



Пример использования ANS1 - About SmartStat

Новое высокоточное российское оборудование для электрохимических исследований
SmartStat®

Ссылка на оригинальную статью: *Е.А. Астафьев, Новое высокоточное российское оборудование для электрохимических исследований SmartStat[®], Электрохимия, 2023, Т.59, № 3, с. 183-184. DOI: 10.31857/S0424857023050031.*

В современных научных исследованиях, связанных с электрохимией, можно обнаружить две интересные тенденции. С одной стороны, есть специалисты, и целые рабочие коллективы профессиональных электрохимиков, выполняющие весьма нетривиальные исследования, для осуществления которых, от электрохимического научного оборудования – потенциостатов, требуются очень широкие возможности. Часто необходимо выполнение комплексных комбинаций самых разных рабочих режимов, следующих друг за другом. Помимо этого, в ходе выполнения эксперимента возможны определенные ветвления рабочей программы, связанные с пропуском определенных стадий, или их досрочным завершением по тем или иным признакам. Даже такая хорошо известная задача, как циклирование аккумуляторов или их электродов, требует, например, введения стадий формирующих циклов, циклирования при различных скоростях и наконец, ресурсного циклирования с отслеживанием степени потери емкости. И все эти измерения, особенно в последние годы, все реже обходится без регистрации спектров электрохимического импеданса, причем на самых разных стадиях упомянутого исследования, при постоянно увеличивающихся рабочих токах. Схожие особенности можно видеть и при исследовании других типов химических источников тока, биоэлектрохимических систем, в электрокатализе, в коррозионных задачах и других, при иногда наоборот, постоянно растущих требованиях в сторону снижения рабочих токов и роста измеряемых значений импеданса.

На уровне электрохимической ячейки, в профессиональной среде, все чаще становится необходимым исследование многоэлектродных систем, например с одновременной регистрацией спектров импеданса катода и анода химического источника тока. В случае твердооксидных топливных элементов, для того, чтобы охарактеризовать многослойные структуры электролита, количество потенциальных электродов может достигать до четырех и более. Схожая ситуация есть и при исследовании проточных батарей и литий-ионных аккумуляторов. Помимо этого, часто возникают задачи, требующие синхронной с током и потенциалом, регистрации сигналов от другого, неэлектрохимического оборудования, например в спектроэлектрохимических измерениях, при изучении электрохромных материалов, в кварцевом микробалансе. Все это требует от потенциостата наличия дополнительных высокоточных каналов регистрации данных.

С другой стороны, в современном научном мире, все чаще можно видеть ситуацию, когда электрохимическими экспериментами начинают заниматься ученые, зачастую, безусловно талантливые в своей области, но никогда не имевшие дела с электрохимическим экспериментом. Например, это может быть лаборатория, разработавшая новый углеродный или иной материал, который можно попробовать использовать в электродах суперконденсаторов, или это может быть ионпроводящий полимер, который нужно протестировать в качестве мембраны в топливном

элементе или электролизере, это может быть лакокрасочное или полимерное покрытие, хорошо защищающее от коррозии, и наконец, потенциостат может потребоваться для проверки перспектив высокоселективной основы для биоэлектрохимического сенсора. Все эти и многие другие задачи требуют от современного потенциостата, как основного инструмента в электрохимических исследованиях, удобного и понятного неспециалисту, программного обеспечения, пригодного для быстрого старта. Ведь опять же, нельзя исключать ситуации, когда начинающий электрохимик будет вынужден выполнять также относительно комплексные методики просто из-за особенностей класса объектов, с которыми он имеет дело. В аппаратном же плане, здесь необходима очень высокая устойчивость потенциостата, так как на первых парах, экспериментатор может допускать множество ошибок, и прибор должен вытягивать ситуацию даже с ними. Речь идет прежде всего о цепях электродов сравнения. Возможность потенциостата, устойчиво работать при их высоком импедансе нужна, как профессиональным электрохимикам, работающим, например, в неводных средах, так и новичкам, которые могут случайно использовать плохо смоченный или пересушенный кран разделяющего солевого мостика.

Как видно, рассмотрев даже весьма ограниченный набор аспектов современных электрохимических исследований, можно сделать вывод, что от современного потенциостата требуются не только весьма высокие характеристики и возможности, но и своеобразная эргономика. Также важны и сочетания характеристик для каждой модели, так как это является единственным способом обеспечения приемлемой стоимости прибора – его специализация по классу объектов, для исследования которых он предназначен. Эта тенденция четко прослеживается в европейском электрохимическом оборудовании последние 10 лет.



Рис. 1. Потенциостат-гальваностат SmartStat PS-50 с электрохимической ячейкой.

Понимая эти и многие другие обстоятельства, учитывая собственный профессиональный опыт в проведении широкого класса электрохимических исследований в сугубо научных целях, коллектив компании Electrochemical Instruments, в течение последних трех лет, проектировал новую линейку современных высококлассных потенциостатов SmartStat. В качестве ориентиров на характеристики и возможности, нами были выбраны топовые европейский бренды, так как непрерывный, более чем двадцатилетний опыт разработки электрохимического оборудования, уже был достаточен, чтобы создавать серийные российские потенциостаты подобного уровня с приемлемой для отечественной науки стоимостью.

Линейка SmartStat изначально задумывалась со специализацией каждой проектируемой модели по классу исследуемых объектов. Например, мощный прибор PS-250 позволяет работать с химическими источниками тока при токах до 25 ампер, а высокочастотный PS-20 создавался для решения задач по ионике твердого тела и позволяет высококачественно измерять импеданс до 3 МГц. Для рутинной, но тонкой работы с большим количеством образцов, имеется четырехканальный потенциостат PS-10-4 с выходным током 1 А на канал.

Таблица 1. Основные характеристики потенциостатов SmartStat

Характеристика	PS-50	PS-250	PS-20	PS-10	PS-10
Количество каналов	1	1	1	4	1
Максимальное напряжение	15 В	12 В	12 В	15 В	15 В
Максимальный ток	4 А	25 А	2 А	4x1 А	1 А
Диапазоны потенциала	12 В 5 В	9 В 5 В	5 В	5 В	5 В
Диапазоны тока	10 диап. От 4 А До 2 нА	5 диап. От 25А До 2 мА	9 диап. От 2 А До 20 нА	9 диап. От 1 А До 20 нА	9 диап. От 1 А До 20 нА
Импеданс	50 кГц – 10 мкГц, 1.5 МГц с FRA	50 кГц – 10 мкГц	50 кГц – 10 мкГц, 3 МГц с FRA	50 кГц – 10 мкГц	50 кГц – 10 мкГц, 1 МГц с FRA

В то же время закладывалась и максимально широкая универсальность. Аппаратурно она выражается в том, что даже у младшей модели PS-10 имеется 9 диапазонов тока, позволяющие ей измерять импеданс до 300 ГОм и обрабатывать токи в десятки пикоампер с хорошей фактической, достигаемой в эксперименте точностью (а не рассчитанной как дискрет АЦП на младшем диапазоне

тока). Наиболее же совершенная модель PS-50 реализует шестиэлектродную схему подключения, имевшуюся до сих пор только у самых дорогих зарубежных приборов. 10 диапазонов тока, расширенный диапазон потенциала 12 В, и все это в сочетании с новейшей прецизионной и быстродействующей системой сбора данных. Именно она позволила реализовать шестиэлектродную схему подключения, а также возможность подключения внешних приборов, например двойного дифференциального предусилителя, обеспечивающего уже 8-миэлектродную схему для всех моделей SmartStat.

Следующим шагом в сторону универсальности является то, что любая модель SmartStat, включая многоканальный PS-10-4 и мощный PS-250, обеспечивает высокоточное измерение электрохимического импеданса до 50 кГц уже при амплитуде 1 мВ в базовой комплектации. Установка же модуля высокочастотного импеданса FRA, позволяет для некоторых моделей расширить верхний частотный предел до 1 МГц и выше. Нижний частотный предел при этом составляет 10 мкГц. Та же система сбора данных дает возможность синхронной с током и потенциалом оцифровки внешних аналоговых сигналов, причем, с реальным разрешением 20 бит, как и для основных сигналов тока и потенциала.

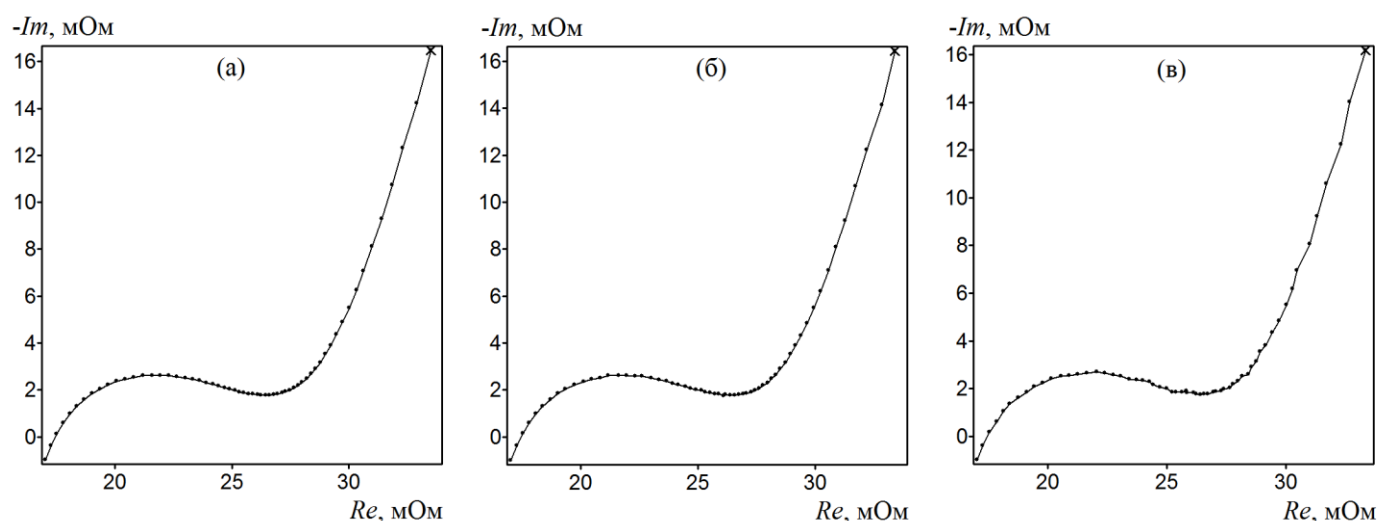


Рис. 2. Годографы импеданса для литий-ионного аккумулятора, зарегистрированные на потенциостате SmartStat PS-20 в диапазоне частот 2 кГц – 0.05 Гц. Амплитуда переменного сигнала: (а) 1 мВ, (б) 0.5 мВ, (в) 0.25 мВ.

Каждый производитель потенциостатов, закладывает в свои разработки свойственные только ему сильные, зачастую инновационные возможности, недоступные другим компаниям. Для SmartStat, одной из таких, беспрецедентных в мировой практике особенностей, стало применение в качестве синтезатора развертки, ультрасовременного цифро-аналогового преобразователя разрядностью 20 бит, что обеспечило на диапазоне потенциала 5 В, шаг синтеза развертки на уровне 10 мкВ. В отличие от традиционных аналоговых модулей развертки, такое решение не ограничено снизу скоростями в несколько милливольт в секунду или даже их десятков, а также не

нуждается в специальной калибровке. Возможность обеспечения ультралинейной развертки важна и на низких скоростях, при исследовании интеркаляционных процессов или изучении емкостных характеристик материалов. Для всех моделей SmartStat нижний предел скорости развертки при этом составил 1 мкВ/с.

Если постараться не вдаваться излишне в технические подробности, то решение части поставленных выше задач легло на аналоговые узлы SmartStat – их новая идеология позволила достичь требуемого уровня устойчивости и низких шумов прибора. Все это положительно сказалось на качестве работы в самой требовательной к этим характеристикам области - в жидкостных трехэлектродных ячейках.

Отдельного внимания заслуживает новое программное обеспечение SmartSoft. Помимо продуманного современного интерфейса, сочетающего в себе простоту и понятность, именно оно дает пользователю широчайшие возможности для гибкой реализации самых сложных экспериментальных программ и методик, а также их комбинаций. Речь прежде всего идет о новом программаторе, позволяющем циклически повторять до 50 индивидуальных шагов. Можно выбрать несколько шагов, которые нужно выполнить однократно, без зацикливания для выполнения предобработки или формировки образца.

В сочетании с программатором работает новая мощнейшая, но предельно простая для пользователя функция множителей. Она позволяет через определенное число циклов программатора, умножать на заданное значение выбранный параметр (или прибавлять к нему), например скорость развертки или зарядный ток, предел по потенциалу, току или заряду. 9 критериев досрочного завершения эксперимента предлагают до шести вариантов индивидуальных действий при срабатывании любого из них, в том числе и переход к определенному шагу программатора. Если же всех этих функций окажется недостаточно, то режим планировщика позволит загрузить в прибор до 10 независимых программаторов или простых режимов работы.

В программное обеспечение SmartSoft зашито 32 вида базовых комбинаций осей диаграмм – для отображения постоянноточковых данных, импеданса, а также различных смешанных, например, Мотта-Шоттки. Все данные, построенные на диаграмме, выводятся в таблицу, из которой их можно легко копировать и экспортировать. В качестве первичной автоматической обработки данных, предлагается настраиваемый расчет более 70 параметров по постоянному и переменному току, которые можно строить на гистограмме от номера цикла или шага. Эта возможность избавляет экспериментатора от большого объема рутинной обработки данных. Все результаты можно легко копировать и сохранять для стороннего использования.

Также, стоит упомянуть новые, для серийного отечественного приборостроения, режимы работы - прерывистое потенциостатическое и гальваностатическое титрование (PIT, GIT), режим развертки потенциала при измерении импеданса (PDEIS). Также, помимо стандартных и очень простых в плане редактирования в SmartSoft, импульсных электроаналитических методов (СВА,

НИВА, ДИВА, КВВА при частотах до 1кГц), добавлен уникальный, профессиональный режим разработчика таких методов. Он реализует до пяти ступеней в одном импульсе, с возможностью наложения линейной развертки, в сочетании с широким выбором способов автоматического выделения данных для построения импульсной вольтамперограммы, а также характеризуется наличием гальваностатического режима.

Все потенциостаты SmatStat поддерживают следующие методы работы, также возможны их комбинации в программаторе и планировщике:

- Стационарные: OCP, POT, BE, CP, CC, CA
- Вольтамперометрия: LSV, CV, ASV, CSV, AdSV, RCP, LRP, DGP, CPP, LRP
- Импульсные: AD, PAD, MA, CSCP, CSCA, VSTEP, ISTEP
- Импеданс: EIS-POT, EIS-GAL, IMP, IMPT, PDEIS, EIS-MOTT, IMPE
- Аналитические: NPV, DPV, SWV, SCV
- Специальные: DPSCA, CSCP, SWSV, DPSV, DPA, DDPA, TPA, IPAD
- Источники тока: CCD, GCD, PCD, ESR, CC, CV, EIS, CC-CV, PIT, GIT

Для обеспечения безопасности эксперимента, можно задать допустимые пределы по потенциалу и току, а также выбрать варианты действий прибора при их нарушении. Для простых режимов имеется интеллектуальная функция контроля разрыва цепи. Энергонезависимая память SmartStat, рассчитанная на два миллиона точек, гарантирует сохранность всех полученных данных, в случае отключения электричества в длительном эксперименте.

И наконец, начинающий пользователь может, нажав одну специальную кнопку, обнулить все сложные настройки и перевести многие из них на автоматический режим, чтобы отредактировать только самые необходимые параметры нужной ему работы в максимально user-friendly режиме, совершенно не углубляясь в излишние тонкости, отключив все профессиональные настройки. При необходимости, SmartSoft выдаст подсказки и рекомендации по редактированию каждого режима, предупредит о возможных проблемах и ошибках, построит теоретическую диаграмму планируемой работы.

Потенциостаты SmartStat спроектированы российскими учеными и выпускаются в России. Благодаря этому приборы всегда есть на складе и поставляются без задержек из наличия. При консультации по потенциостатам SmartStat с вами будет общаться не универсальный менеджер, а специалист с ученой степенью по электрохимии и разработчик этих приборов. При действительной необходимости и объективности просьбы заказчика, в программное обеспечение могут быть внесены доработки и дополнения, в том числе и новые рабочие режимы, затрагивающие прошивки самих приборов.

Высокоточное оборудование для электрохимических исследований

SmartStat®

Изготовитель: Electrochemical Instruments

Россия, Московская область, г. Черноголовка

Телефон: 8(495)720-31-57

Адрес тех. поддержки: potentiostat@mail.ru

www.smart-stat.ru