

## サイクリックボルタンメトリー(CV)の使い方

### 【飽和 KCl 水溶液の準備】

KCl 約 30g をイオン交換水 100ml に溶解させる。

### 【塩橋を作る】

①湯のみに寒天 0.2g と飽和 KCl 水溶液 10ml を入れる。

②レンジで約 30 秒チンする。

③スポイトを使って塩橋に湯のみの中の液体を入れる。

<寒天の入れ方>

1.腕が短い方にゴム栓(白)をする。

2.コックを開き、スポイトで寒天の溶液を吸い上げる。

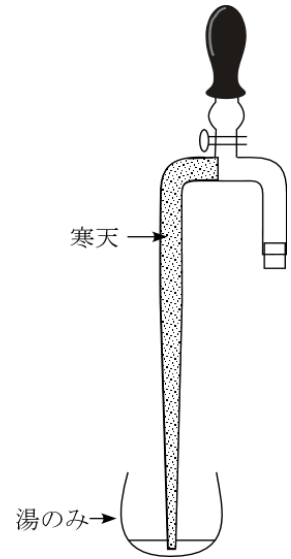
※このとき吸い上げた寒天の中に空気が入らないようにする

(ゆっくり吸う)

3.コックを閉じて、寒天が固まるまで放置

※長い腕の先は湯のみに残った溶液の中に浸しておけば、放置していても空気が入らない

4.寒天が固まったら完成(湯のみの中の寒天が固まった頃が目安)



### 【試料溶液の調製】

① 100ml メスフラスコに TEAP 3.42g を入れ、溶媒(ジクロロメタンやアセトニトリル)でメスアップする。

※ TEAP はクリーンベンチ横のオレンジ色の試薬ケースに入っています。

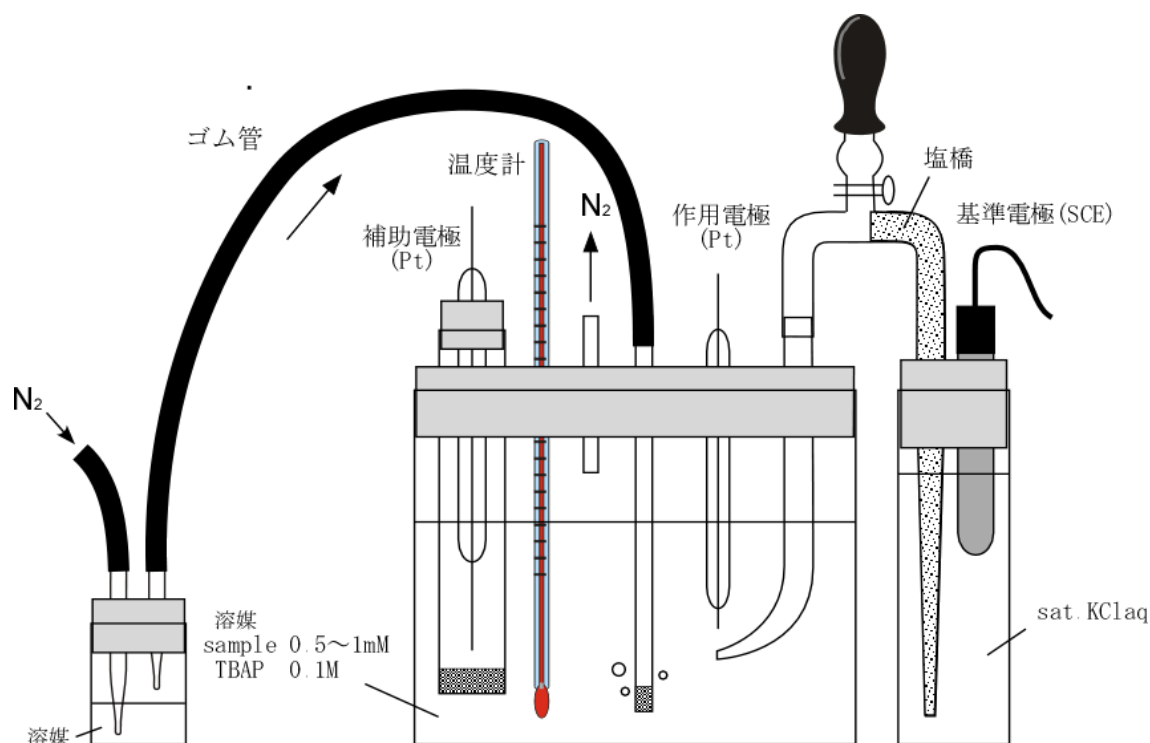
※ 溶媒はモレキュラーシーブで乾燥させたものを用いる。

② 溶液を電解槽に入れる。

③ ①→②の操作をもう一度行う(100ml メスフラスコで 200ml 分調製する場合)

### 【装置の組み立て】

図のように装置を組み立てる。



#### CV 測定条件

作用電極、補助電極：Pt

参照電極：カロメル電極(SCE)

支持電解質：過塩素酸テトラ-*n*-ブチルアンモニウム(TEAP) 0.1M

試料濃度：0.5~1mM 測定温度：約 24℃ 溶媒：ジクロロメタン、アセトニトリルなど

### 【測定の前に】

①電解槽の溶媒中に 10~15 分くらい窒素を流す。

※窒素は白いゴム管がつながっている所の黒いコックを回して流す。

※ゴム栓をしっかり閉めておかないと窒素が電解槽までたどりつかないので注意

②バックグラウンド測定

【測定】参照。

③試料を秤量する。

濃度は 1mM くらい(0.5~5mM の範囲にする)。溶媒は 200ml で計算する。

④試料を溶かす。

1、電解槽の大きいゴム栓をはずす。

(電解槽とゴム栓の間に割り箸か何かを挟んで、ゴム栓を少し浮かせるくらいでいい。

ゴム栓にさしてある電極などが攪拌子とぶつからないようにすればよい。)

2、電解槽に攪拌子を入れて溶媒を攪拌し、その中に試料を入れる。

3、試料が溶媒に完全に溶けたら、電解槽のゴム栓をはめる。

⑤電解槽の溶媒中に 10~15 分くらい窒素を流す。

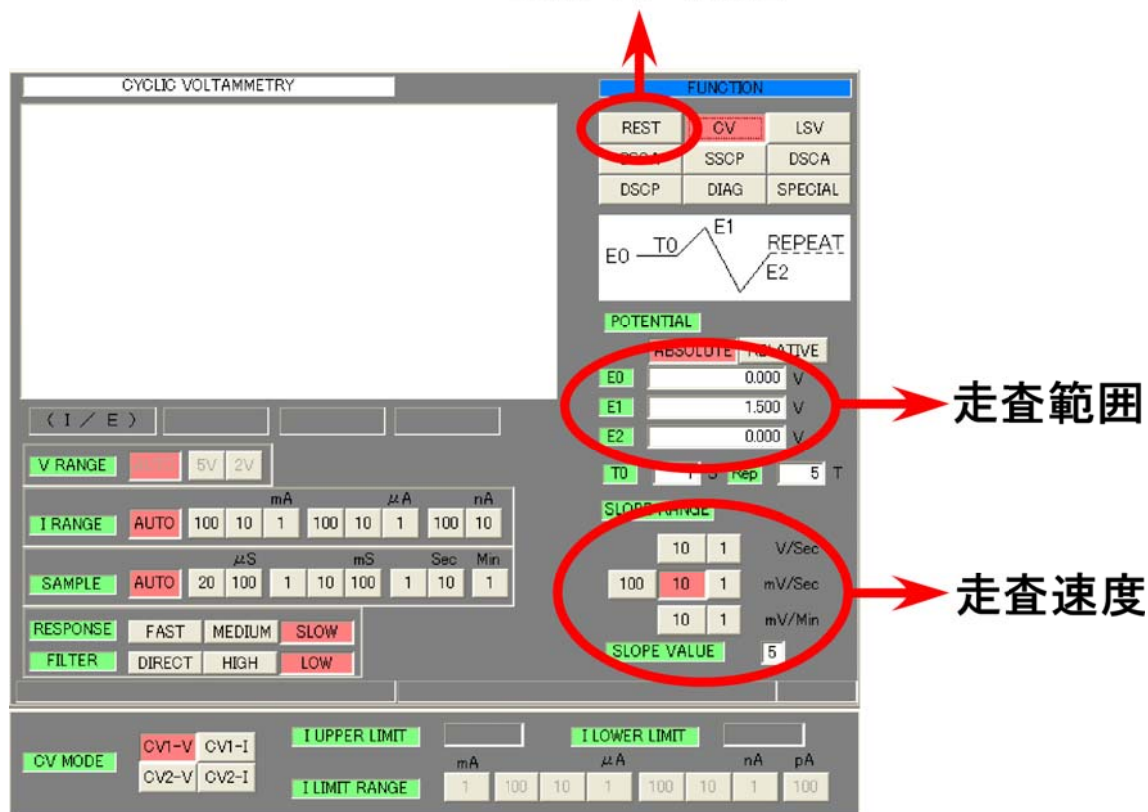
## 【測定】

- ①CV 本体右下にある電源を入れる。
- ②パソコンを CV 本体の LAN ケーブルに接続する。
- ③CV 本体の「LOCK」ボタンを押してパソコンと CV 本体を接続する。
- ④デスクトップの「HSV-100 リモート」というアイコンをクリック。
- ⑤MEASURE をクリック。



- ⑥自然電位の測定を行う。  
測定画面右上の「REST」を押し、「HSV-100 OPERATION」画面の「START/STOP」を押す。  
10～15 分くらい放置して値が安定したら、電位をメモする。

## 自然電位測定



- ⑦電位の走査範囲、走査速度、繰り返し回数を入力する。

< 走査範囲 >

E0 は初期電位、E1・E2 はリバース電位を表す。

「REP(繰り返し回数)」を 2(回)と設定したとき、E0→E1→E2→E1→E2→E0 の順で電位が変化することになる。

・試料の測定するとき

自然電位付近を初期電位 E0 に設定すると良いらしい。

一回目の測定では広い範囲(E0=自然電位付近、E1=2V、E2=-1.5V くらい。溶媒にもよるけど。)で測定を行い、どの範囲にピークが現れるかを調べる。

二回目の走査範囲は、一回目の測定結果から決定する。

<走査速度>

50 または 100mV/Sec くらいに設定する。

「SLOPE RANGE」を 10mV/Sec、「SLOPE VALUE」を 5 にすると 50mV/Sec に設定できる。

<繰り返し回数>

設定した走査を何回繰り返すかを設定する。

一回目の広い範囲で行う測定は二、三回でよい。

二回目は五回くらいにしておいて、測定を重ねるうちにグラフの形が毎回同じになるまで続ける。

⑧⑦以外の条件は図に示した通りに設定する。

⑨「HSV-100 OPERATION」画面の「START/STOP」をクリックして測定開始。

測定画面は「DISPLAY」で大きくできる。

⑩測定が終わったら「SAVE DATA FILE」をクリックして保存する。

⑪測定が終わったら「END」をクリックし、CV 本体の電源を切って終了。

⑫電解槽内の温度計の温度をメモする。

⑬片付け。

※電解槽試料が残らないように丁寧に洗浄する。

※補助電極と作用電極は付属のガラスカバー(試験管みたいなやつ)に入れて超音波洗浄する。このとき溶媒は DMF などの溶解性が高いものを用いる。このとき電極の金属部分には触れないようにする。

※参照電極は表面を軽く流して拭き取るくらいでいい。

※塩橋の中の寒天は、塩橋の細くなっている先端から針金を入れて寒天を崩して水で流すと取りやすい。器具を割らないように注意する。