

# Bedienungsanleitung

## BI-Potentiostat/Galvanostat PG100



*Fragen und Anregungen richten Sie bitte an:*

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

## 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:**

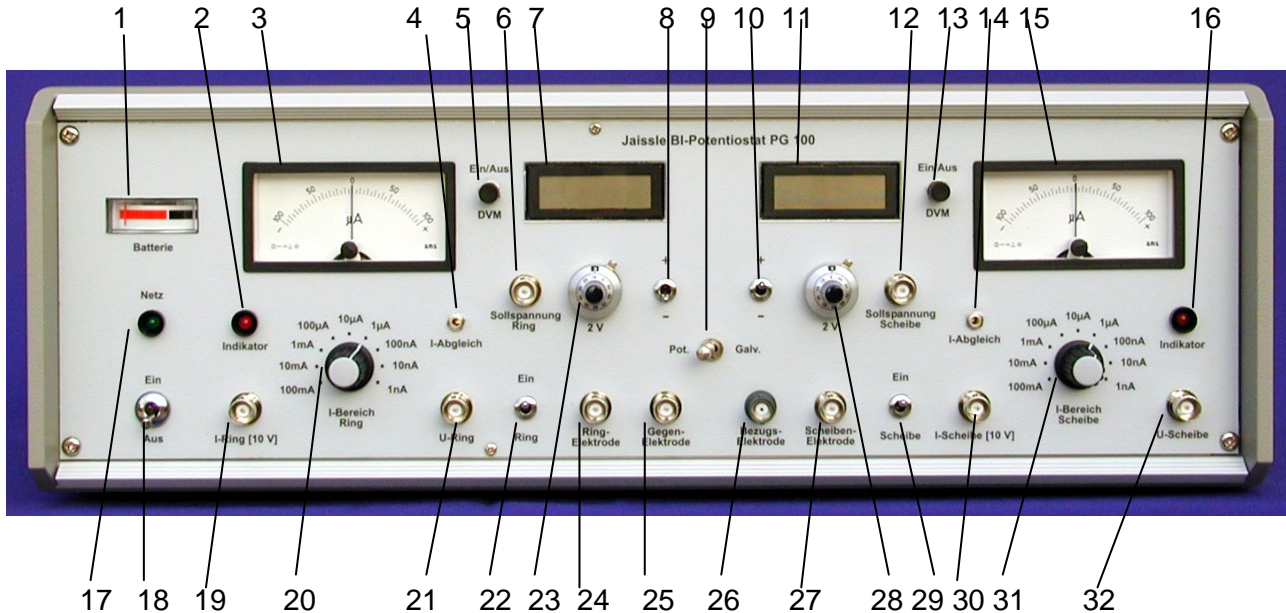
Das Regelverhalten der Potentiostaten ist weder gedämpft noch durch irgendwelche Hoch-, Tief- oder Bandpaß-Filter eingeschränkt. Die Geräte arbeiten über die gesamte spezifizierte Bandbreite stabil. Es kommt daher immer wieder vor, daß Kunden bei Ihren Messungen Rauschen oder instabiles Regelverhalten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

## Anzeige und Bedienelemente



1. Zustandsanzeige eingebaute Akkus.
2. Indikator bei Freiem Korrosionspotential und Übersteuerungsanzeige (Ring).
3. Analog Anzeige des in der Zelle fließenden Stromes.  $\pm 0$  bis 100 % des eingestellten I-Bereiches (Ring).
4. Null-Abgleich des Instrumentes I-Bereich (Ring).
5. Ein / Aus Schalter für Digitalvoltmeter (DVM) Sollspannung (Ring).
6. Eingang für externe Sollspannung (Ring) (Scanner von ELCM-Kit).
7. Das Digitalvoltmeter zeigt das Potential Bezugs- gegenüber Meßelektrode (Ring).
8.  $\pm$  Polaritätsschalter für interne Sollspannung, max. 2 V (Ring).
9. Umschalter für die Betriebsarten Potentiostat / Galvanostat
10.  $\pm$  Polaritätsschalter für interne Sollspannung, max. 2 V (Scheibe).
11. Das Digitalvoltmeter zeigt das Potential Bezugs- gegenüber Meßelektrode (Scheibe).
12. Eingang für externe Sollspannung (Scheibe) (Scanner von ELCM-Kit).
13. Ein / Aus Schalter für Digitalvoltmeter (DVM) Sollspannung (Scheibe).
14. Null-Abgleich des Instrumentes I-Bereich (Scheibe).
15. Analog Anzeige des in der Zelle fließenden Stromes.  $\pm 0$  bis 100 % des eingestellten I-Bereiches (Scheibe).
16. Indikator bei Freiem Korrosionspotential und Übersteuerungsanzeige (Scheibe).
17. Kontrollanzeige, externes Ladegerät eingesteckt (bedeutet nicht, daß das Ladegerät auch am Versorgungsnetz angeschlossen ist).
18. Kippschalter Potentiostat Ein/Aus.
19. Strom in der Elektrochemischen Zelle. Der Ausgang liefert einen dem eingestellten Strombereich proportionalen Spannungswert (max.  $\pm 10$ V) (Ring).
20. Strom-Bereichsschalter Ring 100 mA bis 1 nA.
21. Ausgang Potential Bezugs- gegenüber Meßelektrode (Ring)
22. Umschalter für die Betriebsarten Freies Korrosionspotential / I-Zelle (Ring)
23. Potentiometer zum Einstellen des internen Sollwertes (Ring).
24. Anschluß zur Arbeitselektrode Ring
25. Anschluß der Gegenelektrode
26. Anschluß der Bezugs- gegenüber Meßelektrode

27. Anschluß zur Arbeitselektrode Scheibe
28. Potentiometer zum Einstellen des internen Sollwertes (Scheibe).
29. Umschalter für die Betriebsarten Freies Korrosionspotential / I-Zelle (Scheibe)
30. Strom in der Elektrochemischen Zelle. Der Ausgang liefert einen dem eingestellten Strombereich proportionalen Spannungswert (max.  $\pm 10V$ ) (Scheibe).
31. Strom-Bereichsschalter Scheibe 100 mA bis 1 nA.
32. Ausgang Potential Bezugselektrode gegen Meßelektrode (Scheibe).

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



- Steuereingang für die Betriebsarten Ruhepotential / I-Zelle für Ring und Scheibe, Ein = 5V TTL-Pegel.
- Sollspannungseingang für Ring und Scheibe.
- Position des I-Bereiches für Ring und Scheibe, 100 mA = 9V ... 1nA = 1V. Dient zur Erkennung des I-Bereiches und zur Berechnung des Stromes bzw. der Stromdichte in unserer Software **EcmWin**.
- Stromausgang Scheibe 100V (x100), ist erst auswertbar, wenn das Ausgangssignal 10% des Maximums unterschreitet.
- Besselfilter Scheibe max. 10V
- Besselfilter Ring 1V, 10V, 100V intern umschaltbar.

### Definition einiger wichtiger Begriffe:

**Freies Korrosionspotential:** Bezeichnet das Potential, das sich in der Meßzelle zwischen der Meßelektrode und der Bezugselektrode 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 Bezugselektrode bei geöffnetem Stromkreis.
- Konstanthalten des Potentials der Meßelektrode(n) gegen die Bezugselektrode 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 Bezugslektrode 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.

## Schutz gegen Überspannung

Die aktuellen Rückmeldungen unserer Kunden haben ergeben, daß der BI-PG100 kaum noch für Forschungen an Ring-Scheiben Elektroden sondern weit häufiger für Forschungen im Bereich von Mikroelektroden eingesetzt wird. Bei diesen Forschungen sind sehr häufig Piezotische zur Positionierung der Elektroden im Einsatz. Diese Tische werden mit Spannungen von bis zu 1000V positioniert.

Die Meß-Eingänge des BI-PG 100 (Gegenelektrode, Meßelektrode und Referenz elektrode) sind maximal gegen eine Überspannung von 80V geschützt.

**Es ist daher unbedingt sicherzustellen, daß keine elektrische Verbindung zwischen der Steuerspannung des Tisches und den Meßeingängen des Potentiostaten auftreten. Dies kann zu einer Zerstörung der Meßkreise des Potentiostaten führen. Auch induktive oder kapazitive sollten unbedingt vermeiden werden.**

## 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:***

Der **PG100** arbeitet sowohl im Netz- als auch im Batteriebetrieb. Im Gerät sind zwei 8V Akkus mit einer Leistung von 7,5Ah eingebaut. Bei Vollast reicht dies für einen Dauer von ca. 3 Stunden, bei einer Last im unteren nA-Bereich 10 - 12 Stunden. **Für einen einwandfreien Betrieb muß der Zeiger des Indikators im schwarzen Bereich sein.**

***Das Gerät ist so konstruiert, daß bei Messungen im nA oder pA Bereich der Batteriebetrieb verwendet werden sollte.*** Bei derart hochohmigen Messungen sind Einflüsse der Netzversorgung oder auch **feldgebundene** Störungen z.B. von Hochspannungs- oder Sendeanlagen nie auszuschließen. Außerdem sollte die Meßzelle auf jedem Fall in einen Faradaykäfig gestellt und dessen Gehäuse mit der Erdungsbuchse des Potentiostaten verbunden werden. Eine zusätzliche Verbindung mit einer externen Erde z.B. des Schutzleiters der Netzversorgung sollte wenn dies überhaupt in Betracht kommt, auf jedem Fall auf ihre Tauglichkeit hin verifiziert werden.

Ist das externe Ladegerät in die Anschlußbuchse auf der Rückseite des Potentiostaten eingesteckt, leuchtet die LED [17]. Ist das Ladegerät in die Stromversorgung eingesteckt, werden die Akkus geladen, auch wenn das Gerät ausgeschaltet ist. Die Ladedauer beträgt ca. 5 Stunden. Der Ladevorgang erfolgt automatisch und ist zeitlich unbegrenzt.

Sollte der Potentiostat längere Zeit nicht benutzt werden, so ist das Ladegerät zu entfernen, da die Zustandsanzeige einen kleinen Strom aus den Akkus entnimmt.

Mit dem Kippschalter Netz [18] wird das Geräte eingeschaltet. Ist keine Meßzelle angeschlossen, so zeigt das Gerät möglicherweise ein unsinniges Potential an. Die Stromanzeige steht auf Null. Stellen Sie die Kippschalter [22] und [29] auf aus (unten) bevor Sie die Meßzelle anschließen. Damit ist sichergestellt, daß kein Strom die Zelle belastet.

### **Wichtiger Hinweis:**

Der Potentiostat zeigt auch beiden Seiten einen maximalen Strombereich von 100mA. Der Strom von 100mA kann aber nur einseitig (Scheibe) entnommen werden, d.h. wenn der Potentiostat im Monobetrieb arbeitet. Arbeitet das Gerät als BI-Potentiostat so teilt sich der Strom auf beide Seiten auf also z.B. 60mA Scheibe und 40mA Ring.

## Potentiostatische Messung

Die Kippschalter Ring/Ein [22] und Scheibe/Ein [29] ausschalten (unten), und den Kippschalter Potentiostat / Galvanostat [9] 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 (Ring und Scheibe) angeschlossen, so zeigen die Digitalvoltmeter [7] und [11] das freie Korrosionspotential zwischen den Meßelektroden (Ring [7] Scheibe [11]) und der Bezugs elektrode (Anzeige ohne Komma in mV). Die Indikator-LED's [2] und [16] leuchten, 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 Bezugs elektrode.

- 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 den Kippschaltern [8] und [10] die Polarität die das Ruhepotential der jeweiligen Elektrode hat, wählen. In den meisten Fällen wird sich ein Potential zwischen  $\pm 1000$  mV einstellen. Nun drehen Sie für jede Seite das Sollwert-Potentiometer ([23] Ring, [28] Scheibe) nach rechts. Beobachten Sie den jeweiligen Indikator ([2] Ring, [16] Scheibe). Ist die Sollspannung gleich dem freien Korrosionspotential, erlischt die Indikator-LED. Nun kann für die jeweils eingestellte Messelektrode gefahrlos auf I-Zelle 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 den internen Sollspannungs-Gebern oder auch von extern kathodisch oder anodisch polarisiert werden. Die Polarität bezieht sich dabei auf die Meßelektrode. Achten Sie auf die Anzeige der Strom-Instrumente [3] und [15] und stellen Sie ggf. die I-Bereichsschalter [20] und [31] so, daß die Zeiger im oberen Bereich der Skala sind.

Die Indikator-LED's übernehmen jetzt die Funktion als Aussteuerungsanzeige. Leuchten die LED's so ist die maximale Ausgangsspannung des Potentiostaten erreicht. In diesem Fall ist eine sichere Potentialregelung nicht mehr gewährleistet.

Zur Registrierung der Messung können Sie an die Buchsen U-Ausgang [21] und [32] und I-Ausgang [19] und [30] Kennlinien-Schreiber angeschlossen werden. An den Buchsen Sollspannung Ring/Scheibe [5,12] 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-Elektroden liegen 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 **PG100** kann als Potentiostat oder Galvanostat eingesetzt werden. Als Galvanostat arbeitet das Gerät aber nur als Mono-Potentiostat, d.h. es ist nur die rechte Seite (Scheibe) aktiv. Schalten Sie den Potentiostaten zunächst auf freies Korrosionspotential (Ring und Scheibe aus) und prüfen Sie, daß die Potentiometer **[23]** und **[28]** auf Null sind. Dann schalten Sie den Kippschalter Potentiostat/Galvanostat. **[9]** in Stellung Galvanostat. Jetzt leuchten die beiden Indikator-LED's. Wenn Sie nun auf I-Zelle **[29]** schalten, darf in der Zelle kein Strom fließen. Erst wenn Sie das Potentiometer Sollspannung **[28]** hochdrehen, fließt in der Zelle ein Strom. Die Polarität des Zellenstromes wird mit dem Kippschalter **[10]** eingestellt. Die Größe des Stromes wird an dem Bereichsschalter I-Bereich **[31]** 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 der Buchse Sollspannung Scheibe **[12]** kann der Strom durch eine angelegte Sollspannung  $\pm 0$  bis 1000 mV dynamisch gesteuert werden. Der Sollspannungsgeber muß dann auf 0 gestellt werden.

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

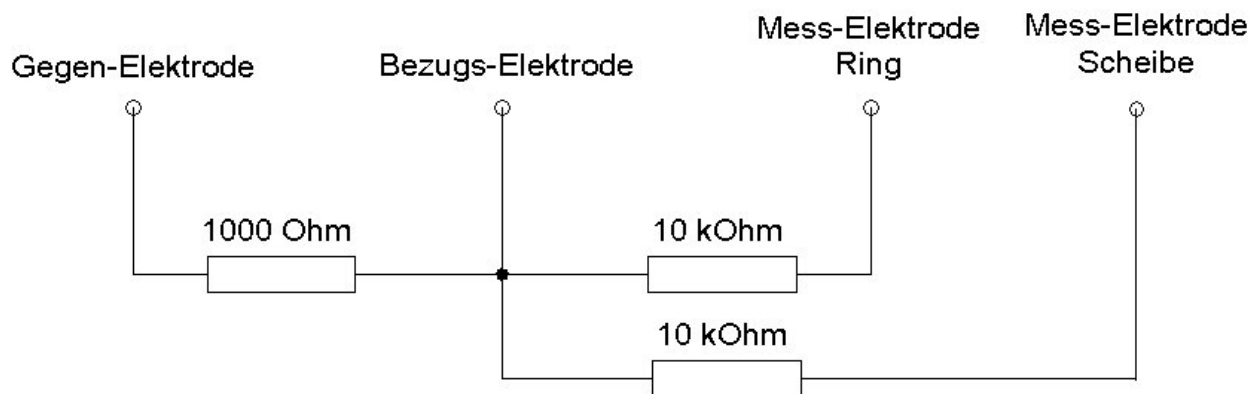


Abbildung 3

Entfernen Sie alle externen Signalleitungen, die eine Sollspannung in den Potentiostaten einspeisen könnten und drehen Sie beide Sollspannungs-Potentiometer **[23,28]** auf Null.

Nach dem Einschalten des Potentiostaten zeigen beide DVM **[7,11]** 0 mV, wenn beide Kippschalter **[22,29]** Ring-,Scheibe auf Ein sind. Stellen Sie beide I-Bereichsschalter **[20,31]** auf 100 $\mu$ A. Stellen Sie dann mit den beide Sollspannungs-Potentiometer **[23,28]** an den DVM's **[7,11]** je 1000 mV ein. Die beiden  $\mu$ A Meter **[3,15]** zeigen Vollausschlag. Das bedeutet, daß an den 10 kOhm Widerständen der Ersatzzelle je 1000 mV anliegen, der Strom ist:

$$\frac{1000 \text{ mV}}{10000 \text{ Ohm}} = 100\mu\text{A}$$

An den BNC-Buchsen U-Ring/Scheibe mißt man je 1000 mV  
An den BNC-Buchsen I-Ring/Scheibe mißt man je 10.000 mV

Die eingebauten Instrumente zeigen:

- die Mikroamperemeter **[3,15]** Vollausschlag
- die DVM **[7,11]** 1000 mV

## 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-Buchsen 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-Ring/Scheibe **[21,32]** und I-Ring/Scheibe **[19,30 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

<b>Aufbau:</b>	
• Instrumente zur Potentialmessung	Digital, 3 ½ stellig, ± 1999 mV für Scheibe und Ring
• Instrument U-Ausgang Gegen-Elektrode Mess-Elektrode	Indikator LED's
• Instrumente zur Strommessung	analog, 0 - ± 100%, proportional zum eingestellten I-Bereich
• Sollspannung Potentiostat	Je 1 Eingang für extern, je 1 Sollspannungsgeber intern
• Sollspannung Galvanostat	Die gleichen Elemente wie für Potentiostat
• I-Bereich	manuell, je 9 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)	

<b>Aussteuerbereich</b>	
• U-Soll für Potential	± 2000 mV
• U-Soll für I-Konstant	± 1000 mV
<b>Sollspannung fremd</b>	
• U-Eingang	± 8 V
• I-Eingang	Gleiche Eingangs-Buchsen max ± 1 V für Vollaussteuerung
<b>Ausgänge</b>	
• U-Ausgang	± 10 V
• I-Ausgang	± 100mA max. (nur Scheibe), je ± 50mA max. Ring und Scheibe
<b>Ein-/Ausgangswiderstände</b>	
Innenwiderstand der Strommessung	Ca. $10^{-4} \Omega$
Eingangswiderstand Bezugelektrode	Ca. $10^{15} \Omega$
Eingangswiderstand Sollspannung fremd	10 K $\Omega$ (U- / I-Eingang)
Anstiegsgeschwindigkeit	2.500V/sec.
<b>Strommessung</b>	
<b>Analog</b>	
• I-Bereiche	100mA bis 1nA
• Genauigkeit	0,25 %
• I-Ausgang	9 Bereiche, 10000mV
<b>Spannungsmessung</b>	
<b>Analog</b>	
• U-Ausgang	± 10V, 0,1%
• Digitalvoltmeter	3 ½ stellig, bis ± 1999 mV, 0,25%
U-Gegen Elektrode-Mess-Elektrode	± 10 V
<b>Nullpunktstabilität:</b>	
• Bei Netzschwankung um 10%	Ca. 30 $\mu$ V
Brumm-Rauschen	Ca. 10 $\mu$ V (50 Hz)
Drift	ca. 100 $\mu$ V/Tag ca. 30 $\mu$ V/°C
Phasenverschiebung	k.A.
Log. Ausgang	Nein
Automatische I-Bereichumschaltung	Nein