Производство и поставка приборов для электрохимических исследований

ООО “Элинс”

ООО “Элинс”

Пример использования №16

Многоканальный потенциостат-гальваностат P-20X8

AN16 Multichannel Potentiostat P-20X8

Черноголовка 2015

www.elins.su

Уважаемый пользователь, настоящий документ посвящен особенностям многоканального потенциостата-гальваностата P-20X8. Перед его прочтением настоятельно рекомендуем изучить инструкцию к прибору.

Назначение же этого документа – менее формализованное, но более подробное и детальное описание прибора. Прочитав его, Вы сможете не только более явно увидеть возможности прибора до его потенциального приобретения, но и узнать о нем множество подробностей, что позволит использовать его в работе с максимальной отдачей.

Также этот документ будет очень полезен постоянным пользователям при переходе на новую платформу приборов производства ООО Элинс с приборов предыдущих поколений.

ООО “Элинс”

www.elins.su

Содержание:

1	Общее	4
2	Компьютерный интерфейс прибора	5
3	Аппаратная организация шасси прибора	6
4	Организация одного канала прибора	8
5	Примеры экспериментальных данных	11

1. Общее

Многоканальный потенциостат-гальваностат P-20X8 производства ООО Элинс является принципиально новым прибором подобного типа и назначения Российского производства. Фактически, это первый серийный многоканальный потенциостат-гальваностат, когда либо созданный в РФ или на ее территории.

Этот прибор является родоначальником принципиально новой приборной платформы, разработанной в ООО Элинс в 2013-2014 годах. Это означает, что многоканальный потенциостат P-20X8 не является приемником или модификацией какого-либо из ранее разработанных или выпускавшихся в ООО Элинс приборов.

Именно создание принципиально новой программно-аппаратной платформы воплотило в жизнь новые возможности и характеристики. Прежде всего, к ним относятся показатели надежности, а также сама возможность создания полноценного многоканального потенциостата-гальваностата.

2. Компьютерный интерфейс прибора

Многоканальный потенциостат P-20X8 подключается к персональному компьютеру (ПК) при помощи USB интерфейса. По сравнению с альтернативными решениями, такими, например, как Ethernet, JPIB, этот способ, на наш взгляд, наиболее прост, экономичен и удобен в установке и эксплуатации.

По сравнению, например, с Ethernet, USB интерфейс, во-первых, не требует использования соответствующего разъема, который, как правило, занят, а также, USB интерфейс не требует особых навыков установки, кроме стандартной процедуры установки драйверов.

По сравнению же с такими решениями, как JPIB, USB интерфейс существенно дешевле, и не требует дополнительных дорогостоящих плат интерфейсов. Интерфейс RS-232 к сожалению, на момент создания этого прибора, сильно морально устарел и исчез практически со всех компьютеров.

Интерфейсы типа RS-485 фактически отсутствуют в ПК в явном виде, и их применение, как правило, сводится к применению все тех же переходников на основе шины USB.

Определенным недостатком USB интерфейса является его не высокая надежность, так, к примеру, его спецификация не предусматривает применение кабелей длиннее 90 см (в то же время стандартные кабели имеют длину 1.8, 3, и даже 5 метров исключительно в угоду удобства использования, что крайне негативно сказывается на их качестве и надежности). Однако, этот недостаток компенсируется определенными программными и аппаратными решениями, что и было в полной мере реализовано в новой приборной платформе, и обеспечило возможность бесперебойной и надежной работы интерфейса прибора в течение нескольких суток и более.

3. Аппаратная организация шасси прибора

Многоканальный потенциостат-гальваностат P-20X8 состоит из 8-ми идентичных каналов. Каждый из них полностью независим от других. В каждом канале есть свой микроконтроллер, управляющий его работой. Также в приборе имеется интерфейсный блок, и блоки питания.

Для обеспечения минимально-возможной перекрестной связи и наводок между каналами, цифровой интерфейс каждого канала имеет гальваническую развязку, а также развязана и сигнальная (измерительная) земля каждого канала. Однако, блок питания и соответственно, силовая земля, у всех каналов общие. Это означает, что поканальной гальванической развязки в приборе нет. Такое решение, в свою очередь, обусловлено исключительно экономическими соображениями. Потенциальная установка восьми гальванически развязанных блоков питания (или даже только выпрямителей со стабилизаторами) привела бы к неоправданному увеличению стоимости прибора (вплоть до полутора-двух раз). В то же время, большинство задач, для которых создавался этот прибор, предусматривают тестирование, или иную работу с несколькими независимыми электрохимическими ячейками, которые, как правило, электрически друг с другом не связаны (или имеется такая возможность), и поканальная гальваническая развязка не требуется.

USB же интерфейс прибора, общий для всех каналов, имеет гальваническую развязку.

Несколько моментов, на которые необходимо обратить внимание при установке прибора на рабочем месте:

1. Прибор необходимо заземлить и (или, по крайней мере, крайне желательно) использовать розетку 220В с заземлением. При заземлении желательно убедиться, что земля является качественной, и к ней не подключено какого-либо силового оборудования, тк в этом случае от заземления иногда может быть наоборот, только вред.
2. Вентиляторы охлаждения прибора забирают воздух с задней, и выпускают его с передней стороны прибора. Обратите, пожалуйста, на это внимание, если прибор будет монтироваться в стойку с принудительным охлаждением. Наилучшим вариантом, вероятно, было бы применение стойки без задней стенки, для обеспечения свободного доступа холодного воздуха к задней панели прибора.
3. При монтаже прибора в стойку, необходимо удалить с основания прибора резиновые ножки.

4. При необходимости демонтажа уголков (“ушей”) крепления прибора к стойке и последующего их монтажа, используйте только короткие потайные винты М3. Их длинна ни в коем случае не должна превышать 6 мм. Более длинные винты могут необратимо повредить внутренние компоненты прибора!

На шасси прибора смонтированы служебный и силовые блоки питания. Высокая энергоемкость первого из них, позволяет прибору преодолевать кратковременные перебои с питанием 220В. В зависимости от количества работающих каналов, прибор может выдержать несколько секунд отсутствия питающего напряжения, или его провал или скачек. При этом не произойдет сбоя рабочей программы. Для преодоления длительных перебоев, рекомендуется применение стандартных решений, например, бесперебойных источников питания. Если прибор выключается с целью перезагрузки, то для расходования всей накопленной энергии из служебного блока питания, прибор необходимо выдержать выключенным не менее 7-ми секунд.

4. Организация одного канала прибора

Каждый канал многоканального потенциостата является полноценным потенциостатом-гальваностатом без блока питания и компьютерного интерфейса. Он имеет один диапазон потенциала-напряжения (6 В), и 5 диапазонов тока (от 2 А до 200 мкА).

Максимальный выходной ток составляет 2 ампера. Это постоянное долговременное значение как для зарядного (электролиз), так и для разрядного (в режиме нагрузки) режимов. Минимально-рекомендуемый рабочий ток составляет 10 мкА. При этом разрешение самого тонкого диапазона тока – 200 мкА составляет приблизительно 6 наноампер, то есть, более чем в 1000 раз меньше. Значение 10 мкА носит чисто рекомендательный характер, реально можно задавать и регистрировать токи вплоть до 0.1 мкА. Однако точность и помехозащищенность при этом могут заметно снизиться на некоторых электрохимических системах, особенно при высоких скоростях регистрации данных.

Максимальное выходное поляризующее напряжение (между токовыми электродами Counter и Work) может достигать 11.5 В при низких токах. Паспортной величиной является значение в 10 В, тк оно достижимо при любых выходных токах (вплоть до 2 ампер). Регистрирует же прибор потенциалы и напряжения до 6 В. Это напряжение измеряется между потенциальными электродами Ref (- полярность) и Comp (+ полярность).

Стоит обратить внимание на то, что потенциальные провода прибора экранированы, а токовые - нет. Это сделано как из экономических соображений, так и исходя из конструктивных особенностей прибора (4 экранированных BNC разъема разместить оказалось попросту негде, также, стандартные экранированные провода достаточно жесткие, что не всегда удобно, в особенности при большом количестве одновременно работающих каналов). На передней панели прибора положительные электроды маркированы красным цветом, отрицательные – синим. Токовые провода также имеются двух аналогичных цветов для удобства подключения. К прибору токовые провода подключаются при помощи съемного винтового зажима – клеммника. Для фиксации в нем провода необходима плоская отвертка 3 мм.

Каждый канал имеет в своем составе энергонезависимую flash - память. В нее он резервирует все экспериментальные данные по мере их появления. В ней же хранятся и все параметры программы эксперимента, с помощью которого эти данные были получены. Также в ней хранятся различные флаги и иные описания событий, происходящие во время эксперимента. Например – стационарные значения потенциала и тока установления, потенциалов разомкнутой цепи (РЦ), номера

циклов. Эта память в канале полностью стирается каждый раз при запуске в нем нового эксперимента. Одновременно в ней хранится только один эксперимент. Объем памяти позволяет каждому каналу хранить до 800 тысяч точек данных. На первый взгляд этот объем может показаться не очень большим, однако, при правильном подходе он позволяет хранить очень продолжительные и емкие эксперименты. А особенности обработки данных (в частности усреднение на низких скоростях регистрации данных) позволяют обеспечить очень высокую точность работы кулонометра, секундомера и иных программно-аппаратных узлов (например, защитных и остановочных функций).

Также в состав каждого канала входит диагностический узел. Он представляет собой подключаемый по двухэлектродной схеме постоянный резистор номиналом 100 Ом, с точностью 1%, в качестве внутреннего тестового эквивалента. В управляющей программе имеются специальные функции диагностики прибора, работающие с этим резистором. При их использовании, обратите, пожалуйста, внимание на то, что резистор имеет точность 1%, и что на грубых диапазонах тока достаточно высокая точность по току не сможет обеспечиться, а на слишком тонких может возникнуть перегрузка (либо придется задавать низкие значения тестового потенциала, что приведет к низкой точности уже по потенциалу). Ручные (неавтоматические) диагностические функции сводятся к тому, что пользователь может задать выбранный им потенциал или ток, выбрать диапазон тока, подключить внешнюю ячейку или внутренний эквивалент, и при необходимости измерить значение резистора эквивалента (100 Ом) и убедиться в работоспособности прибора. В более сложном случае можно выбрать подключение к внешней ячейке, и проверить прибор с помощью внешнего вольтметра или амперметра (например, при проведении поверки прибора).

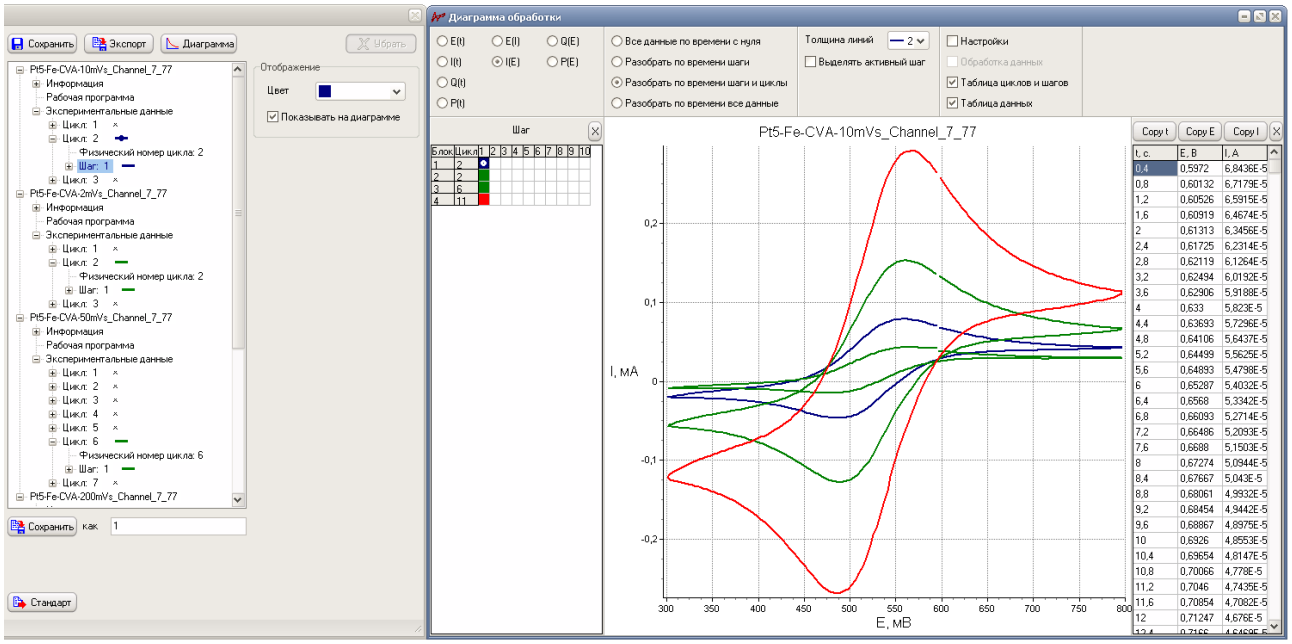
Каждый канал прибора имеет в своем составе высокопроизводительный 32-разрядный микроконтроллер с Cortex M3 ядром. Именно этот компонент ответственен за выполнение прибором загруженной в него рабочей программы. В отличие от приборов предыдущих поколений, которые работали от части под контролем компьютера, новая платформа, на которой реализован потенциостат P-20X8, выполняет рабочую программу полностью независимо от компьютера. То есть, микроконтроллер каждого канала сам следит за выполнением программы, задает рабочие режимы, диапазоны, отслеживает перегрузки, признаки остановок эксперимента и аварийные ситуации, инкрементирует (рассчитывает) заряды и времена. В процессе работы компьютер используется только для визуализации эксперимента.

Также большим положительным моментом является то, что многоканальный потенциостат может работать и без компьютера. Действительно, компьютер необходим только для редактирования параметров и запуска эксперимента, а также, для отгрузки экспериментальных данных из прибора. То есть, поле запуска работы, и того, как экспериментатор убедился, что эксперимент идет корректно, прибор можно отключить от компьютера, и это никак не скажется на выполнении рабочей программы. Эта особенность чрезвычайно полезна при рутинных долговременных экспериментах (сутки, недели), первоначально для которых и создавался этот прибор. Также, в результате, один компьютер теперь может обслуживать фактически любое количество приборов. В любой момент прибор может быть обратно подключен к компьютеру для проверки состояния эксперимента или его остановки с последующей загрузкой экспериментальных данных.

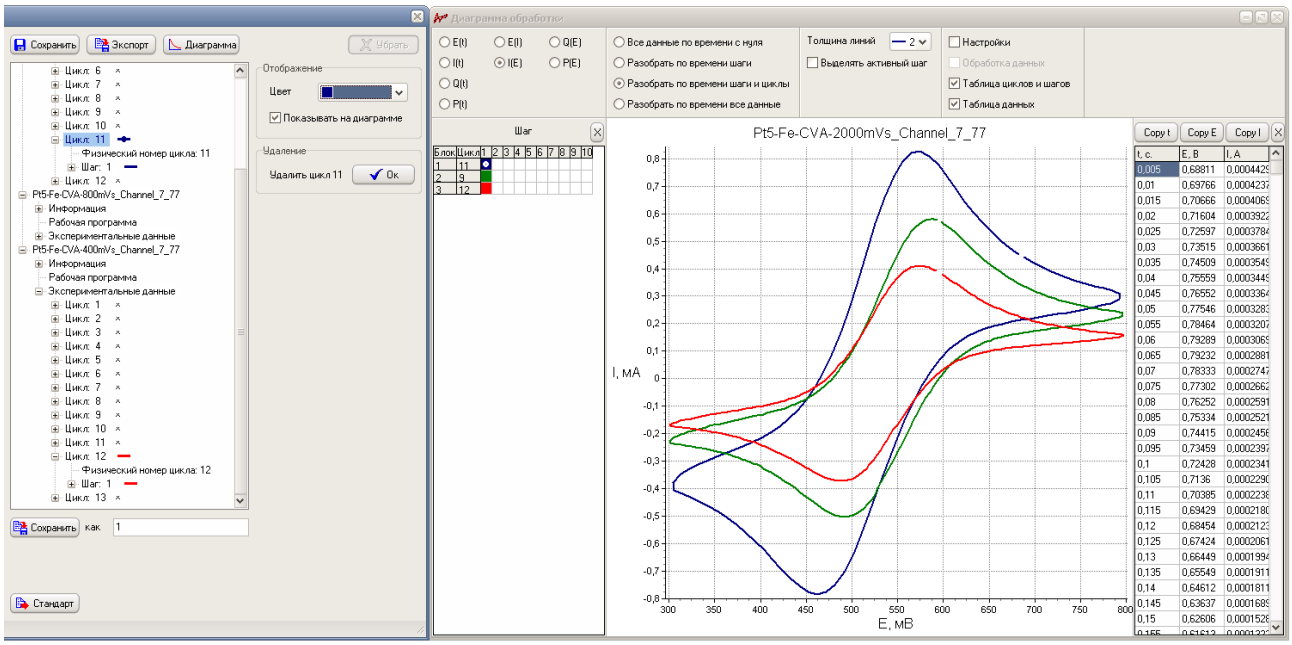
6. Примеры экспериментальных данных

Ниже приведены вольтамперограммы некоторых интересных и не самых элементарных экспериментов. Эти данные не претендуют на какую либо научную значимость и каноничность. Они приведены лишь целью демонстрации возможностей стандартного серийного прибора.

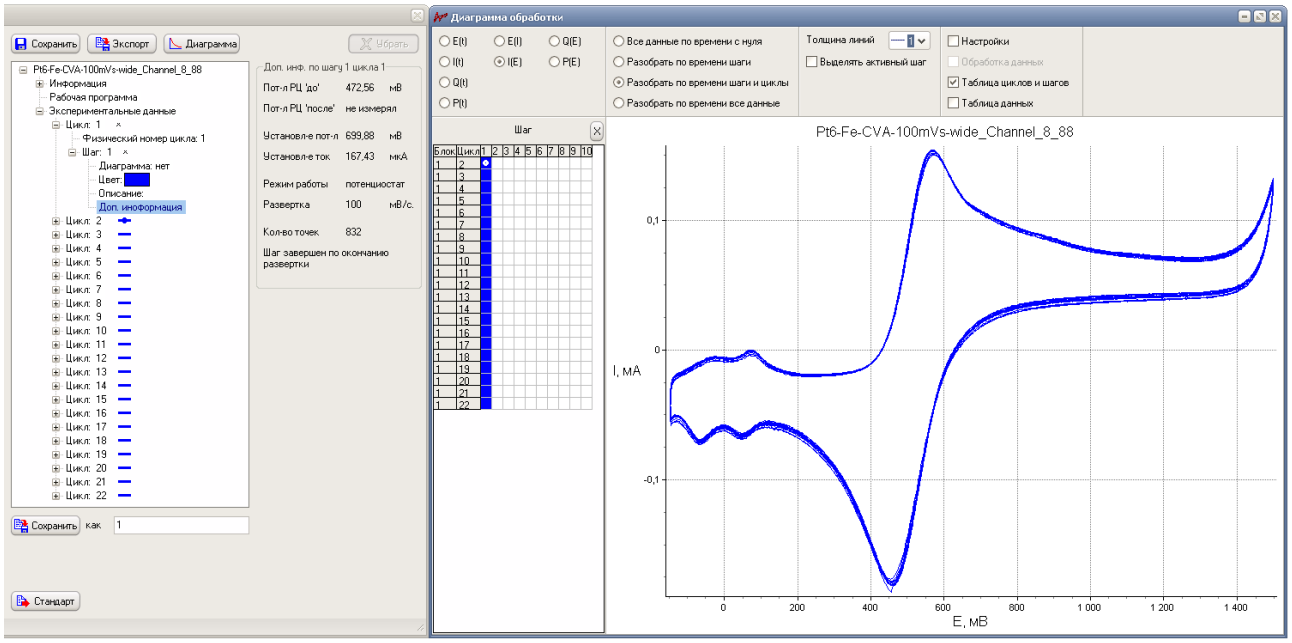
Платиновый рабочий электрод, серная кислота 1М, хлорсеребрянный электрод сравнения, Fe 2+, набор скоростей разверток от 2 до 200 мВ в секунду:



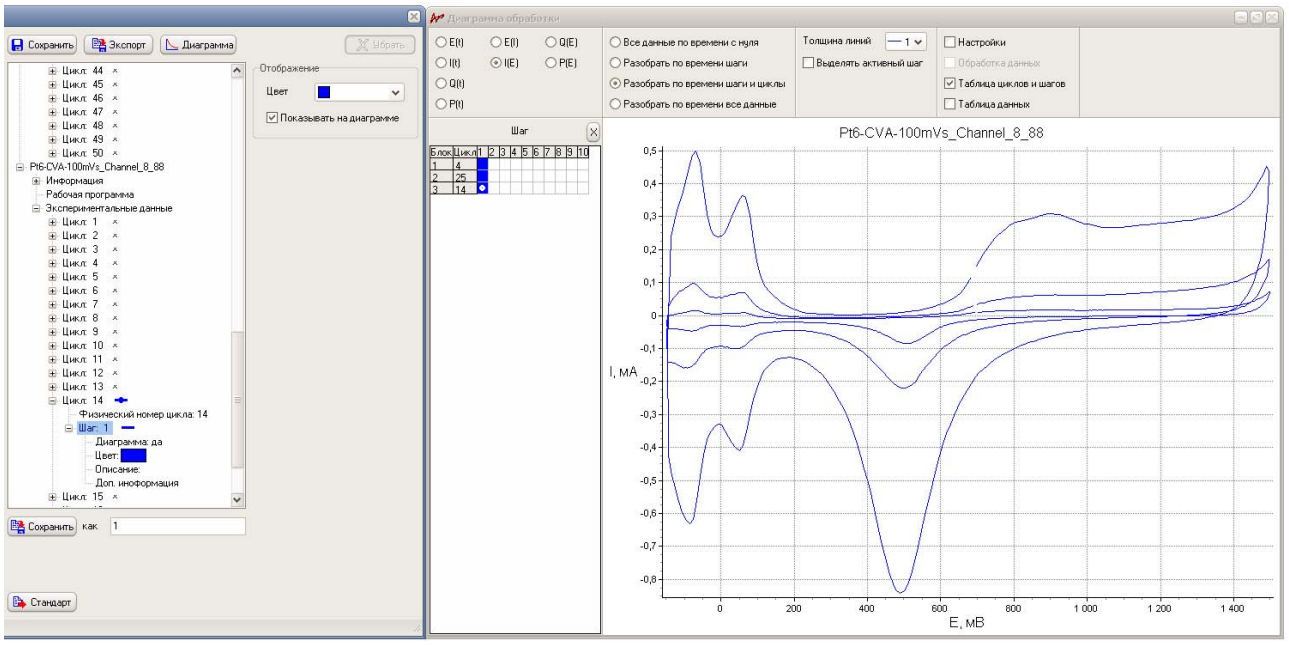
Платиновый рабочий электрод, серная кислота 1М, хлорсеребрянный электрод сравнения, Fe 2+, набор скоростей разверток от 400 до 2000 мВ в секунду:



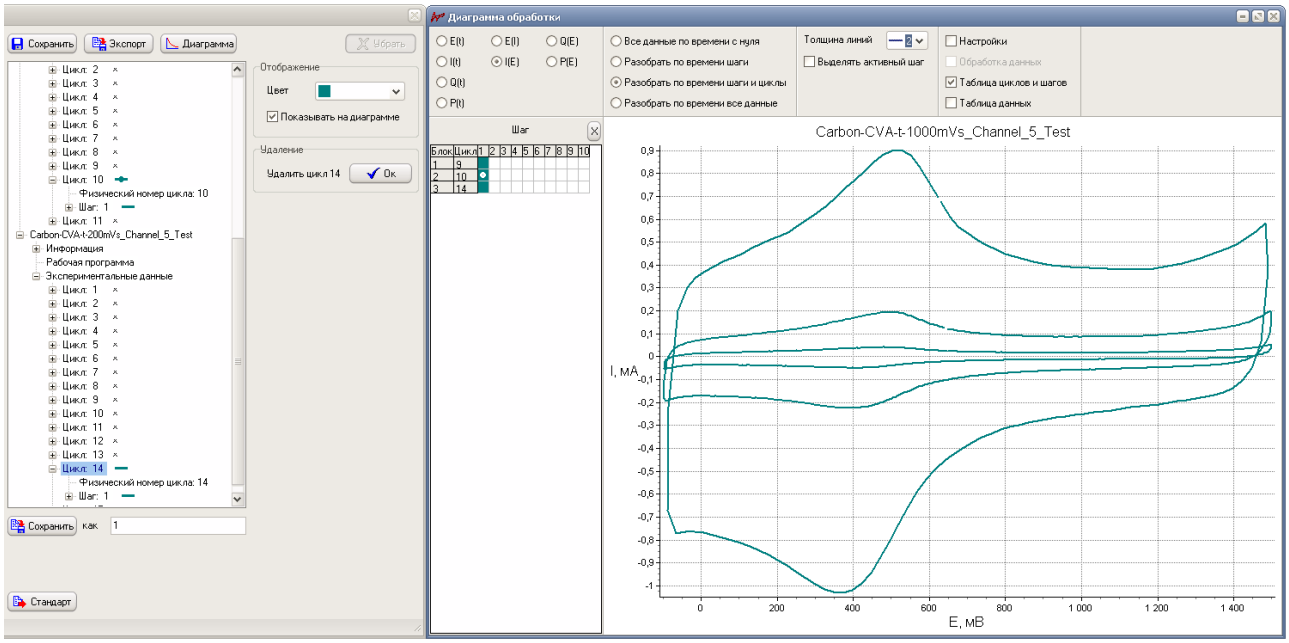
Платиновый рабочий электрод, широкий интервал потенциалов, серная кислота 1М, хлорсеребрянный электрод сравнения, Fe 2+, скорость развертки 100 мВ в секунду, показаны все циклы со второго по 22-й:



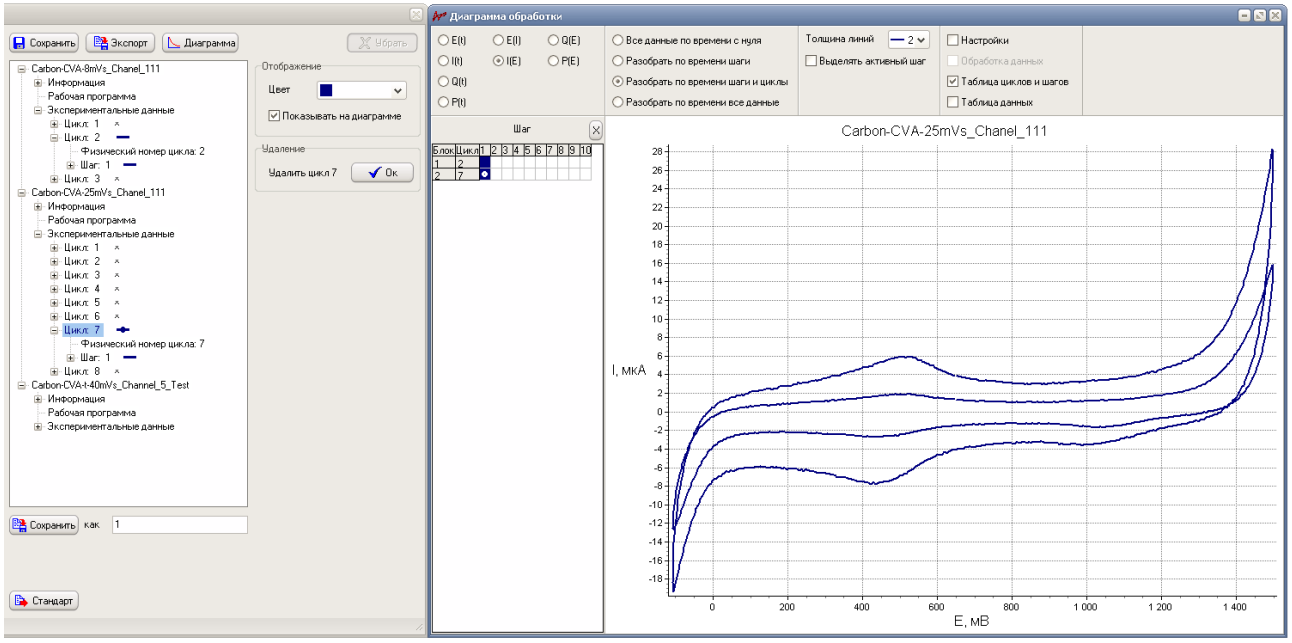
Платиновый рабочий электрод, серная кислота 1М, хлорсеребрянный электрод сравнения, набор скоростей разверток от 100 до 2000 мВ в секунду:



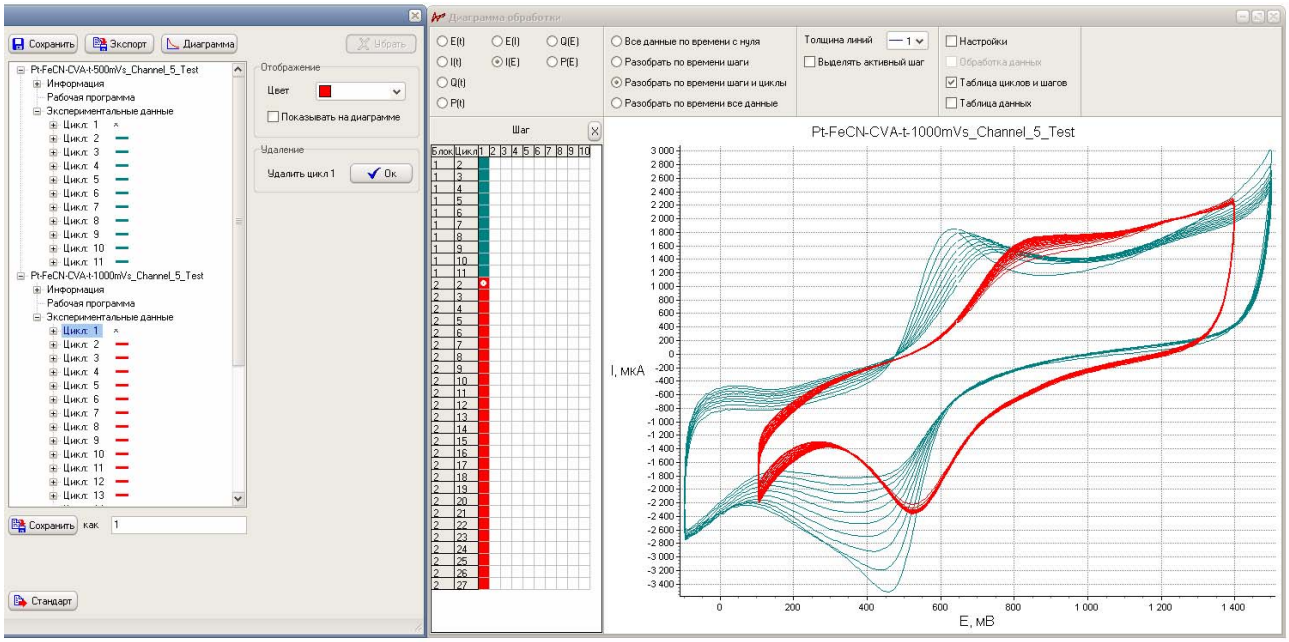
Стеклоуглеродный рабочий электрод, серная кислота 1М, хлорсеребрянный электрод сравнения, набор скоростей разверток от 200 до 5000 мВ в секунду:



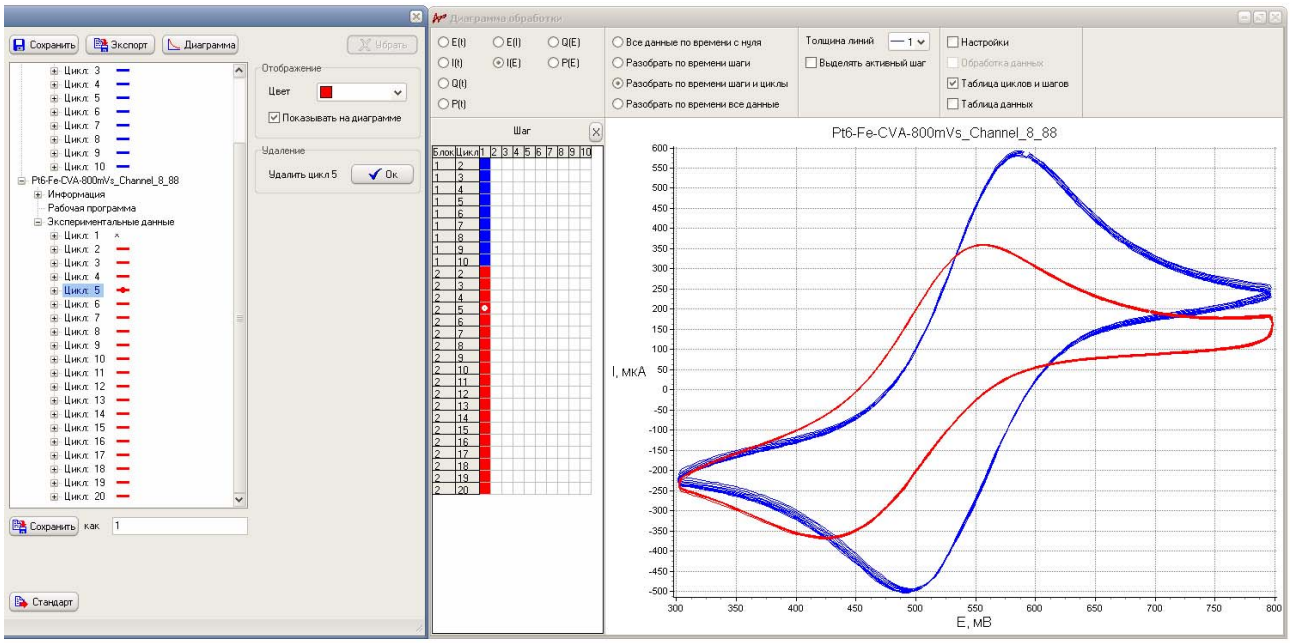
Стеклоуглеродный рабочий электрод, серная кислота 1М, хлорсеребрянный электрод сравнения, скорости разверток 8 и 25 мВ в секунду:



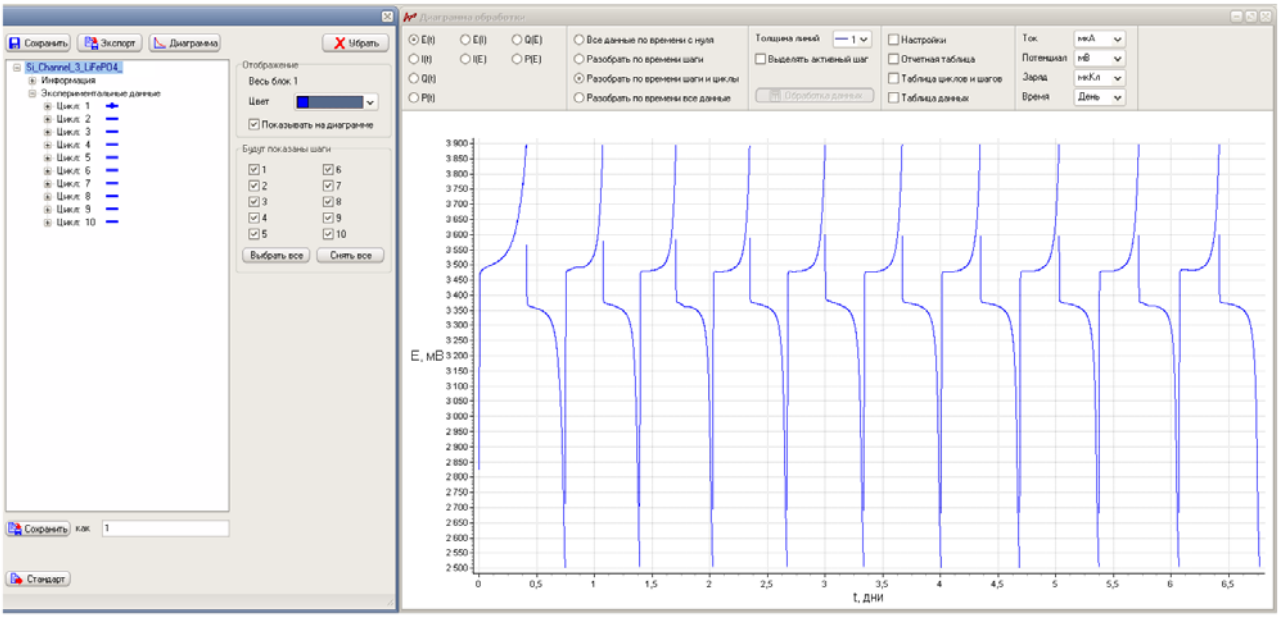
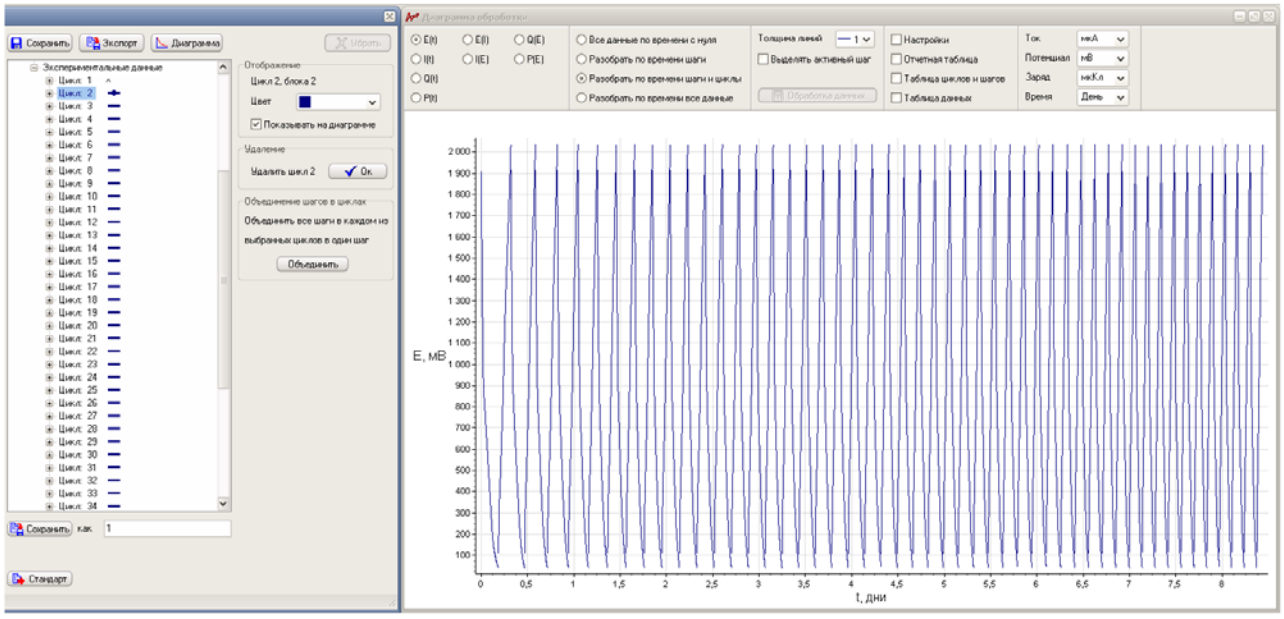
Два эксперимента. Платиновый рабочий электрод, серная кислота 1М, хлорсеребрянный электрод сравнения, гексоцианоферрат калия, две скорости развертки 500 и 1000 мВ в секунду в различных интервалах развертки и на различных стадиях пребывания электрода в растворе, несколько циклов для каждого блока данных:



Два эксперимента. Два различных платиновых рабочих электрода, серная кислота 1М, хлорсеребрянный электрод сравнения, Fe 2+, скорость развертки 800 мВ в секунду, несколько циклов для каждого блока данных:



Пример длительного циклирования трехэлектродной литиевой ячейки:



Пример длительного циклирования суперконденсаторной ячейки: