

Bedienungsanleitung

Potentiostat/Galvanostat PguStack



Fragen und Anregungen richten Sie bitte an:

Ingenieurbüro Peter Schrems			
Am Eppertshäuser Pfad 2			
64839 Münster			
Telefon:	06071/612 403		
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 neuen Geräte der PGU-MOD/OEM/Stack Serie sind, wie die älteren Modelle auch, grundsätzlich in Analogtechnik aufgebaut, was bedeutet, daß die Geräte eine geringe eigene Störstrahlung haben und somit den elektrochemischen Prozeß nicht störend beeinflussen. Die Geschwindigkeit der Geräte richtet sich nach den verwendeten Bauelementen. Grundsätzlich kann man sagen, daß Geräte mit kleinen Strombereichen (nA-Bereichen) in ihrem Regelverhalten langsamer sind als Geräte mit größeren Strombereichen. Dies liegt zum einen an den verwendeten Bauteilen, zum anderen aber auch an dem Arbeitsbereich der Bauteile. Bei hoher Verstärkung (kleiner Strommessbereich) ist ein Operationsverstärker langsamer als bei geringer Verstärkung.

Laufzeitverzögerungen durch digital berechnete Regel- oder Filterfunktionen gibt es nicht.

Die Potentiostaten der PGU-MOD/OEM/Stack-Serie sind nur noch Computer steuerbar. Ein Interface ist eingebaut, mittlerweile arbeiten wir nur noch mit der Ethernet Schnittstelle. Die Funktionalität wird durch unserer Software EcmWin zur Verfügung stellt.

EcmWin bietet die gängigen Messmethoden wie Halteversuche, lineare und zyklische Sweep und Pulsmessungen in den Betriebsarten Potentiostat und Galvanostat.

Wichtiger Hinweis:

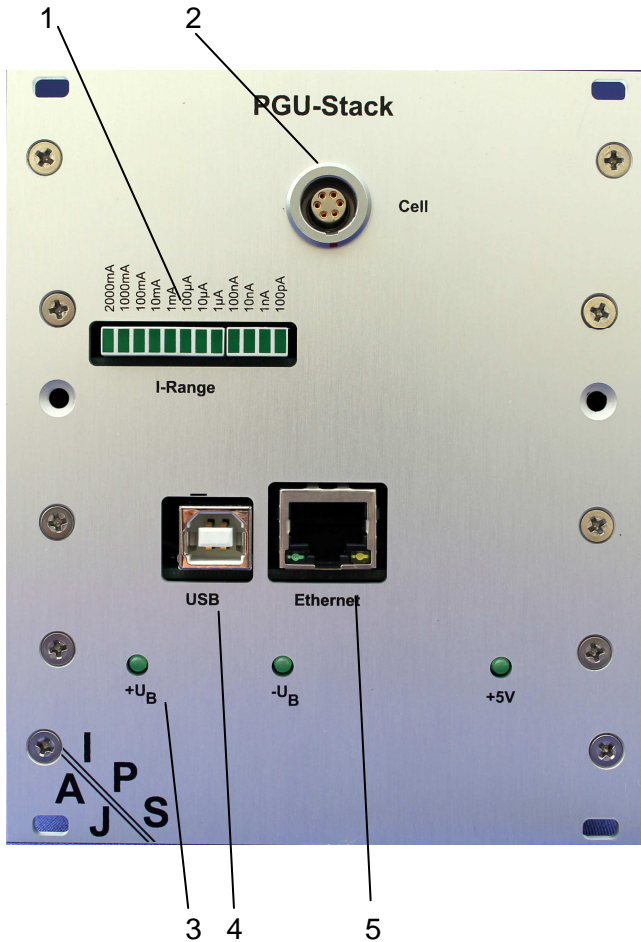
Das Regelverhalten der Potentiostaten ist weder gedämpft noch durch irgendwelche Hoch-, Tief- oder Bandpaß-Filter eingeschränkt. Die Geräte arbeiten über die gesamte spezifizierte Bandbreite stabil. Es kommt daher immer wieder vor, daß Kunden bei Ihren Messungen Rauschen oder instabiles Regelverhalten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

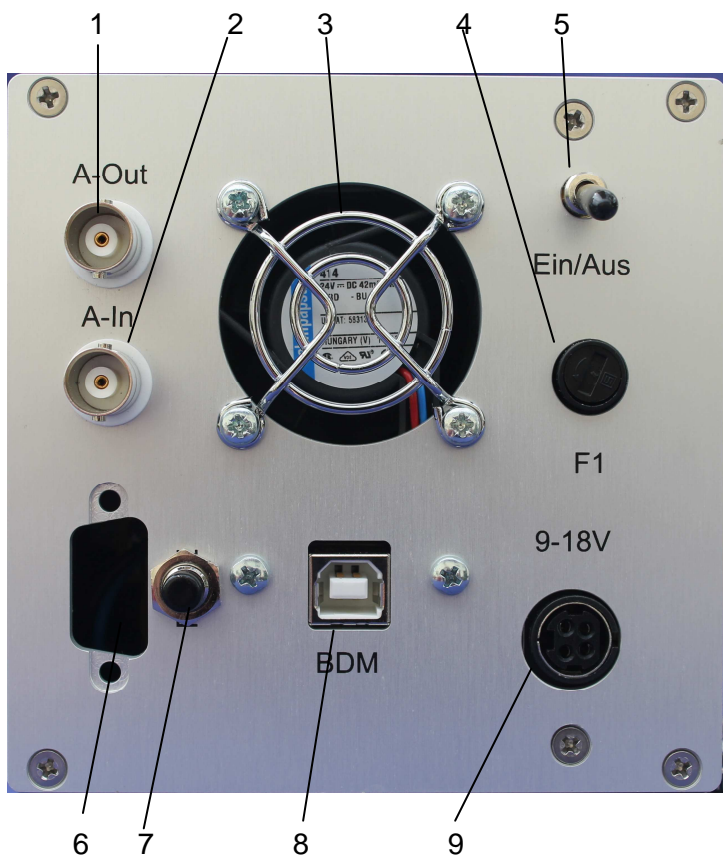
Sollte ein solcher Fall bei Ihnen auftreten, sprechen Sie uns an. Wir unterstützen Sie gerne mit unseren Erfahrungen.

Anzeige und Bedienelemente



1. Anzeige Strombereiche von 2000mA bis 100pA.
2. Elektrodenanschluss, siehe Elektrodenkabel.
3. Kontroll-Leuchten für die Versorgungsspannung der Elektronik. Normalerweise ± 15 V und +5V.
4. USB-Anschluss, nicht aktiv, für zukünftige Anwendungen.
5. Ethernet –Interface, Anschluss an den Computer, Basisadresse 192.168.2.99

Auf der Rückseite ist der Potentiostat bestückt wie folgt:



1. Analoger Ausgang, wenn der Potentiostat mit einer Rotierenden Elektrode betrieben wird.
2. Analoger Eingang zum Messen der Drehzahl einer rotierenden Elektrode.
3. Lüfter
4. Sicherung Stromversorgung, 6A träge. Der Potentiostat wird von einem externen Netzteil mit +12V gespeist. Das Netzteil ist ein Weitbereichsnetzteil und kann praktisch überall auf der Welt eingesetzt werden sofern der passende Adapter vorhanden ist. Der Potentiostat kann auch über ein entsprechendes Kabel aus einer Autobatterie gespeist werden. Der Eingangsbereich beträgt 9 – 18V.
5. Einschalter.
6. Sub-D Stecker für zukünftige Anwendungen. Derzeit noch nicht belegt.
7. Resettaster
8. BDM Programmierschnittstelle. Beim Anschluss an einen Computer meldet sich das Interface wie ein USB-Speicherstick. Auf diesem Weg kann ein Firmware Update durch einfaches Kopieren eingespielt werden.
9. Buchse für die Stromversorgung.

Stromversorgung

Der Potentiostat kann über das externe Weitbereichsnetzteil praktisch überall auf der Welt betrieben werden, vorausgesetzt, es ist ein entsprechender Adapter vorhanden.

Die in dem Halter eingesetzten Sicherung hat einen Wert von 6A träge. Dies ist der max. Strom der über die 12V Einspeisung fließt, wenn der Potentiostat mit 2A arbeitet.

Zellenkabel

Der Potentiostat wird mit einem 4poligen Zellenkabel geliefert. Der rote Bananenstecker ist für die Gegenelektrode, der blaue Bananenstecker für die Arbeitselektrode, der grüne für die Referenzelektrode und der gelbe Bananenstecker ist die Senseleitung und muss, wenn nichts anderes geht, zu dem blauen Stecker gesteckt werden. Er bildet den Bezugspunkt für die Potenzialmessung gegen die Referenzelektrode. Kann dieser Sense Stecker näher an die Arbeitselektrode gebracht werden, z.B. wenn bei einer Brennstoffzelle zwei Senseanschlüsse vorhanden sind, dann ist dieser Stecker mit dem Senseanschluss, welcher zur Arbeitselektrode gehört, zu verbinden.

Wichtiger Hinweis:

Die Stecker für die Referenzelektrode und die Senseleitung sind unbedingt anzuschließen. Werden diese nicht richtig angeschlossen (vertauscht oder nicht kontaktiert), dann kommt es zur Übersteuerung des Potentiostaten beim Start eines Polarisationsvorganges. Dies kann bedeuten, dass der maximal mögliche Strom fließt, was zur Zerstörung einer Zelle führen kann.

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 im Englischen oft mit OCP (Open circuit Potential) abgekürzt.

Die Aufgaben des Potentiostaten sind:

- Messen des freien Korrosionspotentials einer oder zwei Mess- (Arbeits) Elektrode gegen das Potential einer Bezugslektrode bei geöffnetem Stromkreis.
- Konstanthalten des Potentials der Meßelektrode(n) gegen die Bezugslektrode 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.

Inbetriebnahme

Vor der Inbetriebnahme des Potentiostaten beachten Sie bitte folgenden Punkte:

Der **PGU Stack** arbeitet nur im Netzbetrieb.

Das Gerät wird mit dem Einschalter **[5]** an der Rückseite eingeschaltet.

Die Software EcmWin muss auf Ihrem Computer installiert sein und die Netzwerkverbindung muss bestehen (IP-Adresse des ausgewählten Ethernet Ports am Computer ist: 192.168.2.8) Starten Sie die Meßsoftware erst, wenn das Gerät eingeschaltet ist. Sie erkennen es daran, daß mit dem Start des internen Programms die Meßbereiche einmal komplett durchgeschaltet werden.

Wenn Sie mit mehreren Potentiostaten an einem Computer arbeiten, dann schalten Sie alle Geräte ein und starten dann für jedes Geräte die EcmWin Software. Erst dann dürfen Sie für ein beliebiges Gerät den Messdialog öffnen.

Wird EcmWin das erste Mal gestartet, so erscheint ein Dialog, welcher die verfügbaren IP-Adressen anzeigt. Achten Sie darauf, die richtige zu wählen. Sie sollten nach der Installation von EcmWin und bevor Sie EcmWin das erste Mal öffnen, die beiden auf der CD vorhandenen .REG Dateien durch Doppelklick Ihrer Registry hinzufügen. Damit sind alle Einstellungen für diesen Potentiostaten richtig gesetzt. Sollten Sie einmal starten ohne dass eine Netzwerkverbindung zum Potentiostaten besteht, erkennt die Software dies und fordert Sie erneut auf, die IP-Adresse zuzuordnen.

Ist keine Meßzelle angeschlossen, so zeigt die Software möglicherweise ein unsinniges Potential an. Die Stromanzeige steht auf Null.

Potentiostatische Messung

Ist die Meßzelle angeschlossen, so zeigt der Messdialog oben das Freie Korrosionspotential zwischen der Meßelektrode und der Bezugslektrode an.

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 Bezugslektrode.

- 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 mit einer der Funktion von EcmWin eine Messung starten (OCP, Halteversuch, Scan, Puls oder File)

Achtung:

Die Mess-Elektrode liegt virtuelle an Erde, sie darf deshalb nicht geerdet werden.

Galvanostatische Messung

Der **PGUStack** kann als Potentiostat oder Galvanostat eingesetzt werden.

Der galvanostatische Betrieb ist im Ablauf ähnlich dem potentiostatischen Betrieb, nur dass hier ein Strom als Sollwert vorgegeben wird.

Anmerkung zu den Strombereichen

Bedingt durch den kompakten Aufbau des **PGUStack** und durch die 4-Leitertechnik, sind die internen Offsetströme größer als bei Geräten die mit mehr Volumen aufgebaut sind. Daher ist die Strommessung im 100pA Bereich fehlerhaft (liegt bei ca. 60% des Endwertes) und sehr langsam. Man kann hier nur vergleichend messen. Der 1nA Bereich ist mit ca. 5% Fehler gerade noch akzeptabel, die höheren Bereiche liegen bei 0,5% Fehler.

Elektrische Daten

Aufbau:	
• Instrumente zur Potentialmessung	Keine
• Instrument U-Ausgang Gegen-Elektrode Mess-Elektrode	Keine
• Instrumente zur Strommessung	Keine
• Sollspannung Potentiostat	1 Sollspannungsgeber intern
• Sollspannung Galvanostat	Die gleichen Elemente wie für Potentiostat
• I-Bereich	12 Bereiche per Software
• Betriebsart Potentiostat/Galvanostat	Automatisch
• U-Ruhe/I-Zelle	automatisch
• empfohlener Frequenzbereich	0 bis 5 kHz (je nach eingestelltem Strombereich)
• IR-Kompensation	Per Software
Maße: (BxHxT)	

Aussteuerbereich	Intern
• U-Soll für Potential	± 10000 mV
• U-Soll für I-Konstant	± 1000 mV
	Ausgänge
• U-Ausgang	Intern ± 10 V
• I-Ausgang	Intern ± 2A max. als proportionales Spannungssignal
Ein-/Ausgangswiderstände	
Innenwiderstand der Strommessung	Ca. $10^{-4} \Omega$
Eingangswiderstand Bezugelektrode	Ca. $10^{12} \Omega$
Eingangswiderstand Sollspannung fremd	Nicht vorhanden
Anstiegsgeschwindigkeit	1000V/sec.
Strommessung	Analog
• I-Bereiche	1000mA bis 100pA
• Genauigkeit	0,5 %, 1nA 5%, 100pA 30%
• I-Ausgang	12 Bereiche, 10000mV
Spannungsmessung	Analog
• U-Ausgang	Intern ± 10V, 0,2%
• Digitalvoltmeter	
U-Gegen Elektrode-Mess-Elektrode	± 12 V
Nullpunktstabilität:	
• Bei Netzschwankung um 10%	Ca. 200 μ V
Brumm-Rauschen	Ca. 500 μ V (50 Hz)
Drift	Ca. 500 μ V/Tag Ca. 100 μ V/°C
Phasenverschiebung	
Log. Ausgang	Nein
Automatische I-Bereichsumschaltung	Ja