Цифровий потенціостат для корозійних досліджень

MTech COR-410

З програмним керуванням через USB інтерфейс



ПАСПОРТ ТА ІНСТРУКЦІЯ КОРИСТУВАЧА

Львів - 2016



1. Загальний опис

Потенціостат **MTech COR-410** (далі "пристрій") призначений для виконання досліджень корозійних процесів та аналізу електрохімічними методами: вольтамперометрією (класична, циклічна), хроноамперометрією та хронопотенціометрією. Окрім цього пристрій можна використовувати для потенціометричного та амперометричного титрування.

Контроль процесу дослідження/аналізу, візуалізацію результатів вимірювань та їх первинну обробку реалізовано у програмному забезпеченні "**MTech COR-410**" (далі "програма"). Зв'язок пристрою з персональним комп'ютером реалізовано через USB порт.

Характеристика	Значення		
Діапазон розгортки потенціалу робочого	-2,0 +2,0 B		
електроду (відносно електроду порівняння)			
Auckportulate postopreu norouuis au	~0,52 мВ (залежно від		
дискретність розтортки потенціалу	швидкості розгортки)		
Aiomonous pur simonous annu ur	±5,0 мА		
діапазони вимірювання струму	±0,5 мА		
Швидкість розгортки потенціалу	0,1 100 мВ/с		
Допустима приведена відносна похибка	≤0,2%		
вимірювання струму/потенціалу			
Pover a poport	потенціостат (cell on)		
гежими росоти	потенціометр (cell off)		

2. Технічні характеристики

3. Комплектація

Потенціостат **MTech COR-410** – 1 шт Кабель з USB-RS232 конвертером PL2303 – 1 шт Кабель живлення під стандартну розетку 220 В – 1 шт Кабелі для підключення до електродів комірки із зажимами типу "крокодил" – 3 шт Паспорт та інструкція користувача – 1 шт Програмне забезпечення "**MTech COR-410**" – 1 шт



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-apxiby з останньою версією програмного забезпечення для контролера **MTech COR-410** потрібно розархівувати в якусь папку на жорсткому диску комп'ютера, наприклад "COR-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 (ХР 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 управления / Система / Диспетчер устройств / Порты (СОМ и LPT)" – там повинен бути рядок "USB Serial Port (COMx)", де х-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 "COR-410". Запустіть файл setup.exe і встановіть програму у створену папку. Якщо все зроблено правильно, то у папці "COR-410" з'явиться основний виконавчий файл програми (mtech_COR-410.exe) та декілька допоміжних файлів. У текстовому 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 кабель живлення пристрою до стандартної розетки ~220 В (при цьому тричі спалахне червона лампочка, що вказує на успішний запуск мікроконтролера пристрою), 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_COR-410.exe. Якщо всі попередні дії зроблено правильно, то програма "виявить" пристрій (на ньому засвітиться червона лампочка) і Ви побачите вікно програми:

M MTech CO	DR-410 ПІДГОТОВКА	
5.00]	
I, мА		
Межі І		
 5,0 MA C 0.5 MA 		
U 0,5 MA		
Режим		
0.1.1		
OILE		
CTAPT		
стоп		
	J	
S= 100	-	
- Виглял		
🔲 фільтр		
<u>e 1</u>		
O la (I/S)		
Del		
Conv		
Caus		
29A6	J	
-5.00		
071	-2.00 Розгортка (В): від 0.00 до 2.00 до -2.00 К-сть циклів: 1 dU/dt. 50.00	2.00
U=0.000 B	I=0.000 мА 🔲 Одностороння цикл:	U, B



Якщо ж щось було зроблено неправильно, то Ви побачите повідомлення про помилку. Слід перевірити відповідність номеру порту, записаного у файлі port.txt, та виділеного системою (Диспетчер устройств / 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 управления / языки и рег. стандарты / настройка". Також слід працювати із стандартною роздільною здатністю монітора – 96 dpi (96 точок на дюйм). Цей параметр системи можна знайти і змінити у "Панель управления / Екран / Параметры / Дополнительно / Общие".

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

5.2. Призначення

– Програмне керування потенціостатом **MTech COR-410** для виконання електрохімічних досліджень чи аналізу методами класичної та циклічної вольтамперометрії, хроноамперометрії та хронопотенціометрії.

– Реєстрація та графічне відображення виміряних залежностей: вольтамперограм, хроноамперограм та хронопотенціограм.

– Копіювання виміряних залежностей у буфер обміну комп'ютера для перенесення інформації у інші програми (у форматі таблиці з двома стовпчиками Х-Ү).

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



5.3. Порядок роботи

5.3.1. Запуск та завершення роботи програми

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

- увімкнути пристрій та дати йому "прогрітись" 5-10 хв;

– підключити пристрій до USB порту комп'ютера;

- запустити програму "MTech COR-410";

- під'єднати три кабелі пристрою до електродів комірки;

- виконати необхідні вимірювання;

- від'єднати кабелі пристрою від електродів комірки;

- закрити програму "MTech COR-410";

- відключити пристрій від USB порту комп'ютера;

– вимкнути пристрій.

Якщо передбачається <u>стаціонарне</u> (не "мобільне") використання пристрою (коли пристрій завжди працює з певним комп'ютером і коміркою), то допускається постійне підключення пристрою до комп'ютера та комірки. Однак при цьому бажано після виконання вимірювань перевести пристрій в режим "потенціометр" (положення **cell off** перемикача) та перед вимкненням комп'ютера відключати USB кабель пристрою.

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

Після запуску програми вона переходить в стан "Підготовка".

5.3.2. Стан "Підготовка"

Цей стан призначений для підготовки до нового вимірювання – вибору методу, меж потенціалу, швидкості розгортки, діапазону вимірювання струму та інших параметрів. Основні елементи керування та інформаційні поля в цьому стані:

MTech MTechnologies



1 – вибір діапазону вимірювання струму (має відповідати реальному положенню перемикача на панелі пристрою);

2 – тип вимірювання/методу (див. розділ "Методи ...");

3 – запуск вимірювання (перехід в стан "Вимірювання");

4 – поле для зазначення площі робочого електроду у см²;

5 – однократно виміряти значення потенціалу/струму (пристрій подає на робочий електрод потенціал U_{поч} і вимірює потенціал та струм) – якщо при цьому поляризація ячейки відключена (перемикач "**cell off**"), то так можна виміряти "стаціонарний" (рівноважний) потенціал робочого електроду (без поляризуючого струму);

6 – результати однократного вимірювання потенціалу/струму;

7 – поля для введення значень потенціалів (див. розділ "Методи ...");

8 – вибір "односторонньої" (не "кругової") розгортки (від Uпоч до U1);

- 9 вибір кількості циклів вимірювання вольтамперограми;
- 10 поле для введення швидкості розгортки потенціалу, мВ/с.

11 – поле для підказок та пояснень.

5.3.3. Стан "Вимірювання"

Цей стан активний <u>під час</u> вимірювання. Програма переходить в нього після натискання кнопки "СТАРТ". 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 стані:



- 1 вимірювана залежність;
- 2 зупинка вимірювання (перехід в стан "Результат");
- 3 поточні значення потенціалу та струму;
- 4 поточний цикл.

Під час вимірювання бажано "не відволікати" комп'ютер виконанням інших завдань, особливо якщо процесор не надто "швидкий".



5.3.4. Стан "Результат"

Програма переходить в цей стан після автоматичного завершення вимірювання (наприклад, коли досягнуто кінцевого потенціалу розгортки) або внаслідок примусової зупинки вимірювання кнопкою "СТОП". Стан "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 стані:



- 1 виміряна залежність;
- 2 видалення шумів фільтром Савицького-Голея;
- 3 тип ординати (струм або логарифм густини струму), поле "Вигляд" активне лише для вольтамперометрії;
- 4 видалення результатів (перехід в стан "Підготовка");

5 – копіювання виміряної кривої у буфер обміну комп'ютера для перенесення в інші програми (табличка з двох стовпчиків X-Y);

6 – запис виміряної кривої у файл data.dat для збереження чи перенесення в інші програми (табличка з двох стовпчиків X-Y).



5.4. Методи дослідження

У програму закладено такі методи дослідження/аналізу:

- циклічна вольтамперометрія;

- класична вольтамперометрія;

- хроноамперометрія;

- хронопотенціометрія.

Окрім цього пристрій можна використовувати для амперометричного та потенціометричного титрування.

У методах вольтамперометрії вимірюють залежність струму від потенціалу робочого електроду (відносно електроду порівняння). У хроноамперометрії вимірюють залежність струму від часу при сталому значенні потенціалу робочого електроду (U_{поч}). У хронопотенціометрії вимірюють залежність потенціалу робочого електроду від часу без поляризуючого струму – це т.з. "стаціонарний" чи "рівноважний" потенціал (пристрій має працювати як потенціометр – перемикач в положенні cell off).

5.4.1. Циклічна вольтамперометрія

Для вимірювання вольтамперограми слід вибрати перший режим роботи пристрою:



За цим методом здійснюється багатократна (циклічна) розгортка потенціалу робочого електрода в такому порядку: від U_{поч} до U₁, від U₁ до U₂, від U₂ до U_{поч}. Графічно це можна проілюструвати так:





Ці значення потенціалів задаються перед початком вимірювань у відповідних полях:



Окрім цих значень потенціалу треба також задати кількість циклів та швидкість розгортки потенціалу у відповідних полях програми.

5.4.2. Класична вольтамперометрія

За першим режимом роботи пристрою також можна вимірювати вольтамперограми з "односторонньою" розгорткою потенціалу. Під "односторонньою" розуміють розгортку потенціалу робочого електрода лише в одному напрямку – від Uпоч до U1, які задаються перед початком вимірювання у відповідних полях:



Зверніть увагу – для вибору цього методу треба позначити відповідний чекбокс ("Одностороння"). Як і в попередньому випадку також слід задати швидкість розгортки потенціалу та кількість циклів.

5.4.3. Хроноамперометрія

Для вимірювання хроноамперограми слід вибрати другий режим роботи пристрою:





За цим методом вимірюють залежність струму від часу при сталому потенціалі робочого електрода (Uпоч). Вимірювання струму відбувається з певним часовим кроком – 0,1 с.

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

5.4.4. Хронопотенціометрія

Для вимірювання хронопотенціограми слід вибрати третій режим роботи пристрою:



Пам'ятайте, що пристрій має працювати як потенціометр (положення перемикача **cell off**).

За цим методом вимірюють залежність потенціалу робочого електроду від часу без поляризуючого струму (це "рівноважний" чи "стаціонарний" потенціал). Вимірювання потенціалу відбувається з певним часовим кроком – 1 с.

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

5.4.5. Амперометрична та потенціометрична титриметрії

Для побудови кривої амперометричного чи потенціометричного титрування слід після додавання кожної порції титранту вимірювати струм/потенціал за допомогою кнопки "U / I". У випадку амперометричного титрування пристрій має бути в режимі "потенціостат" (положення перемикача **cell on**), а в полі U_{поч} слід задати потенціал робочого електрода. Для потенціометричного титрування пристрій має бути в режимі "потенціометр" (положення перемикача **cell off**).

6. Повірка пристрою

Бажано регулярно (1-2 рази на рік) виконувати повірку 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 500 Ом ... 5 кОм), тестер для вимірювання основних характеристик (напруги та опору) і таймер-секундомір. Звичайно, чим вищий клас точності тестера, тим краще. Кабелі пристрою слід від'єднати від електрохімічної комірки і підключити до резистора у "двохелектродному" варіанті та вольтметра в такій полярності:



Підключіть резистор з R≈500 Ом та вольтметр. Переведіть пристрій в режим "потенціостат" (**cell on**) та задайте діапазон струму ±5 мА. Почергово задавайте потенціал U_{поч} в межах -2,0 … +2,0 В і кнопкою "U / I" вимірюйте потенціал/струм.

Виміряне значення потенціалу не повинно відрізнятись від показів вольтметра більше, ніж на 4-5 мВ. Значення струму повинно відповідати величині U/R – з похибкою ≤0,2%. Вказану процедуру повторіть з різними значеннями потенціалу в межах -2,0 ... +2,0 В. Використовуючи резистори інших номіналів (до 5 кОм) те саме можна перевірити на іншому діапазоні струму (±0,5 мА). Вищеописаним способом перевіряють правильність вимірювання потенціалу та струму.

Для перевірки швидкості розгортки потенціалу слід визначити час вимірювання вольтамперограми. Це можна зробити як з резистором,



так і з реальною електрохімічною ячейкою. Для циклічної вольтамперометрії тривалість вимірювання повинна відповідати формулі:

$$\boldsymbol{t} = \frac{|\boldsymbol{U}_1 - \boldsymbol{U}_2| \cdot 1000}{\upsilon} \cdot 2\boldsymbol{n}$$

а для класичної (односторонньої) вольтамперометрії:

$$\boldsymbol{t} = \frac{|\boldsymbol{U}_1 - \boldsymbol{U}_{nov}| \cdot 1000}{v} \cdot \boldsymbol{n}$$

де t – тривалість вимірювання, с; Uпоч, U1, U2 – потенціали, B;

v – швидкість розгортки, мВ/с; *n* – кількість циклів.

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 кабель USB порту, доцільно заземлити корпус комп'ютера.

- Комірку бажано розташувати в заземленому металевому екрані.

– З'єднуйте пристрій з коміркою так, щоб кабелі не утворювали "широкої петлі", яка спричиняє суттєві електромагнітні наводки:



– Під час вимірювань не запускайте на комп'ютері інших програм і взагалі не відволікайте його зайвими задачами.

– Не з'єднуйте між собою контакти робочого та допоміжного електродів – це спричинить різке зростання струму та може вивести пристрій з ладу.



8. Посилання

При опублікуванні в науковій періодиці результатів досліджень, одержаних за допомогою **MTech COR-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 -0,7...+0,7 В за допомогою потенціостату **МТесh COR-410** [5].

5. chem.lnu.edu.ua/mtech/mtech.htm"

MTech COR-410

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

Дата	виготовленн	ия пристрою	лютий	2016	<u>p</u>
Дата	введення в	експлуатацію	березень	2016	<u>p</u>
Кінце	евий термін	гарантії	березень	2017	<u>р</u>

Контактна інформація щодо сервісного обслуговування: i patsay@franko.lviv.ua aбo mtech lab@ukr.net

Виробник



Замовник _____