

Bedienungsanleitung

Potentiostat/Galvanostat 1030PC.T.



Fragen und Anregungen richten Sie bitte an:

| | | | |
|---|--------------------|--|----------------------|
| Jaissle Elektronik GmbH Spitalhaldenweg 4 71336 Waiblingen | | Ingenieurbüro Peter Schrems Am Eppertshäuser Pfad 2 64839 Münster | |
| Telefon: | 07151/81112 | Telefon: | 06071/612 403 |
| Fax: | 07151/28204 | Fax: | 06071/612 404 |

Einleitung

Der Potentiostat/Galvanostat ist ein schnelles und präzises Regelgerät zur Untersuchung elektrochemischer Prozesse. Die Geräte wurden in der Vergangenheit überwiegend in der Korrosionsforschung eingesetzt. Mittlerweile ergeben sich aber immer neue Anwendungsmöglichkeiten in Bereichen Biochemie und der Biosensorik.

Die Geräte der Firma Jaisle sind grundsätzlich in Analogtechnik aufgebaut, was bedeutet, daß die Geräte praktisch keine Störstrahlung haben und somit dem elektrochemischen Prozeß nicht störend beeinflussen. Außerdem sind die Geräte sehr schnell, da die Regelgeschwindigkeit nur von den Anstiegszeiten der verwendeten Bauelemente abhängt. Laufzeitverzögerungen durch digital berechnete Regel- oder Filterfunktionen gibt es nicht.

Alle Jaisle-Potentiostaten können grundsätzlich eigenständig betrieben werden, d.h. sie sind mit allen Anzeigen- und Bedienelementen für den Stationären Betrieb ausgestattet. Weiterhin sind alle Geräte mit den für eine Computersteuerung notwendigen Ein- und Ausgängen ausgerüstet. Somit sind die Potentiostaten universell einsetzbar.

Da diese Eigenschaften auch auf die älteren Geräte der Firma Jaisle zutreffen, können auch diese Geräte mit einer Computersteuerung nachgerüstet werden.

Wichtiger Hinweis:

Das Regelverhalten der Potentiostaten ist weder gedämpft noch durch irgendwelche Hoch-, Tief- oder Bandpaß-Filter eingeschränkt. Die Geräte arbeiten über die gesamte spezifizierte Bandbreite stabil. Es kommt daher immer wieder vor, daß Kunden bei Ihren Messungen Rauschen oder instabiles Regelverhalten bemerken, was möglicherweise bei Geräten anderer Hersteller nicht auftritt.

Dieses Verhalten ist in praktisch allen Fällen den **Umgebungseinflüssen** zuzuordnen. Hat der verwendete Elektrolyt eine geringe Leitfähigkeit, so wird die Meßanordnung durch den hochohmigen Meßeingang für die Bezugselektrode regelrecht zu einer Antenne. Der Potentiostat versucht diese Störsignale zu regeln, was zu den genannten Instabilitäten führt.

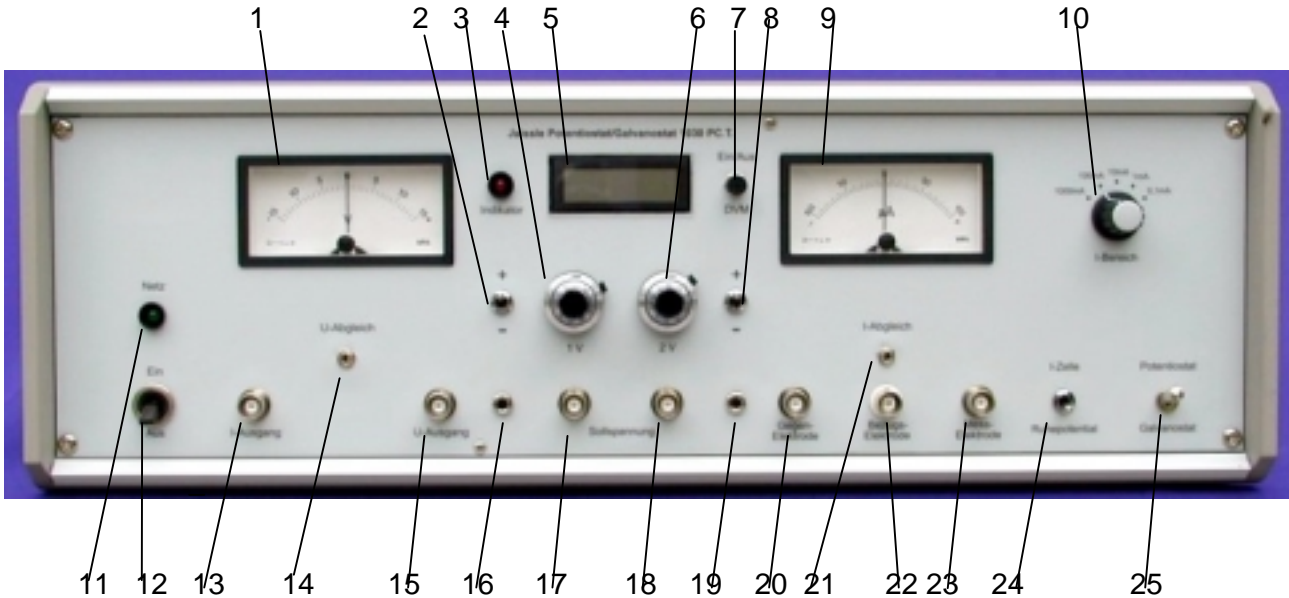
Wir sind der Auffassung, daß vor Schaltungstechnischen Maßnahmen zumindest im Laborbetrieb immer zuerst die Meßanordnung abgeschirmt werden sollte. Idealerweise sollte die Meßzelle in einen Faradaykäfig gestellt werden. Zeigt sich im Laborbetrieb, daß im Feldeinsatz Filter eingesetzt werden müssen, so steht dem nichts im Wege. Wird aber schon im Laborbetrieb mit Filtern gearbeitet, so kann es passieren, daß wichtige Informationen zur Beurteilung des Systems einfach fehlen.

Sollte ein solcher Fall bei Ihnen auftreten, sprechen Sie uns an. Wir unterstützen Sie gerne mit unseren Erfahrungen.

Potentialtrennung:

Der Gerätetyp 1030 PC.T. - PT ist intern mit zwei Transformatoren zur vollständigen Potentialtrennung des Potentiostaten ausgestattet. Dadurch entsteht keine Beeinträchtigung der Messung, wenn die Arbeitselektrode eine Verbindung zum Erdpotential aufweist.

Anzeige und Bedienelemente



1. Anzeigeelement Ansteuerspannung des Potentiostaten bis ca. +/- 13V zwischen Gegenelektrode und Meßelektrode.
2. ± Polaritätsschalter für interne Sollspannung, max. 1V.
3. Indikator bei Freiem Korrosionspotential und Übersteuerungsanzeige.
4. Potentiometer zum Einstellen des internen Sollwertes 1V.
5. Das Digitalvoltmeter zeigt das Potential Bezügelektrode gegen Meßelektrode.
6. Potentiometer zum Einstellen des internen Sollwertes 2V.
7. Ein / Aus Schalter für Digitalvoltmeter (DVM) Sollspannung.
8. ± Polaritätsschalter für interne Sollspannung, max. 2V.
9. Analog Anzeige des in der Zelle fließenden Stromes. ± 0 bis 100 % des eingestellten I-Bereiches.
10. Strom-Bereichsschalter 1000mA bis 0,1mA.
11. Kontrollanzeige Netz Ein/Aus.
12. Kippschalter Potentiostat Ein/Aus.
13. Strom in der Elektrochemischen Zelle. Der Ausgang liefert einen dem eingestellten Strombereich proportionalen Spannungswert (max. ± 10V).
14. Null-Abgleich des Aussteuerungs-Instrumentes.
15. Ausgang Potential Bezügelektrode gegen Meßelektrode.
16. Erdungsbuchse.
17. Eingang für externe Sollspannung (Scanner von ELCM-Kit).
18. Zweiter Eingang für externe Sollspannung (Scanner von ELCM-Kit) (arbeiten addierend).
19. Erdungsbuchse.
20. Anschluß der Gegenelektrode
21. Null-Abgleich des Instrumentes I-Bereich.
22. Anschluß der Bezügelektrode
23. Anschluß zur Mess-Elektrode
24. Umschalter für die Betriebsarten Freies Korrosionspotential / I-Zelle.
25. Umschalter für die Betriebsarten Potentiostat / Galvanostat

Auf der Rückseite ist der Potentiostat mit folgenden BNC-Buchsen ausgestattet:



- Position des I-Bereichs Schalters, 1000mA = 5V ... 0,1mA = 1V. Dient zur Erkennung des I-Bereiches und zur Berechnung des Stromes bzw. der Stromdichte in unserer Software **EcmWin**.
- Strom-Ausgang zum externen Meßgerät mit Besselfilter
- Sollspannungseingang
- Strom-Ausgang mit Verstärker (10V x 10)
- Steuereingang für die Betriebsarten Ruhepotential / I-Zelle für Ring und Scheibe, Ein = 5V TTL-Pegel.
- Stromausgang max. 1V proportional
- Sicherung 0,5 A mittelträge
- Anschlußstecker für externes Ladegerät
- Sicherung 0,5 A mittelträge

Definition einiger wichtiger Begriffe:

Freies Korrosionspotential: Bezeichnet das Potential, das sich in der Meßzelle zwischen der Meßelektrode und der Bezugelektrode einstellt, wenn der Meß- bzw. der Regelkreis geöffnet ist und kein Strom zwischen Gegenelektrode und Meßelektrode fließen kann. In der Vergangenheit und bei der Gerätebeschriftung vielfach auch **U-RUHE** oder **Ruhepotential** genannt.

Die Aufgaben des Potentiostaten sind:

- Messen des freien Korrosionspotentials einer oder zwei Mess- (Arbeits) Elektrode gegen das Potential einer Bezugelektrode bei geöffnetem Stromkreis.
- Konstanthalten des Potentials der Meßelektrode(n) gegen die Bezugelektrode bei geschlossenem Stromkreis.
- Verändern des Potentials der Messelektrode(n) entsprechend einer internen oder externen Sollspannung durch Änderung des in der elektrochemischen Zelle fließenden Stromes. Das Sollpotential kann stationär, quasistationär oder dynamisch sein.

Wirkungsweise

Der Potentiostat ist ein Regelgerät, das die Aufgabe hat, die Meßelektrode einer elektrochemischen Zelle auf einem konstanten, mit dem Sollspannungsgeber einstellbaren Potential gegenüber einer Bezugelektrode zu halten. Zu diesem Zweck verstärkt der Potentiostat jede kleine Abweichung des Potentials der Meßelektrode von der Sollspannung und regelt damit den durch die Zelle, zwischen Meßelektrode und Gegenelektrode fließenden Strom.

Inbetriebnahme

Wenn Sie das erste Mal mit einem Potentiostaten arbeiten, sollten Sie das Gerät zunächst manuell bedienen um sich mit den Gegebenheiten einer elektrochemischen Zelle vertraut zu machen. Die manuelle Betriebsart ist auch sinnvoll, wenn Sie neue Materialien untersuchen wollen und nicht genau wissen, wie das System einzustellen ist. Erst wenn Ihnen die Arbeitsweise klar ist und Sie die Eckdaten für Ihre Messung einschätzen können, sollten Sie den Computer bzw. die Software einsetzen.

Vor der Inbetriebnahme des Potentiostaten beachten Sie bitte folgenden Punkte:

Mit dem Kippschalter Netz **[12]** wird das Geräte eingeschaltet. Ist keine Meßzelle angeschlossen, so zeigt das Gerät möglicherweise ein unsinniges Potential an. Die Stromanzeige steht auf Null. Stellen Sie den Kippschalter **[24]** auf Ruhepotential, bevor Sie die Meßzelle anschließen. Damit ist sichergestellt, daß kein Strom die Zelle belastet.

Potentiostatische Messung

Den Kippschalter Ruhepotential/I-Zelle **[24]** auf Ruhepotential, und den Kippschalter Potentiostat / Galvanostat **[25]** in Stellung Potentiostat schalten.

Nun kann die Meßzelle ohne Gefahr an den Potentiostaten angeschlossen werden. Es fließt kein Strom durch die Zelle.

Ist die Meßzelle angeschlossen, so zeigt das Digitalvoltmeter **[5]** das freie Korrosionspotential zwischen der Meßelektrode und der Bezugselektrode (Anzeige ohne Komma in mV). Die Indikator-LED **[3]** leuchtet, da das freie Korrosionspotential die Verstärker durchsteuert. Es fließt kein Strom in der Zelle.

Das Freie Korrosionspotential sollte ruhig auf einem Wert stehen oder langsam driftend einem Endwert zustreben. Springt das Potential, so ist normalerweise ein Fehler im Aufbau der Meßzelle. Möglicherweise ist eine Luftblase im Stromschlüssel oder in der Bezugselektrode.

- Sind alle elektrischen Verbindungen in Ordnung ?
- Wird die Meßelektrode und der Stromschlüssel ausreichend von dem Elektrolyten umspült ?

Prüfen Sie diese Punkte und stellen Sie sicher, daß das angezeigte freie Korrosionspotential stabil ist. Nur dann hat es Sinn, die Messung fortzusetzen.

Hat sich ein stabiles Potential eingestellt so können Sie nun mit dem Kippschalter **[2]** die Polarität die das Ruhepotential der Elektrode hat, wählen. In den meisten Fällen wird sich ein Potential zwischen ± 1000 mV einstellen. Nun drehen Sie das Sollwert-Potentiometer (**[4]** nach rechts. Beobachten Sie den Indikator **[3]**. Ist die Sollspannung gleich dem freien Korrosionspotential, erlischt die Indikator-LED. Nun kann das Potentiometer arretiert werden (speichern des Ruhepotentials) und gefahrlos auf I-Zelle **[24]** geschaltet werden.

Anmerkung:

Durch die hohe Verstärkung der internen Regelverstärkers wird es nicht immer gelingen, das die Indikator-LED ganz erlischt. Dies ist aber auch nicht nötig. Bereits ein kurzes Erlöschen bedeutet, daß das Ruhepotential auf Bruchteile eines mV genau eingestellt

wurde. Wenn das Ruhepotential konstant bleibt, fließt kein Strom, wenn auf I-Zelle geschaltet wird.

Nun kann mit dem zweiten internen Sollspannungs-Geber [6] oder auch von extern kathodisch oder anodisch polarisiert werden. Die Polarität bezieht sich dabei auf die Meßelektrode. Achten Sie auf die Anzeige des Strom-Instrumentes [9] und stellen Sie ggf. den I-Bereichsschalter [10] so, daß der Zeiger im oberen Bereich der Skala ist.

Die Indikator-LED übernimmt jetzt die Funktion als Übersteuerungsanzeige. Leuchten die LED so ist die maximale Ausgangsspannung des Potentiostaten erreicht. In diesem Fall ist eine sichere Potentialregelung nicht mehr gewährleistet. Außerdem wird die Aussteuerspannung auch noch an dem Instrument [1] angezeigt.

Zur Registrierung der Messung können Sie an die Buchsen U-Ausgang [15] und I-Ausgang [13] einen Kennlinien-Schreiber anschließen. An den Buchsen Sollspannung [17,18] können beliebige Sollspannungen wie z.B. Sinus, Dreieck, Rechteck der internen Sollspannung überlagert werden. Wollen Sie die Ansteuerung und die Registrierung komfortabel gestalten so können Sie dies natürlich auch mit einem unserer ELCM-Kit's in Verbindung mit unserer Software **EcmWin**.

Achtung:

Die Mess-Elektrode liegt virtuelle an Erde, sie darf deshalb nicht geerdet werden. Die Abschirmung des Kabels zur Bezugselektrode darf ebenfalls nicht geerdet werden. Durch eine spezielle Schaltung wird die Kabelkapazität kompensiert.

Galvanostatische Messung

Der **1030PC.T** kann als Potentiostat oder Galvanostat eingesetzt werden. Soll das Gerät als Galvanostat arbeiten, so schalten Sie den Potentiostat zunächst auf Ruhepotential und prüfen Sie, daß die Potentiometer [4,6] auf Null sind. Dann schalten Sie den Kippschalter Potentiostat/Galvanostat. [25] in Stellung Galvanostat. Wenn Sie nun auf I-Zelle [24] schalten, darf in der Zelle kein Strom fließen. Erst wenn Sie eines der Potentiometer [4,6] hochdrehen, fließt in der Zelle ein Strom. Die Polarität des Zellenstromes wird mit den Kippschaltern [2,8] eingestellt. Die Größe des Stromes wird am Bereichsschalter I-Bereich [10] in mA gewählt, d.h. Sie können mit dem Potentiometer eine Strom von Null bis zu dem durch den Bereichsschalter eingestellten Endwert fließen lassen, sofern die Widerstandsverhältnisse der Meßzelle dies zulassen.

An den Buchsen Sollspannung [17,18] kann der Strom durch eine angelegte Sollspannung ± 0 bis 1000 mV dynamisch gesteuert werden. Die Sollspannungsgeber [4,6] müssen dann auf 0 gestellt werden.

Mit einer Ohmschen Ersatzzelle kann eine Prüfung des Potentiostaten einfach durchgeführt werden. Schließen Sie zwei Widerstände wie nachfolgend abgebildet an den Potentiostaten an.

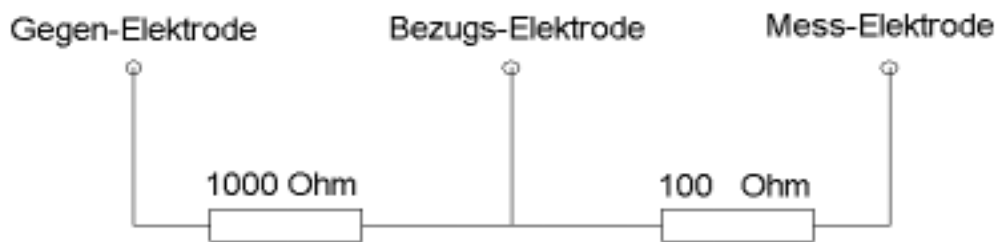


Abbildung 3

Entfernen Sie alle externen Signalleitungen, die eine Sollspannung in den Potentiostaten einspeisen könnten.

Nach dem Einschalten des Potentiostaten zeigt das DVM **[5]** 0 mV, wenn der Kippschalter I-Zelle/Ruhepotential **[24]** in Stellung I-Zelle geschaltet ist. Stellen Sie den I-Bereich **[10]** auf 10 mA und die Sollspannung **[4]** auf 1000 mV (Kontrolle am DVM **[6]**). Das μ A Meter **[9]** zeigt Vollausschlag und das Voltmeter **[2]** zeigt 11 V an. Das bedeutet, daß an dem 100 Ohm Widerstand der Ersatzzelle 1000 mV anliegen, der Strom ist:

$$\frac{1000 \text{ mV}}{100 \text{ Ohm}} = 10 \text{ mA}$$

die Ausgangsspannung ist dann:

$$U = 1100 \text{ Ohm} \times 10 \text{ mA} = 11 \text{ V}$$

Oder

$$V = 1 + \frac{R_1}{R_2} = 1 + \frac{1000}{100} = 11 \text{ V}$$

An den BNC-Buchsen Ausgang mißt man:

Am U-Ausgang **[15]** = 1000 mV
 Am I-Ausgang **[13]** = 10.000 mV

Die eingebauten Instrumente zeigen:

- das Mikroamperemeter **[9]** Vollausschlag
- das DVM **[5]** 1000 mV
- das Voltmeter **[1]** 11 V.

Computer-Unterstützung

Wenn Sie den Potentiostaten mit dem Computer steuern und die Meßwerte aufzeichnen wollen, so müssen Sie die Mess- und Signalleitungen des Automatisierungssystems an den Potentiostaten anschließen.

Nun können Sie über die BNC-Buchse an der Geräterückseite die Betriebsart Ruhepotential/I-Zelle schalten. Der Schaltkontakt ist je nach Baujahr des Potentiostaten entweder potentialfrei oder ein 5 V TTL-Pegel.

An den Buchsen U-Ausgang [15] und I-Ausgang [13 bzw. Rückseite] können Sie mit Ihrer Datenerfassung Potential und Strom messen.

Weitere Hinweise können Sie auch im Kapitel Installation der Systembeschreibung zu unserer Software **EcmWin** entnehmen (sofern Sie ein ELCM-Kit erworben haben).

Elektrische Daten

| | |
|---|--|
| Aufbau: | |
| • Instrumente zur Potentialmessung | Digital, 3 ½ stellig, ± 1999 mV |
| • Instrument U-Ausgang Gegen-Elektrode Mess-Elektrode | Indikator LED und Analoganzeige der Aussteuer-Spannung |
| • Instrumente zur Strommessung | analog, 0 - ± 100%, proportional zum eingestellten I-Bereich |
| • Sollspannung Potentiostat | 2 Eingänge für extern, 2 Sollspannungsgeber intern |
| • Sollspannung Galvanostat | Die gleichen Elemente wie für Potentiostat |
| • I-Bereich | manuell, 5 Bereiche |
| • Betriebsart Potentiostat/Galvanostat | manuell |
| • U-Ruhe/I-Zelle | manuell und automatisch durch externen TTL-Pegel (0/5V) |
| • empfohlener Frequenzbereich | 0 bis 5 kHz (je nach eingestelltem Strombereich) |
| • IR-Kompensation | Nein |
| Maße: (BxHxT) | (470 x 155 x 320)mm |

| | |
|---------------------------------------|--|
| Aussteuerbereich | Intern |
| • U-Soll für Potential | ± 1000 mV und ± 2000 mV |
| • U-Soll für I-Konstant | ± 1000 mV |
| | Sollspannung fremd |
| • U-Eingang | ± 8 V |
| • I-Eingang | Gleiche Eingangs-Buchse max ± 1 V für Vollaussteuerung |
| | Ausgänge |
| • U-Ausgang | ± 10 V |
| • I-Ausgang | ± 1000mA max. als proportionales Spannungssignal |
| Ein-/Ausgangswiderstände | |
| Innenwiderstand der Strommessung | Ca. $10^{-4} \Omega$ |
| Eingangswiderstand Bezugelektrode | Ca. $10^{12} \Omega$ |
| Eingangswiderstand Sollspannung fremd | 10 K Ω (U- / I-Eingang) |
| Anstiegsgeschwindigkeit | 10.000V/sec. |
| Strommessung | Analog |
| • I-Bereiche | 1000mA bis 0,1mA |
| • Genauigkeit | 0,25 % |
| • I-Ausgang | 5 Bereiche, 10000mV |
| Spannungsmessung | Analog |
| • U-Ausgang | ± 10V, 0,1% |
| • Digitalvoltmeter | 3 ½ stellig, bis ± 1999 mV, 0,25% |
| U-Gegen Elektrode-Mess-Elektrode | ± 10 V |
| Nullpunktstabilität: | |
| • Bei Netzschwankung um 10% | Ca. 50 μ V |
| Brumm-Rauschen | Ca. 30 μ V (50 Hz) |
| Drift | Ca. 500 μ V/Tag, Ca. 100 μ V/°C |
| Phasenverschiebung | |
| Log. Ausgang | Nein |
| Automatische I-Bereichsumschaltung | Nein |