

Цифровий потенціостат

MTech IVA-410

З програмним керуванням
через USB інтерфейс



ПАСПОРТ ТА ІНСТРУКЦІЯ КОРИСТУВАЧА

Львів - 2014

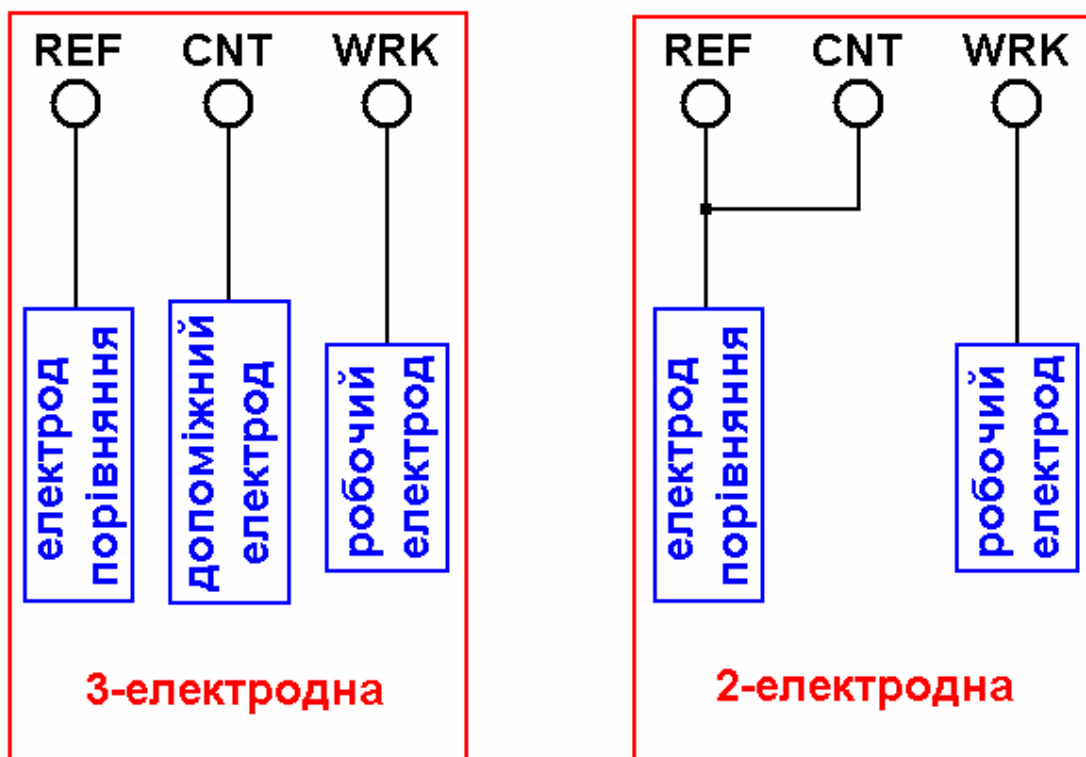
1. Загальний опис

Потенціостат **MTech IVA-410** (далі "пристрій") призначений для виконання досліджень та аналізу електрохімічними методами: вольтамперометрією (класична, циклічна, інверсійна), хроноамперометрією та амперометричним титруванням.

Розгортка потенціалу здійснюється цифро-аналоговим перетворювачем (ЦАП) з розрядністю 12 біт. Реєстрація струму здійснюється після перетворювача "струм-напруга" аналогово-цифровим перетворювачем (АЦП) з розрядністю 12 біт.

Контроль процесу дослідження/аналізу, візуалізацію результатів вимірювань та їх первинну обробку реалізовано у програмному забезпеченні "MTech IVA-410". Зв'язок пристрою з персональним комп'ютером та забезпечення його необхідним живленням реалізовано через USB порт.

Допускається робота пристрою із дво- та триелектродними чарунками. Схема підключення електродів:



2. Технічні характеристики

Характеристика	Значення
Діапазон розгортки потенціалу робочого електроду (відносно електроду порівняння)	-1,85 ... +1,85 В
Допустиме відхилення потенціалу	≤4 мВ
Дискретність розгортки потенціалу	~3,3 мВ
Амплітуда змінної складової потенціалу (для квадратно-хвильової розгортки)	20 ... 100 мВ
Швидкість розгортки потенціалу	1 ... 250 мВ/с
Діапазони вимірювання струму	±0,2 ±0,5 ±1,5 ±4 ±10 мА
Допустима відносна похибка вимірювання струму	≤0,1%
Струм живлення	не більше 150 мА

3. Комплектація

Потенціостат **MTech IVA-410** – 1 шт

Кабель з USB-RS232 конвертером PL2303* – 1 шт

Кабелі для електродів із

зажимами типу "крокодил"* – 3 шт

Паспорт та інструкція користувача – 1 шт

Програмне забезпечення** – 1 шт

Примітки:

* з'єднання кабелів із приладом може бути "жорстким" або через відповідні гнізда.

** програмне забезпечення постачається на оптичному носію (CD/DVD) або через web-сайт лабораторії **MTech** із зазначенням прямого посилання для скачування.

4. Гарантійні зобов'язання

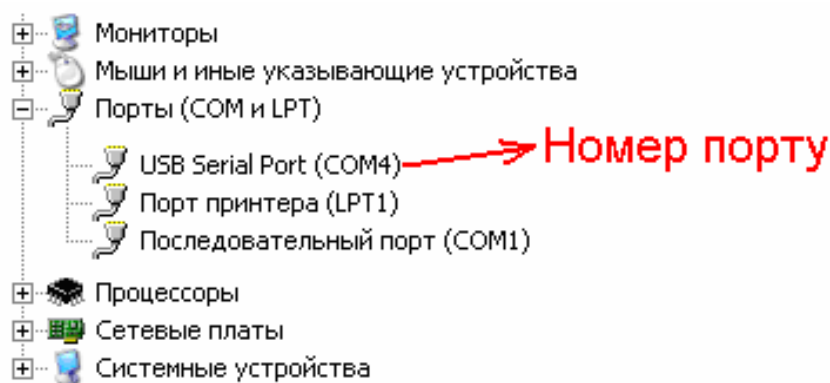
Виробник зобов'язаний виконувати безкоштовне гарантійне обслуговування пристрою впродовж 12 місяців після введення в експлуатацію за умови непошкодженості корпусу та пломби-наклейки.

5. Програмне забезпечення

5.1. Встановлення та налаштування

Файл zip-архіву з останньою версією програмного забезпечення для потенціостату **MTEch IVA-410** потрібно розархівувати в якусь папку на жорсткому диску комп'ютера, наприклад "IVA-410-SETUP". В результаті цього ця папка повинна містити такі компоненти: папки "DRIVER-XP", "DRIVER-7" та інсталяційні файли (setup.exe та інші).

Під'єднайте USB кабель пристрою до USB порту персонального комп'ютера. Якщо на Вашому комп'ютері раніше вже використовувались прилади із USB-RS232 конвертером PL2303, то жодних повідомлень комп'ютер не видасть та автоматично підключе відповідний драйвер. Якщо ж комп'ютеру цей конвертер "незнайомий", то він видасть повідомлення про новий пристрій та необхідність встановлення драйверів для нього. При цьому слід вибрати "ручний спосіб" встановлення драйвера із зазначеного місця на диску. В залежності від типу операційної системи (XP чи 7) слід вказати шлях до папки "DRIVER-XP" чи "DRIVER-7". Після встановлення драйвера слід з'ясувати номер виділеного системою порту. Для цього перейдіть у "Пуск / Настройка / Панель управління / Система / Диспетчер пристроїв / Порты (COM и LPT)" – там повинен бути рядок "USB Serial Port (COMx)", де x-номер порту (на рисунку знизу це 4). Приблизне зображення (залежно від системи Windows):



Запам'ятайте цей номер – він Вам ще знадобиться.

Від'єднайте USB кабель пристрою від комп'ютера.

Створіть на диску папку, в яку слід заінсталювати програмне забезпечення, наприклад "IVA-410". Запустіть файл setup.exe і встановіть

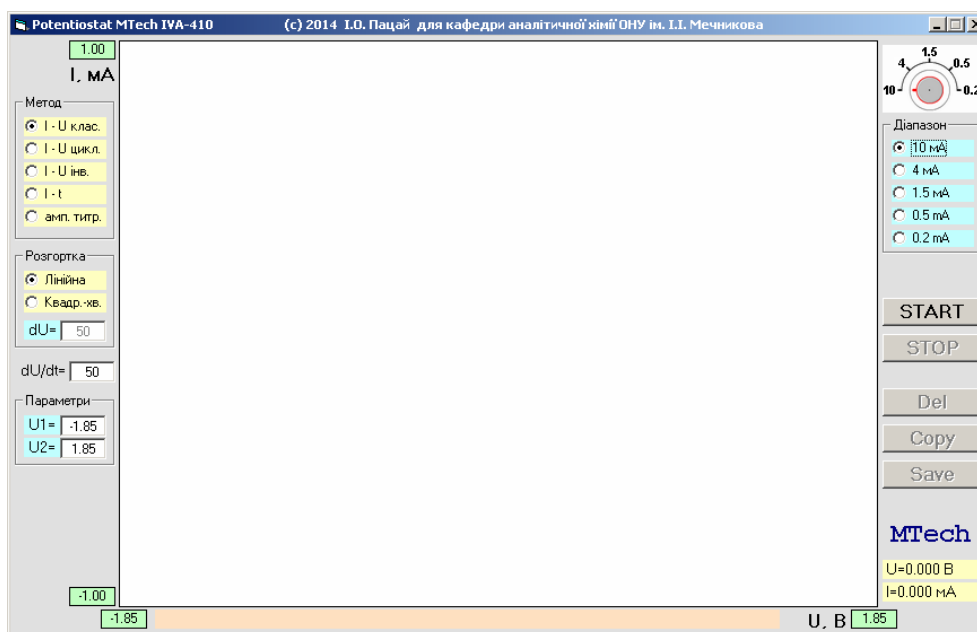
програму у створену папку. Якщо все зроблено правильно, то у папці "IVA-410" будуть такі файли:

mtech-iva-410.exe
ST5UNST.LOG
manual_IVA-410.pdf
port.txt

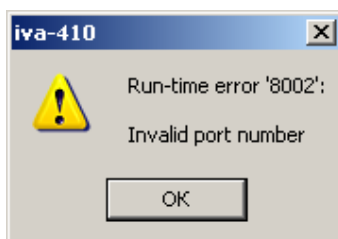
В останньому файлі (port.txt) слід прописати номер порту, який виділила система при встановленні драйвера – зробити це можна в звичайній програмі "блокнот" Вашої операційної системи.

Тепер все готове до початку роботи з пристроєм!

Під'єднайте USB кабель пристрою до USB порту персонального комп'ютера (це має бути той самий порт, до якого Ви підключались раніше! В іншому випадку система може виділити інший номер порту). Запустіть основний файл програми – mtech-iva-410.exe. Якщо всі попередні дії зроблено правильно, то програма "виявить" пристрій (на ньому засвітиться червона лампочка) і Ви побачите головне вікно програми:



Якщо ж щось було зроблено неправильно, то Ви побачите повідомлення про помилку, наприклад:



Слід перевірити відповідність номеру порту, записаного у файлі port.txt, та виділеного системою (Диспетчер устроїв / Порты (COM и LPT). Для коректного сприйняття програмою числових даних дуже важливо щоб розділювачем цілої та дробової частини числа була крапка (а не кома!) – цей параметр системи можна знайти і змінити у "**Панель управління / язики и рег. стандарты / настройка**".

Якщо виникнуть нездоланні труднощі із встановленням драйверів чи програмного забезпечення, то зверніться до нас за адресою i_patsay@franko.lviv.ua або mtech_lab@ukr.net – допоможемо.

5.2. Призначення

– Програмне керування пристроєм **MTech IVA-410** для виконання електрохімічних досліджень чи аналізу методами класичної, циклічної, інверсійної вольтамперометрії, хроноамперометрії та амперометричного титрування із лінійною (ступінчастою) чи зміннострумовою (квадратно-хвильовою) розгорткою потенціалу робочого електрода.

– Реєстрація та графічне відображення вимірних залежностей: вольтамперограм, хроноамперограм та кривих амперометричного титрування.

– Копіювання вимірних залежностей у буфер обміну комп'ютера для перенесення інформації у інші програми (у форматі таблиці з двома стовпчиками X-Y).

– Запис вимірних залежностей у файл "data.dat" для збереження/перенесення інформації у інші програми (у форматі таблиці з двома стовпчиками X-Y). Зазначений файл записується у ту саму папку, де була встановлена програма **MTech IVA-410**.

5.3. Порядок роботи

5.3.1. Запуск та завершення роботи програми

Програмне забезпечення "**MTech IVA-410**" можна запускати лише після підключення пристрою до USB порту комп'ютера. В іншому випадку з'явиться повідомлення про помилку. Загалом послідовність роботи повинна бути такою:

- підключити пристрій до USB порту комп'ютера;
- запустити програму "**MTech IVA-410**";

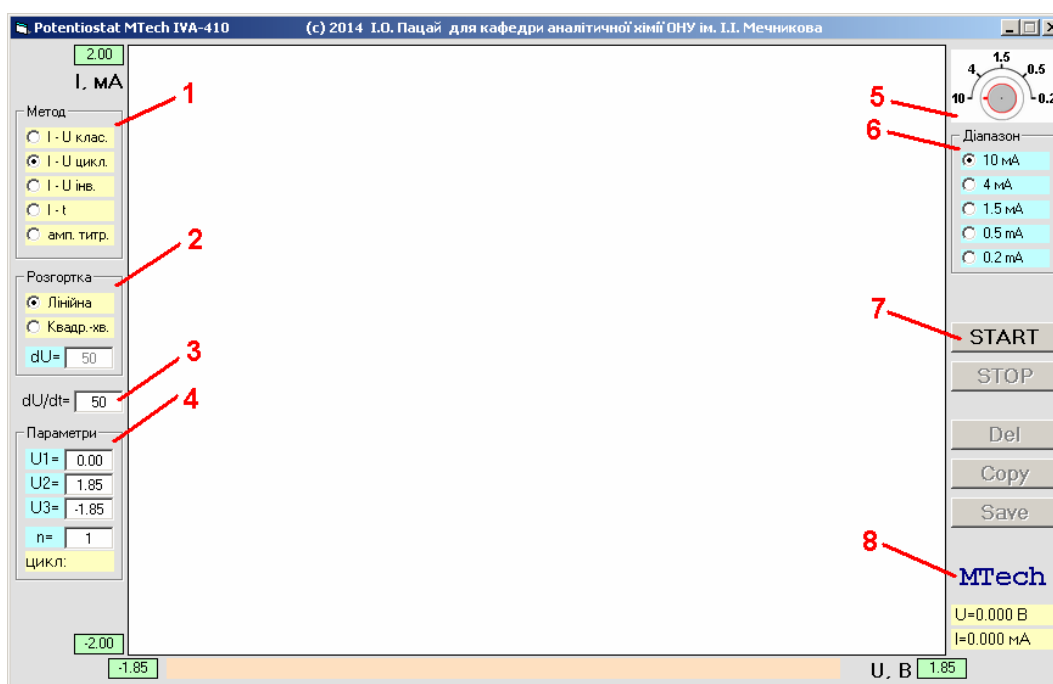
- виконати необхідні вимірювання;
- закрити програму "MTEch IVA-410";
- відключити пристрій від USB порту комп'ютера;

В будь-який момент часу програма (і пристрій) може перебувати в одному з трьох станів (режимів), які умовно названо "Підготовка", "Вимірювання" та "Результат".

Після запуску програми вона переходить в режим "Підготовка".

5.3.2. Режим "Підготовка"

Цей режим призначений для підготовки до нового вимірювання – вибору методу, діапазону струму, типу розгортки та інших параметрів. Основні елементи керування та інформаційні поля в цьому режимі:



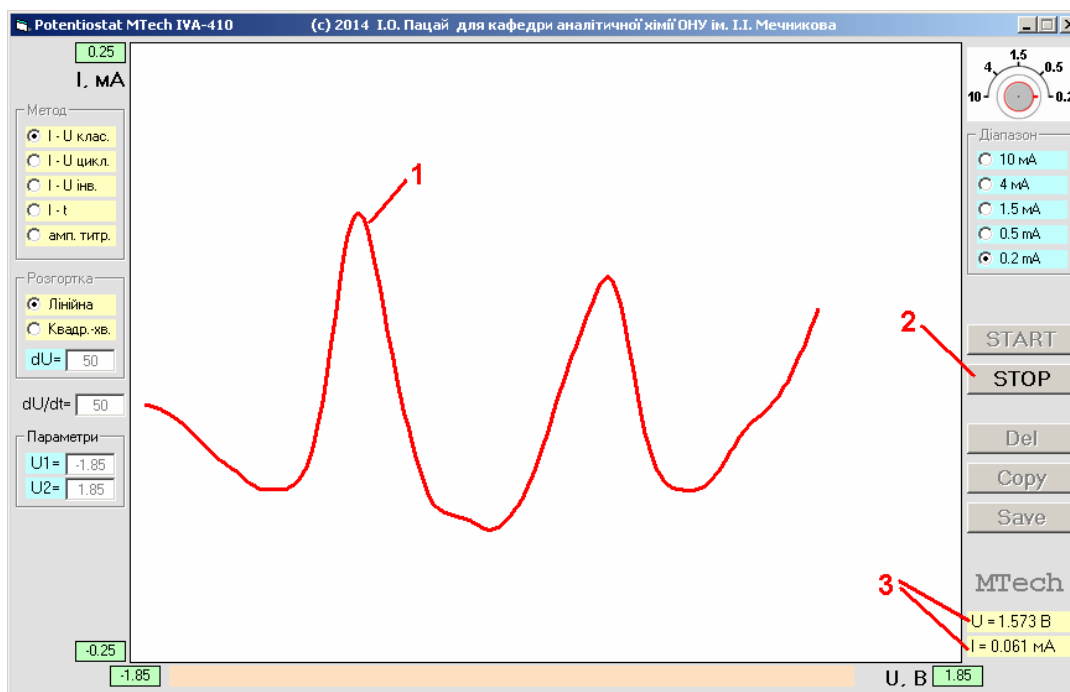
- 1 – вибір методу дослідження/аналізу;
- 2 – вибір типу розгортки потенціалу;
- 3 – швидкість розгортки потенціалу, мВ/с;
- 4 – вибір параметрів вимірювання (залежно від методу);
- 5 – положення перемикача діапазонів струму (повинно відповідати реальному положенню на пристрої);
- 6 – вибір діапазону струму (повинно відповідати реальному вибраному діапазону на пристрої)*;
- 7 – запуск вимірювання (перехід в режим "Вимірювання");
- 8 – логотип MTEch (клікніть для додаткової інформації).

***Примітка:**

Слід вибрати оптимальний діапазон струму таким чином, щоб виміряні значення струму охоплювали максимальну частку діапазону. Якщо наперед нічого не відомо про значення струму, то доцільно спершу виконати вимірювання на "найгрубшому діапазоні" (± 10 мА), а потім повторити їх на оптимальному. Наприклад, якщо після вимірювання на діапазоні ± 10 мА Ви переконались, що значення струму лежать в межах від $-0,9$ до $+1,2$ мА, то повторне вимірювання доцільно виконати на діапазоні $\pm 1,5$ мА – це забезпечить максимальну точність вимірювання.

5.3.3. Режим "Вимірювання"

Цей режим активний під час вимірювання. Програма переходить в нього після натискання кнопки "START". В процесі вимірювання лампочка пристрою може мигати, а не світитись неперервно. У головному графічному полі програми виводиться біжуча крива в "реальному часі" (тип кривої залежить від вибраного методу). Основні елементи керування та інформаційні поля в цьому режимі:



- 1 – вимірювана залежність*;
- 2 – зупинка вимірювання (перехід в режим "Результат");
- 3 – поточні значення потенціалу та струму.

***Примітка:**

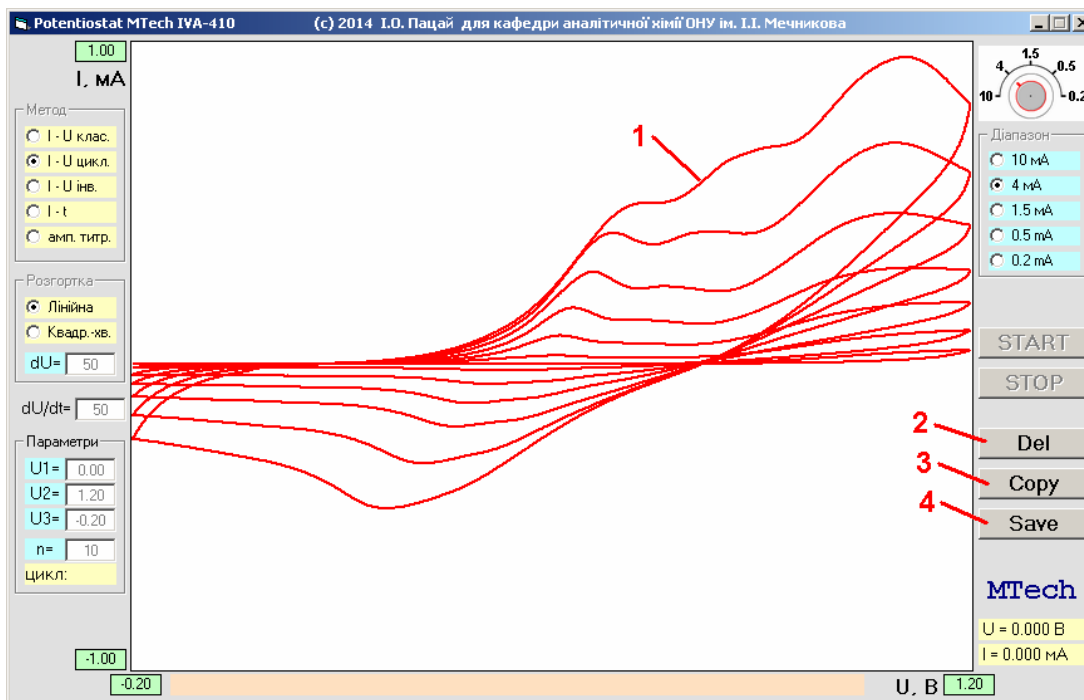
Якщо в процесі вимірювань значення величини вийде за межі поточного масштабу рисунка, то програма автоматично перейде на інший масштаб. Початкові межі координати струму (ордината) для різних діапазонів:

діапазон	поч. межі
±10 мА	±2 мА
±4 мА	±1 мА
±1,5 мА	±0,4 мА
±0,5 мА	±0,15 мА
±0,2 мА	±0,05 мА

Якщо в процесі вимірювання величина струму "виходить на горизонтальне плато", то це вказує на "зашкалювання" та необхідність повторного вимірювання на вищому діапазоні. В такому випадку краще не чекати на автоматичне завершення вимірювань, а зупинити процес примусово кнопкою "STOP", видалити результати кнопкою "Del", перейти на вищий діапазон (і на пристрої і в програмі!) та знову запустити вимірювання кнопкою "START".

5.3.4. Режим "Результат"

Програма переходить в цей режим після автоматичного завершення вимірювання (наприклад, коли досягнуто кінцевої напруги розгортки) або внаслідок примусової зупинки вимірювання кнопкою "STOP". Режим "Результат" призначений для візуального спостереження результатів вимірювання, запису чи перенесення їх в інші програми для подальшого математичного опрацювання. Основні елементи керування та інформаційні поля в цьому режимі:



- 1 – виміряна залежність;
- 2 – видалення результатів (перехід в режим "Підготовка");
- 3 – копіювання виміряної кривої у буфер обміну комп'ютера для перенесення в інші програми (табличка з двох стовпчиків X-Y);
- 4 – запис виміряної кривої у файл data.dat для збереження чи перенесення в інші програми (табличка з двох стовпчиків X-Y).

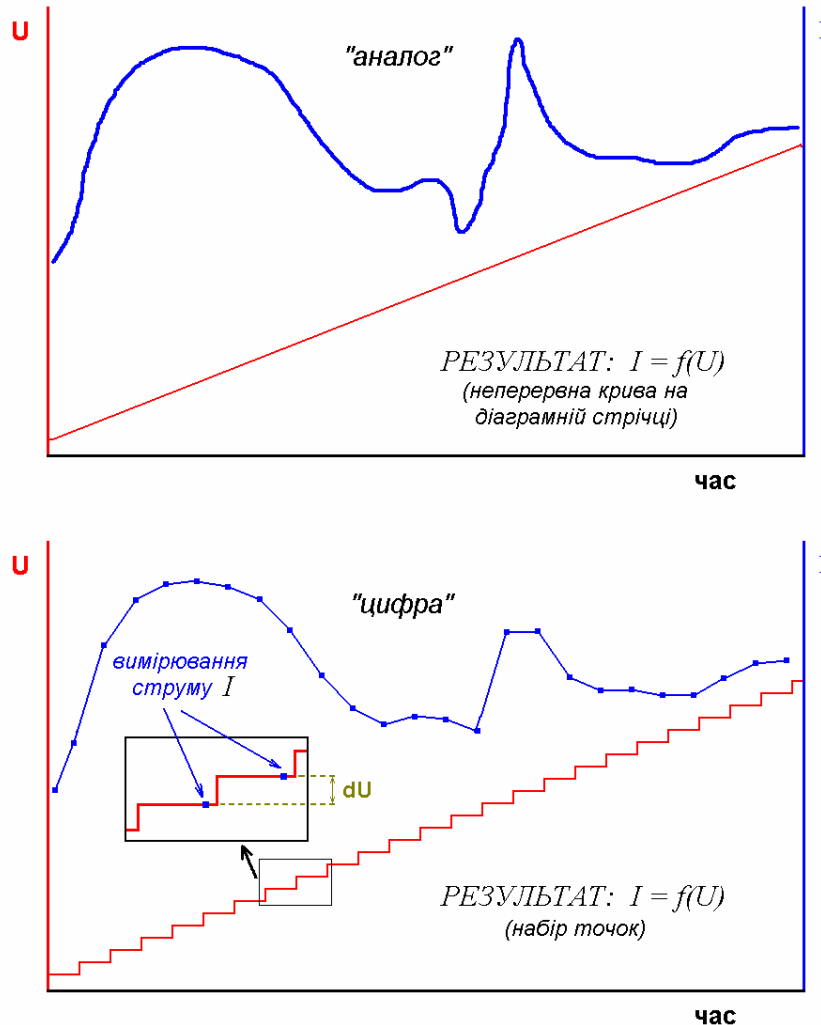
5.4. Методи дослідження та типи розгортки потенціалу

У пристрій (і програму) закладено 5 електрохімічних методів дослідження/аналізу:

- класична вольтамперометрія;
 - циклічна вольтамперометрія;
 - інверсійна вольтамперометрія;
 - хроноамперометрія;
 - амперометричне титрування,
- та два типи розгортки потенціалу:
- лінійний (ступінчастий);
 - зміннострумовий (квадратно-хвильовий),
- що загалом дає 10 різних варіантів проведення досліджень.

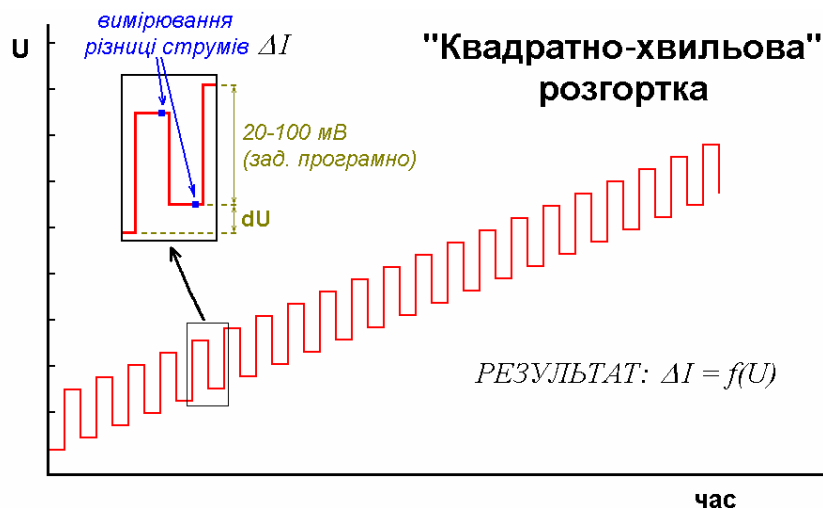
Для кращого розуміння зазначених варіантів слід знати особливості цифрових потенціостатів та їх відмінності від аналогових, які широко

використовувались в минулу "не цифрову" епоху. Для ілюстрації приведемо рисунок, який показує зміну потенціалу при лінійній розгортці:



Як бачимо з рисунка в цифрових потенціостатах напруга змінюється "стрибкоподібно", а струм вимірюється не неперервно, а лише вкінці кожного "стрибка". Звичайно приведений рисунок дещо перебільшує реальну картину – дискретність приросту напруги (dU) у цифрових потенціостатах є дуже маленькою (3-4 мВ), тому розгортку можна вважати практично ідеальною "неперервно-лінійною".

Подібна ситуація є і при зміннострумовій розгортці. В цифрових потенціостатах її коректніше називати "квадратно-хвильовою":



Розгортка при цьому фактично є сумою "ступінчаста"+"симетричний меандр" з амплітудою 20-100 мВ, яка задається програмно перед початком вимірювання. При квадратно-хвильовій розгортці на осі ординат відкладається не саме значення струму, а різниця струмів у "верхній" та "нижній" сходинках.

Для перших трьох методів (різновиди вольтамперометрії) перед початком вимірювання потрібно задати швидкість розгортки потенціалу у відповідному полі (dU/dt).

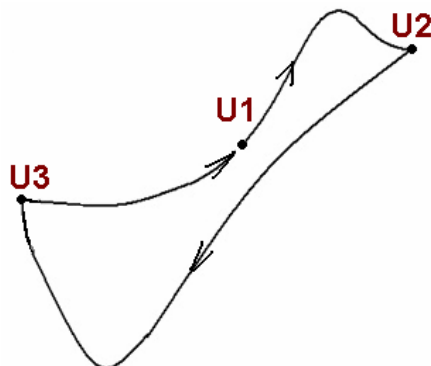
5.4.1. Класична вольтамперометрія

За цим методом здійснюється однократна розгортка потенціалу робочого електрода від U_1 до U_2 , які задаються перед початком вимірювання у відповідних полях:

Якщо вибрано квадратно-хвильову розгортку потенціалу, то необхідно також вказати амплітуду змінної складової (dU) в межах 20-100 мВ. Слід пам'ятати, що при такій розгортці на осі ординат буде відкладатись різниця струмів у "верхній" та "нижній" сходинках.

5.4.2. Циклічна вольтамперометрія

За цим методом здійснюється багатократна (циклічна) розгортка потенціалу робочого електрода в такому порядку: від U_1 до U_2 , від U_2 до U_3 , від U_3 до U_1 . Графічно це можна проілюструвати так:



Ці значення потенціалів та необхідна кількість циклів задаються перед початком вимірювань у відповідних полях:

Розгортка

Лінійна

Квадр.-хв.

dU= 50

dU/dt= 50

Параметри

U1= 0.00

U2= 1.85

U3= -1.85

n= 1

цикл:

Як і в попередньому випадку, якщо вибрано квадратно-хвильову розгортку потенціалу, то необхідно також вказати амплітуду змінної складової (dU) в межах 20-100 мВ.

5.4.3. Інверсійна вольтамперометрія

Цей метод передбачає послідовне виконання трьох етапів:

- електрохімічна очистка робочого електрода шляхом анодного розчинення продуктів попереднього накопичення (переважно це роблять витримуючи електрод 1..5 хв при потенціалі +0,2...0,5 В);

- електрохімічне накопичення визначуваних компонентів шляхом катодного відновлення відповідних катіонів (переважно цей етап

виконують при потенціалі $-1,3...-0,7$ В впродовж $1...10$ хв). В залежності від типу робочого електроду на етапах очистки та накопичення є потреба "вмикати додатковий фактор" – обертання електроду (якщо це дисковий обертовий електрод), вібрацію електроду (якщо віброуючий електрод) і т.д. Якщо використовується стаціонарний електрод, то дуже бажаним є перемішування розчину;

– вимірювання вольтамперограми при анодній розгортці потенціалу від $U_{\text{(накопичення)}}$ до $0...+0,5$ В.

Всі необхідні параметри задаються у відповідних полях перед початком вимірювання:

Розгортка

Лінійна

Квадр.-хв.

dU= 50

dU/dt= 50

Параметри

U1= 0.50

t1= 2.0

U2= -0.90

t2= 3.0

U3= 0.00

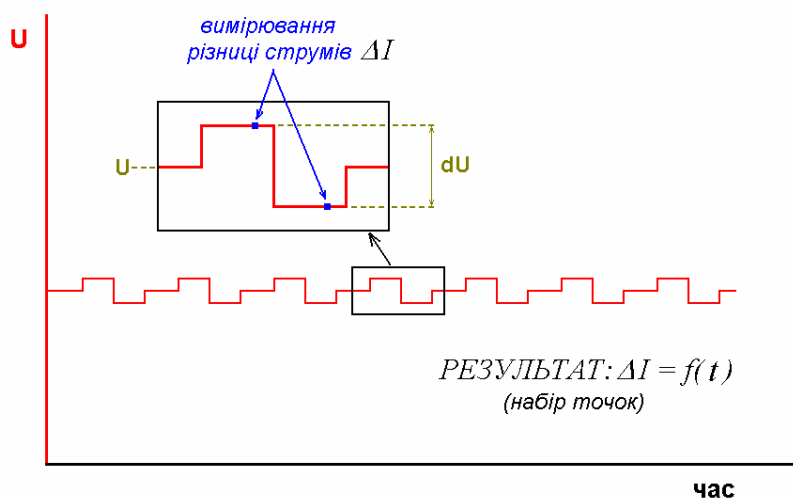
Під час перших двох етапів (очистка і накопичення) у нижньому жовтому полі виводиться тривалість поточного етапу, а під час анодної розгортки – на основне графічне поле виводиться вимірювана вольтамперограма.

Як і в попередніх двох методах, якщо вибрано квадратно-хвильову розгортку потенціалу, то необхідно також вказати амплітуду змінної складової (dU) в межах $20-100$ мВ. Слід пам'ятати, що змінна складова в цьому випадку буде накладатись лише на останньому етапі (анодна розгортка). Перші два етапи – очистка і накопичення, відбуваються при сталому значенні потенціалу – U_1 та U_2 , відповідно.

5.4.4. Хроноамперометрія

За цим методом вимірюють залежність струму від часу при сталому потенціалі робочого електроду U (якщо вибрана лінійна розгортка). Вимірювання струму відбувається з певним часовим кроком – $0,2$ с.

Якщо для хроноамперометрії вибрано квадратно-хвильовий тип розгортки, то відбувається вимірювання різниці струмів на верхній ($U + 1/2dU$) і нижній ($U - 1/2dU$) сходинках:



Слід пам'ятати, що у хроноамперометрії неможлива автоматична зупинка вимірювання – для цього слід скористатись кнопкою "STOP".

5.4.5. Амперометричне титрування

Це різновид титриметрії, в якому точку еквівалентності знаходять за кривою залежності струму від об'єму доданого титранта. Перед початком титрування слід вказати значення потенціалу робочого електрода, при якому треба вимірювати струм, та крок титрування (об'єм порції титранта):

Розгортка

Лінійна

Квадр.-хв.

dU= 50

dU/dt= 50

Параметри

U= 0.90

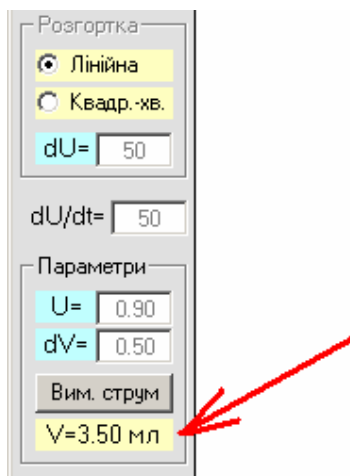
dV= 0.50

Вим. струм

V=0.00 мл

Спершу розглянемо процедуру на прикладі лінійної розгортки. Після натискання кнопки "START" пристрій накладе потенціал U , виміряє струм, зобразить на графічному полі першу точку кривої, де об'єм титранту дорівнює 0 мл, та "зніме напругу" – прикладе потенціал 0 В.

Після цього активується кнопка "Вим. струм" і пристрій "чекатиме" наступної порції титранту. Слід додати вказаний об'єм титранту (dV), перемішати розчин і натиснути кнопку "Вим. струм". Пристрій знову накладе потенціал U, виміряє струм і відкладе наступну точку кривої та "зніме напругу" і т.д. Тобто потенціал U накладається лише на час вимірювання чергової точки кривої, а в паузах між вимірюваннями він дорівнює 0 В. Після кожного вимірювання струму у нижньому жовтому полі виводиться поточне значення загального об'єму доданого титранту:



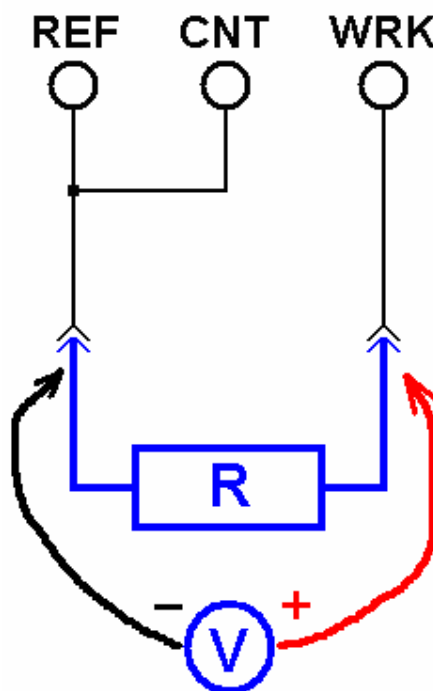
Отже, кнопку "Вим. струм" слід натискати лише після додавання чергової порції титранту! Після завершення титрування треба натиснути кнопку "STOP" і програма перейде в режим "Результат".

Якщо вибрано квадратно-хвильовий тип розгортки потенціалу, то алгоритм роботи пристрою трохи інший. В процесі титрування напруга "не знімається" – навіть у паузах між точками робочий електрод перебуває під потенціалом U, а після натискання кнопки "Вим. струм":

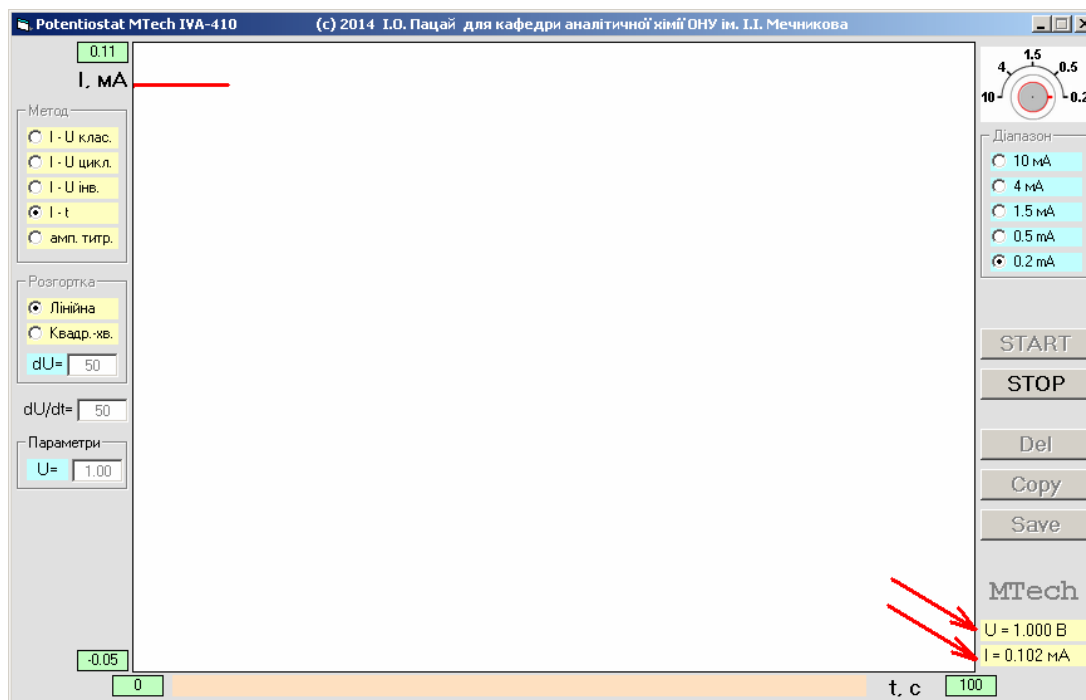
- прикладається потенціал $U + 1/2dU$;
- вичікується пауза 30 мс (для усунення вкладу ємкісного струму);
- вимірюється струм I_1 ;
- прикладається потенціал $U - 1/2dU$;
- вичікується пауза 30 мс (з цієї ж причини);
- вимірюється струм I_2 ;
- відкладається наступна точка кривої титрування, як залежність різниці струмів ($I_1 - I_2$) від об'єму титранта;
- прикладається потенціал U.

6. Повірка пристрою

Багато регулярно (1-2 рази на рік) виконувати перевірку пристрою. Завдяки використанню високоякісних електронних компонентів іноземного виробництва є висока ймовірність, що пристрій буде справно працювати впродовж багатьох років, однак все ж доцільно перевіряти основні його технічні характеристики. Нижче стисло описано прості методи, як це можна зробити в невибагливих умовах та без спеціального обладнання. Єдине, що потрібно, це декілька резисторів (номінали в межах 200 Ом ... 10 кОм) та тестер для вимірювання основних характеристик: напруги та опору. Звичайно, чим вищий клас точності тестера, тим краще. Підключення резистора до пристрою слід виконати у "двохелектродному" варіанті, а щупи вольтметра в такій полярності:

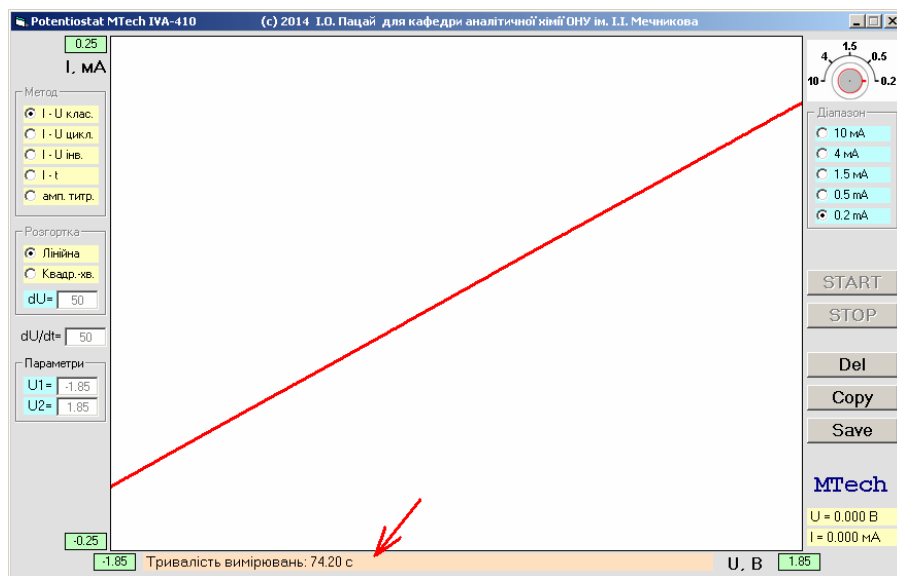


Підключіть резистор з $R \approx 10$ кОм та вольтметр. Включіть діапазон $\pm 0,2$ мА. Виберіть метод "хроноамперометрія" та лінійну розгортку. Задайте потенціал U в межах $-1,85 \dots +1,85$ В і запусіть вимірювання кнопкою "START". Зверніть увагу на поточні значення потенціалу та струму:



Значення потенціалу не повинні відрізнятись від показів вольтметра більше, ніж на 4 мВ. Значення струму повинно відповідати величині U/R – допустима похибка $\leq 0,1\%$. Вказану процедуру повторіть з різними значеннями потенціалу в межах $-1,85 \dots +1,85$ В. Використовуючи резистори менших номіналів те саме можна перевірити на інших діапазонах струму: $\pm 0,2$ $\pm 0,5$ $\pm 1,5$ та ± 4 мА. Вищеописаним способом перевіряють правильність прикладання потенціалу та точність вимірювання струму.

Для перевірки швидкості розгортки потенціалу знову підключіть резистор з $R \approx 10$ кОм. Включіть діапазон $\pm 0,2$ мА, виберіть метод "класична вольтамперометрія" та лінійну розгортку з швидкістю 50 мВ/с. Задайте потенціали $U_1 = -1,85$ та $U_2 = +1,85$ В і запусіть вимірювання кнопкою "START". Після запуску слід відвести курсор миші поза межі вікна програми і дочекатись завершення вимірювань. В нижньому інформаційному полі буде вказана тривалість експерименту:



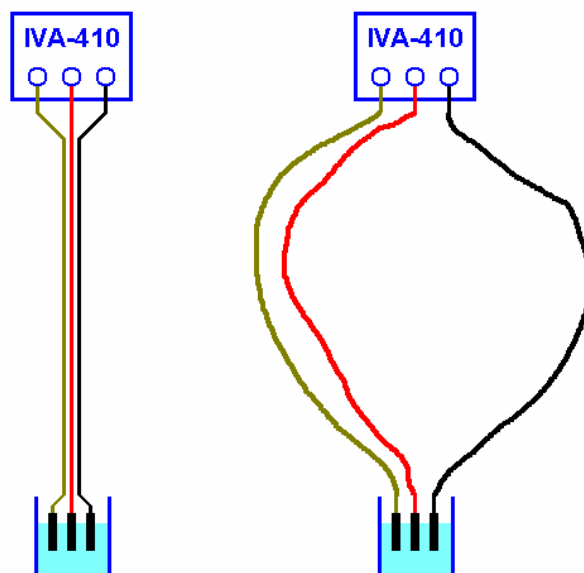
Для вибраних параметрів вона повинна бути в межах 74 ± 2 с. Те саме можна зробити при інших швидкостях розгортки. Тривалість повинна відповідати формулі $t = (U_2 - U_1) / (dU/dt)$. Слід врахувати, що при високих швидкостях розгортки тривалість може бути дещо більшою за розраховане значення. Це пов'язано з тим, що загальна тривалість, яка зображається у нижньому полі, складається власне з тривалості самого вимірювання та інших процедур – малювання графіка, виведення числових значень і т.д. Тому хороша відповідність має спостерігатись лише при швидкостях розгортки ≤ 100 мВ/с. Також причиною невідповідності може бути надто "слабкий" комп'ютер або його зайнятість виконанням інших задач.

Якщо в результаті повірки виявиться суттєве відхилення параметрів пристрою від заявлених технічних характеристик, то слід звернутись в лабораторію MTEch для проведення ретельної повірки та калібрування.

7. Рекомендації для ефективної роботи

– Для зменшення шумів, що передаються через лінії живлення USB порту, доцільно заземлити корпус комп'ютера.

– З'єднуйте прилад з чарункою таким чином, щоб кабелі не утворювали "широкої петлі", яка може призвести до суттєвих електромагнітних наводок:



правильно

неправильно

– Розташовуйте пристрій на рівній металевій поверхні, що добре магнітиться, – в нижній частині пристрою вмонтовано магнітний фіксатор щоб забезпечити його стійкість та запобігти падінню.

– Під час вимірювань не запускайте на комп'ютері інших програм і взагалі не відволікайте його зайвими задачами (не натискайте кнопок, не рухайте курсор миші і т.д.).

– Не забувайте регулярно повіряти пристрій (як це описано у розділі 6).

– Не з'єднуйте між собою контакти робочого та допоміжного електродів – це може призвести до різкого зростання струму та вивести з ладу вхідний підсилювач пристрою.

8. Посилання

При опублікуванні в науковій періодиці результатів досліджень, одержаних за допомогою потенціостату **MTEch IVA-410**, уклінно просимо зазначати в експериментальній частині модель пристрою та посилання на web-сайт лабораторії **MTEch**. Наприклад:

"Вимірювання вольтамперограм здійснювали в межах потенціалу робочого електрода -0,2...+1,5 В за допомогою потенціостату **MTEch IVA-410** [5].

.....

5. <http://chem.lnu.edu.ua/mtech/mtech.htm>."

MTech IVA-410

<http://chem.lnu.edu.ua/mtech/mtech.htm>

Дата виготовлення пристрою _____

Дата введення в експлуатацію _____

Кінцевий термін гарантії _____

Контактна інформація щодо сервісного обслуговування:

i_patsay@franko.lviv.ua або mtech_lab@ukr.net

Виробник _____



Замовник _____