

M Lab / M Lab SCI Bedienungsanleitung

Inhalt

Was ist der M Lab	2
Netzanschluß, Sicherheitshinweise	2
Interfaceanschluß	2
Signalleuchten	2
Zellenanschluß - Kurzanleitung	3
M Lab Software	4
SCI - Freischaltung	4
Das Hauptfenster der M Lab Software	5
Das Menü Mode	5
Das Menü Cell Check	5
Menü Options	5
Das Menü Help	7
Das Menü Parameters	7
Bedienung des Parameter - Tabellenfelds	8
Programm SCI: Programmierte Bedingungen	11
Starten einer programmierten Funktion	12
Die Tabelle Data (Channel Results)	13
Cell Check	15
Grafiken	16
Das Vollgrafikfenster	16
Data Processing	18
Smoothing	18
Filter	18
New Reference	18
Tafelgeraden	18
Invert	19
Gerätebedienung	20
Zellenanschluss	20
Die Messmethoden	21
Ruhepotentialmessung	21
Potentialsteuerung einer elektrochemischen Zelle	21
Stromsteuerung einer elektrochemischen Zelle	21
M Lab Präzisionsamperemeter ("Null-Ohm-Amperemeter")	21
Potentiostat als gesteuerte Spannungsquelle (Zwei - Elektroden - Betrieb)	22
Redoxpotentialmessung	23
Lizenz für SCI	24
Mehr als ein M Lab an einem PC - Anzahl Kanäle einstellen	26
Anmerkungen zur Abschirmung	27
Fehlersuche	28
Behinderungen bei der Parametereingabe	28
Störung in der Datenübertragung	30
Störungen des Potentiostatenverstärkers lokalisieren	31
Stichwortverzeichnis	33

Was ist der M Lab

M Lab ist ein Mehrkanal – Potentiostat / Galvanostat. Auf einer Platine sind zwei Potentiostaten zusammen mit einer Rechnerschnittstelle aufgebaut. Diese Platinen werden je nach Bedarf einzeln in einem kleinen Tischgehäuse oder für Vielkanalanwendungen in einem 19-Zoll – Systemgehäuse eingebaut.

Jede Platine wird von einem Mikroprozessor kontrolliert. Die Verbindung zu einem PC läuft über eine RS 232 – Schnittstelle.

In Vielkanalanwendungen wird eine Platine ("Master") mit dem Rechner verbunden, die übrigen Platinen kommunizieren mit dieser Platine über eine RS 485 – Schnittstelle.

M Lab hat 3 Betriebsmodi::

- Die potentiostatische Steuerung
- die galvanostatische Steuerung
- die stromlose Potentialmessung

Netzanschluß, Sicherheitshinweise

Sofern nicht anders vereinbart, sind die Geräte für 230 V / 50 Hz eingestellt.

Der Netzschalter befindet sich an der Rückwand des Tischgehäuses bzw. an der Frontplatte des 19" – Systemgehäuses.

Ausgefallene Sicherungen dürfen durch eine 630 mA – Sicherung ersetzt werden.

Der Netzanschluß muß über eine dreiadrigte Leitung mit Schutzleiter (PE) erfolgen.

Anm.: Zum "ungeerdeten" Betrieb können sie die Brücke "ground bridge" an der Geräterückwand des Tischgehäuses bzw. an der Frontplatte des 19" – Gehäuses herausziehen. Damit trennen Sie Masse und Schutzleiter. Näheres dazu im Abschnitt "Regeln zum Erden und Abschirmen".

Die Kühlschlitze des Gehäuses und die Kühleröffnung an der Geräterückwand dürfen niemals abgedeckt werden. .

Der Schalter "Separated / Coupled" muß immer in der Position "Separated" stehen, sofern Sie nicht die speziellen Arbeitsmodi der Kopplung von zwei Arbeitselektroden in einer Zelle anwenden wollen.

Interfaceanschluß

Benutzen Sie ein Standard – (Modem) – Kabel mit 9 – poligen Sub – D – Steckern. (Invertierte "Null – Modem" – Kabel können nicht benutzt werden). Der Anschluß dafür befindet sich auf der Geräterückwand.

Die Vielkanalversion benötigt ein Modem – Kabel für die RS 232 – Anbindung an den Steuerrechner sowie eine 1:1 – Verbindung zwischen den RS 485 – Anschlüssen aller angeschlossenen M Labs.

Signalleuchten

Tischgehäuse:

Auf der linken Seite (bezogen auf liegende Position des Gerätes) signalisiert die rote LED "Line" die eingeschaltete Stromversorgung.

Je Kanal signalisiert ein Paar roter Leuchtdioden "OVL" Überlastbedingungen. Das bedeutet, daß die Genelektrodenspannung nicht mehr ausreicht, den angestrebten Zustand zu erzielen.

Wenn beide OVL – LEDs eines Kanals leuchten, kann dies zwei Ursachen haben: entweder sehr hohe Störsignale auf diesem Kanal (z.B. schlechte Abschirmung einer empfindlichen Zelle), oder Instabiles Regeln des Potentiostaten. Schalten Sie in diesem Fall bitte sofort den entsprechenden Kanal ab (z.B. auf Stand – by) und überprüfen Sie Verkabelung und Zellenaufbau.

Die LED "AD-ACT" blinkt sobald Meßzugriffe über den A/D – Wandler laufen.

Eine grüne LED je Kanal signalisiert die eingeschaltete Steuerung (Gegenelektrode eingeschaltet).

19" – Systemgehäuse:

Am Netzteil befinden sich 6 Leuchtdioden, die das Vorhandensein der einzelnen Betriebsspannungen anzeigen. Die Leuchtdioden OVL, CE und AD-ACT liegen wie beim Tischgehäuse an den Frontplatten.

Zellenanschluß - Kurzanleitung

(Detailliertere Hinweise finden Sie weiter hinten im Handbuch)

Die Arbeits- und die Gegenelektrode jeder Zelle wird durch ein Kabel mit einem dreipoligen XLR – Stecker angeschlossen, die Referenzelektrode mit einem separaten Kabel mit BNC – Stecker. Zellenseitig sind die Kabel mit Bananensteckern versehen.

Die Farbkodierung der Stecker am mitgelieferten Kabel soll Verwechslungen vermeiden.

Elektrode	Farbe (Bananenstecker)
Gegenelektrode	gelb
Arbeitselektrode:	
Potentialfühlerleitung	schwarz, Langlochstecker
Stromleitung	schwarz, Kreuzlochstecker
Abschirmung	grau
Referenzelektrode	grün

BEIDE Arbeitselektrodenstecker müssen zusammen an der Arbeitselektrode angeschlossen werden.

Achtung: wenn Sie nicht das mitgelieferte Referenzelektrodenkabel verwenden, müssen Sie darauf achten, daß die Abschirmung dieses Kabels nur am Potentiostaten angeschlossen werden darf, nirgends sonst. Diese Abschirmung wird auf Referenzelektrodenpotential mitgeführt. Ein Anschluß dieser Leitung an Masse kann Fehlfunktionen, u.U. HF - Schwingungen des Geräts zur Folge haben.

Der Schalter "Coupled / Separated" bestimmt, ob die Potentiale der beiden Arbeitselektroden unabhängig oder voneinander abhängig gesteuert werden.

"Separated" bedeutet unabhängige Steuerung. Dies ist die normale Arbeitsstellung, solange sie mit getrennten Zellen arbeiten. Die Stellung "Coupled" darf nur eingeschaltet werden, wenn Sie mit zwei Arbeitselektroden in einer Zelle arbeiten. Das Potential der Arbeitselektrode im Kanal 1 wird dann auf konstanten Abstand zum Potential der Arbeitselektrode im Kanal 2 gesteuert. In diesem Fall wird eine gemeinsame Arbeitselektrode von Kanal 2 aus gesteuert. Damit können Sie in bestimmten Grenzen die Kontrolle einer Scheiben – Ring – Elektrode realisieren.

M Lab Software

Die M Lab - Software verwaltet die Gerätesteuerung und die Datenaufzeichnung. Sie erhalten die Software als selbst - extrahierende .EXE - Datei (Mlabxx.EXE, wobei xx die Versionsnummer kennzeichnet). Auf der Installations - CD befindet sich weiterhin eine Hilfe - Datei mit der Hilfe - Datenbank. Kopieren Sie diese Hilfe - Datei ebenfalls in ihr M Lab - Arbeitsverzeichnis. Beim ersten Programmstart werden die notwendigen Initialisierungsdateien erzeugt (Dateien mit Namensendung .INI), in die später Daten zur seriellen Schnittstelle und andere Einstellungsdaten eingetragen werden.

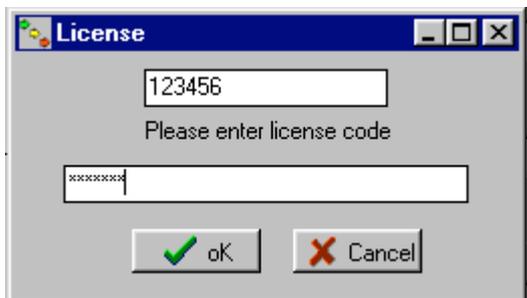
Bevor Sie das installierte M Lab - Programm das erste mal aufrufen, müssen Sie das RS - 232 - Kabel angeschlossen haben und den M Lab einschalten. M Lab startet immer im "sicheren" Modus, d.h. die Gegenelektroden sind abgeschaltet.

Wir empfehlen, die mitgelieferte "Dummyzelle" als Zellenersatz anzuschließen, solange Sie die Bedienung des M Lab erlernen. Schließen Sie beide schwarze Bananenstecker an der schwarzen Buchse an, den grünen Referenzelektrodenstecker an der grünen Buchse und den gelben Gegenelektrodenstecker an der gelben Buchse. Stellen Sie den Strombereich dann während der Übungen auf 1 mA.

Wenn das Programm startet, sucht es nach angeschlossenen M Labs. Wird kein M Lab an der eingestellten seriellen Schnittstelle gefunden, werden Sie gefragt, ob Sie Off - Line arbeiten wollen, oder ob Sie das Programm verlassen wollen. Sie müssen beim ersten Start auf jeden Fall den Off - Line - Start wählen, falls Sie eine andere serielle Schnittstelle als die erste benutzen. Zur Einstellung der Schnittstelle siehe Abschnitt "Optionen".

Schreibweise: Ein Klick mit der linken Maustaste wird im Text als LMK abgekürzt, entsprechend RMK für einen Klick mit der rechten Maustaste.

SCI - Freischaltung

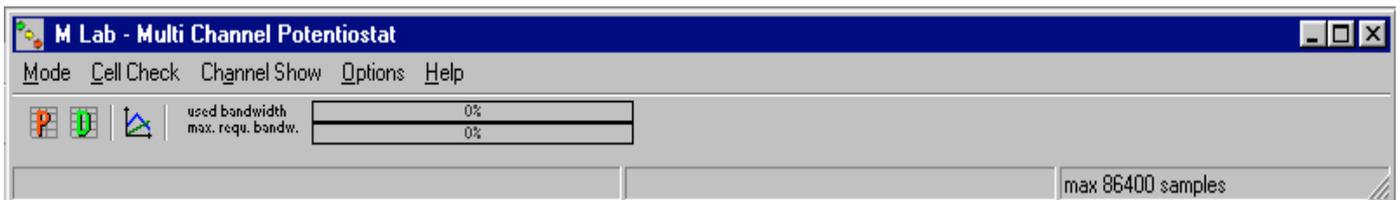


Sofern Sie das Programmpaket SCI erworben haben, müssen Sie nach dem ersten Start auf Help - License klicken. In einem Untermenü erscheint die Seriennr. Ihres Gerätes. Geben Sie jetzt in das Eingabefeld die Nummer ein, die Sie in Ihren Lieferdokumenten finden, damit die zusätzlichen Funktionen des SCI freigeschaltet werden. Anschließend muß das Programm geschlossen und neu gestartet werden.

Nach dem Programmstart erscheint das Hauptfenster als schmaler Balken auf Ihrem Bildschirm. Von hier aus erreichen Sie alle anderen Bildschirmfenster für die verschiedenen Arbeitsmodi (Parameter bestimmen, Daten aufzeichnen, Daten auswerten etc.). Wahlweise können Sie dazu die Drop - Down - Menüs oder die Kurzwahl - Symbole benutzen.

Außer dem On - Line - Hilfesystem werden Sie während der Arbeit durch eine Kurzhilfe unterstützt: Anmerkungen zu den Schaltsymbolen auf dem Bildschirm erscheinen, sobald sie den Mauszeiger einige Sekunden auf dem jeweiligen Symbol halten.

Das Hauptfenster der M Lab Software



Aus dem Hauptmenü können folgende Untermenüs direkt aufgerufen werden:

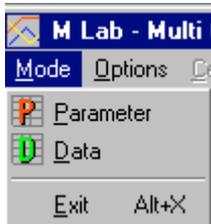
Parameter – klicken Sie auf das rote "P"

Data – klicken Sie auf das grüne "D"

Grafische Darstellungen – klicken Sie auf das Grafiksymbol neben dem "D"

Weiterhin wird in einer Bandgrafik die verfügbare und die benutzte Übertragungskapazität ("Bandwidth") für die serielle Schnittstelle angezeigt.

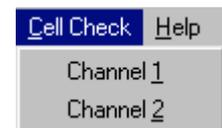
Das Menü Mode



Über das Mode – Menü kommen Sie zu den Untermenüs Parameters und Data, sowie zum Programmende - Befehl (Exit).

Das Menü Cell Check

Cell Check ist ein Modus, in dem Sie einen Kanal eines M Lab manuell steuern können. Ein virtuelles Frontpanel zeigt Ihnen Meßinstrumente, Schaltknöpfe und Schieberegler, mit denen Sie den angewählte Kanal wie ein handbedientes Gerät steuern können. Eine genaue Beschreibung finden Sie im Kapitel Cell Check.



Das Cell Check – Menü kann jeweils nur für einen Kanal aktiviert werden.

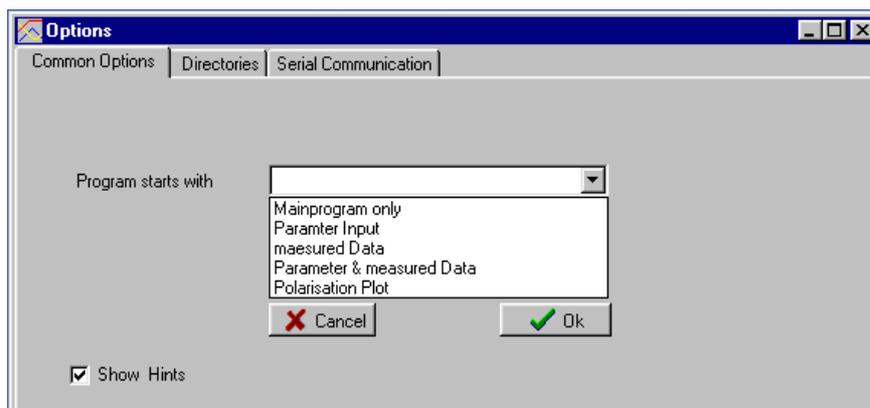
Menü Options

Common Options

Hier können Sie auch die Schnellhilfe abschalten, um Systemressourcen zu gewinnen.

Im Untermenü Common Options können Sie wählen, mit welchem Untermenü das Programm starten soll.

Serielle Kommunikation

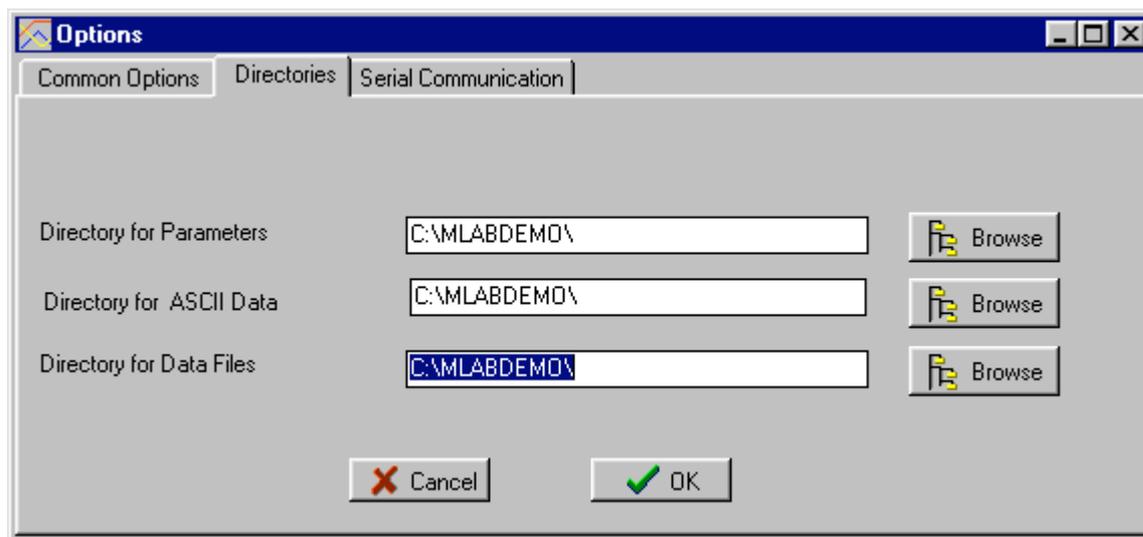


Wenn Sie auf den Reiter "Serial Communication" klicken, sucht das Programm nach verfügbaren seriellen Schnittstellen und zeigt sie an. Klicken Sie auf die Schnittstelle, an die der M Lab angeschlossen ist, anschließend auf OK. N.B.: Wenn nur eine serielle Schnittstelle verfügbar ist, erhalten Sie eine Fehlermeldung, sobald Sie versuchen, diese Einstellung zu ändern. Klicken Sie auf OK oder

Cancel, bis die Fehlermeldung verschwindet.

Verzeichnisse

Wenn Sie den Reiter "Directories" anklicken, können Sie das Verzeichnis wählen, in das Ihre Parameter bzw. die Daten gespeichert werden sollen.



Das Menü Help

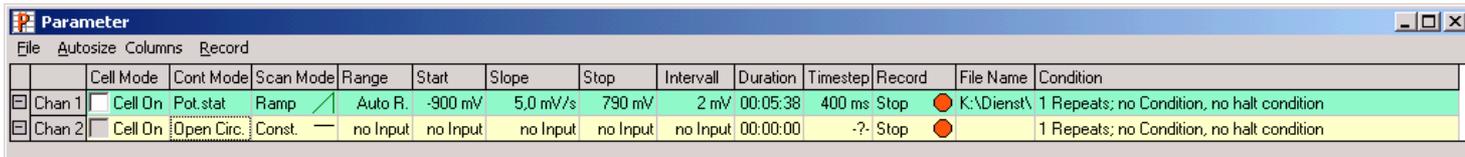
Das Menü Help enthält drei Befehle:

Help ruft die On-Line Hilfe auf.

Info zeigt die Versionsnummer und überprüft die serielle Kommunikation zum M Lab.

License erlaubt die Eingabe Ihrer Lizenznummer zur Freischaltung des SCI - Programms

Das Menü Parameters



	Cell Mode	Cont Mode	Scan Mode	Range	Start	Slope	Stop	Intervall	Duration	Timestep	Record	File Name	Condition
Chan 1	Cell On	Pot.stat	Ramp	Auto R.	-900 mV	5.0 mV/s	790 mV	2 mV	00:05:38	400 ms	Stop	K:\Dienst\	1 Repeats; no Condition, no halt condition
Chan 2	Cell On	Open Circ.	Const.	—	no Input	no Input	no Input	no Input	00:00:00	-?-	Stop		1 Repeats; no Condition, no halt condition

Der Parameter – Editor zeigt Ihnen eine Tabelle, in die Sie Programmparameter für jeden M Lab – Kanal eintragen können. Die Tabelle hat so viele Zeilen, wie Ihr M Lab Kanäle hat. Um Parameter von einer Zeile in eine andere zu kopieren, klicken Sie auf das graue Feld "channel" links neben der Tabelle. Ein Submenü öffnet sich und fragt, ob Sie Daten aus der Zeile darüber übernehmen wollen.

Achtung: Da M Lab ein Mehrkanalgerät ist, bei dem jeder einzelne Kanal beträchtliche Datenmengen übertragen kann, ist die gesamte Datenmenge, die gleichzeitig übertragen werden kann (wir sprechen von der Bandbreite - bandwidth) begrenzt. Während des Programmierens wird die benutzte Bandbreite in einem Balkendiagramm angezeigt.

Sobald 100% Bandbreite (transfer capacity) benutzt sind, können keine weiteren Kanäle mehr benutzt werden, andernfalls müssen Sie die zeitliche Auflösung des schnellsten Kanals reduzieren (Erhöhen Sie den Wert "mV" in der Spalte Intervall).

Die verfügbare Bandbreite wird in dem Balkendiagramm im Hauptmenü angezeigt. **Used Bandwidth** bezeichnet dabei die aktuell benutzte Bandbreite, **Max. requ. Bandwidth** ist die Bandbreite, die bei gleichzeitigem Ablauf aller programmierter Kanäle benötigt würde.

Hinweis zu Feldeingaben: Wenn in einem Feld ein Fragezeichen steht, muß dort eine Eingabe gemacht werden, sonst kann das Programm nicht starten. Sind Felder mit "no input" bezeichnet, dann sind dort keine Eingaben notwendig, diese Felder sind dann in der Regel gesperrt.

Anmerkung: die Einträge "no input" bleiben stehen, wenn Sie nach Programmierung z.B. einer Ruhepotentialmessung die Modus auf Potstat oder Galvstat umstellen: Dann müssen Sie selbst für das vollständige Ausfüllen aller Felder sorgen.

Bedienung des Parameter - Tabellenfelds

Befehle im Tabellenkopf

File

New : löscht alle Parameterdaten für eine neue Eingabe

Open : öffnet das Dialogfeld zum Einlesen bestehender Parametersätze

Save : öffnet das Dialogfeld zum Abspeichern eines Parametersatzes (alle Zeilen)

Save as : öffnet das Dialogfeld zum Abspeichern eines Satzes unter neuem Namen

Autosize Columns

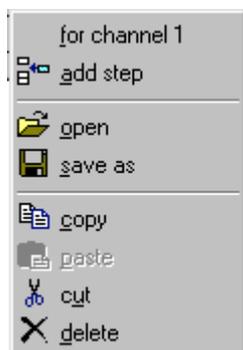
Sie können die Breite aller Spalten selbst bestimmen, indem Sie mit der Maus auf die Teiler zwischen zwei Feldern im Tabellenkopf klicken und dann bei gedrückter Maustaste zur Seite ziehen.

Mit Autosize Columns wird die Spaltenbreite wieder in den Ausgangszustand gestellt.

Record

Mit einem LMK auf Record können alle programmierten Kanäle gleichzeitig gestartet und laufende Messungen gleichzeitig abgebrochen werden. Dies ist insbesondere für Vielkanalanwendungen nützlich.

Die Parameter – von links nach rechts



Chan xx

Diese Spalte zeigt den Kanalnamen an

Wenn Sie auf Parameter oder Symbol P klicken, öffnet sich das Menü Parameter. Wenn Sie nun in einer der verfügbaren Kanalzeilen mit der rechten Maustaste auf "Chan xx" klicken, öffnet sich das nebenstehende Menü.

Besitzer des Programms SCI können hier mit "Add Step" zusätzliche Programmschritte erzeugen, wobei die Abfolge durch Grenzbedingungen gesteuert werden kann.

Mit RMK "open" können Sie früher gespeicherte Parameterdaten einer Zeile laden, mit RMK "save as" werden Parameterdaten dieses Kanals gespeichert.

Mit RMK "copy" wird eine Zeile kopiert, die dann mit RMK "paste" an anderer Stelle eingefügt werden kann.

Mit RMK "cut" wird der Inhalt einer Zeile ausgeschnitten und im internen Zwischenspeicher abgelegt. Sie können diese Zeile dann an anderer Stelle wieder einfügen.

Mit RMK "delete" wird eine Zeile gelöscht.

Sobald Sie in ein leeres Feld in der Eingabetabelle klicken, wird die entsprechende Zeile mit einem Standardparametersatz gefüllt. Von hier aus werden jetzt die gewünschten Parameter eingegeben.

Cell Mode

Damit wird die Gegenelektrode in den Modi Potstat und Galvstat an- bzw. ausgeschaltet. Anschalten aus dem Modus Open Circuit ist nicht möglich.

Diese Option ist dazu gedacht, kurzfristig eine Zelle ausschalten zu können, um z.B. ein Problem an der Zelle zu beseitigen, um dann die Datenaufnahme ohne Neustart fortzusetzen zu können.

Control Mode

Mit Control Mode wird die Betriebsart bestimmt.

Open Circ. : Gegenelektrode ist aus, das Ruhepotential wird gemessen.

Pot.stat. : Gerät vorbereitet für potentiostatische Messung.

Galv.stat. : Gerät ist vorbereitet für galvanostatische Messung.

Anm.: Mit Control Mode werden automatisch die Größen für die Sollwerteingabe umgeschaltet, so daß Sie z.B. im Modus Potentiostat Sollspannungen in mV eingeben können, während in der gleichen Spalte im Modus Galvanostat die Sollströme in mA oder μA eingegeben werden können.



Record

Über Record können einzelne Meßkanäle gestartet oder gestoppt werden. Mit LMK auf Record öffnet sich eine Auswahl (In der Regel Start / Stop). Durch Klick auf Start wird die Messung gestartet, durch Klick auf Stop wieder angehalten.

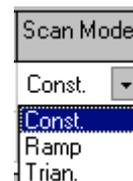
Scan Mode

In dieser Spalte wird der Rampengenerator – Modus gesetzt

Const : Ausgabe einer Konstantfunktion

Ramp : Ausgabe einer Rampenfunktion von einem gegebenen Startwert zu einem Endwert (Strom oder Potential)

Triangle : Ausgabe einer Dreiecksfunktion vom Startwert zum Umkehrpunkt und zurück.



Range

In dieser Spalte wird der Strombereich festgelegt.

Der Auto – Range – Modus arbeitet nur im potentiostatischen Modus. Für diesen Modus ist Autorange die empfohlene Betriebsart.

Der Galvanostatische Modus bedingt die Vorgabe eines festen Strombereichs.

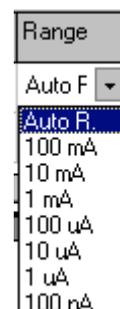
Vorsichtsmaßnahmen:

Wenn Sie im potentiostatischen Betrieb einen festen Strombereich wählen, dann müssen Sie ihn so wählen, daß der wahre Strom dann den Meßbereich nicht überschreitet, Ströme jenseits des Meßbereichs werden sonst "gekappt", d.h. die Anzeige zeigt nur das Maximum des Strombereichs an.

Wählen Sie einen zu großen Strombereich, während sehr kleine Ströme fließen, kann der wahre Strom nicht oder nur mit sehr grober Auflösung angezeigt werden.

Beispiel:

Der Strom beträgt 1 bis 20 μA . Sie haben den Strombereich 100 mA eingestellt. Damit beträgt die Stromauflösung des A/D – Wandlers 50 μA , d.h. Sie messen nur noch ein Rauschen. Im Bereich 10 mA würden die untersten 5 Digits verwendet, auch das ist kaum mehr als das Rauschen. Der brauchbare Meßbereich wäre hier der Bereich 100 μA .



Wenn im galvanostatischen Modus ein gewünschter Strom nicht eingestellt werden kann (z.B. wegen zu hohen Innenwiderstands der Zelle), dann leuchtet die entsprechende Overload – LED.

Vermeiden Sie Overload – Bedingungen. In diesem Zustand kann es geschehen, daß die Arbeitselektrode nicht mehr auf dem gewünschten Bezugspotential gehalten wird, dies kann im schlimmsten Fall zur Zerstörung von empfindlichen Elektroden führen.

Start, Stop

Diese Spalten definieren den Bereich für eine Rampen- oder Dreiecksfunktion bezüglich Startwert und Endwert.

Stop
.-?-

Bei frisch erzeugter Parameterdatei stehen in den Feldern zunächst Fragezeichen.

Wenn Sie in eines dieser Felder klicken, erscheint ein rechteckiger grauer Auswahlknopf.

Sie können die Parameter entweder direkt in das Feld schreiben, oder auf den grauen Auswahlknopf klicken. Dann erscheint ein Eingabepanel, das Ihnen etwas mehr Hilfestellung zur korrekten Dateneingabe gibt. Benutzen Sie diese Eingabehilfe, bis Sie im Umgang mit den Zahlenformaten sicher sind.

Enter new Stop Value for Channel 1

Potential [mV]

-1000

OK Cancel

Start ist das Feld für die Eingabe des Startwerts einer Rampe oder eines Dreiecks. Bei Konstantfunktionen ist dies der konstante Ausgabewert.

Stop Im Modus Rampe ist Stop der Endwert, bei dem die Rampe anhält. Im Modus Triangle ist es der Umkehrpunkt für die Dreiecksfunktion.

Slope

Slope ist die Potentialanstiegsgeschwindigkeit für eine potentiostatische Funktion, bzw. die Stromanstiegsgeschwindigkeit für eine galvanostatische Funktion.

Intervall

Mit Intervall wird die Auflösung der Datenaufnahme für Rampen- und Dreiecksfunktionen festgelegt. Sie wird im potentiostatischen Modus in mV angegeben, im galvanostatischen Modus in den entsprechenden Stromeinheiten je nach gewähltem Strombereich (Range).

Precision
1 mV
1 mV
2 mV
5 mV
10 mV
20 mV
50 mV

Duration

Mit Duration wird die Dauer einer Aufnahme bezeichnet. Sie wird für Rampen- oder Dreiecksfunktionen aus den Daten Startwert, Endwert, Steigung und Auflösung berechnet. Für Konstantfunktionen muß die Dauer aber eingegeben werden.

Time Step

Diese Spalte zeigt die berechneten Abtastintervalle für die Datenaufnahme. Für Konstantfunktionen müssen Das Abtastintervall hier eingeben. Der kürzeste Zeitschritt ist 100 ms.

File Name

In dieser Spalte können Sie den Namen für die Meßdatei eingeben.

Ein Klick in ein File Name – Feld mit der linken Maustaste öffnet den Dateimanager.

Wenn kein Dateiname eingegeben wird, wird ein Default – Name verwendet.

Die Daten werden zunächst als Binärdateien (.MPD) gespeichert. Wenn Sie die Daten als ASCII – Dateien speichern möchten, müssen Sie zunächst die Datei in der "Data" – Tabelle öffnen und anschließend von dort aus wieder mit "save as" als ASCII – Datei speichern. Die Namensweiterung dafür ist "VPO"

Programm SCI: Programmierte Bedingungen

Das erweiterte Programm SCI bietet Ihnen zusätzlich die Möglichkeit, Programmschritte nach Überschreitung gesetzter Grenzwerte zu beenden und zum nächsten Programmschritt weiterzugehen, oder auch die Zelle sofort abzuschalten.

Die Bedingungen werden in der Spalte **Condition** rechts außen gesetzt. Wenn Sie diese Spalte anklicken, erscheint folgendes Menü:

Im obersten Feld kann eine Startbedingung eingefügt werden, sobald Sie sich in Programmschritt 2 oder einem folgenden Schritt befinden. Eine Startbedingung für Schritt 1 ist nicht vorgesehen.

Im Feld darunter stellen Sie eine primäre Abbruchbedingung ein. Ist diese Bedingung erreicht, so wird der aktuelle Programmschritt beendet und der nächste begonnen.

Sie haben zur Auswahl: Keine Bedingung / Potential / Strom / Ladung (charge) / Zeit (time). Sobald

Sie eine Bedingung gewählt haben, öffnen sich Eingabefelder, in die die

Größe und der Operator > oder <

eingetragen werden. Bei \geq ist das Kriterium erreicht, wenn der Meßwert positiver als der Grenzwert ist, bei \leq , wenn er weniger positiv als der Grenzwert ist. Beachten Sie dies bitte, wenn Sie sich im negativen Bereich bewegen: Beispiel: $x \leq -5$ bedeutet, daß der Absolutwert von x zwar größer (oder gleich), die mathematische Zahl x jedoch negativer (und damit kleiner) ist als 5.

Darunter können Sie eine logische Kombination mit einem zweiten Abbruchkriterium herstellen, also UND bzw. ODER. Das zweite Abbruchkriterium wird in dem darunterliegenden Feld analog zum ersten eingestellt. On Halt Condition ist das Kriterium, das Sie einstellen können, um im Notfall die Zelle ganz abzuschalten. Wird dieses Kriterium erreicht, schaltet die Zelle auf Ruhepotential.

Number of Repetitions:

Mit diesem Feld wird die Anzahl der Wiederholungen eines Schritts eingestellt.

Condition for Channel Chan 1-1

start condition
 Start with prev. potential

on primary condition, skip to next part of sequence
 current >= 10,00 mA

logical combination
 AND OR

on secondary condition, skip to next part of sequence
 charge >= 75,00 As

on halt condition, stop sequence
 time >= 1200 s

number of repetitions for part of sequence
 5 number of repetitions

Cancel Clear

BACK	CE	C
7	8	9 / sq
4	5	* %
1	2	- 1/
0	+/-	+ =

5 Repeats, next step if (current >= 10,00 mA) (charge >= 75,00 As), halt if (ti

Ein Taschenrechner klappt auf, wenn Sie die Zeit als Grenzbedingung gewählt haben: Damit können Sie die gewünschte Zeit schnell in Sekunden umrechnen.

Mit dieser Kombination von Grenzkriterien können Sie z.B. folgendes Programm ausführen:

Schritt 1: Ruhepotential messen

Schritt 2: Vom gemessenen Ruhepotential an bis zu einem Endpotential 5 x eine Dreiecksfunktion ausführen. Wird eine der beiden ersten Bedingungen erreicht, wird der laufende Programmschritt abgebrochen: In diesem Fall wird das Dreieck beim Erreichen der Grenzbedingung auf Revers-Lauf gestellt und nach Beendigung des Laufs mit dem nächsten Dreieck begonnen, bis die Zahl von 5 Wiederholungen erreicht ist.

Starten einer programmierten Funktion

Sobald eine Funktion programmiert ist, kann sie sofort oder zu jedem späteren Zeitpunkt gestartet werden. Klicken Sie dazu in das Feld Start, dort dann auf Start.

Wenn Sie die Datenaufnahme verfolgen möchten, klicken Sie auf das D – Symbol rechts oben im Hauptmenü. Die graphische Anzeige erscheint, sobald Sie im Menü Data auf den jeweiligen Kanal klicken (linkes graues Feld)

Starten mit Record (Rechtsklick auf Record)

Record	
	start all channels F5
	stop all channels F6
	stop running channels, restart all F7

Über Record im Parameter – Menü können Sie alle Programme gleichzeitig starten, alle gleichzeitig stoppen oder die laufenden Kanäle stoppen, um anschließend alle gleichzeitig zu starten.

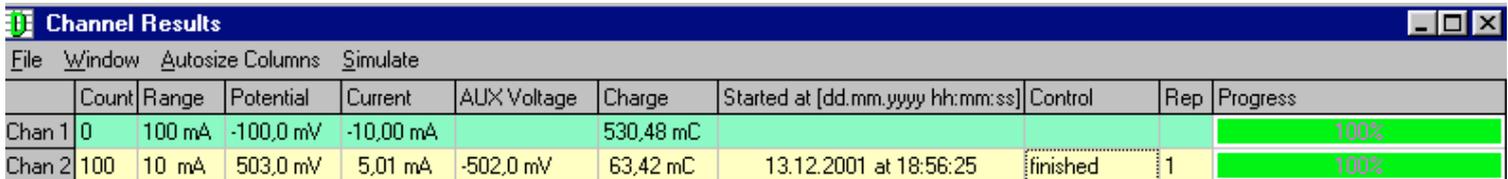
Zur Einstellung der Grafikdaten siehe Abschnitt Grafik

Die Tabelle Data (Channel Results)

Spätestens nach dem Start einer Messung sollten Sie die Darstellung der Messergebnisse einschalten. Dies geschieht zunächst durch LMK auf das grüne "D" (Data) im Hauptmenü, oder durch die Folge

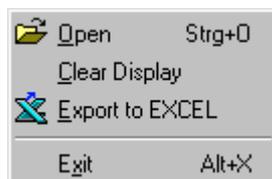
Mode | Data.

Die Tabelle Data zeigt die Zahlenwerte der Daten während der Datenaufnahme.



	Count	Range	Potential	Current	AUX Voltage	Charge	Started at [dd.mm.yyyy hh:mm:ss]	Control	Rep	Progress
Chan 1	0	100 mA	-100,0 mV	-10,00 mA		530,48 mC				100%
Chan 2	100	10 mA	503,0 mV	5,01 mA	-502,0 mV	63,42 mC	13.12.2001 at 18:56:25	finished	1	100%

File



Mit File erreichen Sie die Operationen für Datei Speichern, Laden, sowie Anzeige zurücksetzen.

Wenn Sie eine Meßdatei abgespeichert haben und nochmals laden, wird die Datei vom Binärformat in das ASCII – Format umgewandelt. In dieser Form können Sie die Datei als Excel – Datei exportieren (Format Excel 4).

Window

Mit Window werden Grafikfenster eingeblendet, die Sie dann hintereinander oder gestaffelt gleichzeitig darstellen können. Sie können jedes Fenster einzeln schließen, ohne daß die Daten verloren gehen.

Autosize Columns

Sie können die Spaltenbreiten der Tabelle manuell ändern. Durch Anklicken von Autosize werden die Spalten auf optimale Breite eingestellt.

Graue Spalte links

Diese Spalte zeigt die Kanäle. Ein Klick mit der linken Maustaste auf einen Kanal öffnet die zugeordnete Grafik.

Count

Diese Spalte zeigt die Anzahl Meßwerte an.

Range

Diese Spalte zeigt die benutzten Strombereiche während der Aufnahme.

Potential

Diese Spalte zeigt das gemessene Potential.

Current

Diese Spalte zeigt die gemessenen Ströme.

Charge

Diese Spalte zeigt die im aktuellen Programmschritt verbrauchte Ladung in mC an.

Started at ...

Diese Spalte zeigt Datum und Zeit des Programmstarts für jeden Kanal.

Control

Diese Spalte zeigt den Status der Messung an.

Rep

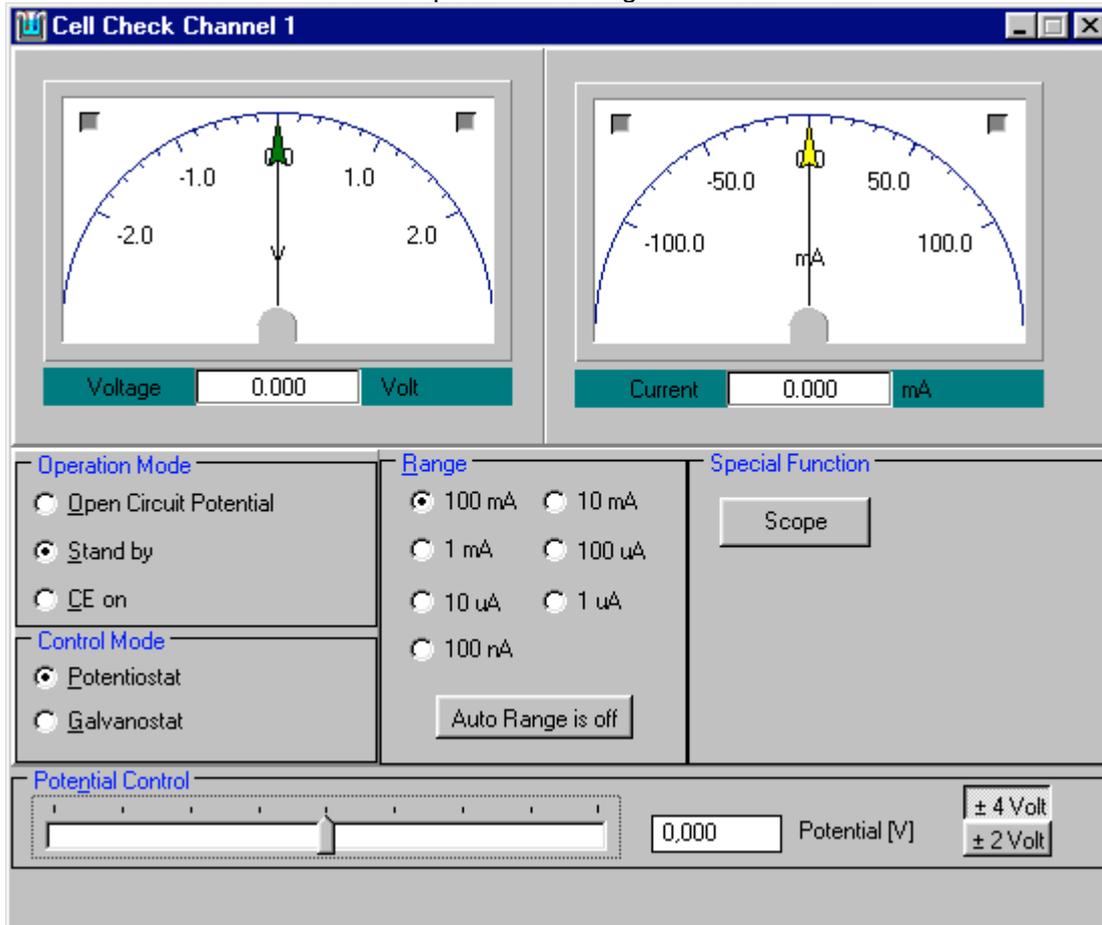
Diese Spalte zeigt die Zyklusnummer innerhalb eines Programmschritts an, sofern dieser mehrfach hintereinander ausgeführt wird (nur Programm SCI).

Progress

Hier wird in einer Balkengrafik der Fortschritt der Meßwerterfassung – im laufenden Programmschritt – angezeigt.

Cell Check

Cell Check bietet eine virtuelle Frontplattenbedienung vom Bildschirm aus.



Achtung: Cell Check verbraucht relativ viel Transferbandbreite: 50% der max. Bandbreite werden von Cell Check benötigt. Beachten Sie dies, wenn Sie Cell Check öffnen, während auf anderen Kanälen Messungen laufen.

Potential und Strom werden auf zwei Instrumenten angezeigt. Die Zeigerinstrumente zeigen in einem kleinen Feld unterhalb des Nadelursprungs zusätzlich die Digitalwerte an.

Um eine Zelle zu prüfen, gehen Sie bitte wie folgt vor:

Wählen Sie den Arbeitsmodus (Potentiostat / Galvanostat) im Feld Control Mode. Damit ist der Modus eingestellt, die Gegenelektrode ist aber noch aus.

Wählen Sie dann die gewünschte Sollspannung bzw. den Sollstrom.

Anschließend schalten Sie die Gegenelektrode auf CE on. .

Sie können anschließend den Strombereich ändern.

Beim Wechsel in eine andere Betriebsart (z.B. von Potentiostat auf Galvanostat) wird automatisch die Gegenelektrode ausgeschaltet, um Zerstörungen zu vermeiden.

Potential- oder Stromsollwert setzen

Zum Verändern des Sollwerts benutzen Sie entweder den Schieberegler im Cell – Check, oder Sie geben die Daten direkt numerisch ein.

Zur Potentialeinstellung können Sie den Bereich auf +/- 2 V oder +/- 4 V setzen. Der 4 V – Bereich arbeitet

allerdings nur dann in der Potentialanzeige, wenn Ihr M Lab hardwareseitig mit dieser Option ausgestattet ist.

Scope

Scope zeigt mit höchster Datenrate aufgenommen die aktuellen Meßwerte der Zelle an.

Grafiken

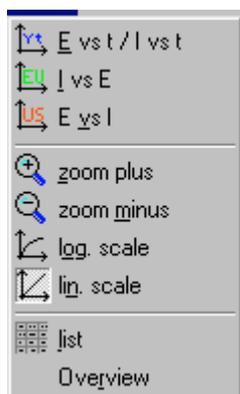
Die Grafikfenster können während einer laufenden Datenaufnahme beliebig geöffnet und geschlossen werden. Um Meßkurven nach der Datenaufnahme zu öffnen, klicken Sie bitte auf das Grafiksymbol im Hauptmenü.

Nach dem Öffnen des Grafik – Menüs sehen Sie entweder die einlaufenden Daten, oder Sie können eine bestehende Datei öffnen. Klicken Sie dazu auf File in der Task - Leiste.

N.B.: Vom Grafik – Menü aus können Sie Binär- und ASCII – Dateien laden und bearbeiten (Namenserweiterung .MPB bzw. .VPO).

Um Dateien zu bearbeiten, die vorab nur im Binärformat gespeichert sind (extension .MPD), benutzen Sie zuerst den "open file" – Befehl im Data - Menü.

Änderung der Grafikdarstellung



Mit dem View – Menü können Sie verschiedene Grafik – Typen einstellen:

- Potential und Strom gegen Zeit

- Potential gegen Strom (europäische E-I - Darstellung) - linear oder semi - logarithmisch

Das Vollgrafikfenster



Das Vollgrafikfenster erreichen Sie über Mode – Graph oder durch LMK auf das Grafiksymbol. In diesem Modus haben Sie mehr graphische Möglichkeiten als in dem Grafikmodus, der Ihnen während der Datenaufnahme zur Verfügung steht. Hier können Sie nicht nur zwischen X-t und X-Y-Darstellung wählen, hier können Sie X-Y-Grafiken von linear auf semi-logarithmisch umschalten, von EU – Darstellung (Potential auf der Abszisse) auf US – Darstellung (Strom auf der Abszisse). Außerdem stehen Ihnen hier folgende Bearbeitungsmöglichkeiten frei:

- Umrechnung der Potentialachse auf andere Referenzelektroden

View

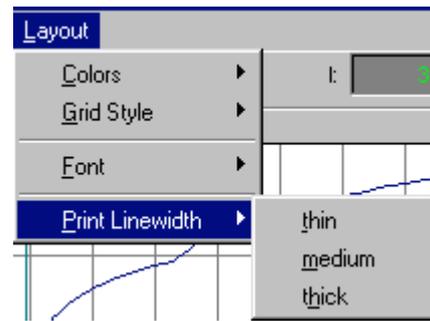
Über den Menüpunkt View können Sie die verschiedenen Grafiktypen umschalten.

Layout

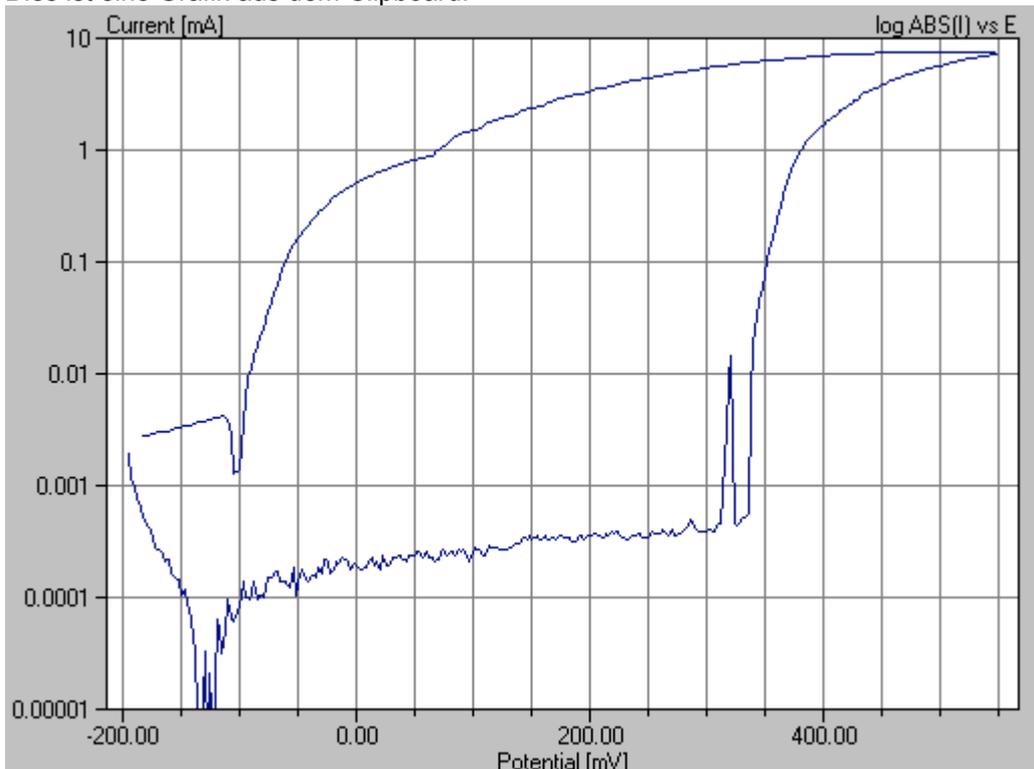
Im Menü Layout werden die Farben, Schriftfonts und Liniendarstellungen eingestellt.

Edit

Mit dem Edit – Menü können Sie die Grafiken in die Windows – Zwischenablage (Clipboard) bringen, von sie in andere Anwendungen direkt als Grafik eingefügt werden können.



Dies ist eine Grafik aus dem Clipboard:



Weitere Grafik – Umstellungen erzielen Sie durch RMK im Grafikfeld selbst. Dann öffnet sich ein Untermenü zum Vergrößern/Verkleinern (zoomen), sowie zum Verschieben von Bildausschnitten (scroll). Mit Zoom Window definieren Sie durch ziehen eines Rechtecks mit der linken Maustaste ein Rechteck, das den gewünschten Bildausschnitt darstellt. Mit Zoom Drag vergrößern/Verklei-

nern Sie den Bildausschnitt, indem Sie mit gerückter linker Maustaste die Maus bewegen.

Um die Grafik in den Urzustand zu versetzen, müssen Sie nach LMK in die Grafik auf Scale – Autoscale klicken.

Mit Scale – User defined öffnet sich ein Eingabefenster, indem Sie die Bildkoordinaten numerisch eingeben können.

N.B. Die Fadenkreuz – Funktion (crosshair) bindet den Cursor nicht an die Kurve – damit werden die momentanen Mauskoordinaten angezeigt.

Data Processing

Die Datenverarbeitung umfaßt Filtern (**filtering**), Glätten (**smoothing**), Umrechnung der Potentialachse auf andere Referenzsysteme und Berechnung der Tafelgeraden.

Smoothing

Glättung nimmt eine gleitende Mittelwertbildung über die Meßdaten vor. Der Glättungsgrad bezeichnet die Anzahl Meßpunkte, die dafür einbezogen werden.

Glättung eignet sich vorzüglich zum Aufbessern verrauschter oder verbrummter Daten.

Filter

Filtern bezeichnet hier eine gleitende Medianbildung (Median ist der mittlere Wert einer geordneten Teilmenge). Diese Filterung eignet sich vorzüglich zur Entfernung einzelner Nadelimpulse.

New Reference

Der "New Reference" - Prozess erlaubt, die Potentialachse von einer Referenzelektrode auf eine andere umzukalieren. Mit Reset kann der Urzustand wieder hergestellt werden.

Tafelgeraden

Die ursprüngliche Tafel – Gerade ist die Steigung der Strom – Potentialkurve im Gebiet der kathodischen Wasserstoffentwicklung. Sie folgt dem Gesetz:

$$i = i^{\circ} \cdot \exp(\alpha \cdot F \cdot \Delta E / RT)$$

sofern ein Elektronentransfer durch die Doppelschicht geschwindigkeitsbestimmend ist. .

Termini der Formel:

i° ist die Austauschstromdichte, α der Transferkoeffizient, n die Anzahl Elektronen pro Elementarschritt, ΔE ist der Abstand vom Gleichgewichtspotential der Reaktion, R ist die Gaskonstante und T die Temperatur in °K.

Der Term Tafel – Gerade wird mittlerweile für alle Durchtrittsreaktionen verwendet, die vergleichbares Verhalten zeigen.

Vor einer Tafelgeradenberechnung müssen die Daten gefiltert oder geglättet werden. Damit wird sichergestellt, daß eindeutige Nulldurchgänge hergestellt werden.

N.B.: Tafelgeraden werden als lineare Fittings an einen logarithmierten Datensatz hergestellt. Sie müssen deshalb vor der Tafelgeradenberechnung auf semi-logarithmische Darstellung umschalten.

Methode der "halbautomatischen" Tafelgeradenberechnung:

Das Programm sucht nach dem ersten Nulldurchgang der Stromdichte – Potentialkurve. Als innere Grenzpunkte für den Fit werden zwei Punkte im Abstand von 30 mV links und rechts des Nulldurchgangs angesetzt. Als Außenpunkte werden zwei Punkte vorgeschlagen. Sie können diese Punkte durch anklicken der jeweiligen Legendensymbole rechts neben der Kurve anwählen und dann manuell mit den Cursorstasten verschieben. (Ziehen mit der Maus geht hier nicht).

Es ist nicht möglich, die inneren Grenzpunkte um den Nulldurchgang näher an den Nulldurchgang zu verschieben: Dort befindet sich mit Sicherheit nicht der gesuchte lineare Bereich. Es kann jedoch angebracht sein, diese Punkte weiter weg vom Nulldurchgang zu legen.

Das Resultat des Geradenfits wird angezeigt, während Sie die Fitting-Grenzpunkte verschieben. Zusätzlich wird der berechnete Tafelgeradenschnittpunkt angezeigt.

Man "Tafel" – Geraden auch in anderen Kurvenbereichen bestimmen: Sofern eine mit dem Potential

exponentiell steigende Stromkurve existiert, wird sie in der halblogarithmischen Darstellung als Gerade angezeigt und deren Steigung kann mit dem Geradenfit ermittelt werden. Aufgrund der oben erwähnten "Nulldurchgangsverriegelung" können Sie – je nach Lage des zu untersuchenden Kurvenabschnitts – hier nur entweder mit dem linken oder mit dem rechten Grenzpunktpaar arbeiten. (berechnete Schnittpunkte der Tafelgeraden sind hier gegenstandslos).

Invert

Sie können mit diesem Programm auch Daten auswerten, die mit fremden Geräten aufgezeichnet wurden. Aus diesem Grund haben wir eine Invertierungsmöglichkeit für die Stromdaten vorgesehen.

Gerätebedienung

Zellenanschluss

Verwenden Sie das Originalkabel, um beste Ergebnisse zu erzielen. Wenn möglich, verwenden Sie nie längere Kabel. Sollten Sie dennoch dazu gezwungen sein: Als Stecker für das Zellenkabel benötigen Sie einen Stecker Typ "XLR" – 3 – polig.

Farbkennzeichnung:

Elektrode	Bananenstecker	XLR In Nr.
Arbeitselektrode Strom	schwarz	1
Arbeitselektrode Potential	schwarz	3
Gegenelektrode	gelb	2
Masse	grau	Gehäuseanschluss

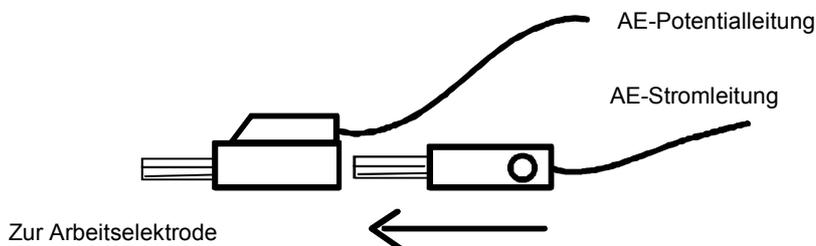
Referenzelektrodenkabel

Schirm		BNC - Außenleiter
Referenzelektrode	grün	BNC - Innenleiter

ACHTUNG **Beide** Arbeitselektrodenleitungen müssen an der Arbeitselektrode angeschlossen werden, andernfalls arbeiten Potentialsteuerung und Strommessung nicht korrekt.

REF ist der Anschluß für die Referenzelektrode. Achtung: Im Gegensatz zu allen anderen BNC - Buchsen liegt hier der Außenleiter NICHT auf Masse, sondern führt das (über einen Puffer geführte) Potentialsignal mit: Dies dient zur Eliminierung parasitärer Kapazitäten (ohne diese Maßnahme würde ein Potentiostat zum Schwingen neigen). Schließen Sie an diesen Außenleiter keine Masse an. (Aus diesem Grund ist am mitgelieferten Referenzelektrodenkabel nur der notwendige Innenleiter auf den Stecker herausgeführt).

Verbindung der beiden Arbeitselektrodenstecker:



Stecken Sie den Bananstecker mit Kreuzloch in den Bananstecker mit Längsloch

Vertauschen Sie bitte nicht die Referenz- und Zellenkabel der beiden Zellen untereinander. Überkreuzstecken führt absolut zur Fehlfunktion des Geräts und möglicherweise zur Zerstörung Ihrer Elektroden bzw. Ihres Elektrolyten.

Die Messmethoden

Ruhepotentialmessung

Das Ruhepotential der Zelle kann in Modus OCP – Open Circuit Potential gemessen werden. Die Gegenelektrode ist abgetrennt, es kann kein Strom fließen.

N.B.: Ströme, die in diesem Modus am Display angezeigt werden, fließen lediglich durch den internen Gegenkopplungswiderstand. Wir haben diese Anzeige bewußt nicht ausgeblendet: Sie bietet dem Wartungsdienst die Möglichkeit der schnellen Nullpunktkorrektur.

Potentialsteuerung einer elektrochemischen Zelle

Modus Pot.Stat."

In diesem Modus werden die Elektroden der Zelle mit dem Regelkreis des Potentiostaten verbunden. Das Potential zwischen Arbeits - und Bezugslektrode wird auf das eingestellte Potential Die Stromempfindlichkeit des Einbauinstruments wird mit **Range** passend gewählt – bzw. Sie stellen auf Autorange.

Regel: Wenn die Arbeitselektrode durch falsche Potentiale beschädigt oder unerwünscht verändert werden kann, stellen Sie den Strombereichsschalter vor Beginn der Messung auf den größten Meßbereich. Damit stellen Sie sicher, daß das gewünschte Potential sofort sicher eingestellt werden kann. Wenn eine der roten LEDs OVL aufleuchtet, schalten Sie sofort wieder auf 0 und überprüfen die Zellenkabel.

Über den optionalen Sollspannungseingang **CI** können externe Steuerspannungen dem Scan bzw. dem fest eingestellten Potential überlagert werden (Sinus, Rechteck usw.). Positive Steuerspannung an einem der Steuereingänge resultiert in einer Polarisierung in positiver (anodischer) Richtung für die Arbeitselektrode gegenüber der Bezugslektrode und umgekehrt.

An den optional erhältlichen Monitorausgängen PO und CO können Potential bzw. Strom abgegriffen werden. Das Potential wird stets 1:1 übertragen, der Strom wird je nach Ausführung als Spannung im Bereich +/- 2 V per Bereichsvollaussteuerung herausgeführt (Sondergeräte können davon abweichen).

Stromsteuerung einer elektrochemischen Zelle

Modus Galv.Stat

Die galvanostatische Steuerung der elektrochemischen Zelle wird vorzugsweise im stromlosen Zustand begonnen.

Die sich auf Grund der Stromdichte an der Grenzfläche der Arbeitselektrode einstellende Potentialdifferenz zwischen Bezugslektrode und Arbeitselektrode wird dann gemessen

M Lab Präzisionsamperemeter ("Null-Ohm-Amperemeter")

Ein einfaches Amperemeter, wie es zum Beispiel in einem Digitalmultimeter vorhanden ist, mißt den Strom indirekt, indem die Spannung gemessen wird, die über einem Meßwiderstand proportional dem fließenden Strom abfällt. Ein handelsübliches 3 ½ - stelliges Digitalmultimeter hat einen kleinsten Spannungsbereich von 200 mV, entsprechend werden die Meßwiderstände intern geschaltet. Mit anderen Worten: Nutzen Sie die Stromauflösung des Instruments durch die Wahl des passenden Meßbereichs voll aus, dann beträgt der Spannungsunterschied während der Messung bis zu 200 mV.

Beispiel: Sie messen einen Strom von 100 µA im Meßbereich 200 µA des Digitalmultimeters. Der eingeschaltete Meßbereich sei 200 µA. Dazu wird (intern im Multimeter) ein Meßwiderstand von 1 kOhm eingeschaltet, über dem nach Georg Simon Ohm $U = R \times I = 1000 \text{ Ohm} \times 100 \text{ µA} = 100 \text{ mV}$ abfallen.

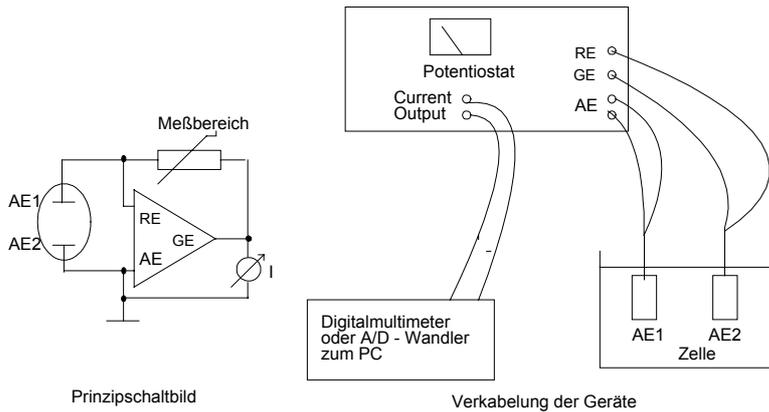
Für die Messung von Strömen in einem elektrischen Schaltkreis ist das solange unschädlich, solange dieser Spannungsabfall nicht auf die übrigen Funktionen im Meßobjekt rückwirkt. In einer elektrochemischen Zelle sind aber 100 mV bereits sehr viel: Erinnern Sie sich bitte daran, daß z.B. bei Raumtemperatur bei der

Wasserstoffabscheidung eine Potentialveränderung von - 114 mV eine zehnfach größeren Strom (oder bei + 114 mV zehnfach kleineren Strom) zur Folge hat. Noch drastischer ist der Effekt bei der Metallauflösung: Hier variieren die Ströme bereits mit 59 mV (etwa Eisen) oder gar nur 40 mV pro Stromdekade. Daraus ist ersichtlich, daß ein solches Instrument nicht zur Messung von Kurzschlußströmen zwischen zwei Elektroden einer galvanischen Paarung taugt.

Für elektrochemische Messungen ist deshalb eine Strommessung unerlässlich, die keine Potentialunterschiede zwischen den Meßpunkten (d.h. den Elektroden) bewirkt. Dazu werden spezielle „Null - Ohm - Amperemeter“ angeboten. Um den M Lab als Null - Ohm - Amperemeter zu verwenden, verbinden Sie einfach wieder den Gegenelektrodenanschluß mit dem Referenzelektrodenanschluß und klemmen diese beiden Stecker an eine der Elektroden, an die andere die beiden Arbeitselektrodenstecker. Stellen Sie die Sollspannung auf Null und schalten auf potentiostatischen Betrieb. P.

Die beiden Elektroden werden jetzt zwangsweise auf gleichem Potential gehalten, der fließende Strom wird ohne Spannungsabfall gemessen.

Jetzt müssen Sie nur noch den passenden Strombereich einstellen, bzw. auf Autorange schalten.



Potentiostat als gesteuerte Spannungsquelle (Zwei - Elektroden - Betrieb)

Potentiostaten können als präzise, hochbelastbare Präzisionsspannungsquellen verwendet werden. Dazu wird der Gegenelektrodenanschluß mit dem Referenzelektrodenanschluß verbunden. Das eingestellte Potential wird dann direkt an der Gegenelektrode geregelt, d.h. die Gegenelektrodenspannung wird konstant gesteuert. Die Belastbarkeit entspricht dem Nennstrom des Geräts, d.h. ein 1 - A - Potentiostat kann in dieser Schaltung die Spannung bis zu einer Strombelastung von 1 A unabhängig von der Strombelastung konstant halten. Um den vollen Spannungsbereich des Potentiostaten zu nutzen, müssen Sie allerdings noch einen Spannungsteiler einfügen, der die Verstärkung des Potentiostaten regelt. Bild 2 zeigt die korrekte Beschaltung für diesen Fall. Die Verstärkung, mit der Sie die maximale Spannung des Potentiostaten erfassen können, ermitteln Sie aus der Maximalspannung, die der Potentiostat an der Gegenelektrode liefern kann, und der Maximalspannung Ihrer Sollspannungsquelle. Nehmen wir an, die Maximalspannung des Potentiostaten betrage 25 V und die Sollspannungsquelle liefert maximal 1 V, dann benötigen Sie einen Spannungsteiler, der die Ausgangsspannung nach

$$(R1 + R2) / R2 = 25 / 1$$

teilt. Der Gesamtwiderstand sollte nicht allzu niederohmig sein, d.h. $R1 + R2$ mag einige Kiloohm bis einige hundert Kiloohm betragen. So genau kommt es bei unserem hohen Eingangswiderstand an der Gegenelektrode nicht an. Wenn Sie für $R1$ 24 kOhm und für $R2$ 1 kOhm verwenden, dann haben Sie einen schönen Wert für die Verstärkung, nämlich 25 - fach.

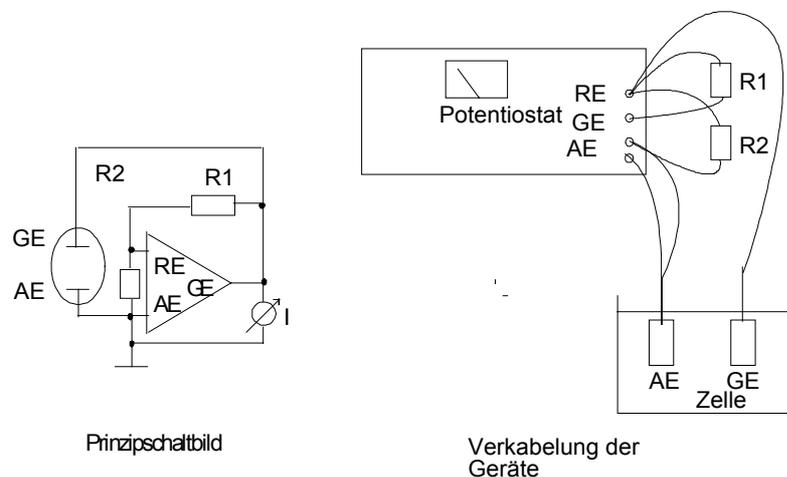


Bild 2: Potentiostat als gesteuerte Spannungsquelle

Redoxpotentialmessung

Sofern Sie mit einer Platin- oder Goldelektrode als Gegenelektrode arbeiten, können Sie auf sehr einfache Weise das Redoxpotential bestimmen. Stecken Sie dazu einfach die (Edelmetall-) Gegenelektrode an den Arbeitselektrodenanschluß des Potentiostaten an und schalten Sie ihn dann auf Ruhepotentialmessung. Das sich an der Platinelektrode einstellende Potential ist das Redoxpotential.

Lizenz für SCI

SCI ist das erweiterte Programm für den M Lab, mit dem Sie nicht nur aufeinanderfolgende Programmschritte definieren können, sondern auch Abbruchkriterien für jeden einzelnen Schritt. SCI übernimmt damit die Ablaufsteuerung komplexer Programme und nimmt Ihnen die Überwachung ab.

Im Gegensatz zur kostenlosen Basissoftware kostet SCI einen Aufpreis. Wenn Sie diesen entrichtet haben, erhalten Sie von uns einen Lizenzcode zur Freischaltung der erweiterten Funktionen des SCI – Programms.

Ohne Eingabe des Lizenz - Codes (in MLabSci unter Help|License) erlaubt das Programm keine Folgeschritte bei den Parametern. Es erscheint eine entsprechende Warnmeldung.

Zur Eingabe der Lizenznummer müssen Sie auf Help – License klicken:



Es erscheint das folgende Menü:

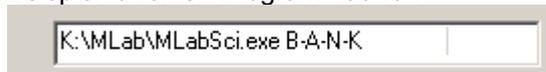


Sollte bei Ihnen keine Seriennummer erscheinen (z.B. nach einem Wechsel des Microcontrollers), dann müssen Sie diese zunächst eingeben. Siehe dazu Abschnitt "Offsetabgleich"

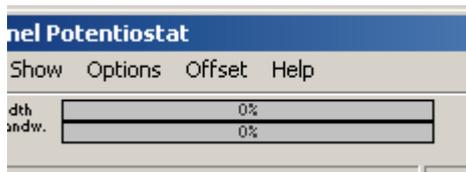
Offsetabgleich und Eingabe der Seriennummer

Mit dem Aufrufparameter **B-A-N-K** wird die Offsetkalibrierung und die Programmierung des TIGER - Flashspeichers freigegeben.

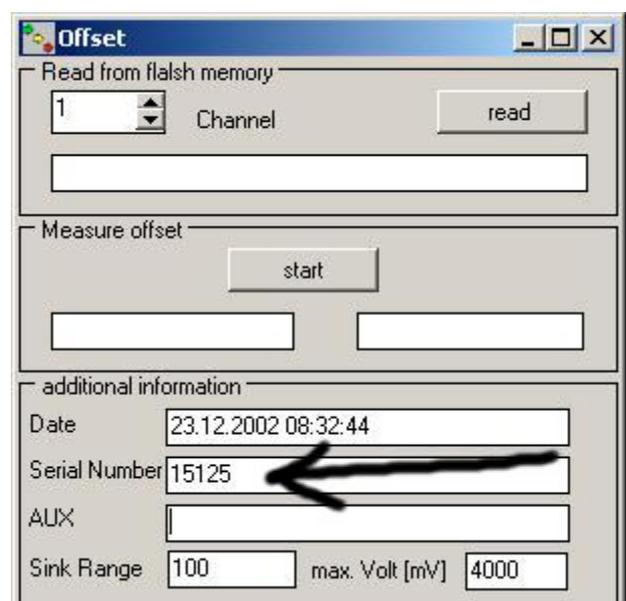
Beispiel für einen Programmaufruf:



Mit diesem Programmaufruf öffnet sich das M Lab – Programm mit einem weiteren Menüpunkt "Offset"



Offset öffnet folgendes Menü:



Hier müssen Sie zunächst die Seriennummer eingeben, die Sie hinten auf Ihrem M Lab – Typenschild finden.

Achtung: Die Offsetkalibrierung und die Eingabe der Seriennummer müssen korrekt erfolgen, im ungünstigsten Fall können nach Fehleingaben Fehler auftreten!

Schließen Sie dann die Dummy – Zellen an die Zellenstecker an.

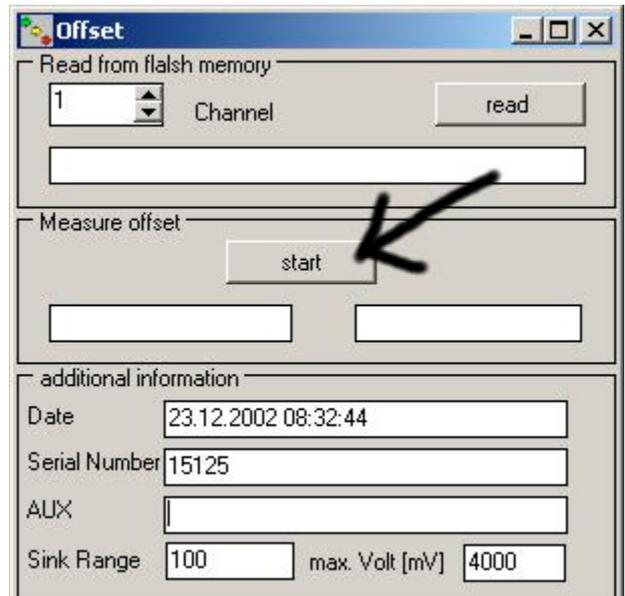
Wenn die Dummy – Zelle nicht verfügbar ist, stecken Sie den Referenzelektrodenstecker von Kanal 1 (das ist der linke Kanal) auf Masse (z.B. an eine der grauen Stecker der Zellenkabel).

Im Feld Sink Range müssen Sie ggf. den Strombereich Ihres MLab eingeben, als Default – Wert sind 100 mA eingestellt.

Klicken Sie dann im Menü "Offset" auf "Start"

Die Offset – Messung dauert einige Sekunden. Anschließend klicken Sie auf "Save".

Schließen Sie dann das Programm und starten es erneut, diesmal ohne den Parameter B-A-N-K. Wenn Sie die Version SCI erworben haben, öffnen Sie dann das Untermenü "License" und geben den zu Ihrem Gerät gehörenden Lizenzcode ein.

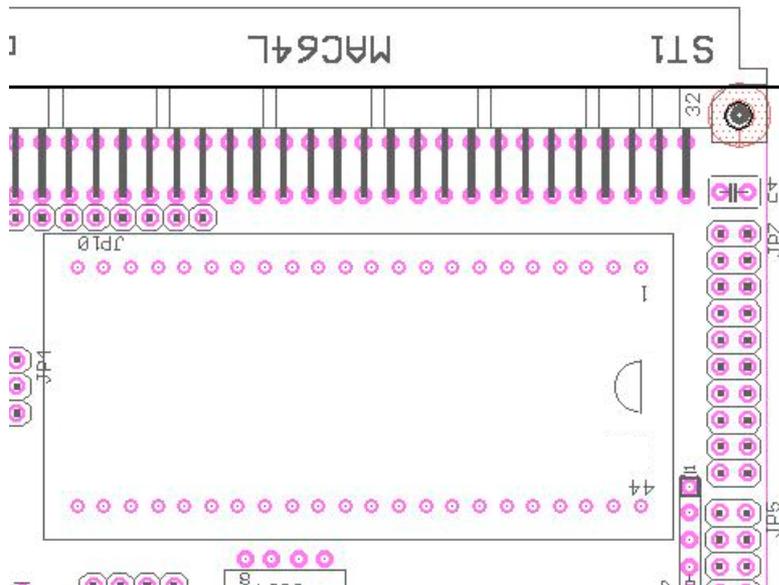
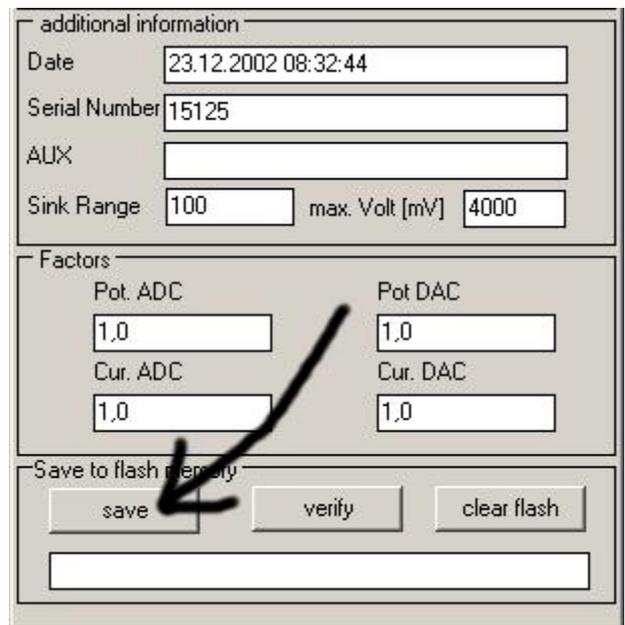


Upgrade der Controller - Software

Wenn für ein Upgrade der Microcontroller ausgetauscht werden muß, gehen Sie wie folgt vor:

Entfernen Sie dazu die 4 schwarzen Abdeckungen der Schraubenlöcher auf der oberen Gehäuseschale des M Lab. Drehen Sie die Schrauben heraus und heben Sie den Deckel ab. Den Microcontroller erkennen Sie leicht: Er liegt am hinteren Rand der Platine neben dem 64 – poligen Platinenstecker. Er ist ca. 6 x 3 cm groß und weiß. Schneiden Sie die Transportsicherung auf und ziehen Sie den Controller heraus.

Beim Einsetzen des neuen Controllers achten Sie bitte auf die Lage der "Kerbe" im Controller – Gehäuse: Kerbe schaut in Richtung der freien Steckplätze rechts am Gehäuse.



Mehr als ein M Lab an einem PC - Anzahl Kanäle einstellen

Ohne Parameter startet das Programm mit 2 Kanälen. Für weitere Kanäle ist ein Aufrufparameter **Channels** und eine Zahl n erforderlich. (Groß- Kleinschreibung ist relevant). Die Anzahl sollte immer geradzahlig sein.

Beispiel :

C:\Elektrochemie\MLab.exe Channels 4 startet das Programm mit 4 Kanälen



Offsetabgleich bei mehreren Kanälen

Wenn Sie unter Verwendung der RS – 485 – Schnittstelle mehrere M Lab an einem PC betreiben, müssen Sie die Nullpunktkorrektur für jeden M Lab einmal durchführen.

Dazu müssen Sie die Übergabeparameter kombiniert eingeben :

\MLabSci B-A-N-K Channels nn (wobei nn für die Anzahl Kanäle steht)

Anschließend geben Sie im Eingabefeld "Channel" links oben die jeweils niedrige Kanalnummer ein. Für nur 1 M Lab ist dies die 1, für 2 Geräte die 1 und anschließend die 3 usw. (alle ungeraden Zahlen). Nach Eingabe der Kanalnummer klicken Sie auf "start". Nach dem Einlesen des Offsets müssen Sie die Datei mit Anklicken von "save" in den Flash – Speicher des M Lab schreiben. N.B.: Die Seriennummer muß nur einmal eingegeben werden.

Anmerkungen zur Abschirmung

Richtiges Erden ist manchmal sehr kompliziert. Viel hilft viel ist oft die absolut verkehrte Maßnahme und treibt den ungeübten Benutzer in die Verzweiflung. Solange 1 V eine kleine Spannung ist und 1 mA ein kleiner Strom, muß man sich nicht mit Erdungsproblemen plagen. Elektrochemische Messungen werden aber in den Größenordnungen Millivolt und Nanoampere (oder gar Picoampere) vorgenommen, die Potentiostaten arbeiten mit Verstärkungsfaktoren um 10^6 , entsprechend größer werden die Anforderungen an saubere Erden.

Welche Einflüsse beeinträchtigen Ihre Messungen?

Zum einen gibt es überall die Störabstrahlung durch Netzleitungen. Hier handelt es sich um induktive Felder, die mit steigendem Strom in den Netzleitungen zunehmen. Meiden Sie also die Nähe von Leitungen, mit denen Starkstrommotore oder Öfen betrieben werden. Gegen magnetische Störfelder können Sie sich nur mit μ - Metall oder sehr dicken Abschirmplatten helfen, die durch Wirbelstrombildung die Störfelder abmildern. Am besten hilft hier Abstand: Das Störfeld nimmt mit dem Quadrat des Abstands ab.

Daneben kann die Störstrahlung von Mittel- und Langwellensendern an manchen Orten merklich sein. Hierbei handelt es sich um elektromagnetische Felder mit etwa gleichem elektrischen Feldanteil und magnetischem Feldanteil. Dagegen hilft Abschirmen: Gut leitfähige Materialien, etwa Aluminiumbleche mit 2 - 3 mm Dicke ergeben sehr gute Ergebnisse.

Impulse bilden breitbandige Störfelder aus, die vom NF - Bereich bis in den UHF - Bereich laufen. Als Beispiel seien hier die Starter von Leuchtstoffröhren genannt, aber auch die Leitungen zwischen Computer und Bildschirm etc. sind bekannte Impulsstrahler. Wegen des breiten Spektrums hilft auch hier am besten möglichst großer Abstand.

Viele meinen, eine "schlechte" Masse sei die Ursache für Brumm- und Rauschprobleme. Das kann zutreffen, muß aber nicht. Einige Regeln hier zu beachten kann Ärger vermeiden.

Regel 1 (Sternschaltung): Prinzipiell sollte ein (und nur ein!) Punkt der gesamten Meßschaltung mit einer äußeren Erde, z.B. dem Schutzleiter oder einer eigens installierten Meßerde verbunden sein.

Regel 2: Bauen Sie keine Spinnennetze aus Erdleitungen zusammen. Bilden Sie statt dessen eine Sternverbindung. Alle Erdleitungen laufen an EINEM EINZIGEN Punkt zusammen. Damit vermeiden Sie Brummschleifen. Jede Leiterschleife, die in sich geschlossen ist, stellt eine Art Transformator dar, mit der Sie induktive Felder aus der Luft einfangen.

Regel 3: Benutzen Sie einen Faraday'schen Käfig, wenn:

- sehr kleine Ströme gemessen werden sollen
- der Elektrolyt schlecht leitend ist
- die Referenzelektrode hochohmig ist oder die Elektrolytbrücke lang ist etc.

Es muß nicht immer ein geschlossener Käfig sein. Oft genügt ein Aluminiumblech, das man zu einem U biegt und um die Zelle herum arrangiert.

Regel 4: Der Käfig muß stets geerdet sein!

Regel 5: Benutzen Sie nicht die Abschirmung der Referenzelektrode als Erde. Der Außenleiter (die Schirmung) der Referenzelektrode liegt nicht auf Masse, sondern auf virtuellem Referenzelektrodenpotential.

Regel 6: Wenn Sie einen Computer am Potentiostaten anschließen, halten Sie ihn auf Abstand. Insbesondere der Bildschirm strahlt erheblich ab.

Regel 7: Vermeiden Sie Netzleitungen in direkter Umgebung der Zelle oder der Zellenkabel. Netzleitungen entlang der Anschlußleitungen induzieren zwar auch Störspannungen in diese, beeinflussen aber die Zelle selbst nicht.

Regel 8: Alle Metallteile in der Umgebung der Zelle müssen geerdet sein. Metallteile stellen Antennen für elektromagnetische Felder dar. Ein typischer Fall, den ich oft sehe: Die Zelle ist mit einem U - Blech

leidlich abgeschirmt, aber die Referenzelektrode hängt an einem ungeerdeten metallenen Laborstativ. Über die Stativklammer werden dann beträchtliche Störspannungen in die Referenzelektrode induziert.

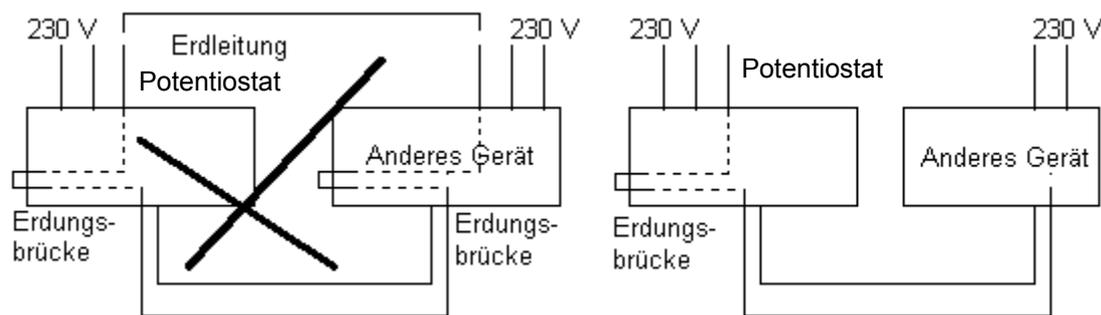
Regel 9: Ziehen Sie die Erdungsbrücke am Potentiostaten dann, wenn sonst eine Brummschleife gebildet wird.

Alle Geräte von Bank Elektronik haben entweder eine Erdungsbrücke oder einen Schalter, mit dem man die interne Masse auf den Schutzleiter aufschalten kann.

Bei manchen Geräten ist die interne Masse zwangsweise mit dem Schutzleiter des Netzes verbunden. Wenn Sie solche Geräte dann über Meßleitungen verbinden, werden Erdschleifen gebildet.

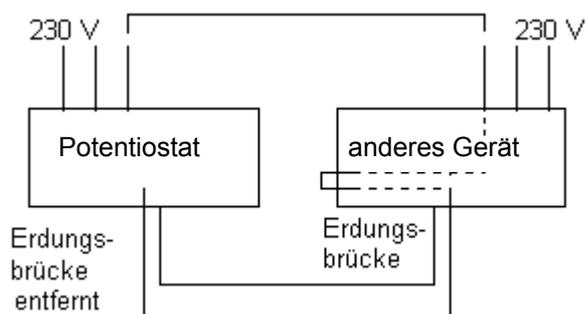
Welche Geräte sind das? Typischerweise alle herkömmlichen Oszilloskope mit Kathodenstrahlröhre (dort ist es eine Sicherheitsmaßnahme wegen der Hochspannung im Gerät), aber auch Computernetzteile. Im Zweifelsfall können Sie den Netzstecker der verdächtigen Geräte ziehen und mit einem Ohmmeter zwischen Masse und Schutzleiter messen. N.B. Ein Widerstand von einigen 10 bis hundert Ohm zwischen Masse und Schutzleiter ist unkritisch - Brummschleifen bilden sich dann nur noch im unteren Millivoltbereich aus.

Was tun, wenn mehr als ein Gerät in Ihrer Meßanordnung eine solche Zwangsmasseverbindung hat? Sie dürfen auf keinen Fall den Schutzleiter abtrennen. Bitten Sie Ihren Elektriker, das Problem zu lösen.



Schlecht: eine Ringerde wird entlang der gestrichelten Linie produziert

Gut: Das Fremdgerät hat ein (ungeerdetes) Kunststoffgehäuse



Gut: Die Erdungsbrücke ist nur an einem Gerät eingesetzt.

Weitere Lektüre dazu:
Keithley Instruments, "Low Level Measurements"

Fehlersuche

Behinderungen bei der Parametereingabe

Folgende Behinderungen können auftreten:

- Mini – Menü klappt nicht oder nicht vollständig auf:

Abhilfe: Klicken Sie in irgendeine andere Zelle der Tabelle, und dann wieder in die gewünschte Zelle.

- Beim Zugriff auf die Menüzeile sieht man grau unterlegte Schriften (z.B. "File").

Abhilfe: Klicken Sie dennoch auf das gewünschte Symbol. In der Regel können Sie die gewünschte Operation ausführen, lediglich die Freischaltung der Symbole war noch nicht erfolgt. Fall Sie versuchen, eine leere Datei zu öffnen, bleibt das Feld "File" grau, sie können auch keine Datei öffnen. Starten Sie dann die Anwendung neu.

- Absturz des Programms

Abhilfe: Überprüfen Sie mit Hilfe des Programms "Memcheck" den verfügbaren Speicherplatz. Sofern weniger als 32 MB Speichert vorhanden sind (win98), sollten Sie Windows neu starten.

- Meldung "no flash data"

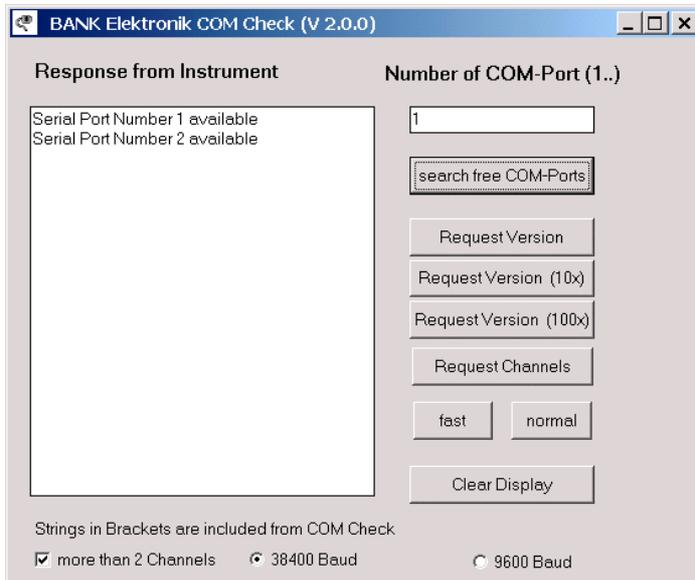
Abhilfe : Siehe Kapitel "Flash programmieren"

- Keine erweiterten Eigenschaften des Programms SCI verfügbar

Abhilfe: Siehe Kapitel "SCI – Eigenschaften freischalten"

Störung in der Datenübertragung

Wenn die Datenübertragung nicht klappt, versuchen Sie bitte zunächst mit Hilfe des Programms ComCheck zu ermitteln, ob Sie den MLab an der richtigen Schnittstelle angeschlossen haben und ob diese Schnittstelle auch arbeitet.



Mit "search free Com Ports" werden verfügbare serielle Schnittstellen gesucht und angezeigt. Stellen Sie sicher, daß der MLab auf einem der freien Schnittstellen angeschlossen ist. (Steckplätze, die vom MLab selbst belegt sind, werden als "available" dargestellt). Bitte verändern Sie die Einstellungen "more than 2 channels" und die Geschwindigkeitseinstellung nicht.

Wenn Sie Windows 2000 oder Windows XP benutzen, müssen Sie vor dem Test auf die Schaltfläche "Fast" klicken. Grund dafür ist, daß sich ein bestimmter Windows – Timer unter diesen Betriebssystemen anders verhält als unter Win98 oder früheren Versionen.

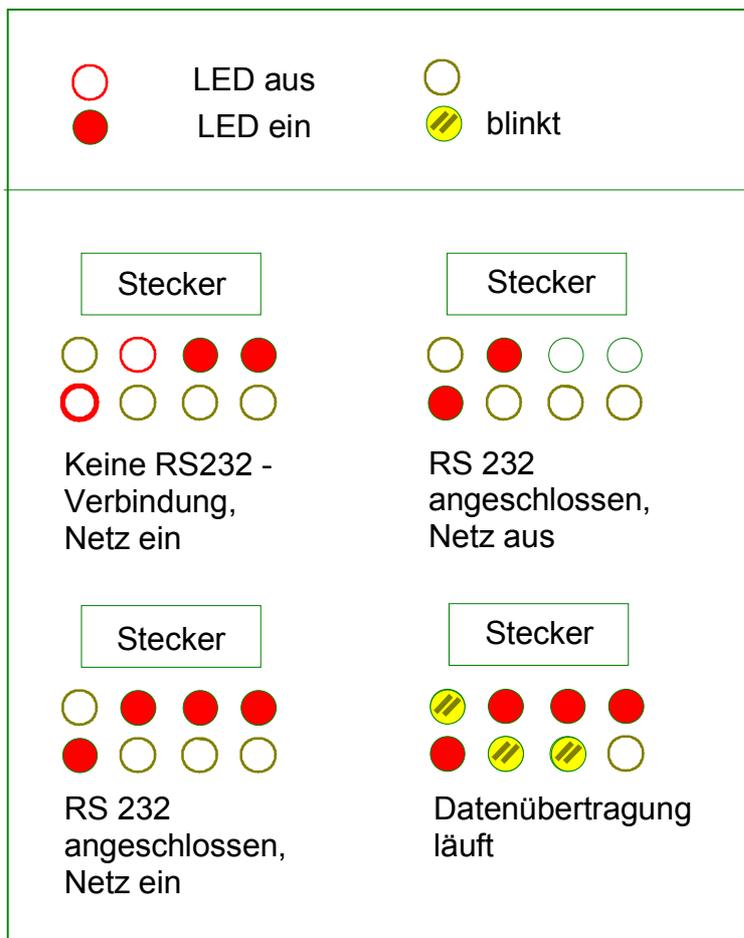
Klicken Sie dann auf "Request Version". Es sollte folgende Anzeige erscheinen:

```
(Adress byte sent = 1)
#V 4.0.1 (Loop =101)
```

im Fehlerfall erfolgt die Meldung
"Time Out, no Signal (no Answer)"

Wenn Sie auf Request Version x10 bzw. Request Version x100 klicken, wird die Anfrage zehnmal bzw. hundertmal gestartet. Sie können damit die Stabilität der Verbindung prüfen.

Wenn Sie hier keinen Erfolg haben, gibt es im Geräteinneren noch eine Reihe von Leuchtdioden, deren Status den Gerätezustand anzeigt:



Die LEDs befinden sich nahe der Rückwand vor einem alternativen Steckplatz für den Com – Port.

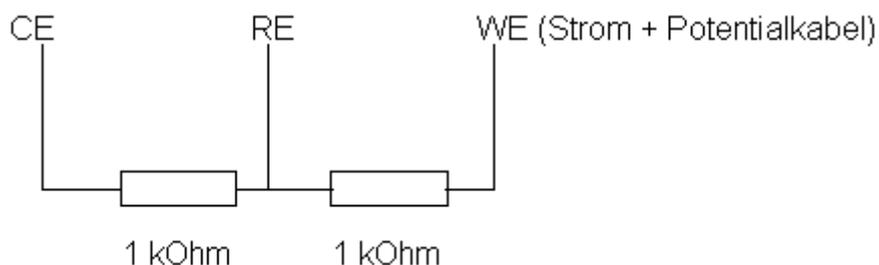
Störungen des Potentiostatenverstärkers lokalisieren

Falls Fehlfunktionen auftreten, beachten Sie bitte folgende Regeln:

Üblicherweise ist der Potentiostatenverstärker selbst nicht defekt. Fehlerquellen treten in folgenden kritischen Bereichen des Regelkreises auf: Haber - Luggin - Kapillare, Salzbrücke und Zellenkabel.

Verwenden Sie zu diesen Arbeiten den Modus Cell Check.

Um dies zu überprüfen, setzen Sie bitte eine Zellenersatzschaltung wie folgt ein:



Stellen Sie die Steuerspannung auf 1 V, den Strombereich **Range** auf 1 mA. Stellen Sie den **Modus** auf Potstat

Das Meßinstrument sollte jetzt auf Vollausschlag zeigen. Wenn Sie die Steuerspannung auf kleinere Werte drehen, sollte daß Meßinstrument entsprechend niedrigere Werte zeigen.

Wenn die Zellenersatzschaltung arbeitet, jedoch die Zelle selbst nicht, ersetzen Sie die Referenzelektrode samt Haber - Luggin - Kapillare durch einen Metalldraht, der direkt in die Zelle eintaucht. Jetzt sollte es möglich sein, die Zelle potentiostatisch zu steuern, wenngleich das Potential der "Referenzelektrode" bezüglich der vorher benutzten beliebig verschoben sein kann.

Wenn auch jetzt keine potentiostatische Regelung möglich ist, liegt der Fehler innerhalb der Zellenkabel. Überprüfen Sie diese, indem Sie sie während der Durchgangsprüfung biegen und strecken, nur so können Wackelkontakte entdeckt werden.

Wenn alle Tests negativ verlaufen, liegt ein ernsthafter Fehler im Gerät vor. In diesem Fall sollten Sie uns schnellstmöglich benachrichtigen:



Bank Elektronik - Intelligent Controls GmbH
Freiberger Strasse 1 D - 38678 Clausthal - Zellerfeld
Phone (+49) 5323 - 989810 Fax - 989899 E - Mail info@bank-ic.de

INTELLIGENT CONTROLS

Stichwortverzeichnis

Abschirmen.....	27	Konstantfunktion.....	9
Abschirmung.....	27	Kriterium.....	11
AD-ACT.....	3	Layout.....	17
Amperemeter.....	21	License.....	7
Änderung der Grafikdarstellung.....	16	Liniendarstellungen.....	17
ASCII – Dateien.....	16	LMK	4
Autorange.....	9	Masse.....	2, 28
Autosize.....	8, 13	Mauskoordinaten.....	17
Bananenstecker.....	20	Meßbereich.....	9
Bandbreite.....	7	Messergebnisse.....	13
bandwidth.....	7	Messmethoden.....	21
Bedingungen.....	11	Mittelwertbildung.....	18
Bildschirm.....	27	Mode.....	5
BNC.....	20	Modem – Kabel.....	2
Brummschleifen.....	27	MPD.....	11
Cell Check.....	15	New Reference.....	18
Cell Mode.....	8	Null-Ohm-Amperemeter.....	21
Chan.....	8	Options.....	5
Channel Results.....	13	Overload.....	10
Charge.....	14	OVL.....	3
Clipboard.....	17	Parameter.....	5
Condition.....	11	Potentialsteuerung.....	21
Control.....	14	Progress.....	14
Control Mode.....	9	Range.....	9, 13
Count.....	13	Record.....	8, 12
Coupled.....	3	Redoxpotentialmessung.....	23
crosshair.....	17	Referenzelektrode.....	3, 18
Current.....	13	Referenzelektroden.....	16
Data.....	5	Rep.....	14
Data Processing.....	18	Repetitions.....	11
Directories.....	6	RMK	4
Dreiecksfunktion.....	9	RS 485.....	2
Duration.....	10	Ruhepotentialmessung.....	21
Edit.....	17	Scale.....	17
Elektronentransfer.....	18	Scan Mode.....	9
Erdungsbrücke.....	28	Schiebereglер.....	15
europäische E-I - Darstellung.....	16	Schnittstelle.....	6
Excel.....	13	Schriftfonts.....	17
exportieren.....	13	Schutzleiter.....	2, 28
Fadenkreuz.....	17	SCI.....	4
Faraday'scher Käfig.....	27	Scope.....	16
Farben.....	17	scroll.....	17
Fehlersuche.....	29	Separated.....	3
Filter.....	18	Serielle Kommunikation.....	6
Fittings.....	18	serielle Schnittstelle.....	6
Frontpanel.....	5	Sicherungen.....	2
galvanostatische Steuerung.....	21	Signalleuchten.....	2
Glättung.....	18	Slope.....	10
Grafiken.....	16	Smoothing.....	18
Grafikfenster.....	13	Spaltenbreiten.....	13
Grafische Darstellungen.....	5	Starten.....	12
Graue Spalte.....	13	Sternschaltung.....	27
Grenzpunkte.....	18	Störfelder.....	27
Grenzwerte.....	11	Störsignale.....	3
ground bridge.....	2	Störstrahlung.....	27
Hauptmenü.....	5	Strombereich.....	13
Initialisierungsdateien.....	4	Tafelgeraden.....	18
Interfaceanschluß.....	2	Tafelgeradenberechnung.....	18
Intervall.....	10	Taschenrechner.....	12
Invert.....	19	Time Step.....	10
Kabel.....	3, 20	transfer capacity.....	7

Transferbandbreite	15	Wiederholungen.....	11
Umrechnung der Potentialachse	16	Window	13
US – Darstellung.....	16	Zellenanschluss	20
Verzeichnisse	6	Zellenersatzschaltung	29
View	16	Zellenkabel.....	20
virtuelle Frontplattenbedienung	15	Zoom.....	17
Vollgrafikfenster.....	16	Zwei - Elektroden - Betrieb	22
Vorsichtsmaßnahmen	9	Zwischenablage	17