

## STRUMENTO per ELETTROSINTESI Lab. 134 (Ed. P2)



Fig1. ElectraSyn 2.0 con supporto per fiala singola.

1. Accendere lo strumento. Nella Configurazione mostrata in Fig1 lo strumento lavora con una fiala singola. In questo caso si eseguono reazioni in cosiddette "Undivided Cells", in cui anodo e catodo sono immersi nella stessa fase senza alcuna separazione fisica tra loro.
2. Selezionare 'New Experiments' e scegliere il tipo di esperimento desiderato (tensione costante o corrente costante, polarità veloce e alternata; polarità a impulsi e alternata). La maggior parte degli esperimenti viene eseguita a corrente costante, perché si ha modo di controllare la quantità di elettroni erogati impostando i F/mol relativi alla reazione di interesse e le mmol del substrato. I F/mol dipendono dal numero di elettroni scambiati durante la reazione e impostando i F/mol e le mmol, l'apparecchio calcola automaticamente la quantità di elettroni da erogare e il tempo di reazione in relazione alla corrente (costante) che si è scelto di erogare (*vide infra*).  
Nel caso si voglia ripetere un esperimento già fatto e salvato è possibile selezionare "Experiments" → "Saved experiments".  
Esiste anche l'opzione "Assist Mode" con la quale lo strumento suggerisce dei parametri di massima da utilizzare utilizzando poche informazioni richieste all'utente.
3. Una volta scelto il tipo di esperimento, lo strumento chiede di inserire i parametri di interesse e se si sta utilizzando o meno un elettrodo di riferimento. L'utilizzo dell'elettrodo di riferimento è opzionale; tuttavia ricordare che: 1) se non si utilizza alcun elettrodo di riferimento, la tensione visualizzata è pari alla differenza di potenziale tra l'elettrodo di processo (W) e il controelettrodo (C); 2) nel caso si intenda eseguire un esperimento a voltaggio costante occorre sempre impostare un elettrodo di riferimento (di solito un elettrodo costituito da un filo di argento).
4. Impostare la durata dell'esperimento.
  - L'opzione "Total Charge", lascia proseguire la reazione fino a che la carica, impostata sulla base del numero di mmol di substrato e degli equivalenti di elettroni (F/mol), non è passata.
  - L'opzione "Timer" lascia proseguire la reazione per un tempo preimpostato.
  - L'opzione "Run Continuous" fa proseguire la reazione fino a quando l'utente non la arresta manualmente.
5. Una volta impostati questi parametri lo strumento chiede se si desidera alternare la polarità durante l'esperimento. Se si desidera utilizzare questa opzione si dovrà impostare un tempo di inversione ragionevole rispetto alla durata della reazione (ad esempio ogni 15 minuti per reazioni > 1h). Se la reazione è breve può non essere necessario.  
**NB:** questa opzione è applicabile solo se i due elettrodi sono dello stesso materiale.

## GUIDA PRATICA DI UTILIZZO

### Elettrosintesi (IKA ElectraSyn 2.0)

- Lo strumento chiede infine se si desidera salvare l'esperimento. In caso di risposta affermativa compare un tastierino alfanumerico in cui si può inserire il nome dell'esperimento che può essere massimo costituito da 16 caratteri. Si raccomanda di inserire il proprio cognome/sigla seguito dalla sigla del responsabile scientifico (ad esempio LL34\_071024\_RS) in modo da non creare fraintendimenti. Gli esperimenti salvati possono essere richiamati come descritto al punto 2 e modificati.
- Inseriti tutti i parametri compare una schermata riepilogativa dalla quale si può selezionare "Start" o "Edit" per modificare ulteriormente i parametri.
- Prima di fare partire l'esperimento preparare la vial di reazione. Le vial utilizzabili da Electrasyn sono specifiche e sono riutilizzabili.

Sul cappuccio in cui si avvita la parte superiore della vial vanno anche inseriti gli elettrodi. La posizione corretta è indicata dalle lettere "W" (working electrode) e "C" (Counter electrode), in corrispondenza delle quali vanno posizionati gli elettrodi (Fig2).

L'elettrodo di lavoro "W" è l'elettrodo al quale avviene la reazione di interesse, mentre al controelettrodo "C", per chiudere il circuito, avverranno delle semireazioni di tipo opposto. Nella maggior parte dei casi "W" è l'anodo perché le reazioni target sono ossidazioni, quindi in questi casi, "C" sarà il catodo e vi avverranno delle semireazioni di riduzione (non di interesse). Ovviamente possono verificarsi anche situazioni con polarità invertite. L'elettrodo di riferimento, nel caso sia necessario, ha una sua posizione dedicata.

Il cappuccio della vial va inserito correttamente sull'alloggiamento con i contatti facendo particolare attenzione alle alette di plastica (vedi Fig2).

**NB:** lo strumento non riconosce il tipo di elettrodi installati, e partirebbe anche in caso di errori in questo senso, posizionare quindi gli elettrodi con attenzione.

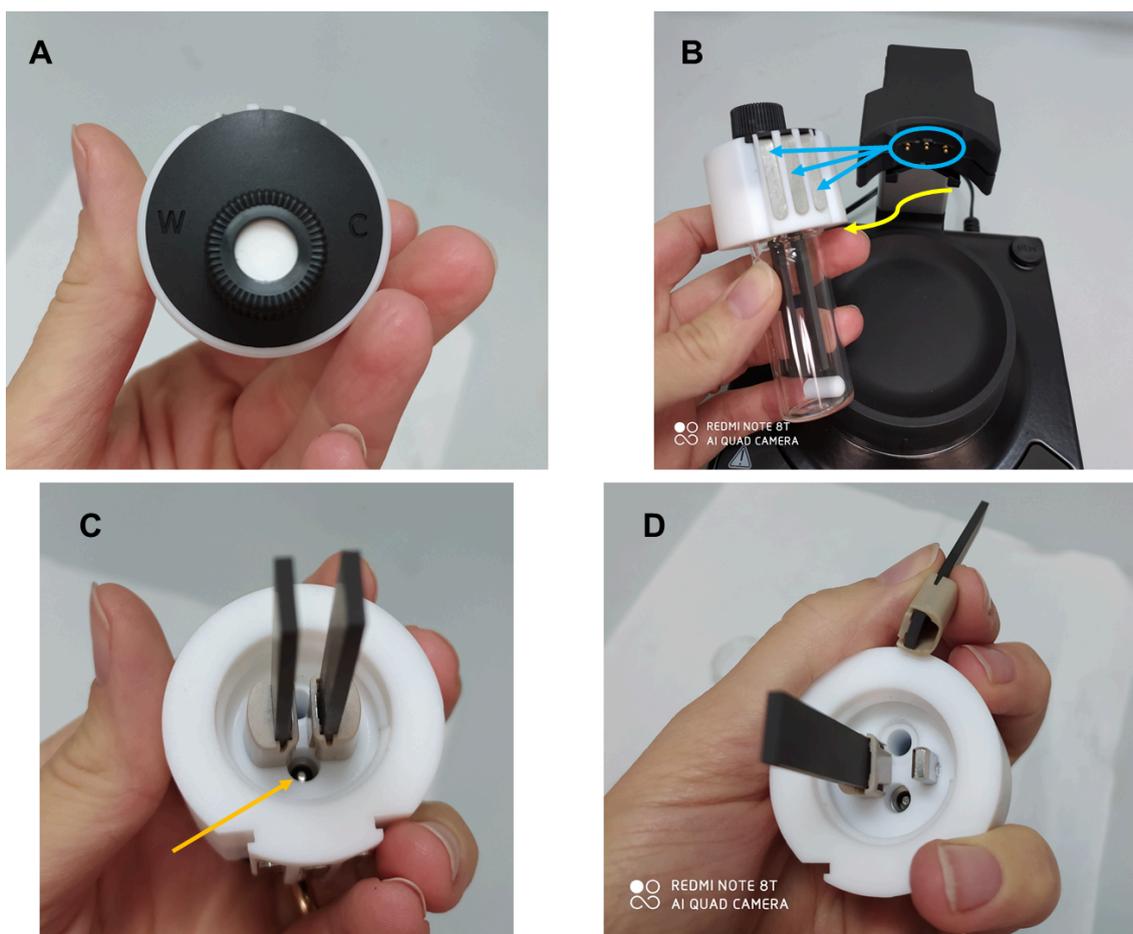


Fig2. **A)** Aspetto del cappuccio, con le lettere W e C; **B)** La freccia gialla indica le alette che devono incastrarsi nella scanalatura del cappuccio, la grafica azzurra indica i contatti elettrici sul sostegno e sul cappuccio che andranno a combaciare; **C)** Posizionamento degli elettrodi W e C, la freccia indica la posizione dell'eventuale elettrodo di riferimento; **D)** Aspetto del cappuccio con il connettore esposto in seguito a rimozione dell'elettrodo. Gli elettrodi si posizionano semplicemente inserendoli premendo leggermente.



## GUIDA PRATICA DI UTILIZZO Elettrosintesi (IKA ElectraSyn 2.0)

9. Premendo "start" la reazione parte. L'unico parametro modificabile è la velocità di reazione, impostata di default a 400 rpm (di solito più che sufficienti). Sul display compaiono i parametri letti in tempo reale e il countdown al tempo stimato di reazione (nel caso si sia scelto un esperimento Total Charge o con tempo di reazione impostato). Se durante la reazione qualche parametro fuoriesce dai range consentiti lo strumento chiede se si vuole agire (ad esempio se il voltaggio supera o si avvicina al voltage limit). Se non si seleziona alcuna opzione lo strumento dopo un po' interrompe autonomamente l'erogazione della corrente.
10. Terminata la reazione lo strumento si ferma autonomamente.
11. Una volta ripulito tutto occorre riporre gli elettrodi utilizzati. Poiché molti elettrodi, pur essendo di natura differente, hanno aspetto simile porre particolare attenzione in modo da non mescolarli.

### Altre utilità

- a. Impostazioni specifiche dell'esperimento:
  - a) Esperimento a tensione costante / corrente costante:
    - Indicare se si desidera alternare la polarità degli elettrodi durante la reazione (nota: questa funzione è utilizzata per le reazioni in cui si possono verificare incrostazioni degli elettrodi e può aiutare alcune reazioni a evitare alcuni di questi problemi). Questa funzione deve essere utilizzata solo quando l'anodo e il catodo sono dello stesso materiale.
  - b) Esperimento con la polarità alternata veloce:
    - Selezionare il numero di cambi di polarità (Attenzione: utilizzare questa modalità solo con materiale catodico e anodico identico).
  - c) Esperimento di cambio di polarità a impulsi:
    - Selezionare il tempo di mantenimento della polarità superiore e inferiore.
- b. Raccomandazioni:
  - Degassare la soluzione per 5-10 minuti prima di eseguire la reazione gorgogliando azoto nella stessa. Nel laboratorio, sotto la cappa in cui è ospitato lo strumento è disponibile una linea dell'azoto, anche se è consigliabile degasare nel proprio laboratorio. La linea è sprovvista di ago, ognuno deve usare il proprio, in modo da evitare contaminazioni.
  - Gli elettrodi utilizzati in alcuni casi sono placcati e la loro superficie può consumarsi nel corso del tempo e andare a inficiare la loro corretta funzionalità. Controllare sempre la superficie degli elettrodi prima di iniziare l'esperimento di interesse. Lo stesso problema non si applica agli elettrodi bulk, che mantengono il loro funzionamento molto più a lungo.
- c. Il Voltage limit dello strumento è 30V. Per le comuni reazioni è già impostato un limite di 20V oltre al quale lo strumento segnala l'errore di cui al punto 9.
- d. Lo strumento ha una connettività Wi-Fi che consente, tramite apposita app scaricabile dall'app store, di monitorare in tempo reale lo strumento e inviare/ricevere dati o parametri di esperimenti. Al momento la connettività Wi-Fi è disabilitata, chi lo desidera può chiedere che venga abilitata.

### Pulizia degli elettrodi.

- Tutti gli elettrodi sono riutilizzabili e sono in condivisione. Al fine di preservarne il tempo di vita ed evitare fenomeni di cross-contamination tra reazioni successive, occorre eseguire una pulizia accurata e ragionata degli stessi. La verifica visiva dell'aspetto dell'elettrodo (colore, aspetto della superficie, presenza di particolato o degradazione) dopo la sua pulizia è il miglior modo per stabilire se l'elettrodo è arrivato o meno a fine ciclo e non può più essere utilizzato. Le reazioni che più impattano sulla qualità degli elettrodi sono quelle che depositano una discreta quantità di sali o materiale organico sugli elettrodi. Se si deve realizzare una reazione di questo tipo il produttore consiglia di utilizzare elettrodi di grafite. Sono assolutamente sconsigliati gli elettrodi porosi come ad esempio RVC o Nichel Foam.
- Per la pulizia occorre rimuovere gli elettrodi dal cappuccio della vial (Fig 2D) e sciacquarli con il solvente utilizzato per fare la reazione e/o un solvente che è noto possa solubilizzare prodotto e substrato e/o acetone. Una volta sciacquati gli elettrodi vengono immersi in un solvente opportuno e

## GUIDA PRATICA DI UTILIZZO

### Elettrosintesi (IKA ElectraSyn 2.0)

sonicati per qualche minuto. Per gli elettrodi porosi questo passaggio è obbligatorio per rimuovere tutte le sostanze che sono state adsorbite dalla superficie spugnosa dell'elettrodo. Nel laboratorio dello strumento viene messo a disposizione un bagno a ultrasuoni e un contenitore in cui riporre gli elettrodi prima di immergerli nello stesso.

- In alcuni casi è possibile utilizzare una soluzione acida o basica diluita, ma occorre fare attenzione alla natura specifica dell'elettrodo (ad esempio gli elettrodi di Magnesio sono danneggiati dal trattamento acido).
- Se dopo questo trattamento con solvente la superficie dell'elettrodo non appare ancora pulita è possibile ripetere il trattamento a ultrasuoni cambiando solvente. Se neppure in questo modo si raggiunge un risultato accettabile occorre eseguire una pulizia con slurry di allumina. Questa procedura non è applicabile però né agli elettrodi placcati (Oro, Platino, Argento), né agli elettrodi porosi.
- In caso di dubbi non prendere l'iniziativa. Alcuni elettrodi hanno un costo importante e non è sostenibile un loro danneggiamento a fronte di pochi cicli di utilizzo.
- Completata la pulizia lasciare asciugare gli elettrodi sotto cappa appoggiati su un panno di carta e dopo di che metterli a posto.
- In laboratorio è disponibile una breve guida per la pulizia degli elettrodi.

#### Carosello.

Lo strumento in dotazione possiede anche un carosello che consente di eseguire 6 reazioni contemporaneamente monitorando i parametri di ciascuna. È un sistema per lo screening, quindi le impostazioni iniziali (tipo di esperimento, corrente impostata, tempo impostato, rpm) sono uguali per tutte le reazioni. La numerazione riportata sopra il carosello (Fig3A) è la stessa riportata sul display (Fig3B). Il carosello può lavorare anche non completamente occupato.

In linea di principio il carosello consentirebbe di lavorare anche in modalità "Divided Cells", cioè con celle elettrochimiche in cui anodo e catodo si trovano in due compartimenti separati (in questo caso in due provette diverse).

Il carosello non consente l'utilizzo dell'elettrodo di riferimento e non si possono perciò eseguire studi di voltammetria ciclica; inoltre non è compatibile con l'opzione "Assist Mode".

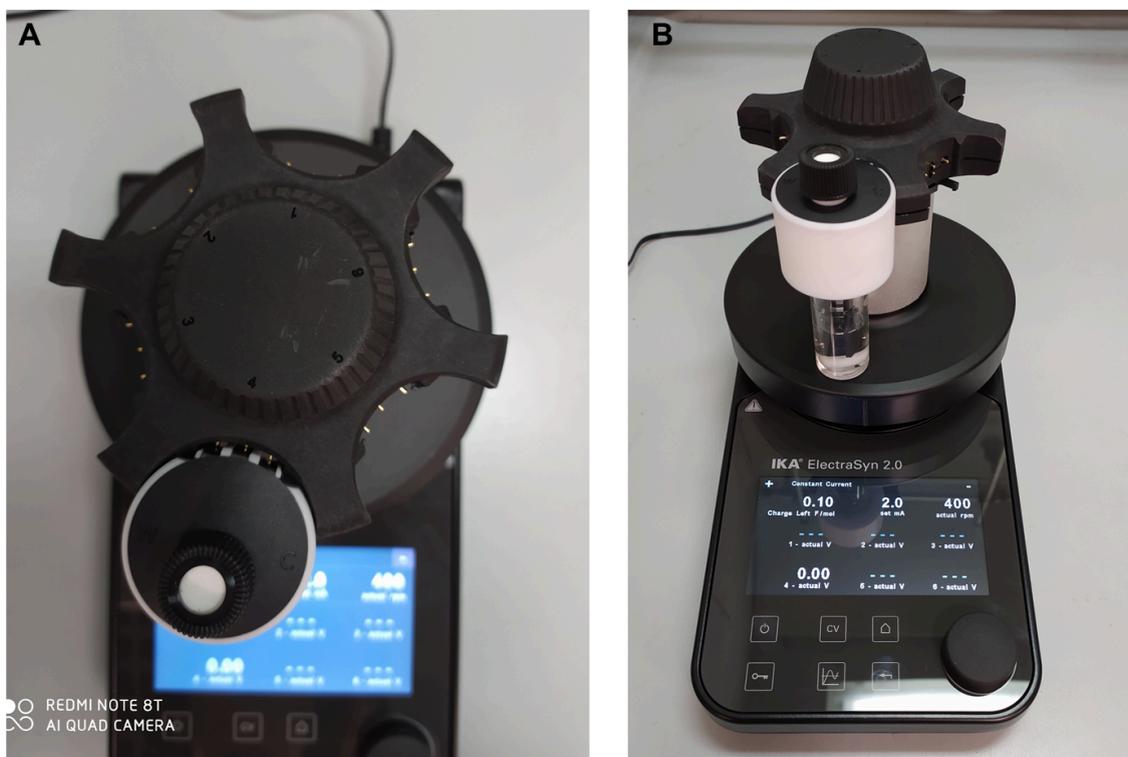


Fig3. **A)** vista dall'alto del carosello. Visibile la numerazione delle provette; **B)** Il display visualizza nella barra superiore le impostazioni generali, mentre per ciascuna Vial monitora il valore che cambia (A o V) in tempo reale. In questo caso è mostrato qualcosa solo per la postazione 4.

#### Sostituzione del supporto fiala singola/carosello/piastra semplice.

Per rimuovere il supporto per fiala singola basta impugnarlo saldamente e ruotare in senso antiorario. Per reinserirlo occorre collocarlo sul piatto e ruotare in senso orario fino a che non si sente un piccolo scatto. Le scanalature poste sulla parte inferiore del supporto si vanno a incastrare perfettamente con quelle presenti sul piatto e i contatti elettrici vanno a combaciare Fig4A. Se si percepisce resistenza non forzare, significa che il supporto non è posizionato correttamente. Per rimuoverlo ruotare in senso opposto.

Il meccanismo di rimozione/installazione del carosello (Fig4B) e della semplice piastra per l'agitazione (FigC e D) è esattamente lo stesso. Per entrambi occorre avere l'accortezza in più far andare il bottoncino metallico presente sul piatto dello strumento nella scanalatura più profonda presente sul fondo del carosello o dell'accessorio per la semplice agitazione (vedi frecce in Fig4).

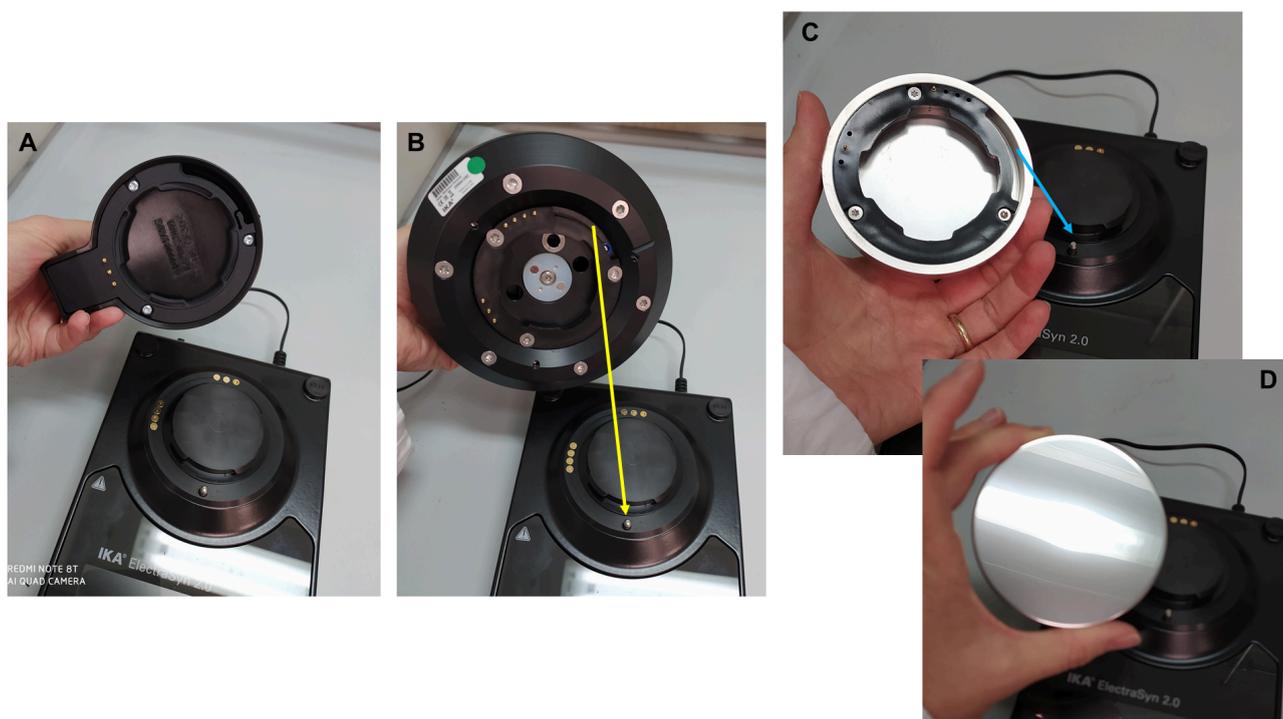


Fig4. **A)** Aspetto della parte inferiore del supporto per provetta singola e della parte superiore del piatto di ElectraSyn 2.0. **B)** Aspetto della parte inferiore del carosello. La freccia gialla indica il posizionamento del bottoncino metallico sporgente, che deve incastrarsi nella scanalatura più profonda. **C)** e **D)** aspetto della parte inferiore e superiore dell'accessorio per la semplice agitazione magnetica.