

RRDE-3A 回転リングディスク電極装置 Ver.3.0

取扱説明書



目次

1 章. 概要	4
1-1. 概要	4
1-2. 特長	4
1-3. 仕様	5
1-4. アイコン	6
1-5. ラベル	7
2 章. 基本情報	8
2-1. 更新情報について	8
2-2. 仕様の変更について	8
2-3. 搬送時の破損	8
2-4. 製品保証	8
2-5. サービス情報	9
2-6. その他	9
3 章. セットアップ	10
3-1. 出荷製品の確認	10
3-2. オプション	11
3-3. 本体のセットアップ	12
3-4. 電源	13
3-5. フロントパネルの構成	14
3-6. バックパネルの構成	16
3-7. 電源ケーブルの接続	18
3-8. ポテンシオスタットとの接続	19
3-8-1. モデル 3325 パイポテンシオスタット	19
3-8-2. セルケーブルの接続	21
3-8-3. ガスパージコネクタの接続	23
3-9. セルの設置	24
3-10. パージラインの接続	26
4 章. 各部位の説明	27
4-1. LCD ディスプレイの表示	27
4-1-1. 初期表示	27
4-1-2. 通常時の設定画面	27
4-1-3. エラー表示	28
4-1-4. 警告表示	28
4-1-5. 警告表示のクリア	29
4-2. 作用電極の着脱	30
5 章. 基本操作	32
5-1. リモート制御	32

5-2. ガスパージ	33
5-3. 測定前の準備	34
5-4. 測定手順	36
5-5. 典型的な試験結果の例	39
5-6. スピンコーティング	40
6 章. 保守	43
6-1. 汎用的な保守	43
6-2. メンテナンスモード	44
6-2-1. メンテナンスモードの起動方法	44
6-2-2. メンテナンスモードのメニュー	44
6-2-3. 回転数の設定単位の変更	45
6-2-4. 総回転時間 & 次回ワーニング時間表示	45
6-2-5. 警告表示のクリア	46
6-2-6. リモート電圧確認表示	46
6-3. 電極の再研磨	47
6-4. RRDE-3A 保守用パーツ	48
6-5. Oリングの交換	49
6-6. 銀カーボンブラシの交換	50
6-7. シャフトアッセンブリーの交換	52
6-8. シャフトコンタクトプローブの交換	54
6-9. ベアリングアッセンブリーの交換	56
7 章. トラブルシューティング	58
7-1. 一般的なトラブル	58
7-2. 報告されたトラブル例	61
付録	69
A-1. 作用電極	69
A-1-1. RRDE/RDE	69
A-1-2. DRE-ディスク交換式電極	70
A-2. 参照電極	71
A-3. 非水溶媒系参照電極: RE-7N	71
A-4. RHEK –簡易型可逆水素電極キット	72
A-5. カウンター電極	74
A-6. PK-3 電極研磨キット	75
A-7. 他のポテンシostatとの接続	76
A-7-1. ALS 電気化学アナライザー	76
A-7-2. Gamry Interface 1010 ポテンシ/ガルバノスタット	79

1 章. 概要

1-1. 概要

RRDE-3A 回転リングディスク電極装置は、電気化学分野における回転電極を用いた対流ボルタンメトリー（回転電極法）を行うための小型回転電極装置です。回転電極法は重要な電気化学計測法の一つであり、リング電極はディスク電極と同心円上に配置されています。リングとディスク電極の間は絶縁材料によって分離され、ディスク電極は通常研究対象となる材質が選択されます。リング電極には一般的に白金または金が用いられます。

RRDE-3A は、電極の加工精度・電極の絶縁特性・電極の回転の安定性・回転速度の精度・再現性を高めて開発しました。本装置はこれらの点を十分考慮した上でデザインしました。

回転リングディスク電極はディスク電極界面での電極反応により生成する不安定な中間体の検出に適用され、電極反応メカニズムの解析にも役に立っています。従って、金属メッキ・燃料電池・電気分析化学・電気合成化学などの領域において幅広く応用されています。

1-2. 特長

1. リモート・マニュアルによる回転制御
2. 溶媒耐性に優れたポリメチルペンテン製サンプルバイアル
3. ガスパージコネクター付属
4. リモート・マニュアルによるガスパージ制御
5. 参照電極やカウンター電極が取り付けられるテフロンキャップ
6. モデル3325やALS 電気化学アナライザーのセルケーブルが直接接続可能
7. セルを簡単に取り付けできる構造

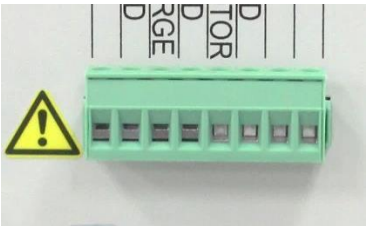
1-3. 仕様

大きさ	190 (W) x 230 (D) x 400 (H) mm
重量	3.5 kg
回転速度範囲	100 ~ 8,000 回転/分 (rpm)
測定精度	100 ~ 1,000 rpm 誤差1%以内 1,001 rpm 以上 誤差0.5%以内
回転シャフト	ステンレス製
モーター	DC サーボモーター (12 V)
電源	12 VDC
動作温度	10 ~ 50 °C
動作相対湿度	≤ 80 %
インレットガス圧	最大 34 kPa (5 psi)
リモート制御	バックパネルのTTL又はリレーからモーター制御 バックパネルのTTL又はリレーからパージ制御

1-4. アイコン

	Note: 重要な情報や補足情報を記載しています。
	Tip: 役立つ情報やアドバイスを記載しています。
	Wait Time: 動作や過程に待機時間を要する事を示しています。
	CAUTION: 警告表示です。記載内容に従わない場合、人体への怪我や機器の破損などを引き起こす可能性があります。
	WARNING: 特に危険な要素に対する警告表示です。記載内容に従わない場合、死亡や人体の深刻な障害、怪我や火災などを引き起こす可能性があります。
	ROTATING SHAFT HAZARD: 回転部への巻き込みに対する警告表示です。記載内容に従わない場合、人体への怪我や機器の破損などを引き起こす可能性があります。
	CORROSIVE SUBSTANCES: 薬傷や腐食に対する警告表示です。記載内容に従わない場合、人体への怪我や機器の破損、腐食などを引き起こす可能性があります。
	ELECTROSTATIC SENSITIVE: 人体からの静電気放電による、機器の破損を防止するための警告表示です。
	CHEMICAL INCOMPATIBILITY: 機器の破損を防止するための、薬品の不適合性に関する表示です。
	TEMPERATURE CONSTRAINT: 機器の使用可能温度に関する表示です。

1-5. ラベル

	ENTANGLEMENT HAZARD: モーターシャフト回転部への巻き込みに対する警告表示です。モーターカバーを開ける際は、RRDE-3A の電源を OFF にしてください。詳細は「6 章. 保守」をご参照ください。
	WARNING: リモート端子に関する警告表示です。詳細は「5-1. リモート制御」をご参照ください。
	FUNCTION EARTH: 装置間のグラウンド電位を一定に保つための、グラウンド端子であることを示しています。必要に応じてグラウンド線を接続してください。

2 章. 基本情報

2-1. 更新情報について

BAS 製品に関する最新の製品情報や重要なお知らせをご確認頂くために、弊社メールニュースをご購読ください。お客様へ最新の製品情報ならびに各種イベントのご案内をお知らせいたします。

メールニュースのお申し込みは、下記URLより行えます。

https://www.bas.co.jp/bas/mm_a1.html

2-2. 仕様の変更について

機器の性能向上のため、予告なしに仕様の変更を行うことがあります。

2-3. 搬送時の破損

運送中に機器のパーツが破損していた場合は、製品到着後7日以内に弊社または販売代理店および運送会社にご連絡ください。破損した製品を新品と交換いたします。運送会社が破損状況をチェックできるように、梱包されていたダンボール箱に製品をそのまま保存しておいてください。破損した製品の返却については、弊社または最寄りの代理店にご連絡ください。

2-4. 製品保証

弊社製品は出荷前に動作試験および検査が行われています。万が一下記の保証期間内に製品の欠陥が証明された場合、無償で交換・修理対応を行います。

- RRDE-3A本体のエレクトロニクス部分 ... 納品後 1年 以内
- RRDE-3A本体の消耗品パーツ ... 納品後 90日 以内
(銀カーボnbrラシ・コンタクトプローブ・チューブ類・ベアリング等)
- 電気化学セルや作用電極などの消耗品 ... 納品後 30日 以内

機器の分解による破損、薬品による破損・腐食等の場合はサービスの対象外になります。

本製品は、回転電極法による研究用途を目的としています。それ以外の用途で使用する場合、ユーザーの責任でご使用ください。当説明書の記載内容に従わず生じた損害に関して、弊社はその責任を一切負いかねます。

2-5. サービス情報

弊社には機器の修理担当者がおります。詳細については弊社営業担当に電話または電子メールでご連絡をお願いします(sales@bas.co.jp)。

その際に故障状況・シリアル番号等をお知らせください。

2-6. その他

本説明書には、一部画像にフリー素材を使用しています。個々の文章・写真・商標・ロゴマーク・その他著作物に関する著作権は、当社または原著作者、その他権利者に帰属します。

本説明書に記載された内容は、弊社又は第三者の特許権・著作権・商標権などの知的所有権に対する保証および実施権の許諾を行うものではありません。記載された内容を使用したことにより第三者の知的所有権等の権利に関わる問題が生じた場合、弊社はその責任を一切負いかねます。

3章. セットアップ

3-1. 出荷製品の確認

装置を箱から取り出し、付属品リストを参考に内容物が全て揃っているかを確認してください。リストにある製品を用いて組み立てを行います。

運搬時の機器の損傷が無いことを確認できるまで、梱包に用いたダンボールや梱包材は保存しておいてください。

欠品がある場合、欠品している部品について最寄りの代理店または弊社にご連絡ください。在庫を確認次第、交換品を速やかにお送りいたします。

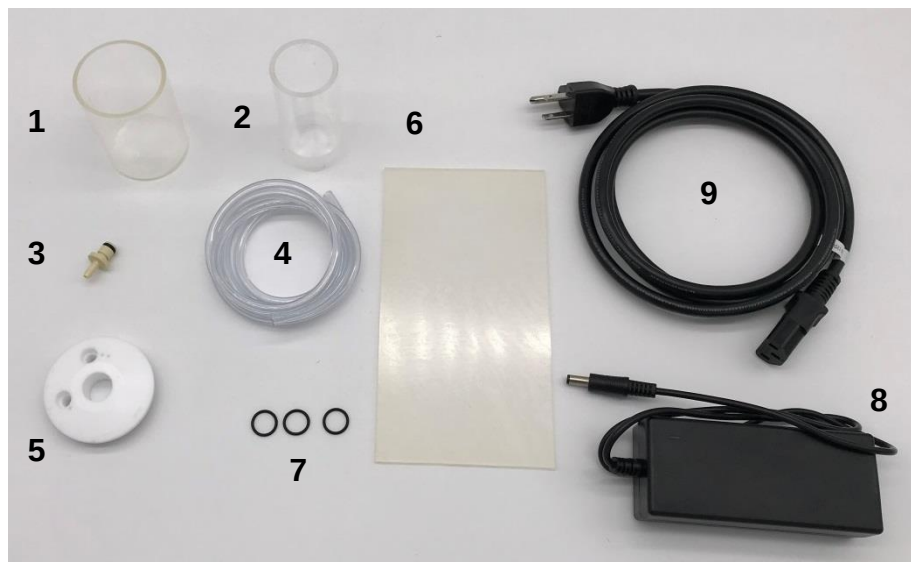


図 3-1-1. RRDE-3A 付属品一式

表 3-1. 付属品リスト

カタログNo.		品名	数量
013725		RRDE-3A 回転リングディスク電極装置 Ver.3.0	1
#	カタログNo.	付属品	数量
1	(013580)	アルカリ用サンプルバイアル(100mL)	1
2	012064	RRDE-3A用スピンコートアダプター	1
3	012065	パージ用ニップル(PP製)	1
4	013392	タイゴンチューブ OD1/4", ID1/8"	1
5	013271	RRDE-3A テフロンキャップ V.2	1
6	012642	RRDE-3A シリコンシート 100x180mm	1
7	012975	RRDE-3A ベアリングアッセンブリー用Oリング	3
8	013727	ACアダプター	1
9		電源ケーブル	1
		クイックマニュアル	1

3-2. オプション

作用電極の詳細は、付録「A-1. 作用電極」を参照してください。

RRDE（回転リングディスク電極）、RDE（回転ディスク電極）、DRE（ディスク交換式回転電極）に関する情報を掲載しております。

3-3. 本体のセットアップ

1. RRDE-3Aを設置します。温度変化の少ない部屋を選択し、安定した台の上などに設置します。エアダクト・オープン・冷蔵庫の近くにRRDE-3Aを設置することは避けてください。恒温制御下での実験を行う場合はウォータージャケットセルが必要になります。
2. ACアダプターと電源ケーブルを接続し、電源ジャックに接続します。この時、バックパネルのグラウンド端子からアース線を接続するようにしてください。アース線を接続しない場合、ノイズの原因となる場合があります。

	CAUTION: 無線干渉がある場所への設置は避けてください。
	CAUTION: 乾燥した場所、カーペットがひかれた場所への設置は避けてください。 静電気によるスパイクノイズを防止するには、帯電防止マットが有効です。
	WARNING: RRDE-3A は防爆非対応装置です。必ず非防爆エリアでご使用ください。
	WARNING: 振動の無い、安定した台の上に設置してください。

	Tip: グローブボックス内のような低湿度環境下で使用する際、装置内部の銀カーボンブラシの摩擦係数が上昇します。銀カーボンブラシの交換手順については「6-6. 銀カーボンブラシの交換」をご確認ください。
	Tip: 高感度測定を必要とする場合、人通りが多く、密集した場所での使用は避けてください。
	TEMPERATURE CONSTRAINT: RRDE-3A は、10～50℃の温度環境下で使用してください。
	CHEMICAL INCOMPATIBILITY: 強酸および強塩基下に、作用電極を長時間浸漬しないでください。使用後は作用電極を溶液から取り出し、洗浄後に自然乾燥させてください。本マニュアルに記載された溶液量と電極浸漬深さに従ってください。

3-4. 電源

RRDE-3Aは、12V DCの電源を用いることで使用できます。

	CAUTION: サージフリーの電源を使用してください。室内にオープン・ボルトックスミキサー・遠心機等の大きなモーターを使用している機器がある場合、電源にスパイクノイズが発生することがあります。
---	---

3-5. フロントパネルの構成

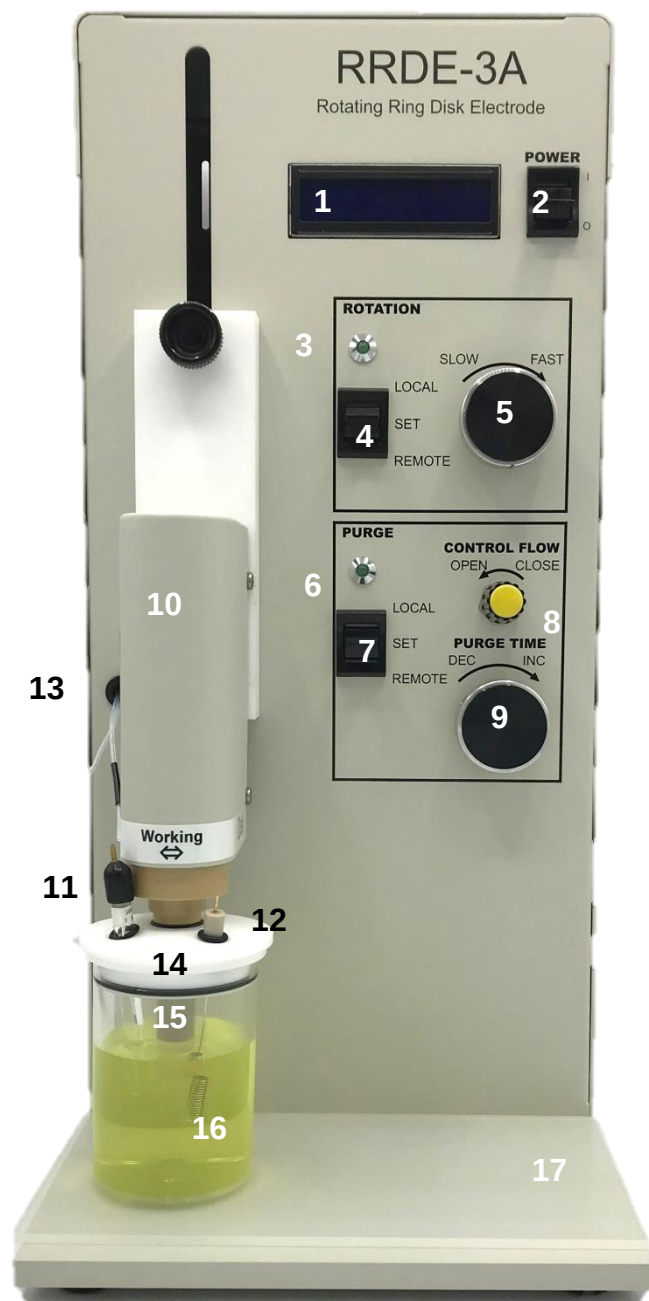


図 3-5-1. フロントパネル

表 3-5. フロントパネル各部位の説明

No	名称	No	名称
1	LCDディスプレイ: 回転数(rpm)、パージ時間を表示	10	モーターシャフト
2	電源スイッチ	11	参照電極
3	回転LEDランプ: 回転がONの時、LEDが点灯	12	カウンター電極
4	回転コントロールスイッチ: (SET, LOCAL, REMOTE*)	13	ガスパージ用テフロンチューブ
5	回転数設定ノブ (設定範囲 100~8,000 rpm)	14	テフロンキャップ
6	パージ LEDランプ: パージがONの時、LEDが点灯	15	作用電極
7	ガスパージスイッチ: (SET, LOCAL, REMOTE*)	16	サンプルバイアル
8	パージ流量ノブ	17	シリコンシート
9	パージ時間設定ノブ (設定範囲 0~9,999 sec)		

*REMOTE : バックパネルのリモート端子の回転速度制御(IN)、ガスパージ制御(PURGE)を有効にします。詳細は「5-1. リモート制御、5-2. ガスパージ」をご参照ください。

	WARNING: 振動の無い、安定した台の上に設置してください。
	TEMPERATURE CONSTRAINT: RRDE-3A は、10~50℃の温度環境下で使用してください。
	CHEMICAL INCOMPATIBILITY: 強酸および強塩基下に、作用電極を長時間浸漬しないでください。使用後は作用電極を溶液から取り出し、洗浄後に自然乾燥させてください。本マニュアルに記載された溶液量と電極浸漬深さに従ってください。

3-6. バックパネルの構成

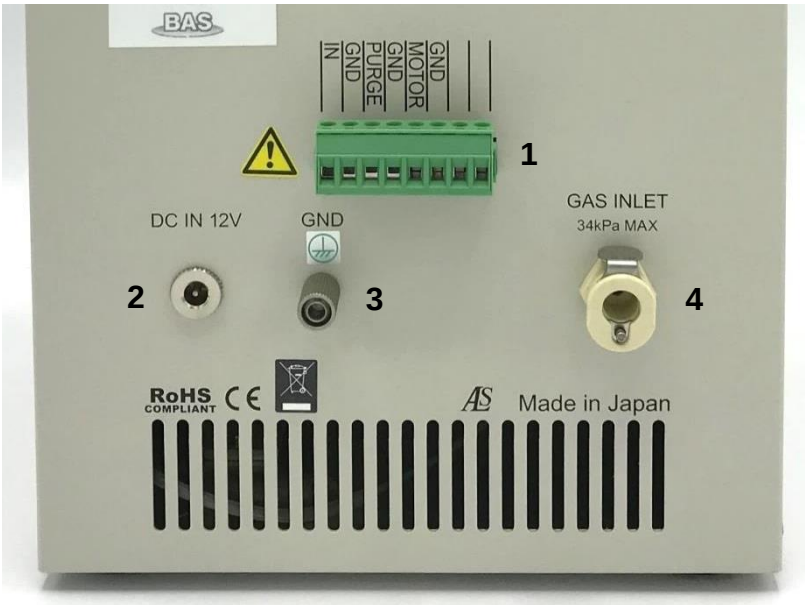


図3-6-1. バックパネル

表3-6-1. バックパネル各部位の説明

No.	機能
1	リモート端子
2	電源ジャック
3	グラウンド端子
4	ガスパージコネクター34 kPa(5 psi)未満



図3-6-2. リモート端子

表3-6-2. リモート端子の各ピンの説明

No.	表示.	機能
1	IN	フロントパネルのROTATIONスイッチがREMOTE時 回転速度制御用(入力電圧100～8,000 mV DCで100～8,000 rpmに制御)*
2	GND	アナロググラウンド、INと連動して接続
3	PURGE	フロントパネルのPURGEスイッチがREMOTE時 ガスパージ制御用(TTL, active low level)
4	GND	デジタルグラウンド、PURGEと連動して接続
5	MOTOR	フロントパネルのROTATIONスイッチがLOCAL時 モーター回転のON/OFF制御用(TTL, active high level)**
6	GND	デジタルグラウンド、MOTORと連動して接続
7		未使用
8		未使用

*詳細は「3-8. ポテンシオスタットとの接続」をご参照ください。

**回転中に No.5、No.6 をショートさせるとモーターは停止します。



CAUTION:

TTL 信号を IN に繋ぐと約 5000 rpm で暴走するため、接続を間違えないようご注意ください。

3-7. 電源ケーブルの接続

フロントパネルの電源スイッチがOFF(O)になっていることを確認し、バックパネルの電源ジャックに電源ケーブルとACアダプターを接続します(図3-7-1)。次に、電源スイッチをON(I)にします。



図 3-7-1. 電源ケーブル接続

3-8. ポテンシostatとの接続

3-8-1. モデル 3325 パイポテンシostat

モデル3325 パイポテンシostatとの接続方法をご説明します。その他ポテンシostatの接続に関しては、付録「A-7. 他のポテンシostatとの接続」をご参照ください。

・ リモート接続

電極の回転速度とガスパージは、ポテンシostatからリモート制御を行います。リモートケーブルをRRDE-3Aに接続しコントロールスイッチをREMOTEに合わせることで、ポテンシostatがリモートコントローラーとして機能します。

モデル3325のCell Controlポートからリモートケーブル(013818 CB-VS リモートケーブル(15pin))を用いて、RRDE-3Aのバックパネルのリモート端子(図3-8-1-1)に接続します。

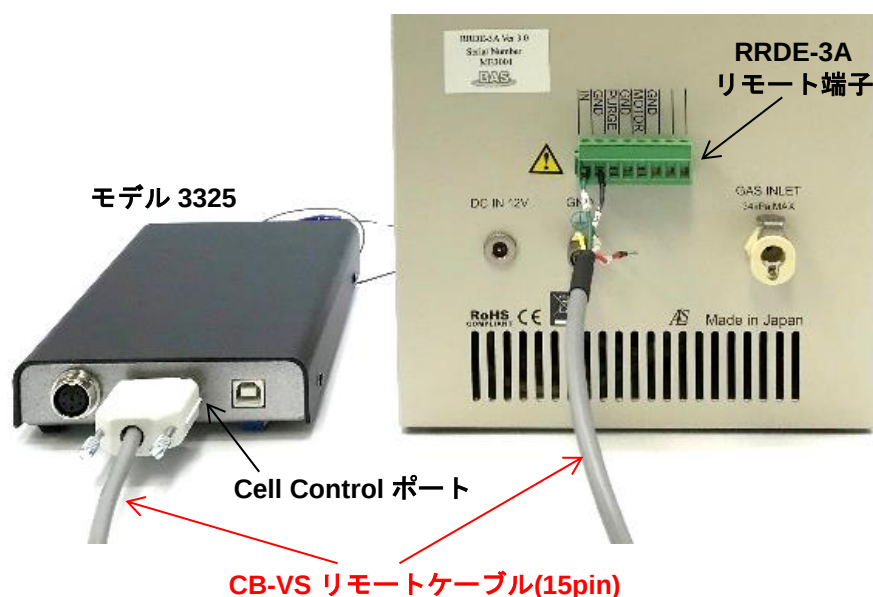


図 3-8-1-1. RRDE-3A とモデル 3325 との接続

モデル3325のCell Controlポートにリモートケーブル(013818)をしっかり差し込み、つまみネジで固定します。ケーブルの線だし部分のピンのラベル表示を確認し、回転制御は、R(Pin#4, RDE)、G(Pin#5, Ground)をそれぞれ、RRDE-3Aのバックパネルのリモート端子IN、GND(INの右隣)に接続します(図3-8-1-2 左)。

ガスパージ制御も行う場合は、P(Pin#13,Purge)をPURGEに接続してGND(INの右隣)とGND(PURGEの右隣)をジャンパーで接続します (図3-8-1-2 右)。
※ジャンパーは別途ご用意ください。

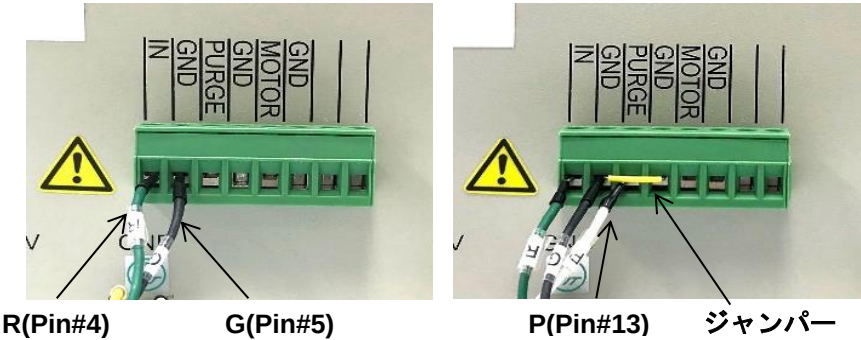


図 3-8-1-2. RRDE-3A リモート端子へのリモートケーブルの接続

表 3-8-1. RRDE-3A とモデル 3325 の接続

CB-VS リモートケーブル(15pin) (013818)			RRDE-3A リモート端子
ラベル	Pin #	機能	
R	4	RDE	IN
G	5	Ground	GND (IN の右隣)
P	13	Purge	PURGE
G(ジャンパー*)	5	Ground	GND (PURGE の右隣)

*ジャンパーを使用してPin#5と接続

モデル3325専用ソフトの回転ディスク電極の回転速度の設定範囲は0～10,000 rpmです。モデル3325のCell Controlポートから、0～10,000回転速度に対応する0～10 Vの電圧を出力します。RRDE-3Aの電極の回転速度の100～8,000 rpmを、100～8,000 mV(DC)で制御可能です。

RRDE-3A のパージおよびピンチバルブの機能はTTL信号のアクティブローにて制御されます。

セルケーブルを各測定器とRRDE-3Aの作用電極・参照電極・カウンター電極に接続してから、測定を行ってください。



WARNING:

リモート制御を行う場合は必ず専用のケーブルを使用し、高周波ノイズ対策を行ってください。リモート制御機能を使用しない場合は、リモート端子に何も接続しないでください。

3-8-2. セルケーブルの接続

ポテンショスタットから伸びたセルケーブルのワニ口クリップを、各電極のピンに挟んで接続します(図3-8-2-1)。ワニ口クリップはカラーコード化されていますので、簡単に判別できます。

リング電極とディスク電極のピンは、モーターシャフトの下部にあります。

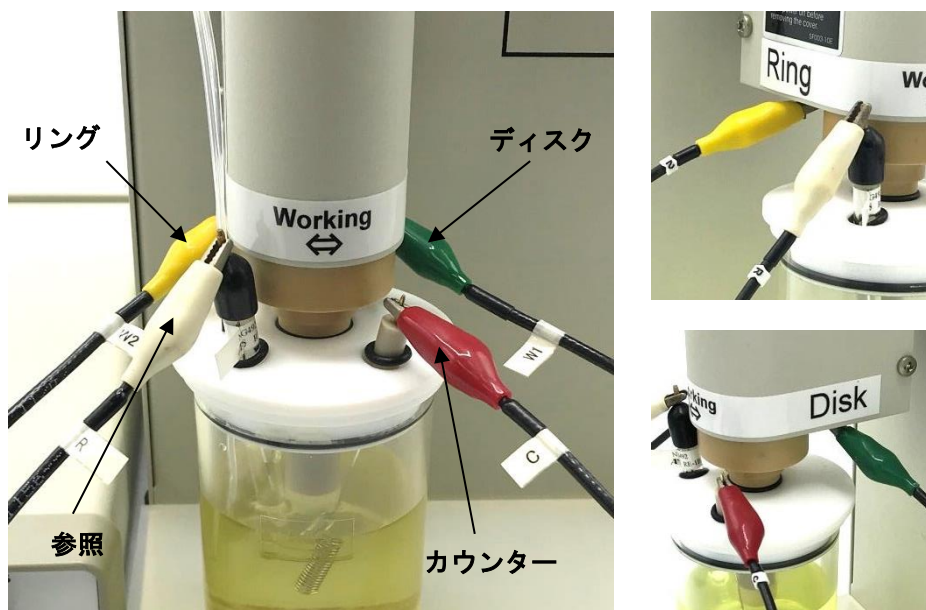


図3-8-2-1. 電極ケーブルの接続

表 3-8-2. ワニ口クリップのカラーコード

ワニ口の色	接続する電極
緑	ディスク (作用)
白	参照
赤	カウンター
黄	リング (作用)

	ROTATING SHAFT HAZARD: 軸が歪んでいたり、破損している状態のシャフトを回転させないでください。
	TEMPERATURE CONSTRAINT: RRDE-3A は、10～50℃の温度環境下で使用してください。
	CHEMICAL INCOMPATIBILITY: 強酸および強塩基下に、作用電極を長時間浸漬しないでください。使用後は作用電極を溶液から取り出し、洗浄後に自然乾燥させてください。本マニュアルに記載された溶液量と電極浸漬深さに従ってください。
	Tip: 作用電極の表面は、測定の度に毎回研磨するのが理想です。研磨手順の詳細は「A-6. PK-3 電極研磨キット」をご覧ください。
	Note: 回転軸に垂直に取り付けられていない、又は破損しているシャフトアッセンブリーを回転させた場合、モーターからシャフトが脱落する可能性があります。点検およびメンテナンスを定期的に行ってください。
	Note: RRDE-3A のモーターシャフトの可動域は特定の範囲に制限されています。電解セルに溶液を入れすぎない限り、誤ってシャフト側面まで溶液に浸漬してしまう心配はございません。

3-8-3. ガスパージコネクタの接続

RRDE-3Aには、付属品としてタイゴンチューブとパージ用ニップルが含まれています。パージ用ニップルは、RRDE-3Aのバックパネルのガスパージコネクタに押し込むだけで簡単に接続できます(図3-8-3-1)。タイゴンチューブの片側をパージ用ニップルに、もう片方をガスボンベに接続してください。ガス圧は34 kPa(5 psi)を越えないようにしてください。



図 3-8-3-1. パージ用ニップルの接続

RRDE-3Aからガスチューブを外す場合、ガスパージコネクタ上部のタブをパージ用ニップルに向けて押し付けた状態でチューブを引くことで、パージ用ニップルごと外れます。



WARNING:

ガスパージを行う際は、水素ガスのような可燃性ガスの使用は避けてください。また、圧力をかけすぎないように注意してください。

3-9. セルの設置

RRDE-3Aは電解セルを簡単に交換でき、一般的な電解セルにも適用できるように設計されています。付属のサンプルバイアルの設置は、次の手順に従って行います。

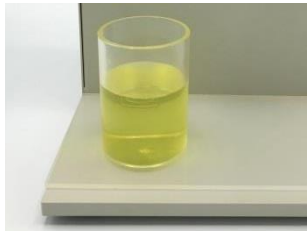


図3-9-1. 電解セルをシリコンシートの上に置きます。サンプルはピペットを用いて簡単に注入できます。溶液量は 65 ± 5 mlにする。



図3-9-2. 電解セルにテフロンキャップをセットします。



図3-9-3. 参照電極・カウンター電極・パージ用チューブをテフロンキャップに固定します。



図3-9-4. 作用電極を回転させながら位置設定ノブを緩めてモーターシャフトを下ろし、作用電極を溶液に浸漬させます。

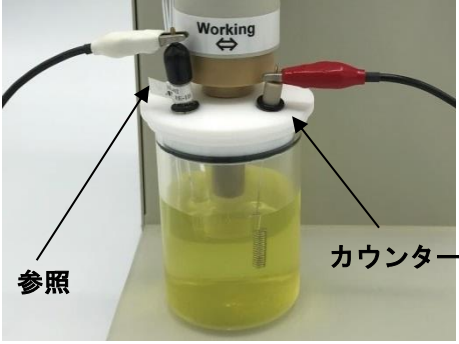


図3-9-5. 参照電極とカウンター電極のOリングを動かし、電極の位置を調整します。

	WARNING: 振動の無い、安定した台の上に設置してください。
	WARNING: シャフトをテフロンキャップに慎重に差し込んでください。モーターシャフトのネジを締めるまで、モーターシャフトから手を離さないようにしてください。

	WARNING: ガスパージを行う際は、水素ガスのような可燃性ガスの使用は避けてください。また、圧力をかけすぎないように注意してください。
	WARNING: ガスパージを行う際は、電解セルを完全に密閉しないでください。内部圧力の増加によりセルが破裂する恐れがあります。
	ROTATING SHAFT HAZARD: 軸が歪んでいたり、破損している状態のシャフトを回転させないでください。
	TEMPERATURE CONSTRAINT: RRDE-3A は、10～50℃の温度環境下で使用してください。
	CHEMICAL INCOMPATIBILITY: 強酸および強塩基下に、作用電極を長時間浸漬しないでください。使用後は作用電極を溶液から取り出し、洗浄後に自然乾燥させてください。本マニュアルに記載された溶液量と電極浸漬深さに従ってください。
	Tip: 作用電極の表面は、測定の度に毎回研磨するのが理想です。研磨手順の詳細は「A-6. PK-3 電極研磨キット」をご覧ください。
	Tip: 腐食等で汚れたシャフトを使用していると、シャフトの抵抗値が上昇し、測定が上手くいかない事があります。
	Tip: グローブボックス内のような低湿度環境下で使用する際、装置内部の銀カーボンブラシの摩擦係数が上昇します。銀カーボンブラシの交換手順については「6-6. 銀カーボンブラシの交換」をご確認ください。
	Note: 回転軸に垂直に取り付けられていない、又は破損しているシャフトアッセンブリーを回転させた場合、モーターからシャフトが脱落する可能性があります。点検およびメンテナンスを定期的に行ってください。
	Note: RRDE-3A のモーターシャフトの可動域は特定の範囲に制限されています。電解セルに溶液を入れすぎない限り、誤ってシャフト側面まで溶液に浸漬してしまう心配はございません。

3-10. パージラインの接続

RRDE-3Aは不活性ガスを溶液にパージすることができます。窒素ガス、アルゴンガスなどの不活性ガスをバブリングすることにより、溶液から酸素を取り除きます。

パージラインは2本のテフロンチューブ（外径 1/16 inch）から構成され、テフロンキャップを通して電解セル内に入ります(図3-10-1)。

黒いカバーがついたテフロンチューブはサンプル表面の上に設置し、もう1本のテフロンチューブは溶液の中に入れます。

筐体内へのテフロンチューブの脱落を防止するため、Oリングを取付けています。Oリングの位置をスライドさせ、テフロンチューブの長さを調整してください。



図 3-10-1. テフロンチューブのセット

	WARNING: ガスパージを行う際は、水素ガスのような可燃性ガスの使用は避けてください。また、圧力をかけすぎないように注意してください。
	WARNING: ガスパージを行う際は、電解セルを完全に密閉しないでください。内部圧力の増加によりセルが破裂する恐れがあります。

4 章. 各部位の説明

4-1. LCD ディスプレイの表示

電源投入後、LCDディスプレイには次の情報が表示されます。

4-1-1. 初期表示

電源投入時、LCDディスプレイには機種名が5秒間表示されます。この後、設定画面に移行します。



```
BAS Inc.  
RRDE-3A Ver3.00
```

図 4-1-1-1. ディスプレイ表示(初期表示)

回転コントロールスイッチとガスパージスイッチが正位置(SET)でない場合、エラーが表示されます。SET へ戻すと初期表示の後に設定画面に移行します。

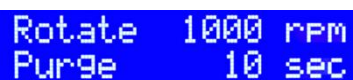


```
SW Position err!
```

図 4-1-1-2. ディスプレイ表示(SW Position err!)

4-1-2. 通常時の設定画面

LCDディスプレイに回転数とパージ時間の設定値がそれぞれ表示されます。回転数設定ノブ、またはパージ時間設定ノブを操作することで設定値を変更できます。回転、またはパージさせることで設定値が保存されます。

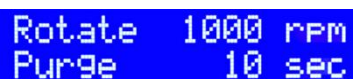


```
Rotate 1000 rpm  
Purge 10 sec
```

図4-1-2-1. ディスプレイ表示(設定画面)

それぞれ10 rpm刻みでの設定が可能です。回転数については、メンテナンスモードから1 rpm刻みでの設定に切り替えることが可能です。手順については「6-2. メンテナンスモード」をご参照ください。

回転コントロールスイッチがLOCALまたはREMOTEにあり、モーターシャフトが回転している時は実際の回転数が表示されます。



```
Rotate 1000 rpm  
Purge 10 sec
```

図4-1-2-2. ディスプレイ表示(回転動作画面)

ガスパージを開始すると、パージ時間のカウントダウンが始まります。パージ時間が0 secになると、溶液へのガスパージを停止します。

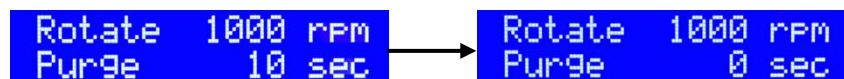


図 4-1-2-3. ディスプレイ表示(ガスパージ動作画面)

4-1-3. エラー表示

モーターシャフトの回転中に負荷がかかり、回転数が3秒間設定値の10%以下になった場合、RRDE-3Aは自動的に回転を制止してLCDディスプレイにエラーが表示されます。エラーを解除するには、回転コントロールスイッチを一旦SETに戻してください。リモート時も同様です。

```

    Motor Error
    Purge   10 sec
  
```

図 4-1-3-1. ディスプレイ表示(Motor Error)

※ 回転コントロールスイッチをSETに戻してもエラー表示が解除されない場合は、sales@bas.co.jp までご連絡ください。

4-1-4. 警告表示

(1) 200H ブラシ清掃警告

モーターの稼働累計時間が 200 時間を越えると、初期表示の際にブラシ清掃の警告文が表示されます。「6-6. 銀カーボンブラシの交換」を参照しシャフト及びブラシの清掃を行ってください。Time には前回のブラシ清掃、またはブラシ交換を行ってからの累計時間が表示されます。

```

    Cleanup shaft!
    Time         200H
  
```

図 4-1-4-1. ディスプレイ表示(Cleanup shaft!)

モーターシャフトが回転時には通常表示と警告表示が交互に表示され、回転LEDランプが点滅します。警告表示のクリア操作を行った後、200時間使用すると再度警告が表示されます。

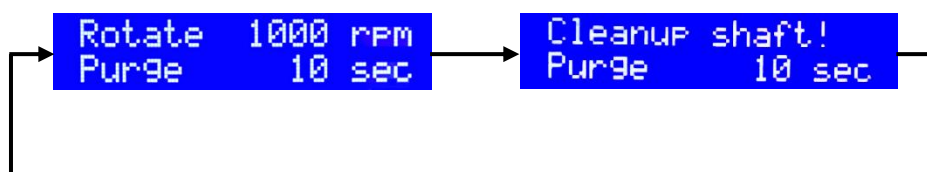


図 4-1-4-2. ディスプレイ表示(Cleanup shaft!)

(2) 1000H ブラシ交換警告

モーターの稼働累計時間が1000時間を越えると、初期表示の際にブラシ交換の警告文が表示されます。「6-6. 銀カーボンブラシの交換」を参照し、銀カーボンブラシを交換してください。

ブラシ清掃警告と同様に通常表示と警告表示が交互に表示され、回転LEDランプが点滅します。警告表示のクリア操作を行った後、1000時間使用すると再度警告が表示されます。

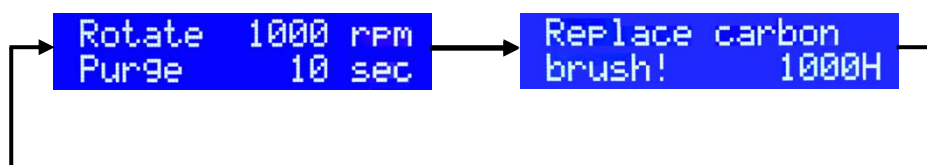


図 4-1-4-3. ディスプレイ表示(Replace carbon brush!)

(3) ブラシ清掃警告とブラシ交換警告の両方が発生時

ブラシ交換の警告表示が優先されます。

4-1-5. 警告表示のクリア

ブラシ清掃もしくはブラシ交換後、メンテナンスモードにて警告表示のクリア操作を行います。「6-2. メンテナンスモード」をご参照ください。

※ ブラシ交換警告の解除時に、ブラシ清掃警告も同時に解除します。ブラシ交換と同時にシャフトの清掃も行ってください。



CAUTION:

LCD ディスプレイに強い衝撃を与えないでください。
LCD が破損する恐れがあります。

4-2. 作用電極の着脱

シャフトを保持しながら、作用電極をシャフトのネジ部分に締めこみます。斜めに締めないように注意し、シャフトに垂直に押し当てながらゆっくり締めてください。テフロン製のOリングに軽く当たるまで電極を締めると、電極とコンタクトプローブが接触します。電極を締めすぎると偏心・破損の原因になります。Oリングまで電極を締めることで、シャフトとコンタクトプローブと電極間の導通が保証されます。

電極を取り外す場合は、逆の手順で行います。

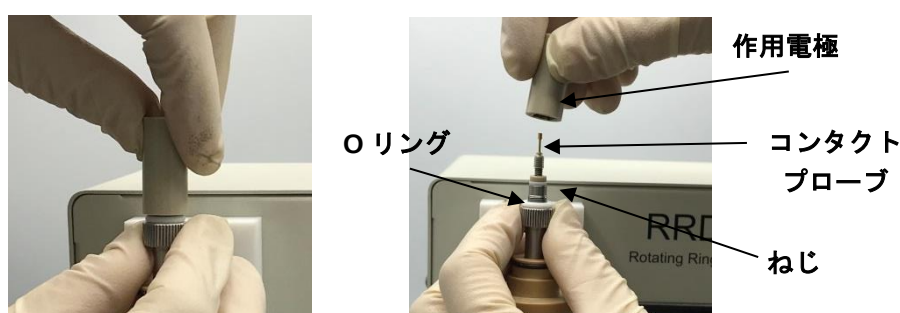


図4-2-1. 作用電極の着脱

	CAUTION: モーターシャフトを上下する際は、モーターシャフトを持って位置設定ノブを緩めてください。
	CAUTION: 作用電極をモーターシャフトに装着する際、ネジを強く締めすぎないでください。また、着脱の際は工具を用いず、手で行ってください。
	CAUTION: モーターシャフトの作用電極を着脱する際は、モーターシャフトの位置設定ノブを必ず締めてください。
	ROTATING SHAFT HAZARD: 作用電極をモーターシャフトに装着する際や、電解セルにモーターシャフトをセットする際は、RRDE-3A の電源を OFF にしてください。
	ROTATING SHAFT HAZARD: 軸が歪んでいたたり、破損している状態のシャフトを回転させないでください。

	CHEMICAL INCOMPATIBILITY: 強酸および強塩基下に、作用電極を長時間浸漬しないでください。使用後は作用電極を溶液から取り出し、洗浄後に自然乾燥させてください。本マニュアルに記載された溶液量と電極浸漬深さに従ってください。
	Tip: 作用電極の表面は、測定の度に毎回研磨するのが理想です。研磨手順の詳細は「A-6. PK-3 電極研磨キット」をご覧ください。
	Tip: 腐食等で汚れたシャフトを使用していると、シャフトの抵抗値が上昇し、測定が上手くいかないことがあります。メンテナンス手順については「6-7. シャフトアッセンブリーの交換」をご確認ください。
	Tip: グローブボックス内のような低湿度環境下で使用する際、装置内部の銀カーボンブラシの摩擦係数が上昇します。銀カーボンブラシの交換手順については「6-6. 銀カーボンブラシの交換」をご確認ください。
	Note: RRDE-3A は、作用電極のネジが締まる方向にモーターシャフトが回転するように設計しています。作用電極の取り付けが多少緩くても、回転中にシャフトから脱落する心配はございません。
	Note: 回転軸に垂直に取り付けられていない、又は破損しているシャフトアッセンブリーを回転させた場合、モーターからシャフトが脱落する可能性があります。点検およびメンテナンスを定期的に行ってください。
	Note: RRDE-3A のモーターシャフトの可動域は特定の範囲に制限されています。電解セルに溶液を入れすぎない限り、誤ってシャフト側面まで溶液に浸漬してしまう心配はございません。

5 章. 基本操作

	WARNING: 実験中は化学薬品から目を保護するため、ゴーグルをご使用ください。 
---	--

5-1. リモート制御

RRDE-3Aのリモート端子は、電極回転速度およびガスパージ機能を外部ユニットにより制御できます。RRDE-3Aは、モデル3325またはALS 電気化学アナライザーからのコマンドにより制御できるように設計されています。

電極回転速度(IN)はアナログ信号で設定されます。ガスパージおよびピンチバルブ機能(PURGE)はTTL 信号の ON/OFF によりスタート/停止し、アクティブローで動作します。

モーター回転の ON/OFF 機能(MOTOR)は、フロントパネルの回転コントロールスイッチが LOCAL に設定した場合、マニュアル制御で設定された回転速度で回転している電極を、TTL 信号の ON/OFF により回転/停止します。アクティブハイで動作します。リモート端子の MOTOR は回転速度を制御しないため、通常はモーターの ON/OFF 制御、または緊急停止以外に接続する必要がありません。

	WARNING: 仕様上、リモート制御機能は EU 指令(EMC)適合から除外しています。リモート制御を行う場合は必ず専用のケーブルを使用し、高周波ノイズ対策を行ってください。リモート制御機能を使用しない場合は、リモート端子に何も接続しないでください。
---	--

5-2. ガスパージ

ガスパージスイッチをLOCALに入れると、パージ機能が作動します。作動時はパージLEDランプが点灯し、溶液に挿入したテフロンチューブから不活性ガスを溶液にパージします。パージ流量ノブでパージ速度をコントロールできます。

設定したパージ時間が経過すると、パージLEDランプが消灯し、内部バルブシステムが切り替わります。溶液のパージが停止し、今度は黒いカバーがついたテフロンチューブから不活性ガスをサンプル表面に供給します。これにより不活性ガスの溶液からの流出や、電解セル内への外気の流入を防ぎます。

リモートパージ制御を行う場合、リモートケーブルをRRDE-3Aのバックパネル(PURGE)へ接続し、ガスパージスイッチをREMOTEにセットします。接続手順は「3-8. ポテンショスタットとの接続」をご参照ください。パージ時間は手動で設定する他、ALS 電気化学アナライザー ソフトのメニュー内のオプション「即時パージ/回転」の項目からも行えます。

	WARNING: ガスパージを行う際は、水素ガスのような可燃性ガスの使用は避けてください。また、圧力をかけすぎないように注意してください。
	WARNING: ガスパージを行う際は、電解セルを完全に密閉しないでください。内部圧力の増加によりセルが破裂する恐れがあります。
	WARNING: リモート制御を行う場合は必ず専用のケーブルを使用し、高周波ノイズ対策を行ってください。リモート制御機能を使用しない場合は、リモート端子に何も接続しないでください。

5-3. 測定前の準備

フロントパネルの電源スイッチをOFFにし、バックパネルにACアダプターと電源ケーブルを接続します。必ずアース付きのコンセントに接続してください。

作用電極がシャフトに固定されていることを確認し、電源スイッチをONにしてください。

回転速度を1000 rpmに設定し、回転コントロールスイッチをLOCALに入れて回転をスタートしてください。回転中はシャフトに触れないでください。回転時にシャフトと電極が垂直に回転していることを観察してください。

回転コントロールスイッチをSETに戻すことで回転が停止します。

実際に測定を行う前に、ガスパージ制御機能を用いて測定溶液をパージしてください。34 kPa以下の不活性ガスを用いて15分間パージするのが有効です。

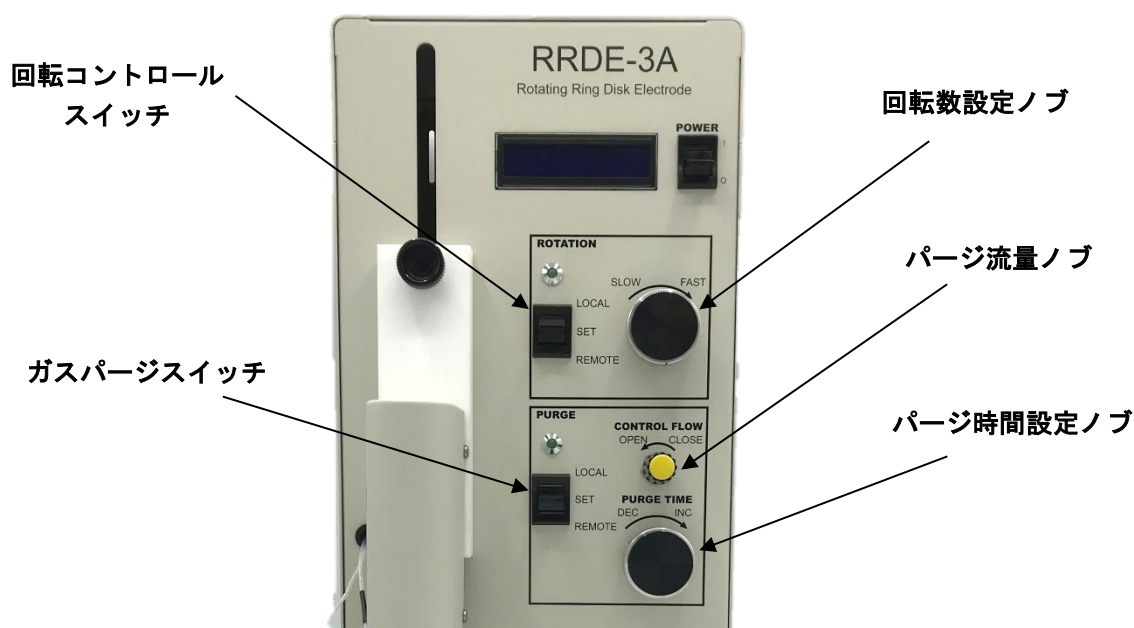


図5-3-1.

	WARNING: ガスパージを行う際は、水素ガスのような可燃性ガスの使用は避けてください。また、圧力をかけすぎないように注意してください。
	Note: 電源ケーブルは、ケーブル接続のみでは直ちに帯電しないように設計されています。また、電源電圧が印加される箇所には二重保護接地が施されています。
	Note: 回転中のシャフトや作用電極に過負荷がかかると、回転は自動的に止まります。

5-4. 測定手順

バックパネルの接続が完了したら、以下の手順で測定を行います。

1. フロントパネルの電源スイッチをOFFにします。
2. 作用電極をモーターシャフトから外します。
3. 研磨キットのマニュアルに従い、作用電極を研磨します。詳細は「A-6. PK-3電極研磨キット」を参照してください。
4. 作用電極を再度モーターシャフトに取り付けます。
5. 電解セルにテスト用の溶液を入れます。通常、テスト溶液として2 mM フェリシアン化カリウム(支持電解質は1 M KNO_3)を用います。
6. 電源スイッチをONにします。
7. 電解セルのテフロンキャップの2つの穴に参照電極とカウンター電極を取り付け、ポテンショスタットのセルケーブルを各電極に繋ぎます。
8. 作用電極を溶液に浸漬させます。回転コントロールスイッチをLOCALに入れ作用電極を1000 rpm以上で回転させながら、位置設定ノブを緩めてモーターシャフトを下ろし、電極表面に気泡が付着しないように遠心力で除去しながら溶液に浸けてください。
9. 電解セルにガスパージ用テフロンチューブを挿入し、不活性ガスを溶液にパージします。
10. マニュアル制御の場合は回転コントロールスイッチをSETに入れ、回転数を設定しなおし再度スイッチをLOCALにセットします。リモート制御の場合はREMOTEにセットします。
11. 機器の準備は完了です。ソフトウェア画面から測定を開始します。リモート制御の場合、作用電極はソフトウェアの設定項目に従い回転します。
12. 測定が終了した後はシャフトを洗浄し、電極も必要があれば研磨または洗浄してください。

	CAUTION: モーターシャフトを上下する際は、モーターシャフトを持って位置設定ノブを緩めてください。
	CAUTION: 作用電極をモーターシャフトに接続する際、ネジを強く締めすぎないでください。また、着脱の際は工具を用いず、手で行ってください。
	CAUTION: モーターシャフトの作用電極を着脱する際は、モーターシャフトの位置設定ノブを必ず締めてください。
	WARNING: ガスパージを行う際は、水素ガスのような可燃性ガスの使用は避けてください。また、圧力をかけすぎないように注意してください。
	ROTATING SHAFT HAZARD: 作用電極をモーターシャフトに装着する際や、電解セルにモーターシャフトをセットする際は、RRDE-3A の電源を OFF にしてください。
	ROTATING SHAFT HAZARD: 軸が歪んでいたたり、破損している状態のシャフトを回転させないでください。
	ROTATING SHAFT HAZARD: 回転中の電極には触れないでください。怪我や機器の故障の原因となる恐れがあります。
	TEMPERATURE CONSTRAINT: RRDE-3A は、10～50℃の温度環境下で使用してください。
	CHEMICAL INCOMPATIBILITY: 強酸および強塩基下に、作用電極を長時間浸漬しないでください。使用後は作用電極を溶液から取り出し、洗浄後に自然乾燥させてください。本マニュアルに記載された溶液量と電極浸漬深さに従ってください。

	Tip: 作用電極の表面は、測定の度に毎回研磨するのが理想です。研磨手順の詳細は「A-6. PK-3 電極研磨キット」をご覧ください。
	Tip: LCD 表示の回転数(rpm)が一定になってから、電気化学測定を行ってください。
	Tip: 3,000 rpm 以下の回転速度で使用することで、モーターや銀カーボンブラシの寿命が長くなります。
	Tip: 低速度回転の場合、室温に依存して回転が安定するまでに数分かかる場合があります。測定を行う前に、RRDE-3A のウォームアップを行ってください。
	Note: 回転中のシャフトや作用電極に過負荷がかかると、回転は自動的に止まります。
	Note: RRDE-3A は、作用電極のネジが締まる方向にモーターシャフトが回転するように設計しています。作用電極の取り付けが多少緩くても、回転中にシャフトから脱落する心配はございません。
	Note: 回転軸に垂直に取り付けられていない、又は破損しているシャフトアッセンブリーを回転させた場合、モーターからシャフトが脱落する可能性があります。点検およびメンテナンスを定期的に行ってください。
	Note: 高速回転域で測定を行う際、電極軸の周辺で渦巻きが発生し、空気中の酸素が溶解することでノイズの発生源となる場合があります。
	Note: モーターの回転速度により騒音が発生する可能性がありますが、測定結果には影響しません。
	Note: RRDE-3A のモーターシャフトの可動域は特定の範囲に制限されています。電解セルに溶液を入れすぎない限り、誤ってシャフト側面まで溶液に浸漬してしまう心配はございません。

5-5. 典型的な試験結果の例

作用電極 : PtリングーPtディスク
参照電極 : Ag/AgCl
カウンター電極 : Pt線
テスト溶液 : 2 mM フェリシアン化カリウム + 1 M KNO₃
初期電位 : +600 mV
最終電位 : -100 mV
スキャン速度 (V) : 0.01 V/s
回転速度 : 100~5,000 rpm
感度 : 10⁻⁴ A/V

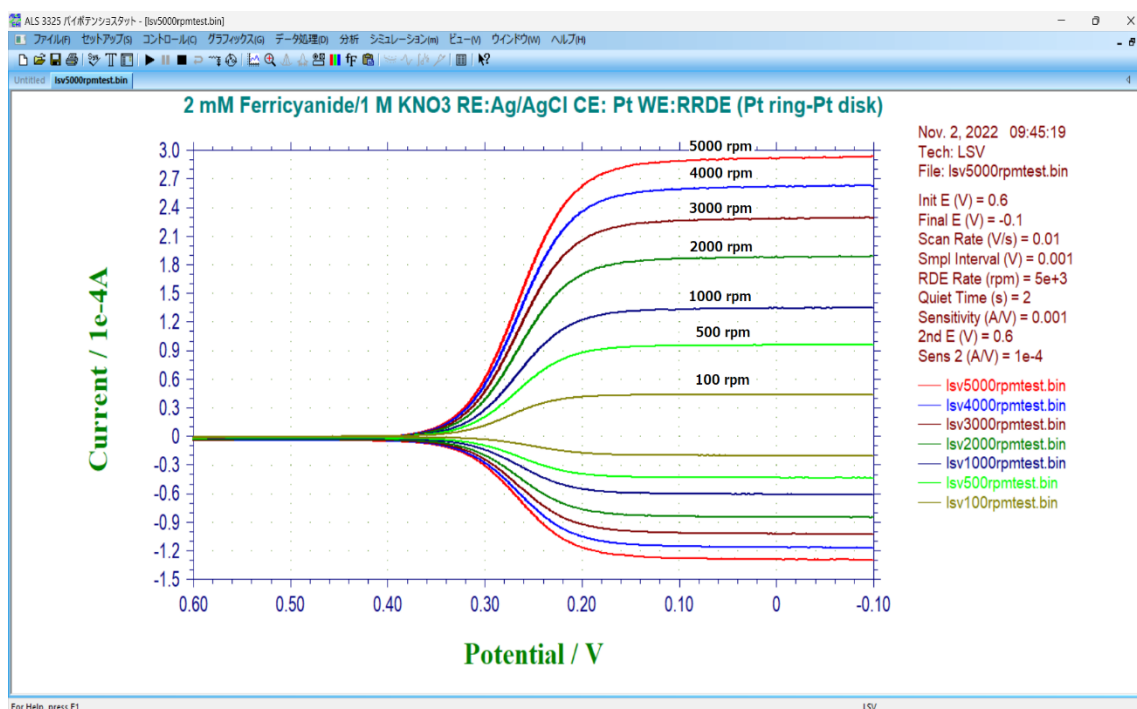


図 5-5-1. 試験結果の例

5-6. スピンコーティング

電極にポリマーなどを塗布する場合、本機能を使用します。RRDE-3Aのモーターシャフトを180°回転します。次にコーティングを行うRDEまたはRRDE電極を取り付け、スピンコートアダプターをセットします。塗布するポリマーをピペットで電極に滴下して一定の回転数で回転することにより、一定に塗布したポリマー電極が作成できます。

スピンコーティングによるポリマー電極の膜厚は、電極の回転数と塗布する物質の粘度・量・温度等の条件により変化します。実際に試験を行う前に最適な条件を検討してください。



図5-6-1. 位置設定ノブを緩め、テフロンプレートを上方向に移動します。



図5-6-2. モーター固定板を上部に移動し、位置設定ノブを固定します。



図5-6-3. モーターシャフトを、180°回転します。



図5-6-4. RDE、RRDE電極を取り付けます。コンタクトプローブは先端が尖っていますので、取り扱いに注意してください。



図5-6-5. スピンコートアダプターをセットします。RRDE-3Aの保管時に、シャフト先端のコンタクトプローブの保護にも利用できます。



図5-6-6. スピンコートを行う準備が整いました。電極表面にピペット等を用いて塗布したいサンプルを滴下し、電極を回転させます。一定速度で電極を数分間回転すると、膜厚が一定な電極を作ることができます。

	CAUTION: モーターシャフトを上下する際は、モーターシャフトを持って位置設定ノブを緩めてください。
	CAUTION: 作用電極をモーターシャフトに接続する際、ネジを強く締めすぎないでください。また、着脱の際は工具を用いず、手で行ってください。
	CAUTION: モーターシャフトの作用電極を着脱する際は、モーターシャフトの位置設定ノブを必ず締めてください。
	ROTATING SHAFT HAZARD: 作用電極をモーターシャフトに装着する際は、RRDE-3A の電源を OFF にしてください。
	ROTATING SHAFT HAZARD: 軸が折れ曲がっていたり、破損している状態のシャフトを回転させないでください。
	ROTATING SHAFT HAZARD: 回転中の電極には触れないでください。怪我や機器の故障の原因となる恐れがあります。
	CORROSIVE SUBSTANCES: 試薬の飛散を防止するため、スピンコーティングを行う際はスピコートアダプターを必ずモーターシャフトに装着してください。
	TEMPERATURE CONSTRAINT: RRDE-3A は、10～50℃の温度環境下で使用してください。
	CHEMICAL INCOMPATIBILITY: 強酸および強塩基下に、作用電極を長時間浸漬しないでください。使用後は作用電極を溶液から取り出し、洗浄後に自然乾燥させてください。本マニュアルに記載された溶液量と電極浸漬深さに従ってください。

	Tip: 作用電極の表面は、測定の度に毎回研磨するのが理想です。研磨手順の詳細は「A-6. PK-3 電極研磨キット」をご覧ください。
	Note: 回転中のシャフトや作用電極に過負荷がかかると、回転は自動的に止まります。
	Note: RRDE-3A は、作用電極のネジが締まる方向にモーターシャフトが回転するように設計しています。作用電極の取り付けが多少緩くても、回転中にシャフトから脱落する心配はございません。
	Note: 回転軸に垂直に取り付けられていない、又は破損しているシャフトアッセンブリーを回転させた場合、モーターからシャフトが脱落する可能性があります。点検およびメンテナンスを定期的に行ってください。

6 章. 保守

6-1. 汎用的な保守

RRDE-3Aは適切な保守を行うことにより、機器の性能が長期に維持されます。

次の注意点を考慮することにより、機器の寿命を延ばします。電源を入れる際、RRDE-3Aシャフトアッセンブリーには手を触れないでください。

1. 実験機器の一般的な保守点検を心がけてください。
2. 実験台の付着物、溶液などは速やかに清掃してください。
3. 腐食雰囲気下への設置は避けてください。
4. メンテナンス時を除き、機器の分解は行わないでください。また、落下、振動等の衝撃は避けてください。
5. 使用後のパージラインは洗浄の上、綺麗に拭いてください。
6. 電解セルを設置または取り外す時、カウンター電極を曲げないようにしてください。繰り返し曲げすぎると、断線の原因になります。

6-2. メンテナンスモード

6-2-1. メンテナンスモードの起動方法

電源投入後、LCDディスプレイに機種名が表示されている間に回転コントロールスイッチを次のように操作します。

SET→LOCAL→SET→LOCAL→SET→REMORT→SET



BAS Inc.
RRDE-3A Ver3.00

図6-2-1-1. ディスプレイ表示(初期表示)

操作後、メンテナンスモードが起動します。メンテナンスモードの表示と共に装置のシリアル番号が表示されます。



Maintenance mode
Serial SER001

図6-2-1-2. ディスプレイ表示(Maintenance mode)

メンテナンスモードを終える場合には電源を入れ直してください。

6-2-2. メンテナンスモードのメニュー

回転数設定ノブを回すことでメニューの切り替えを行うことができます。メンテナンスモードのメニューは以下の通りです。

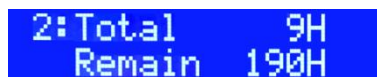
1. 回転数設定の変更



1:Rpm step set

図6-2-2-1. ディスプレイ表示(1:Rpm step set)

2. 総回転時間 & 次回ワーニング時間表示



2:Total 9H
Remain 190H

図6-2-2-2. ディスプレイ表示(2:Total time)

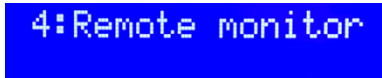
3. 警告表示のクリア



3:Warning clear
Non warning

図6-2-2-3. ディスプレイ表示(3:Warning clear)

4. リモート電圧確認表示



4:Remote monitor

図6-2-2-4. ディスプレイ表示(4:Remote monitor)

6-2-3. 回転数の設定単位の変更

回転数の設定単位の変更を行うことが可能です。

メニューを【1.Rpm step set】に合わせ、回転コントロールスイッチをLOCALに合わせモードに移行します。



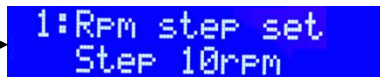
1:Rpm step set

図6-2-3-1. ディスプレイ表示(1:Rpm step set)

回転数設定ノブで設定単位を【1 rpm】と【10 rpm】で切り替えます。



1:Rpm step set
Step 1rpm



1:Rpm step set
Step 10rpm

図6-2-3-2. ディスプレイ表示(Step 1rpm, Step 10rpm)

設定したい単位に合わせた状態で回転コントロールスイッチをSETに戻すと、ブザーと共に【Set OK】と表示され設定が保存されます。



1:Rpm step set
Set OK

図6-2-3-3. ディスプレイ表示(Set OK)

6-2-4. 総回転時間 & 次回ワーニング時間表示

上段に総回転時間、下段に次のワーニング(ブラシ清掃、もしくは交換)までの時間が表示されます。



2:Total 9H
Remain 190H

図6-2-4-1. ディスプレイ表示(2:Total time)

6-2-5. 警告表示のクリア

メニューを【3.Warning Clear】に合わせ、回転コントロールスイッチをLOCALに合わせモードに移行します。



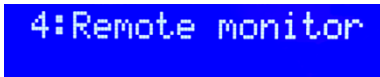
```
3:Warning clear
Non warning
```

図6-2-5-1. ディスプレイ表示(3:Warning clear)

回転数設定ノブでYes / Noが切り替わります。Yesを表示した状態で回転コントロールスイッチをSETに戻すと、ブラシ清掃およびブラシ交換の警告表示がクリアされます。

6-2-6. リモート電圧確認表示

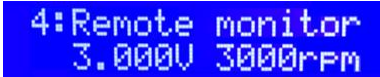
メニューを【4. Remote monitor】に合わせ、回転コントロールスイッチをLOCALに合わせモードに移行します。



```
4:Remote monitor
```

図6-2-6-1. ディスプレイ表示(4:Remote monitor)

RRDE-3Aのバックパネルのリモート端子とポテンシオスタットを接続することで、ポテンシオスタットから実際に入力されている電圧を確認することができます。



```
4:Remote monitor
3.000V 3000rpm
```

図6-2-6-2. ディスプレイ表示(Remote monitor)

接続方法は「3-8. ポテンシオスタットとの接続」をご参照ください

6-3. 電極の再研磨

1. 「4-2.作用電極の着脱」を参考に電極を取り外します。
2. PK-3電極研磨キットの取扱説明書に従い電極を研磨します。
付録「A-6. PK-3電極研磨キット」をご参照ください。

電極研磨の目的は、レドックス反応の生成物あるいは測定中に蓄積した吸着物を取り除くためです。

電極が被膜される速さ(信号の減衰)は、次のような要因があります。

- 測定物の分子量
- 測定物の濃度
- 電解物質の種類
- 印加電圧
- 使用頻度

電気化学で使用する電極は、アプリケーションにも依りますが測定後に研磨が必要です。回転ディスクとハイドロダイナミックモジュレーションといった測定ではレドックス生成物を取り除く助けをする溶液の動きが有り、無攪拌溶液中のボルタンメトリーで観察されるよりも低い濃度での測定が可能になります。一般的に、電極の応答が徐々に減衰してきたときに研磨をします。

電極はまた、周囲からの吸着で汚染物質が蓄積されます。煙草の煙・煙霧質・その他の空気では運ばれる物質をととても簡単に吸着します。研磨することでわずかに電極表面を削り取ります。三段階の異なった研磨剤を使用し、粗い研磨剤から細かい研磨剤へと順に研磨していきます。

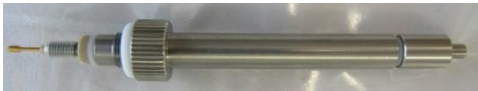
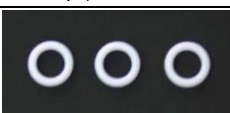
たいていの電極は、表面に付いた汚染物質を物理的に取り除くのに一段階の研磨で十分です。貴金属(金・銀・白金)電極は、アルミナかダイヤモンドのどちらかのみで構いません。アルミナ研磨を最初に行い、結果が良いときはこの一段階でOKです。化学修飾電極(金・水銀アマルガム)やガラス状カーボン電極の場合は、最初の鏡面に戻すために二段か三段階の研磨が必要です。

全ての研磨のステップでは、次の研磨に移る前、電極の十分な洗浄が必要です。洗浄をしないと、前段階の微量な研磨剤が最終研磨に入ってしまいます。研磨の主な懸念は、保護しているプラスチックやガラスより柔らかな電極素材を研磨できないことです。

6-4. RRDE-3A 保守用パーツ

RRDE-3Aの保守用パーツをご紹介します。

表6-4. RRDE-3A 保守用パーツ

カタログ No.	品名	写真
013229	RRDE-3A 用 銀カーボンブラシ (交換方法は「6-6. 銀カーボンブラシの 交換」をご参照ください)	 図 6-4-1.
013643	RRDE-3A シャフトアッセンブリー Ver.2 (交換方法は「6-7. シャフトアッセンブ リーの交換」をご参照ください)	 図 6-4-2.
013342	RRDE-3A シャフトコンタクトプロ ーブ補修キット (交換方法は「6-8. シャフトコンタクト プローブの交換」をご参照ください)	 図 6-4-3.
013607	RRDE-3A 高耐食性ベアリングアッ センブリー (交換方法は「6-9. ベアリングアッセン ブリーの交換」をご参照ください)	 図 6-4-4.
013645	RRDE-3A シャフト用 O リング白(3 個) (交換方法は「6-5. O リングの交換」を ご参照ください)	 図 6-4-5.
012975	RRDE-3A ベアリングアッセンブリ 一用 O リング(3 個) (交換方法は「6-5. O リングの交換」を ご参照ください)	 図 6-4-6.
012641	RRDE-3A ベアリングアッセンブリ 一用 O リング(10 個)	
013646	RRDE-3A 保守用工具一式	 図 6-4-7.

6-5. O リングの交換

2種類のOリングが回転シャフトに使用されています(図6-5-1)。

RRDE-3A ベアリングアッセンブリー用Oリング(A)は、外部の大気を遮断するためにテフロンキャップの密栓を図るために用いられています。

RRDE-3A シャフトアッセンブリー用Oリング(B)は、RRDE電極の電氣的接触部の腐食防止を向上するために用いられています。

Oリングが破損や変形した場合、腐食によるトラブルを防止するためOリングを交換してください。

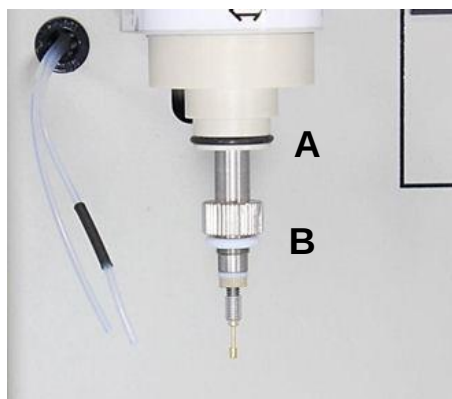


図 6-5-1. O リング

	CAUTION: モーターシャフトを上下する際は、モーターシャフトを持って位置設定ノブを緩めてください。
	ROTATING SHAFT HAZARD: 軸が歪んでいたたり、破損している状態のシャフトを回転させないでください。
	Note: 回転軸に垂直に取り付けられていない、又は破損しているシャフトアッセンブリーを回転させた場合、モーターからシャフトが脱落する可能性があります。点検およびメンテナンスを定期的に行ってください。

6-6. 銀カーボンブラシの交換

銀カーボンブラシとシャフトの電気抵抗は時間経過とともに上昇します。定期的にシャフトや銀カーボンブラシのメンテナンスを行ってください。ノイズが発生、又は電流値が通常より小さくなった場合は、新しい銀カーボンブラシに交換してください。



図 6-6-1. RRDE-3A のモーターシャフトカバー側面のネジを、ドライバー(#1 or #2)を用いて外します。



図 6-6-2. モーターシャフトからカバーを取り外します。



図 6-6-3. 銀カーボンブラシを固定しているネジをドライバー(#0)で取り外します。
ネジが小さいため、紛失しないようにご注意ください。

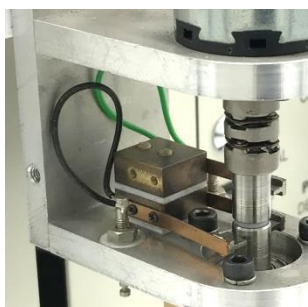


図 6-6-4. 銀カーボンブラシを取り外し、新しい銀カーボンブラシに交換します。



図 6-6-5. 銀カーボンブラシを元に戻します。



図 6-6-6. モーターシャフトカバーを再度ネジで取り付けます。



図 6-6-7. 銀カーボンブラシとシャフトの間の抵抗を小さくし、回転中の騒音を低減するために、8000 rpm で10分間回転させてください。

銀カーボンブラシの削り粉でシャフトが汚れている場合は、綿棒などでシャフトを綺麗に掃除してください。

モーターシャフトが回転している際、指で回転を停止しないでください。怪我をすることがあります。安全のため内部のポリスイッチが作動し、回転動作が停止します。電源を再投入することで、再び動作可能な状態に復帰します。



RRDE-3A は 100～8,000 rpm で使用してください。
高速回転では意図しない乱流が発生するため極力、
3,000 rpm 以下での使用を推奨します。

銀カーボンブラシは消耗品です。S/N 比が悪くなった場
合、新しい銀カーボンブラシに交換してください。

図 6-6-8. 銀カーボンブラシ

	CAUTION: 銀カーボンブラシを取り外す際は、必ず銀カーボンブラシを持った状態でネジを緩めてください。
	ROTATING SHAFT HAZARD: シャフトの交換時は RRDE-3A の電源を OFF にし、電源ケーブルを抜いてください。軸が歪んでいたたり、破損している状態のシャフトを回転させないでください。
	Wait Time: 銀カーボンブラシを交換した後は、慣らし運転を数時間ほど行ってください。慣らし運転を行わない場合、測定結果に悪影響を及ぼす場合があります。
	Note: 回転軸に垂直に取り付けられていない、又は破損しているシャフトアッセンブリーを回転させた場合、モーターからシャフトが脱落する可能性があります。点検およびメンテナンスを定期的に行ってください。

6-7. シャフトアッセンブリーの交換

シャフトアッセンブリーに歪み・表面の汚れ・腐食などの問題が発生した場合は、シャフトアッセンブリーを交換してください。



図 6-7-1. カバーを固定している 4 本のネジをドライバー(#1 or #2)で外し、カバーを取り外します。



図 6-7-2. 銀カーボンブラシ 4 本を固定しているネジをプラスドライバー(#0)で取り外します。

ネジが小さいため、紛失しないようにご注意ください。



図 6-7-3. カップリングのシャフト固定ネジ(下側 2 本)を、六角レンチ (0.89 mm = 0.035 inch.)で緩めてシャフトを外します。シャフトは別の手で保持してください。間違っても上側ネジも緩めてしまうと位置がずれてしまうのでご注意ください。



図 6-7-4. シャフトをゆっくり引き抜きます。シャフトが損傷し引き抜くことが難しい場合、ベアリングアッセンブリーと共に取り外してください。



図 6-7-5. 新しいシャフトを取り付けます。カップリング下側のネジ 2 本を六角レンチ(0.89 mm = 0.035 inch)で固定します。



図 6-7-6. 銀カーボンブラシ 4 本をネジで取り付けます。

注意：図 6-7-3、6-7-5 にてカップリングのシャフト固定ネジを間違っても上側ネジも緩めてしまうと位置がずれてしまうのでご注意ください。

カップリングとモーターフレームの間が 1 mm 開いています。ずれている場合は調整する必要があります。調整方法は「7-2. 報告されたトラブル例 カップリングの固定位置がずれている場合」をご参照ください。

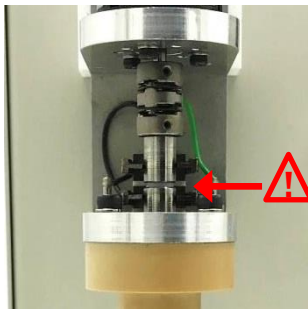


図 6-7-7. 銀カーボンブラシがテフロンセパレータの上下の位置にあることを確認します。



図 6-7-8. カバーをかぶせ、ネジ 4 本をドライバー(#1 or #2)で取り付けます。

	CAUTION: 銀カーボンブラシを取り外す際は、必ず銀カーボンブラシを持った状態でネジを緩めてください。
	ROTATING SHAFT HAZARD: シャフトの交換時は RRDE-3A の電源を OFF にし、電源ケーブルを抜いてください。軸が歪んでいたたり、破損している状態のシャフトを回転させないでください。
	Note: 回転軸に垂直に取り付けられていない、又は破損しているシャフトアッセンブリーを回転させた場合、モーターからシャフトが脱落する可能性があります。点検およびメンテナンスを定期的に行ってください。

6-8. シャフトコンタクトプローブの交換

RRDE-3Aシャフトアッセンブリ先端のコンタクトプローブは、長時間の使用などにより先端が錆びることがあります。何らかの腐食(図6-8-1左)やプローブの歪みが見られる場合は、プローブを交換する必要があります。

プローブ先端の腐食は、実験結果に影響を及ぼす可能性があります。

コンタクトプローブの寸法情報もご覧ください(図6-8-2)。

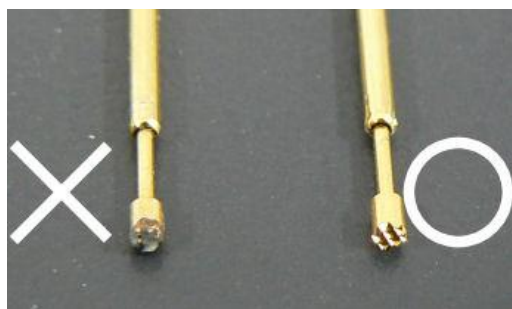


図 6-8-1. 腐食したプローブ(左)

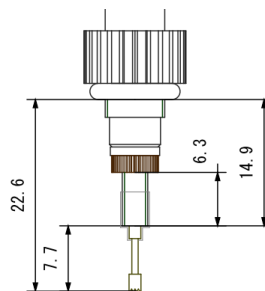


図 6-8-2.

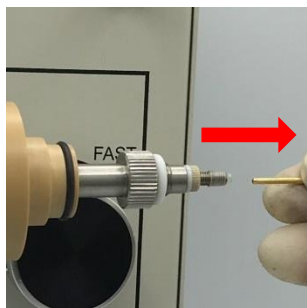


図 6-8-3. 古いシャフトからコンタクトプローブを引っ張って取り外します。



図 6-8-4. 新しいプローブをシャフトに差し込みます。

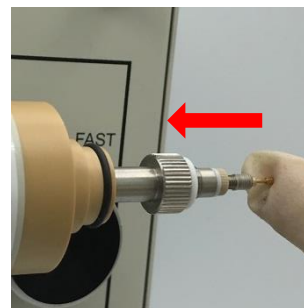


図 6-8-5. プローブを注意深く押してください。

熱収縮チューブが交換中に破損した場合は、新しいチューブに交換する必要があります。

熱収縮チューブが交換中に破損したり、プローブが保持できなくなった場合は、下記の手順で熱収縮チューブを交換するようにしてください。



図 6-8-6. プローブを取り出した後、熱収縮チューブをナイフで切断します。



図 6-8-7. 熱収縮チューブを剥離するように取り外します。



図 6-8-8. 新しい熱収縮チューブをシャフトの先端に取り付けます。



図 6-8-9. シャフトをヒートガンまたはドライヤー(150℃)で包むようにチューブを収縮させます。

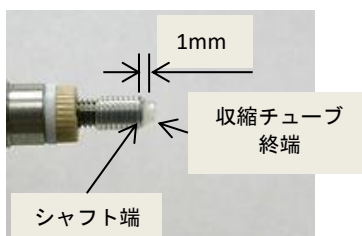


図 6-8-10. シャフトの先端から 1 mm のところで、ナイフで熱収縮チューブを切断します。



図 6-8-11. プローブを取り付けます。



CAUTION:

保守作業を行う場合、RRDE-3A の電源スイッチは OFF にし、電源ケーブルも外してください。

6-9. ベアリングアッセンブリーの交換

モーターシャフトがスムーズに動かない場合、ベアリングアッセンブリーの錆が原因である可能性があります。「6-7. シャフトアッセンブリーの交換」も参照してください。



図 6-9-1. カバーを固定している 4 本のネジをドライバー(#1 or #2)で外し、カバーを取り外します。



図 6-9-2. 銀カーボンブラシ 4 本を固定しているネジをプラスドライバー(#0)で取り外します。
ネジが小さいため、紛失しないようにご注意ください。



図 6-9-3. カップリングのシャフト固定ネジ(下側 2 本)を、六角レンチ (0.89 mm = 0.035 inch.)で緩めてシャフトを外します。シャフトは別の手で保持してください。
シャフトが損傷し引き抜くことが難しい場合、ベアリングアッセンブリーと共に取り外してください。

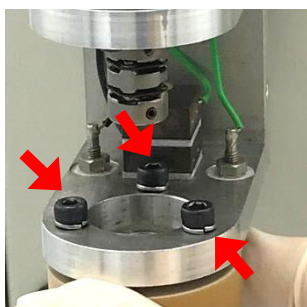


図 6-9-4. 六角レンチ(2.5 mm)を用いて、ベアリングを固定している 3 本の六角ネジを取り外します。



図 6-9-5. モーターを 180 度回転させ、アルミフレームの底面をキムワイプや綿棒などで拭きます。

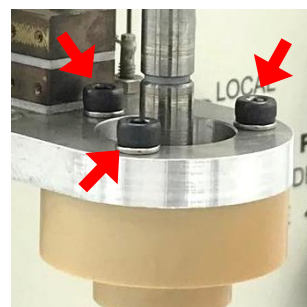


図 6-9-6. モーターを元の位置に戻し、新しいベアリングアッセンブリーを慎重に六角レンチで取り付けます。
ベアリングアッセンブリーのねじ山は脆いため、ネジを締めすぎないでください。



図 6-9-7. 新しいシャフトを取り付けます。カップリング下側のネジ 2 本を六角レンチ (0.89 mm = 0.035 inch) で固定します。



図 6-9-8. 銀カーボンブラシを元に戻します。



図 6-9-9. カバーをかぶせ、ネジ 4 本をドライバー (#1 or #2) で取り付けます。

注意： 図 6-9-3, 6-9-7 にてカップリングのシャフト固定ネジを間違えて上側ネジも緩めてしまうと位置がずれてしまうのでご注意ください。

カップリングとモーターフレームの間が 1 mm 開いています。ずれている場合は調整する必要があります。調整方法は「7-2. 報告されたトラブル例 カップリングの固定位置がずれている場合」をご参照ください。

	ROTATING SHAFT HAZARD: 軸が歪んでいたり、破損している状態のシャフトを回転させないでください。
	CAUTION: 保守作業を行う場合、RRDE-3A の電源スイッチは OFF にし、電源ケーブルも外してください。
	Note: 回転軸に垂直に取り付けられていない、又は破損しているシャフトアセンブリを回転させた場合、モーターからシャフトが脱落する可能性があります。点検およびメンテナンスを定期的に行ってください。

7章. トラブルシューティング

7-1. 一般的なトラブル

現象	No.	原因	解決方法	備考
a. データに普段より大きなノイズが現れている	a-1	グラウンドが正しく取れていない	RRDE-3Aと、使用するポテンシostatのグラウンドを正しく接続する。	
	a-2	溶液量が多すぎる、あるいは少なすぎる	付属セル013580を使用する場合は溶液量を 65 ± 5 mlにする。	作用電極先端を溶液に浸すときの深さは液面より 5 mm 程度にする。
	a-3	作用電極がゆがんだ状態でシャフトに取り付いている	作用電極を外して取り付け直す。	
	a-4	作用電極表面に気泡が付着している	1000 rpm以上で回転させながら遠心力で気泡が電極表面に付着しないように溶液に浸す。	ガスパージ操作後は特に注意が必要。測定途中から気泡が付着する場合もある。
	a-5	参照電極先端に気泡が付着している	参照電極先端を指ではじくなどして、溜まった気泡を取り除く。	溶液の温度変化により参照電極先端に気泡が発生することがある。
	a-6	作用電極表面の汚れや凹凸	研磨を行う。修飾電極を使用している場合は、修飾層を薄く均一になるように再修飾する。	
	a-7	参照電極の不良	参照電極を交換する。	
	a-8	長期使用による、銀カーボンブラシとシャフト間の接点の電気抵抗の増加	LCDディスプレイの表示に従い、銀カーボンブラシやシャフトの定期的なメンテナンス・交換を行う。シャフトの汚れが激しい場合、銀カーボンブラシが接触する部分にエメリーペーパーを当てながら100 rpmで数秒回転させる。	納品後の装置移動時の大きな衝撃で銀カーボンブラシが損傷したり、接点位置がずれたりする場合がある。 【補修用パーツ】 012611 エメリーペーパー UF800(20枚入) 013229 RRDE-3A用 銀カーボンブラシ
	a-9	銀カーボンブラシの削り粉がベアリング部分に蓄積している	銀カーボンブラシやシャフトの定期的なメンテナンス・交換を行う。ベアリング部に溜まった削り粉は、綿棒などで除く。	主にリング電流にノイズが発生する。 【7-2. Q4-リング電流のデータに普段より大きなノイズが現れています。】をご参照ください。
	a-10	ゆがみによりシャフト先端が大きく弧を描く	シャフトを本体から外して接続し直す。シャフトコンタクトプローブがまっすぐな場合、シャフトのスクリーを調整してモーターに固定する。解決しない場合シャフトを交換する。	シャフト先端のコンタクトプローブがゆがんでいる場合もある。 【補修用パーツ】 013342 RRDE-3A シャフトコンタクトプローブ補修キット

b. 電流が 普段より 小さい	b-1	溶液内の酸化還元物質の濃度が異なる	溶液を再調製する。	
	b-2	銀カーボンブラシとシャフトの接触抵抗が大きい	LCDディスプレイの表示に従い、銀カーボンブラシやシャフトの定期的なメンテナンス・交換を行う。 シャフトの汚れが激しい場合、銀カーボンブラシが接触する部分にエメリーペーパーを当てながら100 rpmで数秒回転させる。	【補修用パーツ】 012611 エメリーペーパー UF800(20枚入) 013229 RRDE-3A用 銀カーボンブラシ
	b-3	コンタクトプローブとディスク電極の接触抵抗が大きい	コンタクトプローブを交換する。	【補修用パーツ】 013342 RRDE-3A シャフトコンタクトプローブ補修キット
	b-4	作用電極の電極活性が低下した	電極の再研磨、または電極を交換する。	
c. 電流が振り切れる (over-flow)	c-1	参照電極先端が溶液に浸されていない	参照電極先端を溶液に浸す。 溶液が少ない場合は足す。	付属セル013580を使用する場合は溶液量を65 ± 5 mlにする。
	c-2	ポテンシostatの感度設定ミス、または不具合	ポテンシostatの感度設定を確認し、適切な電流感度に設定する。 不具合の場合、修理または付属ソフトウェアのアップデートを行う。	
	c-3	作用電極-カウンター電極間が高抵抗でポテンシostatのコンプライアンス電圧を超えている	コンタクトプローブ(ディスク側)あるいはシャフトの電極ストッパー近傍(リング側)と各々のセルケーブル接続ピンの間の抵抗をテスターで調べる。高抵抗(1 kΩ以上)であれば、銀カーボンブラシやコンタクトプローブ等の断線箇所を調べて調整する。 作用電極の交換 反応系の状態を確認し、高抵抗となる溶液、カウンター電極などを使用していないか確認し、修正可能ならば調整する。	
d. 電流が流れない	d-1	作用電極、またはカウンター電極が溶液に触れていない	電極先端を溶液に浸す。 溶液が少ない場合は足す。	溶液量は 65 ± 5 ml にしてください。
	d-2	セルケーブルと電極が繋がっていない	接続状況を確認し、セルケーブルが外れている場合は確実に接続する。	

d. 電流が 流れない	d-3	コンタクトプローブ先端とディスク電極が接触していない	コンタクトプローブの交換。	【補修用パーツ】 013342 RRDE-3A シャフト コンタクトプローブ補修キット
	d-4	作用電極の電極触媒活性が低い.	電極が劣化している場合は電極面研磨または交換。電極表面に触媒を修飾している場合は修飾をやり直す。	
e. ディスク電流は検出されるが、リング電流が流れない	e-1	シャフトに取り付けた作用電極のゆるみ	作用電極を一旦取り外し、再度取り付ける。	
	e-2	作用電極の破損	作用電極を交換する。	

7-2. 報告されたトラブル例

Q1- 回転速度を設定して回転を開始しても、シャフトが回転しません (または少し動いて停止します)。

A1- 以下の2つの点検を行ってください。

1. シャフトアッセンブリの点検

RRDE-3Aの電源を切り、電源ケーブルを抜いてください。

モーターカバーとシャフトアッセンブリを取り外して確認します。Step 1 から Step 3 までの手順に従い、シャフトアッセンブリを取り外します。取り外せない場合は Step 4 に従ってください(「6-7. シャフトアッセンブリの交換」および「6-9. ベアリングアッセンブリの交換」もご参照ください)。



図 7-2-1.

Step 1

カバーを固定している4本のネジをドライバー(#1 or #2)で外し、カバーを取り外します。



図 7-2-2.

Step 2

銀カーボンブラシ4本を固定しているネジをプラスドライバー(#0)で取り外します。

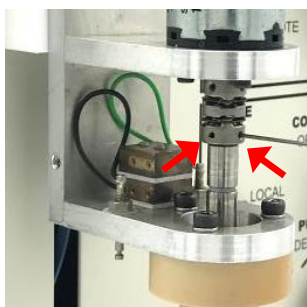


図 7-2-3.

Step 3

シャフト下側を片手で保持し、もう片方の手で六角レンチ(0.89 mm)を用いてカップリングの下側のネジ2本を緩めます。そして、シャフトをゆっくり引き抜きます。

注意： シャフトが損傷し引き抜くことが難しい場合、次のStep 4を行いベアリングとともにシャフトを取り外してください。

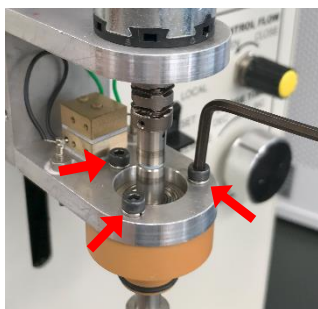


図 7-2-4.

Step 4

六角レンチ(2.5 mm) を用いて、ベアリングを固定している3本の六角ネジを取り外します。

損傷が見られる場合は、シャフトアッセンブリーを交換します。

シャフトアッセンブリーを外すことが難しい場合、ベアリングアッセンブリーと共に取り外し、両方交換する必要があります。

カップリングの固定位置がずれている場合は、以下の手順に従いカップリングの位置を移動します。

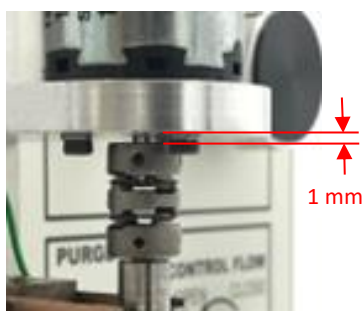


図 7-2-5.

Step 5

カップリングがモーターに固定されています。

カップリング(モーター側)とモーターフレームの間は1 mmのスペースが必要です(図 7-2-5)。



図 7-2-6.

図 7-2-6 のようにカップリングがモーターフレームに入り込んでしまい、所定の位置からずれている場合、モーターを外してからカップリングの位置を移動します。



図 7-2-7.

Step 6

Step 1～4 でシャフトアッセンブリーとベアリングを取り外した後、モーターシャフトを 180°回転し、1.5 mm の六角レンチで 3 本のネジを緩めてモーターを取り外します。

自重で落下しないように、モーターは手で保持します。

この際、モーターに接続されているケーブルを外さないでください。



図 7-2-8.

Step 7

六角レンチでカップリングの(モーター側)ネジ 2 本を緩め、カップリングを取り外します。3 本のネジでモーターを元に戻し、検査を続行します。

2. RRDE-3A の点検

Step 1～4 でシャフトアッセンブリーとベアリングを取り外した後、モーターをチェックします。

回転を 1000 rpm に設定し、回転コントロールスイッチを LOCAL にセットします。LCD ディスプレイに 1,000 rpm が正常に表示されるかを確認します。

問題が発生した場合は、sales@bas.co.jp までご連絡ください。

**CAUTION:**

保守作業を行う場合、RRDE-3A の電源スイッチは OFF にし、電源ケーブルも外してください。

- Q2-** ガスパージスイッチが機能しません。ガスパージスイッチを SET、または REMOTE に入れた時、常に溶液をパージし続けます。
- A2-** 装置内部のパージチューブをチェックしてください。パージチューブを強く引っ張る等で、バルブシステムからパージチューブが外れた可能性があります。機器の内部の点検を行ってください。



図 7-2-9.

図 7-2-9 の 4 箇所及び反対側の計 8 箇所のネジをドライバーで外し、天板とバックパネルを取り外します。
バックパネルにケーブルが取り付けられているため、破損・切断しないようにご注意ください。



図 7-2-10.



図 7-2-11.

図 7-2-11 のようにパージチューブがバルブシステムに挿入されているかを確認してください。
バルブシステムから外れている場合、パージチューブを挿入してください。



図 7-2-12.



図 7-2-13.

黒い被覆チューブをバルブシステム本体に近い側のピンチに挿入し、もう一方のチューブをバルブシステムから遠い側のピンチに挿入してください。

**CAUTION:**

保守作業を行う場合、RRDE-3A の電源スイッチは OFF にし、電源ケーブルも外してください。

**ELECTROSTATIC SENSITIVE:**

メンテナンスを行う際は、静電気防止バンドを装着してください。

Q3- 得られた実験データが良くない場合**A3-** 下記の手順に従い、RRDE-3A の動作を確認してください。

Step1: 付録「A-6. PK-3 電極研磨キット」に記載されているように、作用電極を PK-3 電極研磨キットで研磨する。

Step2: 新しいフェリシアン化カリウムサンプル溶液を使用する
 $2\text{mM K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6 + 1\text{M KNO}_3$
 溶液が新鮮でない場合、フェリシアン化カリウムはフェロシアン化カリウム($\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$)に変化することがあります。

Step3: 1000 rpm で LSV 測定を行い、下図のようなボルタモグラムが得られることを確認する。

参照電極：	Ag/AgCl
カウンター電極：	Pt線
作用電極：	RRDE 白金リング・白金ディスク電極
初期電位：	+600 mV
最終電位：	-100 mV
スキャン速度：	0.01 V/s
サンプル間隔：	0.001 V
感度：	10^{-4} A/V

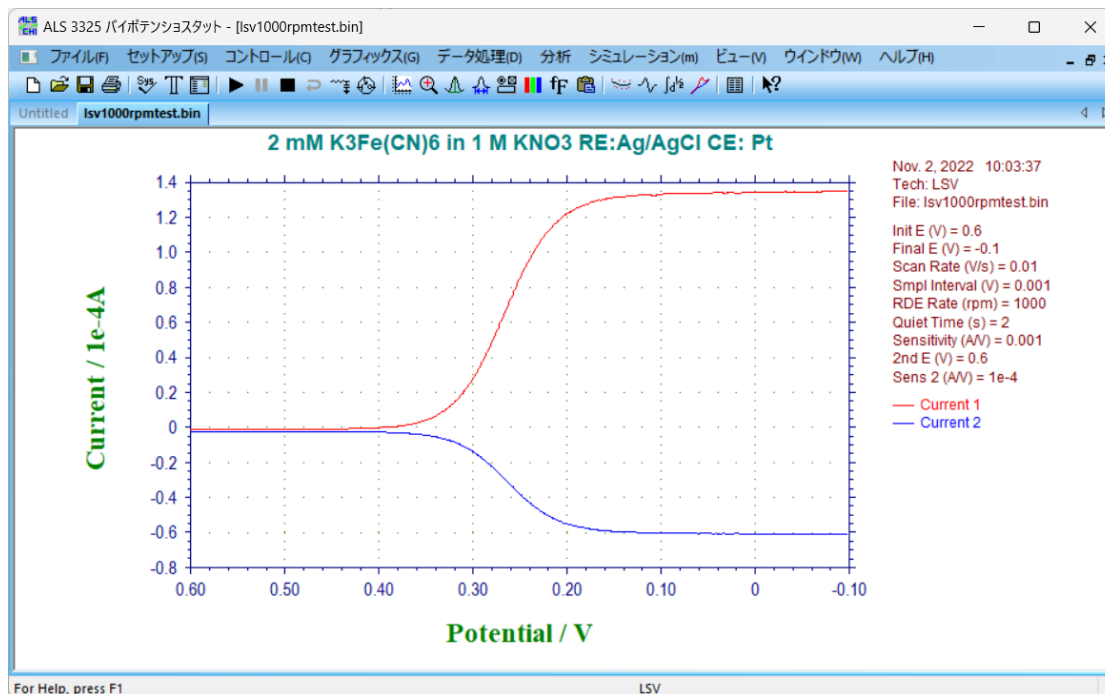


図 7-2-14.

結果が上図のような曲線と著しく異なる場合、sales@bas.co.jp までご連絡ください。

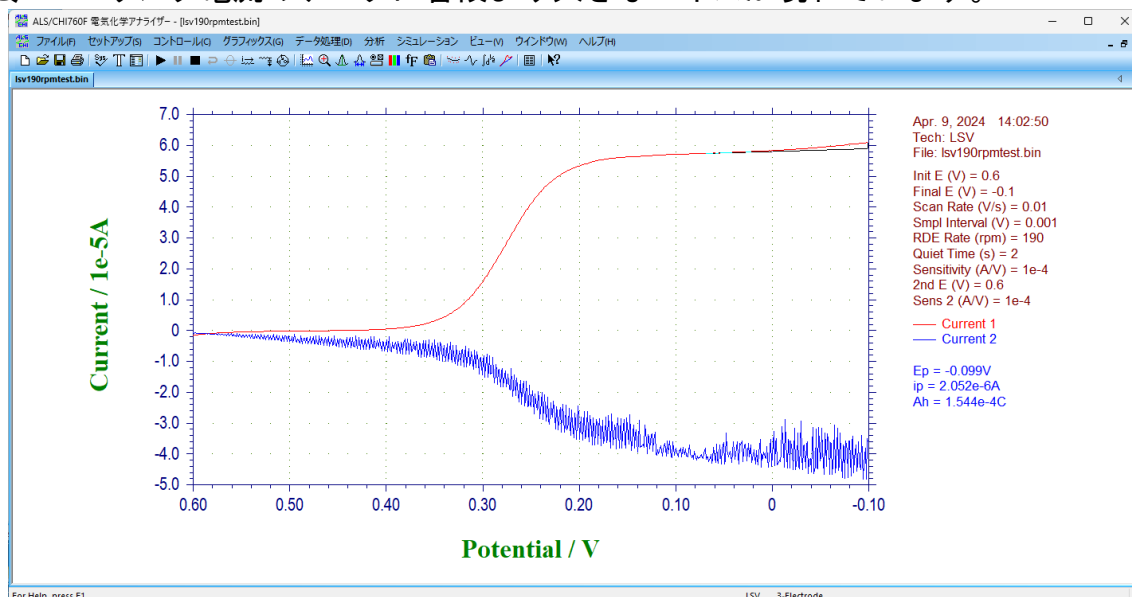
Q4- リング電流のデータに普段より大きなノイズが現れています。

図 7-2-15. リング電流のノイズの例

A4- 使用時間が短く、LCD ディスプレイの表示に銀カーボンブラシやシャフトのメンテナンス・交換が表示されていない場合でも、使用環境により銀カーボンブラシ、シャフト、ベ어링部が汚れていることがあります。下記の手順に従い、定期的に清掃してください。



図 7-2-16.

Step 1

カバーを固定している 4 本のネジをドライバー(#1 or #2)で外し、カバーを取り外します。



図 7-2-17.

Step 2

ベ어링部に溜まった削り粉は、市販のエアダスターなどで吹き飛ばして除きます。削り粉がフレームなどに固着してエアダスターでは吹き飛ばせにくい場合は、キムワイプや綿棒でふき取ってください。



図 7-2-18.

Step 3

シャフトアッセンブリーの銀カーボンブラシが接触する部分の汚れを取り除くために、100 rpm で回転させながらきれいなキムワイプや綿棒でふき取ります。

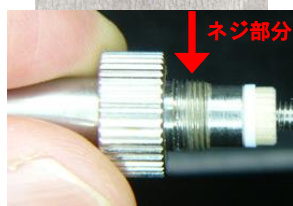


図 7-2-19.

Step 4

データのノイズが改善しない場合は、シャフトアッセンブリーを取り外して、シャフトのベアリングにあたる部分(図 7-2-19上の図)の汚れをキムワイプなどで除きます。

シャフトアッセンブリーのリング電極を接続するネジ部分(図 7-2-19下の図)の汚れをキムワイプや綿棒などで除きます。

シャフトアッセンブリーの取り外し方法は「6-7. シャフトアッセンブリーの交換」をご参照ください。



図 7-2-20.

Step 5

ベアリング内部に付着している粉をエアダスターなどで吹き飛ばして除きます。



図 7-2-21.

Step 6

シャフトアッセンブリー、銀カーボンブラシを取り付けます。測定を行う前に回転数 8000 rpm で慣らし運転を 10 分間行ってください。ベアリングの上に溜まる粉をエアダスターなどで吹き飛ばして除きます。



図 7-2-22.

Step 7

清掃後、取り外していたカバーを元通りに付けます。

フェリシアン化カリウム水溶液などを用いて清掃後の動作チェックを行います。清掃前と清掃後で測定データを比較すると、ノイズが改善されていることを確認できます(図 7-2-23)。

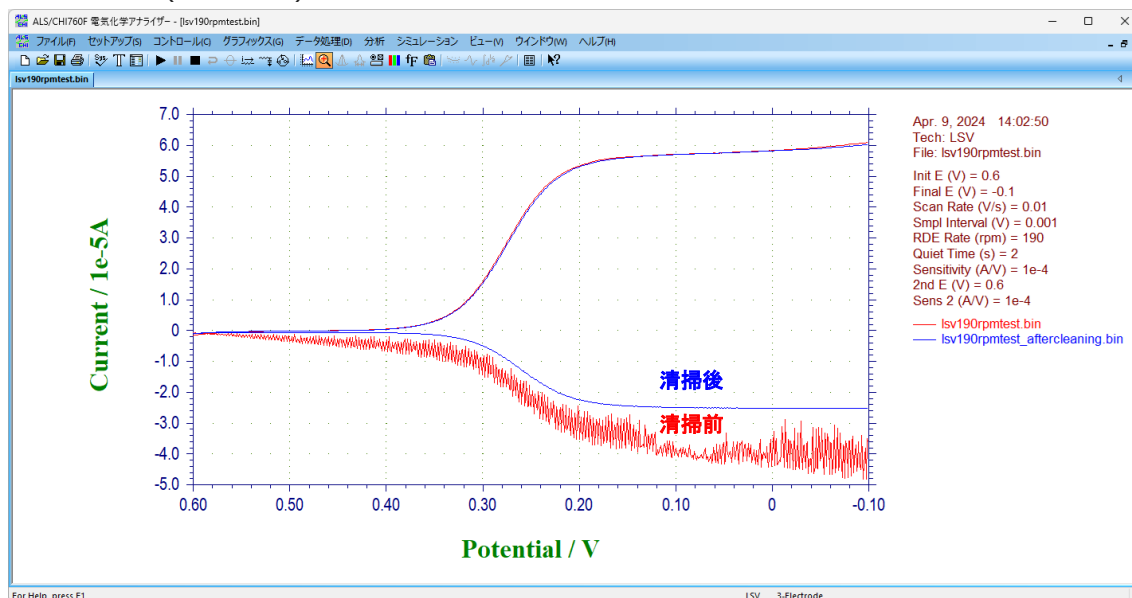


図 7-2-23. 清掃前と清掃後のリング電流のノイズの比較例

	CAUTION: 削り粉が目や口に入らないようにマスクや防護ゴーグルなどを着用してください。
	ELECTROSTATIC SENSITIVE: メンテナンスを行う際は、静電気防止バンドを装着してください。

付録

A-1. 作用電極

A-1-1. RRDE/RDE

下記の製品は作用電極です。RRDE-3A リンガーディスク電極システムによって回転させるためのものです。

有機溶媒耐性樹脂(PEEK)が絶縁体として使用されており、PK-3電極研磨キットで研磨することができます。



図 A-1-1-1.

通常品の回転電極(ガラス状カーボン・白金・金)の直径は一律です。RDEのディスク電極の直径は3 mm(一部は5 mm)です。RRDEのディスク電極の直径は4 mmです。RRDEのリング電極は内径5 mm、外径7 mmです。他の材料や電極サイズを変更した特注品の制作も承っています。

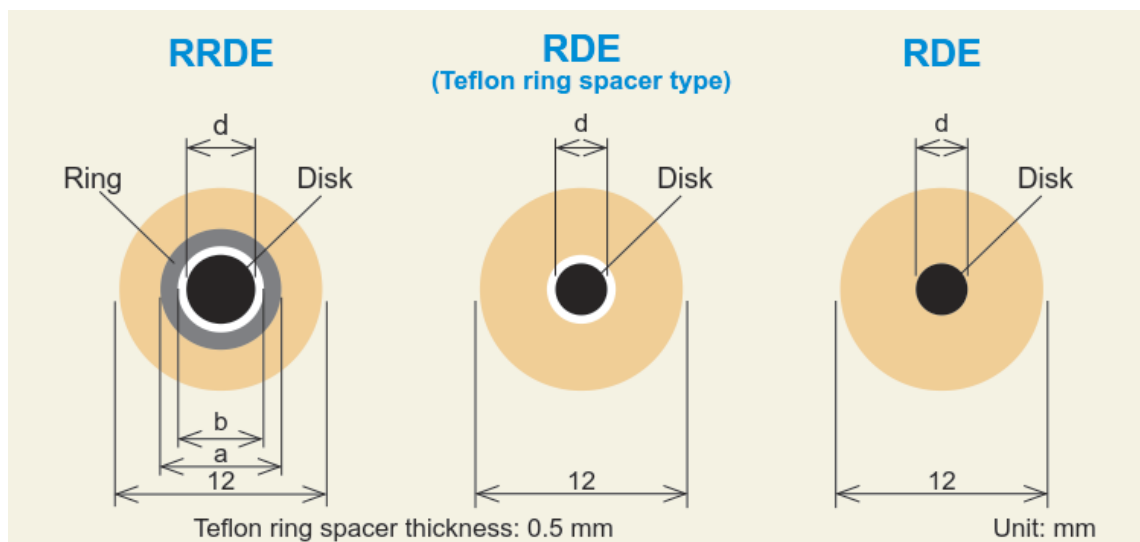


図 A-1-1-2.

取扱商品は下記URLよりご確認頂けます。

<https://www.bas.co.jp/1432.html#defaultTab13>

A-1-2. DRE-ディスク交換式電極

ディスク交換式電極(DRE)は、ディスク電極が取り外し可能な作用電極です。ディスク電極の交換は、表側と裏側の両方から行えます。研究目的に必要な条件に従って選択することが可能です。

取扱いについての詳細は下記URLよりご確認ください。

<https://www.bas.co.jp/2209.html>

特長:

1. 同じリング電極を使用したディスク電極の評価は、リング材料および寸法誤差による影響を避けることができます。
2. 交換ディスク電極表面の修飾と、リングアセンブリーの研磨プロセスを個別に行えます。
3. ディスク電極は容易に交換できます。



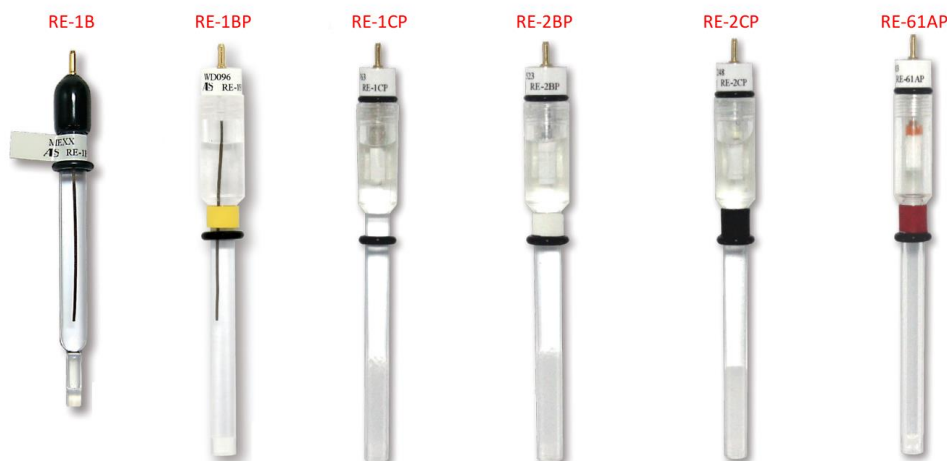
図 A-1-2-1.

取扱商品は下記URLよりご確認ください。

<https://www.bas.co.jp/DRE.html>

A-2. 参照電極

参照電極は、電気化学測定(CV・LSV・DPVなど)および電気化学デバイス(HPLC・電気化学的バイオセンサなどの電気化学検出器)に広く使用されています。水系用・非水溶媒系用・カロメル型など、様々な種類の参照電極が利用可能です。



図A-2-1.

取扱商品は下記URLよりご確認ください。

<https://www.bas.co.jp/1438.html>

A-3. 非水溶媒系参照電極: RE-7N

この参照電極は非水溶媒系のための銀-銀イオン参照電極です。非水溶媒系参照電極は組立式です。

測定系に合わせた内部溶液をご用意頂く事で、様々な実験にご利用頂けます。



図 A-3-1.

取扱商品は下記URLよりご確認ください。

<https://www.bas.co.jp/1610.html#defaultTab16>

A-4. RHEK –簡易型可逆水素電極キット

簡易型可逆水素電極(RHE)は、酸性溶液の電気分解により水素ガスを発生・捕捉し利用することで、良好な電位安定性を実現する可逆型の水素電極です。通常の水素電極での、危険性を伴う水素ポンベの使用や水素ガスの大量排気などの煩雑な操作が必要ありません。

RHEは多くの応用分野で活用できます。ダブルジャンクションチャンバーを用いた場合、0.5 mol / L硫酸のような強酸溶液(< pH2)、および中性溶液で使うことができます。

詳細は、下記URLよりご覧頂けます。

<https://www.bas.co.jp/2209.html>

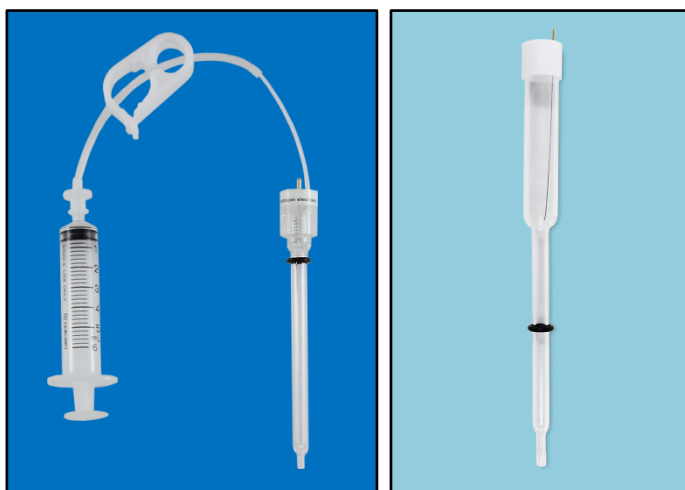


図 A-4-1. 酸性溶液で使用する場合は、左の写真となります。
中性溶液で使用する場合は、ダブルジャンクションチャンバー(右写真)を使用してください。

・ RHEK 簡易型可逆水素電極キット

RHEK簡易型可逆水素電極キットは、電解液として強酸(< pH2)を使用した場合、ダブルジャンクションチャンバーなしで使用できます。

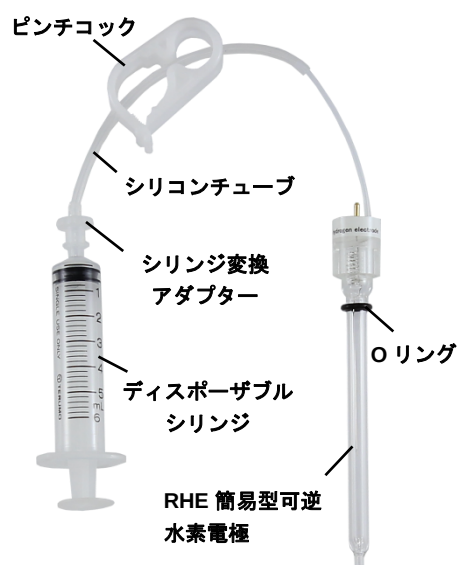


図 A-4-2.

取扱商品は下記URLよりご確認ください。

<https://www.bas.co.jp/1853.html#defaultTab12>

・ ダブルジャンクションチャンバーキット

ダブルジャンクションチャンバーキットを使用することで、強酸溶液以外の溶液(弱酸性・中性)でも使用できます。

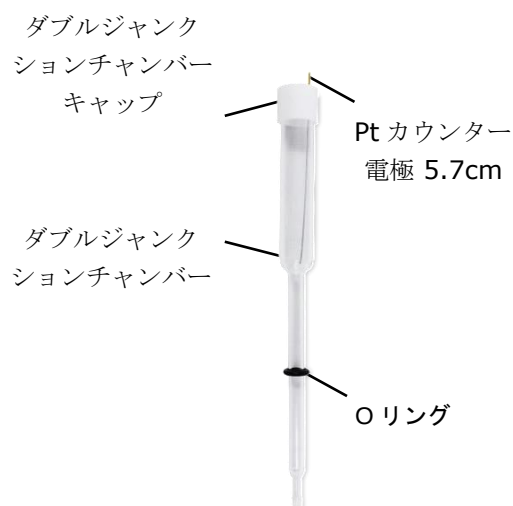


図 A-4-3.

取扱商品は下記URLよりご確認ください。

<https://www.bas.co.jp/1853.html#defaultTab14>

A-5. カウンター電極

用途に応じ、適切なカウンター電極を選択してください。回転電極法は比較的大きな電流が流れるため表面積の大きめのカウンター電極を推奨します。

カウンター電極の特注も承っております。

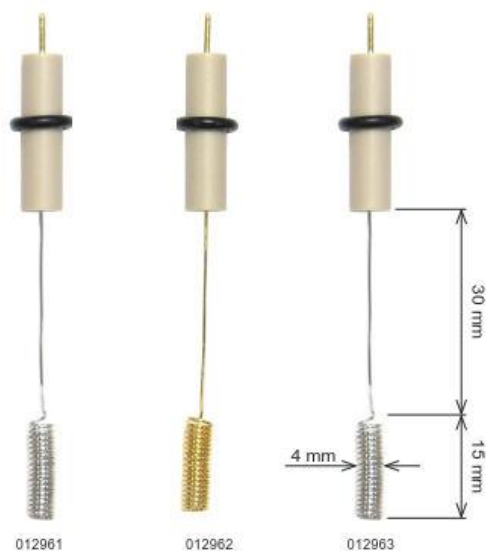


図 A-5-1.

取扱商品は下記URLよりご確認ください。

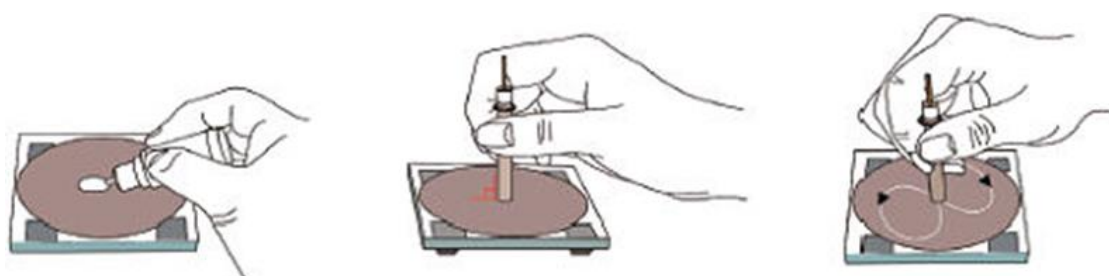
<https://www.bas.co.jp/1429.html>

A-6. PK-3 電極研磨キット

PK-3電極研磨キットは、CV・フローセル用の作用電極表面を再生する研磨キットです。PK-3の内容物は単品でも販売しています。単品の場合、各研磨パッドについては20枚単位での販売になります。

取扱商品は下記URLよりご確認ください。

<https://www.bas.co.jp/1532.html>



図A-6-1.

使用方法：

1. ガラス板の上にダイヤモンド研磨パッドを貼り、その上に研磨用ダイヤモンドを数滴ほど滴下します。
2. 電極をパッドに対して直角に保持し、8の字を描くように円運動で研磨します。研磨後、蒸留水で電極表面をすすぎます。
3. アルミナ研磨パッドに交換し、研磨用アルミナを用いて電極表面が鏡面になるまで研磨します。その後、電極表面を蒸留水ですすぎ、使用前に空气中で乾燥させます。

注意：PK-3による研磨は電極表面を清掃する最も適切な方法です。他の方法を適用する場合はご相談ください。

A-7. 他のポテンシostatとの接続

A-7-1. ALS 電気化学アナライザー

RRDE-3Aの回転速度およびパージ制御は、ALS 電気化学アナライザーで行います。

・回転速度制御

ALS 電気化学アナライザーとRRDE-3A本体を、下記の回転リモートケーブルで接続します。必ず専用のケーブル(図A-7-1-1)を使用してください。

カタログNo.	品名
008133	CB-BS BASアクセサリケーブル

ALS/CHI	RRDE-3A
RDE	IN
GND	GND (INの右隣)



図 A-7-1-1. CB-BS BAS アクセサリケーブル

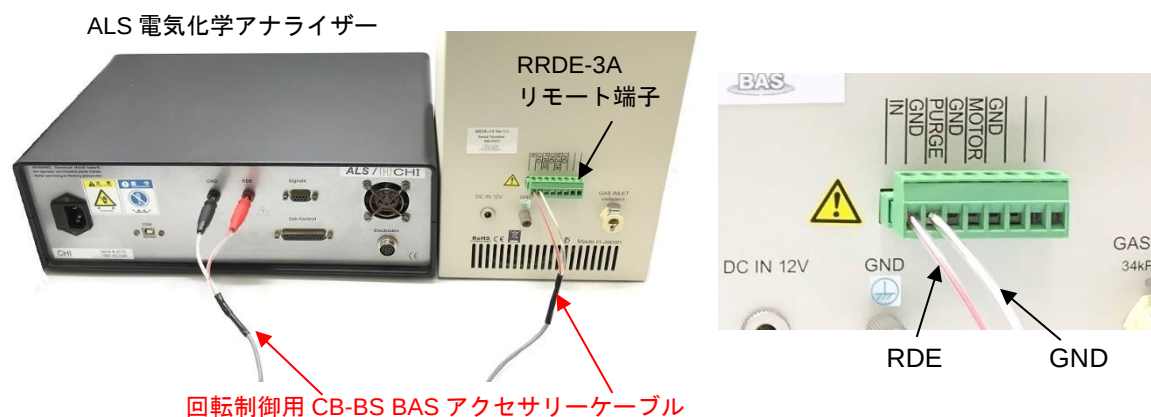


図 A-7-1-2. ALS 電気化学アナライザーと RRDE-3A 間の回転リモートケーブル接続

・ パージ制御

ALS 電気化学アナライザーとRRDE-3A本体を、下記のパージリモートケーブルで接続します。必ず専用のケーブル(図A-7-1-3)を使用してください。

カタログNo.	品名
013847	CB-ES リモートケーブル(25pin)

ALS/CHI		RRDE-3A
Cell Control	P(Pin#21)	PURGE
	G(Pin#7)	GND (PURGEの右隣)



図 A-7-1-3. CB-ES リモートケーブル(25pin)

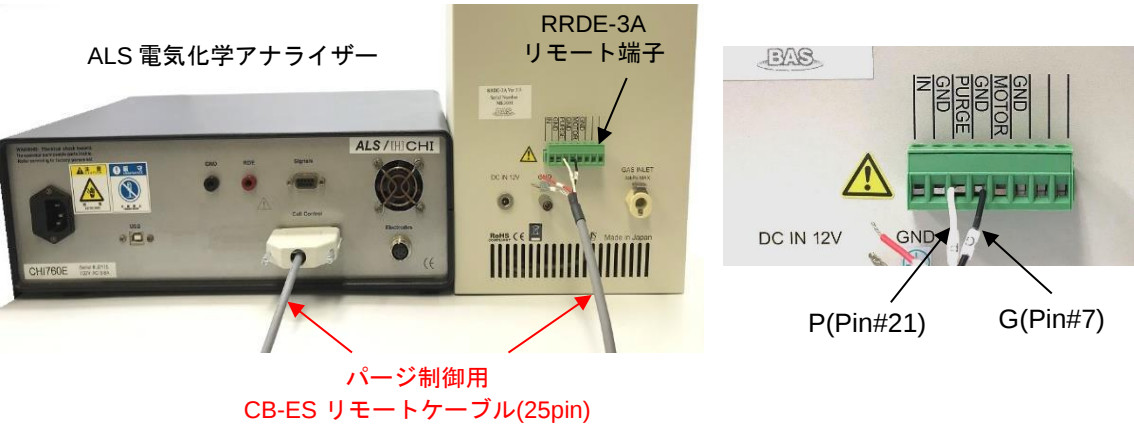


図 A-7-1-4. ALS 電気化学アナライザーと RRDE-3A 間のパージリモートケーブル接続

・セル接続

ポテンシostatのセルケーブルを参照電極、カウンター電極にそれぞれ接続します。リング電極およびディスク電極のピンは、モーターシャフトの下部にあります(図A-7-1-5)。

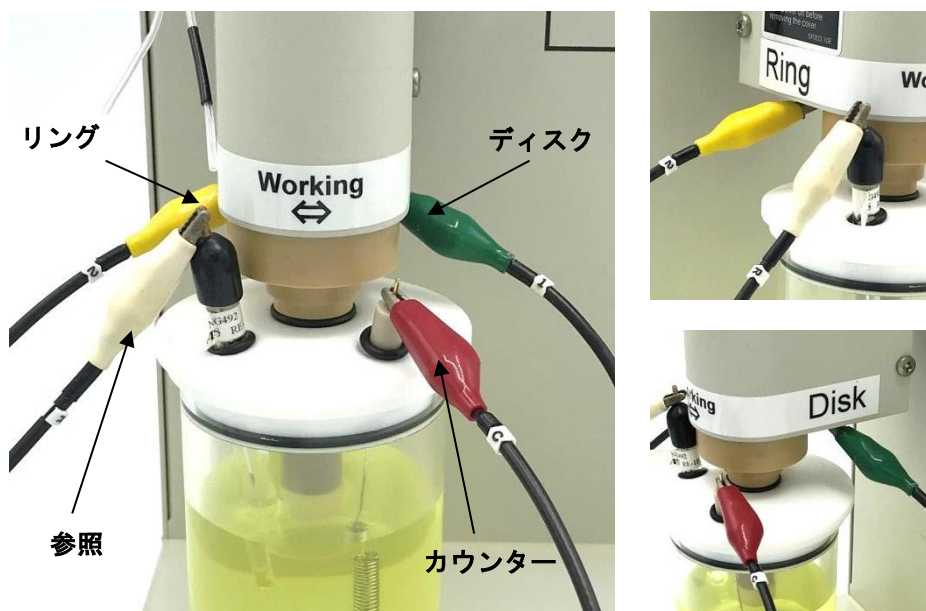


図 A-7-1-5. セルケーブルの接続

ワニ口の色	接続する電極
緑	ディスク (作用)
白	参照
赤	カウンター
黄	リング (作用)
黒	不使用

A-7-2. Gamry Interface 1010 ポテンショスタット

RRDE-3Aの回転速度制御は、Gamry の2台のポテンショスタットを組み合わせ、バイポテンショスタットの構成で行います。1台のポテンショスタットを「マスター」としてディスク電極に接続し、もう1台を「サーフ」としてリング電極に接続します。バイポテンショスタットの同期データサンプリングには、専用のケーブルとスクリプトが必要です。

・スクリプト編集

RRDE-3A では 1 V が 1,000 rpm に相当しますが、Interface 1010 では 1,000 rpm に対して 0.5 V の比率で設定されています。したがって、Interface 1010 のFramework ソフトのスクリプトを編集する必要があります。日本語ソフトは事前にスクリプトが編集されているため、そのまま使用することが可能です。英語ソフトの場合は、次の手順でスクリプトを編集します。

1. “classElectrode.exp” ファイルを開く

場所:

Win 7/Win 8.1/Win 10/Win 11:

C:\ProgramData\Gamry\Instruments\Framework\Scripts\

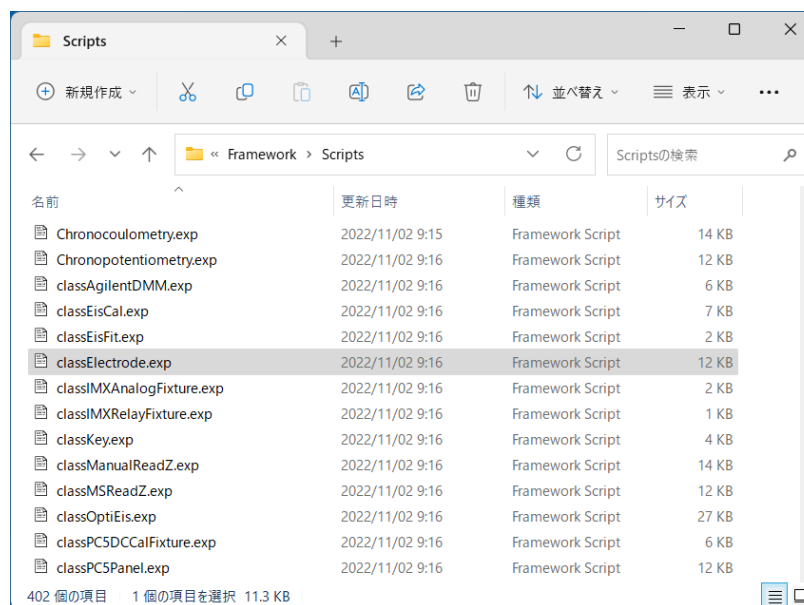


図 A-7-2-1. スクリプトフォルダ

2. スクリプトを以下のように編集します。

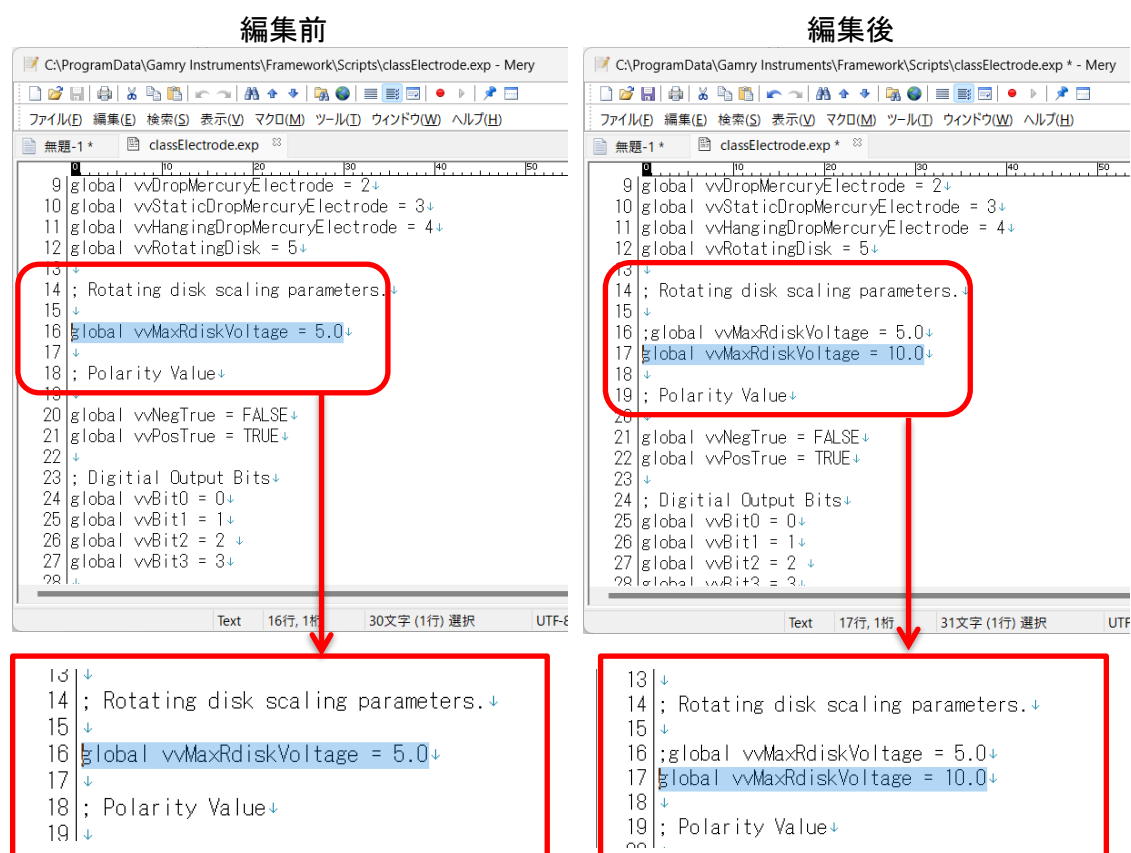


図 A-7-2-2. スクリプトの編集

以下の行の先頭にセミコロン「;」を入れます。

global vvMaxRdiskVoltage = 5.0

その下に下記の行を追加してください。

global vvMaxRdiskVoltage = 10.0

・ポテンシostatの接続

ディスク電極とリング電極のデータサンプリングを同期するには、2 台のポテンシostatを相互に接続する必要があります。マスターInterface 1010 とサーブ Interface 1010 の間の接続に、Gamry のバイポテンシostat用ケーブル(Interface BiPotentiostat Synchronization Cable)を使用します。ケーブルのマスター側には、DIN コネクタ上に大きな M が表示されています。

RRDE-3A 接続用
リモートケーブル
をマスター側の
User I/O ポートに
接続します



(BAS カタログ No.
013347) バイポテンシ
ostat用ケーブル

図 A-7-2-3. バイポテンシostat用ケーブルの接続

・リモート接続

Gamry Interface 1010 シリーズの I/O ポート(図 A-7-2-4)の Pin 1 を RRDE-3A リモート端子の IN に接続し、I/O ポートの Pin 2 を RRDE-3A リモート端子の GND に接続します。

※RRDE-3A のリモート接続には(BAS カタログ No.013751) Gamry 多目的 I/O ケーブルをご使用いただけます。

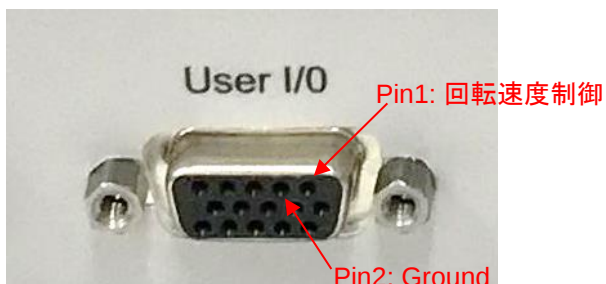


図 A-7-2-4. User I/O ポート

・セル接続

2本のGamry スタンダードセルケーブルを使用して、セルを Gamry ポテンシヨスタットに接続します。配線が多いので誤って接続しないように注意してください。

セルの**参照電極**には、ポテンシヨスタットの両方の参照電極クリップ(白)を接続します。セルの**カウンター電極**には、両方のカウンター電極クリップ(赤)を接続します。

マスター ポテンシヨスタットのワークセンス(青) とワーク(緑) のリード線は、RRDE-3A の**ディスク電極**に接続します。

サーフ ポテンシヨスタットのワークセンス(青) とワーク(緑) のリード線は、RRDE-3A の**リング電極**に接続する必要があります。

両方のポテンシヨスタットのカウンターセンス(オレンジ) のリード線は、離れたままにしておきます。それらは使用されません。

ディスク ポテンシヨスタットのアース線 (フローティングアース) またはアースジャックを一緒に接続すると、ノイズ除去を向上させることができます。リング ポテンシヨスタットのアース線とアース ジャックは両方とも他のアースやセルのリード線に接続しないでください。

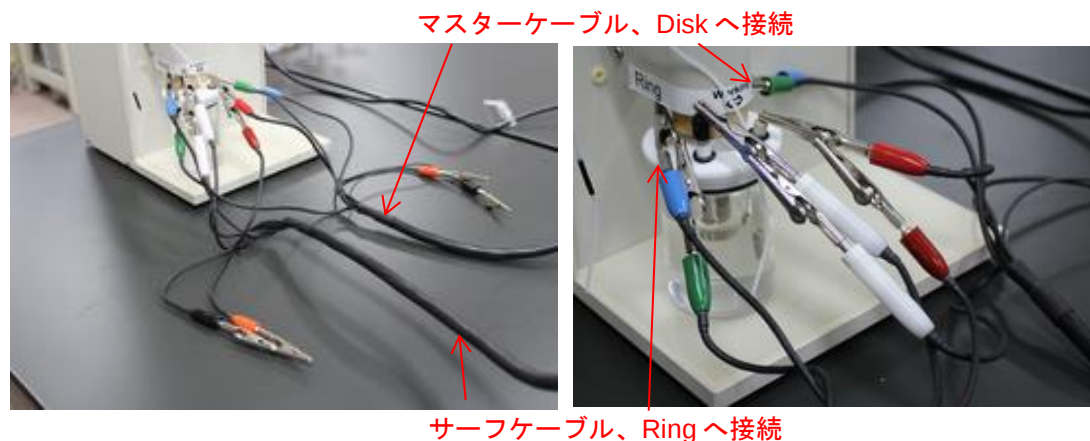


図 A-7-2-5. セルの接続