



Пример использования ANS12-Hardware Setup and Shielding

Организация рабочего места и экранирование

2024

www.smart-stat.ru

Уважаемый Коллега! Этот пример использования является одним из разделов книги «Практическое руководство по методу электрохимического импеданса» Астафьева Е.А., второго, переработанного и дополненного издания. Эта книга распространяется только в бумажном виде. Если вы заинтересовались ею, пожалуйста обратитесь в службу поддержки компании SmartStat на сайте www.smart-stat.ru или www.potentiostat.ru.

Организация рабочего места

Не важно, насколько дорогое и прецизионное оборудование и чистые материалы используются, качественную практическую работу можно выполнить только при наличии хорошо поставленной культуры эксперимента, а она начинается с организации рабочего места. Этот раздел призван наглядно продемонстрировать некоторые, казалось бы очевидные, но далеко не всегда претворяемые в жизнь аспекты. К ним можно отнести:

- Правильное использование оборудования.
- Правильная трассировка измерительных и силовых кабелей.
- Экранирование.

Первый аспект – правильное использование оборудования тоже кажется очевидным, хотя и более объективным. Тем не менее, стоит отметить следующие особенности, которые периодически нарушаются:

- Модель потенциостата должна соответствовать решаемой задаче: исследовательский прибор с максимальным током в 1-4 А с большим количеством диапазонов тока можно использовать для работы с малыми токами (менее 1 мА), а мощные приборы нельзя. Исследовательские приборы не стоит постоянно использовать для работы на максимальных токах с химическими источниками тока, для этого лучше подойдут мощные приборы с токами 8 А и более.
- Диапазоны тока и потенциала прибора должны соответствовать измеряемым токам, импедансам и потенциалам.
- Потенциостат необходимо располагать как можно более удаленно от нагревательных приборов, чтобы входные токи электрометров потенциала оставались как можно ниже для работы с малыми токами, а также, чтобы не перегревались его силовые элементы при больших нагрузках.
- Неэкранированные высокоомные цепи должны быть максимально короткими и компактными, чтобы минимально быть подверженными влиянию помех. Сюда прежде всего относятся все компоненты электродов сравнения, включая их провода (их излишки должны быть отрезаны или собраны в бухты размером не более 5-10 см, чтобы помимо сбора помех, не иметь паразитной емкости на экран, снижающей устойчивость), а также мостики-ключи.
- Большие поляризующие напряжения высоковольтных потенциостатов могут быть вредны и опасны при работе с тонкими миниатюрными объектами, не стоит в этом случае закладывать излишний запас. Он будет только вреден, так как любой обрыв цепи электрода сравнения

приведет к значительно более сильной поляризации исследуемого объекта, по сравнению с низковольтным прибором. По этой причине все высоковольтные потенциостаты SmartStat имеют опцию снижения поляризующего напряжения до стандартных значений.

Трассировка кабелей и установка оборудования

Второй аспект – это трассировка проводов. Ранее мы уже рассматривали то, как собственные силовые кабели потенциостата влияют на работу потенциальных кабелей. Аналогичным образом шнуры питания влияют на все измерительные кабели. Однако в этом случае на измерительный кабель наводится сигнал с частотой 50 Гц и в меньшей степени 100 Гц, а также различные коммутационные и импульсные помехи. На рис. 1 приведены примеры сигналов тока с различным количеством помех для двухэлектродного измерения без исследуемого образца (крокодилы измерительных проводов попарно объединены, но ни к чему не подключены).

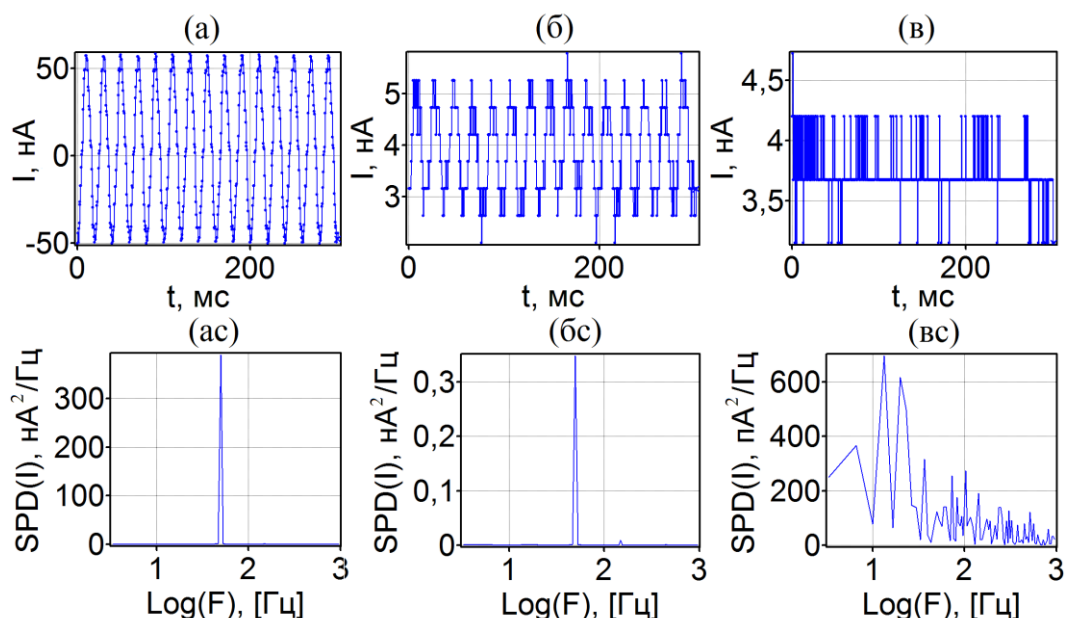


Рис. 1. Внешний вид сигналов тока с разным количеством наводок (а, б, в), а также соответствующие им спектры (ас, бс, вс). Фиксированный диапазон тока 100 мкА.

На рис. 1 (а) наводка 50 Гц очень высокая, дискретность АЦП не видна, только синусоида наводки. В этом эксперименте незранированные зажимы крокодил лежали рядом с шнуром сетевого питания. На спектре рис. 1 (ас) четко видна узкополосная наводка на частоте 50 Гц большой амплитуды. На следующем рисунке (1 (б)) размах синусоиды 50 Гц существенно ниже и на его фоне уже четко видна дискретность АЦП. На соответствующем спектре рис. 1 (бс) уровень наводки оказался существенно ниже и проявился маленький пик на частоте 100 Гц. При измерении же в экране, показанном на рис. 1 (в) видна только дискретность АЦП, то есть фактически собственный шум прибора без наводки. На соответствующем спектре рис. 1 (вс) пришлось изменить единицы

измерения вертикальной оси, чтобы разглядеть какие-то особенности. В единицах $nV^2/Гц$ он представлял собой линию на горизонтальной оси.

Как уже стало понятно из рис. 1, лучшим решением является применение экрана. Однако работа с ним не всегда удобна и возможна, в случае исследования, например, крупных источников тока. В такой ситуации аккуратная трассировка проводов и кабелей является необходимыми и достаточным решением. Даже если исследуемый источник тока обладает импедансом в единицы мОм, шнуры питания могут нанести заметные помехи на потенциальные провода и проявиться на спектрах импеданса и в этом случае. На вольтамперметрических данных сразу их можно не заметить, но их присутствие однозначно покажет расчет спектра СПМ. Подробное описание этих спектров приведено в конце последней главы, здесь же упомянем, что программное обеспечение SmartSoft позволяет легко автоматически рассчитывать их для любых постоянноточковых данных, чтобы в том числе выявлять наличие наводок, как на рис. 1.

Резюмируя, перечислим основные требования к трассировке измерительных кабелей и шнуров питания:

- Измерительные кабели и исследуемый объект должны находиться перед прибором.
- Измерительные кабели не должны иметь лишних изгибов.
- Измерительные кабели нельзя удлинять, чтобы не испортить реактивные калибровки прибора и исключить влияние помех.
- Токовые и потенциальные измерительные кабели в идеале должны быть разделены при работе с импедансами менее 10 Ом.
- Незэкранированные части измерительных кабелей должны быть только самой необходимой минимальной длины. В идеале они должны находиться внутри экрана вместе с исследуемым объектом.
- Шнуры питания, заземления, кабели разводки к розеткам 220 В должны находиться только сзади прибора, и не должны лежать как попало. Их излишки необходимо собирать в компактные бухты.
- Кабели интерфейса USB также должны находиться с задней части прибора, но они не должны быть перемешаны или находиться рядом с шнурами питания. Лучше всего выводить их сразу вертикально вверх (а шнуры 220 В вниз) на высоту монитора (30-40 см) и вести на этом расстоянии (или более) от шнуров 220 В до компьютера. Это повысит устойчивость соединения компьютера с прибором.
- Излишки USB-кабелей также обязательно должны быть собраны в компактные линейные бухты (похожие на бант, они так часто выглядят при покупке) при помощи стяжек.
- Для снижения вероятности потери связи прибора с компьютером, они оба должны быть включены в один комплект розеток (удлинитель) к которому не должно подключаться никакое другое оборудование.

Прекрасно организуют рабочее место приборные стойки. Можно дать по ним следующие рекомендации:

- При установке нескольких приборов в стойку, кабели USB необходимо пустить по одной ее стороне, а шнуры питания 220 В по другой.
- Исследуемые образцы при этом будут находиться на выдвижных полках перед стойкой.
- Системный блок компьютера должен быть установлен в самой верхней части стойки за монитором. USB-кабели от всех приборов, расположенных ниже, должны идти к нему вместе, а их бухты должны находиться рядом с системным блоком.
- Источник бесперебойного питания или(и) комплект розеток должны находиться внизу на последней полке стойки под приборами. Все шнуры питания 220 В включая компьютер, должны идти к нему вместе.
- От стойки должен идти только один общий кабель питания в розетку и больше никаких шнуров (компьютер должен быть в составе стойки).
- Все приборы должны быть заземлены на корпус стойки, в идеале на одну общую медную шину.
- Сама стойка чаще всего оказывается заземлена на силовую землю розетки 220 В. Но также возможно отдельное заземление отдельным проводом большого сечения на вкопанную сигнальную землю.

Несколько рекомендаций по заземлению:

- Для снижения влияния наводок потенциостат должен быть заземлен. Также это требуется для обеспечения электрической безопасности.
- Чаще всего заземление происходит автоматически на силовую землю розетки.
- В некоторых случаях, когда к этой же земле подключено другое оборудование с большим потреблением, силовая земля может наоборот стать источником помех. В этом случае используются розетки без лепестков заземления, а потенциостат заземляют индивидуально на отдельную сигнальную землю для прецизионного оборудования (или вкапывают свою).
- Заземление на сантехнику и трубы отопления не рекомендуется, так как в случае проведения электросварочных ремонтных работ любой сантехники, заземленное на нее оборудование вполне возможно выйдет из строя. Также, неизвестно какое еще оборудование было на нее заземлено.

Рекомендации по выбору источников бесперебойного питания и сетевых фильтров:

- Высокоточное дорогостоящее оборудование рекомендуется подключать через сетевые фильтры, обязательно использующие постоянное двойное преобразование без переключений.
- Нельзя использовать переключаемые источники бесперебойного питания, они создают коммутационные помехи, которые могут вывести подключенное оборудование из строя.

- Необходимо использовать только хорошие источники бесперебойного питания обязательно двойного преобразования, генерирующие постоянную чистую синусоиду без переключений в момент отключения внешней сети 220 В.

Экранирование

Применение экрана рекомендуется при работе с импедансами выше 10 Ом. Экранирование является строго обязательным при работе с любыми электродами сравнения или(и) и работе с импедансами выше 1 кОм. Рассмотрим сначала, что происходит с постоянноточковыми сигналами при наличии наводок и помех.

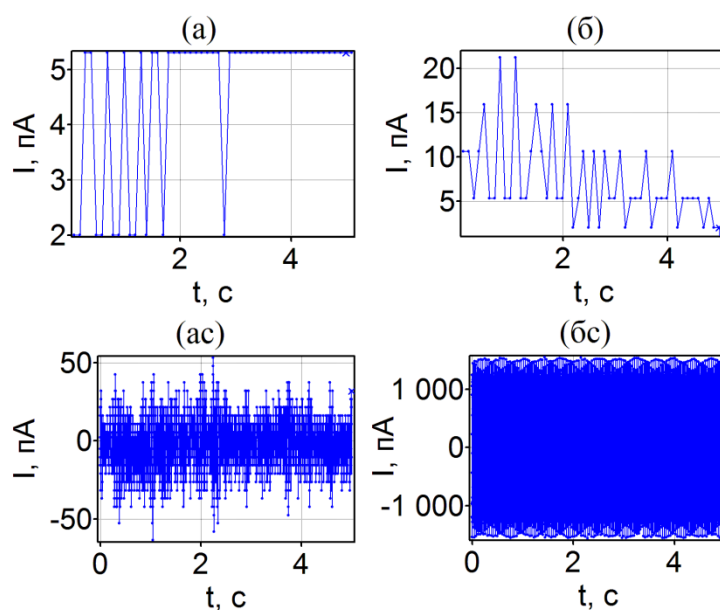


Рис. 2. Измерение высокоомной ячейки в экране (а, ас), а также без экрана (б, бс). (а, б) – скорость регистрации 10 точек в секунду. (ас, бс) – скорость регистрации 2000 точек в секунду.

При работе в экране на низкой скорости регистрации (рис. 2 (а)) наблюдается только дискретность АЦП. Измеряемое значение тока находится на уровне 4-5 пА. Все что можно сделать для улучшения качества эксперимента, это выбрать более тонкий диапазон тока, если таковой имеется. При работе на низкой скорости регистрации (частота АЦП 10 Гц, что ниже частоты наводки 50 Гц) происходит усреднение более высокочастотных наводок (в данном случае 50 Гц) и сигнал представляется максимально чистым. В результате даже при измерении без экрана (рис. 2 (б)) данные выглядят приемлемо, однако среднее значение измеряемого тока составляет около 10 пА, что заметно отличается от данных без наводок. Наблюдаемая погрешность возникла из-за того, что сигнал без экрана, если рассмотреть его более детально на высокой скорости регистрации (2 кГц, рис. 2 (ас, бс)) при наличии экрана имеет некоторую зашумленность, обусловленную в данном случае несовершенством экрана, а в случае без экрана он представляет собой синусоиду с размахом более 2000 пА. При измерении на низкой скорости регистрации эта синусоида наводки была усреднена с конечной точностью, что и вызвало отклонения от действительного значения,

полученного из измерения с экраном. Подобные явления могут наблюдаться и на несколько порядков более высоких токах (до десятков мкА). Они часто служат причиной недостоверной регистрации ЦВА-кривых, в которых происходят искажения пиков и как следствие их площадей. В разных потенциостатах с разными АЦП (в том числе и разных производителей) эти погрешности будут отличаться. Также, при большой амплитуде наводки, в одной из полярностей может возникнуть насыщение по току максимумом диапазона, которое еще сильнее исказит усредненный сигнал. Часто из-за наличия наводок, прибор не может перейти на более тонкий диапазон тока для достижения лучшего разрешения. Все это приводит к тому, что площади пиков на ЦВА кривых, а иногда и их формы могут получаться разными на различных приборах. Измерение в экране решит эту проблему. Другой причиной является нелинейность синтеза развертки потенциала, а точнее высота ее ступени.

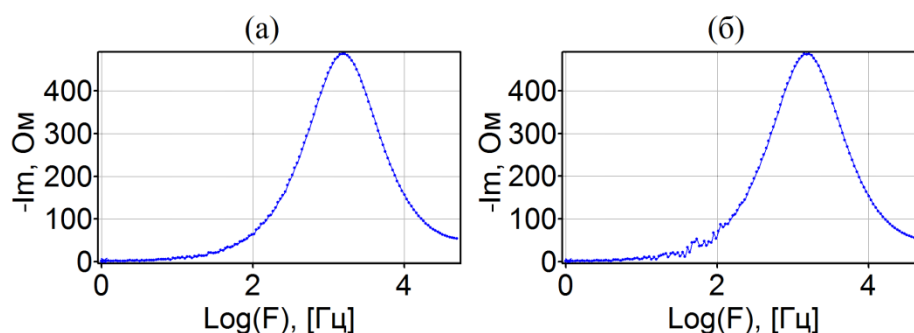


Рис. 3. Спектры мнимой части импеданса для RC-цепи на основе двух последовательных резисторов 1 кОм, с одним из которых установлен параллельный конденсатор 1 мкФ. Амплитуда 5 мВ, измерение в экране (а) и без экрана (б).

На рис. 3 приведены примеры измерения спектров импеданса для объекта с относительно низким импедансом от 1 кОм на высокой частоте до 2 кОм на низкой. Однако в окрестности 50 Гц имеется заметное зашумление спектра. Если в области частот 20-300 Гц окажется какая-либо особенность, то ее фитинг будет выполнен с искажениями, а визуальные изменения могут сделать ее неузнаваемыми.

Гораздо хуже ситуация становится при работе с высокоомными объектами. На рис. 4 приведен пример такого измерения на основе более сложной RC-цепи. В этом случае среднечастотная часть меняется до неузнаваемости и становится непригодной для обработки, на низких и высоких частотах также наблюдается зашумленность. Для адекватного измерения без экрана пришлось увеличить амплитуду переменного сигнала с 15 мВ до 50 мВ. Из спектра, полученного без экрана на рис. 4 (бс) видно, что основная полоса наводки составила окрестность 50 Гц. В то же время на годографе импеданса (рис. 4 (б)) наблюдается большая зашумленность, значительно искажающая большую его часть.

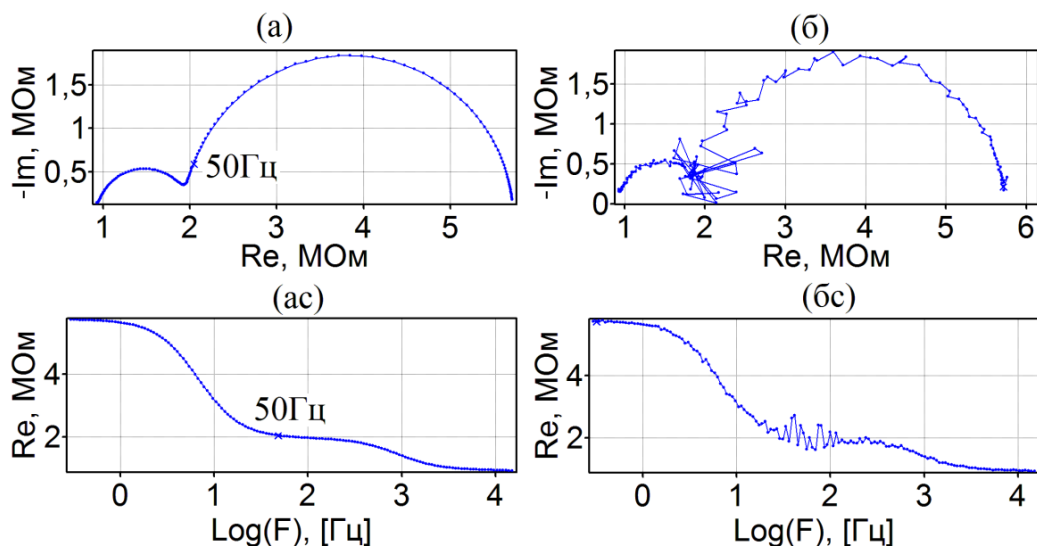


Рис. 4. Примеры измерения высокоомной RC-цепи с экраном (а, ac) и без него (б, bc). Диапазон частот 15 кГц – 0.3 Гц. Частота 50 Гц отмечена крестиком. В экране амплитуда 15 мВ, без экрана 50 мВ. Измерение на максимальной скорости без усреднения.

В качестве экрана (или клетки Фарадея, Faraday cage) лучше всего использовать специализированное готовое изделие, например экранирующие шкафы Electrochemical Instruments. Помимо выполнения функции экрана, шкаф хорошо организует рабочее место. В нем можно хранить хрупкие компоненты ячейки и электроды. Также он защищает находящуюся в нем ячейку от механических повреждений.



Рис. 5. Специализированный экранирующий шкаф Electrochemical Instuments с гибкими неэкранированными токоподводами, терминалом подключения прибора, алюминиевым окном в основании для магнитной мешалки, вводами для шлангов подачи газов и термостата.

Экранирующий шкаф должен быть соединен с заземляющим разъемом потенциостата. Все потенциостаты SmartStat имеют на своей передней панели разъем «GND», специально установленный для этого. Заземляющий разъем на задней панели предназначен для подключения сигнального заземления при отсутствии или исключении силового заземления розетки 220 В.

Альтернативным и весьма бюджетным решением может стать использование металлической мебели, стальных шкафов для серверной стоечной аппаратуры подходящего размера (можно приобрести в компьютерных супермаркетах), а также более компактных металлических щитков для монтажа электрики (автоматов и счетчиков, они продаются в строительных магазинах). Эти изделия есть самых разных размеров начиная с компактных для малогабаритных ячеек, заканчивая крупными шкафами наподобие изображенного на рис. 6. Применив небольшие доработки, в них можно установить резьбовую шпильку М12 для организации вертикального штатива. Также во всех этих изделиях необходимо самостоятельно соединить дверцу с корпусом шкафа при помощи провода с клеммами.

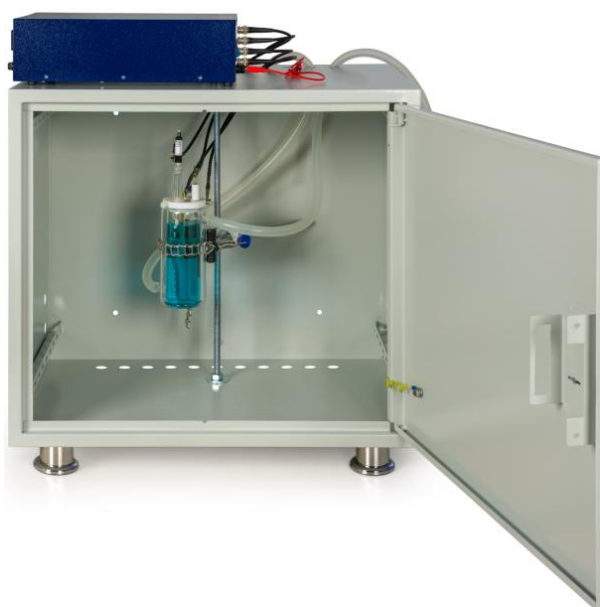


Рис. 6. Экранирующий шкаф на основе серверного шкафа для стоечной аппаратуры серии NT или ЦМО.

Если установить экран нет никакой возможности, то стоит соединить с заземлением прибора штатив, в котором закреплена ячейка. Качественного измерения при этом выполнить не удастся, но уровень помех будет снижен нулевым полем штатива (незаземленный штатив наоборот служил антенной для сбора помех).

При проведении измерений в стальном сухом боксе или в металлической тяге, необходимо заземлить бокс или тягу. Для этого необходимо проконсультироваться с их установщиком. Тяга или бокс будут выполнять функцию экрана, а будучи заземленными будут представлять меньшую электрическую опасность. При этом внутри них не должно находиться шнуров питания 220 В и другого неэкранированного оборудования, потенциально являющегося источником помех. Или они должны быть также экранированы.

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