



МОДУЛЬ ЧАСТОТНОГО АНАЛИЗАТОРА «FRA-24M»

***РУКОВОДСТВО ПО ЭКСПЛУАТАЦИИ
СОВМЕСТНО С МОДЕЛЯМИ ПОТЕНЦИОСТАТОВ
P-40X, P-45X, P-50X***

Черноголовка – 2017

www.potentiostat.ru

Уважаемый покупатель, благодарим Вас за приобретение нашего оборудования. Настоящее руководство по эксплуатации содержит сведения о принципе работы и характеристиках модуля частотного анализатора FRA-24M.

Модуль FRA-24M предназначен для измерения электрохимического импеданса на переменном токе. Он работает совместно с потенциостатами, имеющими возможность установки такого модуля.

При установленном модуле FRA-24M у потенциостата, в дополнение к штатным постоянноточным (и импульсным) режимам работы, появляется также режим измерения электрохимического импеданса. Импеданс измеряется в стационарном режиме, при необходимости при постоянноточковой поляризации (при заданном постоянном потенциале или токе). Режим измерения импеданса может быть встроен в программатор в качестве одного или нескольких шагов так же, как и другие методы работы (стационарный, ЦВА, линейная развертка и т.д.).

Модуль частотного анализатора осуществляет автоматическую развертку частоты в заданном пользователем интервале и обеспечивает регистрацию переменных сигналов тока и потенциала. Микропроцессор потенциостата производит их обработку, в том числе и фурье-анализ, и сохраняет данные действительной и мнимой частей для каждой рабочей частоты в энергонезависимой памяти. Программное обеспечение ES8 производит при этом отображение хода работы, выводит необходимые параметры как в цифровом, так и в графическом представлении, при необходимости рассчитывает дополнительные переменноточковые параметры (значение модуля импеданса, сдвиг фаз и т.д.) и также выводит их пользователю.

Постоянноточковые значения потенциала и тока при измерении спектра импеданса также регистрируются основным АЦП потенциостата и сохраняются, а их диапазоны определяются возможностями потенциостата-носителя. Имеется возможность автоматического подбора диапазонов тока-сопротивления.

Модуль устанавливается в специальные разъемы на плате управления потенциостата и закрепляется на ней. После установки производится калибровка модуля. Эксплуатация модуля отдельно от прибора-носителя не предусматривается. Эксплуатация модуля с приборами, не предназначенными для установки именно этого модуля, не предусматривается.

Установка модуля в потенциостат и его калибровка производится только изготовителем модуля на его производственных территориях. Установка модуля пользователем не предусмотрена. При необходимости, потенциостат, приобретенный изначально без модуля измерения импеданса, может быть доукомплектован им. При этом модуль будет устанавливаться в потенциостат также только на производстве. Также (чаще) модуль устанавливается в прибор уже изначально, в процессе производства и пользователь приобретает потенциостат с модулем как самостоятельный готовый к работе

единый прибор. Но все же очень рекомендуется приобретение прибора сразу с уже установленным модулем импеданса, а не дооснащение его в дальнейшем.

Модуль FRA-24M никак не влияет на метрологические и постоянноточковые характеристики потенциостата и его собственные функции. В тех экспериментальных методах, в которых импеданс не измеряется, модуль частотного анализатора отключен и никак не участвует в работе прибора.

Как и постоянноточковые характеристики и узлы прибора, модуль частотного анализатора FRA-24M не требует калибровки или перекалибровки пользователем в течение стандартного срока службы. Калибровка модуля производится только на территории и с использованием оборудования предприятия изготовителя.

По всем вопросам, связанным с эксплуатацией и обслуживанием прибора, просьба обращаться по:

Телефону: 8 (495) 720-31-52;

Электронной почте: potentiostat@mail.ru.

Также, просим Вас обращаться по указанному электронному адресу с Ваши просьбами, пожеланиями или замечаниями, касающимися работы прибора и программного обеспечения.

Обновления программ, дополнительную информацию, список продукции и документацию по ней Вы можете найти по адресу в интернете: www.potentiostat.ru.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Технические характеристики	6
2	Устройство и принцип работы	9
3	Эксплуатация модуля	10

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Основные возможности потенциостата-гальваностата, обеспечиваемые модулем частотного анализатора FRA-24M

(дополнительно ко всем возможностям базового блока потенциостата):

- Регистрация спектра импеданса в потенциостатическом режиме с автоматической разверткой частоты при заданном постоянном потенциале*
- Регистрация спектра импеданса в потенциостатическом режиме с автоматической разверткой частоты при заданном постоянном смещении относительно измеренного потенциала разомкнутой цепи*
- Регистрация спектра импеданса в гальваностатическом режиме с автоматической разверткой частоты при заданном постоянном токе*
- Обработка заданного постоянного потенциала или тока во время измерения спектра импеданса так же как в обычном стационарном режиме с контролем защит, пользовательских критериев остановки эксперимента и всех остальных событий и функций потенциостата
- Автоматические диапазоны тока-сопротивления высокоинтеллектуального типа
- Полный анализ, в том числе и фурье синусоидальных сигналов тока и потенциала микропроцессором прибора от этапа оцифровки до расчета АС-данных (действительная и мнимая части импеданса для каждой частоты)
- Встроенная энергонезависимая память экспериментальных как DC-данных (потенциал, ток, время), так и АС-данных
- Возможность встраивания режима измерения импеданса в программатор в качестве любого или нескольких шагов для автоматизации измерений
- Продолжение работы при отключении управляющего ПК

* задаваемые значения постоянного потенциала или его смещения относительно потенциала разомкнутой цепи или постоянного тока определяются выбранным рабочим диапазоном потенциостата-носителя и могут быть и нулевыми для работы в режиме без постоянноточковой поляризации

Таблица 1

Основные характеристики импульсного потенциостатов-гальваностатов Р-40Х, Р-45Х, Р-50Х относящиеся к работе модуля частотного анализатора FRA-24М, при установленном модуле (дополнительно к базовым характеристикам потенциостата)

Основные параметры:			
Прибор носитель	P-40X	P-45X	P-50X
Количество каналов частотного анализатора	1 на ток и 1 на потенциал (обрабатывается один канал потенциостата)		
Тест сигнал	синусоидальный		
Контроль ячейки	Потенциостатический и гальваностатический (обеспечивает потенциостат)		
Частотные характеристики:			
Максимальная рабочая частота	500 КГц при диапазонах тока 20 ма, 2000 мкА, 200 мкА, 20 мкА 300 КГц на диапазоне тока 200 мА 50 КГц на диапазоне тока 3 А	500 КГц при всех диапазонах тока кроме старшего 50 КГц на диапазоне тока 3 А	500 КГц на диапазоне потенциала 5 В 300 КГц на диапазонах потенциала 15 В и 2 В 100 КГц на диапазоне потенциала 48 В 50 КГц на диапазоне тока 1 А для всех диапазонов потенциала
Минимальная рабочая частота	1 мГц (миллигерц)		
Минимальный шаг частоты	Менее 0.1% между соседними ближайшими частотами во всем интервале рабочих частот		
Общие параметры:			
Максимальная скорость регистрации	До 12 точек (частот) в секунду		
Диапазон рабочих амплитуд по потенциалу (потенциостатический режим)	Диап. потенциостата 2 В: от 450 мВ до 0.5 мВ Диап. потенциостата 5 В: от 1000 мВ до 1 мВ	Диап. потенциостата 1 В: от 220 мВ до 0.25 мВ Диап. потенциостата 2 В: от 450 мВ до 0.5 мВ Диап. потенциостата 5 В: от 1000 мВ до 1 мВ Диап. потенциостата 15 В: от 3.5 В до 3.5	Диап. потенциостата 2 В: от 600 мВ до 0.6 мВ Диап. потенциостата 5 В: от 1200 мВ до 1.2 мВ Диап. потенциостата 15 В: от 3.5 В до 3.5 мВ Диап. потенциостата 48 В: от 12 В до 12 мВ

		мВ	
Максимальная амплитуда переменного тока (гальваностатический режим)	900 мА (диап. тока потенциостата 3 А)	900 мА (диап. тока потенциостата 3 А)	700 мА (диап. тока потенциостата 1 А)
Диапазон измеряемых величин действительной и мнимой составляющих импеданса	1 МОм - 10 МОм	3 МОм - 50 МОм	10 МОм - 30 МОм
АЦП	24 МГц / 2х12 бит		
Генератор синусоидального сигнала	Цифровой синтезатор 10 бит по амплитуде с 6 поддиапазонами тактовой частоты		
Сдвиговые ЦАП каналов регистрации	2х16 бит		
Тип установки модуля	На специальные разъемы внутри потенциостата		
Подключение исследуемого объекта	К штатным разъемам подключения ячейки потенциостата		

2. УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ

Частотный анализатор FRA-24M смонтирован на печатной плате и является модулем мезонинного типа. Он устанавливается на плату-носитель потенциостата. Эксплуатация отдельно от прибора-носителя не предусмотрена.

Частотный анализатор имеет в своем составе 2 высокоскоростных канала АЦП. Один для регистрации переменного сигнала тока, другой для потенциала. Перед подачей сигналов непосредственно на входы АЦП, из них вычитается постоянноточковая составляющая, а оставшиеся переменноточковые сигналы усиливаются. На модуль частотного анализатора анализируемые сигналы тока и потенциала подаются с аналоговой платы потенциостата так же, как и на входы драйверов постоянноточковых АЦП потенциостата.

Также модуль частотного анализатора имеет канал высокостабильного цифрового генератора переменного синусоидального сигнала. Непосредственно с выхода генератора сигнал подается на цифровой делитель для создания необходимой амплитуды переменного сигнала. При использовании методов работы потенциостата, не предусматривающих развертку частоты (например метод ЦВА), выход генератора отключается. С модуля частотного анализатора переменный сигнал подается на суммирующий внутренний вход потенциостата параллельно с задатчиком постоянного сигнала тока или потенциала.

Математическую обработку переменных сигналов, в том числе и фурье-анализ, осуществляет главный микропроцессор потенциостата.

Рабочий режим измерения импеданса очень похож на самый простой потенциостатический или гальваностатический постоянноточковый режим работы. Главное отличие заключается в дополнительном наложении на постоянный сигнал тока или потенциала – переменного сигнала и регистрация спектра импеданса специализированным АЦП с последующей цифровой обработкой данных.

В качестве настроек самого режима пользователь выбирает диапазон рабочих частот (от - до), амплитуду переменного сигнала, количество точек-частот. Также имеется отключаемая возможность выполнить обратный ход развертки частоты (от конечной к начальной сразу после выполнения прямого прохода), а также настройки приоритетов – на минимальное время работы или на максимальную точность.

При активации функции автоматического диапазона тока в потенциостатическом режиме, для выбора того или иного диапазона, прибор для каждой рабочей частоты анализирует модуль измеренного импеданса, постоянноточковые значения тока и потенциала, историю переключения диапазонов, уровень переменного сигнала, его зашумленность, диапазон усиления, а также множество других параметров. На основании анализа всех этих данных производится выбор того или иного соседнего диапазона тока. Начинается же работа всегда с заданного пользователем изначального

диапазона тока. В разных условиях работы (например, при различных амплитудах переменного сигнала) прибор может выбирать разные диапазоны тока даже для регистрации спектра импеданса одного и того же образца.

3. ЭКСПЛУАТАЦИЯ МОДУЛЯ

Модуль FRA24-M эксплуатируется только в составе потенциостата носителя.

Для пользователя модуль частотного анализатора является точно такой же частью потенциостата, как и все остальные (например, блок питания или плата управления). Внешне, потенциостат с модулем частотного анализатора ничем не отличается от потенциостата без него. Поэтому требования и указания при работе с потенциостатом, укомплектованным модулем частотного анализатора, точно такие же, как и к самому потенциостату. С ними Вы можете ознакомиться в инструкции по эксплуатации к потенциостату.

Ввиду того, что метод измерения электрохимического импеданса является прецизионным методом, и использует в работе сигналы очень малых амплитуд как потенциалов, так и токов, при работе с трехэлектродными ячейками, и высокоимпедансными двухэлектродными, **обязательно требуется аккуратное экранирование**. При этом экран (как правило, но) не обязательно должен быть подключен к заземляющему разъему прибора. В некоторых случаях лучший результат может дать подключение экрана к Counter электроду, через резистор сопротивлением 5-20 Ом. В любом случае экран не должен быть расположен близко к высокоимпедансным объектам, так как это может создать паразитные емкостные эффекты. На высоких частотах неаккуратное применение экрана может полностью исказить импедансный спектр. Будьте также аккуратны при использовании в работе дополнительного оборудования, например термостатов или печей. Они не только могут создать электрические наводки и помехи, но также внести и паразитные емкостные искажения от своих стенок и конструкций в исследуемую электрохимическую ячейку.

В потенциостатическом режиме имеется возможность включения автоматического подбора диапазона тока-сопротивления. Важным и необходимым условием адекватной работы этой функции является **максимально точный выбор изначального диапазона тока**, который задает пользователь. Чем точнее будет выбран изначальный диапазон тока, тем более аккуратно будет промерян спектр импеданса, даже в случае использования автоматического диапазона тока.

Потенциостат-носитель имеет несколько диапазонов потенциала. Старайтесь выбирать диапазон потенциала в соответствии с типом исследуемого объекта. Более грубые диапазоны потенциала обеспечивают менее точное измерение импеданса, однако на тонких диапазонах невозможно измерить импеданс некоторых объектов (например, для работы с литиевыми батареями и аккумуляторами предназначен диапазон потенциала 5 В).

Таблица 2

Рекомендуемые рабочие режимы в зависимости от типа исследуемого объекта

Исследуемый объект	Рекомендуемый режим работы
Обычная симметричная двухэлектродная ячейка, минимальный импеданс выше 10 Ом	Потенциостатический, при импедансах выше 1000 Ом требуется экранирование
Симметричная двухэлектродная ячейка, минимальный импеданс ниже 10 Ом, но выше 100 мОм	Потенциостатический или гальваностатический, по обстоятельствам, предпочтительней поетнциостатический, рекомендуется 4хэлекетродное, или хотя бы четырехточечное подключение
Высокопроводящие материалы, минимальный импеданс ячейки ниже 100 мОм	Только гальваностатический режим, только четырехэлектродное или четырехточечное подключение
Конденсаторы, суперконденсаторы, ионисторы и тп	Потенциостатический режим, с предварительным контролем запряда образца. Четырехточечное подключение.
Топливный элемент	Рекомендуется потенциостатический режим, но в редких случаях может быть и гальваностатический. До 5 последовательных ячеек. Четырехточечное подключение
Литиевые батареи и аккумуляторы	Потенциостатический или гальваностатический режим по обстоятельствам. Максимально одна ячейка. Четырехточечное подключение
Другие типы аккумуляторов и батарей	Потенциостатический или гальваностатический по обстоятельствам. Одна, максимум две ячейки. Четырехточечное подключение
Жидкостные трехэлектродные ячейки	Потенциостат / гальваностат - по обстоятельствам. Аккуратное экранирование электрода сравнения. Как правило не рекомендуются частоты выше 100 КГц