



Профессиональные потенциостаты-гальваностаты
SmartStat®
Профессиональный исследовательский бипотенциостат BPS-12

Руководство по эксплуатации

2025

www.smart-stat.ru

Уважаемый пользователь! Компания Electrochemical Instruments благодарит Вас за приобретение и использование научного оборудования SmartStat. В этом руководстве приведены подробные характеристики бипотенциостата этой серии, рекомендации по работе с ними, а также другая полезная информация.

Широкофункциональный бипотенциостат SmartStat BPS-12 является расширенным вариантом профессионального потенциостата. Расширение заключается в том, что помимо потенциостатта, отвечающего за работу с основной ячейкой (первым рабочим электродом в ней) в него добавлен второй рабочий электрод и необходимый для его работы функционал. То есть, он может выполнять все задачи, как и обычный потенциостат SmartStat, а также, в любой методике (кроме импульсных электроаналитических методов) можно использовать второй рабочий электрод (а также его дополнительный потенциальный вход).

Бипотенциостат BPS-12 может быть использован для решения, например, таких задач:

- Все **стандартные задачи обычного потенциостата** без второго электрода;
- **Вращающийся диск с кольцом**;
- Исследования транспортных свойств **мембран**;
- Съемка параметров электрохимических и полупроводниковых **трехполюсников (транзисторов)**;
- Работа с двумя идентичными рабочими электродами одновременно (режим Array);
- Работа по **пятиэлектродной схеме** (режим Aux второго электрода);
- Регистрация потенциальных и токовых **электрохимических шумов** по классическим схемам с 1 и 2-мя рабочими электродами (ZRA);
- Регистрация потенциальных и токовых электрохимических шумов по расширенным схемам с 3-мя рабочими электродами (режим кросс-корреляции);
- Регистрация импедансных фото-спектров **IMPS и IMVS (фотовольтаика)**.

Главной особенностью бипотенциостата SmartStat BPS-12 является то, что в отличие от моделей других производителей, он не состоит из двух потенциостатов (что по сути правильнее называть twin-потенциостат), а имеет основной канал классического потенциостата, к которому подключен специально сконструированный интерфейс второго рабочего электрода. В подходе, с комбинированием двух потенциостатов в один, имеется проблема полной гальванической и емкостной развязки двух потенциостатов. Из-за этой проблемы между двумя каналами всегда остается емкостная связь по цепям питания, которая создает непостоянную и некомпенсируемую паразитную емкостную связь более 100 пФ (для примера, на частоте в 1 кГц это соответствует импедансу 1.6 кОм, то есть весьма низкой величине). Бипотенциостат же SmartStat BPS-12 использует инструментальное разделение каналов, не имеющее такой проблемы. Это обеспечивает непревзойденную развязку каналов, отсутствие в них утечек как по постоянному току, так и по переменному. Помимо этого, такое решение обеспечивает бипотенциостату BPS-12 беспрецедентно широкую функциональность для решения нестандартных задач в многоэлектродных ячейках.

Независимо от первичного назначения, бипотенциостат SmartStat BPS-12 может быть использован в любом из направлений: разработка ХИТ и их компонентов, жидкостная и твердотельная электрохимия, электрокатализ, коррозия и покрытия, биоэлектрохимия, полупроводники, электроаналитика, фотовольтаика и многие другие.

Благодаря специализированной схемотехнике узла измерения тока, бипотенциостат BPS-12 может быть использован для решения широкого круга задач по измерению электрохимических шумов в тех случаях, когда оказывается достаточно разрешения по потенциалу в 10 мкВ (прежде всего в коррозионных задачах).

Благодаря расширенному функционалу второго рабочего электрода, имеется возможность проведения очень нестандартных измерений в многоэлектродных ячейках, как методами ECN, так и ВА, импульсными и импедансными.



Программное обеспечение SmartSoft дает пользователю очень широкий спектр возможностей для создания рабочих программ в сочетании с легкостью и интуитивностью управления работой программы и прибора. Оно трактует бипотенциостат как двухканальный прибор в плане хранения и обработки данных. Данные первого электрода соответствуют первому каналу, а данные второго электрода – второму каналу. Имеется возможность их одновременного просмотра или индивидуально с быстрым переключением между ними. В плане же управления рабочей программой, у второго электрода имеется свой комплект дополнительных настроек, независимый от первого в каждом рабочем режиме. Запуск и управление работой обоих электродов осуществляется бипотенциостатом синхронно.

Традиционно, как и все потенциостаты SmartStat, бипотенциостат BPS-12 позволяет измерять электрохимический импеданс, синхронно на обоих рабочих электродах. Также второй электрод имеет свой потенциальный вход (Comp-2). Он позволяет точно измерять потенциал второго электрода, или подключать к нему электрод сравнения, или использовать его как Aux электрометр и работать бипотенциостату в режиме пятиэлектродного потенциостата. В конце этого руководства приведены рекомендуемые варианты схем подключения и настроек прибора под разные задачи.

Потенциал второго электрода можно задавать относительно любого из базовых потенциальных входов основного потенциостата, то есть относительно потенциалов Ref или Comp (последнее подразумевает обычно потенциал Work, то есть потенциал первого рабочего электрода, но использование соответствующего

потенциального электрода, а не токового, делает измерение более точным, а способы подключения более гибкими). Также, в отличие от бипотенциостатов других фирм, BPS-12 позволяет выбрать - относительно чего измерять потенциал Comp-2, относительно также Ref или Comp. Это существенно расширяет функционал прибора за пределы бипотенциостата (например, до пятиэлектродного потенциостата).

Бипотенциостат SmartStat имеет универсальный цифровой интерфейс для управления внешними модулями SmartStat, например термодатчика.

Настоящее руководство не описывает работу с программным обеспечением SmartSoft, для этого предусмотрен отдельный документ.

Уважаемый коллега! Если у Вас возникли вопросы или Вы не нашли, как решить Вашу задачу с использованием потенциостата SmartStat или одного из его модулей, напишите нам. Может оказаться, что задача решается уже имеющимися возможностями прибора. Возможно, она будет решена в ближайшем обновлении прибора или SmartSoft, или ожидает своего воплощения. Также мы готовы рассмотреть объективные, то есть востребованные и детализованные пожелания заказчика. Платформа SmartStat является перспективной и в ней будет еще много программных и аппаратных обновлений и дополнений, значительно расширяющих функциональность.

Содержание

1.	Возможности бипотенциостата SmartStat BPS-12	6
2.	Краткие характеристики бипотенциостата SmartStat BPS-12	8
3.	Все характеристики бипотенциостата SmartStat BPS-12	9
4.	Комплектность поставки	12
5.	Рекомендуемые условия работы	13
6.	Запрещенные условия работы	14
7.	Защитные функции прибора	16
8.	Устройство и принцип работы	17
9.	Приемка, установка и подключение прибора	20
10.	Подключение электрохимической ячейки	22
	А. Стандартный четырехэлектродный потенциостат	22
	Б. Режим пятиэлектродного потенциостата	24
	В. Задача о снятии ВАХ трехполюсника (транзистора)	25
	Г. Работа с двумя идентичными электродами (режим arrau)	28
	Д. Задача о вращающемся дисковом электроде с кольцом	30
	Е. Исследование биосенсоров	31
	Ж. Регистрация спектров импеданса на двух одинаковых электродах	32
	З. Исследование мембран, первая задача	33
	И. Исследование мембран, вторая задача	35
	К. Измерение электрохимических шумов, амперметр нулевого сопротивления	36
	Л. Измерение электрохимических шумов, режим кросс-корреляции с двумя амперметрами нулевого сопротивления	37
	М. Фотовольтаика, измерение импедансных фото-спектров IMVS и IMPS	39
11.	Работа с программным обеспечением	44
12.	Особенности измерения импеданса	45
13.	Гарантийные обязательства	49

1. Возможности бипотенциостата SmartStat BPS-12

Бипотенциостат SmartStat BPS-12 без дополнительных модулей обеспечивает следующие ВОЗМОЖНОСТИ:

Основная ячейка (первый электрод без второго)

- Регистрация потенциала разомкнутой цепи (измерение потенциала и напряжения)
- Потенциостатический режим работы (контроль-задание потенциала и напряжения)
- Гальваностатический режим работы (контроль-задание тока)
- Линейная и циклическая развертка потенциала (потенциодинамика)
- Линейная и циклическая развертка тока (гальванодинамика)
- Хроноамперометрия, хронопотенциометрия, хронокулонометрия

Второй электрод

- Регистрация потенциала разомкнутой цепи на Comp-2 относительно Ref или Comp
- Потенциостатический режим работы (контроль-задание потенциала и напряжения) относительно Ref или Comp
- Гальваностатический режим работы (контроль-задание тока)
- Режим потенциостат/гальваностат второго электрода выбирается независимо от режима потенциостат/гальваностат первого электрода
- Работа с двумя идентичными рабочими электродами (режим Array)
- Режим Aux электрода Comp-2 (пятиэлектродная схема основной ячейки) относительно Ref или Comp

Импеданс

- Регистрация спектров импеданса от 50 кГц до 10 мГц без модуля FRA (FRA не устанавливается) на первом электроде
- Регистрация спектров импеданса на втором электроде синхронно с первым, но разделенно с ним (отдельный спектр)
- Регистрация спектров импеданса на втором электроде в режиме потенциостат/гальваностат независимо от режима первого электрода
- Режим развертки частоты для обоих электродов
- Режим работы на фиксированной частоте для обоих электродов с разверткой потенциала (или тока) на первом электроде, и заданием потенциала второго электрода относительно Ref или Comp первого электрода.
- Регистрация спектров импеданса в режиме 5-тиэлектродной схемы (режим Aux для входа Comp-2 в основной ячейке)
- Фотовольтаика - регистрация импедансных фото-спектров IMVS и IMPS (мнимая и действительная часть)
- Автоматический расчет и вывод амплитуд гармоник с 2 по 7 для первого электрода

Импульсные методы (только основная ячейка, первый электрод)

- Стандартные импульсные электроаналитические методы: СВА, НИВА, ДИВА, КВВА
- Профессиональные электроаналитические методы: 1-5 ступеней любой амплитуды с приращением или без, с разверткой или без, с выбором математики регистрации, потенциостатический и гальваностатический режимы
- Потенциостатическое и гальваностатическое прерывистое титрование (PIT и GIT) с расширенным выбором получаемых результатов

Программатор

- Режим пошагового циклического программатора из 50 шагов
- Возможность не зацикливать несколько первых шагов программатора
- Возможность увеличивать или умножать на заданное значение один из параметров, через заданное количество циклов программатора
- Режим планировщика для автоматического запуска подряд нескольких файлов программатора
- Циклический заряд - разряд ХИТ (программатор)
- Возможность зациклить весь программатор (незацикливаемые+зацикливаемые шаги) формируя вложенный цикл

Расширенная автоматика

- 5 гибких критериев у первого электрода и 3 у второго, для остановки эксперимента или текущего шага или цикла с

б-ю способами реагирования в каждом из них

- Пользовательская защита по току и потенциалу, а также характеристики образца
- Настраиваемая функция отслеживания разрыва цепи электрода сравнения
- Автоматические диапазоны тока в потенциостате по обоим электродам
- Автоматическое (с настройками) измерение омического сопротивления импульсно и импедансом (только для режимов без второго электрода)
- Функции автоматической самодиагностики на встроенном эквиваленте для обоих электродов
- Автоматическое поддержание псевдопостоянной мощности или сопротивления путем программного регулирования тока

Аппаратные возможности

- Цифровой интерфейс для подключения внешних приборов и устройств
- Вывод цифрового кода состояния канала (номер цикла и шага программатора, тип работы шага) в цифровой интерфейс при отсутствии подключенных внешних модулей
- Встроенная энергонезависимая память экспериментальных данных
- Продолжение работы при отключении управляющего ПК
- АЦП разрядностью 20 бит с разрешением по потенциалу до 10 мкВ, быстродействием 250 кГц

Регистрация электрохимических шумов

- Потенциометрический режим работы между электродами рабочий-рабочий или рабочий-сравнения
- Токковый режим между электродами рабочий-рабочий
- Все традиционные схемы подключения 2 и 3 электродов
- Регистрация тока и потенциала в режиме амперметра нулевого сопротивления на первом электроде
- Независимая (в той же ячейке или отдельной) регистрация тока и потенциала в режиме амперметра нулевого сопротивления на втором электроде
- Регистрация потенциала и тока с 3-мя или 4-мя рабочими электродами (режим кросс-корреляции)

Для получения большей информации о возможностях программного обеспечения SmartSoft, обратитесь, пожалуйста, к его руководству эксплуатации (pdf файл в папке документации на установочном диске или в загрузках на сайте производителя).

Бипотенциостатом BPS-12 может пользоваться как опытный электрохимик, так и начинающий. Ближе к концу настоящего руководства приведены точные описания рабочих режимов и схем подключения для решения стандартных задач, для которых обычно приобретают бипотенциостат. **Начинающий экспериментатор** без труда сможет ими воспользоваться, чтобы решить свою задачу **не углубляясь в технические подробности** устройства бипотенциостата SmartStat. **Опытный же электрохимик** может подробно изучить техническую часть настоящего руководства, что позволит решать **самые нестандартные задачи** на высоком профессиональном уровне, недоступном другому оборудованию, благодаря беспрецедентно широкой функциональности и гибкости настроек бипотенциостата BPS-12.

2. Краткие характеристики бипотенциостата SmartStat BPS-12

Ниже приведен краткий набор характеристик, рекомендуемый для составления ТЗ при покупке прибора. Этих характеристик достаточно, чтобы однозначно охарактеризовать прибор при закупке и приемке.

Характеристика	Значение
Количество каналов	1
Количество рабочих электродов	2
Максимальное напряжение	15 В
Максимальный ток	1 А для первого электрода 100 мА для второго электрода
Диапазоны потенциала	5 В для первого электрода 5 В для второго электрода
Диапазоны тока	8 диап. От 1 А, до 100 нА для первого электрода 7 диап. От 100 мА, до 100 нА для второго электрода
Минимальный рабочий ток	200 пА для любого электрода
Импеданс	50 кГц – 10 мкГц, для любого электрода
Подключение ячейки	2, 3, 4 электродов для основной ячейки и еще 2 для второго электрода, или 5 электродная схема в режиме Aux второго электрода
Разрядность АЦП / ЦАП	4x20 бит / 20 бит
Максимальная скорость регистрации	2 кГц (250 кГц импульсно)
Аналого-цифровой интерфейс	Цифровой выход для управления внешними модулями SmartStat

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

- Стационарные: OCP, POT, BE, CP, CC, CA, CR, CR
- Вольтамперометрия: LSV, CV, ASV, CSV, AdSV, RCP, LRP, DGP, CPP, LRP
- Импульсные: AD, PAD, MA, CSCP, CSCA, VSTEP, ISTEP, FSCV
- 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, PITT, GITT
- Электрохимические шумы ECN, ZRA
- Фотовольтаика IMVS, IMPS

3. Все характеристики бипотенциостата SmartStat BPS-12

Характеристика	Значение	
Основные характеристики		
Количество каналов	1	
Количество рабочих электродов	2	
Подключение ячейки	2, 3, 4 электродов для основной ячейки и еще 2 для второго электрода, или 5-электродная схема в режиме Aux второго электрода; дополнительно, в режиме амперметра нулевого сопротивления используется сигнал земли, что расширяет электрохимический интерфейс до 5, 6 и 7-ми электродов.	
Контроль ячейки первого электрода	Потенциостатический, гальваностатический, вольтметр (разомкнутая цепь)	
Контроль ячейки второго электрода	Потенциостатический, гальваностатический, вольтметр (разомкнутая цепь), Aux, выключен	
Напряжения, потенциалы		
Максимальное поляризующее напряжение	$\pm 15 \text{ В}^{(1)}$	
Диапазоны потенциала и их разрешения (номинально / максимально)**	$\pm 5 \text{ В} (10 / 12 \text{ мкВ})^{(4)}$ для первого электрода	$\pm 5 \text{ В} (10 / 12 \text{ мкВ})^{(4)}$ для второго электрода
Предел допустимой приведенной погрешности для диапазонов потенциала	$\pm 0.1\%$ (погрешность приведена к верхнему пределу диапазона)	
Входное сопротивление электрометра и входной ток	10^{12} Ом , менее 10 пА для Ref, Comp, Comp-2	
Скорость развертки потенциала	От 1 мкВ/с до 50 В/с	
Токовые характеристики		
Максимальный рабочий ток	$\pm 1 \text{ А}$ для первого электрода	$\pm 100 \text{ мА}$ для второго электрода
Диапазоны тока	8 диап. ⁽²⁾ От 1 А , до 100 нА для первого электрода	7 диап. ⁽²⁾ От 100 мА , до 100 нА для второго электрода
Разрешение по току	$1/250000$ от максимума диапазона	
Минимальный рекомендуемый рабочий ток	200 пА для любого электрода	
Предел допустимой приведенной погрешности для диапазонов тока	Первый электрод: $1 \text{ А} (0.5\%)$ $100 \text{ мА} (0.1\%)$ $10 \text{ мА} (0.1\%)$ $1 \text{ мА} (0.1\%)$ $100 \text{ мкА} (0.1\%)$ $10 \text{ мкА} (0.1\%)$ $1 \text{ мкА} (0.5\%)$ $100 \text{ нА} (1\%)$	Второй электрод: $100 \text{ мА} (0.1\%)$ $10 \text{ мА} (0.1\%)$ $1 \text{ мА} (0.1\%)$ $100 \text{ мкА} (0.1\%)$ $10 \text{ мкА} (0.1\%)$ $1 \text{ мкА} (0.5\%)$ $100 \text{ нА} (1\%)$
Система сбора данных (АЦП, ЦАП)		
АЦП	20 бит (физически 24), 4 синхронных канала быстродействием 250 кГц	
ЦАП	20 бит	
Минимальная высота ступени в развертке на диапазоне 5 В (номинально / максимально)	$10 / 12 \text{ мкВ}^{(3)}$	
Скорость регистрации данных	От 1953 до 0.001 точек в секунду	
Объем энергонезависимой памяти	2 миллиона точек данных для данных тока и потенциала, 1 миллион при использовании второго электрода; 500 программных циклов (1 миллион физических циклов)	

Импульсные режимы	
Разрешение по времени АЦП (регистрация)	От 4 мкс до 4096 мкс, задается автоматически по приоритетам пользователя
Массив данных на один импульс или цикл развертки	До 4000 точек, задается автоматически по приоритетам пользователя
Разрешение по времени ЦАП (задатчик)	От 10 мкс до 1 с
Скорость развертки потенциала	От 10 В/с до 1000 В/с
Регистрация спектров импеданса	
Тип возбуждения	Синусоидальный, одна гармоника (частота) одновременно. Стационарный импеданс потенциостатически и гальваностатически, синхронная работа по обоим электродам с отдельными спектрами импеданса
Диапазон частот	50 кГц – 10 мкГц для любого электрода
Разрешение по частоте	0.01% ⁽⁴⁾
Амплитуда переменного сигнала	0.5 мВ – 270 мВ
Максимальная скорость регистрации	До 20 точек импеданса в секунду
Импульсные электроаналитические методы (только для основной ячейки без второго электрода)	
Типы стандартных защитных методов	СВА, НИВА, ДИВА, КВВА (минимальный объем только необходимых настроек, индивидуально для каждого метода, все максимально автоматизировано. Выводятся как исходные данные тока, так и вольтамперная кривая согласно выбранному методу).
Минимальная длительность ступеньки или частота	СВА, НИВА, ДИВА: одна ступенька от 0.5 мс до 1000 с. СВА период: от 0.5 мс (2 кГц). НИВА, ДИВА период: от 1 мс (1 кГц). КВВА частота: от 1 кГц (1 мс) до 1 Гц (1 с).
Профессиональный электроаналитический режим	Повторяемые 1-5 ступеней в одном импульсе, каждая со своей амплитудой, приращением и длительностью. Индивидуальный выбор математики регистрации тока и потенциала для каждой ступени. Возможность наложения линейной развертки от 0.001 мВ/с до 50 В/с. Длительность ступени от 0.5 мс до 1000 с. Потенциостатический и гальваностатический режим.
Скорость регистрации данных	От 32 кГц до 31.25 Гц в импульсных электроаналитических режимах
Общие характеристики	
Интерфейс ПК	USB с гальванической развязкой
Требования к ПК	P1000, Win 7, 8, 9, 10. Минимальное разрешение по вертикали 900, по горизонтали 1200. Рекомендуемое разрешение от 1920x1080 или выше.
Язык программного обеспечения	Русский и английский, выбирается в ПО
Габаритные размеры ГхШхВ	436x261x143 мм
Масса без упаковки	8 кг
Максимальная потребляемая мощность от сети переменного тока	100 Вт

- (1) Максимальное поляризующее напряжение может развиваться между токовыми электродами в многоэлектродной ячейке (3 и более электродов). Контролируется прибором, но не пользователем. Максимальное напряжение, которое пользователю можно задать и зарегистрировать по двухэлектродной схеме соответствует номиналу выбранного диапазона потенциала.
- (2) Количество диапазонов тока, доступное в конкретном рабочем режиме, ограничивается программно его быстродействием.

- (3) Типовое значение для диапазона 5 В составляет 10.3 мкВ, однако для конкретного экземпляра прибора может быть иное индивидуальное значение, не превышающее максимальное.
- (4) Программное округление до стандартного количества знаков после запятой, приемлемого при выводе на экран в программном обеспечении SmartSoft.

Бипотенциостат не позволяет подключать внешний дифференциальный усилитель к цифро-аналоговому интерфейсу на передней панели (к прямоугольному разъему Components). Для этих целей (получения Aux электрода) можно использовать второй рабочий электрод. Для его потенциального входа Comp2 (помимо основного режима второго электрода) имеется также и Aux режим работы, причем как с вольтамперометрическими, так и с импедансными техниками. Он может работать в паре как с входом Ref так и Comp (относительно одного из них).

К аналого-цифровому интерфейсу Components (прямоугольному разъему на передней панели) бипотенциостата нельзя подключать сторонние аналоговые устройства для оцифровки с них данных. Для этих целей также можно использовать потенциальный вход второго электрода Comp2. Для этого регистрация потенциала второго электрода выбирается относительно основного Comp(1). Сторонний оцифровываемый аналоговый сигнал при этом подключается к входу Comp2. При условии, что провод Comp(1) подключен к двух- или трехэлектродной ячейке, и используются небольшие рабочие токи (до 100 мА, лучше до 10 мА), не вызывающие заметного падения потенциала на проводе Work, то потенциал последнего не будет искажен и будет стремиться к нулю. То есть Comp2 будет измерять потенциал относительно нуля. В качестве отрицательного входа используется заземление прибора.

Интерфейс Components Interface (прямоугольный разъем DSUB-9) бипотенциостата позволяет подключать только устройства с цифровым управлением, например, термодатчик, ВДЭ.

4. Комплектность поставки

Ниже приведена комплектность базовой поставки потенциостатов SmartStat. Внешние модули SmartStat приобретаются отдельно. Модуль частотного анализатора FRA не устанавливается в бипотенциостат. Тип ЦАП также отражается в виде значения 20 или 18 в серийном номере.

Наименование	Количество
Бипотенциостат, основной блок	1
Сетевой шнур питания	1
Кабель измерительный экранированный с зажимом крокодил	6
Кабель USB	1
Кабель заземления-экранирования	1
Флеш или компакт диск с программой управления, драйверами и документацией	1
Руководство по эксплуатации	1
Коробка упаковочная	1

Комплектность поставки и внешний вид прибора могут быть изменены производителем и не отражены в настоящем руководстве.

Длина измерительных кабелей составляет 50 см. При необходимости в более длинных кабелях, пожалуйста обращайтесь в отдел продаж производителя.

В калибровки метода электрохимического импеданса (в его реактивные калибровки) входит емкость измерительных кабелей. По умолчанию она рассчитана на длину стандартного кабеля 50 см. Для комплектации более длинным кабелем SmartStat длиной 1м требуется заводская перекалибровка прибора. Поэтому, в случае необходимости, рекомендуется сразу заказывать прибор с кабелем увеличенной длины.

Для удобства подключения кабели имеют цветовую маркировку – цвет BNC разъема совпадает с цветом корпуса зажима крокодил. Каждый провод имеет свой индивидуальный цвет.

Серийный номер прибора формируется следующим образом:

AA-ББ-ВВ-ГГ

- AA, ББ, ВВ – условные идентификаторы производителя, от 1 до 1000.
- ГГ – тип ЦАП, соответствует разрядности 20 бит.

5. Рекомендуемые условия работы

Приборы предназначены для работы от сети переменного тока с напряжением (220±10) В и частотой 50-60 Гц при нормальных климатических условиях эксплуатации:

Температура окружающего воздуха	20 ± 5 °С
Относительная влажность окружающего воздуха	45-80 %
Атмосферное давление	86-106 кПа (645 – 795 мм рт. ст.)

Не рекомендуется постоянно эксплуатировать бипотенциостат на пределе его возможностей. Рекомендуется ограничиваться токовыми и мощностными параметрами на уровне 80% от максимально допустимых для Вашего прибора. Такой подход не сильно снизит эксплуатационные возможности прибора, однако значительно продлит срок его службы. Максимальные характеристики в общем случае рассчитаны прежде всего на недолговременные режимы работы.

Также необходимо внимательное обращение с низкоомными образцами при работе с ними в каком-либо потенциостатическом режиме. В таких случаях настоятельно рекомендуется использовать гальваностатические режимы. Если в Вашем эксперименте требуется работа в потенциостатическом режиме на низкоомном образце – оставляйте запас по току. В противном случае велика вероятность срабатывания защиты прибора по максимальному току с принудительной остановкой эксперимента. Также это правило справедливо и для гальваностатических режимов, если они выполняются чередованием с потенциостатическими и в работе планируются переключения из гальваностатических режимов в потенциостатические.

Корпус и шасси прибора электрически соединены с его измерительной землей и соединены с силовым заземлением розетки 220В. Земля и экран USB интерфейса гальванически НЕ соединена ни с одной из этих земель.

При работе с малыми токами (менее 1 мА) или при любой работе с электродами сравнения или иными потенциальными электродами (трехэлектродная схема или более) обязательно необходимо применение экрана для исследуемого образца. Экран должен быть электрически соединен с заземляющим разъемом прибора (на передней панели, заземление на задней панели установлено для заземления прибора).

Используйте разделение (разнесение) в пространстве измерительных кабелей прибора, силовых проводов питания, а также кабелей USB интерфейса для минимизации аналоговых помех в ЭХ ячейке, а также сбоев в работе USB-интерфейса прибора.

6. Запрещенные условия работы

Нарушение любого из перечисленных далее запрещающих требований приводит к снятию прибора с бесплатного гарантийного обслуживания. Прочтение этого раздела пользователем, является обязательным условием для выполнения предприятием изготовителем гарантийного ремонта и обслуживания.

Запрещается:

- Эксплуатировать прибор вблизи объектов и установок, являющимися источниками сильного теплового, светового, электрического или электромагнитного излучений, влиянию которых может быть подвержен прибор.
- Попадание жидкости любого типа или механических предметов (через вентиляционные решетки или иначе) внутрь прибора.
- Эксплуатация прибора в условиях повышенной запыленности или коррозионной или химической активности окружающей среды.
- Эксплуатировать прибор в условиях даже кратковременного или импульсного воздействия электрических, электромагнитных, магнитных или иных помех.
- Допускать неадекватные механические воздействия на прибор, вскрывать его, использовать не по назначению, царапать, ударять, ронять, устанавливать на неустойчивые или сыпучие или неровные или иные не предназначенные для подобного оборудования поверхности, принудительно останавливать вентиляторы охлаждения прибора.
- Эксплуатировать прибор в условиях, затрудняющих доступ воздуха из окружающей среды к вентилятору задней панели и корпусу прибора и отвод тепла через вентиляционные отверстия передней панели и от корпуса прибора в окружающую среду.
- Производить какие-либо действия с исследуемым образцом и кабелями подключения к нему прибора при включенном электроде Counter, в том числе после завершения эксперимента с не выключенным Counter электродом.
- Запрещается подключать к прибору исследуемые объекты активного типа, которые могут являться источниками тока напряжения или мощности превышающими максимально допустимые для данного прибора.
- Запрещается попадание на разъемы подключения электродов (измерительные выводы) прибора напряжения, превышающего максимальное поляризующее напряжение более чем на 20 В.
- Запрещается так или иначе подключать или допускать контакт измерительных выводов прибора с другими электрическими приборами (вольтметры, осциллографы, электронные нагрузки и источники питания, электрический контакт с металлической мебелью, станки, электроинструмент, электрооборудование или электроприборы, подключаемые к сети 220 В и т.п.).
- Запрещается включать прибор, находившийся при пониженной температуре прежде, чем он будет отогрет в рабочем помещении для предотвращения выпадения конденсата.
- Работа без заземления прибора (должна быть силовая земля от сети 220В, либо специализированная сигнальная земля выводе GND прибора).

- Попадание электростатических разрядов на любой сигнальный вывод прибора от другого оборудования, синтетической одежды, другого оборудования и приборов.
- Запрещается горячее подключение любых внешних приборов и устройств к прямоугольному интерфейсному разъему потенциостата когда он или это оборудование включены.
- Запрещается эксплуатация потенциостата без сетевого стабилизатора напряжения, если этот стабилизатор является обязательным компонентом поставки прибора.
- Запрещено подключение любых внешних устройств к универсальному интерфейсному прямоугольному разъему с использованием любых кабелей кроме специализированных SmartStat-кабелей.
- Запрещается нарушать процедуру приемки, установки и подключения прибора, описанную далее в настоящем руководстве.
- Запрещается установка и эксплуатация оборудования SmartStat неквалифицированным персоналом, не ознакомившимся с настоящим руководством по эксплуатации, а также с руководством по эксплуатации программного обеспечения SmartSoft.
- Подключать к прибору сторонние или самодельные измерительные кабели в разъемы BNC потенциостата (бипотенциостата). Разрешается использование кабелей, только изготовленных производителем оборудования SmartStat.

В целях диагностики, каждый канал потенциостата SmartStat сохраняет в своей памяти суммарное количество запусков работы на нем. Также он хранит дату первого запуска. Перед отгрузкой с предприятия изготовителя, оба эти параметра обнуляются в инженерной версии программного обеспечения при выполнении финальной предпродажной диагностики. При выполнении обслуживания или ремонта прибора на предприятии изготовителе, они могут быть считаны обслуживающим персоналом, для уточнения фактической длительности и интенсивности эксплуатации прибора.

Приобретение оборудования, описываемого в настоящем руководстве, подтверждает согласие пользователя (приобретателя) с положениями этого раздела.

7. Защитные функции прибора

Потенциостаты SmartStat имеет следующие аппаратные типы защит:

- Защита от превышения абсолютного выходного тока на уровне 110% от максимального рабочего тока для каждого рабочего электрода.
- Двухступенчатая защита входов электродов при превышении напряжения не более чем на 20 В от максимального выходного напряжения прибора (защита от электростатики*).

Кроме того, предусмотрены следующие типы защит на уровне микроконтроллера потенциостата:

- В потенциостатическом режиме перегрузка по току на младших диапазонах тока приводит к переключению на более грубый диапазон. Перегрузка на самом грубом диапазоне тока приводит к остановке работы. Время срабатывания – 5 мс.
- В гальваностатическом режиме перегрузка по потенциалу на младших диапазонах потенциала (если диапазонов больше одного) приводит к переключению на более грубый диапазон. Перегрузка на самом грубом (или единственном) диапазоне потенциала приводит к остановке работы. Время срабатывания – 5 мс.
- Защита от превышения напряжения (потенциала) для каждого диапазона потенциала как по измеряемому, так и по задаваемому напряжению (потенциалу, задаваемому относительно потенциала разомкнутой цепи), приводит к остановке или предотвращению запуска работы.
- Пользовательская защита по току и потенциалу (задается безопасное окно, при выходе из которого происходит завершение на выбор - шага или всей работы). Время срабатывания – 5 мс. Настраивается пользователем в управляющем ПО.
- Функция отслеживания целостности цепи электрода сравнения по заданному пользователем перепаду потенциала в течение интервала времени (от 10 до 100 мс) для потоковых режимов работы (стационарные, линейная и циклическая развертки, универсальный хроно-режим).

*несмотря на то, что во всех приборах SmartStat имеется защита потенциальных и токовых входов от электростатики, ее возможности ограничены, и она не может противодействовать мощным и частым разрядам.

8. Устройство и принцип работы

Уважаемый пользователь, если вы начинающий электрохимик, или устройство и принцип работы потенциостата не входят в область ваших интересов, то вы можете не углубляться в этот раздел, а перейти сразу к схемам включения бипотенциостата, описанным в следующем разделе для решения конкретных задач. Если же вы опытный ученый и хотите использовать имеющийся у вас инструментарий по максимуму, то рекомендуем изучить этот раздел.

Бипотенциостат SmartStat BPS-12 основан на современной высокоточной системы сбора данных на основе АЦП разрядностью 20 бит. Фактически в управляющем модуле каждого канала устанавливается четырехканальный АЦП разрядностью 24 бит. Но ввиду отсутствия необходимости в четырех младших разрядах, а также для повышения быстродействия системы сбора данных, эти разряды не обрабатываются и пользователю выводятся данные разрядностью 20 бит. Все модели SmartStat проектировались таким образом, чтобы их шумовые характеристики в полной мере соответствовали этой разрядности.

Высокая разрядность 20 бит цифро-аналогового преобразователя позволяет синтезировать ультралинейную развертку потенциала с очень малым шагом в 10 мкВ на диапазонах потенциала 5 В. Это позволяет обойтись без узла аналоговой развертки потенциала, в том числе и на ультранизких скоростях вплоть до 1 мкВ/с. В сочетании с малой шумностью и высокой устойчивостью всех моделей SmartStat это позволяет регистрировать высококачественные вольтамперные кривые даже в самых сложных экспериментах.

Бипотенциостат SmartStat BPS-12 можно разделить на две части. Основная из них, это традиционный потенциостат, работающий с одной электрохимической ячейкой по четырехпроводной схеме. На рис. 1 это все, что находится правее вспомогательного электрода Всп. В нем имеется дифференциальный (вычитающий, с двумя входами) электрометр потенциала E_1 . Он служит для измерения разности потенциалов в электрохимической ячейке между потенциальными входами Ref и Comp. В зависимости от их подключения в электрохимической ячейке, получается 2, 3, или 4 электрода. На рис. 1. показана классическая трехэлектродная схема (использующая 4 провода). Усилитель тока I_1 совместно с набором эталонных сопротивлений $R_{э1}$ служит для измерения тока первого рабочего электрода РЭ1. Управляющий вход этого усилителя всегда подключен к земле, то есть первый рабочий электрод всегда имеет потенциал, фактически равный нулю (так называемая виртуальная земля, что является принципиальным отличием от всех остальных потенциостатов SmartStat). Но это не означает, что его можно соединять с землей, это приведет к неработоспособности прибора. Усилитель UM является поляризующим узлом основного потенциостата. С его выхода, через коммутатор ячейки K , поляризующий ток подается на вспомогательный электрод Всп. Сигнал потенциала E_1 подается на первый вход АЦП системы сбора данных SmartStat. Сигнал тока I_1 подается на второй вход АЦП. Цифро-аналоговый преобразователь DAC1 разрядностью 20 бит является задатчиком первого рабочего электрода. Также имеется

релейный узел переключения электрохимического интерфейса на них или внутренний эталон, используемый для проведения автоматической проверки потенциостата в управляющем программном обеспечении SmartSoft.

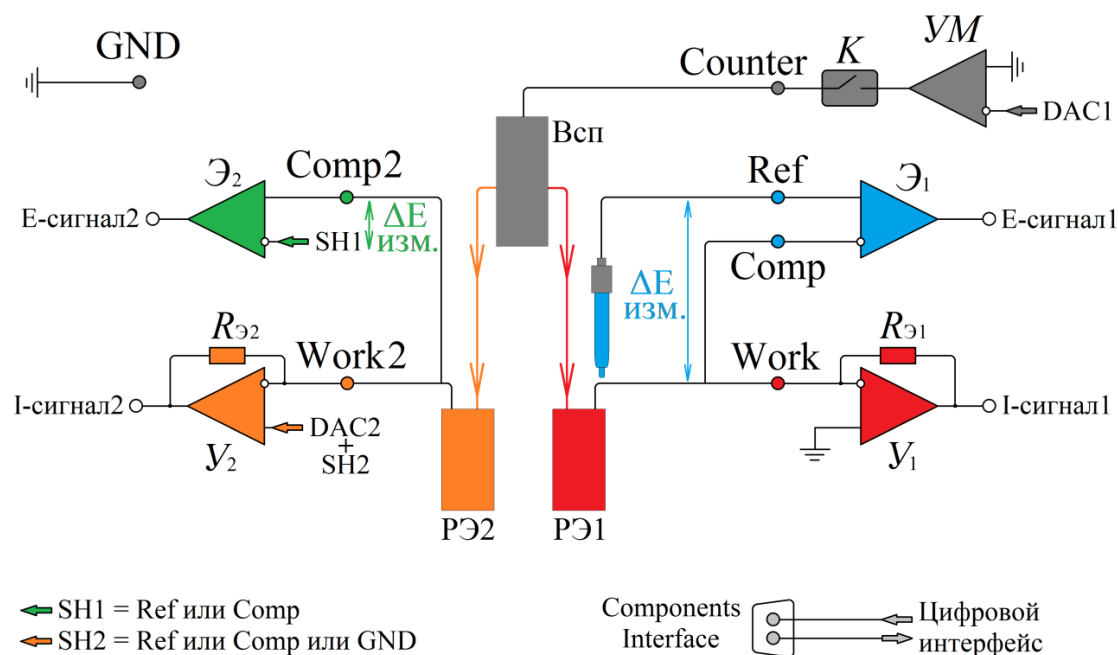


Рис. 1. Упрощенная блок-схема бипотенциостата SmartStat BPS-12 в наиболее распространенной схеме включения со вторым электродом, поляризуемым тем же вспомогательным электродом, что и первый (например, диск с кольцом или второй идентичный array-электрод). Сигналы SH1 и SH2 выбираются пользователем программно. Красной и оранжевой стрелками-линиями показаны условные токи первого и второго рабочего электродов в электрохимической ячейке.

Обратная связь по напряжению (потенциостатический режим) всегда измеряет и стабилизирует (отрабатывает задаваемую программно пользователем) разницу потенциалов между основными потенциальными входами Ref и Comp.

Вторая часть бипотенциостата SmartStat BPS-12 это электрохимический интерфейс дополнительного (второго) рабочего электрода. Его входами на передней панели бипотенциостата являются токовый вход Work2 и потенциальный Comp2. Усилитель тока U_2 совместно со своим магазином токоизмерительных сопротивлений (диапазонов тока) $R_{Э2}$ служит для поляризации второго рабочего электрода. Его управляющий вход подключен к сумме двух сигналов: DAC2 – задатчик второго электрода (ЦАП, разрядностью 16 бит), и SH2 – смещение задатчика второго электрода. В качестве SH2 пользователь может выбрать в управляющем ПО SmartSoft любой из сигналов потенциальных входов основного потенциостата – Ref или Comp (или общий сигнал GND). Прибор использует не сами эти сигналы с электрохимической ячейки, а эквивалентные им выходы соответствующих электродов-повторителей, чтобы не нагружать электроды сравнения, которые могут быть к ним подключены в ячейке. Третий вариант сигнала SH1 это земля (0 вольт). В зависимости от задачи, эти подключения будут различны. Второй электрод также имеет свой

потенциальный вход Comp2, к которому подключен электрометр Э. Отрицательный вход этого электрометра подключен к сигналу смещения SH1. Пользователь может выбрать в качестве него сигналы Ref или Comp основного (первого) электрода. Конфигурирование смещений SH1 и SH2 выполняется независимо в настройках второго электрода в управляющем ПО SmartSoft. Сигналы E2 и I2 подаются на 3й и 4й входы АЦП синхронно с сигналами тока и потенциала первого электрода.

Помимо описанных выше входов электрохимического интерфейса, на передней панели каждого прибора имеется прямоугольный DSUB разъем для подключения внешних устройств. На него выведен цифровой последовательный интерфейс для подключения внешних модулей SmartStat, и цепь питания для них. Возможности подключения аналоговых устройств, как другие потенциостаты SmartStat, бипотенциостат BPS-12 не имеет, так как дополнительные входы АЦП в нем используются для работы со вторым электродом.

Высокочастотный модуль FRA в бипотенциостат не устанавливается.

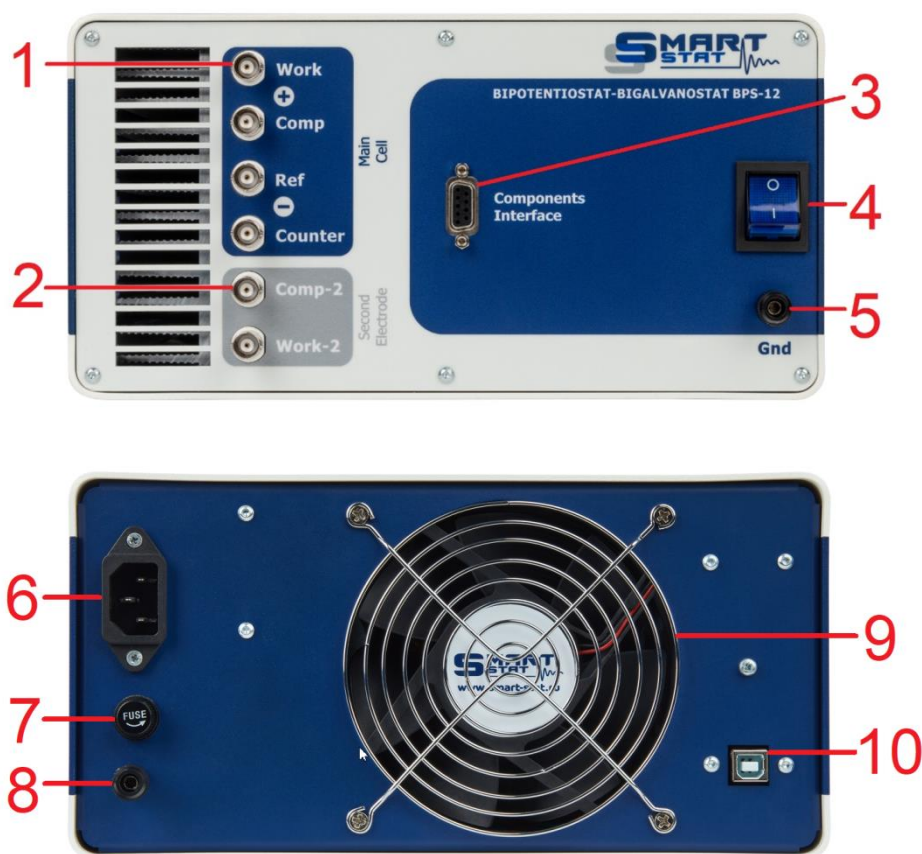


Рис. 2. Внешний вид бипотенциостата SmartStat BPS-12. 1 – разъемы электрохимической ячейки для подключения первого электрода, 2 – разъемы подключения второго электрода, 3 – прямоугольный интерфейсный разъем, 4 – тумблер включения с индикацией питания, 5 – разъем для подключения экрана ячейки, 6 – разъем подключения кабеля питания 220 В, 7 – гнездо предохранителя, 8 – гнездо заземления задней панели, 9 – вентилятор охлаждения, 10 – разъем подключения кабеля USB.

9. Приемка, установка и подключение прибора

Потенциостаты SmartStat не требуют проведения пусконаладочных работ или иных специализированных мероприятий для запуска в работу.

При приемке прибора сначала нужно обязательно дать ему разморозиться в случае, если он находился или транспортировался при пониженной температуре. Это требуется для предотвращения выпадения конденсата. Для этого потенциостат должен быть выдержан в рабочем помещении не менее шести часов.

Далее целесообразно произвести внешний осмотр прибора – сверить серийный номер в паспорте и на корпусе прибора, убедиться в отсутствии внешних повреждений из-за транспортировки.

Затем необходимо сверить комплектность поставки.

После этого можно установить прибор на твердую поверхность рабочего места с соблюдением рекомендуемых условий работы без нарушения запрещенных условий.

Далее нужно подключить прибор к персональному компьютеру и сети питания 220 В. При этом необходимо следовать следующим рекомендациям (в противном случае надежность работы не гарантируется):

- USB кабель подключения прибора к компьютеру необходимо расположить максимально удаленно от кабелей питания сети 220В. Ни в коем случае не переплетайте эти кабели.
- Использование хорошего USB кабеля и хорошее состояние USB разъемов прибора и компьютера обеспечивают максимальную защиту USB интерфейса от помех. Постарайтесь следить за тем, чтобы USB разъем прибора не расшатывался. Обычно это происходит от частых переключений кабеля и ведет к потере надежности контакта экрана кабеля.
- При необходимости использования USB хабов, разветвителей и других подобных устройств, а также замены USB кабеля, пожалуйста, используйте качественное оборудование, постарайтесь избегать дешевых изделий и сомнительных производителей. Рекомендуется использовать профессиональное USB оборудование.
- Постарайтесь не работать на компьютере с другими программами во время работы прибора. Крайне желательно, чтобы компьютер и его операционная система были в хорошем состоянии.

Далее необходимо установить программное обеспечение и драйвера. Для этого нужно выполнить следующие действия:

- Подключите флэш-диск (загрузите компакт диск) из комплектации прибора к рабочему компьютеру.
- Скопируйте содержимое диска (папка SmartSoft) в желаемое место на жестком диске Вашего ПК, желательно, чтобы путь к этой папке не содержал русских букв и был как можно короче, лучше

всего в корень жесткого диска. Не используйте папки Program Files и иные, созданные системой для ее нужд.

- Подключите Ваш прибор к компьютеру и включите его.
- При правильно установленных драйверах прибор должен определяться в списке USB устройств рабочего ПК как FTD2xxDevice или как USB Serial Converter или иным схожим образом.

При первом подключении прибора, скорее всего, потребуется установить драйвера к прибору. Они находятся в папке Drivers.

Если при включении прибора операционная система сама не откроет мастер установки драйвера, то его необходимо запустить в диспетчере устройств Вашего компьютера. Для этого, в списке USB устройств (или в контроллерах универсальной последовательной шины) нужно выбрать устройство, которое появляется в момент включения прибора. Далее нужно зайти в его свойства и установить (переустановить, обновить) драйвер.

В появившемся мастере установки драйвера, необходимо выбрать установку из указанного места (НЕ из интернета). Следуя указаниям мастера, установите драйвер из папки Drivers\CDM 2.08.24 WHQL Certified (для этого необходимо будет на одном из этапов установки выбрать эту папку используя кнопку Обзор или подобную, в зависимости от типа операционной системы). Работа другого драйвера (даже более поздней даты) не гарантируется.

После успешной установки драйверов, можно запустить управляющую программу SmartSoft. В ней необходимо будет подключиться к прибору. На этом этапе целесообразно сверить серийный номер подключенного потенциостата с номером на его корпусе.

Далее можно выполнить автоматическую проверку. Она занимает менее 30 секунд и выведет результат автоматической диагностики. Ее целесообразно запускать каждый раз, когда возникают подозрения на неисправность прибора. В гарантийный отдел производителя прибора имеет смысл обращаться с результатом этой проверки.

После успешного выполнения автоматической проверки, программное обеспечение можно закрыть, прибор выключить, а приемку считать завершенной.

Далее необходимо приступить к освоению прибора, для чего сначала нужно прочитать настоящее руководство по эксплуатации, затем руководство к программному обеспечению, и после этого опробовать интересующие пользователя процедуры на эквивалентах или электрохимической ячейке.

10. Подключение электрохимической ячейки

А. Стандартный четырехэлектродный потенциостат

В наиболее простом случае бипотенциостат можно использовать в качестве обычного потенциостата. При этом реализуют традиционную четырехпроводную схему подключения электрохимической ячейки, которая может иметь от двух до четырех электродов. Входы второго электрода при этом не используются и программно второй электрод выключают. Пятым проводом является сигнал заземления, который используется для экранирования ячейки. Токвые провода Counter и Work всегда подключаются к двум токовым выводам ячейки (исследуемого объекта, образца). В зависимости от того, как будут подключены потенциальные входы Ref и Comp - к токовым выводам или к электродам сравнения, получится та или иная схема ячейки – 2, 3 или четырехэлектродная. В потенциостатическом режиме во всех случаях прибор стабилизирует потенциал электрода Comp относительно электрода Ref (касательно системы знаков напряжений, положительному напряжению-потенциалу при этом соответствует положительный ток).

В двух и трехэлектродных схемах, потенциальные провода, не имеющие своих электродов сравнения, служат для компенсации паразитного падения потенциала на измерительных проводах токовых электродов, к которым они подключены. Поэтому, при работе с большими токами (более 0.1 А) важно подключать соответствующий потенциальный провод не на крокодил токового электрода, а на сам токовый электрод.

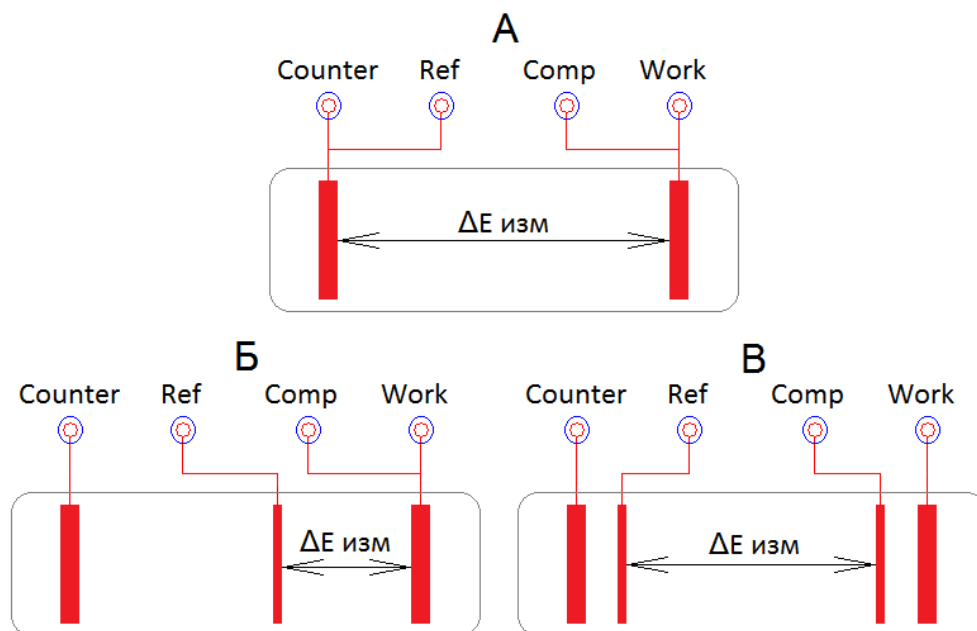


Рис. 3. Традиционные схемы подключения электрохимических ячеек, с четырехпроводным подключением: А – двухэлектродная, Б – трехэлектродная, В – четырехэлектродная.

В двухэлектродной ячейке имеется два токовых электрода, которые могут быть одинаковыми или разными. К одному из них подключается токовый выход потенциостата Work и этот электрод в ячейке считается рабочим, если электроды в ней различаются (если она несимметрична). К нему же подключается соответствующий потенциальный измерительный вход потенциостата Comp, который в этой схеме используется для компенсации паразитных падений потенциала в цепи провода Work, что становится актуальным при токах в 100-200 мА и более. Ко второму электроду ячейки подключается токовый выход потенциостата Counter. Если электроды в ячейке различаются, то этот электрод считается вспомогательным. Соответствующий потенциальный вход прибора Ref подключается к этому же электроду ячейки и служит как для измерения разности потенциалов в ней (совместно с входом Comp) так и для компенсации падения потенциала на сопротивлении провода Counter. Разница потенциалов между электродами ячейки измеряется с помощью проводов Comp и Ref. Токовые выходы Work и Counter служат для пропускания и измерения тока, текущего через ячейку. Если электроды в ячейке одинаковые (она симметрична), то оба из них считаются рабочими, и к какому из них подсоединить провод Work – не имеет значения. Но важно, что в любом случае к Work подключается именно потенциальный вход Comp, а не Ref.

В трехэлектродной ячейке имеется рабочий электрод, свойства которого, или электродные процессы на котором, исследуются. К нему подключается токовый выход потенциостата Work. К нему же подсоединяют и потенциальный вход Comp, который, как и в двухэлектродной схеме служит для компенсации падения потенциала на сопротивлении провода Work и не его контакте с рабочим электродом. Также в этой ячейке имеется электрод сравнения, рабочий ток через который не протекает, но относительно него измеряется потенциал рабочего электрода. К нему подключается потенциальный вход потенциостата Ref. Потенциал рабочего электрода, с помощью подключенного к нему входа Comp, измеряется относительно Ref. Помимо этого в трехэлектродной ячейке имеется вспомогательный (поляризующий) электрод. К нему подключается токовый выход потенциостата Counter. Эта цепь – вспомогательный электрод – выход Counter служит для пропускания тока через электрохимическую ячейку и поляризации рабочего электрода.

В четырехэлектродной ячейке имеется два токовых электрода и два потенциальных (электрода сравнения). К токовым электродам подключаются выходы потенциостата Work и Counter. Они служат для пропускания тока через ячейку и его измерения. К потенциальным же электродам подключаются соответственно входы Comp и Ref. Между ними измеряется разность потенциалов. Расположение электродов при этом должно быть как на рис. 4 В – с одной стороны ячейки располагаются положительные входы Work и Comp, а с другой отрицательные – Counter и Ref.

Использование **второго рабочего электрода** дает гораздо большее разнообразие схем подключения и существенно расширяет спектр решаемых задач. Для повышения точности работы второго электрода, не рекомендуется работа первого электрода при токах более 10-100 мА.

Б. Режим пятиэлектродного потенциостата

Формально это режим, который может поддерживать как минимум пятиэлектродный потенциостат, но фактически схема имеет три электрода, два токовых, поляризации каждого из которых изучаются, и один сравнения, как раз и позволяющий разделить падения потенциалов и импедансы обоих электродов. В этой схеме, в программном обеспечении SmartSoft второй электрод должен быть включен в режим Aux. Токковый вход Work2 при этом не используется, а потенциальный вход Comp2 соединен с выводом Counter. В программном обеспечении можно задать, что потенциал Comp2 измеряется относительно Ref (как на рисунке ниже) для регистрации вторым электродом поляризации токового электрода, подключенного к разъему Counter. Или можно задать измерение потенциала второго электрода относительно Comp, тогда его данные будут соответствовать падению напряжения на всей ячейке (применяется реже). Эту схему удобно применять при исследовании химических источников тока, когда необходимо разделить характеристик катода и анода. Омическим падением потенциала на объеме электролита при этом пренебрегают. В программном обеспечении SmartSoft второй электрод включен в режиме Aux. Фактически, при включенном режиме Aux активна только одна настройка. В первом канале будут находиться данные для электрода Work, во втором канале данные для электрода Counter. Токи второго электрода будут идентичны токам первого электрода, а падение потенциалов свое. Набор импедансов у каждого будет свой, а частоты одинаковые. Режим первого электрода любой (потенциостат или гальваностат, развертка, импульс, импеданс и другие в зависимости от задачи). Оси диаграммы соответствуют типу выполняемого эксперимента.

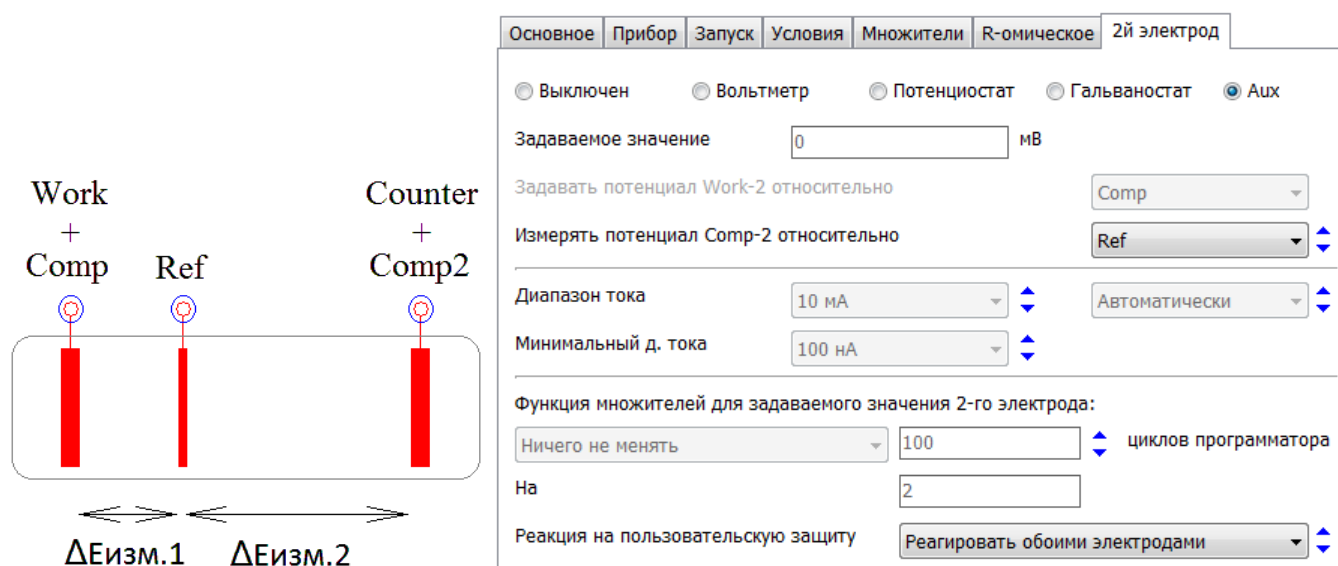


Рис. 4. Схема подключения бипотенциостата BPS-12 в режиме пятиэлектродного потенциостата, и пример настроек параметров второго электрода в программном обеспечении SmartSoft.

В. Задача о снятии ВАХ трехполюсника (транзистора)

В этой задаче, экспериментально чаще всего регистрируют выходную ВАХ (ВАХ управляемой силовой цепи) при определенном потенциале или токе управляющей (слаботочной) цепи. Эксперимент обычно выполняется несколько раз, чтобы получить семейство выходных ВАХ, для разных уровней сигнала управляющей цепи. Для полевых транзисторов управляющим сигналом является потенциал (потенциостатический режим второго электрода), а для биполярных ток (гальваностатический режим).

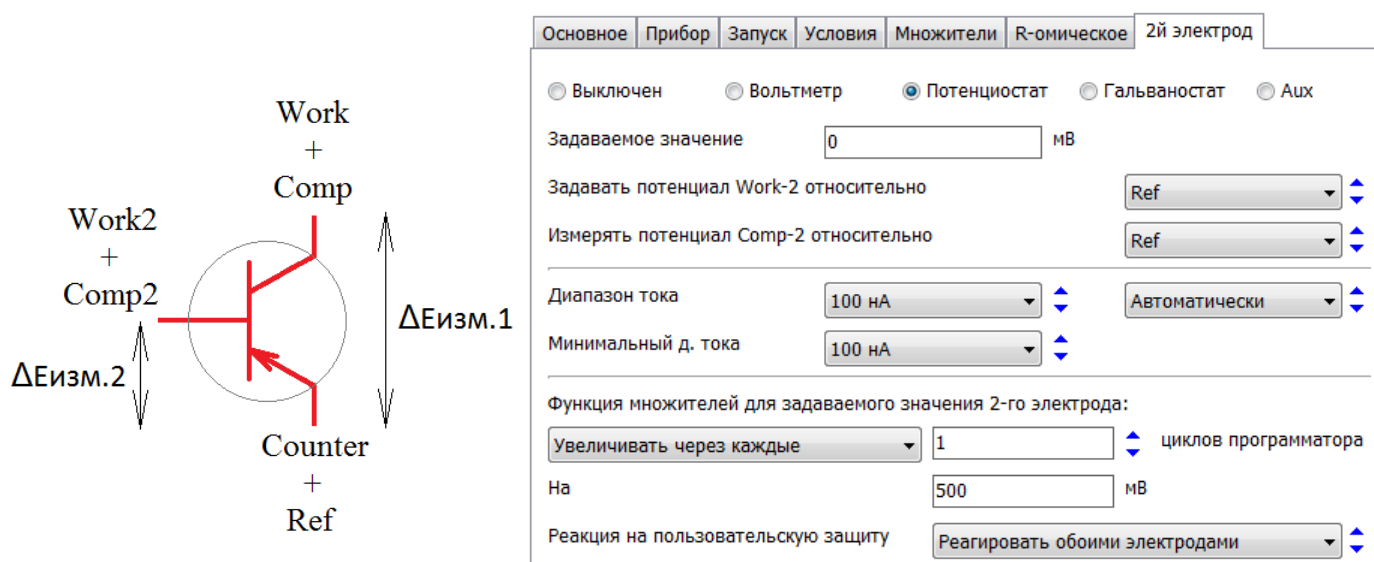


Рис. 5. Схема подключения бипотенциостата для снятия ВАХ трехполюсника. В изображении трехполюсника цепь без стрелки является слаботочной управляющей (затвор, база, Gate), а цепь со стрелкой – силовой управляемой (коллектор, сток, Drain). Программные настройки показаны для полевого транзистора, хотя для наглядности изображен биполярный.

В таком эксперименте, второй электрод задает отпирающее напряжение или ток в управляющей слаботочной цепи. Соответственно для полевых транзисторов он работает в режиме потенциостата, а для биполярных в режиме гальваностата. Первый же электрод бипотенциостата осуществляет линейную развертку напряжения в цепи силового электрода от нулевого потенциала до некоторого максимального. Таким образом, в одном эксперименте будет получена одна вольтамперная кривая силового электрода при одном заданном значении управляющего сигнала. Для снятия семейства ВАХ необходимо использовать программатор и функцию множителей для второго электрода, как показано на рисунке выше. Функция множителей основного электрода должны быть выключена (во вкладке Множители линейной развертки программного обеспечения SmartSoft). Если задать, например, 5 шагов программатора, то с приведенными настройками будут сняты 5 ВАХ, каждая при следующих параметрах управляющей цепи (функция множителей второго электрода будет увеличивать напряжение на втором электроде в каждом цикле на 500 мВ):

Номер цикла	Напряжение управляющей цепи, мВ
1	0
2	500
3	1000
4	1500
5	2000

Потенциал второго электрода в этой задаче задается и регистрируется относительно входа Ref. Если с каждым циклом программатора происходит движение по управляющему сигналу от запирающих значений ко все более открывающим, то рекомендуется использовать автоматические диапазоны тока для обоих электродов, при этом стартовые диапазоны должны соответствовать минимальным токам в своих цепях. Для полевых транзисторов это будут, вероятно, самые тонкие диапазоны тока.

Первый электрод при этом работает в режиме линейной развертки потенциала от нулевого значения, до максимально допустимого для изучаемого трехполюсника. Для цепи управления, если исследуется транзистор с обогащенными переходами, значение потенциала на втором электроде в первом цикле должно быть отрицательным, чтобы запереть транзистор и открывать его только по ходу эксперимента продвигаясь от меньших токов к большим. Это снизит влияние саморазогрева и приведет к меньшему накоплению заряда емкостями переходов транзистора.

В первом канале в каждом цикле будет зарегистрирована выходная ВАХ силовой цепи (зависимость тока от напряжения). Во втором канале при этом для полевого транзистора будет зависимость входного тока от напряжения в запирающей цепи. Синхронизировать данные второго и первого электродов на этом этапе удобно с помощью горизонтальной оси - времени. По вертикали удобно выбрать логарифм тока. При необходимости, можно самостоятельно довольно легко перестроить этот набор данных в зависимость тока силовой цепи от напряжения в управляющей.

Сразу после измерения в данных по потенциалу второго электрода, будут находиться значения, которые на нем задавались и измерялись, то есть близкие к тем, что выведены в таблицу выше во второй колонке. Это может оказаться не очень удобным для последующей обработки, так как вероятно, пользователю хотелось бы получить в том числе и ВАХ входной цепи именно как зависимость тока в цепи управления от напряжения в силовой цепи. Чтобы получить данные в таком виде, можно воспользоваться панелью преобразований, вкладка Копирование. В ней нужно скопировать данные по потенциалу из первого канала, во второй. После этого можно будет рассматривать полноценные семейства входных и выходных ВАХ на одной диаграмме. Пример приведен на следующем рисунке. Информация же о том, какой потенциал управляющей цепи был

использован в том или ином цикле, останется в значениях потенциала установления, которые можно скопировать из таблицы отчета.

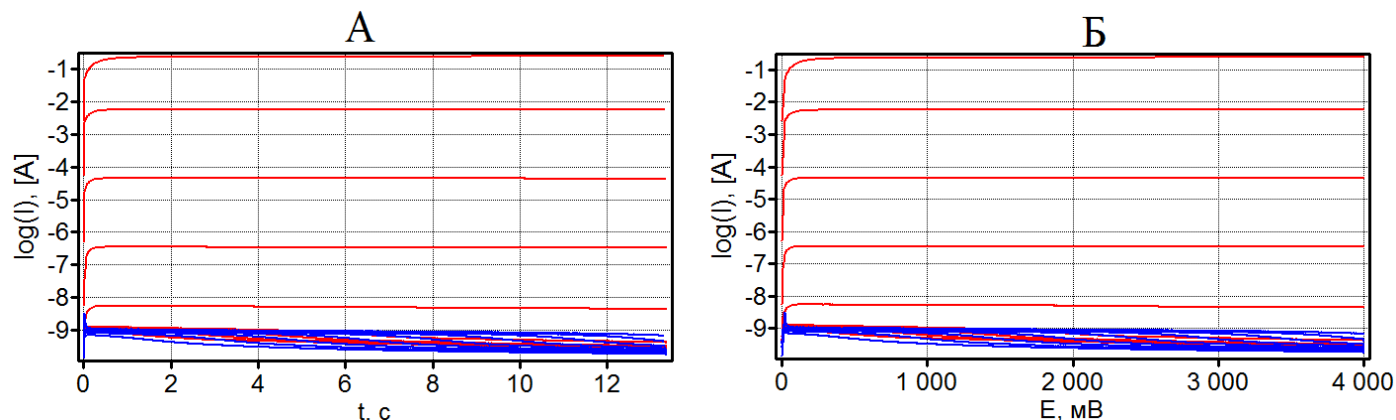


Рис. 6. Семейство вольтамперных характеристик А – исходные данные. Б – данные после перемещения значений потенциала из второго канала в первый. Красные зависимости – выходные ВАХ силовой цепи, синие – входные ВАХ управляющей цепи. Приведены примеры промера MOSFET транзистора типа IRFP140N, развертка потенциала стока от 0 до 4 В, скорость развертки 0.3 В/с, потенциалы затвора 11 значений от 0 В до 4В с шагом в 0.5 В, установление 1 секунда в каждом цикле, стартовые диапазоны минимальные для обоих электродов.

Советы: перед запуском программатора для регистрации набора чистовых вольтамперограмм, стоит запустить холостое измерение на запирающем напряжении, чтобы разрядить емкости переходов транзистора. Это позволит последующему чистовому измерению начать работу с самого тонкого заданного диапазона тока, что снизит коммутационные помехи и в результате будут получены максимально качественные и гладкие кривые. Также стоит в начале каждого шага включить установление на одну секунду, что также снизит коммутационные помехи по тем же причинам, но уже внутри циклов (при переходе от одного к другому). Помимо этого, данные установления также будут специальным образом сохранены, что понадобится в дальнейшем, как уже было приведено в примере выше с копированием данных.

Работа в режиме гальваностатического контроля управляющей цепью выглядит примерно таким же образом, но без автоматических диапазонов тока во втором электроде. Численно, все примеры приведены для транзистора с n-каналом и обедненным переходом. Для транзистора с p-каналом числа будут отрицательными. Для n-канального транзистора с обогащенным переходом, численные значения будут со смещением в сторону отрицательных значений. Эти обстоятельства зависят от исследуемой системы.

Г. Работа с двумя идентичными электродами (режим array)

Бипотенциостат позволяет одновременно работать с двумя идентичными электродами в одинаковых режимах. Метод работы может быть при этом любым (импеданс, развертка, импульс или другой), режим – потенциостатический и реже и существенно ограниченнее гальваностатический. Удобство работы заключается в том, что можно взять эталонный и индикаторный электрод и сравнить их реакции на введение какой-либо добавки в общий рабочий раствор. Либо просто использовать два одинаковых электрода для получения некоторой статистики. С зарубежным оборудованием для решения подобных задач иногда используют несколько рабочих электродов, такой подход связывают с термином array (массив электродов) в плане названия методики или оборудования. Схема подключения и настройки второго электрода при этом выглядят следующим образом:

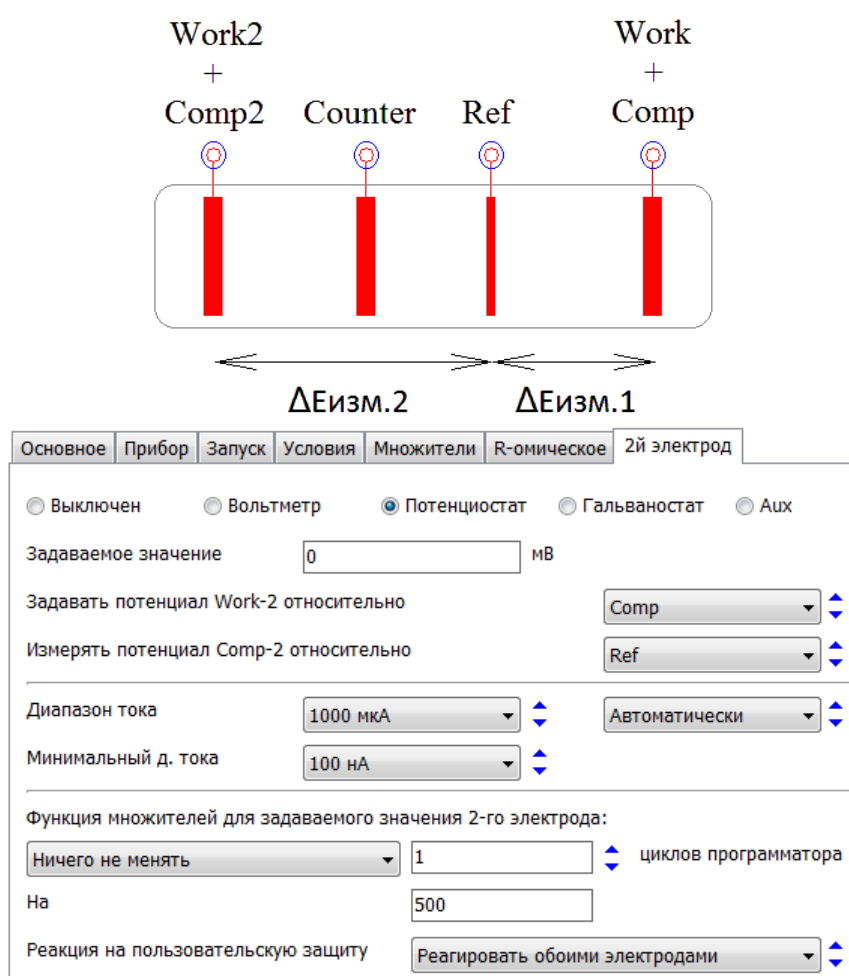


Рис. 7. Схема подключения и настройки второго электрода при работе с двумя идентичными рабочими электродами (режим array).

Потенциал второго электрода задается как 0 В относительно Comp, то есть такой же, как у первого рабочего электрода. В результате оба электрода поляризуются одним и тем же напряжением с общего вспомогательного электрода. Обычно такие ячейки устроены симметрично в

плане расположения в пространстве токовых электродов. Оптимальным является установка всех токовых электродов в вершины равностороннего треугольника и электрода сравнения в его центре. В таких условиях распределение омических сопротивлений будет одинаково для обоих рабочих электродов и их поляризация будет максимально одинаковой.

Чаще всего работа ведется в потенциостатическом режиме обоих электродов. Также можно задать одинаковые стационарные токи для обоих электродов. Более сложные сигналы тока задать одинаковыми для обоих электродов не получится, так как для второго электрода отсутствует режим развертки, а допустимы только стационарные значения. Функция множителей для второго электрода обычно в режиме *array* не используется, но может быть включена для первого. Повторимся, во втором электроде потенциал будет в точности повторять первый.

В тонких экспериментах можно отметить незначительно большую шумность данных второго электрода по сравнению с первым. Это связано с тем, что для него управляющий сигнал проходит двойной путь – сначала обрабатывается на первом электроде, а уже потом повторяется цепями второго электрода.

Д. Задача о вращающемся дисковом электроде с кольцом

В этом случае, в самом простом варианте, на диске (первый рабочий электрод) выполняется развертка потенциала по стандартной трехэлектродной схеме. На кольце же (второй электрод) задается постоянный потенциал, не зависящий от работы основного электрода (диска). Поэтому задание и регистрация потенциала второго электрода выполняются относительно Ref.

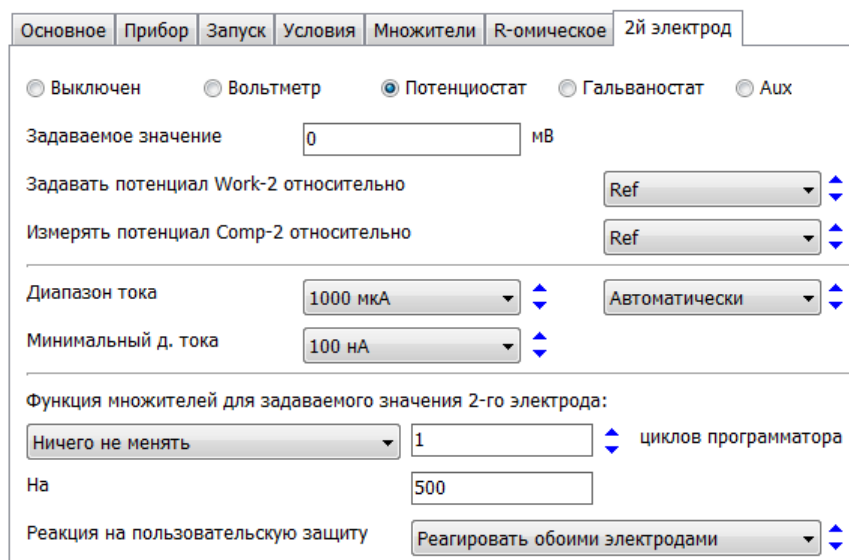
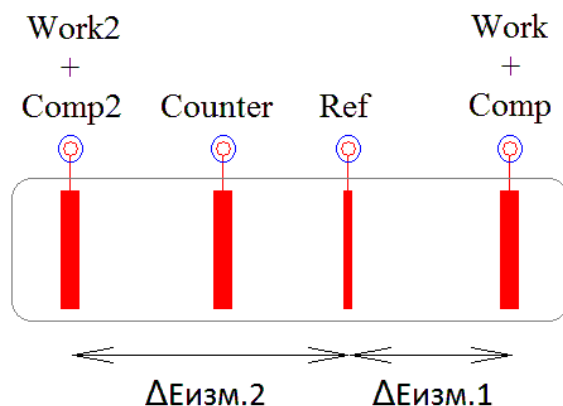


Рис. 8. Схема подключения и настройки второго рабочего электрода при работе с дисковым электродом с кольцом.

Схожесть поляризации обоих рабочих электродов обеспечивается их близким расположением, то есть практически одинаковой удаленностью от вспомогательного электрода. Также, что не менее важно, близостью расположения электрода сравнения. Это наиболее важные условия правильной работы такой схемы.

В других вариантах на диске (первый электрод) задается постоянный ток, а на кольце (второй электрод) постоянный потенциал. Настройки остаются теми же, что и на рисунке выше – задатчик и регистрация второго электрода относительно Ref.

Е. Исследование биосенсоров

В этой задаче, как и в принципе в других исследованиях обратимых окислительно-восстановительных реакций, на рабочих электродах задаются два различных потенциала. Задача фактически такая же, как и в случае дискового электрода с кольцом, но схему подключения удобнее изобразить в несколько другом виде. Все остальное остается тем же. Оба рабочих электрода задают и измеряют свой потенциал относительно общего электрода сравнения Ref, а поляризуются общим вспомогательным электродом Counter. Режим работы чаще всего потенциостатический на обоих электродах, методы любые – вольтамперметрические, импульсные, импеданс.

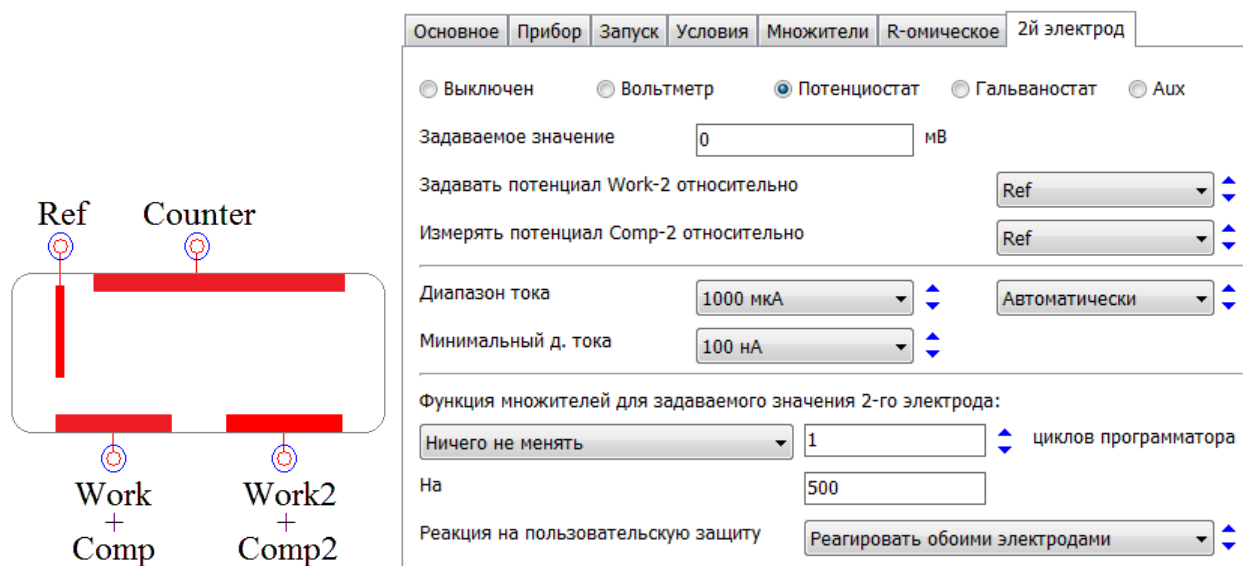


Рис. 8. Схема подключения и настройки второго рабочего электрода при работе с биосенсорами.

Ж. Регистрация спектров импеданса на двух одинаковых электродах

Этот относительно простой пример приведен здесь в качестве демонстрации режимов работы электрохимических ячеек без электродов сравнения. Режим с двумя одинаковыми рабочими электродами может быть рекомендован для проверки качества регистрации бипотенциостатом спектров импеданса. В этом случае настройки второго электрода будут такими: потенциал Work2 задается относительно Comp, регистрируется относительно Ref. Нужно только корректно выбрать диапазон тока-сопротивления для обоих электродов. На первом электроде задается развертка частоты. Ввиду же того, что второй электрод повторяет потенциал первого, на нем получается точно такая же развертка. Обработка импеданса на втором электроде выполняется бипотенциостатом независимо от первого электрода. Фактически пример демонстрирует традиционный подход по валидации потенциостата на предмет качества измерения спектров импеданса, но в случае бипотенциостата с двумя рабочими электродами.

Ниже приведен пример подключения двойной RC-цепи и получающиеся годографы импеданса. Для номиналов подключенной RC-цепи был выбран диапазон тока-сопротивления [100 Ом - 20 мА] для каждого из электродов. Фактически схема подключения представляет собой две двухэлектродные схемы, соединенные вместе на входе Counter+Ref.

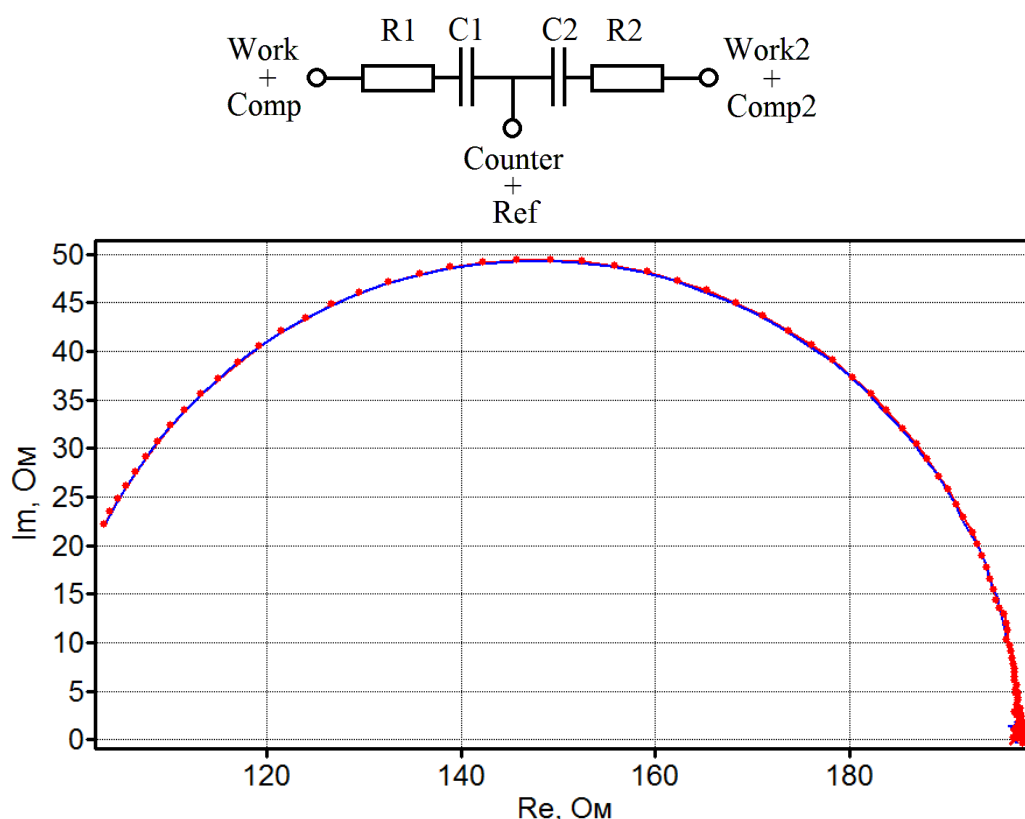


Рис. 8. Пример измерения импеданса с двумя идентичными рабочими электродами (RC-цепями). $R1=R2=99$ Ом, $C1=C2=0.15$ мкФ. Интервал частот 50 кГц - 50 Гц. Амплитуда 3 мВ, режим быстрогодействия, без экрана. Первый электрод красный годограф, второй - синий.

3. Исследование мембран, первая задача

Суть этой задачи сводится к созданию транспорта вещества (например, водорода) через мембрану, которая может обладать электронной или смешанной проводимостью. Соответственно на противоположных сторонах мембраны, электрохимически создаются предпосылки для такого транспорта. То есть, с одной стороны активно идет реакция окисления, а с другой восстановления (на одной стороне мембраны создается окислительный потенциал, а на другой восстановительный). Мембрана при этом является общим электродом для двух разделенных ячеек. Каждая сторона мембраны обращена в свою ячейку:

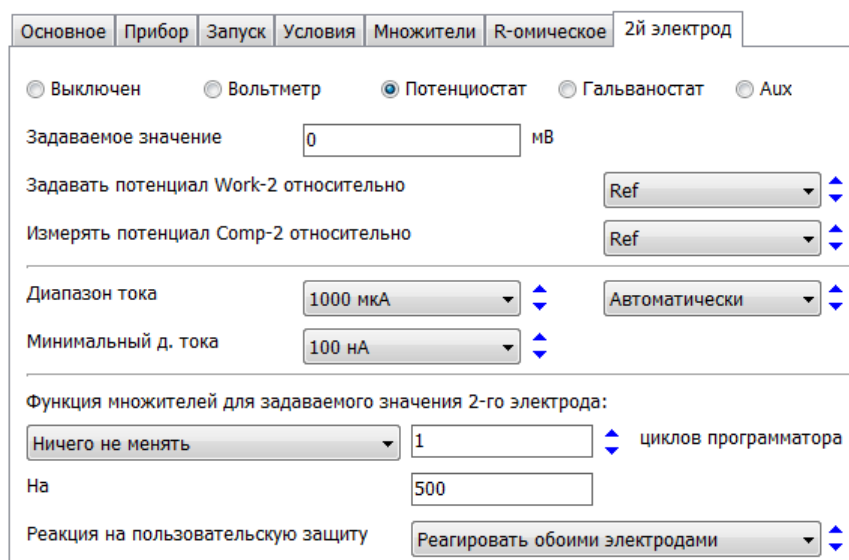
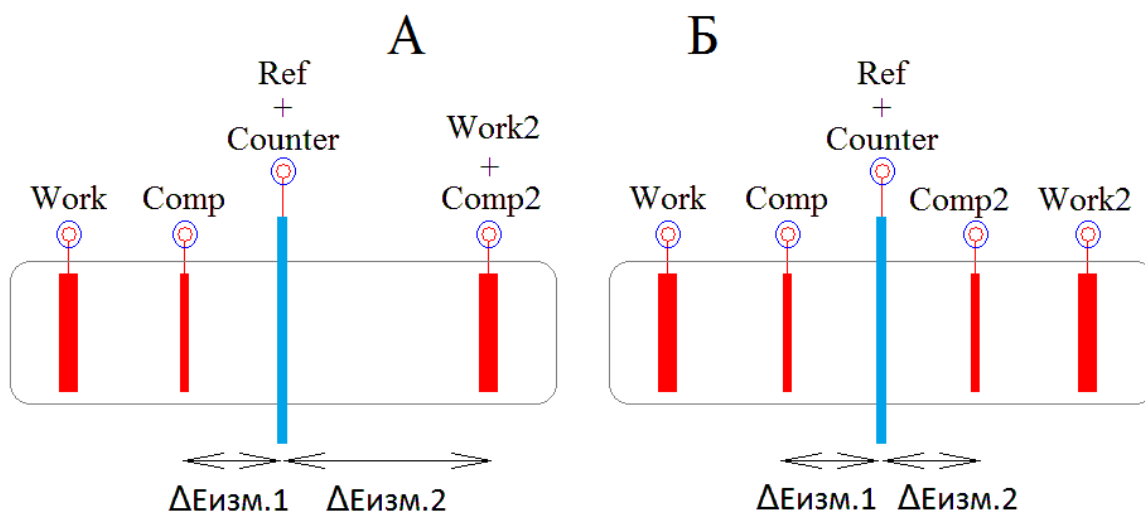


Рис. 9. Схема подключения и настройки второго рабочего электрода при исследовании транспортных характеристик металлической мембраны. А – традиционный вариант с одним электродом сравнения. Б – более точный вариант с двумя электродами сравнения.

В этой задаче, назначение выходов бипотенциостата оказывается инвертировано. Так как общим для обоих его рабочих электродов является вспомогательный, то он и подключается к

мембране. С точки зрения потенциостата он и остается вспомогательным, а с точки зрения эксперимента, он является рабочим. Симметричная ситуация и с поляризующими токовыми электродами в каждой ячейке. С точки зрения эксперимента, они являются вспомогательными электродами (так как создают поляризацию мембраны с разных ее сторон), а с точки зрения потенциостата – рабочими. Все эти обстоятельства приводят к тому, что нужно работать с инвертированными значениями тока и потенциала, как на этапе задания их в программном обеспечении, так и при регистрации.

Возможны два варианта реализации подключения. Более простым является использование электрода сравнения только в одной из ячеек (слева от мембраны на рис 9А). Во второй ячейке при этом будет вестись работа по двухэлектродной схеме (справа от мембраны на рис 9А). В первой ячейке, таким образом, омическое падение потенциала между токовыми электродами будет скомпенсировано (а также поляризация электрода, подключенного к первому Work), а во второй ячейке не будет. Чтобы скомпенсировать падение потенциала и во второй ячейке на этапе измерения, можно применить в ней электрод сравнения. Задаваемый потенциал все равно будет в ней идти суммарно и не делимо на поляризацию Work2 и падение потенциала на объеме электролита, а также поляризацию правой стороны мембраны. Однако на этапе измерения, будет зарегистрировано только падение потенциала на границе мембрана-электролит. То есть измеряться будет не то же самое, что задается. Но, по крайней мере, так будет иметься более точное представление о реальном потенциале, и задаваемый можно скорректировать вручную.

Потенциал Comp2 задается и регистрируется относительно Ref в обеих реализациях. Работа чаще всего ведется в потенциостатическом режиме. Электроды сравнения должны быть расположены как можно ближе к мембране, в идеале они должны иметь капилляры Лuggина, подведенные к ней. В первой реализации с одним электродом сравнения, токовый электрод, подключенный к выводу Work2, необходимо расположить как можно ближе к мембране. Токовые электроды должны иметь такую же геометрию, как и та часть мембраны, которая имеет контакт с электролитом. Расположены все три токовых электрода должны быть параллельно. Все это необходимо для минимизации омических потерь, а также максимально равномерной поляризации мембраны.

И. Исследование мембран, вторая задача

Во втором варианте исследования мембран со смешанной проводимостью, также используется ячейка с двумя объемами, разделенными мембраной. Однако в этом случае поляризация ведется только с одной стороны, к которой подключен основной комплект выводов бипотенциостата. От второго комплекта проводов бипотенциостата, при этом используется только потенциальный вход Comp2, помещенный во вторую половину ячейки и служащий для измерения разности потенциалов между двумя сторонами мембраны. Вход Work2 при этом не используется.

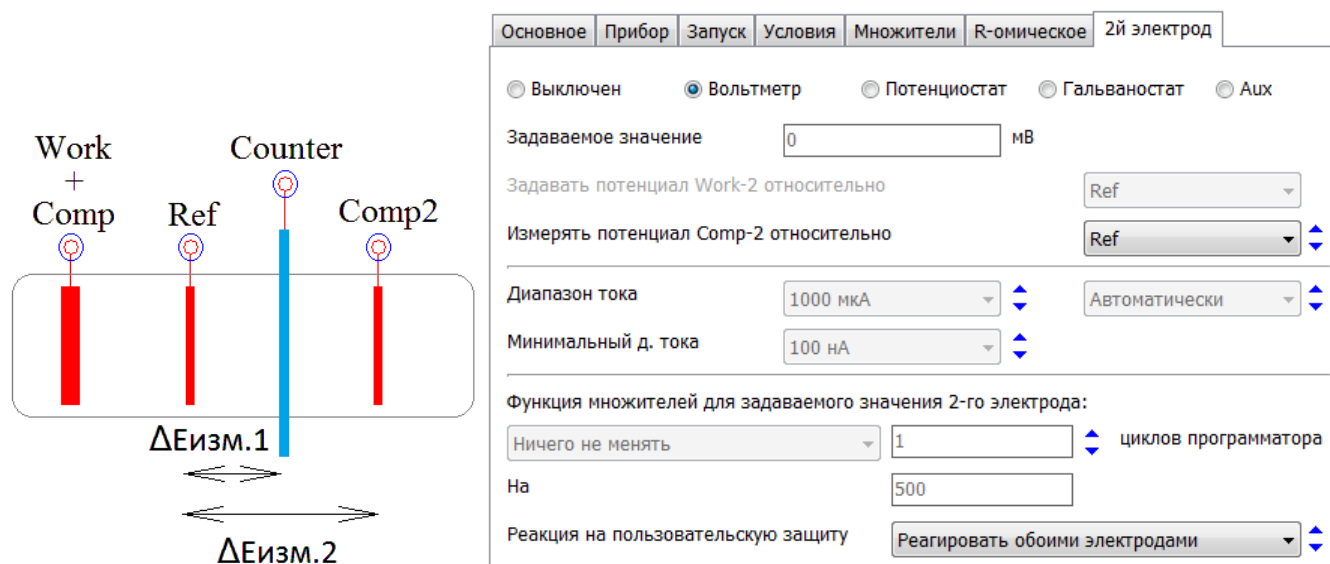


Рис. 10. Схема подключения и настройки второго электрода во втором варианте исследования мембран.

В этой задаче левая половина ячейки работает по традиционной трехэлектродной схеме с прямым вариантом подключения (без инверсии, как было в предыдущей задаче). В правую же часть ячейки введен только один электрод сравнения. Второй электрод при этом работает в режиме вольтметра, и измеряется потенциал Comp2 относительно Ref, то есть разницу между ними. Первый рабочий электрод при этом может работать по любой вольтамперометрической методике, как в потенциостатическом, так и в гальваностатическом режиме.

К. Измерение электрохимических шумов, амперметр нулевого сопротивления

В англоязычной литературе амперметр нулевого сопротивления пишется как zero resistance ammeter (ZRA). Суть его работы состоит в том, что два исследуемых электрода, часто идентичных, соединяются с его помощью. В результате, они находятся под одним и тем же потенциалом. При этом можно измерять их потенциал относительно электрода сравнения. Чаще всего такой эксперимент проводится при регистрации электрохимических шумов. При этом, имеется возможность одновременно и синхронно регистрировать шумы как по току, так и потенциалу. Собственно амперметр нулевого сопротивления измеряет ток, а электрометр потенциальных электродов – потенциал. Необычным является то, что одним из рабочих электродов при этом является земля прибора. Второй комплект электродов бипотенциостата в этой задаче не используется, вспомогательный электрод не используется, и его не нужно подключать к потенциостату. По сути, включение ячейки осуществляется в тот момент, когда потенциостат подключает внешнюю ячейку вместо внутреннего эталона.

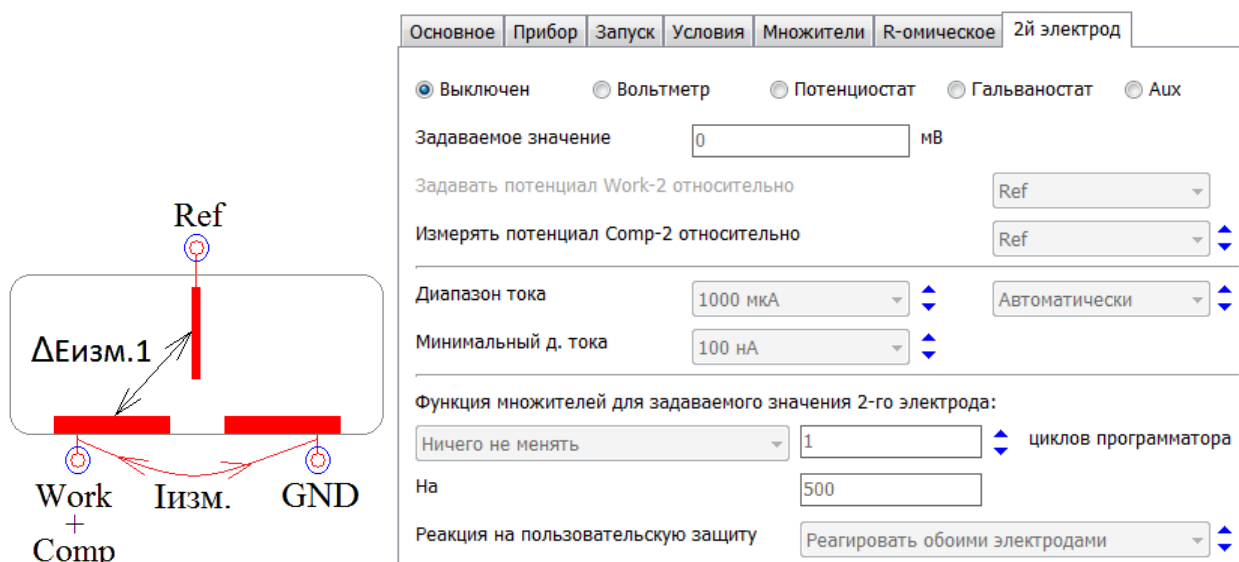


Рис. 11. Схема подключения и настроек второго электрода при измерении электрохимических шумов в режиме амперметра с нулевым сопротивлением.

Основной рабочий электрод при этом работает в режиме потенциостата с нулевым потенциалом (на самом деле значение потенциала можно вести любое). Диапазон тока необходимо заранее выбрать вручную, чтобы в процессе измерения не было переключений диапазонов, так как они создадут разрывы в массиве электрошумовых данных и испортят эксперимент. Второй электрод при этом выключен.

Л. Измерение электрохимических шумов, режим кросс-корреляции с двумя амперметрами нулевого сопротивления

Уникальной особенностью бипотенциостата BPS-12 является то, что он позволяет исследовать поведение одновременно более чем двух рабочих электродов. Схема подключения в этом случае представляет собой предыдущий вариант, но к нему добавили еще один рабочий электрод, подключенный ко входу Work2 бипотенциостата.

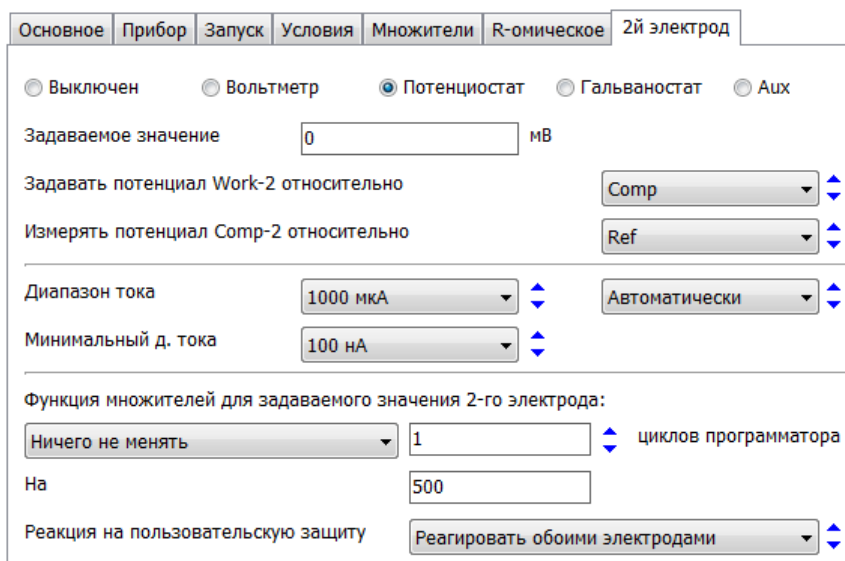
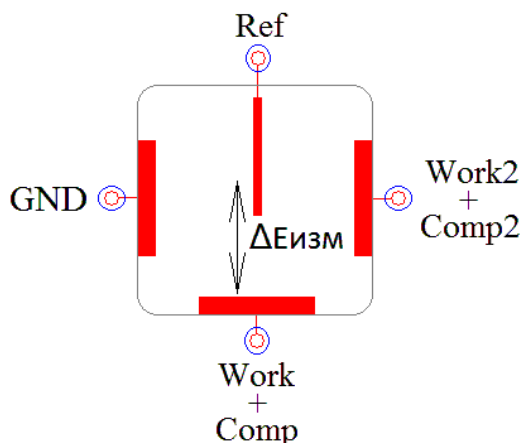


Рис. 11. Схема подключения и настроек второго электрода при измерении электрохимических шумов в режиме двух амперметров с нулевым сопротивлением.

Таким образом, в измерительной системе получается два амперметра с нулевым сопротивлением. Каждый из них регистрирует свой ток. В результате на этапе обработки можно выполнить кросс-корреляционный расчет между этими двумя массивами данных по току. Точно так же будет получено и два массива электрошумовых данных по потенциалу. С ними можно проделать ту же математическую операцию и в результате существенно повысить разрешение во всем измерении путем элиминирования собственных шумов прибора.

Настройки первого рабочего электрода (основного) остаются теми же, что и в предыдущем эксперименте. Второй электрод работает в потенциостатическом режиме, отрабатывается нулевой потенциал относительно Comp. Регистрируется же его потенциал относительно Ref. Также потенциал можно задавать относительно сигнала GND, что даст большую точность и меньшую шумность, особенно при токах первого электрода более 10 мА.

М. Фотовольтаика, измерение импедансных фото-спектров IMVS и IMPS

Еще одной из специализаций бипотенциостата BPS-12 является фотовольтаика. Прибор позволяет регистрировать и строить спектры IMPS и IMVS (Intensity-Modulated Photocurrent Spectroscopy, Intensity-Modulated Photovoltage Spectroscopy). Измерения проводятся с помощью техники измерения импеданса (строятся зависимости от частоты) программного обеспечения SmartSoft.

Методы IMPS и IMVS похожи на метод электрохимического импеданса (EIS). Отличие заключается в том, что вместо синусоидального возбуждения токового или потенциального сигнала электрохимической ячейки, синусоидально модулируется интенсивность света, падающего на изучаемый приемник света. Источником света могут являться например, лазер или светодиод, к которому прикладывается постоянный потенциал засветки, а также развертка частоты с амплитудой обычно меньше 10% величины постояннотоковой засветки. При освещении источником, приемник (например, изучаемый солнечный элемент) генерирует фототок. Причем фототок также содержит постоянную и синусоидальную составляющие. Измеренный синусоидальный сигнал фототока имеет ту же частоту, что и потенциал или ток, приложенный к источнику, но оказывается сдвинут относительно него по фазе. Таким образом в эксперименте оперируют синусоидальными сигналами тока и напряжения источника, а также тока и напряжения приемника (в потенциостатическом режиме приемника синусоидальный отклик потенциала приемника имеет нулевую амплитуду, а в гальваностатическом имеется нулевая амплитуда синуса тока). Спектры рассчитываются в комплексных числах по следующим формулам:

$$Z(\text{IMVS}) = \delta E_{\text{ист}} / \delta I_{\text{прием}}, [\text{вольт/вольт}];$$

$$Z(\text{IMPS}) = \delta I_{\text{ист}} / \delta I_{\text{прием}}, [\text{ампер/вольт}].$$

Источник света, например, светодиод, подключают к первому электроду (к его четырем проводам) по стандартной двухэлектродной схеме в потенциостатическом или гальваностатическом режиме в зависимости от типа источника света и целей эксперимента.

Приемник, например фотодиод или солнечная батарея, подключается ко второму электроду бипотенциостата BPS-12 независимо от первого, также по двухэлектродной схеме. При этом для приемника используются три провода – два штатных от второго рабочего электрода объединены вместе (Work2+Comp2) и провод заземления (его можно взять с передней панели прибора). Измерения необходимо проводить в металлическом экране, защищающем от постороннего освещения, а также от электромагнитных помех (стандартное экранирование с использованием того же провода заземления, его можно взять с задней панели прибора). Приемник может работать в потенциостатическом режиме. В потенциостатическом режиме приемника, чаще всего задается нулевой потенциал и измеряется отклик тока (но можно задать и любое иное ненулевое значение постоянного потенциала смещения).

Бипотенциостат при этих измерениях настраивается следующим образом (настройки во вкладке «2-й электрод» редактора единичных режимов или шагов программатора ПО SmartSoft):

- Потенциалы задаются и регистрируются относительно сигнала «Comp».
- В потенциостатическом режиме необходимо отключить автоматические диапазоны тока и включить специально предназначенную для таких измерений опцию «Фиксировать диапазон» тока.

Включение опции «Фиксировать диапазон» тока позволит прибору развить достаточно высокое усиление отклика тока, используя более тонкие диапазоны тока. Она запретит ему переключаться на более грубый диапазон тока второго электрода по критерию модулю импеданса (это действие необходимо при стандартных техниках измерения обычного электрического импеданса). Дело в том, что численно, в фото-импедансных экспериментах сам по себе формально рассчитанный электрический импеданс $|Z|(F)$ может оказаться весьма низким и соответствующим более грубым диапазонам тока, что сильно загрузило бы эксперимент и привело бы к не достаточно точной регистрации фото-спектров, если бы прибор переключился на эти диапазоны.

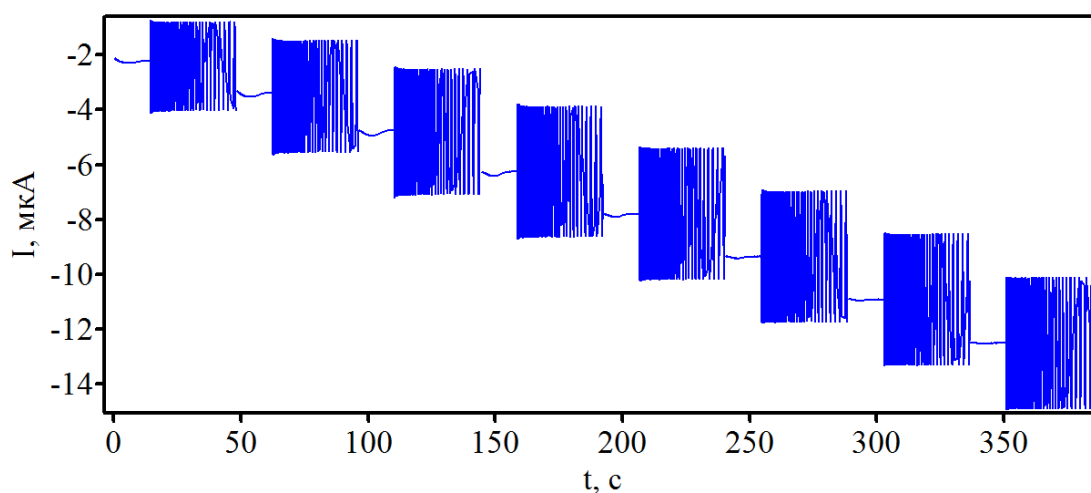


Рис. 12. Зависимость тока приемника от времени в эксперименте, в котором последовательно от цикла к циклу программатора увеличивалась величина постоянноточковой засветки источника (с помощью функции множителей от цикла к циклу последовательно увеличивали значение постоянного потенциала или тока источника). Длительность каждого цикла составляет примерно 50 секунд. Вертикальные осцилляции соответствуют синусоидальному отклику тока на приемнике.

Диапазон тока второго электрода (приемника) задается пользователем в соответствии с максимальным фототоком приемника. Если используется программатор, например, от цикла к циклу (при помощи функции множителей 1-го электрода) увеличивается величина постоянноточковой засветки источника, то диапазон тока приемника должен быть один и тот же в ходе всего эксперимента, и выбрать его надо таким, чтобы он мог измерить все токи приемника, которые

потенциально могут развиваться в эксперименте. При этом он должен быть подобран максимально адекватно (желательно без избыточного запаса в 10 раз и более), чтобы развить достаточное усиление. В то же время, стоит также понимать, что с повышением номера диапазона тока (чем он тоньше) несколько ухудшаются частотные характеристики, поэтому, при прочих равных условиях, иногда стоит выбрать более грубый диапазон (сказанное справедливо для диапазонов тока-сопротивления тоньше [10 мА / 100 Ом]). Самыми лучшими частотными характеристиками обладает диапазон тока-сопротивления [10 мА / 100 Ом]).

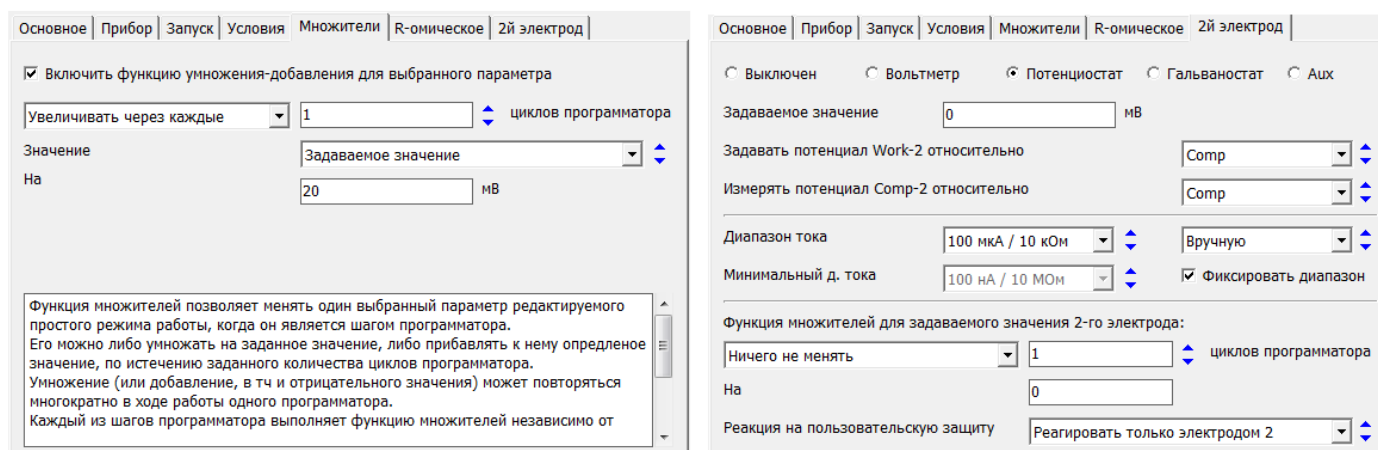


Рис. 13. Пример настроек режима измерения импеданса для вкладки функции множителей (чтобы снять серию спектров при разных значениях постоянноточковой засветки источника, здесь – постоянного напряжения светодиода). Пример настроек 2-го электрода бипотенциостата.

Настройки прибора для первого электрода (источника) выбираются сообразно импедансу источника. Для него в ходе такого эксперимента будет измерен фактический спектр электрического импеданса, соответствующий действительности. Для второго же электрода, формально полученные спектры электрического импеданса не имеют физического смысла. Не стоит трактовать традиционные спектры ($Re(F)$, $Im(F)$, $|Z|(F)$ и тд) второго электрода как фактические импедансные. Фактические спектры электрического импеданса, в случае необходимости в них, должны измеряться для приемника отдельно по традиционной схеме. Для приемника, весь описываемый фото-спектроскопический эксперимент проводится только для регистрации его фото-отклика.

Для первого электрода (источника) желательно подобрать наиболее оптимальный диапазон тока в предварительных экспериментах и тоже отключить для него автоматику по диапазонам тока. Это позволит зарегистрировать максимально ровные спектры без переключений.

Для приемника, в некоторых случаях можно использовать сигнал GND вместо Comp для того, чтобы прибор задавал потенциал относительно него (касательно настройки 2-го электрода в программном обеспечении SmartSoft: «Задавать потенциал Work2 относительно» - GND). В некоторых случаях это может помочь снизить шумность спектров. Также, этот вариант даст более точные результаты при токах источника более 10 мА.

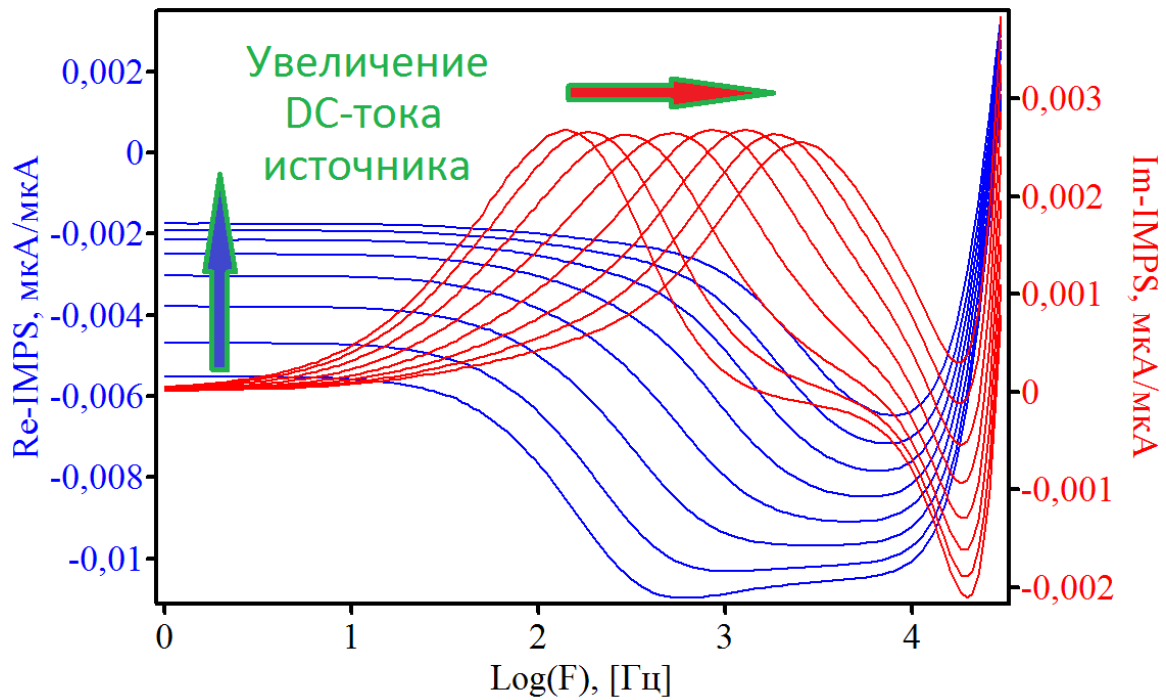


Рис. 14. Пример результатов измерения фото-импедансных спектров действительной и мнимой части IMPS для белого светодиода в качестве источника и солнечной батареи в качестве приемника. Оба электрода работают в потенциостатическом режиме, на светодиоде последовательно задаются увеличиваемые программатором (функцией «Множители») значения постоянного напряжения от цикла к циклу (от спектра к спектру). Приемник работает в режиме нулевого постоянного напряжения (схемотехника второго электрода бипотенциостата работает в режиме преобразователь ток-напряжение).

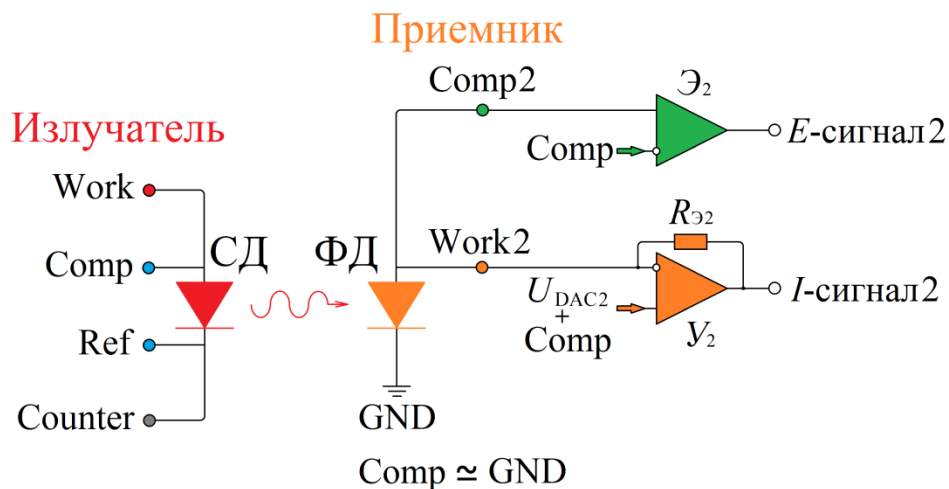


Рис. 15. Схема подключения фотоприемника и излучателя к бипотенциостату BPS-12. СД – светодиод (излучатель), ФД – фотодиод (приемник). Сигнал Comp является виртуальной землей и практически эквивалентен ей по уровню сигнала. ЦАП U_{DAC2} задает при необходимости постоянное смещение приемника. Сигнал GND – заземление на передней панели прибора. Электрометрический усилитель \mathcal{E}_2 служит для измерения потенциала на приемнике. Усилитель \mathcal{Y}_2 поддерживает рабочую точку на приемнике, а также измеряет текущий через него ток.

В рассматриваемом демонстрационном примере со светодиодом и солнечной батареей использовались следующие настройки:

- Диапазон частот 30 кГц- 1 Гц;
- Постоянный потенциал светодиода задавался равным 2540 мВ в первом цикле и увеличивался на 20 мВ в каждом последующем функцией множителей;
- Количество шагов программатора составляло 8;
- Амплитуда переменного сигнала первого электрода 20 мВ;
- Количество частот 100;
- Диапазон тока первого электрода 10 мА / 100 Ом;
- Потенциал второго электрода задавался и измерялся относительно сигнала Comp;
- Диапазон второго тока фиксирован 100 мкА / 10 кОм (максимальное значение фототока составило 15 мкА, диапазон тока выбрали как самый тонкий, на котором этот ток измерялся без перегрузок).

Данные фото-импедансных спектров (как и любых других) в программном обеспечении SmartSoft выводятся в таблицу справа от диаграммы и при необходимости могут быть легко скопированы из нее в буфер обмена или сохранены в текстовый файл для сторонней обработки. Сами данные спектров также сохраняются в файле edf вместе со всеми остальными данными (время, потенциал, ток импеданс и тп) и могут быть заново открыты из него после измерения. Отображение спектров IMPS и IMVS включается на основной диаграмме с помощью ее селектора типа осей.

11. Работа с программным обеспечением

Потенциостаты SmartStat работают под управлением специализированного программного обеспечения SmartSoft. Это программное обеспечение служит для создания и конфигурирования экспериментальной рабочей программы, запуска работы, отображения, просмотра и первичной автоматической обработки экспериментальных данных. При запуске пользователем работы, в прибор загружается созданная на этот момент рабочая программа, полностью стирается энергонезависимая память данных. Также в него загружаются настройки пользовательских защит, введенные пользователем свойства образца и название эксперимента. После этого управляющая программа дает прибору команду запустить работу.

Прибор сам следит за выполнением загруженной в него рабочей программы. Управляющая программа опрашивает прибор с необходимой периодичностью и отображает его текущее состояние. При этом она никак не влияет и не вмешивается в выполнение рабочей программы.

В управляющей программе в любой момент можно отключить прибор от компьютера. При этом прибор продолжит работу без него. Далее можно, например, подключить к программе другой имеющийся прибор и провести необходимые манипуляции с ним. При необходимости, в процессе работы прибора, можно неограниченное число раз подключаться к нему и отключаться от него в управляющей программе. Это никак не отразится на выполнении рабочей программы. На одном компьютере можно запускать несколько приборов, каждый из своего экземпляра программного обеспечения, установленного в отдельную папку (если запускать работу из одной копии программы, запущенной несколько раз, то будут происходить ошибки в файлах, например, будет не всегда ясно, какая работа на самом деле запускается).

Потенциостаты SmartStat имеют энергонезависимую память для хранения всех зарегистрированных данных. Каждая новая точка данных сразу же фиксируется в этой памяти. Удалена она оттуда может быть только при запуске новой работы, когда происходит стирание всей памяти данных. Эта память используется как буфер и позволяет сохранить все экспериментальные данные в случае отключения питания 220 В. В процессе работы, программное обеспечение SmartSoft загружает эти данные из энергонезависимой памяти в реальном времени (в некоторых случаях может немного отставать, например, в скоростных импульсных режимах). При завершении работы, все данные оказываются загруженными на рабочий компьютер в программу SmartSoft и автоматически сохранены на жесткий диск компьютера в заранее выбранную пользователем папку под заранее выбранным названием. При необходимости, пользователь может в любой момент включить прибор и загрузить из него в программу SmartSoft последние зарегистрированные данные.

Подробное описание функций и возможностей программного обеспечения SmartSoft приведено в отдельном руководстве по эксплуатации SmartSoft Instruction.

12. Особенности измерения импеданса

Все потенциостаты SmartStat откалиброваны по переменному току в расчете на то, что их измерительные провода при этом были расположены прямо (без изгибов, поворотов в сторону и тп) и находились максимально близко друг к другу. Нарушение этих условий может привести к искажению спектров импеданса на частотах, близких к предельно-высоким.

Понятие предельно-высокая частота не обязательно является близкой к максимальной рабочей частоте, обеспечиваемой прибором по документации. Максимальная частота с модулем FRA у любого потенциостата обеспечивается в районе импеданса 50 Ом (плюс минус одна декада, или чуть больше). Дальше точность измерения, при отклонении от этого значения импеданса, у любого прибора начинает падать пропорционально отклонению. При высоких значениях импеданса, это связано с паразитной емкостью входов и внутренних цепей прибора, а при низких, с аналогичными индуктивностями. Элиминировать или полностью откалибровать эти погрешности невозможно. Поэтому и существуют условия и рекомендации по трассировке измерительных проводов (а также другие требования и ограничения, описанные далее).

Таким образом, для импедансов ниже долей Ома, предельно высокой частотой будет уже не несколько мегагерц, а несколько десятков килогерц. Именно поэтому, настройки потенциостата не дают измерять спектры импеданса от максимальной для модуля FRA частоты, при использовании самого грубого диапазона тока, а также при тонких диапазонах тока (а самые тонкие диапазоны и вовсе не доступны пользователю в качестве стартовых, их подключает только сам прибор при необходимости).

Для обеспечения максимальной точности измерения необходимо корректно выбирать стартовый диапазон тока-сопротивления. В названии каждого диапазона указано значение центрального для него (наиболее точно измеряемого) модуля импеданса. В процессе измерения прибор может самостоятельно выбрать более подходящий диапазон тока в сторону более низких токов (и больших импедансов), если включен автоматический диапазон тока; или в сторону больших токов (и меньших импедансов) при перегрузке по току или модулю импеданса уже независимо от настроек пользователя. Не стоит пытаться запускать эксперимент на высокочастотном диапазоне, при например, очень низких модулях импеданса исследуемого объекта, вне (ниже) синей области рис. 6. Прибор не будет сохранять такие данные, а если их будет более 10 частот (точек), то он полностью прекратит такой эксперимент и выдаст сообщение об ошибке. Аналогично, невозможно с хорошей точностью измерить очень высокий импеданс на высокой частоте (например, 1 МОм на 1 МГц).

Верхний наклон синей области на рис. 6 соответствует емкости 1-3 пФ. Емкостная же составляющая даже самых высокочастотных твердотельных электрохимических ячеек выше в несколько десятков раз (в том числе и их геометрическая емкость). Поэтому, какой бы

высокоимпедансный электрохимический образец не был выбран, он практически со 100% вероятностью попадет в синюю область корректной работы прибора, на рис. 6. Если необходимо зарегистрировать спектр высокоомного образца, обладающего заметной геометрической емкостью, то стоит запустить измерение на диапазоне тока, соответствующего импедансам 100 Ом. Он позволит прописать геометрическую емкость на высоких частотах (от максимальной паспортной частоты прибора). При этом нужно включить автоматический диапазон тока и тогда, по мере роста импеданса на низких частотах, прибор сам подключит более низкочастотные высокоомные диапазоны, чтобы измерить большие импедансы, при необходимости вплоть до гигаом и выше. Подобные измерения обязательно нужно выполнять в экране.

Для обеспечения минимальных омических искажений, при работе с низкими импедансами (менее 1 Ом), обязательно требуется четырехточечное подключение исследуемого объекта. Оно означает, что на измерительной ячейке должны быть отдельные точки для подключения потенциальных и токовых зажимов прибора. Зажимы типа Крокодил ни в коем случае нельзя закреплять друг на друга. Четырехточечное подключение позволяет скомпенсировать сопротивления контактов, которое может достигать до значений 0.1 Ом и вносить очень большие искажения при больших токах (100 мВ при токе уже в 1 А).

При работе с высокими импедансами (выше 1 кОм) необходимо избегать паразитных емкостей между всеми измерительными выводами прибора. Также, необходимо минимизировать их емкости на экранирующие цепи. Последнее обстоятельство особенно важно. Взаимные емкости неэкранированных частей кабелей (или их удлинений, например, проложенных внутри нагревательных печей и термостатов) друг на друга отчасти можно будет скомпенсировать завышенным значением геометрической емкости электрохимической ячейки на этапе обработки. Емкость же этих цепей на землю (на экран) скомпенсировать невозможно.

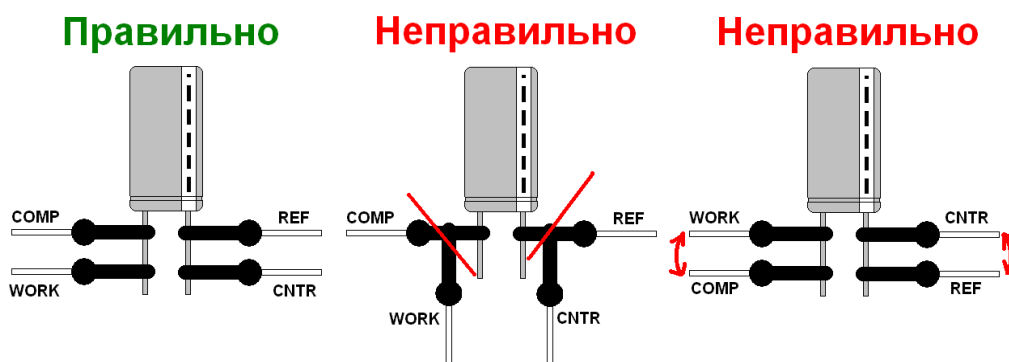


Рис. 16. Примеры приемлемых и ошибочных подключений низкоомных ячеек при отсутствии отдельных терминалов для силовых и потенциальных электродов.

Обязательно применяйте аккуратное экранирование, оно не обязательно только при работе с низкими импедансами (менее 10 Ом, речь об импедансах на всех интересующих частотах, в том

числе и на низких), например химических источников тока. Во всех остальных случаях экранирование является обязательным.

Еще одна из особенностей связана с **измерением импеданса при использовании второго электрода в режиме входа Aux**. Она состоит в том, что Aux вход можно подключить к ячейке как в положительной, так и в отрицательной полярности, в зависимости от задачи и конструкции ячейки (или при экспериментальной ошибке подключения). Подключение же входов Ref и Com более детерминировано и не имеет иной полярности (возможно только в случае гальваностатического режима, но даже в этом случае это будет экспериментальной ошибкой), а для Aux входов изменение полярности возможно. Для того, чтобы отображать спектры в одном квадранте, для этого в программном обеспечении SmartSoft предусмотрена опция инверсии Aux данных. При этом, если Aux данные окажутся в 4-м квадранте, а по физическому смыслу их там быть не должно (скажем, это обычное падение потенциала на активном омическом сопротивлении), то программная инверсия перенесет данные в первый квадрант, где их наглядно можно будет сравнить с годографом основных данных. Однако, со стороны прибора при этом возникает необходимость в инверсии реактивных калибровок, ответственных за входную емкость или входную индуктивность потенциостата. Пользователь может при необходимости скомпенсировать их на этапе обработки, однако это не так просто и в любом случае затратно. Поэтому потенциостаты SmartStat решают эту задачу сами. А именно, они учитывают, что если пользователь включил опцию инверсии Aux данных для первого Aux или для второго Aux, то для него необходимо применить инвертированную реактивную калибровку входной емкости или индуктивности, чтобы пользователь получил неискаженные данные в первом квадранте.

На рис. 17 показан пример с двумя годографами импеданса, где основные данные (синяя кривая) и Aux данные (красная кривая) соответствуют одному и тому же измеренному годографу, то есть одной и той же RC-цепи, взятой для проведения демонстрации. То, что эти кривые едва различимы, говорит о высокой точности измерения и качестве калибровок. Этот рисунок-фотография экрана был сделан при включенной опции инверсии Aux данных.

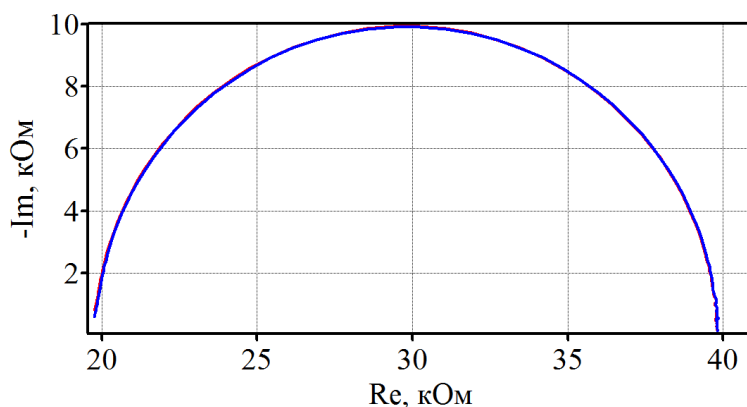


Рис. 17. Годографы импеданса для основных данных – красная кривая, и Aux данных – синяя кривая. Опция инверсии Aux данных включена.

Следующий рис. 18 был сделан при выключенной опции инверсии Аих данных для тех же физических данных, что и на рис. 8. На нем Аих данные оказались в четвертом квадранте. Из-за того, что к ним была применена неинвертированная калибровка (которая фактически добавила входной емкости прибору, а не вычла ее, как должна была), на высокочастотной части годографа имеются искажения. На предыдущем рисунке их нет, так как пользователь указал программе SmartSoft на то, что данные нужно инвертировать (а значит и калибровку к ним) включив соответствующую опцию. У прибора и программного обеспечения нет другой возможности узнать – с инверсией или без произведено подключение, а значит – нужно ли инвертировать калибровку или нет.

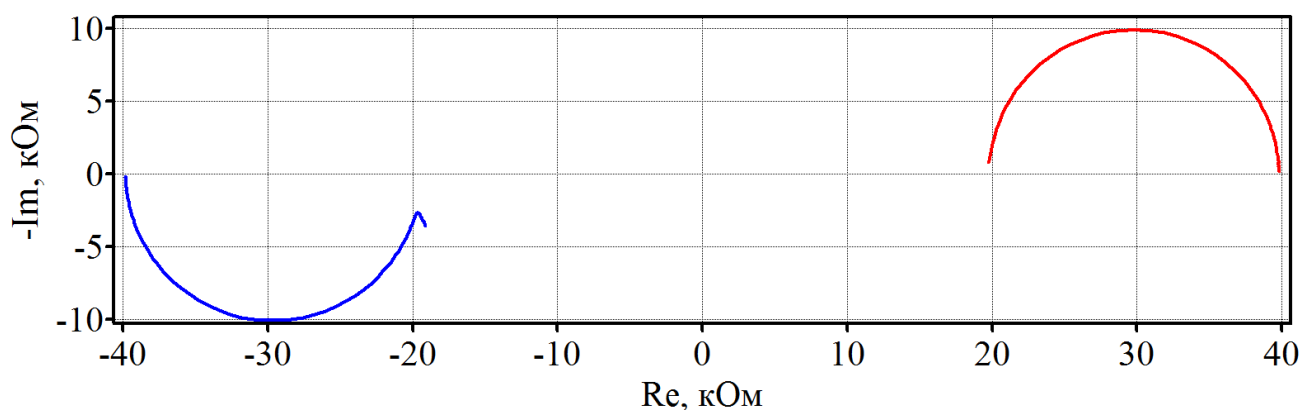


Рис. 18. Годографы импеданса для основных данных – красная кривая, и Аих данных – синяя кривая.
Опция инверсии Аих данных выключена.

Программное обеспечение SmartSoft на этапе измерения импеданса для Аих данных рассчитывает оба спектра – с инверсией и без нее. В зависимости от того, включил пользователь опцию инверсии Аих данных или нет, оно будет выводить ему те или иные данные. Сохраняются в файл также оба варианта данных. При необходимости пользователь может самостоятельно скомпенсировать входную емкость или индуктивность на этапе постобработки данных, однако ПО сделает это точнее.

13. Гарантийные обязательства

Изготовитель гарантирует соответствие прибора техническим характеристикам при соблюдении потребителем правил эксплуатации, транспортирования и хранения, установленным в настоящем руководстве по эксплуатации.

Гарантийный срок эксплуатации – 24 месяца от даты продажи прибора.

Срок гарантийного ремонта определяется степенью неисправности прибора и может достигать до 20 рабочих дней без учета времени доставки.

Гарантийные обязательства не включают в себя устранение проблем некорректной работы с прибором (несоответствующие требованиям настоящего руководства).

Потребитель лишается права на гарантийное обслуживание и ремонт в следующих случаях:

- при нарушении требований, которые приведены в разделе 6 запрещенных условий работы, в настоящем руководстве;
- при нарушении правил эксплуатации, транспортирования и хранения, мер безопасности работы с прибором;
- при несоблюдении обязательных мер предосторожностей и требований касающихся работы с прибором, приведенных в настоящем руководстве;
- при работе с прибором в недокументированных режимах;
- при неправильной установке или подключении прибора;
- при превышении допустимой рабочей температуры, перегреве и т.п.;
- при наличии внешних и внутренних механических повреждений: царапин, вмятин, повреждений разъемов, следов ударов и других последствий некорректной эксплуатации прибора;
- при нарушении целостности пломб, признаков вскрытия и ремонта прибора неуполномоченными лицами;
- при наличии повреждений, полученных в результате аварий, воздействия огня, влаги, насекомых, пыли или попадания внутрь корпуса посторонних предметов.

Гарантийное и послегарантийное обслуживание прибора осуществляется предприятием изготовителем.

Бесплатное гарантийное обслуживание и ремонт прибора осуществляются только в том случае, если пользователь ознакомился с разделом 6 настоящего руководства о запрещенных условиях работы прибора.

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