Первичная обмотка выходного трансформатора также шунтируется емкостями.

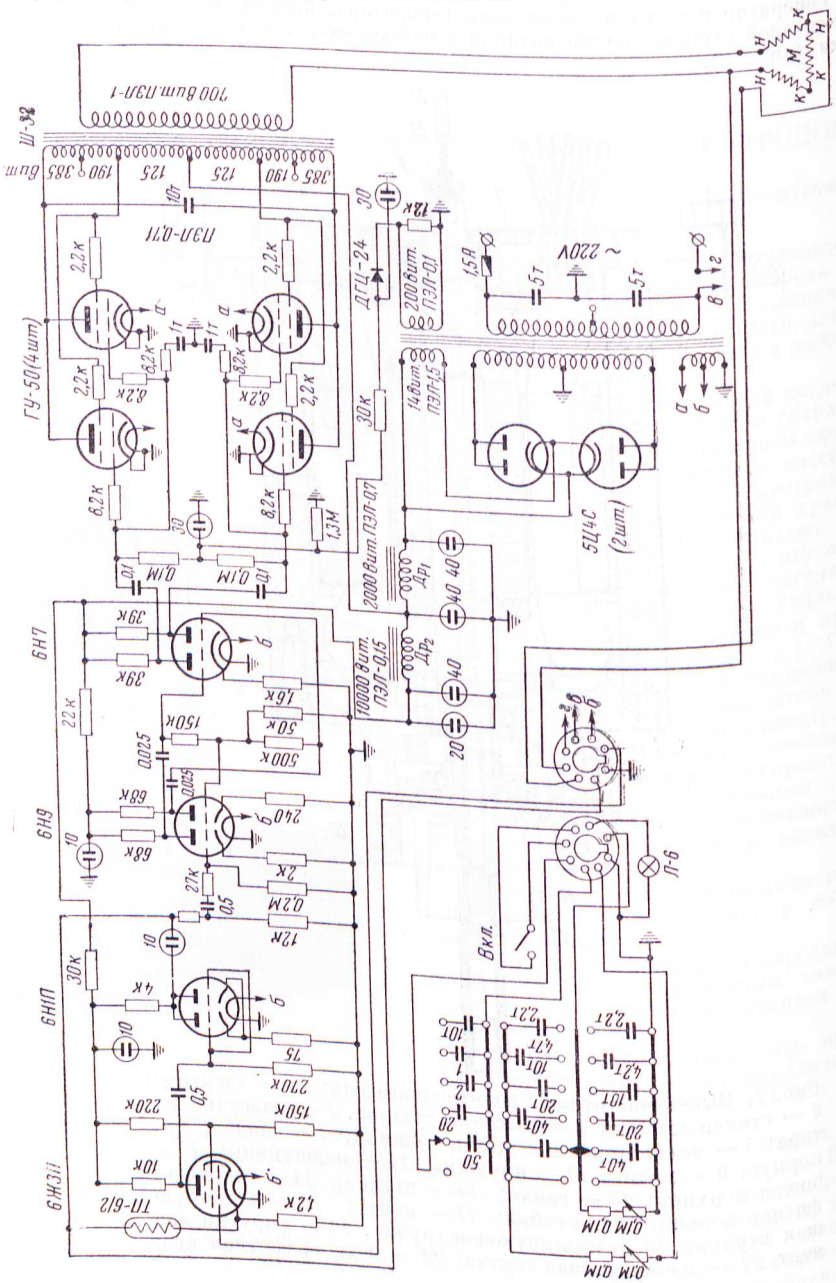

Рис. 3. Схема электронного генератора

Для питания генератора от сети переменного тока служит двухполупериодный кенотронный выпрямитель, собранный на лампах 5Ц4С. Для сглаживания выпрямленного тока поставлен двухъячейный фильтр.

Электрод и уплотнительное устройство (рис. 2). Электрод *1* представляет собой стальной стержень, на котором укреплен усеченный конус из исследуемого металла. Рабочей поверхностью является нижнее основание усеченного конуса диаметром 6,5 *мм*; боковая поверхность электрода закрыта кожухом из тефлона. К установке может быть изготовлено несколько взаимозаменяемых электродов *. Электрод закрепляется на валу ротора *5* при помощи изолирующей втулки *18*

* При необходимости производить измерения в условиях турбулентного течения жидкости следует использовать электрод необтекаемой формы [8].

и удерживается от смещения в вертикальном направлении валиком *9*, проходящим внутри вала ротора и изолированным от него хлорвиниловой трубкой *19* и втулками *18* и *21*. Подвод тока к электроду осуществляется при помощи скользящего контакта, образованного верхним концом валика *9*, в который запрессована платиновая головка,

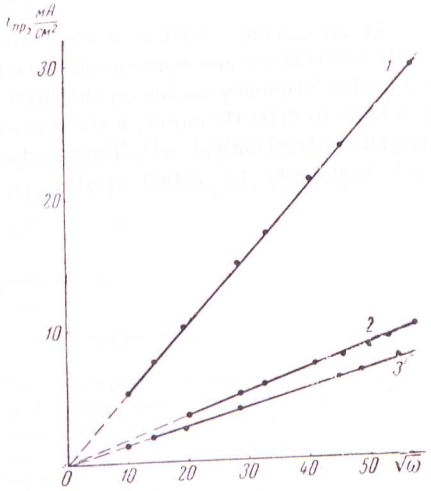

Рис. 4. Зависимость предельного тока от угловой скорости вращения электрода: *1* — восстановление $KMnO_4$ ($1{,}5 \cdot 10^{-3}$ *M*) на золотом электроде; *2* — окисление гидрохинона ($1{,}73 \cdot 10^{-3}$ *M*) на золотом электроде; *3* — восстановление $K_2Cr_2O_7$ ($3{,}31 \cdot 10^{-4}$ *M*) на амальгамированном золотом электроде. Фон — 1 *N* H_2SO_4

и расположенной по оси вала меднографитной иглой *22*, неподвижно укрепленной на корпусе двигателя. Сопротивление контакта не превышает нескольких десятых ома.

Электрохимическая ячейка устанавливается под мотором и прижимается стеклянным шлифом к конусу *17*. Герметизация ячейки при вращении электрода достигается при помощи латунной втулки с фланцем *14*, закрепленной на валу, и неподвижного меднографитного кольца *15*, расположенного над конусом *17*. Кольцо *15* прижимается к втулке *14* упругим элементом *20* из губчатой резины. Зазоры между втулкой *14* и валом *5* и между кольцом *15*, конусом *17* и упругим элементом *20* заливаются лаком.

Экспериментальная часть

Согласно [1], предельный ток диффузии на вращающийся дисковый электрод определяется выражением:

$$i_d = 0{,}62\, nFD^{2/3}\nu^{-1/6}\omega^{1/2}c,$$

где n — число электродов, участвующих в процессе; F — число Фарадея; ν — кинематическая вязкость раствора; D и c — соответственно, коэффициент диффузии и концентрация реагирующего на электроде вещества; ω — угловая скорость вращения электрода ($\omega = 2\pi m$, где m — число оборотов электрода в секунду). Приведенная формула справедлива для ламинарного режима течения жидкости (число Рейнольдса $1 \ll \mathrm{Re} < 10^5$).

На рис. 4 приведена зависимость предельного тока i_d от $\sqrt{\omega}$ для различных реакций окисления и восстановления. Как видно из рис. 4, прямая пропорциональность между i_d и $\sqrt{\omega}$ для реакций восстановления $K_2Cr_2O_7$ и $KMnO_4$ и окисления гидрохинона сохраняется во всем исследованном интервале ω (число Рейнольдса $10^3 < \mathrm{Re} < 4 \cdot 10^4$), что свидетельствует о сохранении в нашем случае ламинарного режима движения жидкости до 33000 об/мин.

Приносим благодарность В. С. Батрукову, сконструировавшему электрод и уплотнительное устройство.

Академия наук СССР
Институт электрохимии

Поступила
10.I.1960

ЛИТЕРАТУРА

1. В. Г. Левич, Физико-химическая гидродинамика, М., 1959.
2. А. Н. Фрумкин, Э. А. Айказян, Изв. АН СССР, Отд. хим. н., 202, 1959.
3. E. Hogge, M. Kraichman, J. Amer. Chem. Soc., **76**, 1431, 1954.
4. Ю. В. Плесков, Ж. физ. химии, **34**, 623, 1959.
5. И. Р. Кричевский, Ю. В. Цеханская, Ж. физ. химии, **30**, 2315, 1956; **33**, 2331, 1959.
6. Я. Коутецкий, В. Г. Левич, Докл. АН СССР, **117**, 441, 1957.
7. Г. П. Дезидерьев, С. И. Березина, Изв. Каз. филиала АН СССР, Серия хим. наук, вып. 3, 41, 1957.
8. Г. Л. Видович, А. И. Федорова, Докл. АН СССР, **109**, 135, 1956.

AN ARRANGEMENT WITH A ROTATING DISC ELECTRODE

M. P. Belyanchikov, Yu. V. Pleskov and V. G. Pominov (Moscow)

Summary

An arrangement with a rotating disc electrode has been described for kinetic studies of electrochemical processes on intensive stirring of the solution. The arrangement comprises a high-frequency motor on the shaft of which is attached the electrode, an electronic generator to drive the motor, a stroboscopic tachometer for measuring the rotation speed and an electrochemical cell. The speed of rotation of the electrode may be gradually varied from 900 to 33000 r/min.