

MEDIDOR DE IMPEDANCIA ELECTROQUÍMICA

JORGE HUMBERTO RODRÍGUEZ PACHECO

SERGIO ANDRÉS RUIZ GÓMEZ

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO MECÁNICAS
ESCUELA DE INGENIERÍAS ELÉCTRICA, ELECTRÓNICA Y
TELECOMUNICACIONES
BUCARAMANGA**

2003

MEDIDOR DE IMPEDANCIA ELECTROQUÍMICA

JORGE HUMBERTO RODRÍGUEZ PACHECO

SERGIO ANDRÉS RUIZ GÓMEZ

**Trabajo de grado para optar el título de
INGENIERO ELECTRÓNICO**

Director

MPE. JAIME GUILLERMO BARRERO PEREZ UIS

Codirector

ING. JOSE ALEJANDRO AMAYA PALACIO UIS

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO MECÁNICAS
ESCUELA DE INGENIERÍAS ELÉCTRICA, ELECTRÓNICA Y
TELECOMUNICACIONES
BUCARAMANGA**

2003

CONTENIDO

INTRODUCCIÓN	10
1. MARCO TEÓRICO Y ESTADO DEL ARTE	14
1.1 LA TÉCNICA.....	15
1.1.1 Técnica de seno-simple.....	16
1.2 GRÁFICAS DE IMPEDANCIA	18
1.2.1 La Gráfica de Nyquist.....	18
1.2.2 La Gráfica de Bode.....	19
2 MEDIDOR DE IMPEDANCIA ELECTROQUIMICA MIE	22
2.1 CRITERIOS DE SELECCIÓN DE C.I.....	23
2.1.1 Criterios de Selección del Generador de Onda Senoidal.....	23
2.1.2 Criterios de Selección del Amplificador de Instrumentación.....	25
2.1.3 Criterios de selección de comparadores	28
2.1.4 Criterios de selección de amplificador operacional	29
2.2 FUENTES DE ALIMENTACIÓN	30
2.3 GENERADOR DE ONDA SENOIDAL Y ATENUADOR	31
2.3.1 Generador de Onda Senoidal XR2206.....	31
2.3.2 Atenuador	33
2.4 GENERACION DE AMPLITUD CONSTANTE.....	35
2.4.1 Amplificador de Control OPA604	37
2.5 MEDICION DE CORRIENTE Y DETECTOR DE PICO	42
2.5.1 Medición de Corriente.....	42
2.5.2 Detector de Pico.....	45
2.6 COMPARADORES	47
2.7 MULTIPLICADOR	48
2.7.1 Señales del multiplicador.....	51
2.7.2 Filtro Pasabajas	53
2.8 MODULO DE CONTROL	55
2.8.1 Microcontrolador PIC16F877.....	55
2.9 MODULO DE VISUALIZACION.....	59
2.9.1 Microcontrolador PIC16F84A.....	59
3. SOFTWARE DEL MEDIDOR DE IMPEDANCIA ELECTROQUÍMICA. 63	
3.1 PROGRAMACIÓN DEL MICROCONTROLADOR 16F877	63
3.2 PROGRAMA DEL PIC16F84A PARA EL CONTROL DEL LCD	73
3.3 PROGRAMACIÓN EN LABVIEW.....	76
4 PRUEBAS	82
4.1 PRUEBAS PROTOTIPO MIE.....	83

CONCLUSIONES.....	93
RECOMENDACIONES.....	96
BIBLIO GRAFÍA	98

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 Circuito Equivalente de la Celda Electroquímica	14
Figura 2 Gráfica de Nyquist de un sistema electroquímico simple	18
Figura 3 Gráfica de Bode, magnitud y fase de un sistema electroquímico simple	20
Figura 4 Diagrama de Bloques del Medidor de Impedancia Electroquímica	22
Figura 5 Diagrama de Bode para el AD621 con $G=10$	27
Figura 6 Diagrama de Bode para el AD621 con $G=100$	28
Figura 7 Fuente Dual $\pm 5[V]$	30
Figura 8 Conexiones del generador XR-2206	32
Figura 9 Atenuador	35
Figura 10 Diagrama esquemático del circuito de generación de amplitud constante	36
Figura 11 Esquema del amplificador OPA604	37
Figura 12 Circuito equivalente del amplificador de control	38
Figura 13 Diagrama de Bode para el OPA604 en lazo abierto con y sin carga	40
Figura 14 Diagrama de Bode del OPA604 con realimentación y efecto de la carga	41
Figura 15 Amplificador de Instrumentación AD621	42
Figura 16 Configuración para la medición de corriente	44
Figura 17 Detector de Pico	46
Figura 18 Circuito comparador para la señal de tensión de la celda	47
Figura 19 Circuito comparador para la señal de corriente de la celda	48
Figura 20 Diagrama del multiplicador AD835	49
Figura 21 Diagrama de conexiones del multiplicador MLT04	50
Figura 22 Ondas de entrada al multiplicador	51
Figura 23 Onda de salida multiplicador	52
Figura 24 Esquema del Filtro Pasabajas	54
Figura 25 Diagrama de Pines del Microcontrolador PIC16F877	56
Figura 26 Diagrama de pines del microcontrolador PIC16F84A	61
Figura 27 Diagrama de bloques del software del PIC16F877	64
Figura 28 Conexiones del PIC16F877 con el puerto paralelo	65
Figura 29 Diagrama del protocolo de transferencia por el puerto paralelo	66
Figura 30 Diagrama de datos transferidos desde el μC al PC.	67
Figura 31 Diagrama de bloques del software del PIC16F84A y LCD	76
Figura 32 Panel frontal del MIE en Labview	77
Figura 33 Diagrama de bloques de la programación en Labview.	81

Figura 34 Gráfico de Bode de magnitud Teórico vs. Experimental.	84
Figura 35 Gráfica de Bode de Fase.....	85
Figura 36 Gráfica de Nyquist	86
Figura 37 Gráfica de Magnitud Prueba 1 vs. Prueba 2	88
Figura 38 Gráfica de fase por software Prueba 1 vs. Prueba 2	89
Figura 39 Gráfica de Fase por Hardware Prueba 1 vs. Prueba 2.....	90
Figura 40 Gráfica de Frecuencia Prueba 1 vs. Prueba 2.....	91
Figura 41 Comparación entre Fase por Hardware, Software y Teórica.....	92

LISTA DE CUADROS

Cuadro 1 Características XR2206 y MAX038	24
Cuadro 2 Características del amplificador de instrumentación AD621.....	26
Cuadro 3 Rangos de corriente en la celda que puede medir el MIE	45
Cuadro 4 Voltajes de salida del multiplicador para diferentes fases en el MIE2	53
Cuadro 5 Código para medición de fase por software.....	69
Cuadro 6 Código para medición de frecuencia por software.....	71
Cuadro 7 Código para el promedio de 8 datos.....	72
Cuadro 8 Código para el envío de una instrucción a la pantalla	75
Cuadro 9 Valores para la celda Dummy utilizada para las pruebas.....	83
Cuadro 10 Valores de Resistencia y Condensadores Obtenidos.....	87

LISTA DE ANEXOS

ANEXO A DETERMINACIÓN DE LA IMPEDANCIA EN LA CELDA DE RANGLES.....	99
ANEXO B RANGO DE VALORES DE MEDICION DEL MIE.....	104
ANEXO C MANUAL DE USUARIO DEL MEDIDOR DE IMPEDANCIA ELECTROQUÍMICA. MIE	113

TITULO: MEDIDOR DE IMPEDANCIA ELECTROQUÍMICA

AUTORES: RODRÍGUEZ PACHECO, Jorge Humberto
RUIZ GÓMEZ, Sergio Andrés

PALABRAS CLAVES:

**IMPEDANCIA
BARRIDO DE FRECUENCIA
MICROCONTROLADOR**

DESCRIPCIÓN:

Este trabajo describe las características principales del diseño y construcción de un equipo Medidor de Impedancia Electroquímica (MIE), para pruebas de Impedancia en el laboratorio de corrosión de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales.

El medidor de impedancia electroquímica es un prototipo autónomo que permite la realización de pruebas de laboratorio. Realiza un barrido de frecuencia comprendido entre 130mHz y 62kHz (6 décadas) con la posibilidad de escoger entre 2, 4, 6 u 8 valores de frecuencia por década. Entrega a la celda una tensión senoidal de amplitud constante durante toda la prueba de 50mVp-p, 35mVp-p o 20mVp-p según la configuración dada por el usuario.

El control general del prototipo es realizado por un microcontrolador PIC16F877, el cual se encarga del control del barrido de frecuencia, de la ganancia variable del amplificador medidor de corriente, de la medición de fase y frecuencia mediante temporizadores, conversión A/D de la amplitud pico de la corriente y de la fase por hardware, del almacenamiento de los datos medidos, comunicación con el PC mediante puerto paralelo y con el PIC16F84A encargado de la interfaz con el usuario mediante pulsadores y una pantalla LCD.

La visualización de resultados se realiza en el PC con una aplicación implementada mediante Labview, en la cual se realizan las gráficas de Bode (magnitud, fase por hardware y fase medida por el PIC) y Nyquist, se registran los valores de corriente, magnitud de la impedancia, impedancia real e imaginaria y fase para cada valor de frecuencia evaluado y se determinan los valores de resistencia R_s , R_p y condensador C_D equivalente de un sistema electroquímico simple según la celda de Randles.

TITLE: METER OF ELECTROCHEMICAL IMPEDANCE

AUTHORS: RODRÍGUEZ PACHECO, Jorge Humberto
RUIZ GÓMEZ, Sergio Andrés

KEY WORDS:

**IMPEDANCE
SWEEPING OF FREQUENCY
MICROCONTROLLER**

DESCRIPTION:

This work describes the main characteristics of the design and construction of a team Meter of Electrochemical Impedance (MIE), for tests of Impedance in the laboratory of corrosion of the School of Engineering Metallurgy and Science of Materials.

The meter of electrochemical impedance is an autonomous prototype that allows the realization of laboratory tests. It carries out a sweeping of frequency understood between 130mHz and 62kHz (6 decades) with the possibility of choosing among 2, 4, 6 or 8 values of frequency per decade. It gives to the cell a tension senoidal of constant width during the whole test of 50mVp-p, 35mVp-p or 20mVp-p according to the configuration given by the user.

The general control of the prototype is carried out by a microcontroller PIC16F877, which takes charge of the control of the sweeping of frequency, of the variable gain of the amplifier current meter, of the phase mensuration and frequency by means of timing device, converter A/D of the amplitude pick of the current and of the phase for hardware, of the storage of the measured data, communication with the PC by means of parallel port and with the PIC16F84A in charge of the interfaz with the user by means of pulsadores and a screen LCD.

The visualization of results is carried out in the PC with an application implemented by means of Labview, in which the prototype are carried out the graphs of Bode (magnitude, phase for hardware and phase measured by the PIC) and Nyquist, registers the current values, magnitude of the impedance, real and imaginary impedance and phase for each evaluated value of frequency and the resistance values R_s , R_p and condenser equivalent CD of a simple electrochemical system is determined according to the cell of Randles.

INTRODUCCIÓN

La medición de impedancia electroquímica es una poderosa técnica que usa señales de AC para determinar la impedancia en una celda electroquímica. Esta medición es un indicador de una amplia variedad de propiedades físicas y químicas. Dentro de muchas de sus aplicaciones se encuentran la caracterización de baterías, celdas de combustible y semiconductores.

Este proyecto, hace parte de una investigación de Maestría y presenta el diseño y construcción de un prototipo medidor de impedancia electroquímica con fines académicos, el cual es un equipo que permite el desarrollo de pruebas electroquímicas en el laboratorio de corrosión, para el estudio de fenómenos corrosivos.

En el capítulo 1 se detalla el marco teórico de la prueba de medición de impedancia electroquímica, se enumeran las ventajas y desventajas de esta. Se explican las gráficas utilizadas para la representación de los datos de impedancia, la gráfica de Nyquist y la de Bode.

El capítulo 2 describe el Hardware utilizado en el medidor de impedancia electroquímica (MIE). Fuente de alimentación, generación de onda senoidal, realimentación, amplificador de instrumentación para medición de corriente, comparadores, multiplicador para medición de fase, filtros y microcontroladores para el control de todo el sistema, conversión análogo-

digital, temporizadores para medición de frecuencia y fase, interfaz con el usuario y transferencia de datos al PC.

En el capítulo 3 se explican los algoritmos más importantes utilizados en los microcontroladores para el control, medición y visualización, al igual que el software de alto nivel en el PC implementado mediante Labview para la visualización de las gráficas de impedancia.

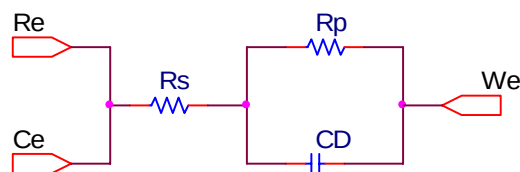
Finalmente en el capítulo 4 se describen las pruebas realizadas al prototipo utilizando el circuito equivalente de la celda de Randles.

1. MARCO TEÓRICO Y ESTADO DEL ARTE

En principio, un proceso electroquímico puede modelarse mediante elementos de circuitos tales como resistencias, condensadores, inductores y fuentes de tensión. Por ejemplo, la reacción de corrosión misma puede comúnmente modelarse por medio de uno o más resistores. La capacidad para modelar un proceso de esta naturaleza aumenta la utilidad práctica de la Técnica de impedancia AC. La ingeniería en este campo puede utilizar la teoría de circuitos AC, ya establecida para caracterizar los procesos electroquímicos de corrosión.

Un proceso de corrosión simple se puede caracterizar mediante un circuito equivalente que modela el comportamiento de la impedancia electroquímica cuando éste se excita en determinado rango de frecuencias. El circuito equivalente es como se muestra en la Figura 1.

Figura 1 Circuito Equivalente de la Celda Electroquímica



Fuente: SILVERMAN, D. C. Primer on the AC impedance Technique.

R_s : representa el efecto resistivo de la solución.

R_p : resistencia a la polarización.

C_D : representa el efecto capacitivo de la interfase de unión probeta solución.

Al incrementar la frecuencia, la impedancia de un condensador disminuye, mientras que el valor de una resistencia se mantiene constante. En la celda, a altas frecuencias la impedancia del condensador C_D viene a ser mucho más pequeña que la impedancia de la resistencia R_p . Puesto que C_D está en paralelo con R_p , el condensador actúa como un corto y elimina a la resistencia del circuito. Entonces a altas frecuencias la celda es modelada casi enteramente por R_s . A muy bajas frecuencias, el condensador actúa como un circuito abierto y éste puede ser excluido del circuito equivalente. La impedancia de la Celda es entonces la combinación de dos resistencias en serie, R_s y R_p . Es decir, en los límites de alta y baja frecuencia, la celda se comporta principalmente como una resistencia. La componente imaginaria de la impedancia es muy pequeña y no cambia con la frecuencia, por lo tanto el ángulo de fase entre la tensión y la corriente en la celda es cercano a 0 grados.

A frecuencias intermedias, la impedancia del condensador empieza a tener efecto y la celda tiende a comportarse de forma capacitiva. La componente imaginaria de la impedancia se hace significativa y empieza a depender de la frecuencia, con lo cual el ángulo de fase puede llegar a ser hasta de 90 grados.

1.1 LA TÉCNICA

Las técnicas de impedancia electroquímica son usadas para evaluar la conductancia eléctrica de electrodos y materiales electrolíticos. La propiedad fundamental de todos los métodos es aplicar una señal de excitación senoidal pequeña (tensión o corriente) a los electrodos y medir la respuesta de corriente o de tensión del sistema.

Se puede aplicar la señal de excitación de varias formas. La más común es aplicar una señal de pequeña amplitud y de frecuencia simple a la celda y medir la corriente de respuesta. Luego se cambia la frecuencia y de nuevo se aplica la señal a la celda. De los datos resultantes de la técnica de seno-simple, se puede determinar la impedancia como una función de la frecuencia. Este es el experimento clásico en el dominio de la frecuencia.

1.1.1 Técnica de seno-simple.

Con la técnica de simple seno, se aplica una señal de tensión senoidal de pequeña amplitud y de frecuencia fija a la celda de prueba y se mide la señal de corriente de la misma. La señal de respuesta (corriente) determina las componentes en fase (real) y fuera de fase (imaginaria) de la impedancia total. Con esta información, se determina el grado de desplazamiento de fase entre las formas de onda de entrada y salida, y se calcula la magnitud de la impedancia.

Para determinar la impedancia, se debe aplicar un espectro de frecuencia con varios valores por década y hacer una medición discreta en cada valor. En un experimento típico, se comienza a la más alta frecuencia y se repite la medición en cada frecuencia sucesiva más baja hasta que se tenga suficiente información para determinar la impedancia como una función de la frecuencia. Comenzando desde la frecuencia más alta se minimiza la perturbación de las muestras.

✓ Ventajas de la técnica

- ❖ **Calidad de los datos:** la mayor ventaja de la técnica es que ésta puede producir mayor confiabilidad en los datos, porque la forma de onda de prueba es generada a una frecuencia simple.

- ❖ **Velocidad de medición a alta frecuencia:** rápidas mediciones a altas frecuencias, la medición puede ser realizada en un ciclo de la onda seno.
 - ❖ **Instrumentación simple:** requiere sólo un generador de frecuencia para producir la onda seno.
 - ❖ **Ancho de Banda:** se puede hacer mediciones a muy altas frecuencias.
- ✓ **Desventajas de la técnica**
- ❖ **Velocidad de medición a baja frecuencia:** la mayor desventaja de la técnica es que ésta es relativamente lenta a bajas frecuencias. A una frecuencia de 1 Hz, este podría tomar 1 segundo para aplicar la forma de onda de excitación. A 0.1 Hz, el ciclo podría tomar 10 segundos. A 1 mHz, este podría tomar 1000 segundos, o alrededor de 16 minutos, para aplicar la forma de onda.
 - ❖ **Cambio en las características del electrodo:** cuando se aplican ondas senoidales a las primeras frecuencias en un experimento, la superficie del electrodo posee características específicas. Con algunas celdas de prueba, estas características se mantienen estableces a los largo del experimento. Sin embargo, con otras celdas de prueba, las características del electrodo pueden cambiar. Algunos electrodos no alcanzarán la condición de estado estable durante el experimento. Para otros, la perturbación resultante de la aplicación de una serie de ondas senos puede cambiar significativamente al electrodo. El resultado, por supuesto, es que la muestra cambia durante la medición. Si al completar el experimento, se corre un segundo experimento escaneando las frecuencias originales en orden inverso

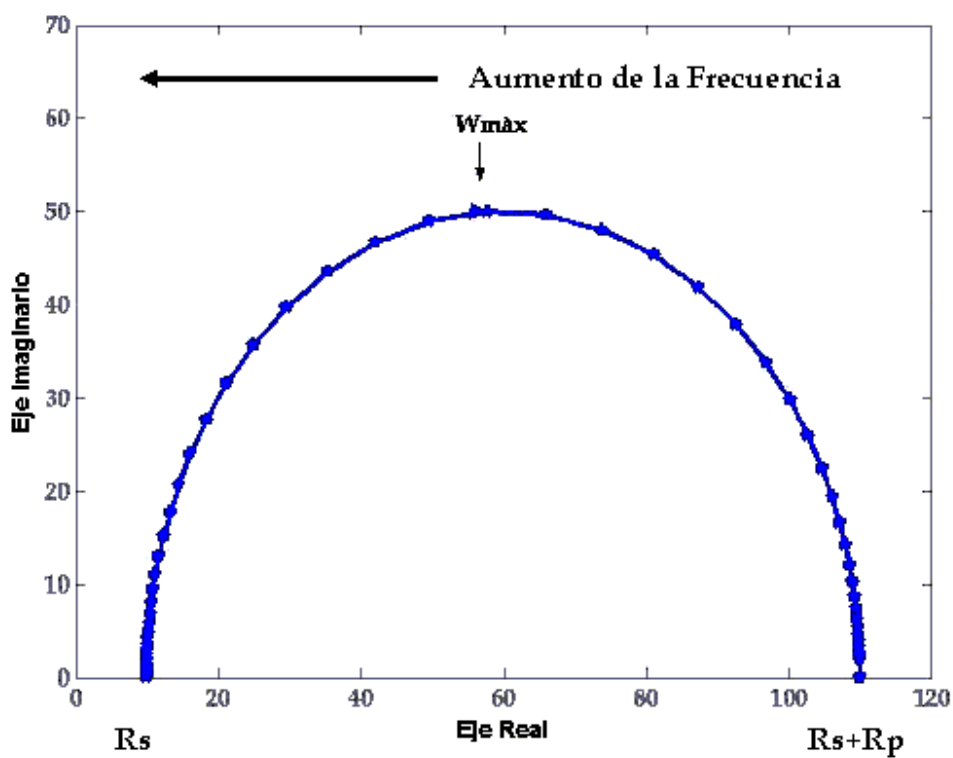
y sobreponiendo los datos, la gráfica resultante puede exhibir histéresis.

1.2 GRÁFICAS DE IMPEDANCIA

1.2.1 La Gráfica de Nyquist

La Figura 2 muestra un formato de evaluación para datos de impedancia electroquímica, la gráfica de Nyquist.

Figura 2 Gráfica de Nyquist de un sistema electroquímico simple



Fuente: EG&G PRINCETON APPLIED RESEARCH. Basics of Electrochemical Impedance Spectroscopy. Application Note AC. - 1

Aquí se grafica la componente imaginaria de la impedancia (Z'') contra la componente real (Z') para cada valor de frecuencia. La Figura 2 muestra la respuesta esperada para el circuito equivalente de la Figura 1. De ésta gráfica se observa que a altas frecuencias, la impedancia de la celda esta casi enteramente conformada por la resistencia R_s . La frecuencia alcanza su límite más alto al final del semicírculo, en el lado izquierdo de la gráfica, donde el semicírculo toca al eje x. En el limite de baja frecuencia, la celda se aproxima también a una resistencia pero con el valor de R_s+R_p . La frecuencia alcanza su límite más bajo al final del semicírculo, en el lado derecho.

Una de las desventajas de ésta forma de representación es que las frecuencias no aparecen representadas de forma explícita, por lo que la capacitancia (C_D) podrá ser calculada, sólo cuando se conozcan los valores de frecuencia utilizados en la prueba, y mediante la siguiente ecuación:

$$\omega_{\text{máx}Z''} = \frac{1}{C_D R_p}$$

Ecuación 1

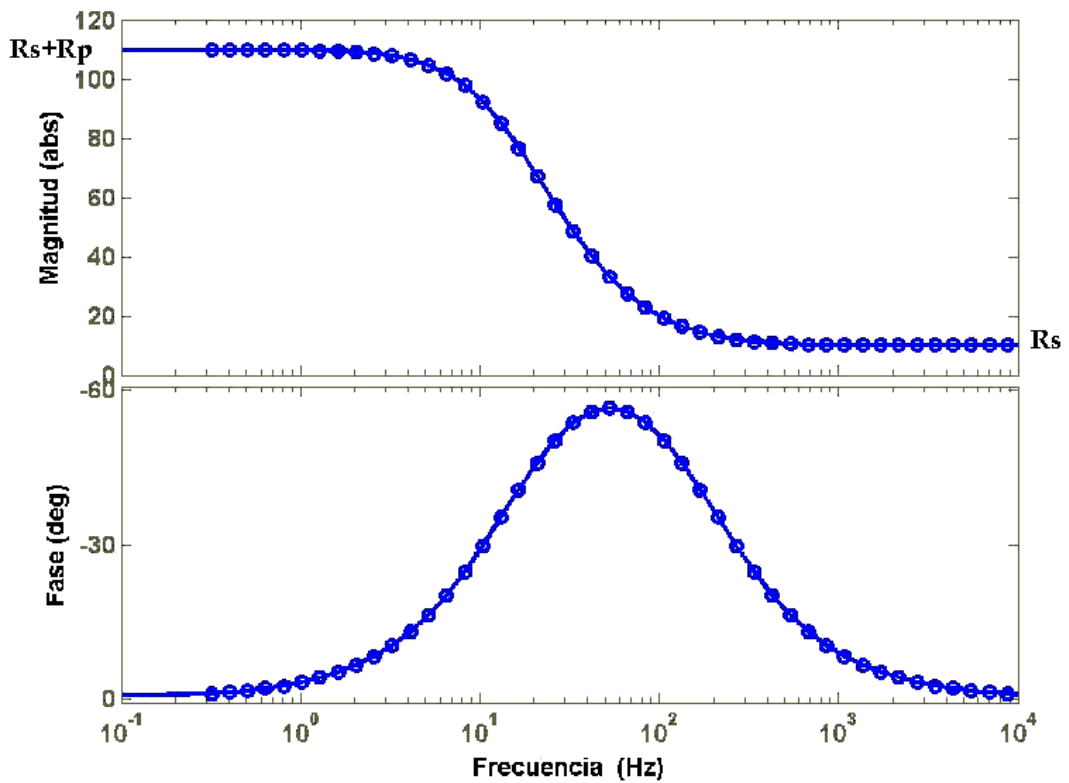
Donde:

$\omega_{\text{máx}Z''}$: frecuencia que corresponde al tope del semicírculo

1.2.2 La Gráfica de Bode

La Figura 3 muestra una gráfica de Bode para los mismos datos graficados en la gráfica de Nyquist de la Figura 2. Este formato permite determinar la magnitud de la impedancia y la fase para cada valor de frecuencia.

Figura 3 Gráfica de Bode, magnitud y fase de un sistema electroquímico simple



Fuente: EG&G PRINCETON APPLIED RESEARCH. Basics of Electrochemical Impedance Spectroscopy. Application Note AC. - 1

Dado que aquí la frecuencia aparece en uno de los ejes, es fácil ver que la impedancia depende de la frecuencia. Como se observa en la Figura 3, a muy altas frecuencias se puede determinar R_s , y a muy bajas frecuencias se puede determinar $R_s + R_p$.

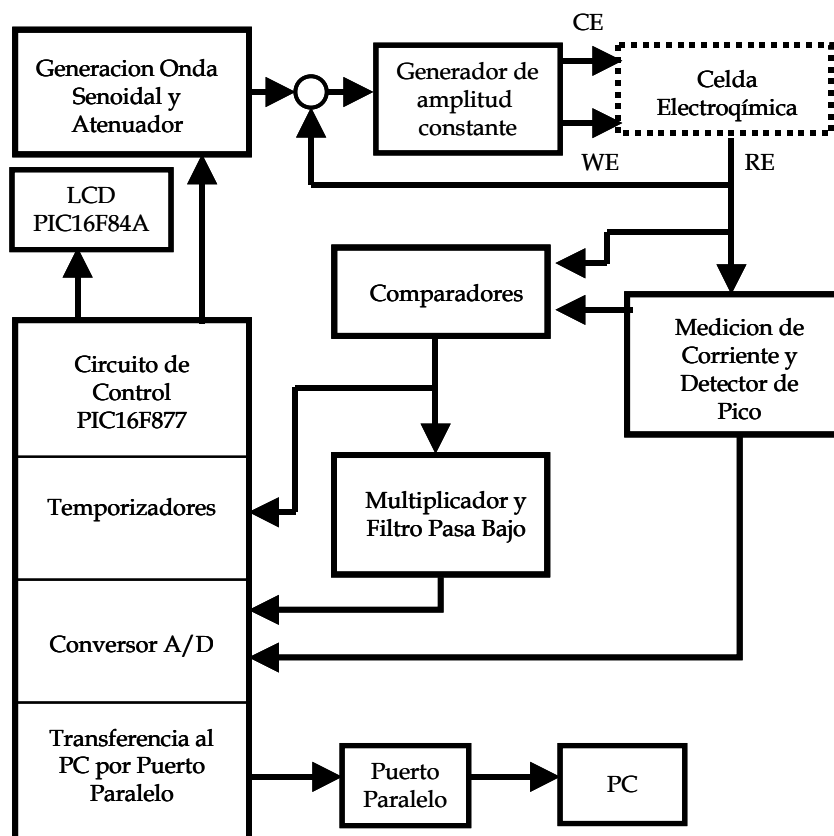
La gráfica de Bode también muestra el ángulo de fase. En los límites de altas y bajas frecuencias, donde el circuito equivalente de la celda tiende a ser puramente resistivo, el ángulo de fase tiende a cero grados. A frecuencias

intermedias, el ángulo de fase (θ) aumenta, al igual que la componente imaginaria de la impedancia.

2 MEDIDOR DE IMPEDANCIA ELECTROQUIMICA MIE

El método de trabajo que se adoptó para el diseño y construcción del prototipo medidor de impedancia electroquímica se basó en una organización modular teniendo en cuenta el diagrama de bloques mostrado en la Figura 4.

Figura 4 Diagrama de Bloques del Medidor de Impedancia Electroquímica



Fuente: Hoja de Datos EXAR XR-2206

El MIE utiliza dos microcontroladores, el PIC16F84A y el PIC16F877. El primero es el encargado del manejo de la pantalla LCD y teclado para la interfaz de usuario. El segundo tiene como función el control general del MIE, principalmente la conmutación de frecuencias a aplicar, la medición de frecuencia y fase por software mediante temporizadores, la digitalización de las señales de corriente y la fase en la celda con el conversor A/D y la comunicación vía puerto paralelo con el PC para la posterior visualización de los datos obtenidos mediante Labview. La onda senoidal generada se atenúa para entregar a la celda los valores apropiados. El bloque de “generación de amplitud constante” es la etapa de salida hacia la celda electroquímica. La medición de la corriente en la celda se hace por medio de un amplificador de instrumentación y un detector de pico que entregará el valor máximo de la señal para luego ser digitalizada. Los comparadores convierten las señales senoidales de voltaje y corriente en ondas cuadradas, estas son utilizadas para medir frecuencia y fase. El multiplicador entrega una onda cuadrada de valor medio proporcional a la fase existente, esta onda es posteriormente filtrada y digitalizada.

2.1 CRITERIOS DE SELECCIÓN DE C.I.

2.1.1 Criterios de Selección del Generador de Onda Senoidal

Para la generación de la señal senoidal existen actualmente varias alternativas de circuitos integrados generadores dentro de los cuales se encuentran principalmente el XR2206 de Exar y el MAX038 de Maxim. Fue necesario establecer criterios de selección acordes con las necesidades de la aplicación. Para tal efecto se realizó la correspondiente comparación entre el MAX038 y el XR2206, siendo este último el seleccionado.

A continuación se muestra una tabla comparativa entre el XR2206 y el MAX038 de los aspectos más relevantes a evaluar.

Cuadro 1 Características XR2206 y MAX038

Ítem	Características	XR2206	MAX038
1	Rango de frecuencia	0.01Hz - 1MHz	0.1Hz - 20MHz
2	Distorsión armónica total	0.5%	0.75%
3	Estabilidad de frecuencia	20ppm/°C	200ppm/°C
4	Rango de barrido de frecuencia	2000:1	350:1
5	Ajuste de ciclo útil	1% - 99%	15% - 85%
6	Rango de Alimentación	10V-26V $\pm 5V$ - $\pm 13V$	$\pm 5V$
7	Ondas de Salida	Seno, triangular, cuadrada, rampa y pulso	Seno, triangular, cuadrada, rampa y pulso
8	Amplitud onda seno	Ajustable 60mV/k Ω	2 Vp-p

Fuente: Hoja de datos EXAR XR-2206 y hoja de datos MAXIM MAX038

- El XR2206 presenta una menor distorsión armónica típica de la onda seno y posibilidad de ajuste de esta por medio de un potenciómetro externo. El MAX038 no tiene posibilidad de realizar este tipo de ajuste.
- El rango de barrido especifica la capacidad que tiene el circuito de aceptar cambios en frecuencia utilizando un mismo condensador pero variando su resistencia externa. Esta característica es muy importante por la forma en que se realiza la conmutación de frecuencias en el prototipo. El XR2206 permite que el rango de frecuencias a trabajar por condensador sea mucho mayor que en el MAX038.

- El ajuste de ciclo útil es posible en ambos integrados, pero no aplica en este tipo de aplicación, ya que el ciclo útil de la señal senoidal de salida siempre debe ser del 50%.
- El XR2206 permite variar la amplitud de la onda de salida mediante un potenciómetro externo, variación de 60mV/k Ω . Esto facilitó el ajuste de la siguiente etapa de atenuación. En el MAX038 la amplitud está fija a 2Vp-p

El XR2206 fue el circuito integrado escogido para la generación de la onda senoidal por las características explicadas anteriormente y otras adicionales como su costo (\$12.000 el XR2206, US\$16 el MAX038), calidad, fácil manejo y adquisición a nivel nacional.

2.1.2 Criterios de Selección del Amplificador de Instrumentación

En el Cuadro 2 se presentan las características más importantes del amplificador de instrumentación utilizado en este proyecto.

Cuadro 2 Características del amplificador de instrumentación AD621

Ítem	Característica	AD621
1	Ancho de banda	800kHz (G=10) 200kHz(G=100)
2	Ruido de voltaje	13nV/√Hz (1kHz, G=10) 9nV/√Hz (1kHz, G=100) 0.55uVp-p(0.1Hz-10Hz,G=10) 0.28uVp-p(0.1Hz-10Hz,G=100)
3	Ruido de corriente	100fA/√Hz (1kHz) 10pA p-p (0.1Hz-10Hz)
4	Rechazo en modo común	110dB (DC - 60Hz,G=10) 130dB (DC - 60Hz,G=100)
5	Impedancia diferencial de entrada	10GΩ 2pF
6	Rapidez de respuesta	1.2V/us

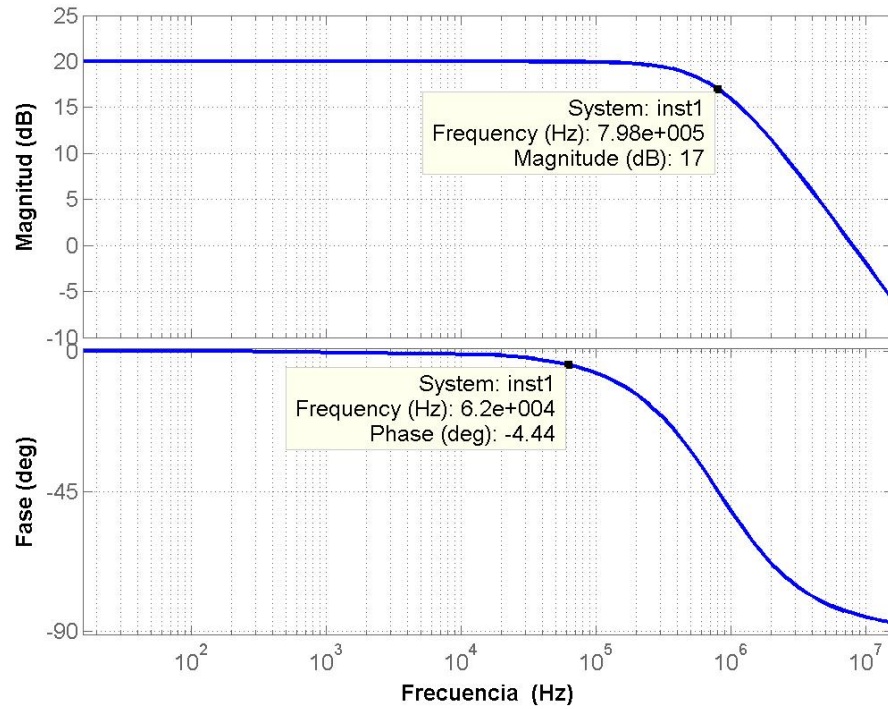
Fuente: Hoja de Datos AD621 de Analog Devices

El amplificador de instrumentación AD621 fue seleccionado para trabajar en todo el rango de frecuencia (0.1Hz - 62kHz) con ganancia de 10V/V o 100V/V según las características de impedancia en la celda. Como vemos el ancho de banda con G=10 es de 800kHz con el cual se tiene un error de 4.43° en el límite de altas frecuencias (62kHz) y de 0.71° para la década anterior (10kHz) según la Figura 5. La función de transferencia es la siguiente:

$$H_1 = \frac{10}{1 + \frac{s}{800e3 * 2 * \pi}}$$

Ecuación 2

Figura 5 Diagrama de Bode para el AD621 con G=10



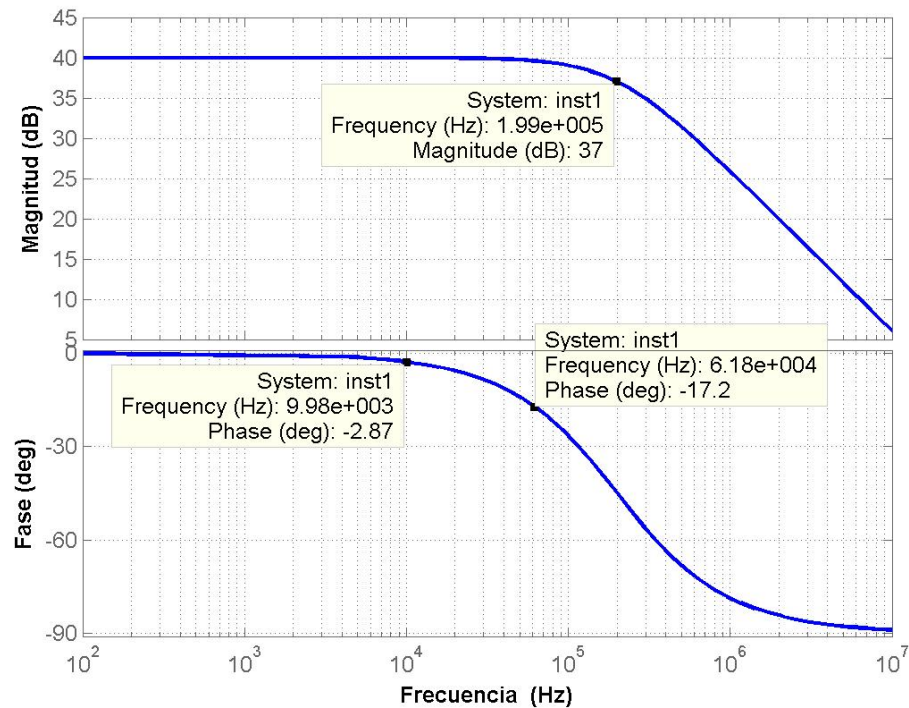
Fuente: Autores del Proyecto

Ésta gráfica muestra que es posible utilizar el amplificador de instrumentación AD621 con $G = 10\text{V/V}$ en todo el rango de frecuencias que abarca el MIE. Con $G = 100\text{V/V}$ el ancho de banda del AD621 es de 200kHz como se muestra en la Figura 6. La función de transferencia es la siguiente:

$$H_2 = \frac{100}{1 + \frac{s}{200e3 * 2 * \pi}}$$

Ecuación 3

Figura 6 Diagrama de Bode para el AD621 con $G=100$



Fuente: Autores del Proyecto

Como se observa en la Figura 6 y según la Ecuación 3 para 62kHz el error en el ángulo es de 17.22° , para 10kHz es de 2.86° y para 1kHz es de 0.28° , lo que significa que el AD621 se puede utilizar con $G=100$ hasta 10kHz sin incurrir en errores de fase considerables.

2.1.3 Criterios de selección de comparadores

Los comparadores son circuitos integrados diseñados y optimizados para lograr un alto rendimiento en aplicaciones como detector de nivel de voltaje. Un comparador debe ser veloz, es decir, su salida ha de responder con rapidez a los cambios que presentan en sus entradas.

El comparadores evaluado y seleccionado para esta aplicación es el LM311. La velocidad de propagación del LM311 es de 200ns típica. Este factor es muy importante a la hora de comparar señales con frecuencias por encima de los 10kHz, pues a ésta frecuencia el LM311 responde con la rapidez suficiente para obtener una señal cuadrada a su salida. Posee gran variedad de voltajes de alimentación, desde 5V hasta duales de $\pm 5V/\pm 15V$. La salida puede manejar tensiones hasta de 50V y corrientes de hasta 50mA, adicionalmente puede manejar cargas referidas a tierra, a la tensión positiva o a la negativa de la fuente de alimentación.

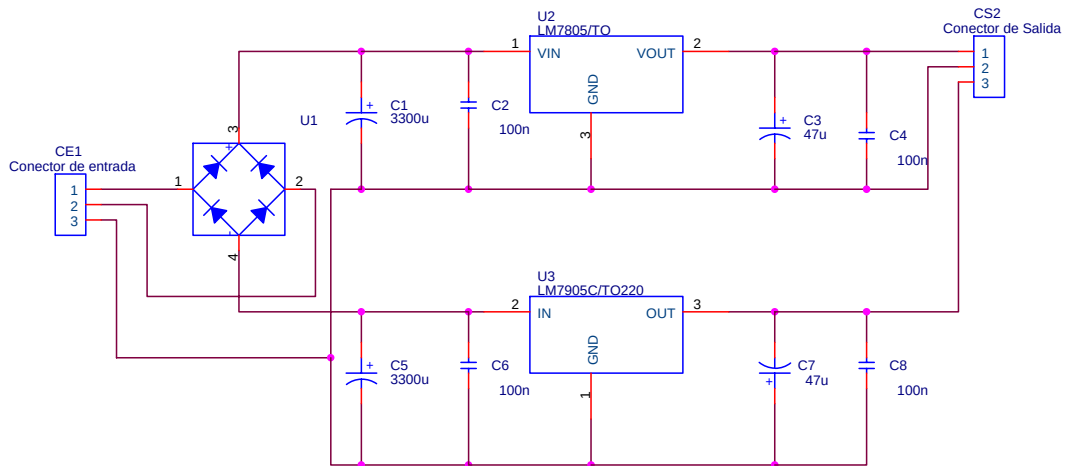
2.1.4 Criterios de selección de amplificador operacional

Los amplificadores operacionales utilizados en este proyecto son OPA604. El OPA604 es un operacional de entrada FET con muy amplio ancho de banda (20MHz), ganancia en lazo abierto de 10 dB, bajo ruido de voltaje (10nV/ $\sqrt{\text{Hz}}$ a 10kHz), alta velocidad de respuesta (25V/us), alta impedancia de entrada ($10^{12}\Omega$ | 8pF), estable en ganancia unitaria y alimentación entre $\pm 4.5V$ y $\pm 24V$.

Este amplificador posee excelentes características, a un costo razonable (US\$3 OPA604) frente a otros con características similares (US\$25 OPA627).

2.2 FUENTES DE ALIMENTACIÓN

Figura 7 Fuente Dual $\pm 5[V]$



Fuente: Autores del Proyecto

La Figura 7 muestra el diagrama circuital de la fuente dual de $\pm 5[V]$ utilizada en el proyecto. En el conector de entrada (CE1) se suministran las señales de un transformador 120[V] / 9[V] con tap central. Las dos señales de A.C. de 9[V] se conectan a las entradas 1 y 2 de CE1 mientras que la tierra proveniente del tap central se conecta a la entrada 3 del mismo. Los circuitos integrados utilizados para la regulación de las señales de alimentación son el LM7805 para la señal de +5[V] y LM7905 para la señal de -5[V] junto con un arreglo de condensadores (3300 μ F, 100nF, 47 μ F y 100nF) para mejorar la estabilidad en las señales de alimentación de C.C y disminuir la tensión de rizado.

En el conector de salida (CS2) se obtienen señales rectificadas y reguladas de +5[V] en el pin 1, -5[V] en el pin 3 y tierra en el pin 2.

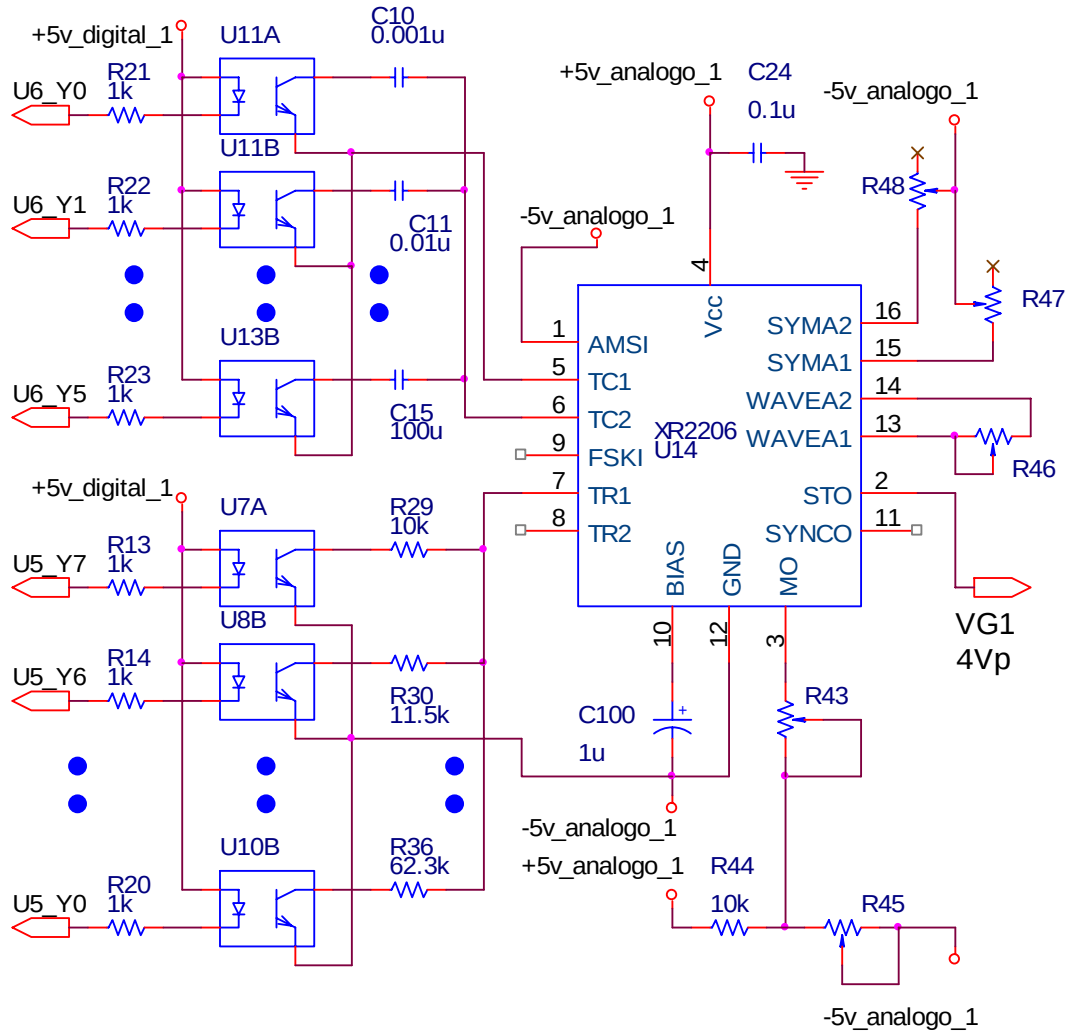
2.3 GENERADOR DE ONDA SENOIDAL Y ATENUADOR

2.3.1 Generador de Onda Senoidal XR2206

El XR-2206¹ es un C.I. de 16 pines capaz de generar señales senoidales, cuadradas, triangulares, rampas y de pulsos a diferentes frecuencias dependiendo de un arreglo de condensador y resistencia conectados a los pines 5 (TC1), 6 (TC2), 7 (TR1) y 8 (TR2). La alimentación del XR-2206 puede ser sencilla en un rango de +10 a +26 [V] o dual en un rango de ± 5 a ± 13 [V] entre los pines 4 (Vcc +) y 12 (Vss - o gnd); En este proyecto se optó por la alimentación a ± 5 [V] (Estandar para todos los CI's utilizados) y dual para eliminar la componente de offset de la señal de salida.

¹ Hoja de datos Exar XR2206

Figura 8 Conexiones del generador XR-2206



Fuente: Autores del Proyecto

Entre los pines 13 y 14 se conecta un trimmer de $200\ \Omega$ (R46) que permite el ajuste de la forma de onda; Para valores de resistencia altos la señal tiende a una forma triangular y valores pequeños conducen a una onda senoidal “achatada”. Al dejar estos pines desconectados se obtiene a la salida una señal triangular.

Para el ajuste de distorsión de la señal de salida el fabricante recomienda la conexión de un potenciómetro (*trimmer*) de $25\ \text{k}\Omega$ con sus extremos a los

pinos 15 (SYMA1) y 16 (SYMA2) y el tap central a tierra; Sin embargo, durante el proceso de implementación se encontró un mejor comportamiento conectando trimmers independientes (R47 y R48) entre cada uno de estos pines y la señal de alimentación negativa de -5 [V] .

La señal de salida senoidal de 4Vp-p se obtiene en el pin 2 (VG1). El pin 1 correspondiente a la entrada de señal AM no se utiliza dentro del proyecto y se conecta directamente a -5 [V] (V_{ss}) mientras que el pin 9 (FSKI) se conecta a la señal V_{cc} . El pin 10, correspondiente al voltaje de referencia interno se conecta a V_{ss} a través de un condensador de $1\text{ }\mu\text{F}$ (C100).

Para ajustar la amplitud de la señal senoidal de salida se utiliza un *trimmer* de $50\text{K}\Omega$ (R43) con sus extremos entre el pin 3 y conectado a un divisor formado por R44 y R45 para el ajuste del “*offset*” de la señal de salida.

El ajuste de la frecuencia de la señal de salida del generador se realiza por medio de un arreglo de 6 condensadores (C10-C15) y 8 resistencias (R29-R36) en los pines 5, 6 y 7. A través de microrrelés de estado sólido (U7A-U10B y U11A-U13B) se van conectando condensadores entre los pines 5 y 6 los cuales fijan la década de frecuencia en la que se trabaja mientras que una serie de resistencias colocadas sucesivamente entre el pin 7 y V_{ss} permiten variar la frecuencia dentro de una década.

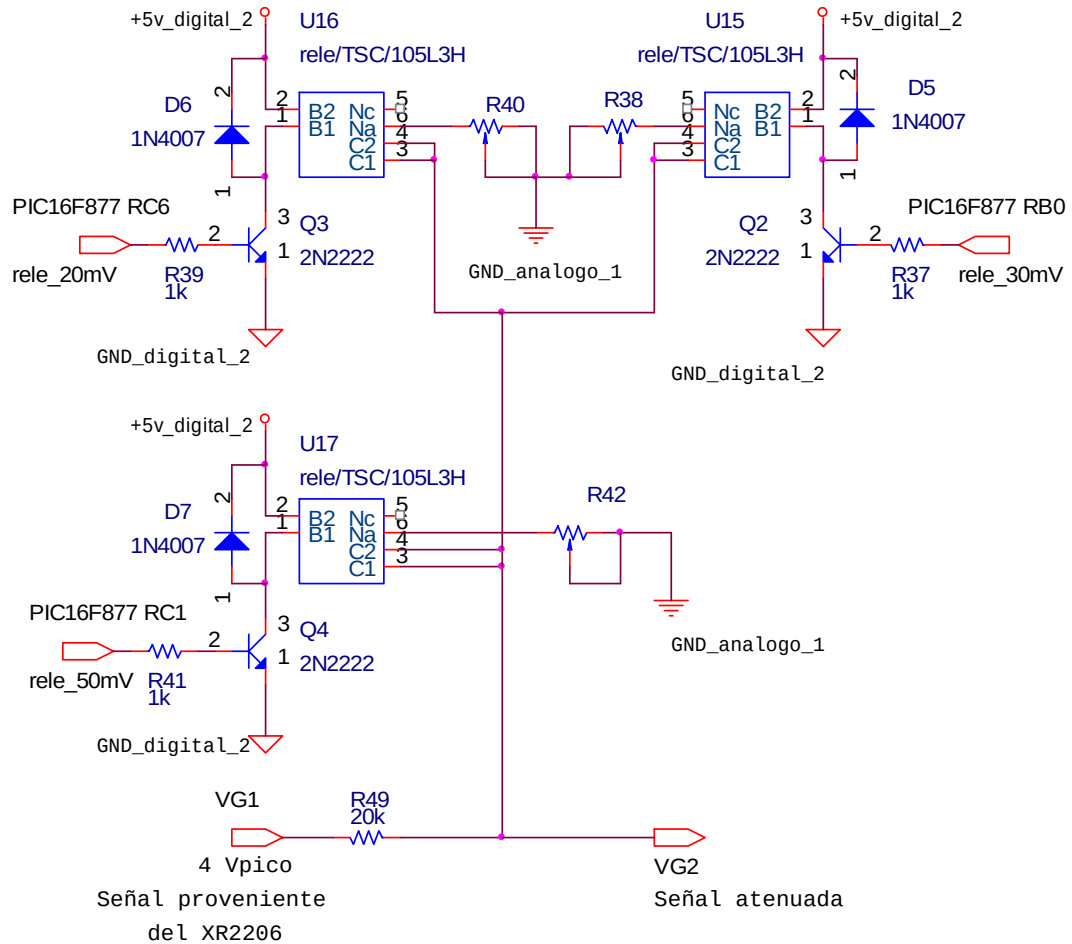
2.3.2 Atenuador

El C.I. XR-2206 genera una señal de amplitud muy grande para ser aplicada directamente a la celda electroquímica; por lo tanto se hizo necesario atenuar la señal de salida del generador. La señal proveniente del XR2206 (VG1) es

máximo de 4Vpico y debe ser atenuada para obtener 50mVp-p, 35mVp-p y 20mVp-p, ya que estas son las tres diferentes tensiones de salida del prototipo para las cuales se diseñó. Para lograr este objetivo se probaron varios métodos pero fue con un divisor resistivo con el que se obtuvo una señal atenuada de mejor calidad, amplitud constante en el rango de frecuencias y sin cambios en fase.

La selección de la tensión de salida del MIE se realiza mediante tres relés (U15, U16 y U17) y tres potenciómetros (R38, R40 y R42, uno para cada tensión de salida), controlados por el microcontrolador PIC16F877 a través de RB0 para 35mVp-p, RC6 para 20mVp-p y RC1 para 50mVp-p y los cuales son seleccionados por el usuario al inicio de la prueba.

Figura 9 Atenuador



Fuente: Autores del Proyecto

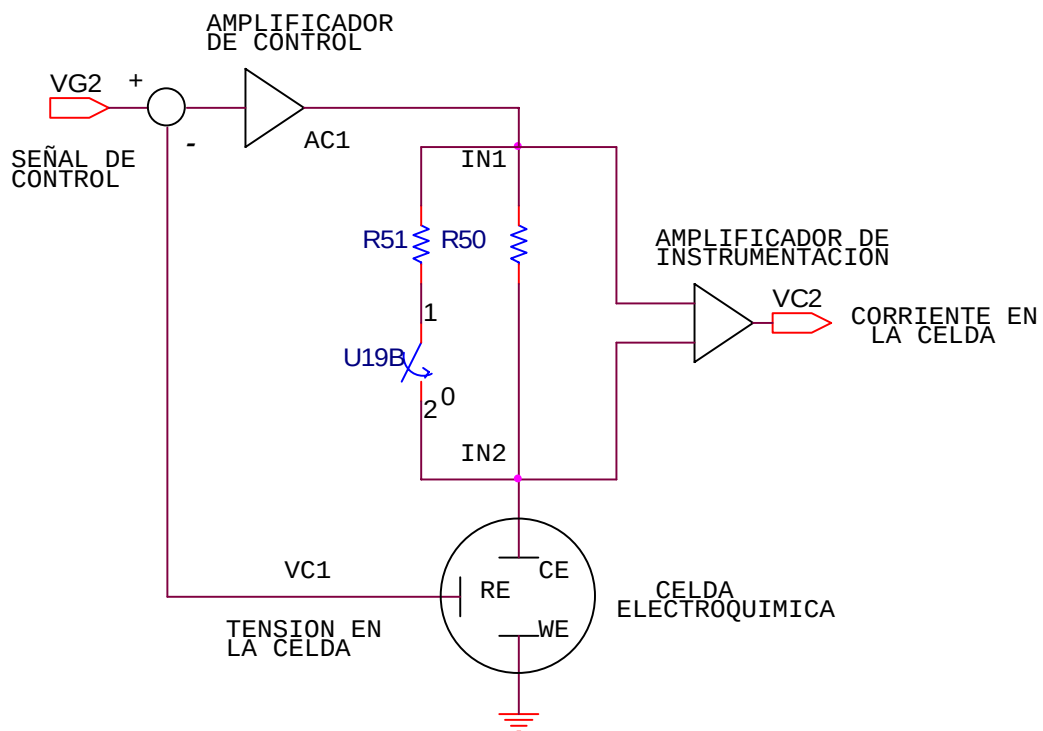
La señal atenuada (VG2) se conecta al amplificador de control en la etapa de realimentación.

2.4 GENERACION DE AMPLITUD CONSTANTE

El circuito de generación de amplitud constante se encarga de mantener una tensión constante entre el electrodo de trabajo (WE) y el electrodo de referencia (RE), en una celda electroquímica. La tensión debe mantenerse a pesar de que se presenten variaciones de la corriente electrolítica, de la

solución, la temperatura u otros factores. La corriente se suministra a la celda por medio del contra electrodo (CE). El diagrama esquemático se muestra en la Figura 10.

Figura 10 Diagrama esquemático del circuito de generación de amplitud constante



Fuente: Autores del Proyecto

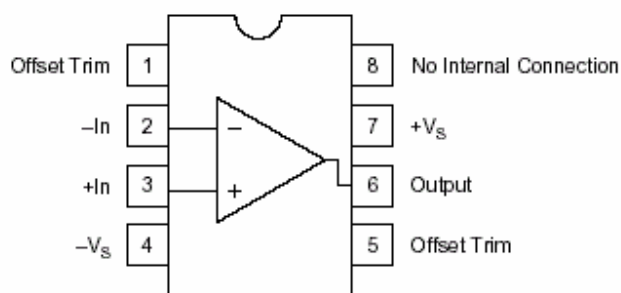
El potencial deseado (VG2) se aplica al circuito mediante la señal de control y a su vez es comparado con el potencial del electrodo de trabajo (VC1) respecto al electrodo de referencia. La diferencia o señal de error entre estos dos potenciales es realimentada mediante el amplificador de control (AC1), para mantener el potencial de la celda igual al de la señal de control. La corriente de la celda se mide mediante un amplificador de instrumentación

conectado a dos resistencias de “*Shunt*” (R50 y R51) las cuales se conmutan mediante un interruptor controlado por el microcontrolador PIC16F877 según la corriente que consuma la celda.

2.4.1 Amplificador de Control OPA604

En la se muestra el esquema del amplificador de control OPA604

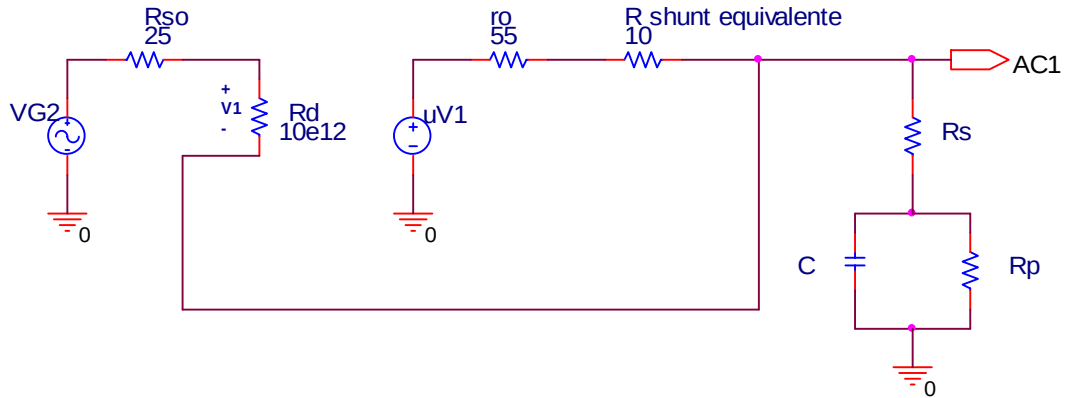
Figura 11 Esquema del amplificador OPA604



Fuente: Hoja de datos Burr Brown OPA604

El OPA604 realiza la función del amplificador de control; éste debe asegurar una tensión constante entre el electrodo de trabajo (WE) y el electrodo de referencia (RE) en la celda electroquímica y así mismo tener un ancho de banda suficiente para al rango de frecuencias de trabajo.

Figura 12 Circuito equivalente del amplificador de control



Fuente: Autores del Proyecto

El circuito equivalente del amplificador de control consta de una resistencia de salida de la fuente $R_{so}=25\Omega$, una resistencia diferencial de entrada $R_d=10^{12}\Omega$, una resistencia de salida $r_o=55\Omega$ y una ganancia de lazo abierto de $u=100\text{dB}$ ($u=100000\text{V/V}$) como se muestra en la Figura 12. La función de transferencia del OPA604 en lazo abierto es la siguiente:

$$A_{la} = \frac{u}{1 + \frac{jw}{w_b}} = \frac{100000}{1 + \frac{jw}{1256.63}}$$

Ecuación 4

Sin embargo, al tener en cuenta la carga, la función de transferencia del amplificador cambia, pues la carga es dependiente de la frecuencia, y esto altera la ganancia y los polos del sistema. La función de transferencia de la carga es:

$$Z_L = R_s + \frac{R_p}{1 + j\omega * R_p * C}$$

Ecuación 5

La nueva ganancia teniendo en cuenta los parámetros del OPA604 y la carga queda así:

$$A = \frac{u * Z_L * \frac{R_d}{R_d + R_{so}}}{Z_L + r_o + R_{sh}}$$

Ecuación 6

Entonces la función de transferencia en lazo abierto del OPA604 teniendo en cuenta la carga es:

$$A_s = \frac{A}{1 + \frac{j\omega}{\omega_b}}$$

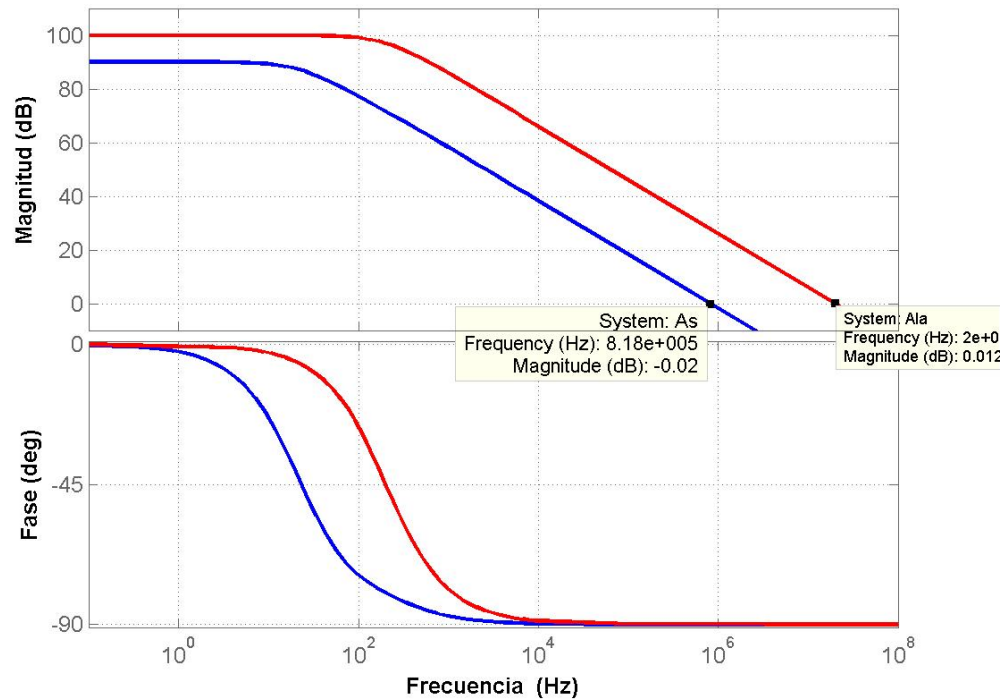
Ecuación 7

Como ejemplo, usando como valores para la carga, los de una celda Dummy según la norma ASTM, se tiene que $R_s=10\Omega$, $R_p=100\Omega$ y $C=100\mu F$. Así la función de transferencia queda:

$$A_s = \frac{5129130.86(j\omega + 1100)}{(j\omega + 140.8)(j\omega + 1257)}$$

Ecuación 8

Figura 13 Diagrama de Bode para el OPA604 en lazo abierto con y sin carga



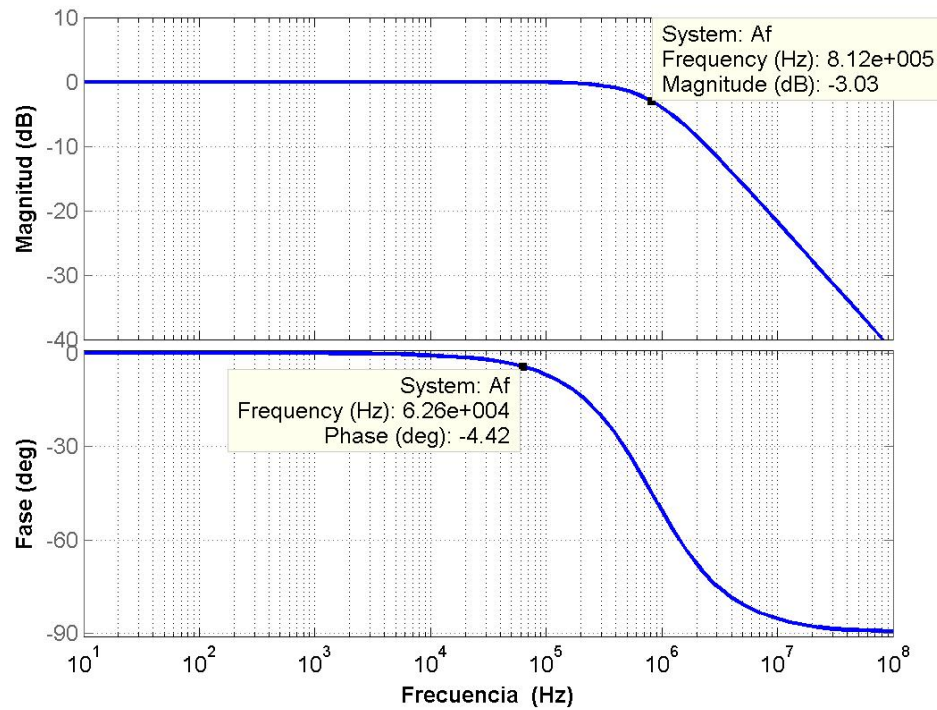
Fuente: Autores del Proyecto

Se observa como la carga afecta la ganancia y el ancho de banda del amplificador operacional en lazo abierto pasando de tener un producto de ancho de banda de $f_{b1}=20\text{MHz}$ a un producto de ancho de banda con carga de $f_{b2}=816\text{kHz}$. De igual manera, el efecto de la carga se observa en el sistema con realimentación. La Figura 12 muestra que $\beta=1$, entonces la función de transferencia con realimentación y efecto de la carga es:

$$A_f = \frac{A_s}{1 + A_s \beta} = \frac{5129130.86}{(j\omega + 5.129e6)}$$

Ecuación 9

Figura 14 Diagrama de Bode del OPA604 con realimentación y efecto de la carga



Fuente: Autores del Proyecto

De la Ecuación 9 se ve que la frecuencia de -3dB es $f_b=814.8\text{kHz}$. El error de fase para $f=62\text{kHz}$ es 4.34° y para una década antes ($f=10\text{kHz}$) es 0.7° . Estos errores de fase pueden considerarse tolerables para el rango de trabajo del MIE, ya que para el rango comprendido entre 10kHz y 62kHz el error no afectara el resultado final de la prueba, puesto que ninguna celda tendrá un desfase máximo aquí, según se puede ver en el ANEXO B.

2.5 MEDICION DE CORRIENTE Y DETECTOR DE PICO

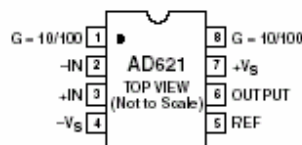
La medición de la corriente que consume la celda se realiza por medio de dos resistencias de “*shunt*” (R50 y R51) conectada al amplificador de instrumentación en configuración de convertidor corriente voltaje.

2.5.1 Medición de Corriente

- **Amplificador de Instrumentación AD621.**

En la Figura 15 se presenta el esquema del amplificador de instrumentación AD621 de Analog Devices.

Figura 15 Amplificador de Instrumentación AD621



Fuente: Hoja de datos Analog Devices AD621

El AD621 puede ser configurado para obtener ganancias entre 10 y 100, simplemente conectando una resistencia externa entre los pines 1 y 10. Para ganancia 10 los pines 1 y 10 se dejan libres, mientras que para ganancia 100, se cortocircuitan. La ecuación de ganancia es la siguiente:

$$G = 1 + \frac{9(R_x + 6,111.111)}{(R_x + 555.111)}$$

Ecuación 10

Fuente: Hoja de datos Analog Devices AD621

El AD621 trabaja con dos ganancias, 10V/V y 100V/V, las cuales se conmutan mediante un microrelé controlado por el microcontrolador PIC16F877 con el puerto RA3. La tensión de salida del AD621 depende de la corriente que consume la celda, la ganancia del amplificador y la resistencia de “shunt”.

$$V_{C2} = i_{CELDA} R_{shunt} G$$

Ecuación 11

Donde:

V_{C2} : Tensión de salida del AD621

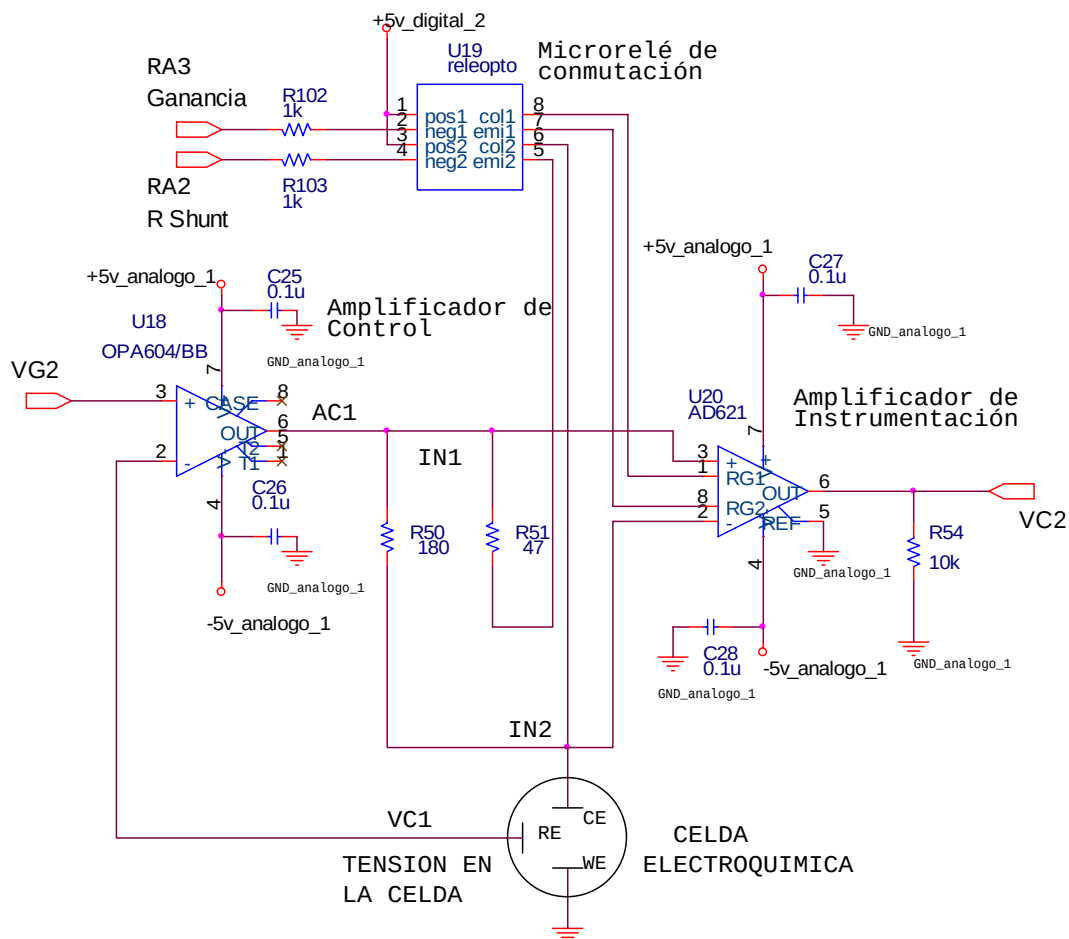
I_{CELDA} : Corriente en la celda

R_{shunt} : Resistencia equivalente de “shunt”

G: Ganancia del AD621.

La selección adecuada de la ganancia y la resistencia de “shunt” debe asegurar el cumplimiento de dos condiciones: 1. que el amplificador de instrumentación no se sature (no sobrepase 2Vp) y 2. que el voltaje de salida del AD621 no caiga por debajo de 500mVp, con el fin de asegurar una buena digitalización de la señal de corriente, como se verá más adelante. Se pueden obtener dos valores de resistencia de “shunt” debido a la configuración en paralelo de éstas ($R50=180\Omega$ o $R50//R51=37.26\Omega$) los cuales se seleccionaran mediante un microrelé controlado por el microcontrolador PIC16F877 a través del puerto RA2

Figura 16 Configuración para la medición de corriente.



Fuente: Autores del proyecto.

Cuadro 3 Rangos de corriente en la celda que puede medir el MIE

Valor de R_{shunt}	V_{inst}	Ganancia (G)	i_{CELDA}
180 Ω	2Vp	100V/V	0.111mA
	500mVp		27.5uA
37.26 Ω	2Vp		0.536mA
	500mVp		0.134mA
180 Ω	2Vp	10V/V	1.11mA
	500mVp		0.27mA
37.26 Ω	2Vp		5.36mA
	500mVp		1.34mA

Fuente: Autores del proyecto.

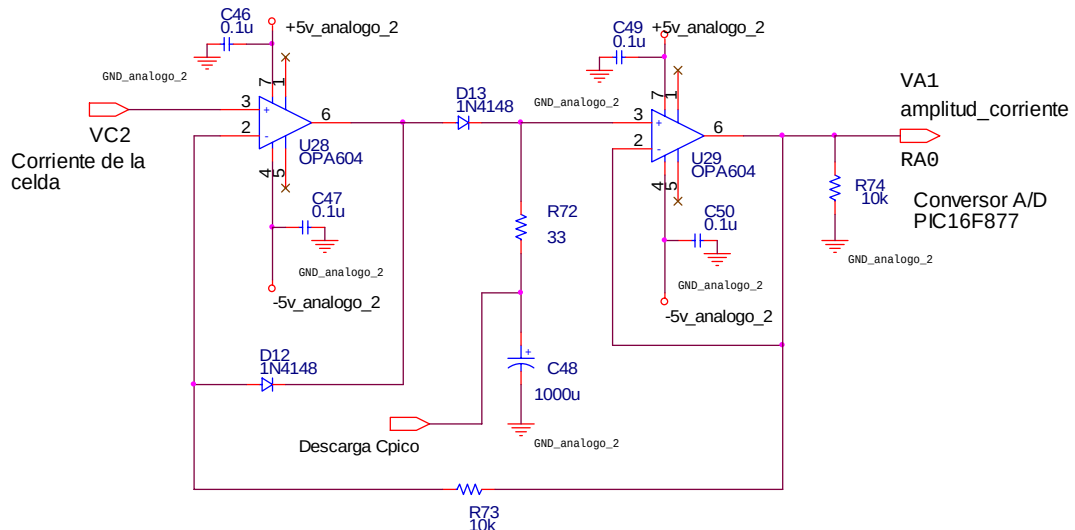
Esto quiere decir que el rango de corriente que es capaz de medir el MIE se encuentra entre 27.5uA y 5.36mA. Este rango de corriente determina los valores equivalentes de la celda electroquímica que podrá medir el MIE. Estos valores se encuentran determinados en el ANEXO B.

2.5.2 Detector de Pico

El detector de pico tiene como función entregar un valor de tensión DC equivalente el valor pico de la señal de tensión a la salida de los amplificadores de instrumentación. Este circuito sigue los picos de voltaje de una señal y almacena en un condensador el valor máximo que se haya alcanzado para cada nueva frecuencia durante el proceso. Cuando llega una señal de pico mayor se almacena este nuevo valor. El voltaje de pico más elevado se almacena para cada nueva frecuencia hasta que se produce la descarga del condensador por medio de un interruptor, activado por un relé

controlado por el microcontrolador. Esta descarga se realiza al pasar de una frecuencias a otra.

Figura 17 Detector de Pico



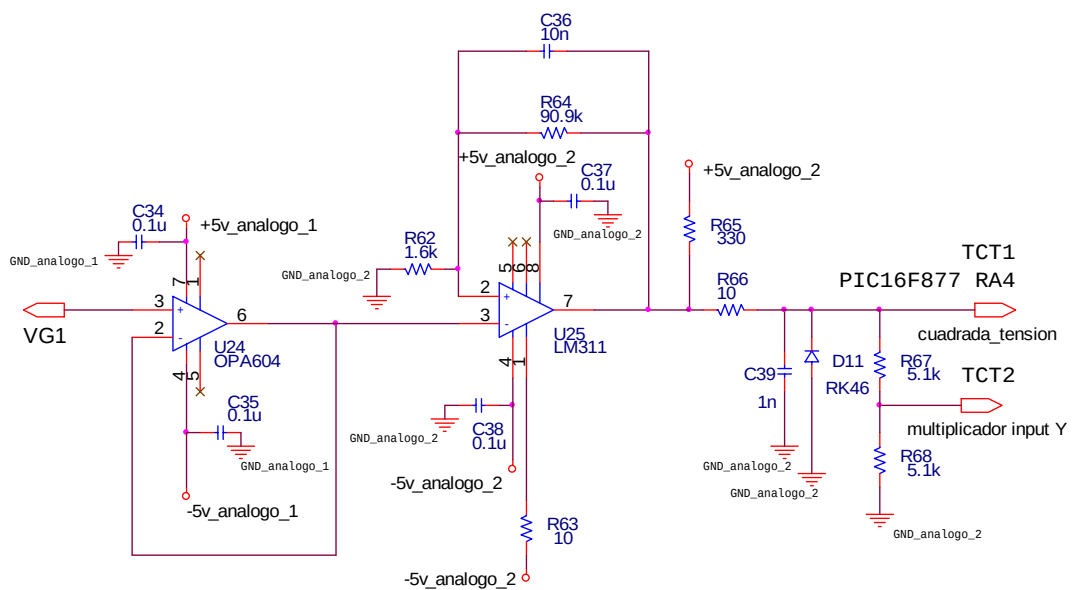
Fuente: COUGHLIN, Robert y DRISCOLL, Frederick. Amplificadores Operacionales y circuitos Integrados Lineales. Quinta Edición. México: Prentice Hall, 1999. 552p.

Este circuito consta de dos amplificadores operacionales, dos diodos, dos resistencias y un condensador de retención. El amplificador operacional U28 es un rectificador de media onda de precisión, que carga a C48 sólo cuando la tensión de entrada, V_{C2} , excede el voltaje del capacitor, V_c . El amplificador operacional U29 es un seguidor de voltaje cuya señal de salida ($VA1$) es igual a V_c . La alta impedancia de entrada del seguidor ($10^{12}\Omega$) no permite que el condensador se descargue de manera apreciable.

2.6 COMPARADORES

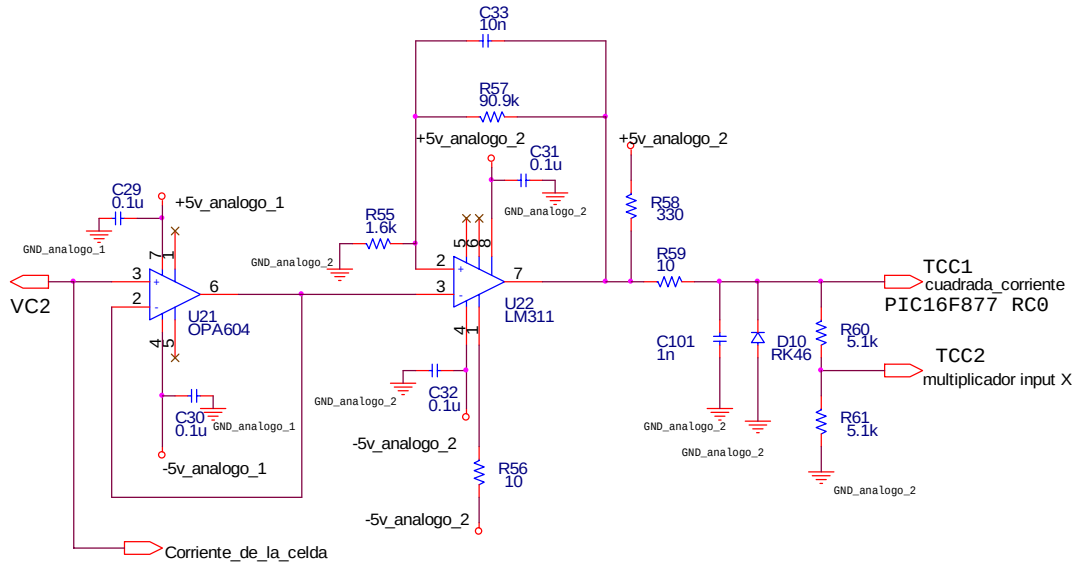
Los comparadores son una etapa de acondicionamiento encargada de ajustar las señales de entrada al circuito detector de fase por hardware y a los temporizadores en el microcontrolador PIC16F84. Básicamente convierten las señales senoidales de entrada en señales cuadradas con niveles entre 0V y 5V. Las señales de entrada de este circuito son: la tensión de salida del generador (V_{G1}) equivalente a la tensión en la celda (diferente amplitud pero igual fase) y la tensión a la salida del circuito medidor de corriente (V_{C2}).

Figura 18 Circuito comparador para la señal de tensión de la celda.



Fuente: Autores del proyecto.

Figura 19 Circuito comparador para la señal de corriente de la celda.



Fuente: Autores del proyecto.

El funcionamiento del circuito es igual para ambos casos. El comparador LM311 es un circuito detector de cruce por cero con histéresis. Recibe una señal senoidal y la convierte en una señal bipolar cuadrada ($\pm 5V$). Ésta señal es acondicionada a niveles TTL (0V y 5V) mediante el diodo “shotky” RK46.

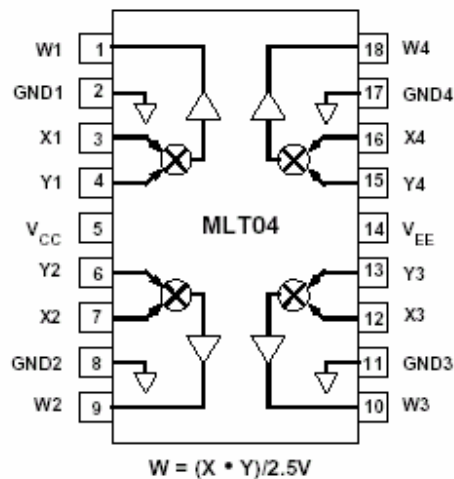
Las señales de salida de los comparadores (TCT1 y TCC1) se atenúan con un divisor resistivo para acondicionar las señales de entrada al multiplicador. A la salida de esta etapa se tienen dos señales cuadradas de 2.5V de amplitud (TCT2 y TCC2), que representan a las dos señales de entrada citadas anteriormente (VG1 y VC2).

2.7 MULTIPLICADOR

Los multiplicadores analógicos son formados por amplificadores, diodos y otros elementos de circuitos disponibles en forma de circuito integrado. Entre

algunas de sus aplicaciones figuran las siguientes: (1) medición de potencia; (2) corrimiento de frecuencia; (3) detección de diferencia del ángulo de fase que existe entre dos señales, las cuales tienen la misma frecuencia; (4) multiplicación de dos señales; (5) división de una señal entre otra, y muchas otras*. En la Figura 20 se muestra el diagrama del multiplicador de cuatro cuadrantes MLT04 de Analog Devices.

Figura 20 Diagrama del multiplicador AD835



Fuente: Hoja de Datos Analog Device MLT04

Este dispositivo es un multiplicador analógico de cuatro cuadrantes. Este genera un producto lineal de sus voltajes de entrada con una frecuencia de -3 dB de 8 MHz. El rango de la tensión de entrada es de $\pm 2.5V$. Su impedancia diferencial de entrada es alta ($1M\Omega \parallel 3 pF$).

* Fuente: COUGHLIN, Robert y DRISCOLL, Frederick. Amplificadores Operacionales y circuitos Integrados Lineales. Quinta Edición. México: Prentice Hall, 1999. 552p.

Offset de Voltaje de $\pm 10\text{mV}$. Slew Rate de 53 V/us . Densidad Espectral de Ruido de Voltaje de $0.3\mu\text{V}/\sqrt{\text{Hz}}$. La tensión de la fuente de alimentación normal es de $\pm 5\text{ V}$. El usuario no necesita servirse de componentes externos ni efectuar calibración alguna. El voltaje de salida del multiplicador se puede expresar según la siguiente ecuación:

$$W = \frac{X * Y}{2.5V}$$

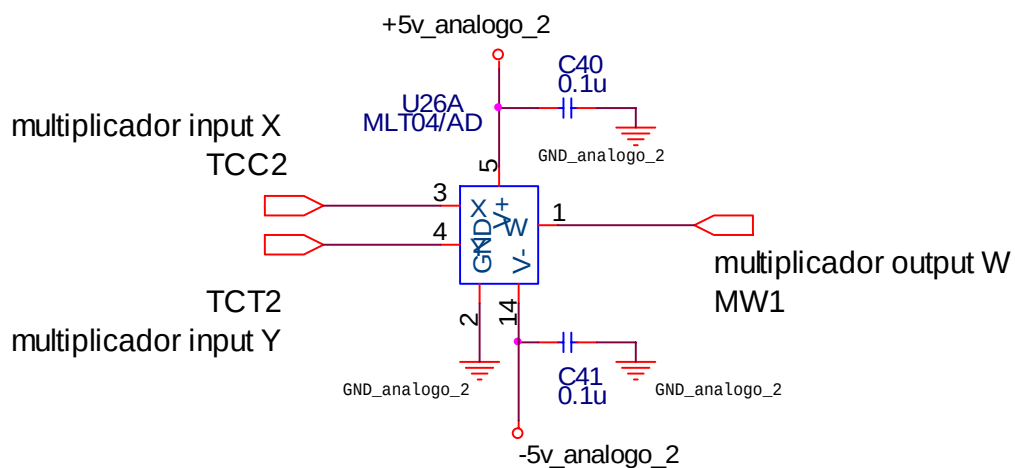
Ecuación 12

Fuente: Hoja de Datos Analog Devices MLT04

Donde:

W : Voltaje de Salida
X : Voltaje de entrada
Y : Voltaje de entrada

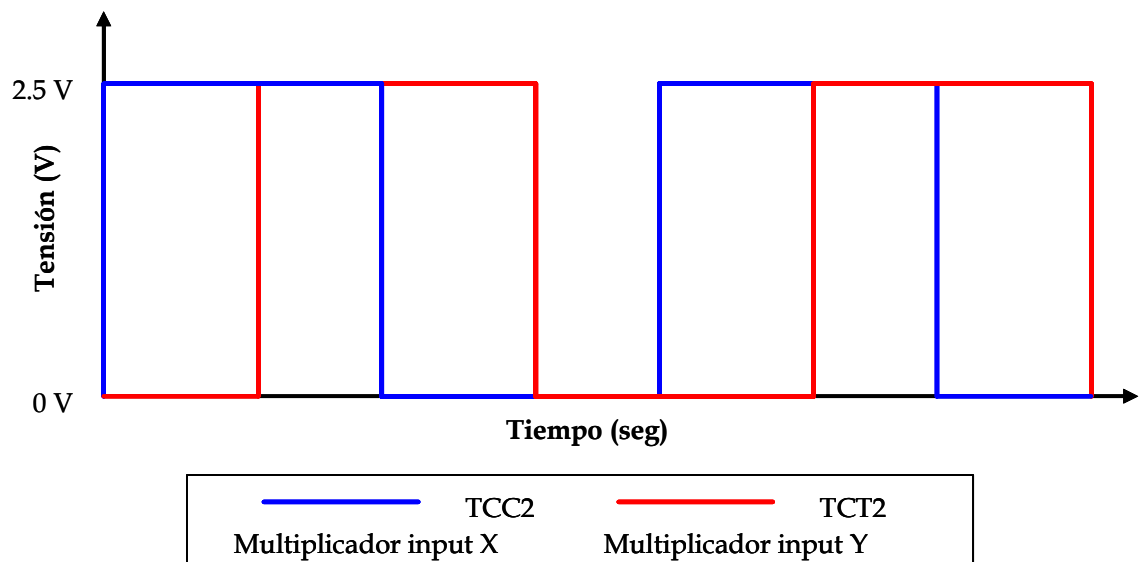
Figura 21 Diagrama de conexiones del multiplicador MLT04



Fuente: Hoja de Datos Analog Device MLT04

2.7.1 Señales del multiplicador

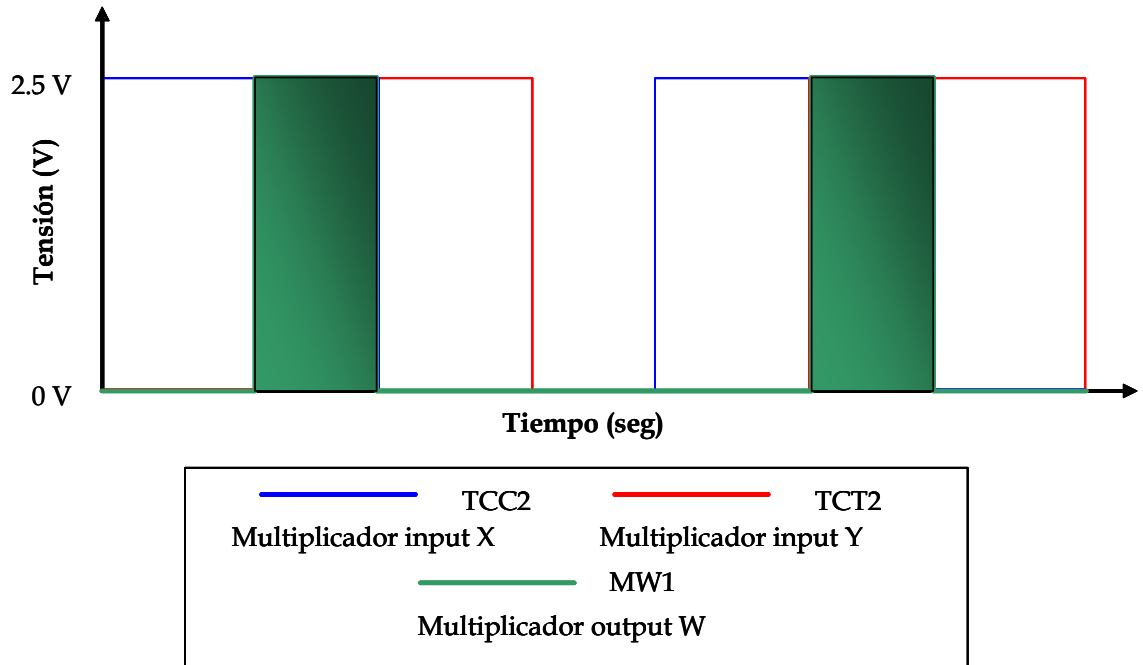
Figura 22 Ondas de entrada al multiplicador



Fuente: Autores de l Proyecto

La señal de salida del multiplicador se obtiene al multiplicar las dos señales provenientes de los comparadores, lo cual da como resultado, una señal cuadrada de la misma frecuencia y amplitud $V_O = V_1 \cdot V_2 / 2.5V$ igual a $2.5 \cdot 2.5 / 2.5 = 2.5V$.

Figura 23 Onda de salida multiplicador



Fuente: Autores del Proyecto

Como se ve en la Figura 23 la señal cuadrada de salida del multiplicador tiene un valor medio que está determinado por el ángulo de fase (α) entre las dos señales de entrada según la siguiente ecuación:

$$V_{OM} = \frac{1}{2\pi} \int_{\alpha}^{\pi} V_o d\omega t = \frac{V_o}{2} \left(1 - \frac{\alpha}{\pi} \right)$$

Ecuación 13

$$\alpha = \left(1 - \frac{2V_{OM}}{V_o} \right) * \pi$$

Ecuación 14

Fuente: Autores del Proyecto

Donde:

V_{OM} : Voltaje medio de la onda de salida del multiplicador

V_O : Voltaje máximo de la onda de salida del multiplicador

α : ángulo de fase entre las dos señales de entrada al multiplicador

Con estas ecuaciones es posible determinar el ángulo de fase, conociendo el valor medio de salida del multiplicador y el valor máximo. El rango posible de fase a medir está entre 0° y 180° . Sin embargo este circuito no permite determinar si el desfasaje es en adelante o en atraso, lo cual no es relevante ya que la celda siempre presenta un efecto capacitivo.

El voltaje medio de salida para diferentes ángulos se muestra en el siguiente cuadro:

Cuadro 4 Voltajes de salida del multiplicador para diferentes fases en el MIE2

Ángulo de Fase (α)	Voltaje Medio de la onda de salida del Multiplicador (V_{OM})
0°	+1.25V
30°	+1.04V
60°	+0.83V
90°	+0.62V
120°	+0.42V
150°	+0.21V
180°	0V

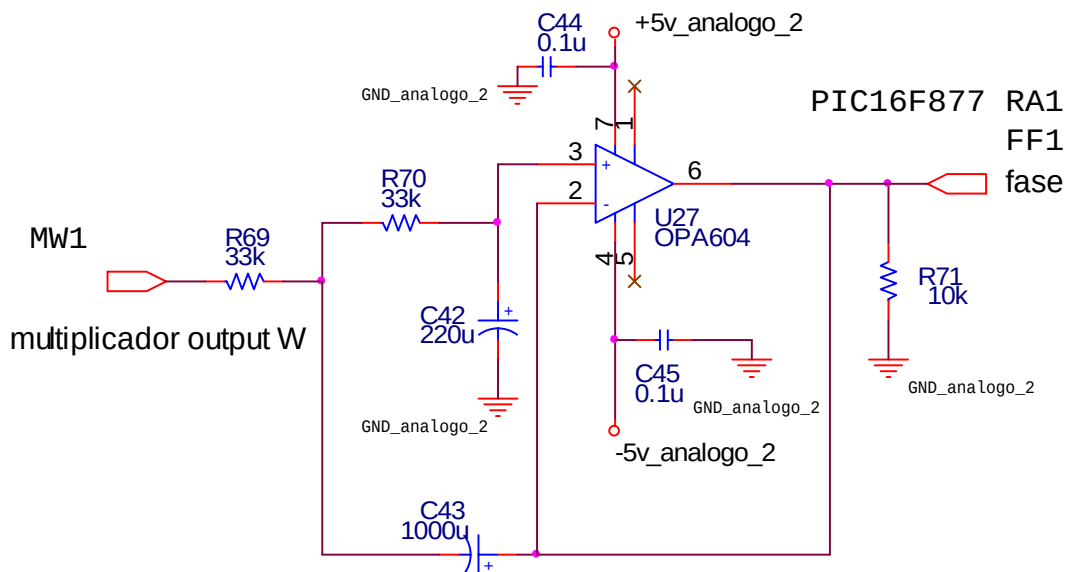
Fuente: Autores del Proyecto

2.7.2 Filtro Pasabajas

Dado que la señal de salida del multiplicador consta de una señal de continua y de componentes de alta frecuencia, es necesario realizar un filtrado para

obtener a la salida únicamente la señal de interés, que en este caso es la señal de continua. El filtro es activo de segundo orden y se implemento con el amplificador operacional OPA604. En la Figura 24 se muestra el esquema del filtro.

Figura 24 Esquema del Filtro Pasabajas.



Fuente: Autores del Proyecto

Este filtro se realiza con una red RC y un amplificador operacional de ganancia unitaria. La frecuencia de corte de -3dB del filtro es de 30mHz, utilizando para esto un $C=1000\mu\text{F}$, $C=220\mu\text{F}$ y $R_1=R_2=33\text{k}\Omega$.

2.8 MODULO DE CONTROL

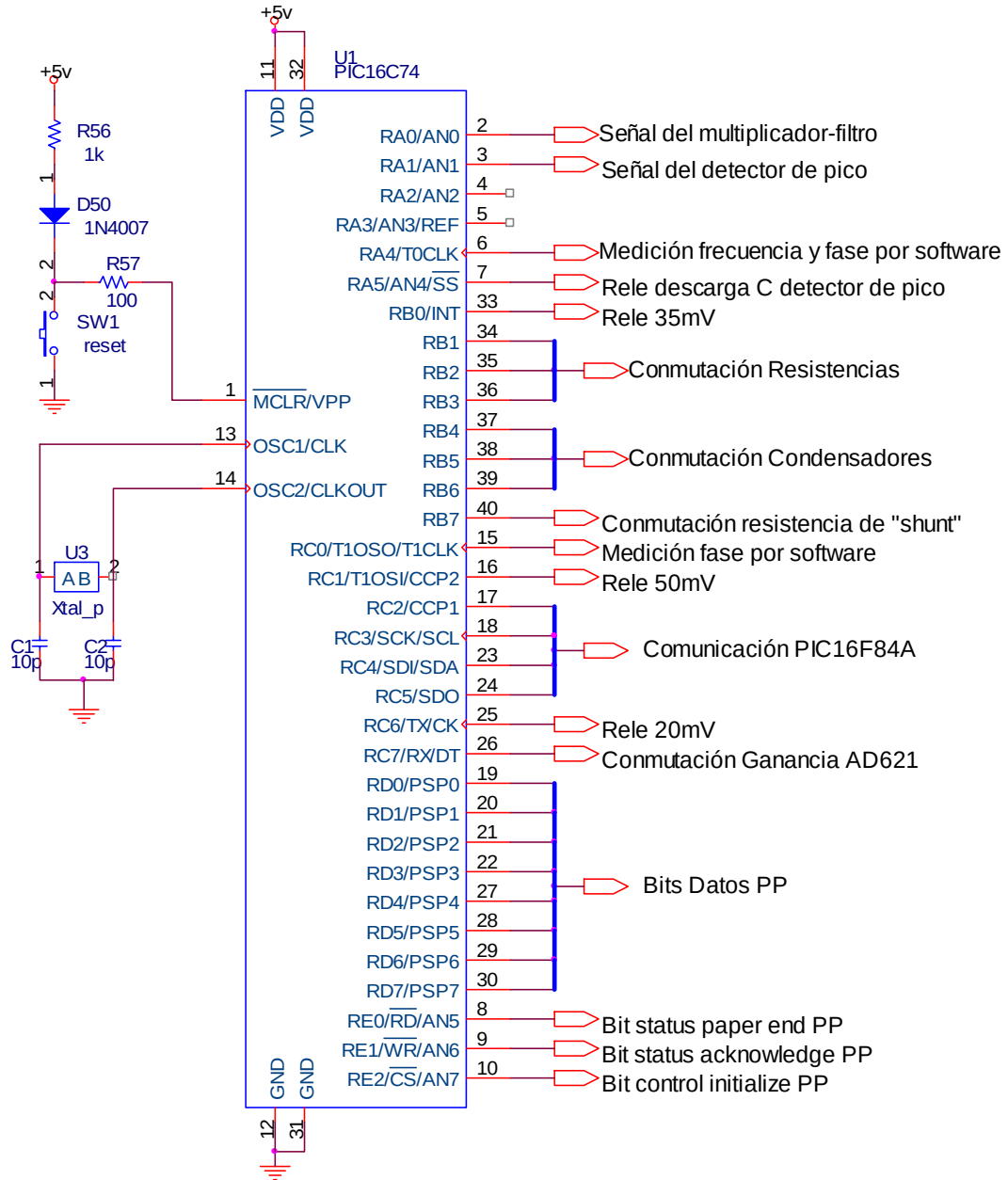
2.8.1 Microcontrolador PIC16F877

En este microcontrolador se concentra gran parte del funcionamiento del MIE; la conmutación de resistencias y condensadores para el cambio de frecuencia, la medición de algunos parámetros como corriente, fase y frecuencia, almacenamiento en memoria de los datos y posterior transferencia de estos a un PC son algunas de las tareas encargadas a este dispositivo.

El microcontrolador PIC16F877 de microchip fue el elegido para administrar y controlar el funcionamiento del sistema y realizar las funciones anteriormente descritas. Este microcontrolador de 40 pines posee, entre otras características, las siguientes:

- 5 puertos con un total de 33 líneas E/S.
- Conversor A/D de 10 bits con 8 canales de entrada.
- Puerta paralela esclava.
- 8 K palabras de 14 bits para la Memoria de Código tipo FLASH
- 368 y 256 bytes de Memoria de Datos RAM y EEPROM respectivamente.
- 3 Temporizadores-Contadores con diferentes características.

Figura 25 Diagrama de Pines del Microcontrolador PIC16F877



Fuente: Autores del proyecto

Con una frecuencia de hasta 20MHz se logra una velocidad de $0,2 \mu s$ por instrucción, excepto en las instrucciones de salto donde la velocidad se

reduce a la mitad y el tiempo se duplica a $0,4 \mu\text{s}$ por instrucción. Este tipo de microcontroladores posee arquitectura RISC avanzada con un juego de 35 instrucciones de 14 bits de longitud con lo cual se hace más sencillo su manejo y programación. Posee algunas opciones adicionales como un modo SLEEP de bajo consumo de energía, perro guardián (WDT) y protección de la memoria de código programable.

Dentro de las funciones encargadas al microcontrolador tal vez la de mayor importancia en el sistema es la conmutación de frecuencias la cual se logra suministrando una secuencia de datos de 6 bits, 3 bits que conectados a un multiplexor controlan la década de frecuencias a trabajar mediante la selección de un condensador y 3 bits igualmente conectados a un multiplexor seleccionan la resistencia que determina la frecuencia específica dentro de la década. En total se trabajan hasta 48 frecuencias divididas en 6 décadas sucesivas de 0.1Hz a 100KHz y cada una de estas con hasta 8 valores de frecuencia.

Del conversor analógico-digital de 10 bits fueron utilizados 2 canales, AN0 y AN1, donde se introducen las señales proporcionales a la corriente en la celda y la fase, y provenientes del detector de pico y multiplicador-filtro respectivamente. La resolución del conversor depende de los voltajes de referencia los cuales pueden ser externos, conectados a dos pines específicos en el puerto A, o internos utilizando como referencias el voltaje de alimentación del microcontrolador (+5 [V]) y tierra (gnd). La resolución se obtiene de la siguiente manera:

$$RESOLUCIÓN = \frac{(Vref_{+} - Vref_{-})}{2^{10}} = \frac{Vref}{1024}$$

Ecuación 15

Por ejemplo, en el caso de tener $Vref_{+} = 5[V]$ y $Vref_{-} = 0[V]$ o tierra la resolución sería de $4.8 \left[\frac{mV}{bit} \right]$ aproximadamente; A una entrada analógica de 2 [V] le correspondería una señal digital 0110100000 y para la entrada analógica 0 [V] la salida digital 0000000000 en el conversor.

Complementando las dos mediciones anteriores también se implementaron algoritmos para la medición de frecuencia y fase por software utilizando los 3 temporizadores (timers) que posee el μC y las señales “cuadradas” provenientes de los comparadores y proporcionales al voltaje y corriente en la celda electroquímica.

Los valores resultantes de la conversión A/D y de las mediciones de los temporizadores son almacenados en la memoria FLASH del μC para posteriormente ser transferidos al computador. La transferencia de datos puede realizarse inmediatamente termine el proceso de conmutación de frecuencias o en otro momento ya que los datos en memoria no se pierden al apagar o reinicializar el MIE, solo al sobrescribirlos con una nueva medida. Se utilizan 8 bits de datos y 3 bits de control para la comunicación entre el μC y el PC.

Utilizando otras 4 líneas E/S también se realiza una comunicación con el microcontrolador encargado del manejo del LCD y el cual transmite valores configurados por el usuario como amplitud de la señal de voltaje en la celda y

cantidad de valores de frecuencia por década, adicionalmente también es este microcontrolador PIC16F84A el encargado de entregar al otro μ C las señales de inicio de transferencia de datos o conmutación de frecuencias.

2.9 MODULO DE VISUALIZACION

2.9.1 Microcontrolador PIC16F84A

Con el fin de mejorar la interfaz del medidor de impedancia electroquímica con el usuario se decidió implementar un sistema de visualización y configuración utilizando una pantalla LCD manejada por un microcontrolador. Algunas opciones como la configuración de la amplitud de la señal de voltaje aplicada a la celda y la cantidad de valores por década de frecuencia se pueden seleccionar de manera sencilla mediante tres sencillos pulsadores.

Por defecto, el microcontrolador tiene seleccionados una amplitud de 50 mV pico a pico y 8 valores de frecuencia por década, pero pueden ser escogidos otros 3 diferentes valores de amplitud y entre 2, 4, 6 u 8 valores por década. Estos valores seleccionados son transmitidos al microcontrolador PIC16F877 al inicio de la conmutación de frecuencias y debe tenerse en cuenta en la visualización de los resultados de la medida en el computador. Adicionalmente el usuario puede seleccionar el inicio de una medida o la transferencia de los datos obtenidos en una medida anterior. Durante la transferencia de datos en la pantalla se despliega un mensaje al igual que un indicador de final de transmisión.

Mientras se esta realizando una medida en una celda la pantalla muestra un indicador de porcentaje de la prueba que se va completando y los valores por

década y de amplitud seleccionados para esa prueba en proceso; también se muestra un mensaje que indica el fin de una prueba.

La pantalla LCD utilizada posee dos líneas de 16 caracteres visualizados y 24 adicionales por línea que sirven de almacenamiento de caracteres en el caso de mensajes que rotan de derecha a izquierda o viceversa en la pantalla. Posee 14 pines de los cuales 8 corresponden a pines de datos, 3 de control, 2 de alimentación y 1 conectado a un potenciómetro para el control del contraste. Los datos a la pantalla pueden ser enviados a la pantalla utilizando los 8 bits destinados a ese propósito o realizando una multiplexión y utilizando únicamente 4 líneas de datos; esta multiplexión la realiza internamente la pantalla.

Los tres pines de control manejan: habilitación o deshabilitación de la pantalla, selección de lectura o escritura de datos en pantalla (en nuestro caso solo se escriben datos en el módulo LCD) y selección de la correspondencia de los datos entrantes por los pines de datos a una instrucción o un caracter. La alimentación de la pantalla se obtiene de una fuente de 5 [V] y tierra.

El funcionamiento de la pantalla es muy sencillo y solo requiere de una configuración inicial en la cual se le especifican entre otras cosas la cantidad de líneas a utilizar (1 o 2), el tamaño del bus de datos (4 u 8) y la configuración del cursor. Posteriormente se le enviarán los datos, las direcciones donde estos se van a desplegar y comandos de configuración en caso de ser necesarios como por ejemplo el borrado de la pantalla y otros. Es importante garantizarle a la pantalla los tiempos requeridos para la estabilización de voltajes internos al inicio y de lectura de datos o instrucciones.

3. SOFTWARE DEL MEDIDOR DE IMPEDANCIA ELECTROQUÍMICA

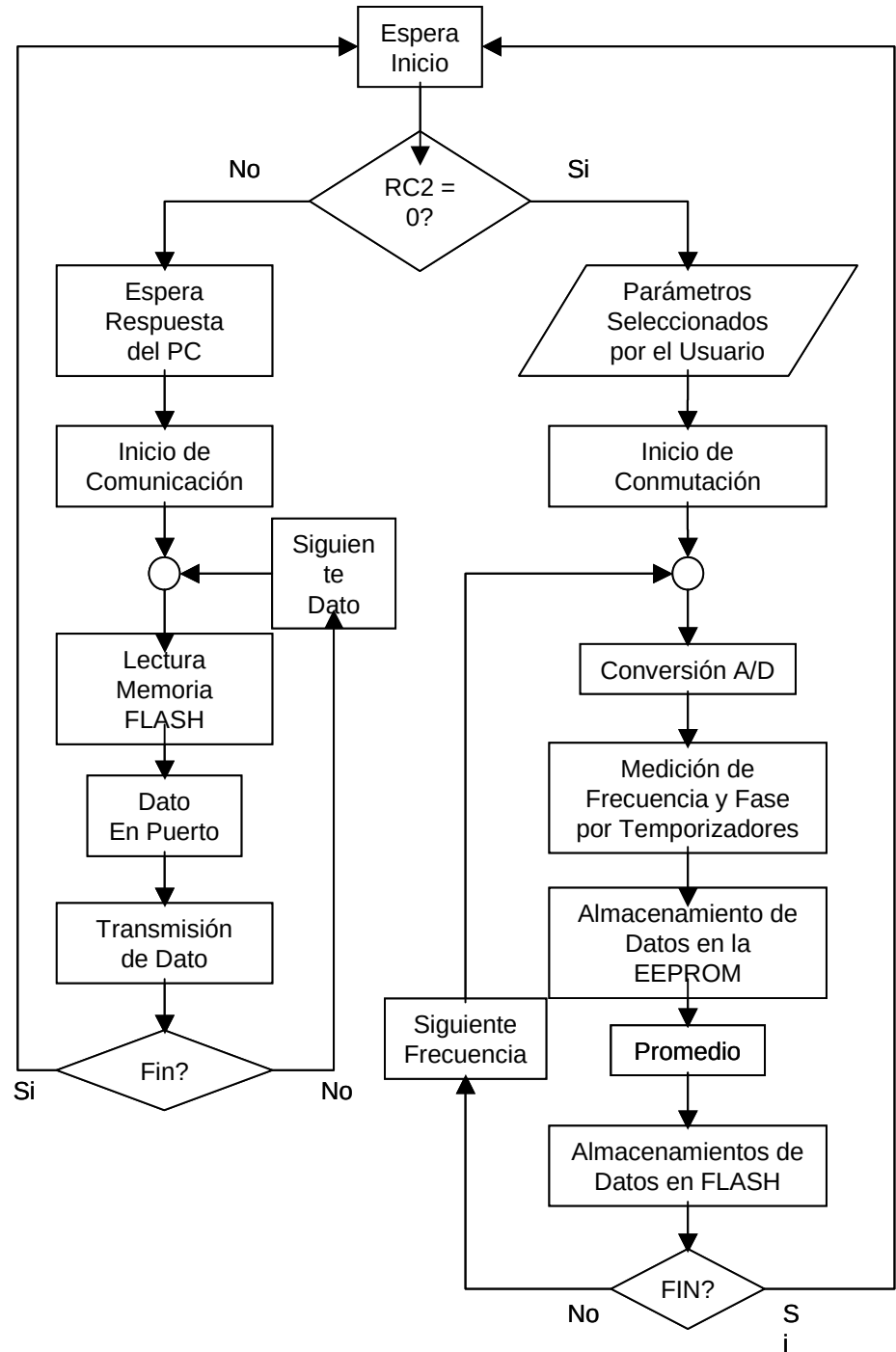
El software del MIE se desarrolló en plataformas de bajo y alto nivel. La programación en bajo nivel se realizó en assembler para los microcontroladores y la de alto nivel se realizó en Labview, para la visualización de las gráficas de Bode y Nyquist.

3.1 PROGRAMACIÓN DEL MICROCONTROLADOR 16F877

En el momento de inicialización del sistema, el μC PIC16F877 queda inmediatamente en un modo de “espera” mientras el usuario configura los parámetros de amplitud de la señal de voltaje de la celda y la cantidad de valores por década, selecciona el modo transferencia o de inicio de conmutación en el modulo de visualización (PIC16F84A + LCD).

El estado de “espera” finaliza en el instante en que sea seleccionada la opción de inicio de transferencia o conmutación en el modulo de visualización y es detectado al recibir un estado alto “1” en el pin RCX del PIC16F877. Después de recibir la orden de inicio el microcontrolador revisa el estado del pin RC2 el cual determina si la selección del usuario ha sido una transferencia o el inicio de una nueva conmutación y medida.

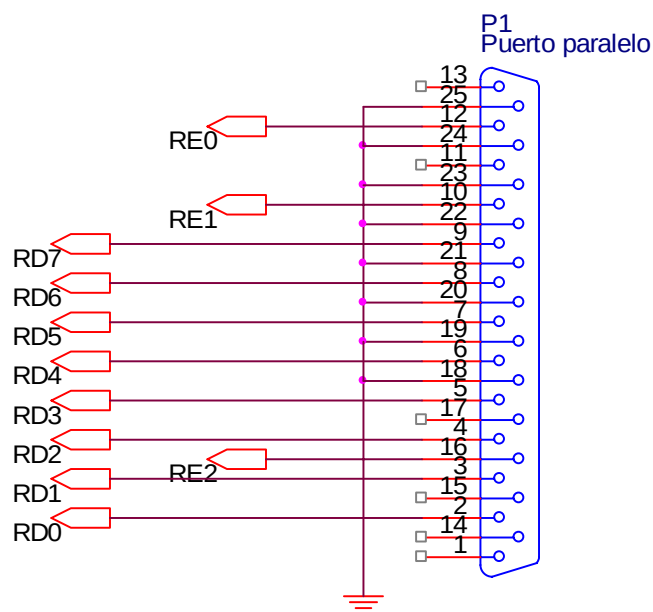
Figura 27 Diagrama de bloques del software del PIC16F877



Fuente: Autores del Proyecto

El PIC16F877 utiliza el puerto D (RD0-RD7) para la transferencia de datos, conectando estos a los pines 2 al 9 del puerto paralelo (registro de datos), el bit RE2 para comunicación del PC al uC conectado al pin 16 (*Initialize printer* del registro de control) y los bits RE0 y RE1 para comunicación del uC al PC conectado a los pines 12 y 10 respectivamente (*paper end* y *acknowledge* del registro de estado).

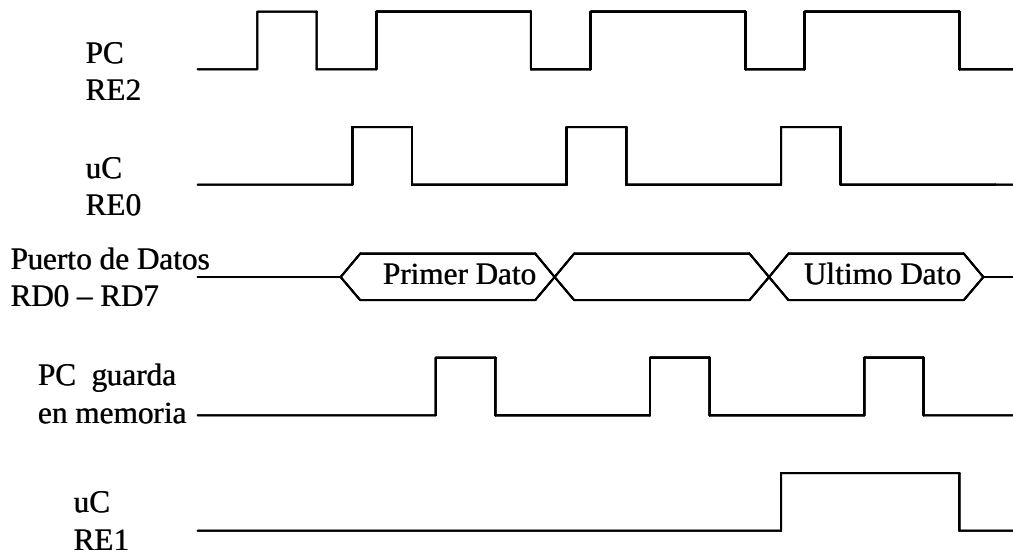
Figura 28 Conexiones del PIC16F877 con el puerto paralelo



Fuente: Autores del Proyecto

La transferencia se realiza mediante la implementación de un protocolo, del cual se muestra un diagrama en la Figura 29

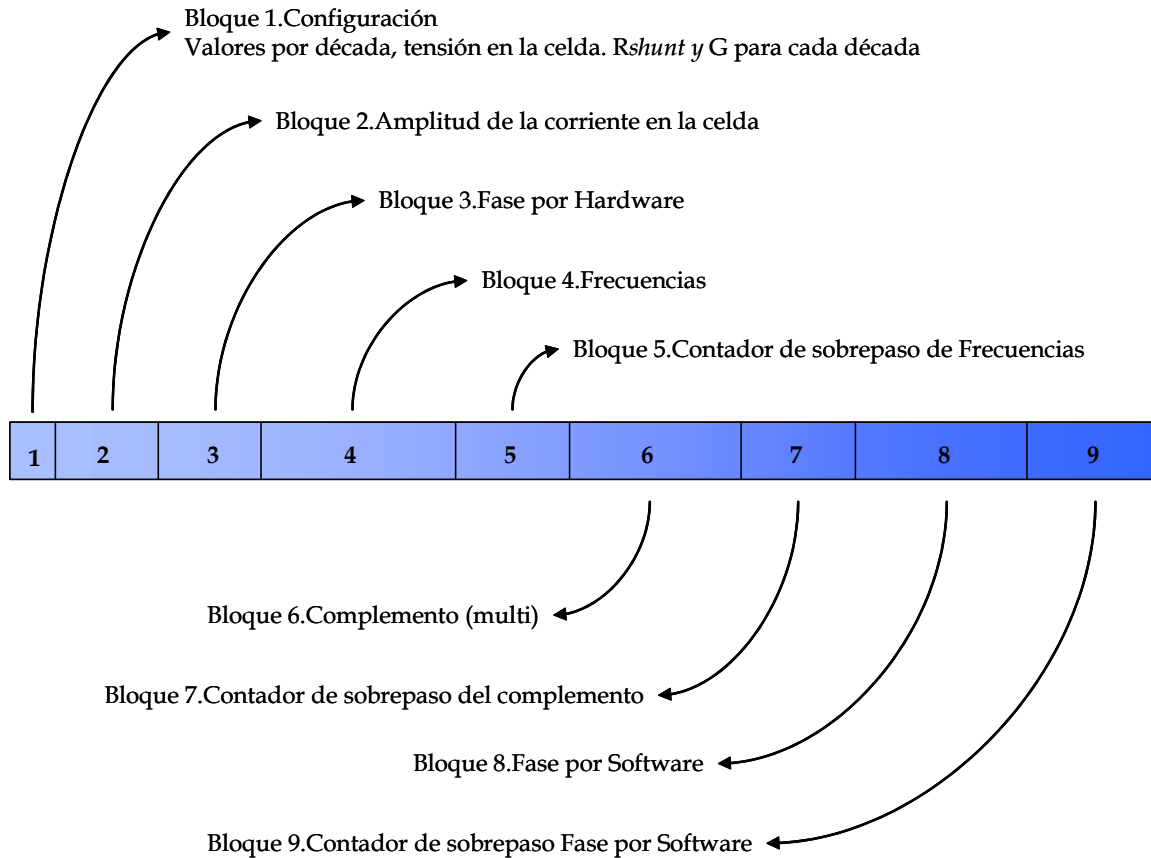
Figura 29 Diagrama del protocolo de transferencia por el puerto paralelo



Fuente: Autores del Proyecto

El proceso comienza cuando el computador envía al uC un “1” y seguidamente un “0” por el bit de control RE2 indicando que el PC esta listo para empezar con la recepción de los datos. El μ C busca en memoria el primer dato y lo coloca en el puerto D de 8 bits, inmediatamente después activa el pin RE0 que le indica al PC que puede leer el dato; el PC envía un “1” por RE2 en señal de respuesta, este bit le indica al uC que el PC está almacenando los datos y por lo tanto no debe colocar un nuevo dato en el bus de datos. En este momento el uC coloca en “0” el bit RE0. El PC almacena el dato en memoria, hecho esto revisa el pin RE1 el cual en caso de estar en “1” le indicará al PC que éste es el último dato enviado por el uC, en caso contrario el PC colocara en “0” el bit RE2 indicándole al uC que puede continuar con el siguiente dato.

Figura 30 Diagrama de datos transferidos desde el μ C al PC.



Fuente: Autores del Proyecto

Los datos se transfieren por bloques (9 bloques en total). En el bloque 1, inicialmente se envían los datos de configuración, 4 Datos; el dato 1 contiene los valores por década, el dato 2 la tensión en la celda, el dato 3 los valores de R_{shunt} para cada década y el dato 4 los valores de ganancia del amplificador de instrumentación también para cada década. El bloque 2 contiene los datos de amplitud de la corriente en la celda. En el bloque 3 se envían los datos de fase medida por hardware a través del multiplicador-filtro. En el bloque 4 la frecuencia medida por software junto con el bloque 5 que contiene los datos de sobrepaso del contador que mide la frecuencia. El

bloque 6 (multi) contiene el ángulo complemento de la fase medida por software, es decir $\text{multi} = 180^\circ - \text{fase}$, junto con el bloque 7 en el que se encuentran los datos de sobrepaso del contador que mide éste ángulo. Este bloque se incluye sólo con fines de comprobación de datos erróneos, por lo cual no son visibles al usuario y tampoco se realizan cálculos con estos datos. En el bloque 8 se envían los datos de fase medida por software junto con el bloque 9 que contiene los datos de sobrepaso del contador que mide la fase. Cabe anotar que en los bloques de frecuencia, multi y fase por software se envían dos datos de 8 bits por cada valor que consta de 16 bits en total.

En el caso en que haya sido escogida la realización de una nueva conmutación y medición de datos el proceso comienza con la transmisión por parte del μC PIC16F84A (módulo de visualización) de los datos correspondientes a la amplitud de la señal de voltaje en la celda y la cantidad de valores de frecuencia por década escogidos por el usuario al PIC16F877.

A continuación se conmutan la resistencia y el condensador que generan la señal de mayor frecuencia y sucesivamente se irán conmutando resistencias y condensadores hasta la última frecuencia (la más baja). La señal aplicada a la celda a cada una de las frecuencias se mantiene un tiempo proporcional a su periodo y que garantice que los parámetros a medir sean correctos. Después de varios periodos de la señal aplicada a la celda a cada una de las frecuencias se procede a la conversión analógica - digital de las señales de amplitud de la corriente y de la fase por hardware. Estos valores resultantes de la conversión A/D se toman 8 veces consecutivas cada uno y se almacenan en memoria EEPROM para posteriormente ser promediados y los valores resultantes ser almacenados en memoria FLASH. La frecuencia y la fase se miden utilizando el temporizador 1 (*timers*) del μC y cambios de nivel de las señales cuadradas de tensión y corriente de la celda. Después de haber sido

tomados los parámetros a todas las frecuencias establecidas el sistema vuelve a su estado inicial a la espera de una transmisión o una nueva medida.

✓ Medición de fase por software

Para la medición de fase por software se utilizó el temporizador 1 implementado en el microcontrolador. El timer 1 (TMR1) se configuró en modo temporizador y este es el encargado de medir el tiempo (fase) que transcurre entre el inicio dado por el cambio de nivel de la señal cuadrada de corriente de alto a bajo y el final dado por el cambio de nivel de la señal de cuadrada de tensión de alto a bajo.

Cuadro 5 Código para medición de fase por software

Etiqueta		Código	Comentario
MEDFASE	clrf	TMR1L	;limpia timer1 bajo
	clrf	TMR1H	;limpia timer1 alto
	clrf	DESB_T1	;limpia desborde de timer1
MEDFASE4	btfs	PORTC,RC0	;comprueba nivel alto en corriente
	goto	MEDFASE4	
MEDFASE1	btfs	PORTC,RC0	;comprueba nivel bajo en corriente
	goto	MEDFASE1	
	bsf	T1CON,TMR1ON	;inicia timer1
MEDFASE2	btfs	PORTA,RA4	;comprueba nivel bajo en tensión
	goto	MEDFASE2	
	bcf	T1CON,TMR1ON	;detiene timer1
	movf	TMR1L,W	
	movwf	FASE_L	;guarda dato bajo de fase
	movf	TMR1H,W	
	movwf	FASE_H	;guarda dato alto de fase
	movf	DESB_T1,W	
	movwf	DESBFASE	;guarda desborde de fase

Una vez terminada la medición de fase, los valores contenidos en el TMR1 y en el registro DESB_T1 son almacenados en la memoria “flash” del microcontrolador.

✓ **Medición de frecuencia por software**

Para la medición de frecuencia por software se utilizó igualmente el temporizador 1 de 16 bits. El timer 1 (TMR1) se configuró en modo temporizador y este es el encargado de medir el tiempo (frecuencia). El timer 1 inicia el conteo una vez se ha comprobado el cambio de nivel de alto a bajo de la señal cuadrada de tensión, la cual será la utilizada para la medición de frecuencia. También se verifica el cambio de nivel de la señal cuadrada de corriente pero sólo para evitar contar falsos cambios de nivel por parte de la señal de tensión. Así que una vez iniciado el timer1 se verifica el cambio de nivel de la señal cuadrada de tensión de bajo a alto y luego de alto a bajo para finalizar el conteo del timer1. Terminada la rutina se almacenan en memoria los datos bajo y alto del timer1 y el contador de sobrepaso del timer1 en la memoria flash.

Cuadro 6 Código para medición de frecuencia por software

Etiqueta	Código		Comentario
MEDFREC	bcf	STATUS,RP0	
	bcf	STATUS,RP1	
	clrf	TMR1L	;limpia timer1 bajo
	clrf	TMR1H	;limpia timer1 alto
	clrf	DESB_T1	;limpia desborde de timer1
MEDFREC4	btfs	PORTA,RA4	;comprueba nivel alto de tensión
	goto	MEDFREC4	
MEDFREC1	btfs	PORTA,RA4	;comprueba nivel bajo de tensión
	goto	MEDFREC1	
	bsf	T1CON,TMR1ON	;inicia timer1
MEDFREC5	btfs	PORTC,RC0	;comprueba nivel alto de corriente
	goto	MEDFREC5	
MEDFREC2	btfs	PORTA,RA4	;comprueba nivel alto de tensión
	goto	MEDFREC2	
MEDFREC6	btfs	PORTC,RC0	;comprueba nivel bajo de corriente
	goto	MEDFREC6	
MEDFREC3	btfs	PORTA,RA4	;comprueba nivel bajo de tensión
	goto	MEDFREC3	
	bcf	T1CON,TMR1ON	;detiene timer1
	movf	TMR1L,W	
	movwf	FREC_L	;guarda dato bajo de frecuencia
	movf	TMR1H,W	
	movwf	FREC_H	;guarda dato alto de frecuencia
	movf	DESB_T1,W	
	movwf	DESBFREC	;guarda desborde de frecuencia

Fuente: Autores del Proyecto

✓ Rutina de promedio de datos

El conversor A/D digitaliza las señales de tensión y fase por hardware. En cada frecuencia se adquieren 8 muestras para cada señal. Estas 8 muestras se promedian para reducir errores de medición. Los valores adquiridos se guardan en la memoria EEPROM y luego se suman. Hay que tener en cuenta que el conversor A/D es de 10bits y la memoria EEPROM es de 8 bits por lo que hay que guardar dos registros por cada dato adquirido. La suma de 8 datos de 10 bits puede dar como máximo un registro de 13 bits, por lo que se trabajan dos registros de 8 bits. La suma se realiza mediante la instrucción “*addwf*” y se debe tener en cuenta el bit de acarreo. Una vez obtenido el valor final, se realiza la división, la cual consiste en desplazar el registro tres bits a la derecha.

Cuadro 7 Código para el promedio de 8 datos

Etiqueta	Código	Comentario
DIV8	movf SUMA_L,0	
	movwf PROMED_L	;parte baja del resultado total
	movf SUMA_H,0	
	movwf PROMED_H	;parte alta del resultado
	rrf PROMED_L,1	;desplaza tres bits a la derecha
	rrf PROMED_L,1	
	rrf PROMED_L,1	
	movlw b'00011111'	
	andwf PROMED_L,1	
	movf PROMED_H,0	
	movwf CARRY	
	swapf CARRY,1	;intercambia nibbles
	rlf CARRY,1	
	movlw b'11100000'	

```
andwf CARRY,1
    rrf  PROMED_H,1      ;desplaza tres bits a la derecha
rrf  PROMED_H,1
rrf  PROMED_H,1
movlw b'00011111'
andwf PROMED_H,1
movf  CARRY,0
addwf PROMED_L,1
```

Fuente: Autores del Proyecto

Finalmente el dato final promediado, tanto de tensión como de fase, es almacenado en la memoria “*flash*” del microcontrolador

3.2 PROGRAMA DEL PIC16F84A PARA EL CONTROL DEL LCD

El programa para el manejo de la pantalla LCD es algo muy sencillo y su extensión depende principalmente de la cantidad de mensajes que se van a desplegar. El programa de comando del LCD tiene 2 subrutinas esenciales y las más importantes; éstas son la rutina de envío de direcciones e instrucciones de control, y la rutina de envío de caracteres que van a ser mostrados en código ASCII. Al inicio del programa se realiza una espera de 20 milisegundos para la estabilización de los voltajes internos de la pantalla, posteriormente se le envían por el bus de datos los bits necesarios para la configuración de la pantalla como por ejemplo el tamaño del bus (4 bits), activación de las dos líneas, etc. Estos comandos son enviados a la pantalla utilizando la subrutina de envío de instrucciones.

Después de cumplir su ciclo de configuración son desplegados en la pantalla 3 menús con las funciones del MIE. El primero de ellos es *"INICIAR"*, al seleccionarlo, el microcontrolador PIC16F84A le da la orden al otro microcontrolador que inicie una prueba y le transfiere los datos de *amplitud y valores por década* seleccionados, durante el proceso de medida la pantalla despliega un contador del porcentaje cumplido de la prueba y los valores de configuración utilizados. El segundo menú, *"Configurar"*, permite la selección de los parámetros mencionados anteriormente y el tercer menú, llamado *"Transferencia"* dará la señal de inicio para la comunicación entre el PIC16F877 y el PC. Durante el proceso de envío de datos se despliega en la pantalla el mensaje *"Transferencia en Proceso"*.

✓ Rutina para el envío de una instrucción a la pantalla

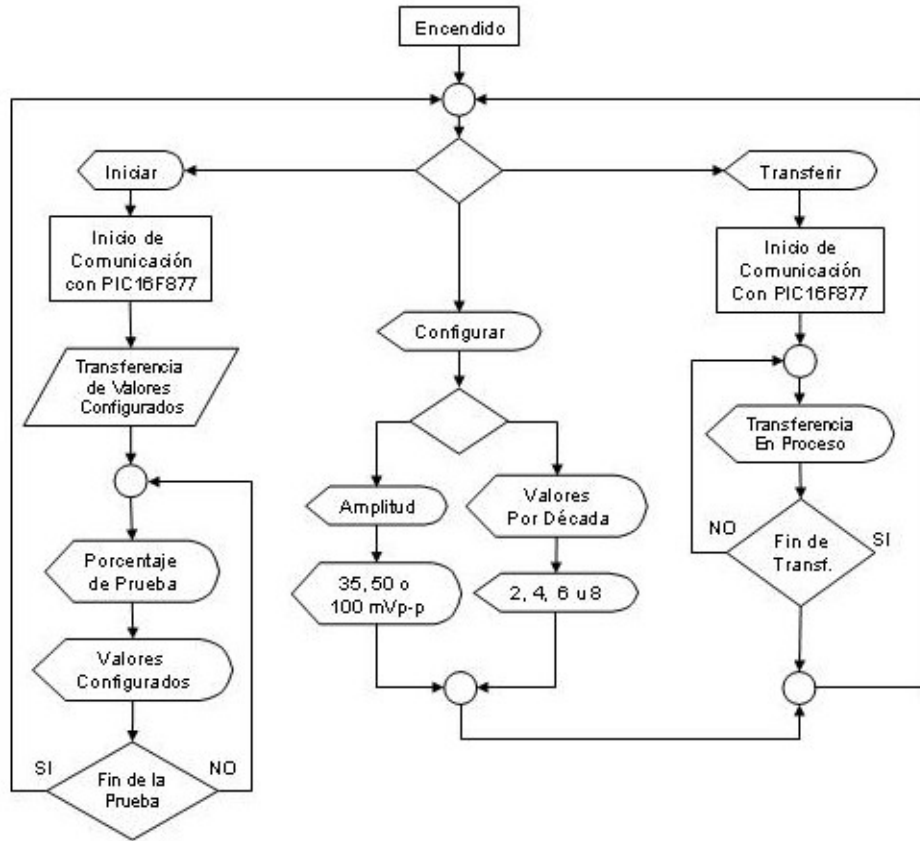
Para empezar, el registro de 8 bits que va a ser transferido debe dividirse en 2 registros de 4 bits ya que ese es el tamaño seleccionado del bus de datos, estos registros son REGTEMP2 (bits menos significativos) y REGTEMP1 (bits más significativos), posteriormente se envían los datos correspondientes por los pines de control; "1" en el pin *Enable* para habilitación de la pantalla y "0" en el pin *RS* para selección de instrucción. La diferencia entre la transferencia de un dato o una instrucción radica en este bit el cual se debe poner en "1" para el envío de un carácter.

Cuadro 8 Código para el envío de una instrucción a la pantalla

Etiqueta	Código	Comentario
LCDI	MOVWF REGTEMP2	
	ANDLW b'11110000'	
	MOVWF REGTEMP1	
	SWAPF REGTEMP2,0	
	ANDLW B'11110000'	
	MOVWF REGTEMP2	
	BCF PORTA,0	;Coloca "0" en el Pin RS.
	BSF PORTA,1	;Coloca "1" en el Pin E
	MOVF REGTEMP1,0	
	MOVWF PORTB	;Coloca el contenido de REGTEMP1 en el bus de ; datos del modulo LCD.
	BCF PORTA,1	;Coloca "0" en el Pin E
	CALL TEMPO2	;Llamada de una subrutina de tiempo de 40 ; micro segundos.
	BSF PORTA,1	
	MOVF REGTEMP2,0	
	MOVWF PORTB	;Coloca el contenido de REGTEMP2 en el bus de ; datos del modulo LCD.
	BCF PORTA,1	
	CALL TEMPO2	
	RETURN	;Finaliza la Rutina

Fuente: Autores del Proyecto

Figura 31 Diagrama de bloques del software del PIC16F84A y LCD



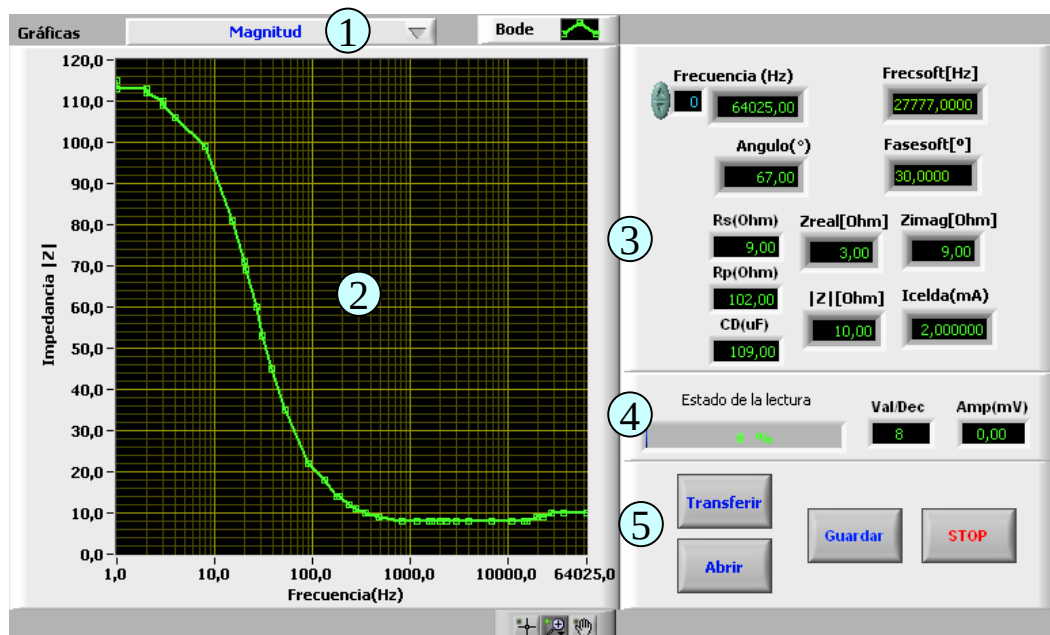
Fuente: Autores del Proyecto

3.3 PROGRAMACIÓN EN LABVIEW

Una vez realizada la prueba de medición de impedancia, se hace necesario presentar los datos obtenidos al usuario. Esto se logra transmitiendo los datos almacenados en la memoria del microcontrolador al PC como se muestra en la Figura 30 y realizando un sencillo tratamiento, presentándolos en forma gráfica y ordenada. Labview es el software de programación gráfica escogido gracias a su facilidad de programación y flexibilidad en la presentación de los datos.

El panel frontal se divide en cinco bloques. El bloque 1 es una viñeta para seleccionar la gráfica a visualizar. El programa tiene la posibilidad de mostrar al usuario cuatro gráficas distintas, estas son: magnitud de la impedancia (Ω) vs. Frecuencia (Hz), ángulo de fase (grados) vs. Frecuencia (Hz), la gráfica de Nyquist impedancia imaginaria (Ω) vs. Impedancia real (Ω) y finalmente la gráfica de ángulo de fase (grados) vs. Frecuencia (Hz) medida mediante el software del PIC16F877. En el bloque 2 se visualiza las gráficas. En la parte inferior se encuentran herramientas que permiten realizar “zoom” a porciones de la gráfica que deseen visualizarse con mayor detalle.

Figura 32 Panel frontal del MIE en Labview



Fuente: Autores del Proyecto

El bloque 3 presenta los valores de magnitud, valor real e imaginario de la impedancia, corriente en la celda y ángulo de fase (grados) para cada valor de

frecuencia. El valor de frecuencia se selecciona con las flechas que tiene esta casilla a su izquierda. Así mismo, en este bloque se muestran los valores calculados por Labview de las resistencias R_S , R_P y el condensador C_D . En el bloque 4 se muestra los valores de configuración de la prueba, es decir los valores de frecuencia por década y la amplitud de la tensión aplicada a la celda. También se muestra la barra de estado de transferencia, la cual funciona únicamente cuando se está realizando una transferencia de datos entre el microcontrolador y el PC. El bloque 5 es el menú principal del programa. Consta de cuatro botones. Con "Transferir" se inicia una transferencia entre el microcontrolador y el PIC. "Abrir" permite visualizar una prueba que haya sido guardada con anterioridad. "Guardar" almacena una nueva prueba en el disco duro del PC y "STOP" cierra el programa.

La programación de este software se realizó, de la siguiente manera. Al inicio del programa éste reinicializa todas las variables necesarias para su funcionamiento al igual que configura el puerto paralelo para entrada de datos. La comunicación inicial con el MIE se realiza para indicarle al microcontrolador que el computador está listo para recibir datos. Realizado este paso inicial, el programa ofrece la posibilidad de transferir una prueba guardada en la memoria del microcontrolador o la de abrir una ya existente y anteriormente guardada en el computador.

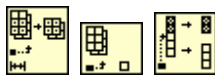
Una vez transferidos todos los datos, se almacenan separadamente para realizar el procesamiento matemático que corresponde a obtener los valores de corriente en la celda, magnitud de la impedancia, la impedancia real e imaginaria, el ángulo de fase, la frecuencia y fase medidas por temporizadores en el PIC. Finalmente se realizan las gráficas de Bode (magnitud y fase) y Nyquist. En este punto el programa puede guardar en el

PC la prueba, transferir nuevamente o abrir una prueba almacenada con anterioridad.

Algunos de los VIs utilizados en el programa de visualización de datos, se muestran a continuación:



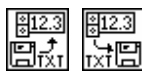
Transferencia de datos. Estos VIs son utilizados para la transferencia de datos desde el MIE al PC por medio del puerto paralelo. “*In Port*” lee una palabra o bit desde los registros de datos y control. “*Out Port*” escribe un bit en el registro de estado.



Manejo de arreglos. Para la distribución de todos los datos almacenados en la memoria del MIE se utilizaron las funciones encargadas del manejo de arreglos.



Funciones matemáticas. En la manipulación de los datos es necesario la utilización de funciones matemáticas; sumas, restas, multiplicación, división, potencias, seno y coseno.



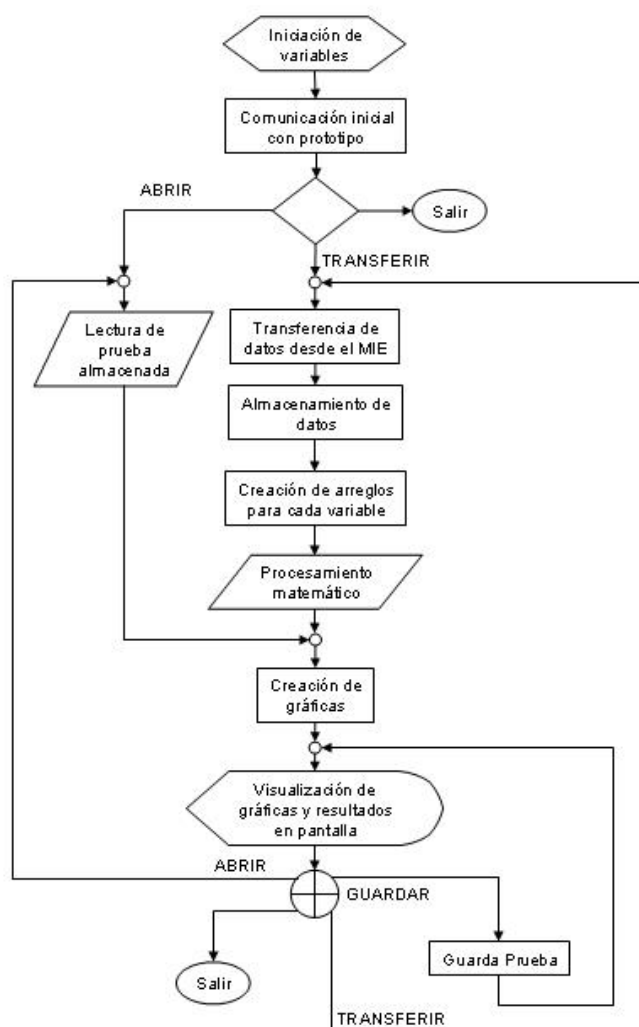
Guardar prueba. El almacenamiento de las pruebas en el disco duro del PC se realiza mediante los VIs “*write to spreadsheet file*” y “*read from spreadsheet file*”. Todos los datos a almacenar se guardan en un único arreglo y se presenta un cuadro de dialogo donde el usuario introduce el nombre del archivo y la ubicación.



Estructuras. Se hace uso de las estructuras “*case*”, “*for loop*”, “*sequence*” y “*while loop*”. Estas son utilizadas en la transmisión de datos, en la selección del tipo de gráfica a visualizar y en las operaciones matemáticas.

En la Figura 33 se muestra un diagrama de bloques del programa hecho en Labview.

Figura 33 Diagrama de bloques de la programación en Labview.



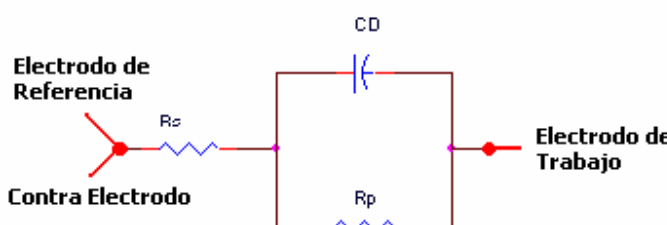
Fuente: Autores del Proyecto

4 PRUEBAS

Con el fin de determinar el comportamiento del prototipo, es necesaria la realización de diferentes pruebas que aporten información sobre el desempeño de los mismos.

Las pruebas se realizaron mediante el uso de una celda “*Dummy*”, la cual es un instrumento típicamente utilizado para la calibración de los Potenciostatos y Medidores de Impedancia comerciales. La función de la celda “*Dummy*” es la de simular el comportamiento de una celda electroquímica, y su complejidad puede variar desde una simple resistencia hasta una configuración más compleja de componentes pasivos (resistencias, condensadores e inductores). La Celda utilizada se basa en el circuito equivalente de una celda electroquímica que se ilustra en la Figura 1. La celda está compuesta por una resistencia (R_s) conectada en uno de sus terminales, al electrodo de referencia (RE) y al contra electrodo (CE), en su otro terminal están en paralelo la resistencia (R_p) y el condensador (C_D) conectados al electrodo de trabajo (WE). Los valores para los elementos de la celda se muestran a continuación:

Cuadro 9 Valores para la celda Dummy utilizada para las pruebas

Elemento	Circuito Equivalente
$R_S = 10\Omega \pm 0.1\%$ $R_P = 100\Omega \pm 0.1\%$ $C_D = 100\mu F \pm 20\%$	

Fuente: [G106-89]

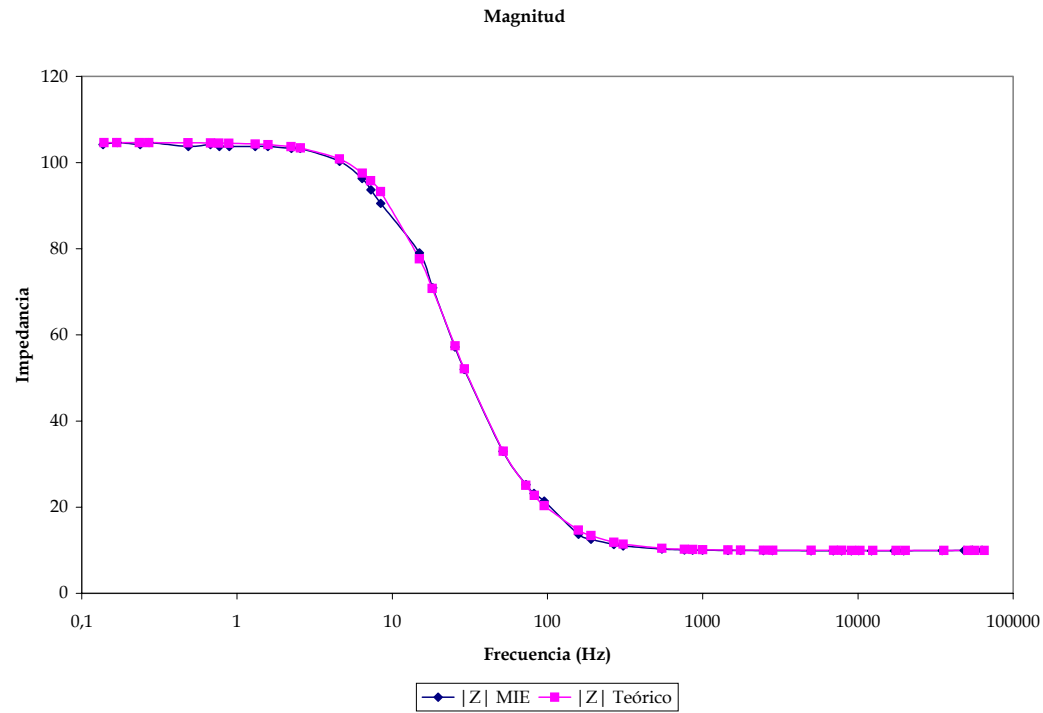
Estos valores se tomaron de acuerdo a la práctica estándar para la verificación de algoritmos y equipos de medición de impedancia electroquímica de las normas ASTM^{*}

4.1 PRUEBAS PROTOTIPO MIE

En el presente capítulo se muestran las gráficas de Bode Magnitud y fase y Nyquist. Primero se realiza una comparación entre los valores medidos por el MIE y los teóricos. Luego se establece una comparación entre dos medidas consecutivas realizadas a la misma celda para determinar el grado de incertidumbre que presente el prototipo en las medidas.

^{*} [G106-89]

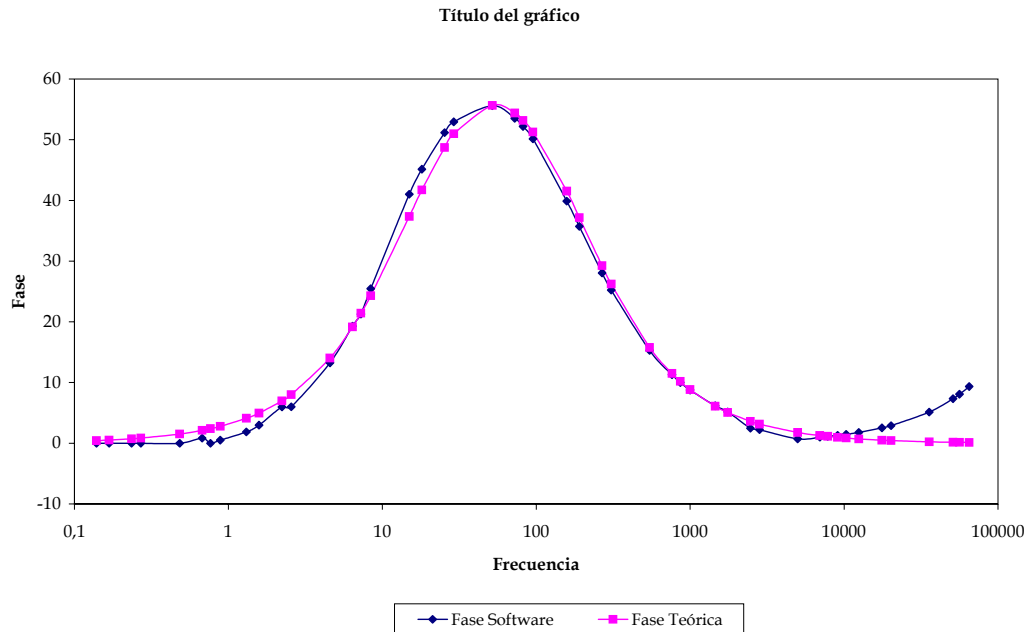
Figura 34 Gráfico de Bode de magnitud Teórico vs. Experimental.



Fuente: Autores del Proyecto

La gráfica de magnitud presenta un error promedio de 0.86%. Se observa una gran similitud entre las dos curvas

Figura 35 Gráfica de Bode de Fase

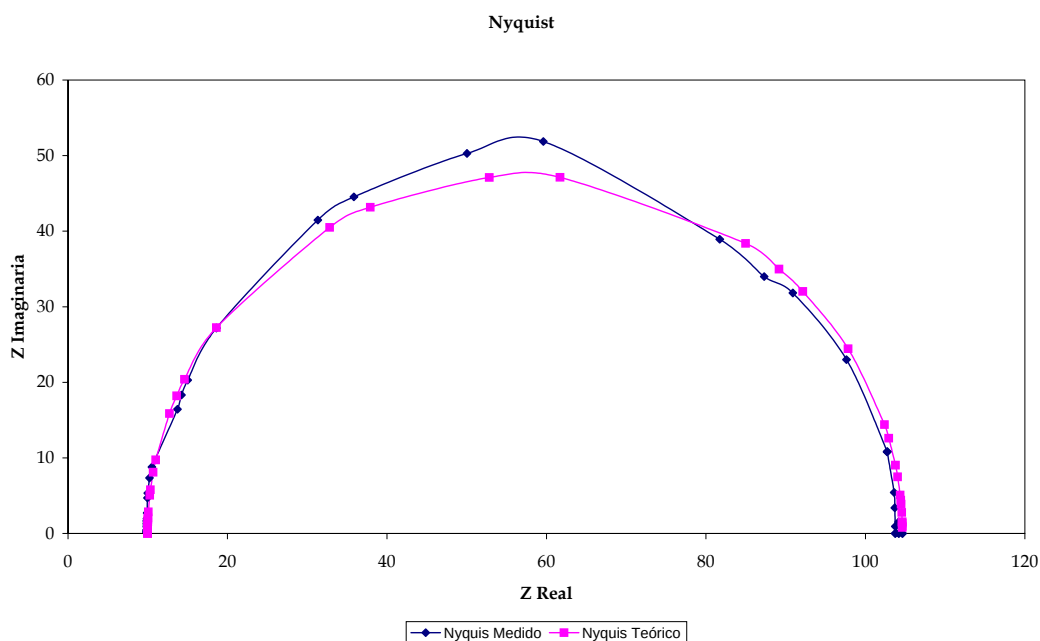


Fuente: Autores del Proyecto

La gráfica de fase por software presenta un error considerable en altas frecuencias. Este se debe principalmente a la velocidad del microcontrolador, ya que el tiempo de ciclo por instrucción es comparable con el periodo de una señal en altas frecuencias lo que indudablemente introduce un error en la medida. Descartando el rango para el cual el error puede atribuirse a este fenómeno (10kHz a 62kHz), se obtiene un error promedio de 7.6%, el cual sigue siendo aceptable.

En la gráfica de Nyquist las variables son la impedancia imaginaria Vs. la impedancia real. Estas dos variables a su vez se obtienen de la magnitud de la impedancia y la fase entre las señales de corriente y tensión, por lo que es de suponer que al obtener medidas exactas de estas dos variables, la gráfica de Nyquist será también exacta.

Figura 36 Gráfica de Nyquist



Fuente: Autores del Proyecto

Las dos gráficas de Nyquis presentan gran similitud. La gráfica no es un semicírculo exacto, lo que se debe a la cantidad de puntos por década evaluados (8). Si se quisiera una mayor exactitud en la forma, sería más factible realizar una regresión circular a los datos, sin embargo este procedimiento queda por fuera de los alcances del actual proyecto. El error promedio de la impedancia real es de 1.22% y para la impedancia imaginaria de 8.64%. Estos datos están relacionados directamente con la magnitud y la fase, por lo que un error en estas dos variables incidirá también aquí.

Cuadro 10 Valores de Resistencia y Condensadores Obtenidos

Parámetro	Valor Obtenido	Valor Experimental	Error
Rs	9.98	10.17	1.80%
Rp	94.65	98.25	3.66%
Cd	1.02E-04	1.04E-04	1.61%

Fuente: Autores del Proyecto

El valor del condensador se determino mediante la siguiente ecuación:

$$Z'' = R_s + \frac{R_p}{1 + C_D \omega R_p}$$

Ecuación 16*

Despejando C_D obtenemos:

$$C_D = \frac{\sqrt{\frac{R_p}{Z'' - R_s}} - 1}{\omega R_p}$$

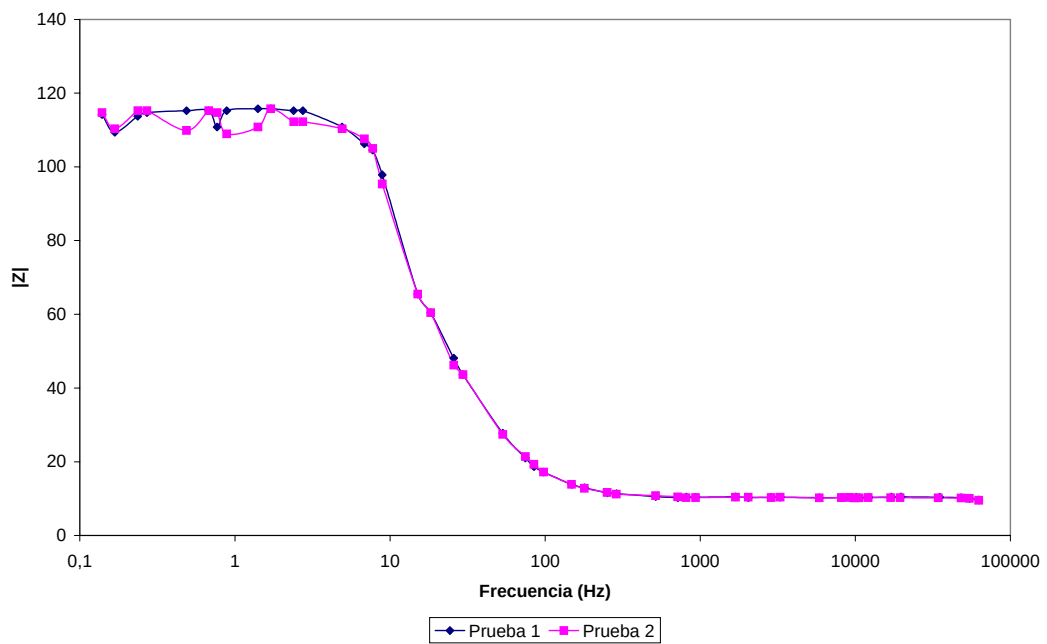
Ecuación 17

Dado que el prototipo puede determinar un valor aproximado de los parámetros equivalentes de la celda electroquímica, estos también son evaluados. El Cuadro 10 muestra el resultado de ésta comparación, obteniéndose un porcentaje de error para cada uno de los parámetros, menor al 5%, considerado como aceptable para el alcance y los fines del actual proyecto.

* La deducción de esta ecuación se presenta en el ANEXO A

Se realizaron pruebas consecutivas para la misma celda, determinando así que tan preciso es el prototipo al realizar la misma medida varias veces. De esta forma se puede determinar que tanto error tendrá una prueba.

Figura 37 Gráfica de Magnitud Prueba 1 vs. Prueba 2



Fuente: Autores del Proyecto

El error o grado de incertidumbre se determina mediante el error cuadrático:

$$\Delta X = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \langle x \rangle)^2}{n(n-1)}}$$

Ecuación 18

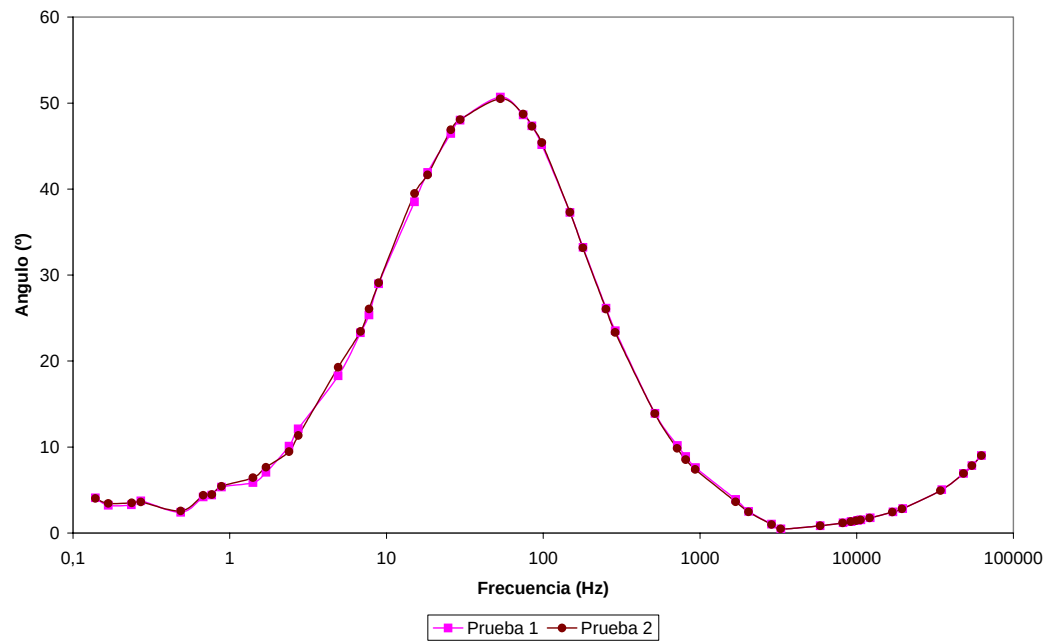
Donde:

x: promedio de todos los datos

n: número de datos

Para la magnitud el error promedio es de $\pm 0.4\Omega$.

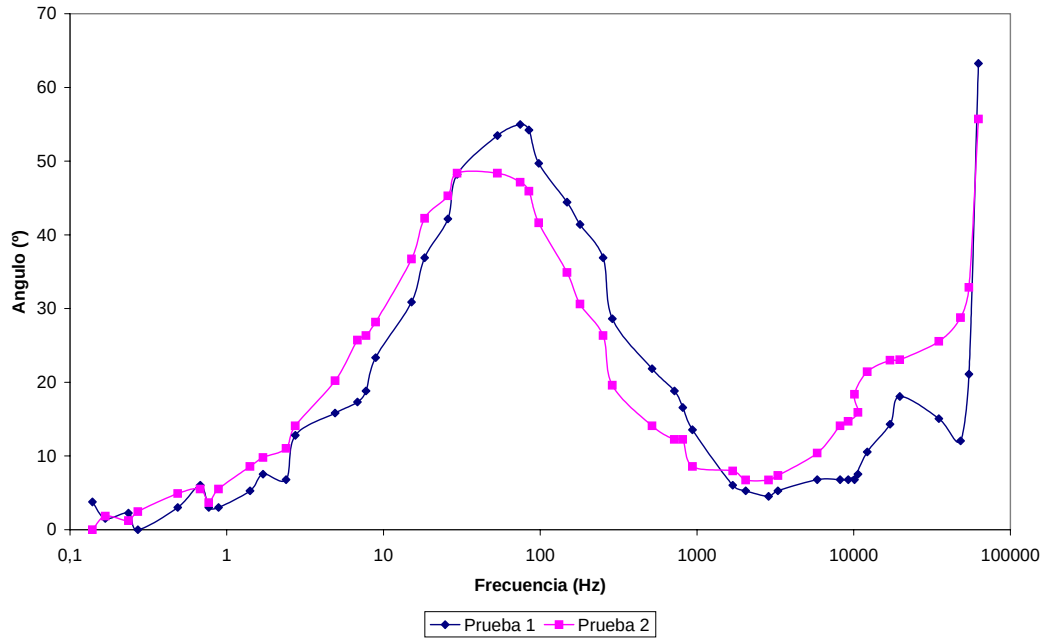
Figura 38 Gráfica de fase por software Prueba 1 vs. Prueba 2



Fuente: Autores del Proyecto

El error promedio en la fase por software es de $\pm 0.1^\circ$

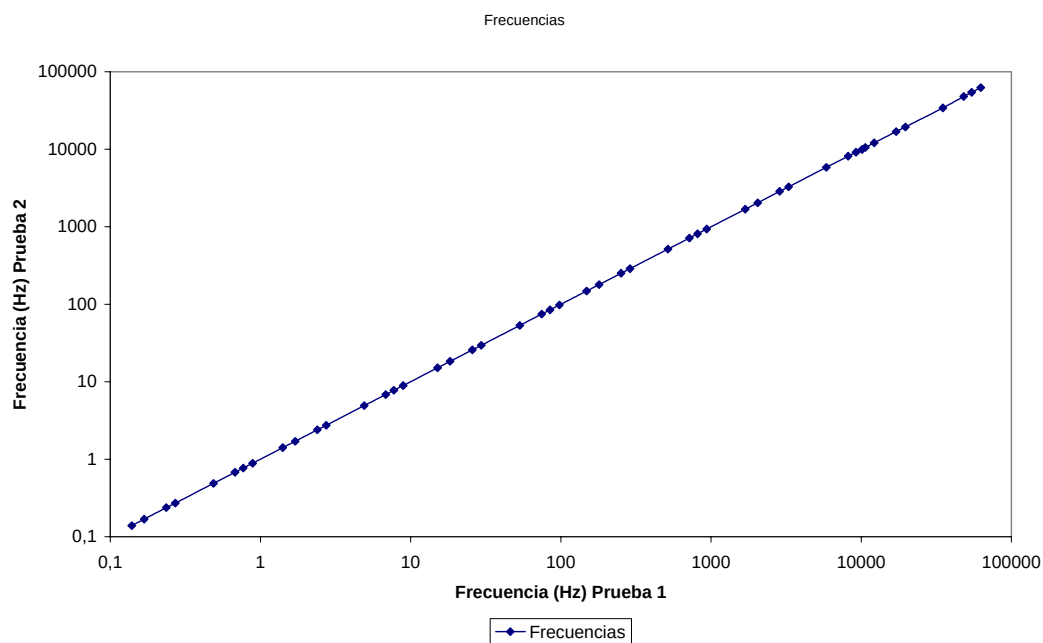
Figura 39 Gráfica de Fase por Hardware Prueba 1 vs. Prueba 2



Fuente: Autores del Proyecto

En la gráfica de fase por hardware el error promedio es de $\pm 2.9^\circ$. La variación en esta medida se debe a la forma como se obtiene. Un voltaje continuo proporcional a la fase entre tensión y corriente en la celda a través de un multiplicador y un filtro pasa bajo. Esto implica un tiempo de estabilización del filtro bastante largo (aprox 50 seg.) por cada frecuencia

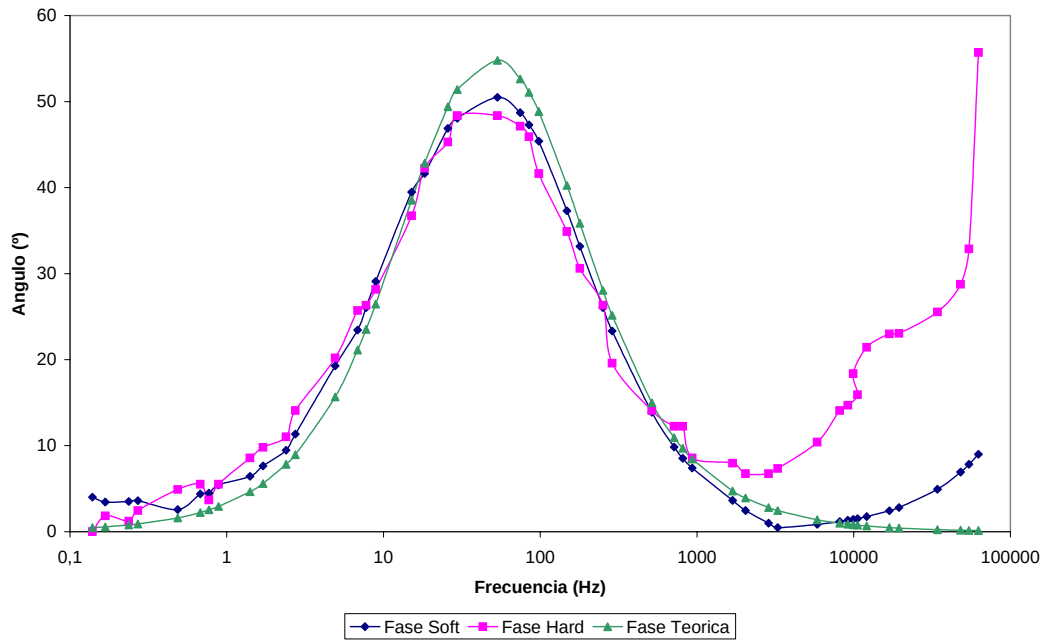
Figura 40 Gráfica de Frecuencia Prueba 1 vs. Prueba 2



Fuente: Autores del Proyecto

Al comparar dos frecuencias medidas por el MIE se obtuvo un error promedio de $\pm 16.4\text{Hz}$. Esta gráfica muestra gran precisión en la medición de la frecuencia mediante el microcontrolador.

Figura 41 Comparación entre Fase por Hardware, Software y Teórica



Fuente: Autores del Proyecto

Finalmente se realiza una comparación entre los dos métodos para medición de fase contra la fase teórica. Es fácil acertar que la medida de fase por software supera en exactitud a la fase medida por hardware. Otro aspecto importante, es la velocidad con la que se adquiere la medida, en lo cual la medida por software supera también a la fase por hardware.

CONCLUSIONES

- Se diseñó y construyó un circuito capaz de generar una señal senoidal en un rango de frecuencias entre 0,136Hz - 62kHz, permitiendo un máximo de 8 valores de frecuencia por década, utilizando el C.I. generador de señales XR2206 de EXAR. El circuito encargado de la conmutación de las frecuencias se implementó utilizando el microcontrolador PIC16F877 de Microchip, con 3 bits para la conmutación de 6 condensadores (encargados de determinar la década de frecuencias) y otros 3 bits para la conmutación de 8 resistencias (encargadas de fijar valores específicos de frecuencia dentro de una determinada década).
- Se diseñó e implementó un circuito para la medición de la corriente en la celda electroquímica mediante el método de conversor corriente-tensión y en el cual se utilizó un C.I. Amplificador de Instrumentación (*Analog Devices*); El AD621, con ganancia de 10 [V/V] o 100 [V /V], dependiendo de la frecuencia y la magnitud de la corriente en la celda electroquímica. De la señal de tensión A.C. de salida de este amplificador se requiere su valor máximo, el cual se obtiene de un circuito detector de picos. La medición de la Fase entre las señales de tensión y corriente en la celda electroquímica se realizó de dos maneras distintas; La primera utilizando la salida de un multiplicador-filtro que entrega una señal con nivel DC entre 0 y 1.25[V] proporcional a la fase entre las señales mencionadas. La segunda medición de fase se implementó utilizando los temporizadores del microcontrolador PIC16F877 midiendo el tiempo

transcurrido entre los cruces por cero de las señales de tensión y corriente en la celda.

- Para la medición de fase tanto por hardware como por software se hizo necesaria la conversión de las señales senoidales de tensión y corriente a señales cuadradas mediante comparadores de alta velocidad. Se trabajó con el comparador LM311 dado su bajo costo y facilidad de consecución nacional. Este presenta un tiempo de respuesta adecuado para la actual aplicación (200ns).
- La medición de fase mediante el microcontrolador representa una alternativa superior a la medición de fase mediante el multiplicador-filtro, por su alta velocidad para realizar la medida así como por su considerable exactitud.
- En el prototipo final del medidor de impedancia electroquímica *MIE* se utilizaron 2 microcontroladores, el PIC16F877 y el PIC16F84A, intercomunicados. El primero, encargado de la conmutación, medición de corriente, fase por hardware, fase por software y frecuencia, almacenamiento y transferencia de datos y el segundo, con la función de manejo de la pantalla LCD, configuración de parámetros como amplitud y valores por década dentro de un proceso de medida y administración del inicio de una medición o de transferencia de datos.
- Se desarrolló un software mediante Labview el cual permite la visualización de los datos de tensión, corriente y fase en el PC. Este programa despliega las gráficas de Bode (magnitud y fase) y de

Nyquist para el análisis de los datos. Presenta también un resultado aproximado de los valores de resistencias (R_s y R_p) y condensador equivalentes de la celda

- Durante los montajes y pruebas iniciales de los circuitos e implementos dentro del proyecto se hizo el montaje de fuentes de alimentación reguladas de $\pm 5[V]$ y $\pm 12[V]$, sin embargo, se presentaron una serie de ruidos e interferencias en varias etapas del montaje inicial. Con el cambio de algunos de los circuitos integrados no solo se buscó seguir manteniendo precisión y calidad en las señales sino tratar de simplificar las fuentes de alimentación del proyecto y disminuir posibles generadores de ruido. Por lo tanto se realizó el diseño y construcción de una fuente regulada de tensión dual de $\pm 5[V]$ con capacidad máxima de corriente de 1 [A] la cual alimenta todos los elementos utilizados dentro del prototipo MIE.
- Con la realización de este proyecto se concluyó la primera parte de un proceso de desarrollo tecnológico entre la E3T y la escuela de ingeniería metalúrgica para el diseño y construcción de un prototipo especializado de medición de la impedancia electroquímica para el laboratorio de corrosión. Se deja abierto un espacio para la realización de nuevos proyectos de investigación en el área de la corrosión, con el consecuente apoyo al proceso académico y reducción de costos de adquisición y mantenimiento de equipos.

RECOMENDACIONES

- Implementar la generación de onda senoidal mediante un generador de formas de onda controlado digitalmente. Esto permitiría realizar barridos de frecuencia con mayor cantidad de décadas y puntos por década, siendo la frecuencia mucho más exacta y reduciendo la cantidad de componentes necesarios para la realización del barrido.
- Utilizar microcontroladores o dispositivos de procesamiento digital de alta velocidad (DSP) que puedan realizar cálculos matemáticos avanzados, permitiendo que el prototipo entregue al usuario los valores de los componentes de la celda sin necesidad de conectarlo al computador. Adicionalmente utilizar una pantalla gráfica que permita visualizar las gráficas de Bode y Nyquist en tiempo real.
- Implementar en el prototipo una rutina de autodiagnóstico que le permita al usuario saber si el prototipo está funcionando correctamente.
- Realizar la digitalización de la señal de tensión aplicada a la celda, para tener un valor real de ésta, de manera que al realizar los cálculos para la determinación de los parámetros en la celda estos tengan menor margen de error.
- Utilizar potenciómetros digitales para variar la resistencia de “*shunt*” y la ganancia del amplificador de instrumentación, haciendo más dinámica la medición de corriente, pudiendo aumentar el rango de los parámetros a medir.

- Utilizar un amplificador de instrumentación, al igual que amplificadores operacionales de mayor ancho de banda para reducir el error impuesto por estos en la medición de fase.
- Se aconseja realizar la fusión entre éste proyecto y el “sistema autónomo potencióstato – galvanostato” para la creación de un solo prototipo que realice las dos funciones acercándose más a los equipos comerciales, lo que aumentaría la capacidad del prototipo e incentivaría al crecimiento tecnológico en el área de la corrosión en la escuela de Ingeniería Metalúrgica de la Universidad Industrial de Santander.

BIBLIO GRAFÍA

JONES, Denny A. Principles and Prevention of Corrosion. New Jersey: Prentice Hall, 1996.

FONTANA, Mars G. y GREENE, Norbert D. Corrosion Engineering. Mc Graw Hill, 2a Edición, 1978.

EG&G PRINCETON APPLIED RESEARCH. Basics of Electrochemical Impedance Spectroscopy. Application Note AC. - 1.

_____ Electrochemistry and Corrosion Overview and Techniques. Application Note Corr-4 .

_____ Electrochemical Impedance Measurements: Instrumentation and Techniques. Application Note AC. - 3.

_____ Grounding and Shielding in Electrochemical Instrumentation - Some Basic Considerations. Application Note G-2.

BASTIDAS, J. M. Técnicas Electroquímicas de Corriente alterna". Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas. Ciudad Universitaria: 28040 Madrid (España).

SILVERMAN, D. C. Primer on the AC impedance Technique.

TAYLOR S.R. y GILEADI E. Physical Interpretation of the Warburg Impedance. NACE, Vol. 51, No.9, Septiembre 1995.

ACEVEDO RUEDA, Juan Jose. GONZALES SÚA, Gabriel Eduardo y MORALES SUAREZ, Luis Calixtro. Diseño y Construcción de un Prototipo de Potenciostato - Galvanostato para el Laboratorio de Corrosión de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica. Bucaramanga, 2003, 125p. Trabajo de Grado (Ingeniero Electrónico). Universidad Industrial de Santander. Escuela de Ingeniería Eléctrica, Electrónica y Telecomunicaciones.

ANGULO, Jose y ANGULO, Ignacio. Microcontroladores PIC Diseño práctico de Aplicaciones. Segunda Edición. Mc Graw Hill. 1999. 295p.

COUGHLIN, Robert y DRISCOLL, Frederick. Amplificadores Operacionales y circuitos Integrados Lineales. Quinta Edición. México: Prentice Hall, 1999. 552p.

SEDRA, Adel y SMITH, Kenneth. Circuitos Microelectrónicos. Cuarta Edición. Oxford University Press. 1998. 1237p.

[G3-89] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Practice for Conventions Aplicable to Electrochemical Measurements in Corrosion Testing. ASTM, 1989, 10p.: il (G3-89)

[G15-99b] _____ Standard Terminology Relating to Corrosion and Corrosion Testing. ASTM, 1999, 5p.: (G15-99b)

[G106-89] _____ Standard Practice for Verification of Algorithm and Equipment for Electrochemical Impedance Measurement. ASTM, 1989, 11p.: il (G106-89).

LÁZARO, Antonio Manuel. LabVIEW: Programación Gráfica para el Control de Instrumentación. Primera Edición, Paraninfo, 1997.

NATIONAL INSTRUMENTS CORPORATION. PCI-1200 User Manual. USA. 1998. 100p.

HOROTWITZ, Paul HILL, Winfield. The Art of Electronics. U.S.A: Cambridge University Press, 1999. 1125p

JOHNS & MARTIN. Analog Integrated Circuit Design. Prentice Hall, 1997.
NATIONAL SEMICONDUCTORS. National Analog and Interface Products Databook. U.S.A. 2002. 1870p.

BURR-BROWN CORPORATION. Burr-Brown Integrated Circuits Data Book. U.S.A. 1998. 1436p.

EXAR. Datasheet. Monolithic Function Generator XR-2206 [Online] Junio, 1997. www.exar.com.

ANALOG DEVICES INC. Datasheet. Single-Supply, Rail-to-Rail Low Power FET-Input Op Amp AD822 [Online]. 2003. www.analog.com

_____. _____. Low Drift, Low Power Instrumentation Amplifier AD621 [Online]. 2001. www.analog.com

_____. _____. Micropower, Single and Dual Supply Rail-to-Rail Instrumentation Amplifier AD627 [Online]. 2001. www.analog.com

_____. _____. 250MHz, Voltage Output 4-Quadrant Multiplier. AD835. [Online]. 2003. www.analog.com

_____. _____. Four Channel, Four Quadrant Analog Multiplier MLT04. [Online]. www.analog.com

BURR BROWN. Datasheet. Low Noise, Low Distortion Instrumentation Amplifier INA103 [Online] 1990. www.burr-brown.com

_____. _____. Precision High Speed Difet® Operational Amplifiers OPA627 OPA637 [Online]. 1989. www.burr-brown.com

NATIONAL SEMICONDUCTORS. Datasheet. Voltage Comparator LM111/LM211/LM311 [Online] Enero 2001. www.national.com.

_____. _____. Wide Bandwidth Dual JFET Input Operational Amplifier LF353 [Online] Agosto 2000. www.national.com

_____. _____. Low Power Quad Operational Amplifiers
LM124/LM224/LM324/LM2902. [Online]. Agosto 2000. www.national.com

_____. _____. Low Power Dual Operational Amplifiers
LM158/LM258/LM358/LM2904. [Online]. Marzo 2002. www.national.com

_____. _____. Operational Amplifier LM741. [Online] Agosto 2000.
www.national.com

TEXAS INSTRUMENTS. Datasheet. CMOS Quad Bilateral Switch CD4016B
[Online] Febrero 2003 www.ti.com

MAXIN. Datasheet. High Frequency Waveform Generator MAX038. [Online]
Abril 2001. www.maxim.com

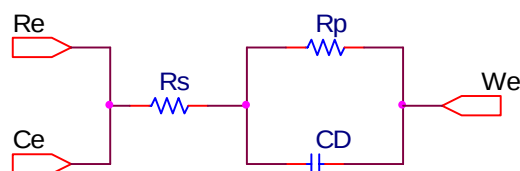
MICROCHIP Datasheet. PIC16F84A [Online] www.microchip.com

DALLAS SEMICONDUCTOR. www.dalsemi.com

ANEXO A DETERMINACIÓN DE LA IMPEDANCIA EN LA CELDA DE RANGLES

En este anexo se determina la ecuación de impedancia de la celda de Randles*. La celda de Randles se muestra a continuación:

Figura A 1 Celda de Randles



Fuente: Autores del Proyecto

donde:

Rs: Resistencia no compensada

Rp: Resistencia de Polarización

CD: Capacitancia de doble capa

Resistencia de Polarización

La expresión de impedancia para la resistencia de polarización es la siguiente:

$$Z_R = (R_p + 0j) = R_p$$

Ecuación A 1

* EG&G PRINCETON APPLIED RESEARCH. Basics of Electrochemical Impedance Spectroscopy. Application Note AC. - 1.

la admitancia es:

$$\frac{1}{Z_R} = \frac{1}{R_p + 0j} = \frac{1}{R_p}$$

Ecuación A 2

Capacitancia

La expresión para la capacitancia es más compleja:

$$Z_C = \frac{1}{-j\omega C}$$

Ecuación A 3

la admitancia es:

$$\frac{1}{Z_C} = j\omega C$$

Ecuación A 4

Combinación en paralelo (R_p y C)

La admitancia de la combinación en paralelo es la siguiente:

$$\frac{1}{Z} = \frac{1}{Z_R} + \frac{1}{Z_C} = \frac{1}{R_p} + (j\omega C)$$

Ecuación A 5

después de multiplicar arriba y abajo por R_p :

$$Z = \frac{R_p}{1 + j(\omega R_p C)}$$

Ecuación A 6

manipulando números complejos se obtiene:

$$\frac{1}{a + jb} = \frac{a - jb}{a^2 + b^2}$$

Ecuación A 7

entonces la expresión para la impedancia puede ser reescrita así:

$$Z = \frac{R_p - j(\omega R_p^2 C)}{1 + (\omega R_p C)^2}$$

Ecuación A 8

Resistencia no compensada

Finalmente se puede agregar la impedancia no compensada:

$$Z = R_s + \frac{R_p}{1 + (\omega R_p C)^2} + j \left(\frac{-\omega R_p^2 C}{1 + (\omega R_p C)^2} \right) = Z + jZ''$$

Ecuación A 9

Aunque esta ecuación es correcta, su complejidad oculta su significado. Es fácil, sin embargo, chequear su comportamiento en los límites de frecuencia baja $\omega=0$ y alta $\omega=\infty$. Cuando ω tiende a cero, el denominador en ambos casos tiende a 1. Para el término real, la suma se aproxima a (R_s+R_p) . Para el término imaginario, el numerador tiende a cero, así que el término imaginario desaparece en el límite de dc.

Al incrementar la frecuencia, el comportamiento puede no ser fácil de observar. En el término real, al incrementar ω , el denominador se aproxima a $(\omega R_p C)^2$ de tal forma que el término viene a ser mucho más grande que 1. Consecuentemente el segundo término tiende a cero y la suma de la parte real es simplemente R_s .

En el término imaginario se tiene:

$$\frac{-\omega R_p^2 C}{(\omega R_p C)^2} = \frac{-1}{\omega C}$$

Ecuación A 10

el cual tiende a cero al incrementar ω . Entonces, en el límite de baja frecuencia, el término imaginario desaparece y la parte real se aproxima a $(R_s + R_p)$. En el límite de alta frecuencia, el término imaginario también desaparece, pero el término real se aproxima a R_s .

Finalmente para determinar la magnitud de la impedancia y el ángulo de fase se hace uso de las siguientes ecuaciones:

$$|Z| = \sqrt{(Z')^2 + (Z'')^2}$$

Ecuación A 11

$$\alpha = \tan^{-1} \frac{Z''}{Z'}$$

Ecuación A 12

ANEXO B RANGO DE VALORES DE MEDICION DEL MIE

La determinación del rango de valores que es capaz de medir el prototipo medidor de impedancia electroquímica está dado por el ancho de banda de la señal de tensión aplicada a la celda el cual abarca entre 133mHz y 62kHz, la resistencia de “*shunt*” y la ganancia del amplificador de instrumentación en la medición de la corriente en la celda, y la fase máxima que presente una celda, la cual deberá estar localizada dentro del rango de frecuencias que el MIE puede generar.

Para determinar los valores de resistencias equivalentes R_s y R_p , es necesario calcular la corriente máxima y mínima que podrá medir el prototipo. Así mismo esta corriente está determinada por la amplitud de la tensión aplicada, la resistencia de “*shunt*” y la ganancia del amplificador de instrumentación. La tensión aplicada a la celda es seleccionable por el usuario y puede ser 50mVp-p, 35mVp-p o 20mVp-p. La resistencia de “*shunt*” puede ser seleccionada entre 180Ω o 37.26Ω. Igualmente la ganancia del amplificador de instrumentación puede ser 10V/V o 100V/V. Las siguientes ecuaciones determinan las relaciones entre estas variables:

$$V_{inst} = i_{CELDA} * R_{SHUNT} * G$$

Ecuación B 1

V_{inst} : Tensión de salida del amplificador de instrumentación

i_{CELDA} : Corriente en la celda

R_{SHUNT} : Resistencia equivalente de “*shunt*”

G: Ganancia del amplificador de instrumentación

$$i_{CELDA} = \frac{V_{CELDA}}{R_Z}$$

Ecuación B 2

V_{CELDA} : Tensión aplicada a la celda

R_Z : Resistencia de la celda

Inicialmente se puede predecir el valor de la resistencia del electrolito (R_s) debido a que existe amplia evidencia teórica que indica que esta variable tendrá en la mayoría de los casos (si no en los más utilizados en pruebas de laboratorio con fines académicos) una resistencia comprendida entre 5Ω y 20Ω . Partiendo de ésta suposición inicial se determina el rango para R_p . Aquí otra consideración necesaria es que la tensión de salida del amplificador operacional (V_{inst}) no podrá superar un valor máximo de $2V_{pico}$ ni ser menor a $500mV_{pico}$, esto debido a etapas subsiguientes como el detector de pico, el cual no está en capacidad de medir tensiones por fuera de éste rango. Es así como la corriente medible por el MIE, dependiendo de la selección de R_{Shunt} y G es como se muestra en el Cuadro B 1, según la Ecuación B 1.

Cuadro B 1 Valores de Corriente medibles en el MIE.

Valor de R_{shunt}	V_{inst}	Ganancia (G)	i_{CELDA}
180 Ω	2Vp	100V/V	0.111mA
	500mVp		27.5uA
37.26 Ω	2Vp		0.536mA
	500mVp		0.134mA
180 Ω	2Vp	10V/V	1.11mA
	500mVp		0.27mA
37.26 Ω	2Vp		5.36mA
	500mVp		1.34mA

Fuente: Autores del proyecto.

Esto quiere decir que el rango de corriente que es capaz de medir el MIE se encuentra entre 27.5uA y 5.36mA. Entonces los valores de R_s+R_p se determinan de la Ecuación B 2.

Cuadro B 2 Valores de R_s+R_p según tensión aplicada a la celda.

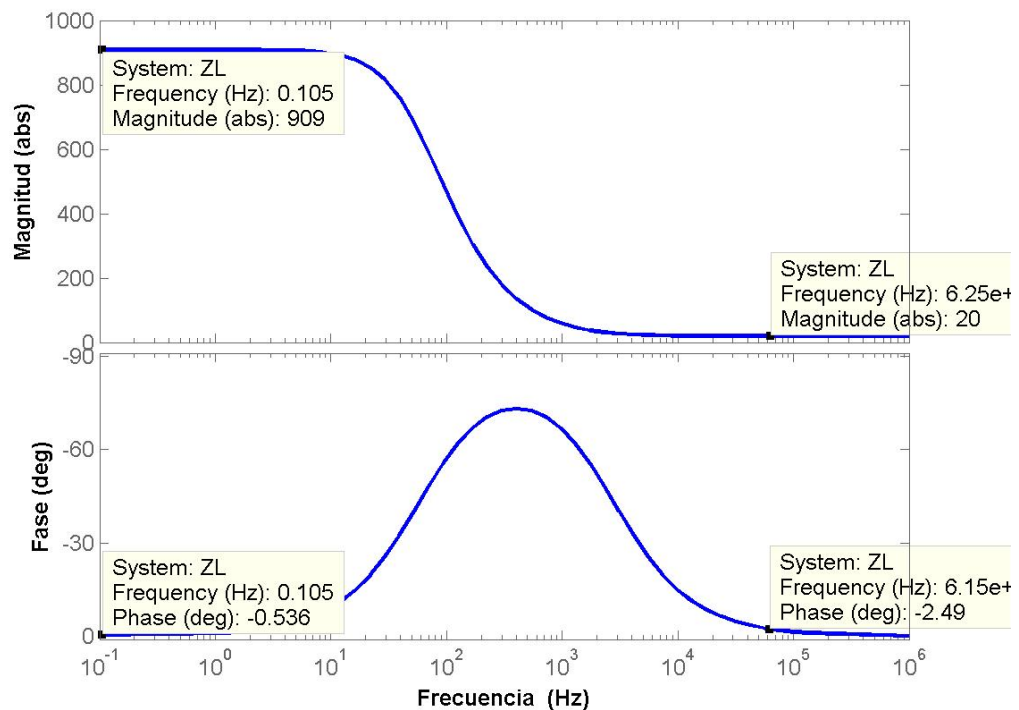
i_{CELDA}	V_{CELDA}	R_s+R_p
27.5uA	25mVpico (50mVp-p)	909.09 Ω
5.36mA		4.66 Ω
27.5uA	17.5mVpico (35mVp-p)	636.36 Ω
5.36mA		3.62 Ω
27.5uA	10mVpico (20mVp-p)	363.63 Ω
5.36mA		1.86 Ω

Fuente: Autores del proyecto

El Cuadro B 2 muestra los valores máximo y mínimo de R_s+R_p para cada una de las tensiones aplicadas a la celda (V_{CELDA}). Sin embargo como se especifico

anteriormente el valor mínimo de R_s es de 5Ω , por lo cual el valor mínimo de R_s+R_p no es el mostrado en el Cuadro B 2. Para calcularlo es necesario primero, calcular el valor máximo y mínimo de C . Para hacerlo se debe asegurar que en los límites de alta y baja frecuencia (62kHz y 0.1Hz), la fase no supere al menos 3° y que la magnitud sea igual en el límite de altas frecuencias a R_s y en el límite de bajas frecuencias igual a R_s+R_p .

Figura B 1 Gráfica de Bode dentro del rango de medición del MIE

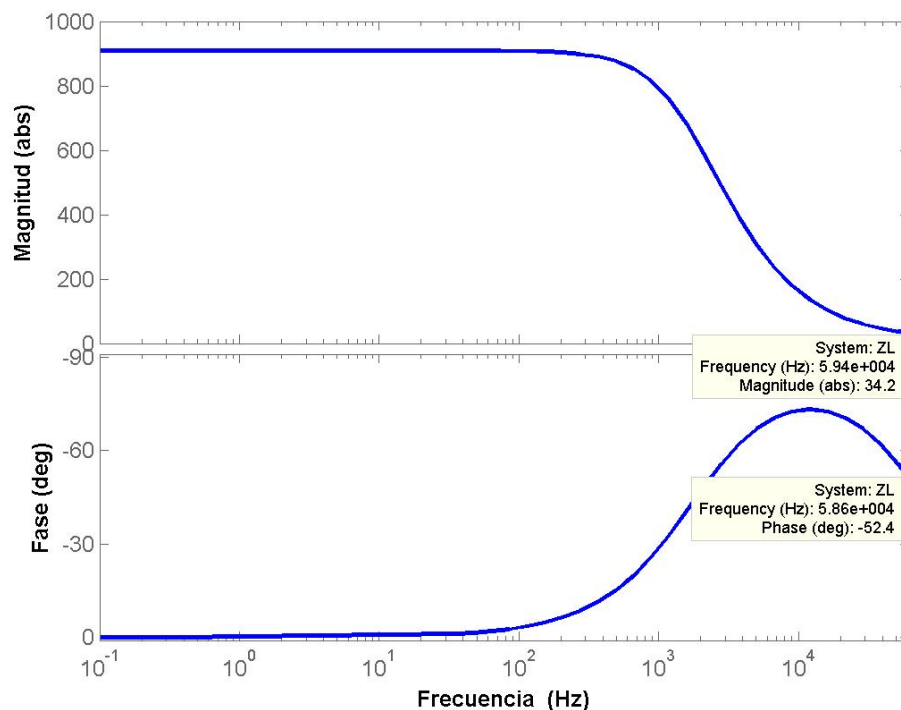


Fuente: Autores del proyecto

La Figura B 1 muestra una gráfica de Bode Para $R_s=20\Omega$ $R_p=889.9\Omega$ y $C=3\mu F$. Se observa que en la gráfica de fase, la fase máxima está dentro del ancho de

banda del MIE y la gráfica de magnitud tiene sus límites bien definidos, es decir corresponden a los valores de R_s y R_s+R_p .

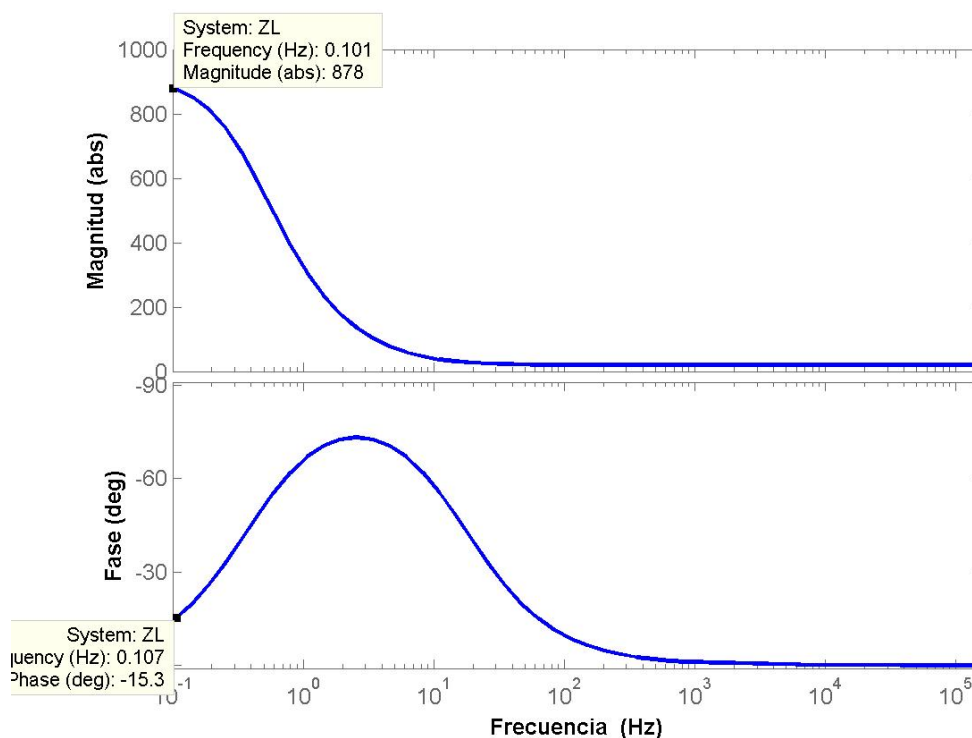
Figura B 2 Gráfica de Bode por fuera de rango en altas frecuencias



Fuente: Autores del proyecto

La Figura B 2 muestra una gráfica de bode para $R_s=20$ $R_p=889\Omega$ y $C=0.1\mu F$, por fuera de los límites de ancho de banda del MIE, pues en el límite de alta frecuencia (62kHz) la fase es de 50.8° y la magnitud comienza en 33.1Ω (diferente de $R_s=20\Omega$), lo que impide la determinación real de los valores R_s , R_p y C .

Figura B 3 Gráfica de Bode por fuera de rango en bajas frecuencia.



Fuente: Autores del proyecto

La Figura B 3 muestra una gráfica de bode para $R_s=20\Omega$ $R_p=889\Omega$ y $C=470\mu F$, la cual se encuentra también por fuera del rango de medición del MIE, ya que en el límite de baja frecuencia (0.1Hz) la fase es de 15.3° y la magnitud es de 878Ω (diferente de $R_s+R_p=909\Omega$), impidiendo obtener valores acertados a la hora de calcular los parámetros de la celda electroquímica.

Cuadro B 3 Rango de C medible por el MIE.

V_{CELDA}	F	R_s	R_p	C mín	C máx	Áng.	Mag.	Fase max
50mV	62kHz	20 Ω	889.9 Ω	3 μ F	---	2.44°	20 Ω	73.1°
	0.1Hz			---	100 μ F	3.12°	909 Ω	
	62kHz	5 Ω	904.9 Ω	10 μ F	---	2.93°	5 Ω	81.5°
	0.1Hz			---	100 μ F	3.23°	909 Ω	
35mV	62kHz	20 Ω	616.3 Ω	3 μ F	---	2.44°	20 Ω	69.8°
	0.1Hz			---	120 μ F	2.57°	635 Ω	
	62kHz	5 Ω	631.3 Ω	10 μ F	---	2.93°	5 Ω	79.8°
	0.1Hz			---	120 μ F	2.7°	635 Ω	
20mV	62kHz	20 Ω	343.6 Ω	3 μ F	---	2.44°	20 Ω	63.6°
	0.1Hz			---	220 μ F	2.56°	363 Ω	
	62kHz	5 Ω	358.6 Ω	10 μ F	---	2.93°	5 Ω	76.6°
	0.1Hz			---	220 μ F	2.79°	363 Ω	

Fuente: Autores del proyecto

Teniendo en cuenta que la magnitud en la gráfica de Bode en los límites de alta y baja frecuencia deben corresponder con R_s y R_s+R_p respectivamente y que la máxima fase en la gráfica de fase debe encontrarse dentro del rango de frecuencias de medición del MIE, se determinaron los valores máximos y mínimos de C que cumplen éstas condiciones, los cuales se muestran en el Cuadro B 3. El mínimo valor de C se determina en el límite de altas frecuencias, mientras que el máximo valor de C se determina en el límite de bajas frecuencias. Los valores de C se determinaron para las tres distintas tensiones aplicadas a la celda electroquímica.

Ahora teniendo los valores mínimo y máximo de C se puede calcular el valor mínimo de R_p , con los mismos criterios utilizados en el calculo de C.

Cuadro B 4 R_p mínimo medible por el MIE.

V_{CELDA}	F	R_s	C	R_p mín.	Ángulo	Angulo máx.
50mV	62kHz	20Ω	$3\mu F$	20Ω	2.44°	19.5°
	0.1Hz		$100\mu F$		$.036^\circ$	
	62kHz	5Ω	$10\mu F$	10Ω	2.93°	41.8°
	0.1Hz		$100\mu F$		0.02°	
35mV	62kHz	20Ω	$3\mu F$	20Ω	2.44°	19.5°
	0.1Hz		$120\mu F$		0.04°	
	62kHz	5Ω	$10\mu F$	10Ω	2.93°	41.8°
	0.1Hz		$120\mu F$		0.02°	
20mV	62kHz	20Ω	$3\mu F$	20Ω	2.44°	19.5°
	0.1Hz		$220\mu F$		0.07°	
	62kHz	5Ω	$10\mu F$	10Ω	2.93°	41.8°
	0.1Hz		$220\mu F$		0.05°	

Fuente: Autores del proyecto

Es así como en el Cuadro B 4 se encuentran los valores de R_p mínimo para cada una de las tensiones en la celda y las combinaciones de R_s y C obtenidas anteriormente.

Cuadro B 5 Valores de los componentes del circuito equivalente de la celda electroquímica

V_{CELDA}	Parámetro	Valor Mínimo	Valor Máximo
50mVp-p	R_s	5Ω	20Ω
	R_p	20Ω	889.9Ω
	C_p	$10\mu F$	$100\mu F$
35mVp-p	R_s	5Ω	20Ω
	R_p	20Ω	616.36Ω
	C_p	$10\mu F$	$120\mu F$
20mVp-p	R_s	5Ω	20Ω
	R_p	20Ω	343.63Ω
	C_p	$10\mu F$	$220\mu F$

Fuente: Autores del proyecto

Finalmente se determinó el rango de valores de R_s , R_p y C dentro del cual se obtendrán mediciones fiables con cualquier combinación de estos, para cada una de las tensiones aplicadas a la celda electroquímica.

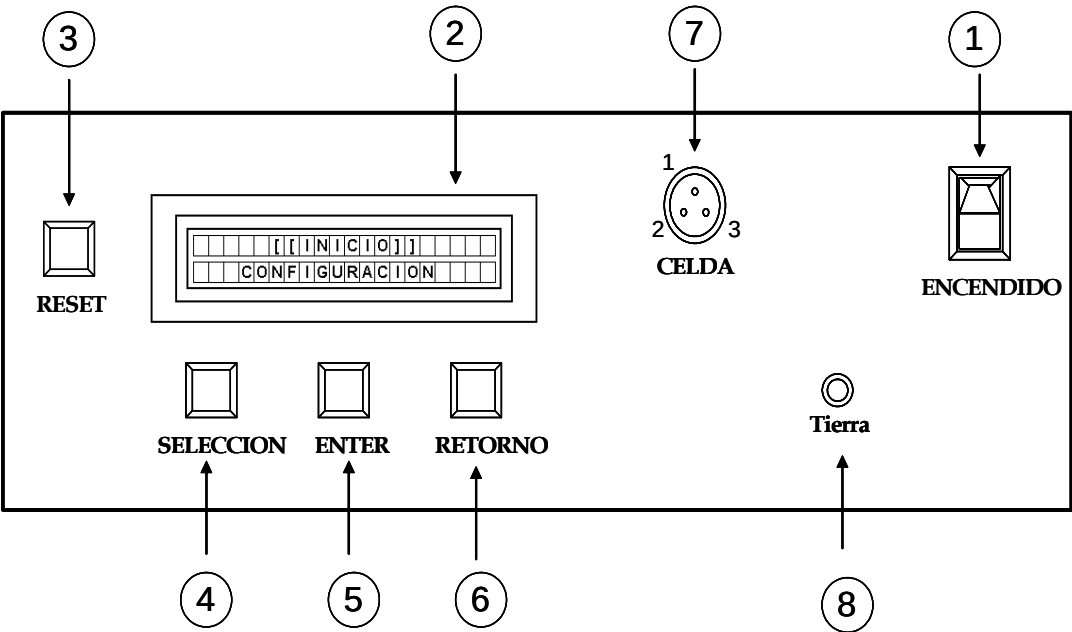
ANEXO C MANUAL DE USUARIO DEL MEDIDOR DE IMPEDANCIA ELECTROQUÍMICA. MIE

El MIE es un prototipo medidor de impedancia electroquímica, diseñado para uso en los laboratorios de Ingeniería Metalúrgica. Este prototipo es capaz de generar señales senoidales en tres diferentes amplitudes, 25mVp, 17.5mVp o 10mVp, en un rango de frecuencias comprendido entre 133mHz y 62kHz (6 décadas) con la posibilidad de elegir pruebas con 2, 4, 6 u 8 valores por década. Realiza la medición de la corriente en la celda, la fase por hardware y software y la frecuencia generada. Por medio del software de visualización de resultados se pueden observar los datos en gráficas de bode (magnitud y fase) y de Nyquist, los valores de impedancia (absoluta, real e imaginaria), corriente en la celda, para cada una de las frecuencias generadas y los valores del circuito equivalente de una celda electroquímica simple.

Controles.

Antes de operar el MIE es recomendable para el usuario estar familiarizado con las funciones de los interruptores y controles, tal como se describe abajo.

Figura C 1 Parte frontal del MIE



Fuente: Autores del Proyecto

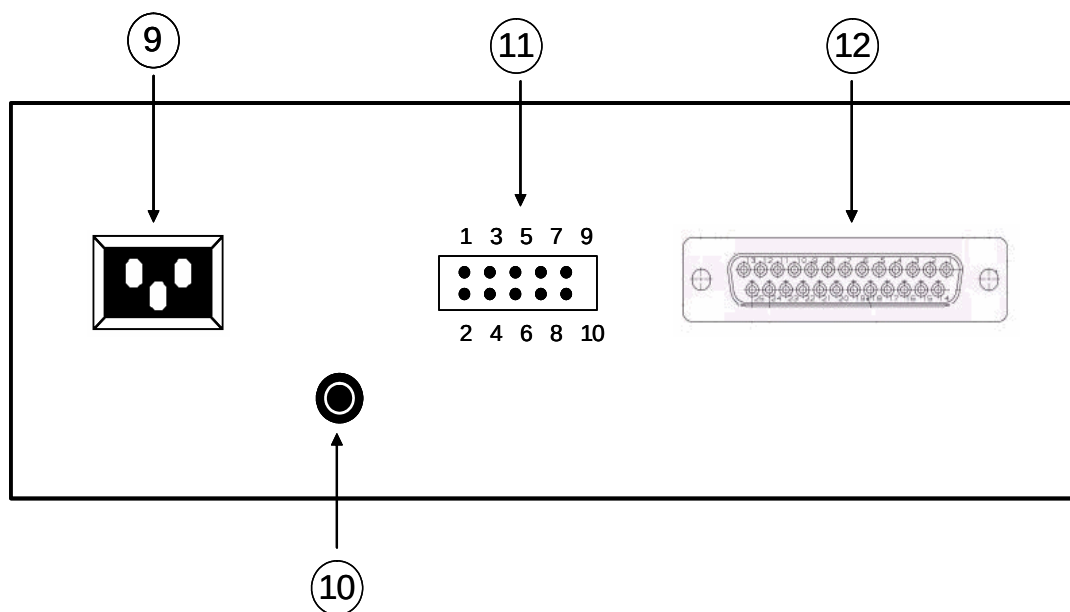
Cuadro C 1 Elementos de la parte frontal del MIE

Elemento	Descripción
1. Encendido	Interruptor de encendido y apagado
2. Pantalla de Cristal Líquido	Pantalla de 2 líneas x 20 caracteres.
3. Reset	Pulsador de reset del sistema. Este se utiliza cuando se quiere reiniciar el sistema a su estado inicial.
4. Selección	Pulsador de selección de menú. Este permite cambiar entre los distintos menús que ofrece el MIE.
5. Enter	Pulsador de ejecución de menú. Cuando se quiera acceder a un menú o ejecutar una

	operación.
6. Retorno	Pulsador para retorno del menú.
7. Celda	Terminal de salida para conexiones de la celda.
	1. Electrodo de trabajo (WE)
	2. Electrodo de referencia (RE)
	3. Contraelectrodo (CE)
8. Tierra.	Terminal de tierra de la carcasa.

Fuente: Autores del Proyecto

Figura C 2 Parte posterior del MIE.



Fuente: Autores del Proyecto

Cuadro C 2 Elementos parte posterior del MIE

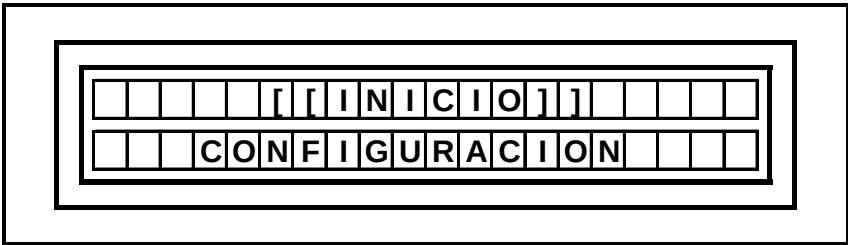
Elemento	Descripción
9. Alimentación	Terminal de alimentación AC 120V
10. Fusible	Fusible de protección 1A
11. Terminal de salida de señales	1. Tierra 1 2. Corriente de la celda 3. NC 4. Tensión de la celda 5. Tierra 2. 6. NC 7. Señal cuadrada de corriente de la celda 8. Señal cuadrada de tensión de la celda 9. Señal DC de fase (Hardware) 10. Tierra 2.
12. Puerto paralelo	Puerto de comunicación con el PC

Fuente: Autores del Proyecto

Menús.

El prototipo ofrece tres menús. Inicio, Configuración y Transferencia. En la pantalla se indica mediante doble paréntesis cuadrados ([[MENU]]) el menú que se encuentra activo.

Figura C 3 Menú Inicio activo.

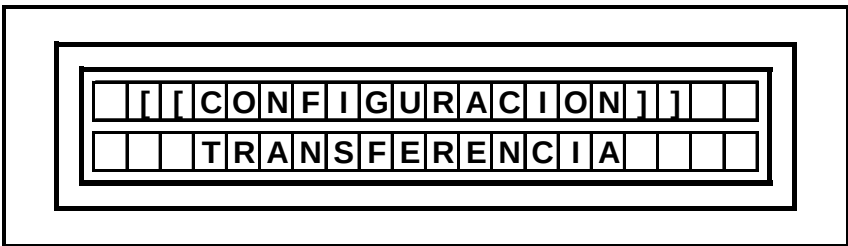


Fuente: Autores del Proyecto

Al pulsar “*enter*” se dará inicio a una nueva prueba. Hay que tener en cuenta que al encender el MIE o al pulsar “*reset*” el sistema se configurará con los valores por defecto (50mvp-p - 8valores/década).

El menú configuración, permite seleccionar los parámetros con los cuales se desea realizar la prueba.

Figura C 4 Menú Configuración activo.



Fuente: Autores del Proyecto

Al pulsar “*enter*” se ingresará al menú activo. Este menú tiene dos submenús, amplitud y Val/Dec.

Figura C 5 Submenú Amplitud

Fuente: Autores del Proyecto

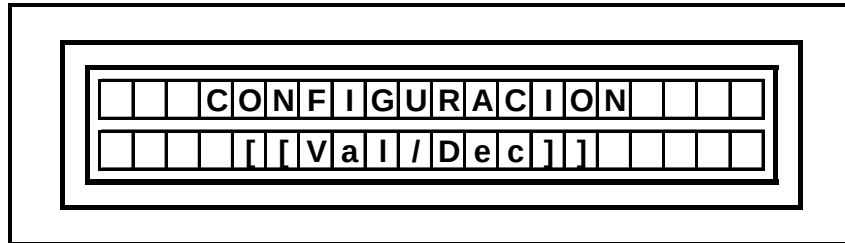
El submenú amplitud permite escoger la amplitud que el MIE entregará a la celda. Los valores son 50mvp-p, 35mVp-p y 20mVp-p. Al pulsar “enter” se ingresara al submenú amplitud y podrá escoger el valor deseado. Deberá pulsar “selección” para cambiar el valor que aparece en pantalla, una vez el valor deseado aparezca podrá seleccionarlo pulsando “enter”.

Figura C 6 Submenú Amplitud con 50mVp-p activo.

Fuente: Autores del Proyecto

Al seleccionar el valor de amplitud deseado, se regresará automáticamente al menú principal.

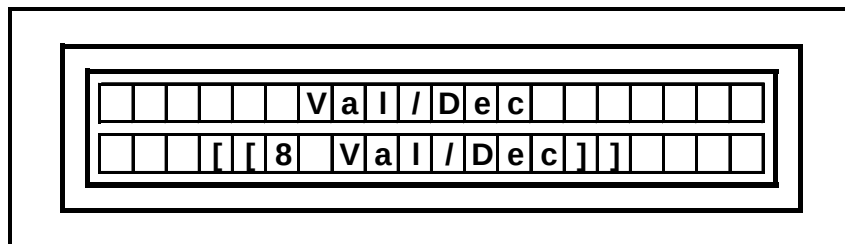
Figura C 7 Submenú Val/Dec.



Fuente: Autores del Proyecto

El submenú Val/Dec permite escoger la cantidad de frecuencias por década con la que se desea realizar la prueba. El MIE permite la selección de 8, 6, 4 o 2 valores por década. Al pulsar “enter” ingresará en el submenú Val/Dec.

Figura C 8 Submenú Val/Dec con 8 valores por década activo.



Fuente: Autores del Proyecto

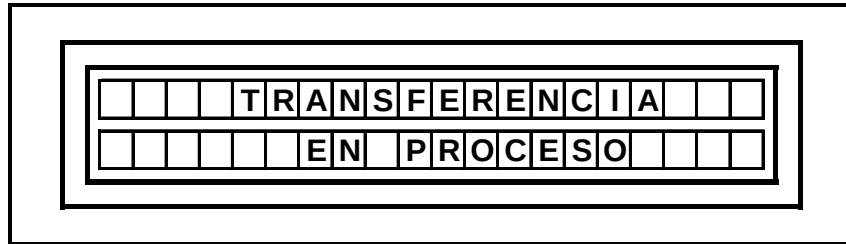
Al seleccionar el valor por década deseado, se regresará automáticamente al menú principal.

En el menú transferencia se realiza la comunicación del prototipo MIE con el PC, para enviar los datos adquiridos en la última prueba realizada. Para realizar una transferencia con éxito deberá seguir los siguientes pasos.

1. Encienda el MIE.
2. Conecte el cable del puerto paralelo al MIE y al PC

3. Seleccione el menú Transferencia. Aparecerá en pantalla el siguiente mensaje:

Figura C 9 Mensaje de Transferencia

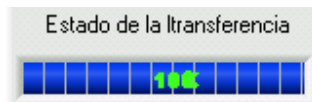


Fuente: Autores del Proyecto

4. Abra el programa en el PC para visualización de datos
5. Seleccione Transferir en el programa de visualización.



6. Espere hasta que la barra de estado de la transferencia alcance el 100%



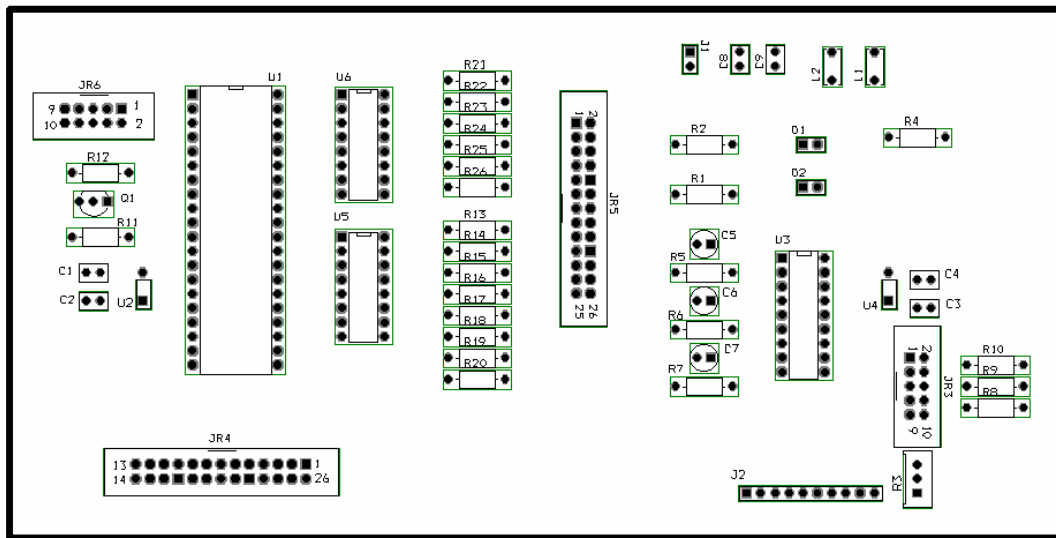
7. Al finalizar la transferencia la pantalla del prototipo regresará al menú principal y en el PC se visualizará un mensaje de transferencia terminada.
8. Desconecte el cable del puerto paralelo.
9. Apague el prototipo MIE.

Los pasos anteriormente descritos deberán seguirse en estricto orden.

Tarjetas.

A continuación se muestran diagramas de las tarjetas de circuito impreso que componen el MIE.

Figura C 10 Diagrama del circuito impreso de la tarjeta digital



Fuente: Autores del Proyecto

La tarjeta digital se conecta a la tarjeta analoga mediante correas que van de un "jumper" a otro, al igual que a otros elementos de los paneles que conforman la caja, y a la fuente de alimentación, de la siguiente forma:

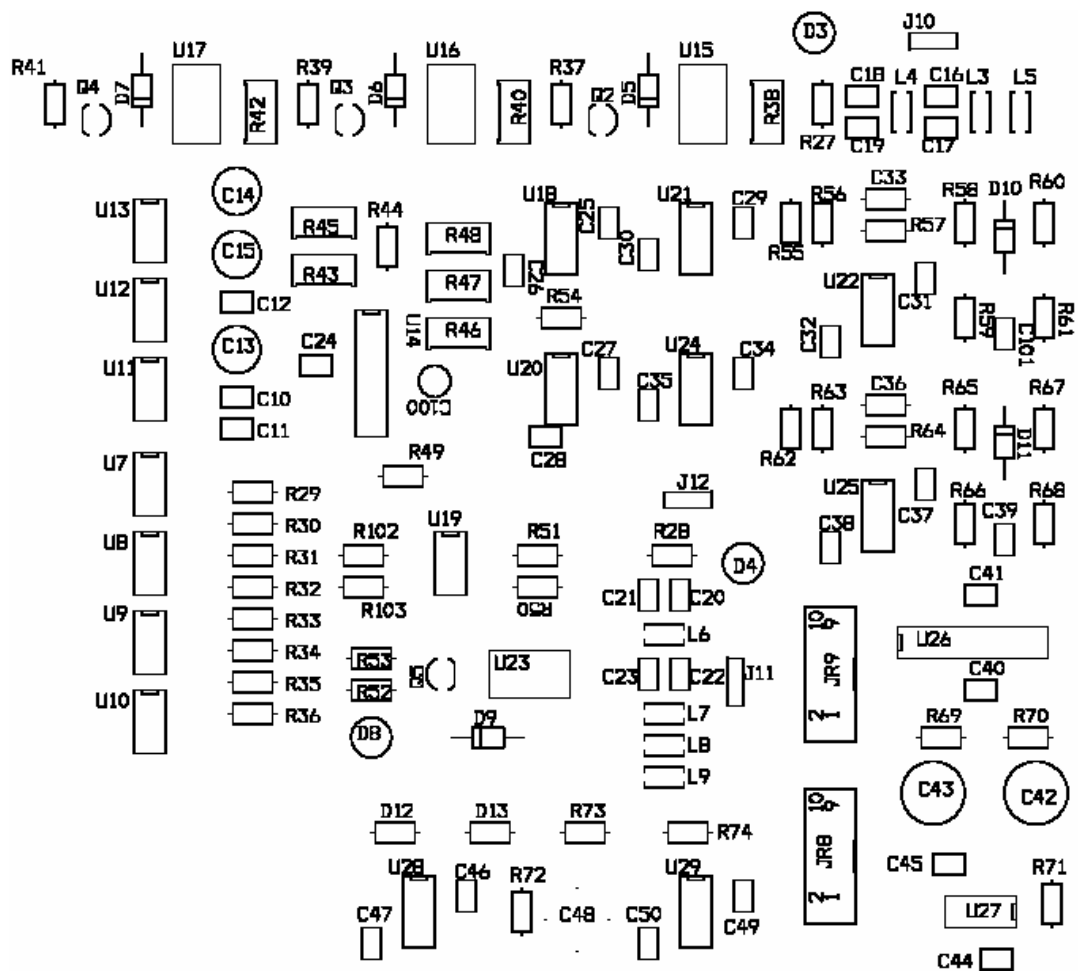
Cuadro C 3 Conexiones de los terminales de la tarjeta digital

Terminal	Destino
JR5 Control 1	JR6 Control 1 - Tarjeta Analoga
JR6 Medición	JR9 Medición - Tarjeta Analoga
JR4 Puerto Paralelo	Panel trasero
JR3 to_panel	Panel frontal
J2 LCD	Pantalla LCD
J1 Fuente	Fuente

Cuadro C 4 Conexiones de los terminales de la tarjeta analoga

Terminal	Destino
JR6 Control 1	JR5 Control 1 - Tarjeta Digital
JR9 Medición	JR6 Medición - Tarjeta Digital
JR8 Señales de salida	Panel trasero
J12 Celda	Panel frontal
J10 Fuente dual analogo 2	Fuente
J11 Fuente dual analogo 1	Fuente

Figura C 11 Diagrama de circuito impreso de la tarjeta analoga.



Fuente: Autores del Proyecto