

Bedienungsanleitung

Potentiostat/Galvanostat IMP88-PC-R



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.

Allgemeine Hinweise

Nach dem Auspacken sollte das Gerät auf mechanische Beschädigung und lose Teile im Inneren überprüft werden. Falls ein Transportschaden vorliegt, ist sofort der Lieferant zu informieren. Das Gerät darf dann nicht in Betrieb gesetzt werden.

Sicherheit

Dieses Gerät ist gemäß **VDE 0411 Teil 1, Sicherheitsbestimmungen für elektrische Meß-, Steuer-, Regel- und Laborgeräte**, gebaut und geprüft und hat das Werk in sicherheitstechnisch einwandfreiem Zustand verlassen. Es entspricht damit auch den Bestimmungen der europäischen Norm EN 61010-1 bzw. der internationalen Norm IEC 1010-1.

Den Bestimmungen der Schutzklasse I entsprechend sind alle Gehäuse- und Chassiteile mit dem Netzschutzleiter verbunden.

Das Auftrennen der Schutzkontaktverbindung innerhalb oder außerhalb des Gerätes sind unzulässig.

Wenn anzunehmen ist, daß ein gefahrloser Betrieb nicht mehr möglich ist, so ist das Gerät außer Betrieb zu setzen und gegen unbeabsichtigten Betrieb zu sichern.

Diese Annahme ist berechtigt,



- wenn das Gerät sichtbare Beschädigungen aufweist,
- wenn das Gerät lose Teile enthält,
- wenn das Gerät nicht mehr arbeitet,
- nach längerer Lagerung unter ungünstigen Bedingungen (z.B. im Freien oder in feuchten Räumen).

Beim Öffnen oder Schließen des Gehäuses muß das Gerät von allen Spannungsquellen getrennt sein.

Wenn eine Messung oder ein Abgleich am geöffneten Gerät unter Spannung unvermeidlich ist, so darf dies nur durch den Hersteller oder durch eine vom Hersteller autorisierte Fachkraft geschehen, die mit den damit verbundenen Gefahren vertraut ist.

Im Gerät sind berührungsgefährliche Teile, die im normalen Betriebszustand durch das Gehäuse abgedeckt sind.

Verwendete Symbole auf dem Gerät:

	Vorsicht Hochspannung
	Achtung – Bedienungsanleitung beachten.

Garantie:

Jedes gerät durchläuft vor dem Verlassen der Produktion einen 48stündigen Dauertest. Dabei wird eine Frühausfall von Bauteilen erkannt. Dennoch ist es möglich, das ein Bauteil erst nach längerem Betrieb ausfällt. Daher wird auf alle Jaissle Produkte eine Funktionsgarantie von 2 Jahren gewährt. Voraussetzung ist, daß im Gerät keine Veränderungen vorgenommen wurden.

Transportschäden sind vom Garantieanspruch ausgeschlossen.

Bei Beanstandungen sollte man am Gehäuse des Gerätes einen Zettel mit dem stichwortartig beschriebenen Fehler anbringen. Wenn auf diesem auch der Name bzw. die Telefonnummer des Absenders steht, dient dies der beschleunigten Abwicklung.

Servicehinweis und Wartung

Unter normalen Betriebsbedingungen sind keinerlei Wartungs-oder Abgleicharbeiten durchzuführen. Es besteht daher keine Notwendigkeit, ein Gerät zu öffnen. Sollten nach einigen Jahren Betrieb Meß- und Anzeigewerte voneinander abweichen, so sollte das Gerät zur Überprüfung zum Hersteller geschickt werden.

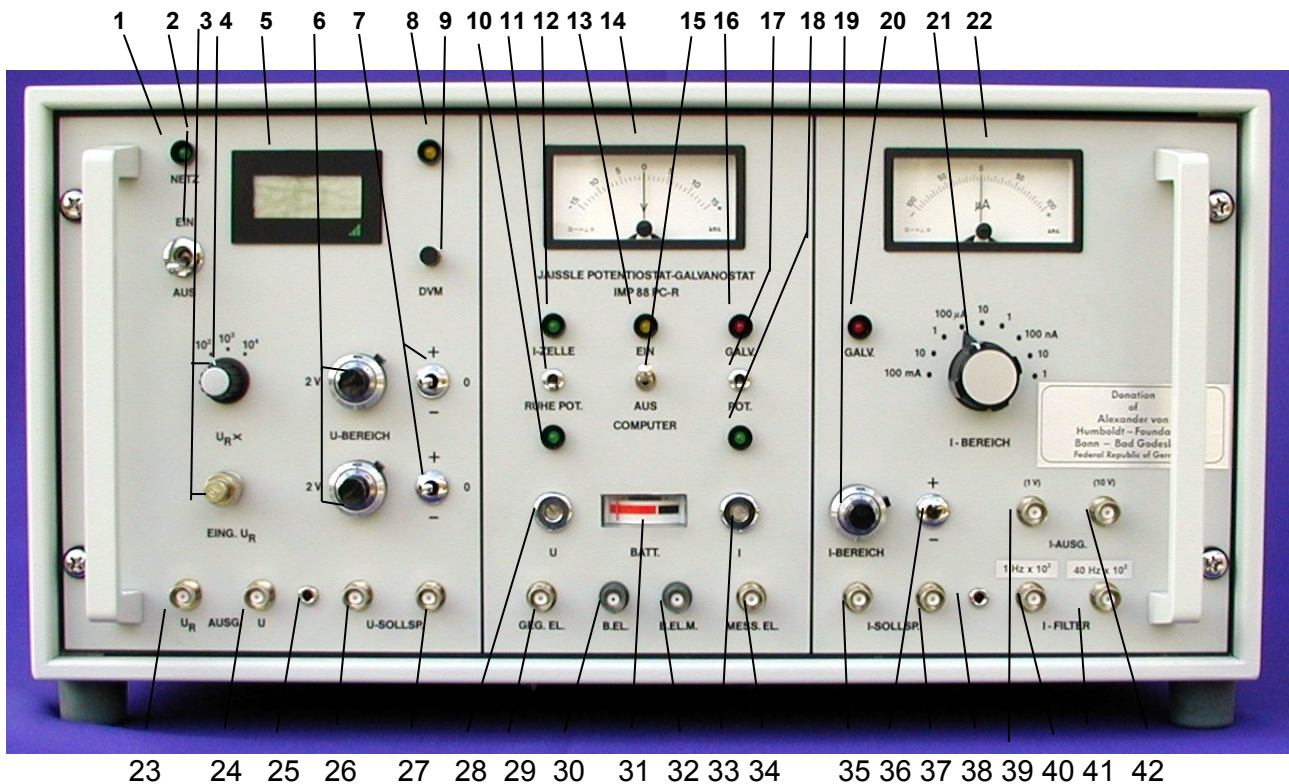
Betriebsbedingungen:

Der zulässige Umgebungsbereich während des Betriebes reicht von +10°C bis +40°C. Während der Lagerung oder des Transports darf die Temperatur zwischen –10°C und +70°C betragen. Hat sich während des Transports oder der Lagerung Kondenswasser gebildet, muß das Gerät ca. 2 Stunden aklimatisiert werden, bevor es in Betrieb genommen wird.

Das Gerät ist zum Gebrauch in sauberen, trockenen Räumen bestimmt. Es darf nicht bei besonders großem Staub- bzw. Feuchtigkeitsgehalt der Luft, bei Explosionsgefahr sowie bei aggressiver chemischer Einwirkung betrieben werden.

Die Betriebslage ist stehen, d.h. auf den Gehäusefüßen. Eine ausreichende Luftzirkulation (Konvektionskühlung) ist jedoch zu gewährleisten.

Anzeige und Bedienelemente



1. Anzeige Netz ein.
2. Netz Ein / Aus Schalter.
3. Meßeingang für Potentialrauschen (Meßelektrode gegen Bezugslektrode), Wechselspannungs-gekoppelt.
4. Drehschalter für Verstärkung des Potential-Rauschsignals. X 100, x 1000 und x 10.000.
5. Das Digitalvoltmeter zeigt das Potential Bezugslektrode gegen Meßelektrode. Die Anzeige erfolgt ohne Komma bis 10.000 mV.
6. Potentiometer zum Einstellen der internen Sollspannung 1V- und 2V Bereich für Potentiostat
7. ± Polaritätsschalter mit Nullstellung für interne Sollspannung in der Betriebsart Potentiostat
8. Kontrollanzeige Digitalvoltmeter Ein/Aus
9. Ein / Aus Schalter für Digitalvoltmeter (DVM) Sollspannung
10. Kontrollanzeige Betriebsart Freies Korrosionspotential (RUHE-POT.)
11. Umschalter für die Betriebsarten Freies Korrosionspotential / I-Zelle (I-ZELLE / RUHE-POT.)
12. Kontrollanzeige Betriebsart I-Zelle (Stromkreis Gegenelektrode – Meßelektrode geschlossen)
13. Kontrollanzeige Computerbetrieb Ein
14. Anzeigeelement Ansteuerspannung des Potentiostaten bis +/- 15 V zwischen Gegenelektrode und Meßelektrode und Indikator für Freies Korrosionspotential (intern = extern)
15. Umschalter Computer Ein / Aus. Der Schalter ist gegen versehentliches Einschalten geschützt. Beim Einschalten Hebel etwas herausziehen und dann schalten. In Stellung EIN schaltet das Gerät automatisch auf die Betriebsart Galvanostat.
16. Kontrollanzeige Betriebsart Galvanostat
17. Umschalter für die Betriebsarten Potentiostat / Galvanostat
18. Kontrollanzeige Betriebsart Potentiostat
19. Potentiometer zum Einstellen des internen Sollwertes für die Betriebsart Galvanostat
20. Zweite Kontrollanzeige Betriebsart Galvanostat
21. I-Bereichs-Schalter 100 mA bis 1 nA
22. Analog Anzeige des in der Zelle fließenden Stromes. ± 0 bis 100 % des eingestellten I-Bereiches
23. Ausgang zum externen Meßgerät. Potential-Rauschsignal.

24. Ausgang zum externen Meßgerät. Potential zwischen Meßelektrode und Bezugslektrode. Bereich ± 10.000 mV.
25. Erdungsbuchse. Verbindung z.B. mit Faradaykäfig
26. Eingang für externe Sollspannung (Scanner vom ELCM-Kit).
27. Zweiter Eingang für externe Sollspannung. 26 und 27 werden intern Addiert.
28. Potentiometer zum Eichen des Potentials.
29. BNC-Buchse zum Anschluß der Gegenelektrode.
30. BNC-Buchse zum Anschluß der Bezugslektrode.
31. Zustandsanzeige der eingebauten Akkus.
32. BNC-Buchse zum Anschluß der Bezugslektrode. Die Buchse ist parallel zur Buchse [30].
33. Potentiometer zum Eichen der Stromanzeige.
34. BNC-Buchse zum Anschluß der Meßelektrode.
35. Eingang für externe Sollspannung (stromproportional) für die Betriebsart Galvanostat.
36. Polaritätsschalter für den internen Sollwert in der Betriebsart Galvanostat.
37. Zweiter Eingang für externe Sollspannung (stromproportional) für die Betriebsart Galvanostat.
38. Erdungsbuchse.
39. Ausgang zum externen Meßgerät. Strom in der Elektrochemischen Zelle, max. $\pm 1V$ proportional des eingestellten Strombereiches.
40. Ausgang zum externen Meßgerät. Strom-Rauschsignal über Besselfilter, Grenzfrequenz 1 Hz, Verstärkung x 100 (z.B. I-Bereich 1mA, Strom 100 μ A, stromproportionale Spannung 10V)
41. Ausgang zum externen Meßgerät. Strom-Rauschsignal über Besselfilter, Grenzfrequenz 40Hz, Verstärkung x 100 (z.B. I-Bereich 1mA, Strom 100 μ A, stromproportionale Spannung 10V)
42. Ausgang zum externen Meßgerät. Strom in der Elektrochemischen Zelle, max. $\pm 10V$ proportional des eingestellten Strombereiches.

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

- Steuereingang für die Betriebsarten Ruhepotential / I-Zelle.
- Steuereingang für die Betriebsarten Potentiostat / Galvanostat.
- Position des I-Bereichsschalters in Volt. Dient zur Erkennung des I-Bereiches und zur Berechnung des Stromes bzw. der Stromdichte in unserer Software **EcmWin**.

Definition einiger wichtiger Begriffe:

Freies Korrosionspotential: Bezeichnet das Potential, das sich in der Meßzelle zwischen der Meßelektrode und der Bezugslektrode 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 Mess- (Arbeits) Elektrode gegen das Potential einer Bezugslektrode bei geöffnetem Stromkreis.
- Konstanthalten des Potentials der Meßelektrode gegen die Bezugslektrode bei geschlossenem Stromkreis.
- Verändern des Potentials der Messelektrode entsprechend einer internen oder externen Sollspannung durch Änderung des in der elektrochemischen Zelle fließenden Stromes. Das Sollpotential kann stationär, quasistationär oder dynamisch sein.
- Messen des Elektrochemischen Rauschens (Potential- und Stromrauschen)

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.

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 **[2]** wird das Geräte eingeschaltet. Schalten Sie den Kippschalter Computer **[15]** auf aus. Ist keine Meßzelle angeschlossen, so zeigt das Gerät möglicherweise utopische Werte.

Der IMP88-PC-R arbeitet am Netz 230 V 50 Hz. Wird das Gerät an das Versorgungsnetz angeschlossen, so leuchtet die LED Lampe Netz **[1]**. Die Batterien werden geladen, auch wenn das Gerät nicht eingeschaltet ist.

Der Potentiostat arbeitet im Batteriebetrieb ohne Unterbrechung, wenn das Netzkabel entfernt wird. Der Ladezustand der Batterien wird am Instrument BATT. **[31]** angezeigt, im roten Bereich muß geladen werden. Die Ladedauer sollte ca. 5 Stundendauern, kann aber auch beliebig lange sein (automatische Lade-Kontrolle).

Je nach Stromentnahme kann das Gerät bis zu 5 Stunden im Batteriebetrieb arbeiten.

Potentiostatische Messung

Der Kippschalter I-Zelle/U-Ruhe **[11]** muß in Stellung Ruhe-Potential, der Kippschalter Potentiostat / Galvanostat **[17]** in Stellung Potentiostat und die beiden Kippschalter **[7]** in Mittelstellung sein.

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 (anzeigen ohne Komma in mV). Das Voltmeter **[14]** zeigt Vollausschlag, da das freie Korrosionspotential den Verstärker im Potentiostaten durchsteuert.

Das Freie Korrosionspotential sollte ruhig auf einem Wert stehen oder langsam driftend einem Endwert zustreben. Springt das Potential, so ist 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, den Vorgang überhaupt fortzusetzen.

Hat sich ein stabiles Potential eingestellt so können Sie nun mit dem oberen Kippschalter **[7]** die Polarität einschalten, die das Ruhepotential hat. In den meisten Fällen wird sich ein

Potential zwischen ± 1000 mV eingestellt haben. Nun drehen Sie das obere Potentiometer [5] nach rechts. Beobachten Sie das Voltmeter [14]. Zu Beginn zeigt der Zeiger auf den Endwert einer Seite. Kippt der Zeiger mit dem Hochdrehen des Potentiometers [7] zur anderen Seite, so ist die interne Sollspannung im Bereich des freien Korrosionspotentials. Nun justieren Sie das Potentiometer, bis der Zeiger des Instruments [14] um den Nullpunkt pendelt.

Anmerkung:

Durch die hohe Verstärkung des internen Differenzverstärkers wird es nicht immer gelingen, das Instrument auf Null abzugleichen. Dies ist aber auch nicht nötig. Bereits ein kurzer Ausschlag in Richtung Null bedeutet, dass das Ruhepotential auf Bruchteile eines mV genau eingestellt wurde.

Jetzt können Sie das obere Potentiometer [7] arretieren (speichernd des freien Korrosionspotentials), auf I-Zelle [11] schalten und mit dem unteren Potentiometer [7] kathodisch oder anodisch polarisieren. Die Polarität bezieht sich dabei auf die Meßelektrode. Achten Sie auf die Anzeige des Instrumentes [22] (Strom) und stellen Sie ggf. den I-Bereichsschalter [21] so, daß der Zeiger im oberen Bereich der Skala ist.

Das Voltmeter [14] übernimmt jetzt die Funktion als Aussteuerungsmesser. Es zeigt die Spannung zwischen Gegenelektrode und Meßelektrode. Bei Vollausschlag 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 [24] und I-Ausgang [39/42] einen Kennlinien-Schreiber anschließen. An den Buchsen U-SOLLSP. [26,27] können beliebige Sollspannungen wie z.B. Sinus, Dreieck, Rechteck der internen Sollspannung überlagert werden. Wollen 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 virtuell 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 IMP88-PC-R 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 das Potentiometer [19] auf Null ist. Dann schalten Sie den Kippschalter GALV./POT. [17] in Stellung GALV. Jetzt leuchten die beiden roten LED-Lampen. Wenn Sie nun auf I-Zelle [11] schalten, darf in der Zelle kein Strom fließen. Erst wenn Sie das Potentiometer I-Bereich [19] hochdrehen, fließt in der Zelle ein Strom. Die Polarität des Zellenstromes wird mit dem Kippschalter [36] eingestellt. Die Größe des Stromes wird am Bereichsschalter I-Bereich in mA gewählt, d.h. Sie können mit dem Potentiometer einen Strom von Null bis zu dem durch den Bereichsschalter eingestellten Endwert fließen lassen, sofern die Widerstandsverhältnisse der Meßzelle dies zulassen.

An den beiden Buchsen I-Eingang [35,37] kann der Strom durch eine angelegte Sollspannung ± 0 bis 1000 mV dynamisch gesteuert werden. Der Sollspannungsgeber I-Bereich muß 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.

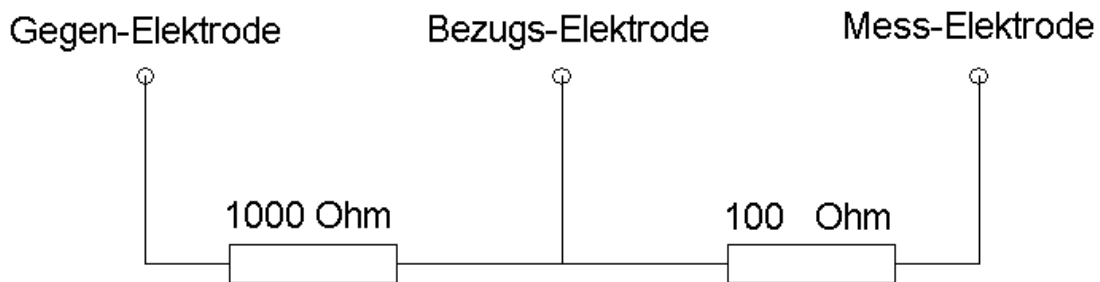


Abbildung 3

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/U-Ruhe **[11]** in Stellung I-Zelle geschaltet ist. Stellen Sie den I-Bereich **[21]** auf 10 mA und den U-Bereich **[7]** auf 1000 mV (Kontrolle am DVM **[5]**). Das μ A Meter **[22]** zeigt Vollausschlag und das Voltmeter **[14]** 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 **[23,24]** = 1000 mV

Am I-Ausgang **[40]** = 1000 mV (an der Rückseite 10.000 mV)

Die eingebauten Instrumente zeigen:

- das Mikroamperemeter **[22]** Vollausschlag
- das DVM **[5]** 1000 mV
- das Voltmeter **[14]** 11 V.

U-Eichen und I-Eichen:

Mit dem Trimpotentiometer U-Eichen **[28]** kann der Nullpunkt des Gerätes im μ A – Bereich **[19]** geeicht werden. Schließen Sie die Testzelle wie in Abb. 3 an entfernen Sie alle externen Sollspannungen und drehen Sie alle internen Sollwertgeber **[7]** auf Null. Schließen Sie nun ein externes Multimeter von der Bezugselektrode gegen Erde an. Regeln Sie nun mit dem Potentiometer U-Eichen **[28]** das Fremdmultimeter auf 0 mV. Danach stellen Sie mit dem Trimpotentiometer I-Eichen **[33]** 0 mV am I-Ausgang **[39]** ein.

Wichtig:

Vor dem Eichen sollte der Potentiostat IMP 88-PCR ca. 2 Stunden eingeschaltet sein.

Messen des Elektrochemischen Rauschens

Der IMP88-PC-R bietet neben den Standardfunktionen Potentiostat und Galvanostat auch die Möglichkeit, Elektrochemisches Rauschen zu messen. Dabei können Sie sowohl Potentialrauschen als auch Stromrauschen messen. Bedingt durch die besondere Empfindlichkeit dieser Messung ist der Potentiostat für den Netz- und den Batteriebetrieb ausgelegt. Wollen Sie im Batteriebetrieb arbeiten, so entfernen Sie das Netzkabel an der Geräterückseite und prüfen Sie an der Ladeanzeige BATT. [31] ob die internen Batterien geladen sind. Außerdem sollte beim Messen kleinster Ströme (im nA Bereich) das DVM abgeschaltet werden [9].

Allgemeines

Das Besondere bei der Messung des elektrochemischen Rauschens im Vergleich zu anderen Verfahren der elektrochemischen Korrosionsprüfung ist, daß der Informationsgewinn ohne äußere Erregung des Systems erfolgen kann (Potentialrauschen). Die hohe Sensibilität des Meßverfahrens ermöglicht es z.B. an passiven Metalloberflächen, die Initiierungsprozesse lokaler Korrosionserscheinungen festzustellen. Ursache des elektrochemischen Rauschens an passiven Metallen sind dabei die Aktivierungs- und Repassivierungsprozesse der Passivschicht bzw. die dadurch hervorgerufenen Schwankungen der Ladung an der Phasengrenzfläche Metall-(Passivschicht)/Elektrolyt. Je nach Versuchsaufbau lassen sich diese Ladungsschwankungen als Strom- oder Potentialrauschen messen.

Wenn Sie die Rauschsignale messen und speichern wollen, so müssen Sie dies in jedem Fall in Verbindung mit einem Computergestützten Meßsystem oder mit einem Speicher-Oszillografen mit Rechnerschnittstelle durchführen. Die Anzeigeeinstrumente des Potentiostaten reichen dafür nicht aus.

Potentialrauschen

Wollen Sie nur Potentialrauschen messen, so schließen Sie von Ihrer Meßzelle die Meßelektrode gegen die Bezugselektrode an den Eingang U_R [3] ($R_o=10^{12}$ Ohm) des Potentiostaten an. Eine bereits bestehende Verbindung zu den Eingängen Meßelektrode [34] und Bezugselektrode [30] des Potentiostaten ist auf **jedem** Fall zu entfernen. Diese Anschlüsse dürfen nicht parallel hergestellt werden, da das Erdpotential des Eingangs U_R die Potentialverhältnisse an den Eingängen Meßelektrode [34] und Bezugselektrode [30] (**virtuelle Erde**) stört.

Idealerweise haben Sie eine Faradaykäfing, in dem die Anschlüsse von Meß- und Bezugselektrode auf eine BNC-Buchse geschaltet sind. Schalten Sie den Potentiostat in die Betriebsart Potentiostat [17] und auf Ruhepotential [11], damit keine Anregung des Systems stattfindet.

Schließen Sie nun an den Ausgang U_R ($R_i=1$ KOhm) an Ihr Meßsystem oder an Ihren Oszillografen an. Schalten Sie den Drehschalter [4] auf den kleinsten Verstärkungsbereich 10^2 . Prüfen Sie nun zunächst optisch das Signal auf Elektrochemische Ereignisse. Wenn Sie nichts sehen, können Sie den Drehschalter [4] auf 10^3 oder 10^4 stellen.

Wichtiger Hinweis:

Der Eingang des Potential-Verstärkers ist mit einem Besselfilter bestückt, der eine Bandbreite von 0,01...100 Hz hat. Alle Signale außerhalb dieses Bereiches werden gesperrt. Das bedeutet außerdem, daß der Verstärker Wechselfspannungs-gekoppelt ist. Dies bedingt, daß nach dem Umschalten der Verstärkung eine gewisse Einschwingzeit auftritt. Diese Zeit kann gerade bei 10000facher Verstärkung durchaus einige Minuten dauern. Bedenken Sie, was dies bedeutet: Ein Signal von 1 mV wird auf 10000 mV verstärkt. Ist bei dieser Verstärkung die Meßzelle nicht in einen Faradaykäfig eingebaut, so genügt schon das kleinste Störsignal um den Verstärker zu übersteuern.

Wenn Sie die Rauschmessung in Verbindung mit unserer Software **EcmWin** einsetzen, so müssen Sie auch in der Software das Umschalten der Verstärkung eingeben, da sonst alle Berechnungen und auch die Anzeige falsch sind.

Können Sie nun trotz aller Maßnahmen kein Potentialrauschen feststellen, so ist Ihre Meßelektrode passiv. Sie müssen nun durch Verändern des Elektrolyten eine Rauschneigung initiieren.

Stromrauschen

Wenn Sie das Stromrauschen messen wollen, so müssen Sie, wenn Sie es nicht bereits getan haben, Ihre Meßzelle vollständig an den Potentiostaten anschließen d.h. an die Anschlüsse Gegenelektrode [29], Meßelektrode [34] und Bezugslektrode [30]. Eine bestehende Verbindung zum Eingang U_R **muß entfernt** werden. Schalten Sie den Potentiostaten in die Betriebsart Potentiostat [17] und auf Ruhepotential [11]. Schließen Sie Ihr Meßsystem oder den Oszillografen an eine Buchse I-Filter [40 oder 41] an. Stellen Sie nun mit dem Potentiometer [6] wie unter Inbetriebnahme beschrieben, das freie Korrosionspotential am Potentiostaten ein. Nun können Sie den Potentiostaten in die Betriebsart I-Zelle [11] schalten. Finden nun in der Meßzelle Keimbildungsprozesse statt, so können Sie diese an den Meßausgängen erfassen. Finden keine statt, so können Sie entweder durch Änderung des Potentials (manuell oder automatisch mit **EcmWin**) oder durch Änderung des Elektrolyten eine Keimbildung initiieren.

Computer-Unterstützung

Wenn Sie den Potentiostaten mit dem Computer steuern und die Meßwerte aufzeichnen wollen, so müssen Sie zuerst den Schalter COMPUTER **[13]** auf Ein schalten und den Schalter POT./GALV.**[15]** auf GALV. schalten.

Nun können Sie über die BNC-Buchsen an der Geräterückseite die Betriebsarten Potentiostat/Galvanostat und Ruhepotential/I-Zelle schalten. Das Schaltsignal ist ein 5 V TTL-Pegel. Verbinden Sie die beiden Buchsen mit den Schaltkontakten Ihres Meß- und Automatisierungssystems.

An den Buchsen U-AUSG. **[23,24]** und I-AUSG. **[40, bzw. Rückseite]** können Sie an Ihre Datenerfassung Potential und Strom anschließen.

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

Wichtiger Hinweis:

Wenn Sie den Potentiostaten wider manuell betreiben wollen, so ist der Schalter COMP **[13]** auf Aus zu schalten, der Computer ist ebenfalls auszuschalten oder die BNC-Kabel auf der Rückseite des Potentiostaten sind zu entfernen. Für den einwandfreien manuellen Betrieb dürfen keine Signale vom Computer gesendet werden.

Merkmale und technische Daten des IMP88 PC-R:

- Rauscharmer Batterie- und Netzpotentiostat-Galvanostat zur Regelung kleinster Ströme
- Strom-Spannungswandler bis kleiner 0,1 nA
- Eingangsstrom Bezugs-Elektrode 0,1 pA
- Digital-Voltmeter zur Potential-Messung
- Eingebaute Batterien ± 20 V
- Netz- und Batteriebetrieb

Elektrische Daten:

- Aussteuerbereich:
 - Sollspannung fremd U-SOLLSP ± 8 V
 - Sollspannung fremd I-SOLLSP. ± 1 V
 - Ausgangsspannung ± 11 V
 - Ausgangsstrom ± 100 mA
- Innenwiderstand ca. 10^{-4} Ohm
- Eingangswiderstand Bezugselektrode ca. 10^{15} Ohm
- Eingangswiderstand Sollspannung 10 Kohm (U-SOLLSP. 2 Eingänge)
- Eingangswiderstand Sollspannung 10 Kohm (I-SOLLSP. 2 Eingänge)
- Anstiegsgeschwindigkeit 0,1 V/ 10^{-5} sec.
- Anstiegszeit (1 mA Bereich) 10 μ sec.

Strommessung:

analog 9 Bereiche 100 mA... 1 nA
(Vollausschlag)

Analog I-Ausgang [39,42]

Simultan (1V) und (10V) bei Vollausschlag am μ A Meter

Analog I-Ausgang Rauschsignal [40,41]

Ausgang I-Filter (BNC-Buchsen) Verstärkung 1000-fach
1 Hz x 10^3 und 40 Hz x 10^3 mit Bessel Filter

Genauigkeit 0,25 %
Genauigkeit 1 %

Bereich 100 mA... 100nA
Bereich 10 nA... 1 nA

Potentialausgang

U-Ausgang bis ± 10 V 0,25 %, Ri. 1 Kohm

Digitalvoltmeter zur Potentialmessung bis ± 10000 mV 0,25 %

Spannungsmessung: analog
Ausgangsspannung gegen El. Mess. El. ± 15 V

Verstärker 0,01...100 Hz Bessel Filter

Verstärkungsfaktor 10^2 , 20^3 und 10^4

BNC-Buchsen Eingang U_R und BNC-Buchse Ausgang U_R zur Messung Potentialrauschen

Stabilität des Nullpunktes:

Bei Netzschwankungen um 10 %	ca. 10 μ V
Brumm, Rauschen	vernachlässigbar
Drift	ca. 50 μ V/Tag ca. 10 μ V/°C

Netzanschluß 230 V/50 Hz

Auf der Rückseite des Gerätes befinden sich die Sicherungen

4 Stück mittelträge 0,4 A Größe 5 x 20

BNC-Buchse 1: Arbeitskontakt Ruhe POT.-I-Zelle

BNC-Buchse 2: Arbeitskontakt GALV.POT.

BNC.Buchse 3: I-Bereich 100 mA...1 nA, (9V).....(1)V