Потенціостат

MTech COR-500

З програмним керуванням через USB інтерфейс



ПАСПОРТ ТА КОРОТКА ІНСТРУКЦІЯ

Львів - 2020



1. Загальний опис

Потенціостат MTech COR-500 (далі "пристрій") – це прилад для електрохімічних досліджень, який може працювати як потенціостат чи потенціометр ("вольтметр") і призначений насамперед для корозійних досліджень – вимірювання вольтамперограм з невисокою швидкістю потенціалу, хроноамперограм хронопотенціограм. розгортки та Пристрій працює під керуванням забезпечення програмного персонального комп'ютера (ПК). Зв'язок з ПК реалізовано через USB порт.

Характеристика	Значення
Діапазон потенціалів роб. електрода (відносно електрода порівняння)	-2,0+2,0 B
Діапазон вихідної напруги	-14 +14 B
Швидкість розгортки	0,01 50 мВ/с
Роздільна здатність за потенціалом	~0,5 мВ
Допустима приведена похибка** задання/вимірювання потенціалу	0,15% / 0,10%
Діапазони струму*	±0,01 ±0,1 ±1 ±10 ±50 мА
Вибір діапазону струму	Ручний (галетним перемикачем)
Допустима приведена похибка** вимірювання струму	0,10%

2. Технічні характеристики

Примітки:

* Діапазони струмів – на вибір замовника.

** "Приведена похибка" – це середньоквадратичне відхилення значення величини, приведене до розмаху шкали. Наприклад, приведена похибка 0,1% на діапазоні струму ±1 мА відповідає середньоквадратичну відхиленню у 2 мкА (0,1% від 2 мА – розмаху шкали). Вказані значення є граничними – реальні відхилення переважно менші. З часом відхилення можуть зростати через дрейф характеристик електронних компонентів. Тому, доцільно хоча б один раз на рік виконувати повірку пристрою та, за потреби, перекалібровку.



3. Комплектація та гарантійні зобов'язання

Потенціостат **MTech COR-500** – 1 шт Кабель з USB-RS232 конвертером PL2303HX – 1 шт Кабель живлення під стандартну розетку 220 В – 1 шт Кабелі для підключення до електродів ХДС чи комірки із зажимами типу "крокодил" – 3 шт (через роз'єм MIC324, функціонал кабелів позначено кольором термоусадки на зажимі) Продовжувач USB-порта – 1 шт Паспорт та інструкція користувача – 1 шт Програмне забезпечення "**MTech COR-500**" – 1 шт

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

4. Будова та принцип роботи пристрою

Спрощена блок-схема пристрою:



МК – мікроконтролер (процесор пристрою)

ЦАП – цифро-аналоговий перетворювач

- АЦП аналого-цифровий перетворювач
- С операційний підсилювач-суматор
- ПП підсилювач потужності

ДП – диференційний операційний підсилювач

СП – "струмовий" операційний підсилювач

Окрім зазначених на рисунку зв'язків між компонентами пристрою мікроконтролер керує роботою перемикача S1 (герконове реле), який визначає поточний стан пристрою (потенціостат/потенціометр). Перемикач S1 відповідає за комутацію (підключення/відключення) струму у комірку. Коли він відключений, то пристрій перебуває в стані "потенціометр" – тобто є пасивним спостерігачем за напругою (різницею потенціалів між WORK і REF). Коли перемикач S1 включений, то пристрій перебуває в стані ДАП різницю потенціалів між WORK і REF.

Напруга (різниця потенціалів між WORK і REF) вимірюється за допомогою диференційного підсилювача ДП та першого каналу АЦП. Струм вимірюється в колі робочого електрода (WORK) шляхом вимірювання спаду напруги на одному з резисторів R1-R5. Підсилювач СП разом з цим резистором є перетворювачем "струм-напруга", а вибір потрібного діапазону струмів здійснюється через вибір одного з п'яти можливих резисторів R1-R5 галетним перемикачем (S2) на панелі пристрою. Зв'язок пристрою з керуючою програмою на ПК реалізовано через USB-порт з конвертером RS232-USB на PL2303HX.

Не залежно від типу комірки (2- чи 3-елекродна) пристрій завжди працює за 3-провідною схемою.

Підключення до 2-електродної системи (наприклад суперконденсатора чи готового елемента живлення):



Якщо потрібен зовнішній амперметр чи/та вольтметр, то їх підключають так:





Підключення до 3-електродної системи (тобто є ще електрод порівняння – класична електрохімічна комірка):



Кабелі електродів підключають до пристрою через роз'єм MIC324:



На кінцях кабелів є зажими типу "крокодил" для підключення до електродів. Кабелі струмових електродів (COUNT, WORK) – звичайні, а потенціального (REF) – коаксіальний (екранований). Для зменшення наводок використовуйте екрановані комірки (кабель екранування комірки слід підключити до корпусу роз'єма MIC324.



5. Програмне забезпечення

5.1. Встановлення USB драйвера

Файл zip-apxiby з інсталятами потрібно розархівувати на жорсткий диск комп'ютера. Пакет складається з інсталяційної папки програми (з файлом setup.exe та ін.) і папки "usb_driver".

Підключіть USB кабель пристрою до вільного порту ПК (вилку живлення пристрою поки не підключайте до розетки 220 В). Якщо на Вашому комп'ютері раніше вже використовувались прилади із USB-RS232 конвертером PL2303HX, то жодних повідомлень комп'ютер не виведе та автоматично активує відповідний драйвер. Якщо ж комп'ютеру цей конвертер "незнайомий", то він видасть повідомлення про новий пристрій та необхідність встановлення драйверів для нього. В такому випадку слід відключити USB кабель пристрою до порту ПК та спершу запустити інсталяційний файл драйвера:

"PL2303_DriverInstaller_v1.5.0_win8-10.exe" – для Windows 8 чи 10;

"PL2303_DriverInstaller_v1.12.0_winXP-7.exe" – для Windows XP чи 7.

Після встановлення драйвера знову підключіть USB кабель пристрою до вільного порту ПК і система активує відповідний драйвер.

В залежності від налаштувань системи Windows інколи виникають проблеми із встановленням драйверів для PL2303HX, коли ПК намагається самостійно оновити драйвер через інтернет – детальніше див. у файлі "read_me_now.txt".

<u>Після</u> 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 (СОМх)" або "Prolific USB-to-Serial Comm Port (СОМх)", де х-номер порту (на рисунку знизу це 4). Приблизне зображення (залежно від системи Windows):



MTech

Запам'ятайте цей номер – він Вам ще знадобиться.

Від'єднайте USB кабель від ПК, тепер слід заінсталювати програмне забезпечення для роботи з пристроєм. Краще інсталювати програму не у системну папку по-замовчуванню (типу "C:\Program Files\ ... "), а в спеціально виділену папку на <u>не-системному</u> диску (D:\ чи ін.).

5.2. Встановлення програми "MTech COR-500"

Створіть на не-системному диску папку, в яку слід заінсталювати програмне забезпечення, наприклад "D:**MTech COR-500**". Запустіть файл setup.exe з папки "install_program" і встановіть програму у створену папку. Якщо все зроблено правильно, то папка "**MTech COR-500**" міститиме виконавчий файл "mtech_COR-500.exe" та деякі інші файли.

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 пристрою з програмою!

Під'єднайте кабель живлення пристрою до стандартної розетки ~220 В та дочекайтесь постійного світіння червоної лампочки, що вказує на успішний запуск мікроконтролера пристрою та його готовність до роботи. 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 "прописати" інший номер порту) і запустіть основний файл – mtech_COR-500.exe. Якщо всі



попередні дії зроблено правильно, то програма встановить зв'язок з пристроєм і Ви побачите вікно програми:



Якщо після вставлення програми щось було зроблено неправильно, то при запуску Ви побачите повідомлення про помилку – слід перевірити відповідність номеру порту, записаного у файлі port.txt, та виділеного системою (Диспетчер устройств / Порты (СОМ и LPT). Також для коректної роботи програми 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".



5.3. Загальний порядок роботи з пристроєм

Загалом послідовність роботи повинна бути такою:

 – під'єднати вилку живлення пристрою у стандартну розетку ~220 В та дочекатись постійного світіння червоної лампочки (також дуже корисно залишити пристрій в такому стані на 15-20 хв щоб він "прогрівся");

– під'єднати інтерфейсний кабель пристрою до виділеного USB порту персонального комп'ютера;

- запустити програмне забезпечення "mtech_COR-500.exe";

- під'єднати кабелі до досліджуваного ХДС чи електродів комірки;

- виконати заплановані вимірювання;

- від'єднати кабелі пристрою від ХДС чи електродів комірки;

- закрити програмне забезпечення;

- від'єднати інтерфейсний кабель пристрою від USB порту;

- від'єднати вилку кабеля живлення пристрою від розетки.

5.4. Робота з програмою "MTech COR-500"

Програма MTech COR-500 призначена для:

– Керування потенціостатом MTech COR-500 для виконання електрохімічних досліджень чи аналізу методами класичної та циклічної вольтамперометрії, хроноамперометрії та хронопотенціометрії.

– Реєстрації та графічного 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 X-Y).

– Запису виміряних залежностей у файл "data.dat" для збереження/перенесення інформації у інші програми (у форматі таблиці з двома 7-ма стовпчиками, див. С.12). Зазначений файл записується у папку, де була встановлена програма MTech COR-500.

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".



5.4.1. 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:



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

- 2 тип вимірювання/методу (див. "5.5. Методи дослідження");
- 3 запуск вимірювання (перехід в стан "Вимірювання");
- 4 поле для зазначення площі робочого електроду у см²;
- 5 поточні значення потенціалу і струму;
- 6 поле для підказок та пояснень;
- 7 поля для введення потенціалів (див. "5.5. Методи дослідження");
- 8 "одностороння" (не "кругова") розгортка від Епоч до Е1 (-"-);
- 9 кількість циклів вимірювання ЦВА;

10 – поле для введення швидкості розгортки потенціалу, мВ/с.

Вибравши метод дослідження та вказавши необхідні параметри користувач запускає вимірювання кліком на кнопку START.

MTech

5.4.2. Стан "Вимірювання"

Цей стан активний <u>під час</u> вимірювання. 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 кнопка зупинки вимірювання (перехід в стан "Результат");
- 3 поточні значення потенціалу та струму;
- 4 поточний цикл;
- 5 дочасно змінити напрям розгортки потенціалу;
- 6 поточний цикл зробити останнім.

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



5.4.3. Стан "Результат"

Програма переходить в цей стан після автоматичного завершення вимірювання (наприклад, коли досягнуто кінцевого потенціалу розгортки) або внаслідок примусової зупинки вимірювання кнопкою STOP. 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 – вибір типу ординати графіка (струм або логарифм густини струму) – активне лише для вольтамперометрії (метод І-Е);

4 – видалення результатів (перехід в стан "Підготовка");

5 – копіювання поточного графіка у буфер обміну ПК 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 як табличку з 7 стовпчиків:

t, c – E, B – E_filtr, B – I, мА – I_filtr, мА – lg | I/S | – lg | I_filtr/S |



5.5. 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 (Епоч). У хронопотенціометрії вимірюють залежність потенціалу робочого електроду від часу без поляризуючого струму – це т.з. "стаціонарний" чи "рівноважний" потенціал (ще його називають "потенціал розімкнутого кола").

5.5.1. Циклічна вольтамперометрія

Для вимірювання ЦВА слід вибрати перший метод (І-Е):



У ЦВА здійснюється багатократна (циклічна) розгортка потенціалу робочого електрода в такому порядку: від Епоч до Е1, від Е1 до Е2, від Е2 до Епоч. Графічно це можна проілюструвати так:



Ці значення потенціалів задаються перед початком вимірювань у відповідних полях:



Окрім цих значень потенціалу треба також вказати кількість циклів розгортки та її швидкість у мВ/с:



5.5.2. Класична вольтамперометрія

Під "класичною" розуміємо вимірювання ВА з однократною розгорткою потенціалу від Е_{поч} до Е1. Таке вимірювання також виконують за першим методом:



У полях потенціалів слід відмітити чекбокс "Одностороння" і вказати два потенціали:





5.5.3. Хроноамперометрія

Для вимірювання хроноамперограми слід вибрати другий режим роботи пристрою:



За цим методом вимірюють залежність струму від часу при сталому потенціалі робочого електрода (Епоч). Вимірювання струму відбувається з фіксованим часовим кроком – 0,2 с.

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

5.5.4. Хронопотенціометрія

Для вимірювання хронопотенціограми слід вибрати третій режим роботи пристрою:



За цим методом вимірюють залежність потенціалу робочого електроду від часу без поляризуючого струму (це "рівноважний" / "стаціонарний" потенціал або т.з. "потенціал розімкнутого кола"). Вимірювання відбувається з фіксованим часовим кроком – 0,2 с.

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



6. Самостійна 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 джерело фіксованої напруги в межах 1-2 В, декілька резисторів (номінали в межах 100 Ом ... 300 кОм), мультиметр для вимірювання основних характеристик (напруги, струму та опору) і таймер-секундомір. Звичайно, чим якісніші резистори і вищий клас точності мультиметра, тим краще.

6.1. Вимірювання потенціалу (режим "потенціометр")

Виберіть найгрубший діапазон струму (±50 мА), підключіть клеми кабелів приладу до джерела фіксованої напруги (ДФН) з внутрішнім опором не вище 10 кОм:



Запустіть програму і простежте за показами потенціалу – різниця не повинна перевищувати 4 мВ, що становить 0,1% від розмаху шкали потенціалів (±2 В):



Змініть полярність підключення ДФН і аналогічно перевірте правильність вимірювання від'ємних значень потенціалу.

При багатократному вимірюванні фіксованого потенціалу можна одержати значний масив паралельних значень. Одержати такий масив можна виконавши вимірювання хронопотенціограми підключеного



ДФН. Якщо кількість паралельних значень більша 100, то середньоквадратичне відхилення не повинно перевищувати 2 мВ:

$$s = \sqrt{\frac{\sum (E_i - E_{\partial i \check{u} c \mu})^2}{n}} \le 2(MB)$$

6.2. Задання потенціалу (режим "потенціостат")

Виберіть середній діапазон струму (±1 мА), та підключіть резистор 5-10 кОм у "двохелектродному" варіанті. Для контролю напруги можна ще підключити зовнішній вольтметр або орієнтуватись на покази потенціалу самого пристрою:



Виміряйте декілька хроноамперограм за різних потенціалів Е_{поч}. В процесі вимірювання слідкуйте за показами зовнішнього вольтметра (та результатами вимірювання потенціалу самим пристроєм). Дійсні значення напруги на резисторі не повинні відрізнятись від заданого потенціалу більше, ніж на 6 мВ (0,15% від розмаху шкали потенціалів).

6.3. Вимірювання струму (режим "потенціостат")

Перевірку виконують почергово для кожного діапазону струму за допомогою точних резисторів. Резистор вибирають так, щоб при його "поляризації" в межах напруг ±2 В значення струму максимально "охоплювали" вибраний діапазон. Наприклад, для діапазону ±1 мА хорошим буде резистор 2,1-2,2 кОм.

Підключіть резистор у "двохелектродному" варіанті. Для контролю дійсного струму можна ще підключити зовнішній міліамперметр або розраховувати струм за показами потенціалу самого пристрою і точним значенням опору резистора (I=E/R):





Виміряйте декілька хроноамперограм при потенціалах -2,00; -1,50; -1,00; -0,50; +0,50; +1,00; +1,50; +2,00 В. В процесі вимірювання слідкуйте за показами зовнішнього міліамперметра і результатами вимірювання потенціалу і струму самим пристроєм. Покази міліамперметра, покази струму пристрою і розраховані значення струму (I=E/R) не повинні відрізнятись більше, ніж на 0,2% від розмаху шкали вибраного діапазону струму.

Після статобробки кожної хроноамперограми, що містить масив паралельних значень вимірювання струму, середньоквадратичне стандартне відхилення не повинно перевищувати 0,1% від розмаху шкали (РШ) діапазону струму:

$$s = \sqrt{\frac{\sum (I_i - I_{\partial i \tilde{u} c H})^2}{n}} \le 0.1\% P I I I$$

Наприклад, для діапазону ±1 мА значення s не повинно перевищити 0,002 мА.

6.4. Потенціодинамічний режим роботи

Перевірку також виконують за допомогою точних резисторів у "двохелектродному" варіанті підключення:



Резистор підбирають відповідно до вибраного діапазону струму (аналогічно, як у 6.3.). Для кожного діапазону струму вимірюють класичну вольтамперограму від -2 до +2 В – це має бути пряма, що проходить через початок координат. За одержаним масивом точок (E-I) і МНК знаходять параметри цієї прямої:



$I = a + e \cdot E$

В ідеалі параметр *а* повинен дорівнювати нулю. Реально допустиме значення параметру *а* становить $\pm 0,1\%$ від РШ діапазону струму. Наприклад, для діапазону ± 1 мА значення *а* може бути в межах -0,002...+0,002 мА Параметр *в* залежить від опору резистора. Розраховане значення опору (R = 1/*в*) не повинно відрізнятись від дійсного опору використаного резистора більше, ніж на 0,1%.

Для перевірки швидкості розгортки потенціалу слід визначити час вимірювання вольтамперограми. Це можна зробити як з резистором, електрохімічною реальною коміркою. Для циклічної так i 3 вольтамперометрії тривалість вимірювання повинна відповідати формулі:

$$t = \frac{|E_1 - E_2| \cdot 1000}{v} \cdot 2n$$

а для класичної (односторонньої) вольтамперометрії:

$$t = \frac{|E_1 - E_{nou}| \cdot 1000}{\upsilon},$$

де *t* – тривалість вимірювання, с; Епоч, Е1, Е2 – потенціали, В;

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

Виміряні значення *t* можуть на декілька секунд перевищувати розраховані, адже тривалість експерименту по вимірюванню ВА – це не лише власне сама розгортка потенціалу, але також і початкові налаштування, обробка даних та перемальовка всього графіка після завершення розгортки.

Якщо в результаті повірки виміряні відхилення параметрів пристрою перевищать допустимі, то слід звернутись в лабораторію **MTech Lab** для проведення ретельної повірки та перекалібрування!



7. Умови ефективної та безпечної роботи

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

– З'єднуйте пристрій з коміркою чи ХДС таким чином, щоб кабелі не утворювали "широкої петлі", яка може призвести до суттєвих електромагнітних наводок.

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

– Не розташовуйте пристрій поблизу потужних електричних приладів, які є джерелом тепла чи значного електромагнітного випромінювання (нагрівачі, печі, насоси, компресори тощо). Робота цих приладів може суттєво збільшити похибки вимірювань, а також призвести до зависання USB-порта і втрати зв'язку "ПК-пристрій".

– Те саме стосується надійної роботи комп'ютера. Забезпечте надійне живлення ПК (поставте блок безперебійного живлення або автономне джерело на випадок відключення електрики).

– В будь-якому випадку, радимо не залишати працюючий пристрій без нагляду оператора. Лабораторія MTech, як виробник, не несе жодної відповідальності за ймовірні збитки, завдані користувачу чи майну, в результаті роботи пристрою.

8. Посилання

При опублікуванні в науковій періодиці результатів досліджень, одержаних за допомогою пристрою, слід зазначати в експериментальній частині його назву та посилання на web-сайт лабораторії **MTech**:

"Вимірювання вольтамперограм виконували за допомогою потенціостата MTech COR-500 [5].

5. Пацай І.О. Потенціостат MTech COR-500. [Електронний ресурс]. – Режим доступу: http://chem.lnu.edu.ua/mtech/devices.htm"

.....



MTech COR-500

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

Дата	виготовленн	ия пристрою	
Дата	введення в	експлуатацію	
Кінце	евий термін	гарантії	

Контактна інформація щодо сервісного обслуговування: mtech_lab@ukr.net

Виробник



Замовник _____