

Kazimierz SYKUT, Tomasz GĘCA,
Joanna BASAK

Sprzężony amperostat-potencjostat z modułem programującym

Сопряженный амперостат-потенциостат с программирующим аналогово цифровым устройством

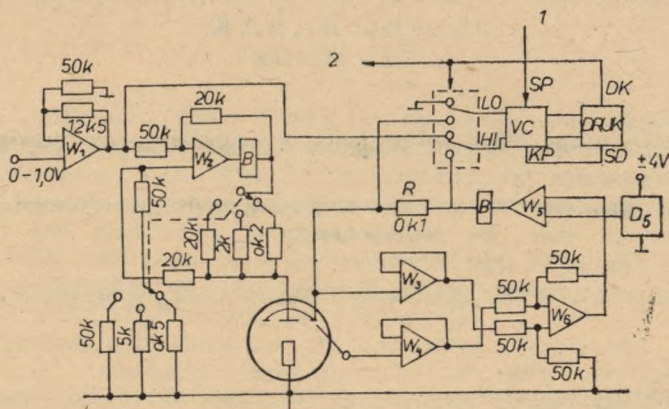
Coupled Amperostat-Potentiostat with a Digital-Analog Programming Device

Metoda wirującego dysku z pierścieniem — dzięki możliwości zmieniania w szerokim zakresie szybkości transportu depolaryzatora reagującego na dysku oraz możliwości analizy powstających rozpuszczalnych produktów na pierścieniu — znalazła szerokie zastosowanie do badania mechanizmów procesów elektrodowych.

W szczególnym przypadku, gdy jeden z substratów jest generowany na elektrodzie dyskowej i może być oznaczony na pierścieniu, można wyznaczyć stałą szybkości procesu homogenicznego tego substratu z drugim substratem znajdującym się w roztworze. Typowy osprzęt elektrody — dysk-pierścień — do tego rodzaju badań stanowią: podwójny potencjostat oraz amperostat-potencjostat. Budowa i działanie podwójnego potencjostatu została podana przez Nappa [1]. Wielu badaczy stosowało amperostat-potencjostat BIPAD firmy Tacusel. Alberty [2] posługiwał się w swoich pracach amperostatem-potencjostatem zasilanym z odrębnych źródeł.

W niniejszej pracy opisano układ sprzężonego amperostatu-potencjostatu, zasilanego z jednego źródła [3], wyposażonego w urządzenie (moduł programujący) do automatycznego prowadzenia serii pomiarów i rejestracji wyników. Aparatura zbudowana została w oparciu o układy scalone analogowe i cyfrowe oraz inne elementy łatwo dostępne na rynku krajowym, co umożliwi zainteresowanym budowę wyżej wymienionego urządzenia. W układzie amperostatu-potencjostatu wykorzystano zasadę amperostatu opisanego przez Grimnesa [4], opartego na „pompie

Howlanda". W układzie zastosowano uziemioną elektrodę pomocniczą, wspólną dla amperostatu i potencjostatu oraz „zawieszoną” elektrodę dysk-pierścieni. Ta konfiguracja zapewnia dobre uziemienie naczynka pomiarowego oraz właściwą gęstość prądu dysku, który rozplywa się pomiędzy pozostałe elektrody. Potencjał pierścienia kontroluje potencjostat z wejściem różnicowym względem elektrody odniesienia, wprowadzonej przez kapilarę Ługgina, której wylot usytuowany jest u zewnętrznego brzegu pierścienia. Schemat amperostatu-potencjostatu uwidacznia ryc. 1.

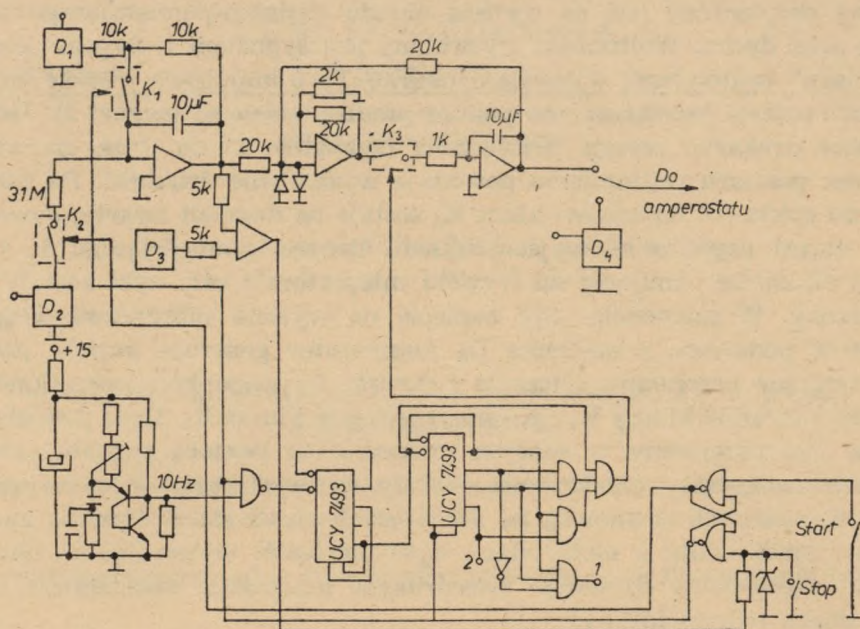


Ryc. 1. Schemat amperostatu-potencjostatu; W_1, W_2, W_5, W_6 — MAA 502, W_3, W_4 — μA 741, VC — V-540 (woltomierz cyfrowy), SP — wejście „start pomiaru”, KP — wyjście „koniec pomiaru”, SD — wejście „start druku”, DK — wejście „druk kolorowy”

Amperostat posiada trzy zakresy prądowe: 0,1, 1, 10 mA dla napięcia wejściowego równego 1 V. Wzmacniacz W_1 z dodatnim wejściem umożliwia sterowanie amperostatu z dowolnego źródła, np. dzielnika D_4 (ryc. 2). Prąd dysku równy jest liczbowo napięciu ($\times$ mnożnik zakresu) doprowadzonemu do wejścia wzmacniacza W_2 i mierzonemu dokładnym woltomierzem cyfrowym. W układzie potencjostatu różnicowy wzmacniacz W_6 zasilany poprzez wtórniki W_3 i W_4 znajduje się w pętli sprzężenia zwrotnego, potencjał pierścienia ustala się przy pomocy dzielnika D_5 . Wzmacniacz operacyjny W_5 potencjostatu oraz W_2 amperostatu wyposażone są w dodatkowe wzmacniacze „B” o mocy 2,5 W i maksymalnym prądzie 0,5 A.

Pomiar prądu pierścienia zrealizowany jest metodą spadku napięcia na kalibrowanych opornikach „R”, dostosowanych do zakresu pomiarowego. Czas odpowiedzi amperostatu i potencjostatu jest rzędu kilku milisekund w standardowych warunkach pomiaru.

Moduł programujący realizuje prowadzenie cyklu pomiarowego dostosowanego do metody miareczkowania w warstwie dyfuzyjnej, gene-



Ryc. 2. Schemat modułu programującego; wzmacniacze operacyjne MAA 502, układy logiczne TTL z serii 74

rując sygnały napięciowe oraz podając rozkazy. Generowany sygnał sterujący amperostat ma kształt schodkowy o czasie trwania schodka 10 sek. Rozkazy powtarzanego cyklu pomiarowego dotyczą: podania napięcia sterującego amperostat, pomiaru tego napięcia, pomiaru prądu pierścienia oraz druku.

Moduł programujący układ amperostatu-potencjostatu składa się z generatora napięcia narastającego schodkowo oraz cyfrowej części sterującej (ryc. 2).

Generator napięcia narastającego schodkowo składa się z integratora, układu śledząco-pamiętającego oraz dzielników: D_1 — do ustalania wartości początkowej napięcia, D_2 — zmiany szybkości narastania napięcia oraz D_3 — ustalania wartości końcowej napięcia.

Cyfrowa część sterująca składa się z generatora 10 Hz, dzielnika częstotliwości 1:10, licznika i dekodery sygnałów sterujących. Działanie układu jest następujące: po wciśnięciu przycisku „start” rozpoczyna się zliczanie impulsów przez licznik. Rozwarty zostaje klucz K_1 i K_3 oraz zwarty klucz K_2 . Napięcie na wyjściu integratora zaczyna narastać liniowo, a na wyjściu układu śledząco-pamiętającego zostaje zapamiętana wartość początkowa tego napięcia. Okres zliczania licznika powtarza się po każdych 16 impulsach sterujących. Przez pierwszych 8 impulsów woltomierz cy-

frowy przyłączony jest do wyjścia układu śledząco-pamiętającego, mierząc prąd dysku. Woltomierz wyzwala jest sygnałem 1. Sygnał „koniec pomiaru” woltomierza wyzwala drukarkę. Po 8 impulsach wejście woltomierza zostaje przełączone na pomiar prądu pierścienia (sygnał 2). Jednocześnie drukarka zostaje przełączona (sygnałem 2) na druk czerwony. Koniec pomiaru woltomierza powoduje wyzwolenie drukarki. Po zakończeniu cyklu (16 impulsów) klucz K_3 zostaje na moment zwarty, powodując wzrost napięcia na wyjściu układu śledząco-pamiętającego do wartości aktualnie panującej na wyjściu integratora i cały cykl zostaje powtórzony. W momencie, gdy napięcie na wyjściu integratora osiągnie wartość podawaną z dzielnika D_3 , komparator generuje impuls „stop”, powodujący przerwanie zliczania i powrót do warunków początkowych poprzez zwarcie kluczy K_1 i K_3 oraz rozwarcie klucza K_2 . Cykl pomiarowy może być przerywany w każdym momencie za pomocą sygnału „stop”. Zastosowane czasy oczekiwania okazały się wystarczające do ustalenia się odpowiednich równowag na pracujących elektrodach. Opisana aparatura współpracuje z elektrodami dysk-pierścieni, wykazując w okresie 2 lat niezawodne działanie. Konstrukcja urządzenia realizowana była w ramach tematu MR.I.11.

PIŚMIENICTWO

1. Napp D. T., Johnson D. C., Bruckenstein S.: *Anal. Chem.* **39**, 4, 481—5 (1967).
2. Albery W. J., Bruckenstein S., Johnson D. C.: *Trans Faraday Soc.* **62**, 1938 (1966).
3. Sykut K., Gęca T.: Patent P 202661, 2.12.1977.
4. Grimnes S.: *Chem. Instrum.* **5**, 2, 141—144 (1973/4).

РЕЗЮМЕ

Представлено описание конструкции сопряженного амперостата-потенциостата, для проведения определения констант скорости гомогенных реакций методом титрования в диффузионном слое, используя электрод, диск с кольцом и управляющий аналогово-цифровой модуль автоматизирующий измерения.

SUMMARY

The description of the coupled potentiostat—amperostat construction for the measurements in which the ring-disc electrodes are applied, and the controlling digital—analog device being used for the automatization of the measurements of the kinetics of reactions taking place in the solution, are presented.