

Потенціостат-гальваностат

MTech PGP-550M

**З програмним керуванням
через USB інтерфейс**



ПАСПОРТ ТА КОРОТКА ІНСТРУКЦІЯ

Львів - 2019

1. Загальний опис

Потенціостат-гальваностат **MTech PGP-550M** (далі "пристрій") – це універсальний прилад для електрохімічних досліджень, який може працювати як потенціостат, гальваностат чи потенціометр. Вимірювання здійснюється за алгоритмом, який формує користувач.

Контроль процесу вимірювання, візуалізацію виміряних залежностей, запис результатів на жорсткий диск комп'ютера реалізовано у програмному забезпеченні "**MTech PGP-550M**" (далі "програма"). Зв'язок пристрою з персональним комп'ютером реалізовано через USB порт.

2. Технічні характеристики

Характеристика	Значення
Діапазон потенціалів роб. електрода* (відносно електрода порівняння)	-2,5...+2,5 В
Діапазон вихідної напруги	-12 ... +12 В
Швидкість розгортки	0,02 ... 500 мВ/с
Роздільна здатність за потенціалом	~0,6 мВ
Допустима приведена похибка** задання/вимірювання напруги	0,25% / 0,15%
Діапазони струму*	±1 ±2,5 ±6 ±15 ±50 мА
Вибір діапазону струму	Ручний (галетним перемикачем)
Дискретність задання струму	0,01 мА
Допустима приведена похибка** задання/вимірювання струму	0,25% / 0,15%
Тип інтерфейсу "пристрій-ПК"	USB

Примітки:

* Діапазони потенціалів та струмів – на вибір замовника.

** "Приведена похибка" – це відхилення значення величини, приведені до розмаху шкали. Наприклад, приведена похибка 0,15% на діапазоні струму ±2,5 мА відповідає допустимому абсолютному відхиленню у 7,5 мкА (0,15% від 5 мА – розмаху шкали). Вказані значення є граничними – реальні відхилення переважно значно менші.

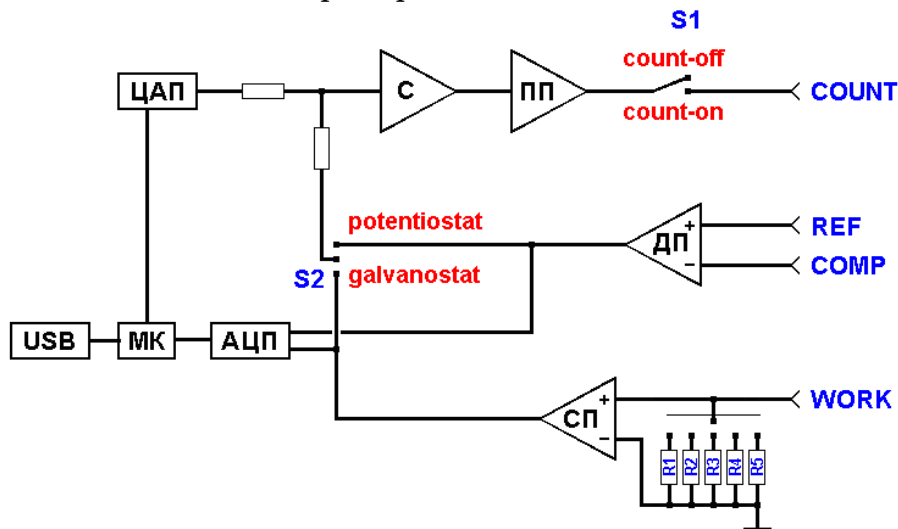
3. Комплектація та гарантійні зобов'язання

Потенціостат-гальваностат **MTech PGP-550M** – 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" – 4 шт (через роз'єм DB 9-M, **функціонал кабеля позначено кольором термоусадки на зажимі**)
 Продовжувач USB-порта – 1 шт
 Паспорт та інструкція користувача – 1 шт
 Програмне забезпечення "**MTech PGP-550M**" – 1 шт
 Програмне забезпечення "**MTech CVA-Filtr**" – 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:



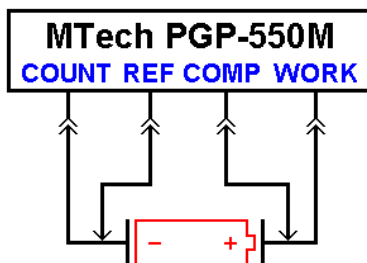
МК – мікроконтролер (процесор пристрою)
 ЦАП – цифро-аналоговий перетворювач
 АЦП – аналого-цифровий перетворювач
 С – операційний підсилювач-суматор
 ПП – підсилювач потужності
 ДП – диференційний операційний підсилювач
 СП – струмовий операційний підсилювач

Окрім зазначених на рисунку зв'язків між компонентами пристрою мікроконтролер керує роботою перемикачів S1 та S2, які визначають поточний стан пристрою (потенціостат/гальваностат/потенціометр). Перемикач S1 відповідає за комутацію (підключення/відключення) струму у комірку. Коли він відключений, то пристрій перебуває в стані "потенціометр" (незалежно від стану перемикача S2) – тобто є пасивним спостерігачем за напругою (різницею потенціалів між COMP і REF). Коли перемикач S1 включений, то пристрій перебуває в стані потенціостат або гальваностат, залежно від перемикача S2.

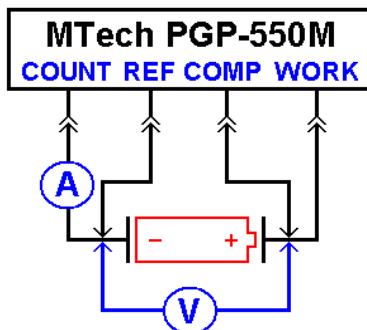
Напруга (різниця потенціалів між COMP і REF) вимірюється за допомогою диференційного підсилювача ДП та першого каналу АЦП. Струм вимірюється в колі робочого електрода (WORK) шляхом вимірювання спаду напруги на одному з резисторів R1-R5. Підсилювач СП разом з цим резистором є перетворювачем "струм-напруга", а вибір потрібного діапазону струмів здійснюється через вибір одного з п'яти можливих резисторів R1-R5 галетним перемикачем 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-, 3- чи 4-електродна) пристрій завжди працює за 4-провідною схемою.

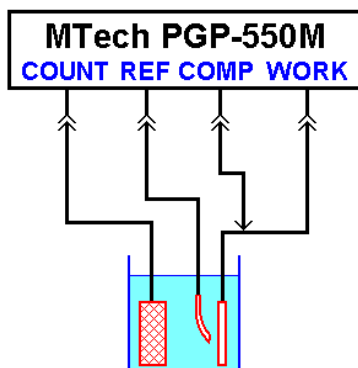
Підключення до 2-електродної системи (наприклад суперконденсатора чи готового елемента живлення):



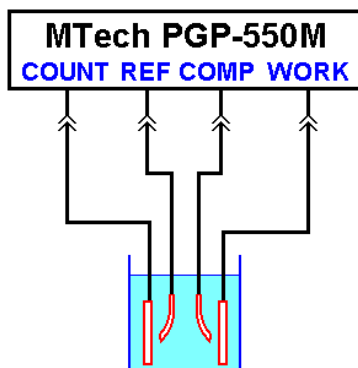
Якщо потрібен зовнішній амперметр чи/та вольтметр, то їх підключають так:



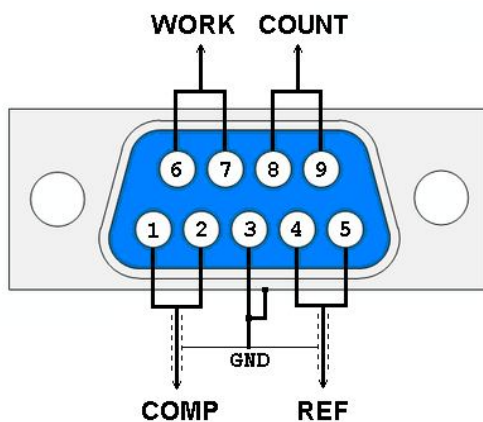
Підключення до 3-електродної системи (тобто є ще електрод порівняння – класична електрохімічна комірка):



Підключення до 4-електродної системи (два електроди порівняння):



Кабелі електродів підключають до пристрою через роз'єм DB 9-M:



На кінцях кабелів є зажими типу "крокодил" для підключення до електродів. Кабелі для струмових електродів (COUNT, WORK) – звичайні, а для потенціальних (REF, COMP) – коаксіальні (екрановані). Для зменшення наводок використовуйте екрановані комірки (кабель екранування комірki слід підключити до корпусу роз'єма DB 9-M).

5. Програмне забезпечення

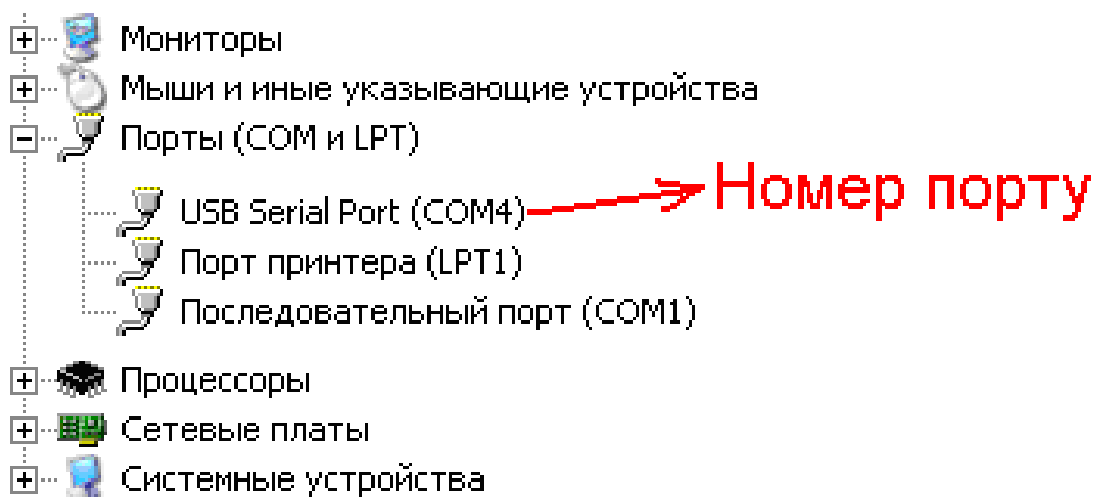
5.1. Встановлення та налаштування

Файл zip-архіву з папкою інсталяційного пакету потрібно розархівувати на жорсткий диск комп'ютера. Ця папка містить такі інсталяційні файли (setup.exe та інші) і папку "DRIVERS".

Якщо на Вашому ПК встановлено операційну систему Win8 чи Win10, то перед підключенням пристрою слід запустити файл "PL2303_Prolific_DriverInstaller_v1.5.0.exe" для встановлення драйвера. На цих операційних системах інколи виникають проблеми, коли ПК намагається самостійно оновити драйвер – детальніше див. у файлі "read_me_now.txt".

Якщо на Вашому ПК встановлено операційну систему WinXP чи Win7, то спочатку під'єднайте USB кабель пристрою до USB порту персонального комп'ютера. Якщо на Вашому комп'ютері раніше вже використовувались прилади із USB-RS232 конвертером PL2303HX, 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 / Налаштування / Панель управління / Система / Диспетчер устроїв / 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.

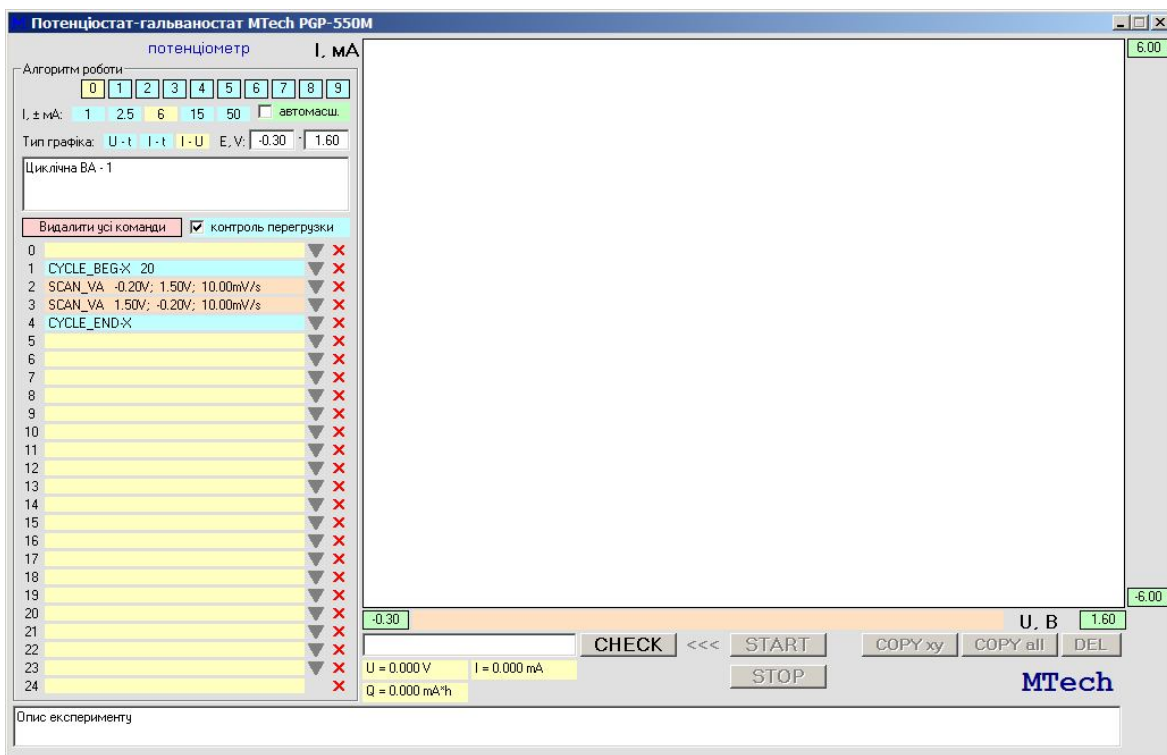
Від'єднайте USB кабель пристрою від комп'ютера.

Створіть на диску папку, в яку слід заінсталювати програмне забезпечення, наприклад "MTech PGP-550M". Запустіть файл setup.exe і встановіть програму у створену папку. Якщо все зроблено правильно, то папка "MTech PGP-550M" міститиме виконавчий файл "mtech_PGP-550M.exe" (основний), "MTech_CVA-Filtr.exe" (допоміжний) 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 з пристроєм!

Під'єднайте кабель живлення пристрою до стандартної розетки ~220 В. 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) – при цьому декілька разів спалахне червона лампочка, що вказує на успішний запуск мікроконтролера пристрою. Коли спалахування припиниться запустіть основний файл – mtech_PGP-550M.exe. Якщо всі попередні дії зроблено правильно, то програма встановить зв'язок з пристроєм і Ви побачите вікно програми:



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 пристроїв / Порты (COM и LPT). 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 / Экран / Параметры / Дополнительно / Общие".

Інша програма ("MTech CVA-Filtr") інсталяції не потребує. Вона призначена для згладження вимірюваних вольтамперограм через корекцію дискретності значень АЦП. Порядок роботи дуже простий: виділіть таблицю з точками вольтамперограми (дві колонки: потенціал-струм), скопіюйте у буфер пам'яті ПК, а в програмі клікніть "PASTE and FILTR".

5.2. Порядок роботи з основним програмним забезпеченням

Програмне забезпечення (ПЗ) є універсальним і дозволяє користувачу самому формувати весь алгоритм вимірювань згідно певного переліку команд. ПЗ запам'ятовує на жорсткому диску 10 алгоритмів користувача (щоб кожного разу не вводити алгоритм заново). Програмне забезпечення "MTech PGP-550M" можна запускати

лише після підключення увімкнутого пристрою до USB порту комп'ютера. В іншому випадку з'явиться повідомлення про помилку.

Загалом послідовність роботи повинна бути такою:

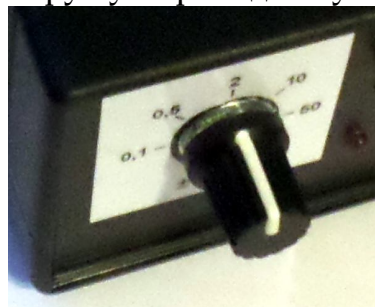
- під'єднати вилку живлення пристрою у стандартну розетку ~220 В;
- під'єднати інтерфейсний кабель пристрою до виділеного USB порту персонального комп'ютера (червона лампочка пристрою спалахне декілька разів) та дочекатись постійного світіння червоної лампочки;
- запустити програмне забезпечення "mtech_PGP-550M.exe";
- 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.

Перед початком вимірювання оператор

- вибирає номер алгоритму (від 0 до 9):



- перемикач діапазону струму переводить у потрібне положення:



- вказує у ПЗ вибраний діапазон струму:



– вибирає тип графіка, який він хоче бачити в процесі вимірювань (U-t, I-t чи I-U):



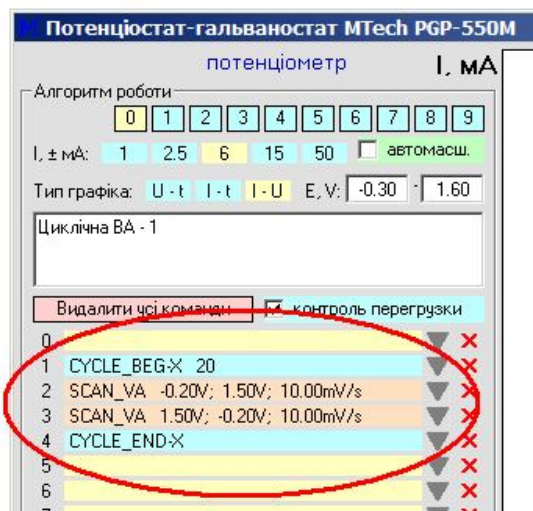
– за бажанням активує опцію «автомасштаб» (під час вимірювань масштаб осі ординат буде автоматично змінюватись так, щоб весь графік поміщався у графічне поле):



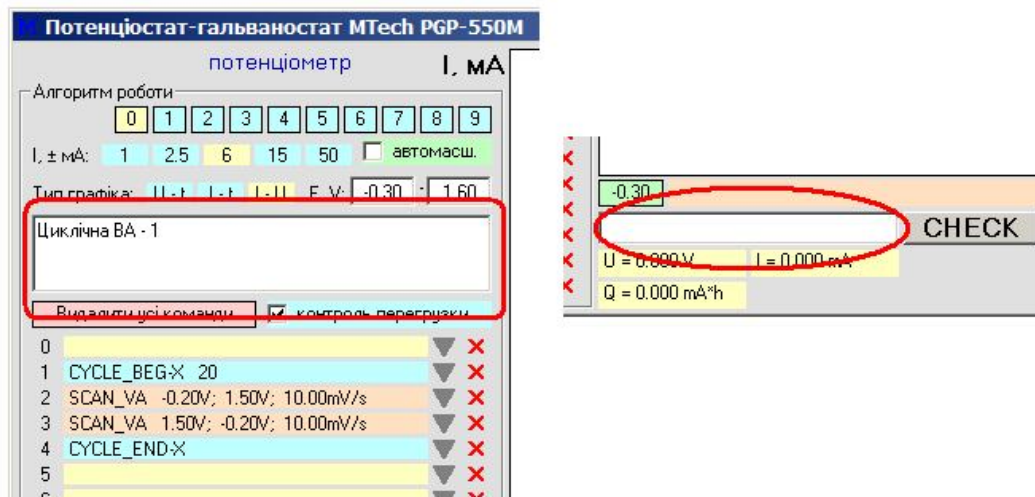
– вказує діапазон потенціалів (масштаб за віссю потенціалу):



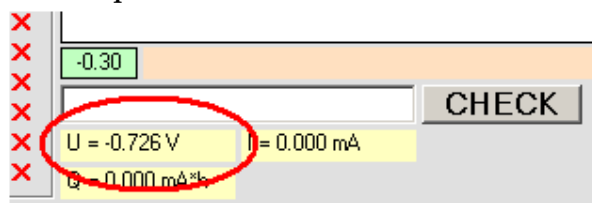
– модифікує команди алгоритму (за потреби):



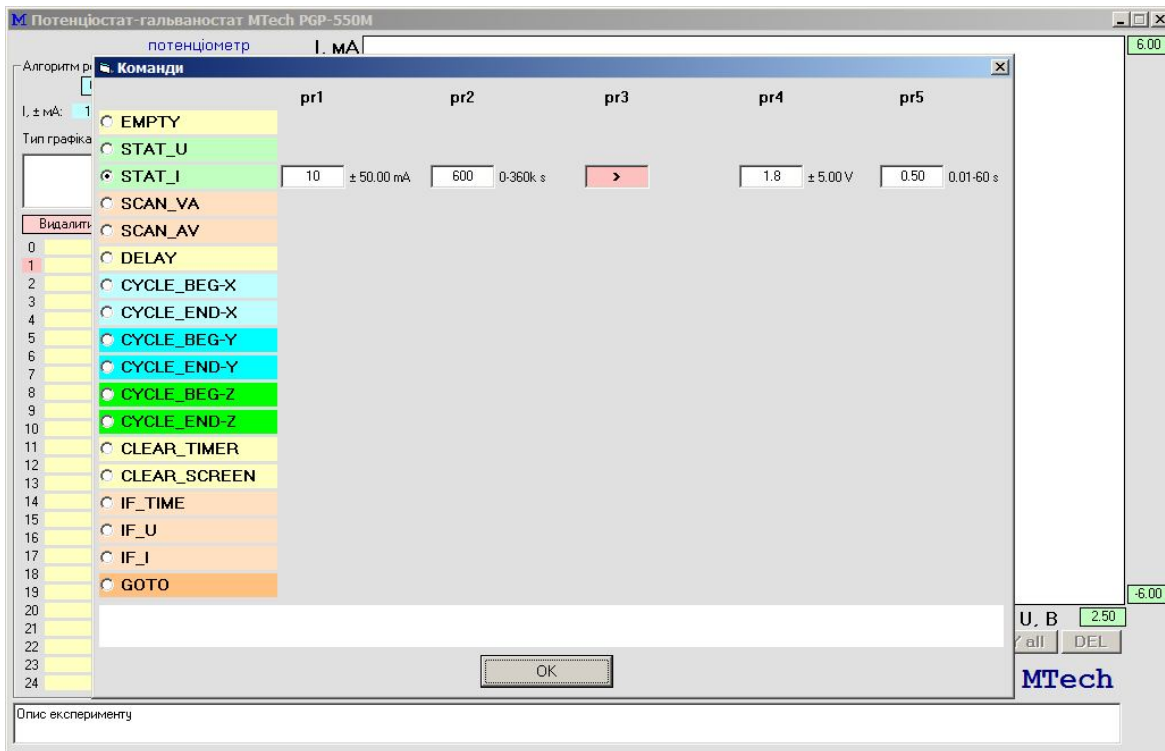
– Також можна вписати короткий опис алгоритму та експерименту, вказати ім'я dat-файлу, в який будуть записуватись результати вимірювань (по замовчуванню ПЗ сформує назву файла за датою та годиною початку експерименту):



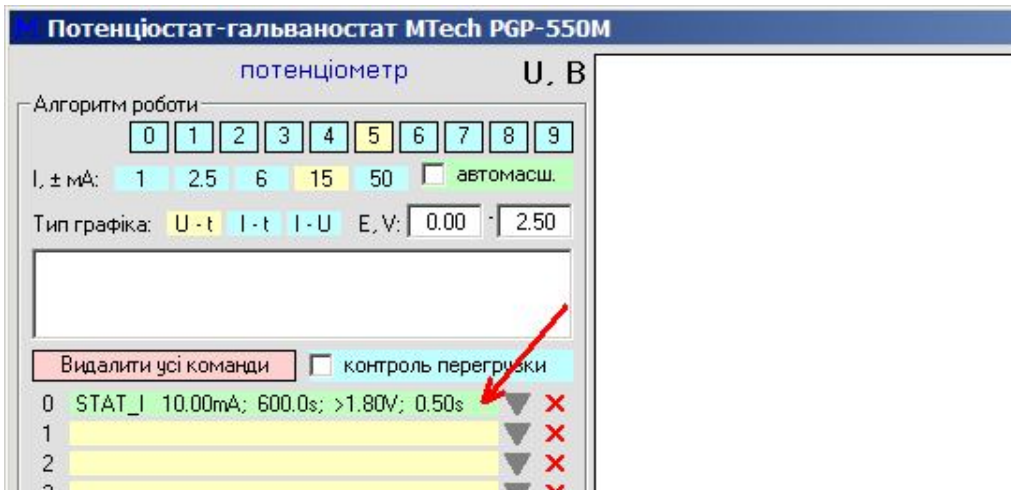
Для використання приладу як звичайного потенціометра/іоніметра (наприклад при потенціометричному титруванні) скласти алгоритм вимірювань не треба – по-замовчуванню після запуску програми чи після завершення роботи алгоритму вимірювань прилад перебуває саме у стані потенціометра і неперервно відображає поточне значення потенціалу робочого електрода:



Алгоритм вимірювань – це послідовність команд. Детальний опис системи команд та структури dat-файлу викладено в наступному розділі. Щоб ввести команду слід клікнути мишкою у відповідний рядок поля алгоритму. Відкриється окреме вікно з переліком команд – слід вибрати потрібну і вказати значення параметрів (окремі команди є без параметрів, інші мають від 1 до 5 параметрів). При виборі команди у цьому вікні активуються поля параметрів і збоку вказано допустимий діапазон значень кожного параметра:



Вказавши всі числові дані слід клікнути кнопку "OK" і відповідна команда буде занесена в алгоритм:



На вищезазначеному рисунку у рядок №0 внесено команду "гальваностат" з такими параметрами: струм 10 мА доки напруга не виросте до 1,8 В або тривалість не досягне 10 хв (600 с), реєстрація точок з часовим кроком 0,5 с.

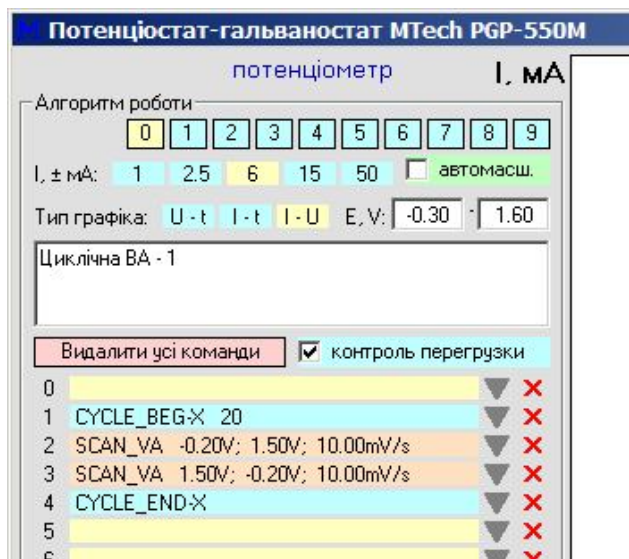
Команди можна зсувати чи видаляти за допомогою кліків на "V" та "X". Також можна змінити параметри вже введеної команди – кліком на неї знову відкриється вікно команд і вже буде вибрана біжуча команда і її параметри – можна їх змінити і кліком на "OK" внести відповідні зміни в алгоритм. Порожній рядок алгоритму – це команда "EMPTY".

Приведемо декілька прикладів, як слід задавати алгоритм вимірювання згідно відповідного завдання.

Приклад 1. Циклічна вольтамперометрія-1

Завдання. Виміряти циклічну вольтамперограму (20 циклів) в межах потенціалу $-0,2 \dots +1,50$ В зі швидкістю розгортки 10 мВ/с. Почати розгортку при потенціалі $-0,2$ В.

Алгоритм.



Пояснення.

Щодо загальних налаштувань. Вибрано робочий діапазон струмів (± 6 мА) та вказано, який графік виводити в процесі вимірювань ("I-U" – залежність струму від потенціалу роб. електрода). «Автомасштаб» не активовано – отже межі за віссю струму відповідатимуть повному робочому діапазону від самого початку вимірювань.

Оскільки потенціал буде змінюватись в межах від $-0,2$ до $+1,5$ В, то межі за віссю потенціалів задано $-0,30 \dots +1,60$ В (із запасом по $0,1$ В щоб крива не «впиралась» у межі рисунка).

Під час вимірювання вольтамперограми прилад працює в режимі «потенціостат», тому програма автоматично активувала опцію «контроль перегрузки» і бажано її не знімати. Це захисна функція, яка вказує приладу аварійно зупинити вимірювання, якщо струм вийде за допустимі межі вибраного діапазону (± 6 мА).

Щодо команд. Оскільки дослідження циклічне, то першою і останньою командою є CYCLE_BEG-X та CYCLE_END-X, відповідно. В параметрі першої команди вказано "20" – тобто тіло циклу (те, що є між цими двома командами) буде пройдено 20 разів. Для вимірювання ВА тіло циклу містить дві команди SCAN_VA («потенціодинамічна

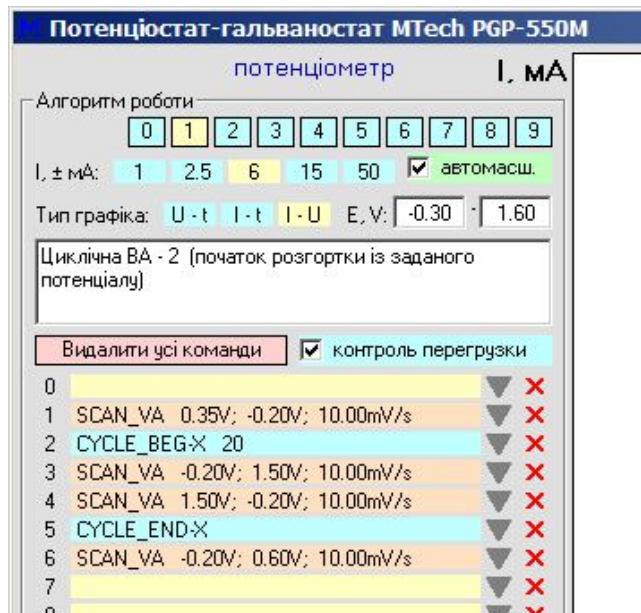
вольтамперометрія»). Першою командою вимірюється ВА з розгорткою в анодному напрямку (від -0,2 до +1,5 В), а другою – в зворотньому/катодному (від +1,5 до -0,2 В) зі швидкістю 10 мВ/с.

Приклад 2. Циклічна вольтамперометрія-2

Часто при вимірюванні ЦВА розгортку розпочинають не з крайнього значення потенціалу, а рівноважного/стаціонарного. Це дозволяє уникнути початкового стрибка ємнісного струму, зумовленого перезарядженням ПЕШ.

Завдання. Виміряти циклічну вольтамперограму (20 циклів) в межах потенціалу -0,2...+1,50 В зі швидкістю розгортки 10 мВ/с. Почати розгортку при потенціалі +0,35 В в катодному напрямку, а завершити при +0,60 В.

Алгоритм.



Пояснення.

Щодо загальних налаштувань – аналогічно, як в попередньому прикладі, але чекбокс «автомасштаб» активовано – отже межі за віссю струму будуть автоматично змінюватись в процесі вимірювання.

Щодо команд. Тіло циклу залишилось незмінним, але додали ще дві команди SCAN_VA – одну перед циклом (початкова розгортка від заданого рівноважного потенціалу до вибраної межі), а іншу після циклу (завершальний етап розгортки до заданого кінцевого потенціалу).

Приклад 3. Гальванодинамічна вольтамперометрія

В деяких випадках вольтамперну залежність доцільно вимірювати не в потенціо-, а гальванодинамічному варіанті. Насамперед це стосується об'єктів з низьким внутрішнім опором, наприклад суперконденсаторів. У гальванодинамічному варіанті вимірювання ВА прилад працює в режимі «гальваностат» поступово змінюючи поляризаційний струм із заданою швидкістю розгортки.

Завдання. Виміряти вольтамперограму суперконденсатора у гальванодинамічному варіанті в межах струмів від 0 до 10 мА зі швидкістю розгортки 100 мкА/с.

Алгоритм.



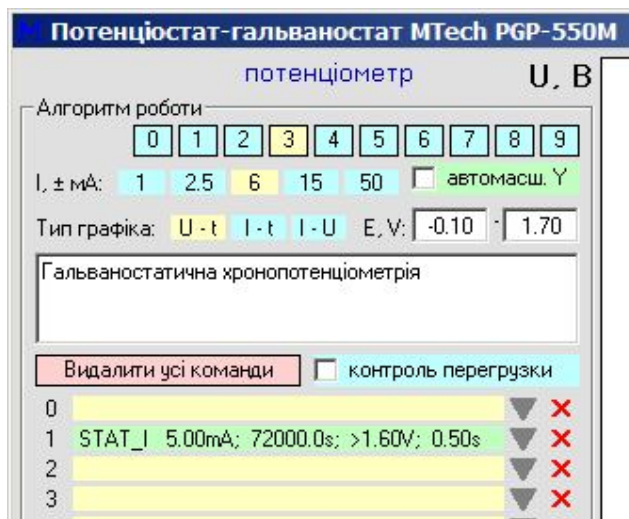
Як бачимо, для вимірювання ВА у гальванодинамічному варіанті задіяно команду SCAN_AV. Аналогічно можна реалізувати вимірювання ЦВА у такому варіанті – для цього слід задати циклічний алгоритм з двома такими командами у тілі циклу, подібно як у прикладі №1.

Приклад 4. Гальваностатична хронопотенціометрія

Класичним прикладом такого дослідження є вимірювання залежності напруги на акумуляторі в процесі його заряджання стабільним струмом (CC – constant current).

Завдання. Здійснити гальваностатичне заряджання акумулятора струмом 5 мА до кінцевої напруги 1,60 В. Виміряти залежність напруги від часу заряджання з періодом вимірювання 0,5 с. Загальну тривалість заряджання обмежити 20 год – тобто, навіть якщо за такий час заряджання напруга не досягне 1,60 В, то слід зупинити процес.

Алгоритм.



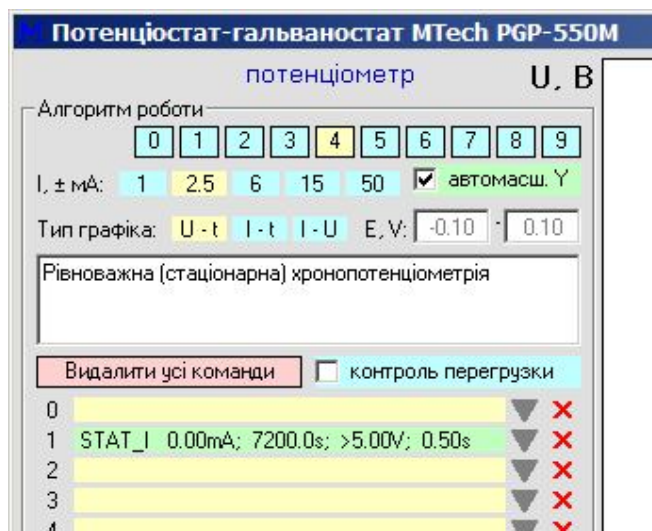
Для такого дослідження задіяно команду STAT_I («гальваностат»), у параметрах якої задають значення струму, граничну тривалість, кінцеву напругу та періодичність вимірювання і відкладання на графік точок.

Приклад 5. Рівноважна (стаціонарна) хронопотенціометрія

В рівноважній (стаціонарній) хронопотенціометрії вимірюють залежність потенціалу робочого електроду в часі за відсутності поляризаційного струму. В цьому різновиді хронопотенціометрії прилад працює в режимі "потенціометр" (інколи його ще називають «вольтметр»), коли перемикач S1 є відключеним. Як і в попередньому методі таке дослідження реалізують командою STAT_I, але з нульовим струмом. **Зверніть увагу – команда STAT_I із нульовим значенням струму переводить прилад у режим "потенціометр" (відключає комірку). Якщо ж струм відмінний від нуля, то в режим "гальваностат".**

Завдання. Виміряти рівноважну хронопотенціограму впродовж 2 год після занурення робочого електроду в електроліт з періодом вимірювання і відкладання точок на графік 0,5 с.

Алгоритм.

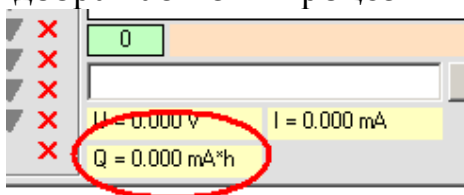


Пояснення.

Прилад переходить в стан "потенціометр" та впродовж 2 години кожних 0,5 с здійснює вимірювання. Зверніть увагу – умова завершення команди за потенціалом є завідомо невиконуваною (> 5 В) щоб завершення гарантовано відбулось за часом. Якщо тривалість вимірювання невизначена, то час можна вказати максимально допустимим (360000 с = 100 год) і вручну зупинити виконання алгоритму кнопкою STOP.

Приклад 6. Гальваностатичне циклування ХДС

В цьому методі досліджуване ХДС (наприклад акумулятор) почергово заряджають/ розряджають фіксованим струмом до певних напруг. При цьому дослідника цікавить не лише зміна напруги в часі, але й дрейф ємності ХДС в процесі циклування. Саме тому у програмне забезпечення приладу закладено функцію вимірювання кількості пропущеної електрики – ця величина записується у п'яту колонку таблиці даних, а також відображається в процесі вимірювань:

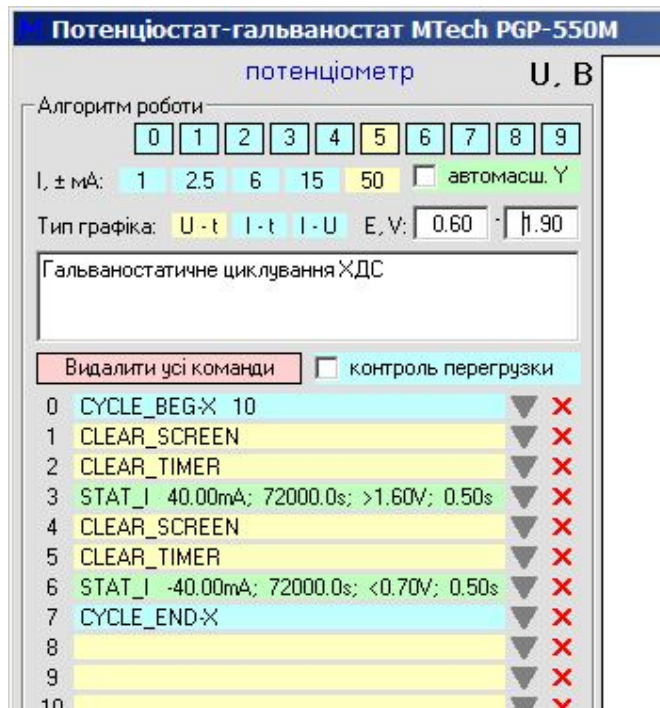


Завдання. Виміряти 10 циклів "заряд-розряд" ХДС з такими параметрами:

- заряд струмом 40 мА до досягнення напруги на ХДС 1,6 В;
- розряд струмом 40 мА до кінцевої напруги 0,7 В.

Вимірювання (і відкладання точок на графік і файл) проводити кожних 0,5 с. В процесі вимірювань розрахунок ємності має бути окремим для кожного етапу "заряд" і "розряд". Тривалість кожного етапу заряд/розряд обмежити 20 год.

Алгоритм.



Пояснення.

Щодо загальних налаштувань. Оскільки струми 40 мА, то оптимальним робочим діапазоном струму вибрано ± 50 мА. Тип графіка "U-t" – оптимальний для візуального контролю процесу циклування. Оскільки напруга під час циклування буде змінюватись в межах 0,7-1,8 В, то масштаб осі "U" (діапазон напруг) вибрано 0,6-1,9 В (з певним запасом щоб графік не "впирався" у края рисунка) – якщо ж відмітити чекбокс "автомасштаб", то програма автоматично змінюватиме масштаб в процесі вимірювань.

Щодо команд. Оскільки дослідження циклічне, то першою і останньою командою є CYCLE_BEG-X та CYCLE_END-X, відповідно. Для виконання заряду/розряду в тілі циклу є дві команди STAT_I ("гальваностат") – перша для заряду, друга для розряду.

Щоб графічне поле не захламлювалось купою кривих заряд/розряд перед кожним етапом є команда CLEAR_SCREEN – отже в процесі роботи оператор бачитиме лише криву для поточного етапу. Також додано ще команди CLEAR_TIMER для обнулення таймера, за яким інтегрується крива I-t і розраховується ємність Q (вона записується у 5-у колонку dat-файлу). Якщо не ставити команд CLEAR_TIMER, то в цій колонці буде ємність всіх етапів циклування разом, а в нашому випадку поточні значення ємності будуть відповідати лише поточному етапу заряду чи розряду.

Приклад 7. Циклування ХДС методом CCCV

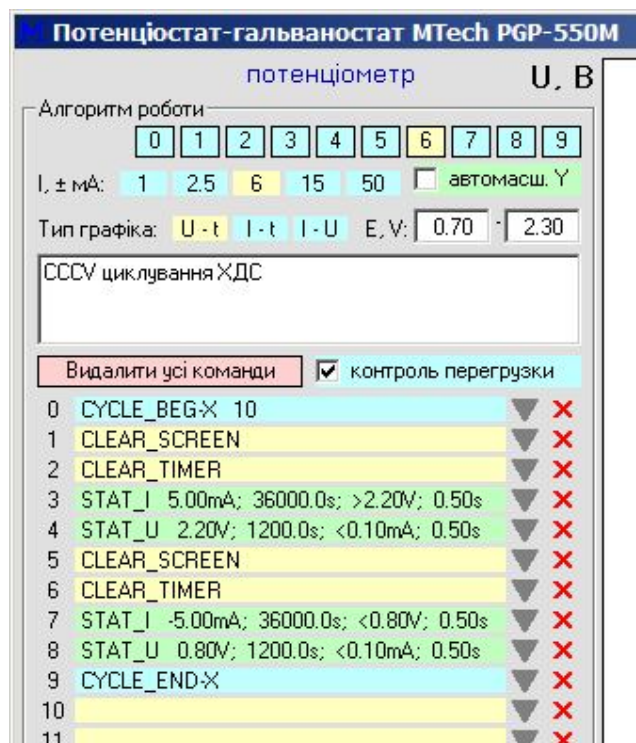
Метод CCCV (constant current, constant voltage) є досконалішим способом циклування, бо окрім основної фази гальваностатичного заряджання (розряджання) передбачає ще потенціостатичне дозаряджання (дорозряджання) ХДС.

Завдання. Виміряти 10 циклів "заряд-розряд" ХДС методом CCCV з такими параметрами:

- заряд струмом 5 мА до досягнення напруги на ХДС 2,2 В;
- витримування напруги 2,2 В поки струм не впаде до 0,1 мА або тривалість фази CV не досягне 20 хв;
- розряд струмом 5 мА до напруги 0,8 В;
- витримування напруги 0,8 В поки струм не впаде до 0,1 мА або тривалість фази CV не досягне 20 хв;

Вимірювання проводити кожних 0,5 с. В процесі вимірювань розрахунок ємності має бути окремим для кожного етапу "заряд" і "розряд". Тривалість кожного етапу CC заряд/розряд обмежити 10 год.

Алгоритм.



Пояснення.

Щодо команд. Алгоритм практично такий самий, як у прикладі 1. Додались лише команди STAT_U, які забезпечують дозарядку та дорозрядку ХДС до досягнення певного залишкового струму (0,1 мА).

Приклад 8. Гальваностатичне «титрування»

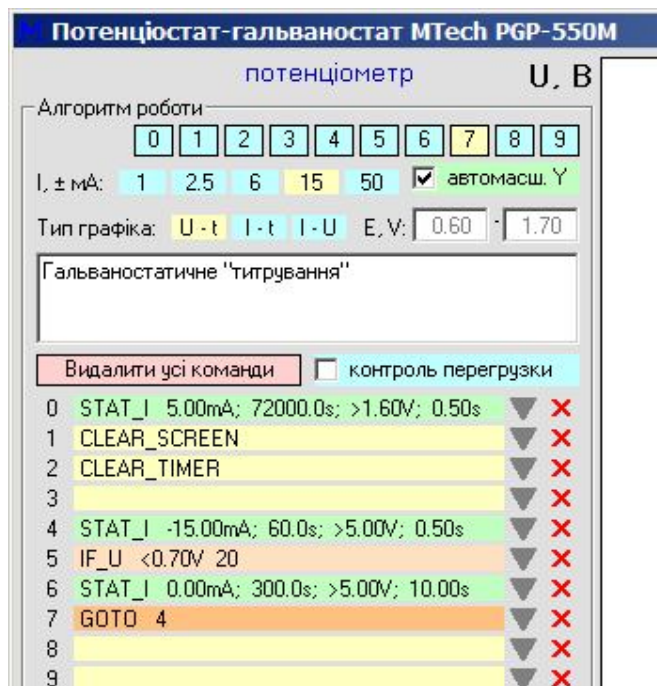
Реальні акумулятори під час експлуатації рідко піддаються неперервному розряджанню фіксованим струмом. Частіше відбуваються значні (за струмом) періодичні розрядні струми, що чергуються пасивними станами без навантаження. Такий спосіб розрядного «життя» акумулятора можна у першому наближенні моделювати т.з. гальваностатичним «титруванням».

Завдання. Зарядити ХДС до 1,6 В струмом 5 мА, а потім розрядити за такою методикою:

- розряд струмом 15 мА впродовж 1 хв;
- якщо після цього напруга <0,7 В, то зупинити алгоритм
- відключити розрядний струм від ХДС (перейти в режим "потенціометр") на 5 хв (щоб ХДС "заспокоїлось" і відновило свою рівноважну напругу);
- знову розряд і т.д. (повернення на початок)

Вимірювання (і відкладання точок на графік і файл) впродовж розряду проводити кожних 0,5 с, а в процесі "заспокоювання" – кожних 10 с. Окремо виміряти ємність для початкового етапу заряду і окремо – для наступного етапу "титрувального" розряду.

Алгоритм.



Пояснення. В рядку №0 – команда для первинного заряджання ХДС до 1,6 В (якщо воно вже є зарядженим, то цієї команди не треба). Далі чистимо екран (і таймер для інтегрування Q наступного титрувального розряду). Рядок №4 – розряд струмом 15 мА строго впродовж 60 с (1 хв). Зверніть увагу: умова виходу з команди за потенціалом вказана як "завідомо невиконувана" ($> 5V$) щоб точно вихід був за часом. В рядку №5 перевіряємо загальну умову припинення роботи – чи впала напруга на ХДС нижче 0,7 В ? Якщо так, що буде перехід на рядок №20 (тобто алгоритм завершиться). Якщо ні, то продовжиться виконання алгоритму, тобто буде перехід на наступний рядок (№6). В рядку №6 переводимо прилад в "потенціометр" (коло розірване і ми міряємо лише напругу) на час 5 хв. В рядку №7 – примусовий перехід на рядок №4, тобто до наступної 5-хвилинної порції розряду і т.д.

Приклад 9 ВА ХДС за різних швидкостей розгортки

Завдання. Виміряти вольтамперограми розрядженого ХДС з розгорткою потенціалу в межах $0,7 \rightarrow 1,5 \rightarrow 0,7$ В при різних швидкостях розгортки потенціалу: 0,05; 0,1 та 0,2 мВ/с.

Алгоритм.

Потенціостат-гальваностат MTech PGP-550M

потенціометр I, mA

Алгоритм роботи

0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
---	---	---	---	---	---	---	---	---	---

I, ± mA: 1 2.5 6 15 50 ☒ автомаш. Y

Тип графіка: U-t I-t I-U E, V: 0.60 - 1.60

ВА ХДС за різних швидкостей розгортки

☒ контроль перегрузки

0		▼	X
1	SCAN_VA 0.70V; 1.50V; 0.05mV/s	▼	X
2	SCAN_VA 1.50V; 0.70V; 0.05mV/s	▼	X
3		▼	X
4	SCAN_VA 0.70V; 1.50V; 0.10mV/s	▼	X
5	SCAN_VA 1.50V; 0.70V; 0.10mV/s	▼	X
6		▼	X
7	SCAN_VA 0.70V; 1.50V; 0.20mV/s	▼	X
8	SCAN_VA 1.50V; 0.70V; 0.20mV/s	▼	X
9		▼	X
10		▼	X

Пояснення.

Для кожної однократної ЦВА задіяно відповідну пару команд SCAN_VA. Для кращого візуального сприйняття алгоритму ці пари команд розділені порожніми рядками (там є "порожня" команда EMPTY). Такі невисокі швидкості розгортки нерідко використовують саме для вимірювання вольтамперограм хімічних джерел струму. Подібні експерименти можуть мати значну тривалість. Зокрема, вищезазначений алгоритм працюватиме більше 15 год – саме стільки часу необхідно для вимірювання цих трьох ВА. Як бачимо, зручність приладу разом з ПЗ полягає у можливості автоматизувати значні (за тривалістю) експерименти. Наприкінці дня можна запустити алгоритм, а наступного робочого дня одержати потрібний масив даних.

Приклад 10. ВА ХДС після циклування

Вольтамперограма ХДС дає цінну інформацію про природу електрохімічних процесів під час заряджання та розряджання ХДС. Щоб проілюструвати можливості приладу в плані автоматизації значних (за тривалістю) досліджень приведемо приклад експерименту, що містить значну кількість етапів заряджання/розряджання ХДС (циклування) та періодичне вимірювання його вольтамперограми.

Дослідник вирішив перевірити як змінюється вольтамперограма ХДС після його багатократного циклування.

Завдання. Виміряти 5 вольтамперограм ХДС з розгорткою потенціалу в межах 0,7→1,5→0,7 В при швидкості розгортки потенціалу 0,1 мВ/с. Перед вимірюванням кожної ВА слід виконати 10 циклів заряд/розряд струмом 5 мА.

Алгоритм.



Пояснення. Тут задіяно подвійний вкладений цикл. Цикл (X) задає 5 етапів проходження циклування і вимірювання ВА. Для самого циклування задіяно внутрішній цикл (Y). Отже, перед вимірюванням кожної ВА буде виконано 10 етапів заряд/розряд струмом 5 мА.

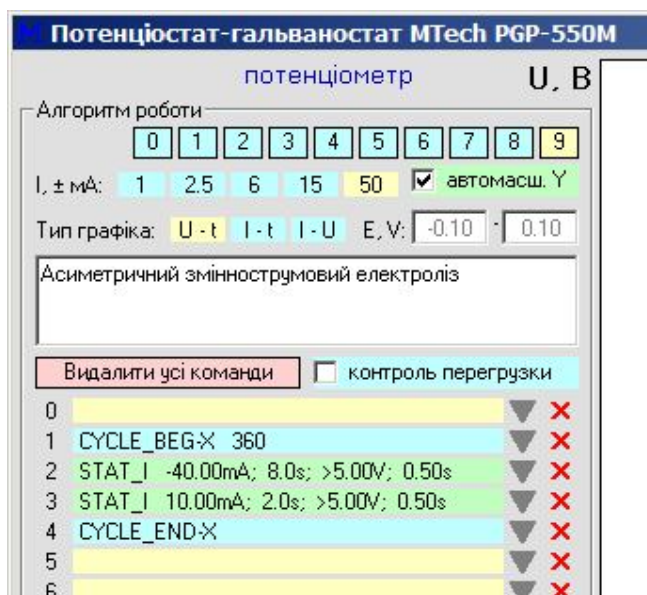
Після виконання цього алгоритму на графічному полі оператор бачитиме 5 ЦВА, а в dat-файлі, окрім ВА, будуть записані також точки циклування.

Приклад 11. Асиметричний електроліз

Прилад дуже зручний для різноманітних варіантів препаративного електролізу. Покажемо як просто можна реалізувати т.з. асиметричний електроліз.

Завдання. Для гальванічного покриття потрібно виконати електроліз за такою методикою: відновлення іонів металу струмом 40 мА впродовж 8 с, анодне розчинення струмом 10 мА впродовж 2 с. Загальна тривалість процесу 1 год. Робочий електрод – деталь, яку слід покрити шаром металу.

Алгоритм.



Пояснення.

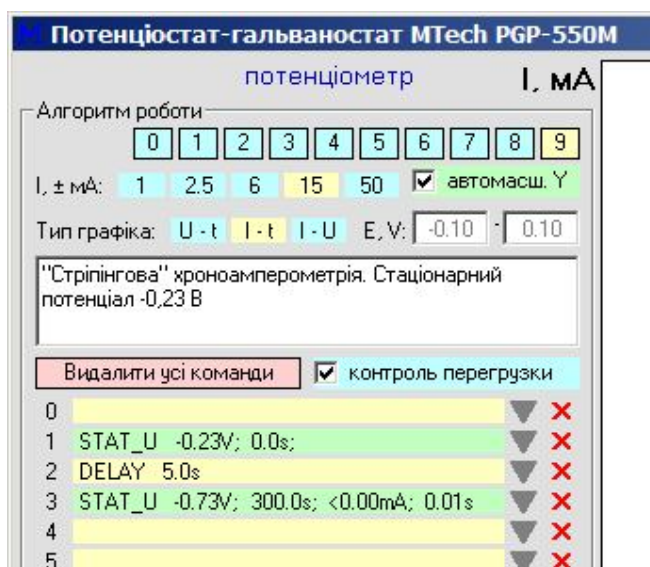
Етапи відновлення та наступного анодного розчинення покриття реалізовано двома командами STAT_I. Оскільки тривалість одного такого етапу є 10 с (8+2), то цикл буде виконано 360 разів щоб забезпечити загальну тривалість електролізу 1 год (360x10=3600 с).

Приклад 12. «Стріпінгова» хроноамперометрія

«Стріпінгова» хроноамперометрія передбачає вимірювання залежності струму від часу в потенціостатичному режимі роботи приладу після стрибкоподібної зміни потенціалу робочого електрода. Переважно перед «стрибком» систему потенціостатують за рівноважного (стаціонарного) потенціалу.

Завдання. Виміряти потенціостатичну хроноамперометрію впродовж 5 хв після стрибка потенціалу робочого електрода на 0,5 В у катодну область з якомога меншим періодом вимірювання і відкладання точок (0,01 с).

Алгоритм.

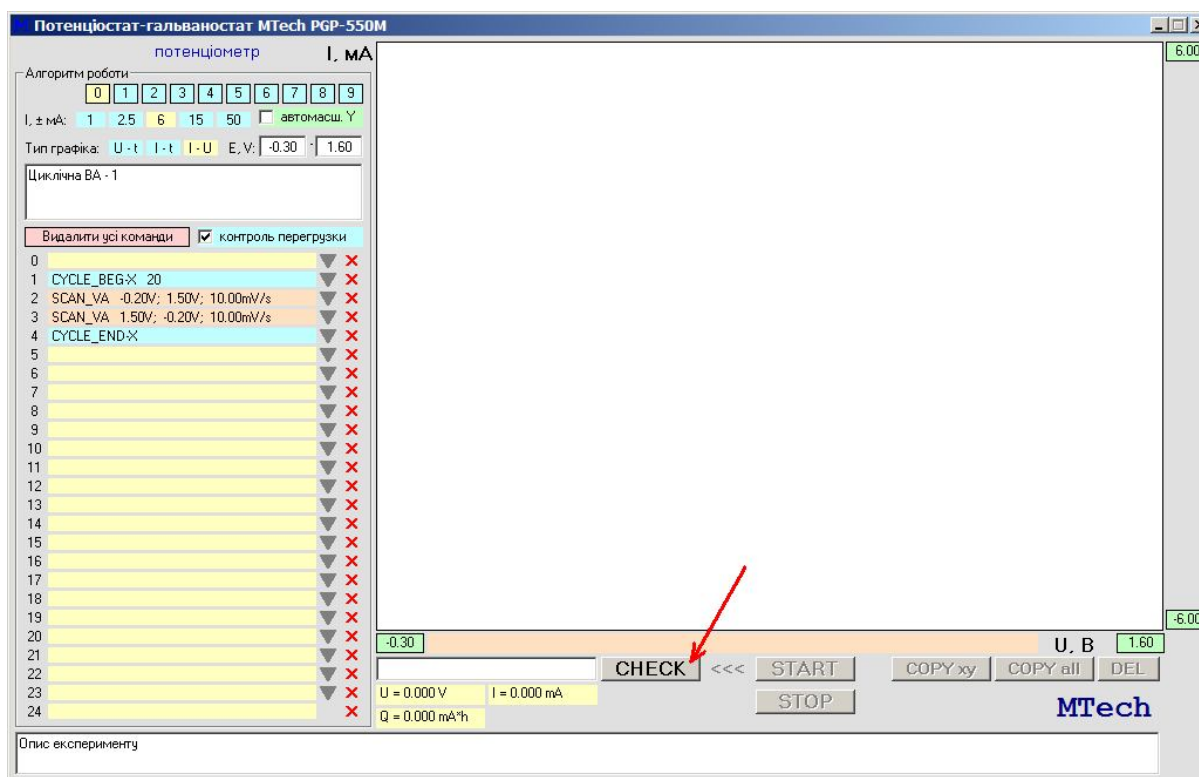


Пояснення.

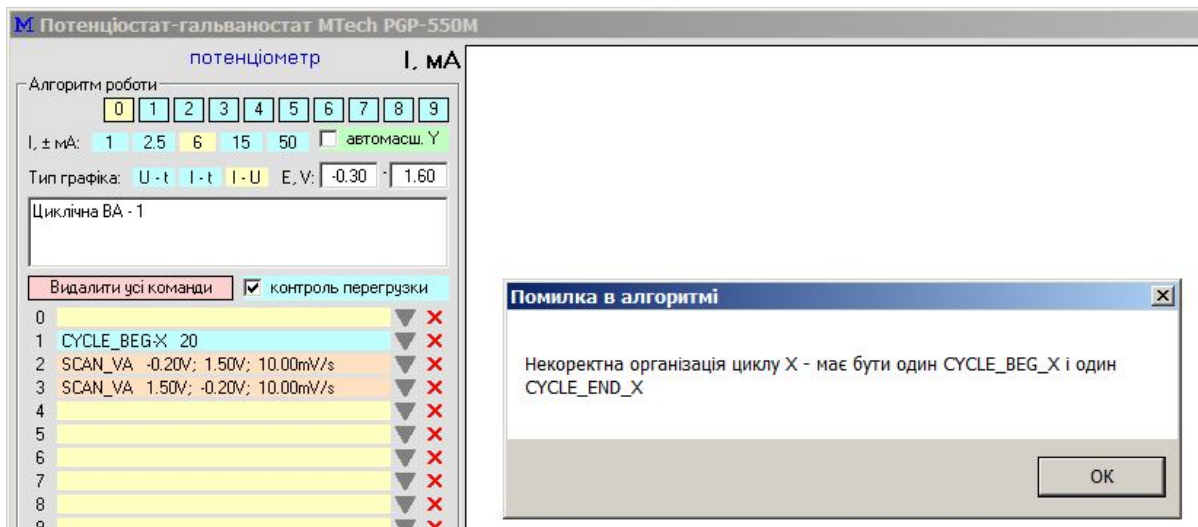
Прилад переходить в стан "потенціостат" з потенціалом -0,23 В, який дорівнює рівноважному (стаціонарному) потенціалу робочого електрода. Тривалість першої команди STAT_U вказана 0 с, отже жодних вимірювань прилад не робитиме. Завдяки наступній команді DELAY потенціостатування за рівноважного потенціалу триватиме 5 с. Після цього йде основна команда STAT_U, яка стрибкоподібно змінить потенціал робочого електрода на 0,5 В і буде впродовж 5 хв кожних 0,01 с міряти струм.

На перших порах самостійна розробка алгоритмів дослідження може виявитись складним завданням для новачка, адже для цього слід досконало вивчити всі команди та принципи їх виконання пристроєм. Однак з часом користувач переконується у зручності та ефективності такої організації роботи. Можливість самостійно програмувати роботу пристрою дозволяє гнучко реалізувати всі його можливості та максимально автоматизувати експеримент. Зокрема, для комплексного дослідження ХДС (наприклад експериментального акумулятора з новими електродними матеріалами чи/та електролітом) можна скласти програму, що міститиме значну кількість циклів заряд-розряд, періодичне вимірювання вольтамперограми і т.д., виконання якої триває тижні чи навіть місяці. Тобто, перед виходом у відпустку можна запуснути процес, а після повернення із заслуженого відпочинку :-)) одержати значний масив експериментальних даних. Єдине, про що слід подбати наперед, – це надійне живлення пристрою і комп'ютера, наприклад за допомогою джерела безперебійного живлення (UPS).

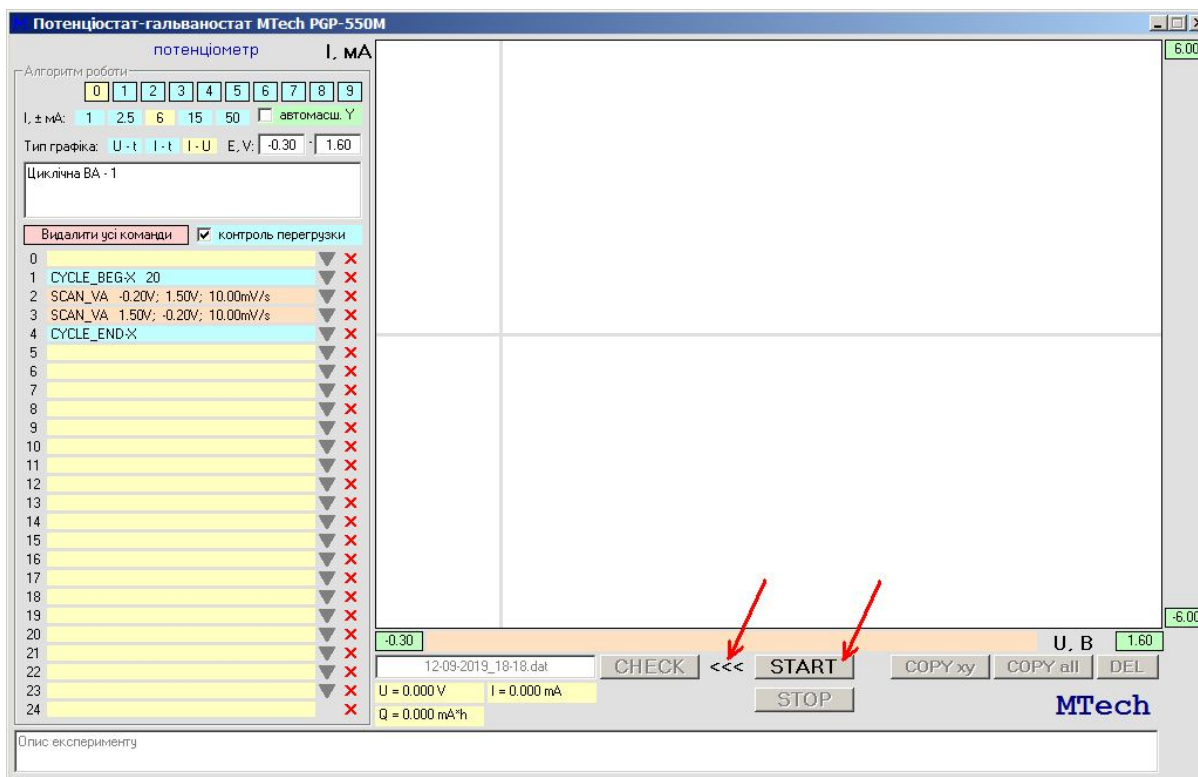
Для допомоги у "програмуванні" алгоритмів додано кнопку "CHECK" – клікаєте на неї і ПЗ перевірить чи алгоритм є коректним:



Якщо є помилки, то ПЗ видасть детальне повідомлення про суть помилки. У вищезазначений алгоритм спеціально внесемо помилку – заберемо останню команду. Клік на кнопку "CHECK" видасть наступне повідомлення:



Бачимо, що забули поставити вкінці відповідну команду CYCLE_END-X. Додаємо цю команду і знову клікаємо "CHECK" – більше помилок немає і активується кнопка "START", тобто можна запускати алгоритм. Якщо все ж потрібно повернутись до редагування алгоритму, то слід мишкою клікнути на значок "<<<":



В процесі виконання алгоритму ПЗ показує поточні значення потенціалу, струму, кількості електрики і лічильників циклів (якщо алгоритм містить цикли). Номер рядка, який виконується в даний момент, "підсвічується" червоним. Кнопкою "STOP" можна дочасно зупити алгоритм. Після завершення алгоритму можна скопіювати результати кнопками "COPY ху" чи "COPY all". Кнопкою "DEL" очищають графічне поле та оперативну пам'ять і переходять до підготовки нового вимірювання.

5.3. Система команд користувача програмного забезпечення (ПЗ) MTech PGP-550M

Опис змінних

В процесі виконання алгоритму ПЗ запам'ятовує в оперативній пам'яті і записує у dat-файл результати **вимірювань*** як таблицю чисел, кожен рядок якої містить поточні значення таких змінних:

t_all	t_cur	U	I	Q	X	Y	Z	Ncom

*Кожне одиничне **вимірювання** – це додатковий рядок у таблиці.

t_all – змінна "глобального" часу. Показує, скільки секунд пройшло від запуску алгоритму. Поч. значення = 0.

t_cur – змінна "локального" часу. Показує, скільки секунд пройшло від попереднього обнулення цієї змінної командою **CLEAR_TIMER**. Поч. значення = 0. Якщо алгоритм не містить жодної команди **CLEAR_TIMER**, то значення перших двох колонок будуть співпадати (**t_cur** = **t_all**).

U – поточне значення напруги, В (різниця потенціалів між COMP та REF).

I – поточне значення струму, мА у колі. Струм проходить через WORK та COUNT (COMP та REF є потенціальними входами приладу з великим вхідним опором і струм через них мізерний).

Q – поточне значення ємності, мА·год. Цю змінну ПЗ обчислює шляхом інтегрування кривої "I-t_cur". Тобто "прив'язка" за часом є до **t_cur**, а не до **t_all**. При обнуленні локального таймера командою **CLEAR_TIMER** також автоматично обнуляється змінна **Q**.

X, **Y**, **Z** – поточні значення лічильників циклів. Алгоритм може містити до 3 циклів, в тому числі вкладених. Тіло кожного циклу (команди, які стоять між **CYCLE_BEG** та **CYCLE_END**) буде виконуватись стільки разів, скільки вказано у відповідному параметрі команди **CYCLE_BEG**. А відповідна змінна (**X**, **Y** та **Z**) показує поточне значення лічильника. Алгоритм може містити лише по одній парі команд – тобто два цикли **X** заборонені (треба робити **X** та **Y**)

Ncom – номер команди в алгоритмі (0-24), якому відповідає даний рядок таблиці

В процесі виконання алгоритму на графічному полі ПЗ відображається графік, тип якого вибирається користувачем перед запуском алгоритму: "U – t_cur", "I – t_cur" або "I – U". Алгоритм користувача – це послідовність 25 команд (рядків), які пронумеровані від 0 до 24. В залежності від типу команди, вона може містити від 0 до 5 параметрів (**pr1**, **pr2** ... **pr5**)

Можливі стани приладу у процесі виконання алгоритму:

potentiostat / galvanostat (підтримується напруга між COMP та REF чи струм через WORK та COUNT)

count-on / count-off (вихід COUNT включений чи виключений). При **count-off** прилад не підтримує ні напругу ні струм – фактично він є в стані пасивного спостерігача (потенціометр) і може міряти **U**.

Короткий опис системи команд:

№	Команда	Опис і параметри (допустимі значення)
0	EMPTY	Це "порожня" команда, яка не передбачає жодних дій. "Чистий" алгоритм – це 25 команд EMPTY (від 0-ї до 24-ї) Є ще команда END, яка означає завершення виконання алгоритму і завжди стоїть під номером 25 (не відображається в алгоритмі) <u>параметри</u>: відсутні
1	STAT_U	Команда "потенціостат" <u>параметри</u>: pr1 – потенціал, В (-2.50...+2.50*) pr2 – тривалість, с (0...360000.0) pr3 – залишкове абсолютне значення струму, мА (0.00...50.00*) pr4 – часовий крок вимірювання, с (0.01...60.0) <u>дія</u>: прилад переходить в стан count-on / potentiostat із заданим потенціалом стабілізації pr1 та з періодичністю pr4 с здійснює вимірювання впродовж часу pr2 або поки абсолютне значення струму не стане меншим за pr3. Отже, вихід з команди відбудеться, коли виконається одна з умов: а) тривалість досягне pr2; б) абсолютне значення I стане меншим за pr3. Якщо користувачу потрібно, щоб вихід з команди відбувся за конкретною умовою (а чи б), то зайву умову слід задати "завідомо невиконуваною". Наприклад, потрібно щоб прилад перебував в стані потенціостат при 3,5 В строго певний час 5 хв і кожні 0,5 с здійснював вимірювання – тоді слід задати такі параметри команди: pr1=3,50; pr2=300,0; pr3=0; pr4=0,5. В такому випадку тривалість гарантовано буде 5 хв, бо умова за залишковим струмом ($I < 0$ мА) є "завідомо невиконуваною". Після виходу з команди прилад залишається в стані count-on / potentiostat! Якщо параметр pr2=0, то жодних вимірювань не буде – ПЗ просто переведе прилад у стан count-on / potentiostat і здійснить вихід з команди (незалежно від значення інших параметрів).

2	STAT_I	Команда "гальваностат" Ця команда подібна до попередньої, але тут стабілізується струм, а не потенціал. <u>параметри:</u> pr1 – струм, мА (-50.00...+50.00 мА*) pr2 – тривалість, с (0...360000.0) pr3 – тип умови за потенціалом (< або >). pr4 – залишкове значення потенціалу, В (-5.00...+5.00*) pr5 – часовий крок вимірювання, с (0.01...60.0) <u>дія:</u> прилад переходить в стан count-on / galvanostat із заданим ненульовим струмом стабілізації pr1 або у стан count-off, якщо pr1=0, та з періодичністю pr5 с здійснює вимірювання впродовж часу pr2 або поки не виконається умова за потенціалом (<pr4 чи > pr4). Отже, вихід з команди відбудеться, коли виконається одна з умов: а) тривалість досягне pr2; б) значення U стане меншим чи більшим за pr4. Ось, для прикладу, як виглядатиме ця команда (точніше рядок в алгоритмі) для заряджання літієвого акумулятора струмом 10 мА до напруги 4,2 В: STAT_I 10,00mA 360000,0s >4,20V 0,5s Зверніть увагу, що умова за часом (pr2=360000 с) вказана, як "завідомо невиконувана", адже ми точно знаємо, що зарядка не триватиме аж 100 год. Якщо нам потрібно після фази гальваностатичного заряджання ще витримати акумулятор при кінцевій напрузі поки струм заряджання не зменшиться до 0,5 мА (заряд методом CCCV), то для цього в алгоритмі вже потрібні дві команди: STAT_I 10,00mA 360000,0s >4,20V 0,5s STAT_U 4,20V 360000,0s 0,50mA 0,5s Після виходу з команди прилад залишається в стані count-on / galvanostat (чи count-off, якщо pr1=0)! Якщо задати pr2=0, то жодних вимірювань не буде – ПЗ просто переведе прилад у цей стан і здійснить вихід з команди.
---	--------	---

3	SCAN_VA	Команда "потенціодинамічна вольтамперометрія" <u>параметри:</u> pr1 – початковий потенціал, В (-2.50...+2.50*) pr2 – кінцевий потенціал, В (-2.50...+2.50*) pr3 – швидкість розгортки, мВ/с (0.02...500.0) <u>дія:</u> вимірювання вольтамперограми в потенціодинамічному режимі (прилад прикладає до системи напругу і міряє струм), count-on / potentiostat. Після виходу з команди прилад залишається в стані count-on / potentiostat з потенціалом стабілізації pr2.
4	SCAN_AV	Команда "гальванодинамічна вольтамперометрія" <u>параметри:</u> pr1 – початковий струм, мА (-50.00...+50.00 мА*) pr2 – кінцевий струм, мА (-50.00...+50.00 мА*) pr3 – швидкість розгортки, мкА/с (0.1...1000.0) <u>дія:</u> вимірювання вольтамперограми в гальванодинамічному режимі (прилад пропускає через систему струм і міряє напругу), count-on / galvanostat. Після виходу з команди прилад залишається в стані count-on / galvanostat з струмом стабілізації pr2.
5	DELAY	Команда "затримка" <u>параметри:</u> pr1 – тривалість, с (0.1-360000.0) <u>дія:</u> прилад зберігає свій поточний стан впродовж зазначеного часу (без жодних вимірювань)
6 7	CYCLE_BEG-X CYCLE_END-X	Команда "цикл X" <u>параметри:</u> pr1 – кількість етапів циклу (1-100000) <u>дія:</u> організація циклів (усі команди, які розташовані між цими двома, будуть виконані pr1 разів)

8 9	CYCLE_BEG-Y CYCLE_END-Y	Аналогічно
10 11	CYCLE_BEG-Z CYCLE_END-Z	Аналогічно Команди циклів Y та Z введено для можливості організації послідовних та вкладених циклів.
12	CLEAR_TIMER	Команда "перезапуск локального таймера" <u>параметри</u> : відсутні <u>дія</u> : обнуляє змінні t_cur та Q
13	CLEAR_SCREEN	Команда "видалити графік" <u>параметри</u> : відсутні <u>дія</u> : очищає графічне поле, яке відображає виміряну (на цей час) залежність
14	IF_TIME	Команда "перехід за часом" <u>параметри</u> : pr2 – значення змінної t_cur , с (0.1-360000.0) pr3 – номер команди (рядка) в алгоритмі (0-24) <u>дія</u> : перехід на рядок алгоритму з номером pr3 , якщо змінна t_cur ще не досягла значення pr2
15	IF_U	Команда "перехід за потенціалом" <u>параметри</u> : pr1 – тип умови за потенціалом: (< або >) pr2 – значення потенціалу, В (-2.50...+2.50*) pr3 – номер команди (рядка) в алгоритмі (0-24) <u>дія</u> : перехід на рядок з номером pr3 , якщо потенціал менший/більший за вказане у pr2 значення.

16	IF_I	Команда "перехід за струмом" <u>параметри:</u> pr1 – тип умови за струмом: (< або >) pr2 – значення струму, мА (-50.00...+50.00 мА*) pr3 – номер команди у програмі (0-24) <u>дія:</u> перехід на рядок з номером pr3, якщо струм менший/більший за вказане у pr2 значення
17	GOTO	Команда "безумовний перехід" <u>параметри:</u> pr1 – номер команди у програмі (0-24) <u>дія:</u> безумовний перехід на рядок з номером pr1

*Примітка. Допустимі значення залежать від конкретної моделі приладу PGP-550M, оскільки прив'язані до опційних (вибіркових) характеристик

6. Умови ефективної та безпечної роботи

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

– З'єднуйте пристрій з досліджуваним 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 та досліджувані ХДС поблизу потужних електричних приладів, які є джерелом тепла чи значного електромагнітного випромінювання (нагрівачі, печі, насоси, компресори тощо). Робота цих приладів може призвести до зависання USB-порта і втрати зв'язку "ПК-пристрій". Якщо таке станеться на етапі заряджання ХДС, то воно буде неконтрольовано продовжуватись поки не зруйнується ХДС або оператор не вимкне пристрій.

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

– Використовуйте стандартні модулі для дослідження ХДС, які обладнано запобіжним клапаном, який розірве електричне коло у випадку перезаряджання ХДС і активного газовиділення.

– В будь-якому випадку, ми 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.**

7. 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 зарядно-розрядних кривих та циклування ХДС виконували за допомогою потенціостата-гальваностата **MTech PGP-550M** [5].

.....
5. Пацай І.О. Потенціостат-гальваностат MTech PGP-550M. [Електронний ресурс]. – Режим доступу: <http://chem.lnu.edu.ua/mtech/devices.htm>"

MTech PGP-550M

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

Дата виготовлення пристрою _____ вересень 2019 р.

Дата введення в експлуатацію _____ вересень 2019 р.

Кінцевий термін гарантії _____ жовтень 2020 р.

Контактна інформація щодо сервісного обслуговування:

mtech_lab@ukr.net

Виробник _____

Замовник _____

