



使用 Model 2450-EC 或 2460-EC 电化学实验室系统执行循环伏安测量

应用文章

化学工程师、化学家和其他科学家都使用电测量技术，研究化学反应和态势。循环伏安测量 (CV) 是一种电位扫描方法，也是最常用的测量技术。CV 以线性方式扫描电极电位随时间变化，测量流经电路的电流，其一般是 3 电极电化学电池。得到的 I-V 数据提供了与被分析物有关的重要电化学特点。

循环伏安测量一般使用稳压器进行，这是一种常用的电化学测量仪器。吉时利 Model 2450-EC 或 Model 2460-EC 电化学实验室系统可以作为替代方案，执行循环伏安测量和其他电化学测试，包括作为基本输出和测量功能的通用实验室工具使用。这些仪器可以编程，可以同时输出和测量电流和电压。用户还可以绘制 I-V 结果图，保存数据，而无需使用外部计算机控制器。

本应用指南介绍了使用 2450-EC 或 2460-EC 电化学实验室系统，利用内置测试脚本和电化学转换电缆配套工具箱执行循环伏安测量。通过使用电化学转换电缆，用户可以简便地把 4 端子仪器连接到 2 端子、3 端子或 4 端子电化学电池上。这些系统还包括一个 U 盘，其中包含执行循环伏安测量使用的 LabVIEW 代码。

CV 测试脚本可以调节参数设置，支持在源表显示器上实时绘制伏安图。用户通过显示器上出现的一系列弹出菜单输入测试参数。在执行测试后，数据存储到插在仪器前面板的 U 盘中。图 1 显示了 2450 仪器显示器上使用循环伏安测试脚本绘制的伏安图。

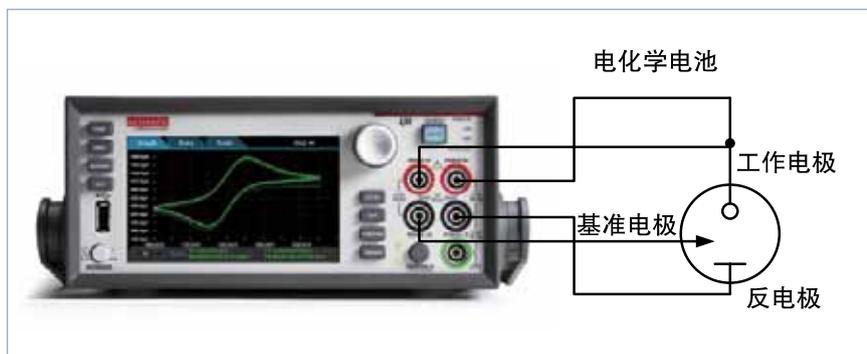


图 1. 2450-EC 系统绘制伏安图。

通过使用 LabVIEW 代码，用户可以简便地以交互方式输入测试参数，在屏幕上实时绘制伏安图，把结果保存到计算机上的 .csv 文件中。对没有 LabVIEW 的用户，U 盘中包括 LabVIEW 运行时应用程序，可以从 PC 中执行 CV 测试。图 2 显示了 LabVIEW 循环伏安测量应用程序。这一代码还可以获得连续的开路电压测量数据。

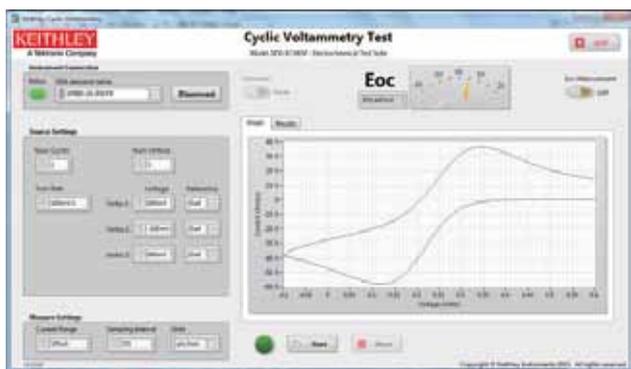


图 2. LabVIEW 循环伏安测量应用程序。

循环伏安测量基础知识

图 3 显示了由一块电化学电池、一块可调节的电压源 (VS)、一个电流表 (AM) 和一个电压表 (VM) 组成的典型的电化学测量电路。电化学电池的三个电极是工作电极 (WE)、基准电极 (RE) 和反 (或辅助) 电极 (CE)。WE 和 CE 之间应用电位扫描使用的电压源 (VS)。RE 与 WE 之间的电位 (E) 使用电压表测量，然后调节整体电压 (Vs)，在 WE 上相对于 RE 保持希望的电位。然后使用电流表 (AM) 测量得到的与 WE 之间的电流 (i)。之后通常对一个 E 值范围重复这一过程。

可以使用下面的程序对每个扫描点 E(i) 执行测量：

1. 为 RE 选择相对于 WE 的电位 (E)。
2. 调节经过整块电池的电压 (CE 到 WE), 得到希望的 E 值 (闭环控制)。
3. 测量 i。
4. 选择 (步进) 一个新 E 值, 重复这一过程, 直到完成扫描。这一程序可以是两个电位之间的单次

扫描，这种情况称为线性扫描伏安测量；也可以配置成在达到某个电位时反转扫描，称为循环伏安测量。在试验中可以多次重复这一过程。

5. 绘制结果图，从数据中推导出关心的参数。

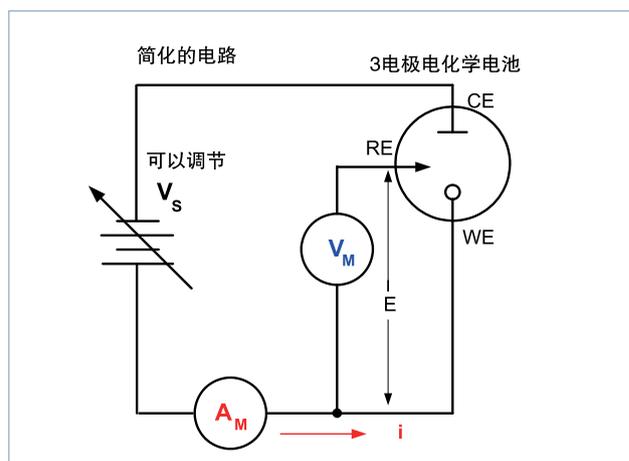


图 3. 执行循环伏安测量的简化的测量电路。

一旦试验结束，将相对于电位绘制测得的电流图，称为伏安图。图 4 中的伏安图实例显示了四个电压顶点：E1 (初始电位)，E2 (第二个切换电位)，E3 (第三个切换电位)，E4 (最终电位)。波形中的电压峰值分别是阳极 (Epa) 和阴极 (Epc) 峰值电位。在这个实例中，扫描从 E1 开始，电位不断朝着更高的正向移动，导致阳极电流迅速上升，在阳极峰值电位 (Epa) 达到顶峰。在 E2 后，扫描方向切换到负值，进行反向扫描。在电流变得越来越负时，阴极电流随着电极工艺还原而流动。阴极峰值电位出现在 Epc 处。在第三个电位 E3 上，方向再次反转，一直扫描电压，直到达到 E4。从电位扫描中，可以推导和分析与试验有关的重要信息。

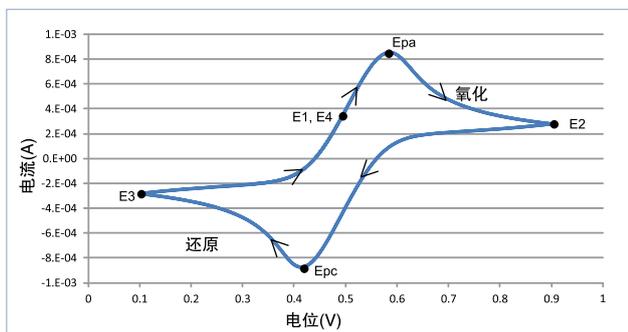


图 4. 使用 Model 2450-EC 系统生成的伏安图实例。

使用 2450-EC 或 2460-EC 系统执行循环伏安测量

可以按照以下步骤，使用 2450-EC 或 2460-EC 系统和 Cyclic Voltammetry 测试脚本执行循环伏安测量测试。

连接 4 端子源表与 3 电极电池

为执行循环伏安测量，应把仪器设置成在 4 线（远程传感）配置中强制提供电压，测量电流。仪器的 4 个端子连接到 3 电极电化学电池上，如图 5 所示。

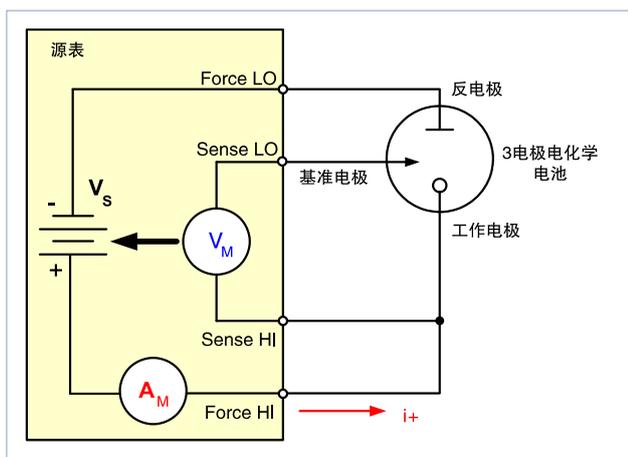


图 5. 把电化学实验室系统连接到电化学电池上，进行循环伏安测量。

Force HI 和 Sense HI 端子连接到工作电极上。在这个端子上强制电压，测量从工作电极到反电极的电流。Sense LO 端子连接到基准电极上。Force LO 端子连

接到反电极上。仪器测量工作电极和反电极之间 (Sense HI 端子和 Sense LO 端子之间) 的电压差，确保电压保持不变。

在源表 SMU 仪器编程为在远程传感 (4 线) 配置中输出电压时，内置传感功能提供了一个反馈电压，将测量这个电压，并与编程电压进行对比。如果反馈电压小于编程电压，那么将提高电压源，直到反馈电压等于编程电压。远程传感功能补偿测试线和被分析物中的电压下跌，确保为工作电极提供编程的电压。

下载和运行测试脚本

一旦完成从仪器到电池的连接，那么可以执行测试脚本。循环伏安测量测试脚本是使用 TSP® (测试脚本处理) 代码创建的。TSP 技术可以把完整的测试程序嵌入到仪器内部。每台仪器有一个嵌入式测试脚本处理器，可以执行测试程序 (脚本)，而不用使用外部计算机。可以使用任意编辑器，如写字板或吉时利 Test Script Builder 软件编辑脚本。

Cyclic Voltammetry 脚本已经预先加载到仪器中。按仪器主屏顶部的 Active Script Indicator，然后轻触 Cyclic Voltammetry 测试脚本，可以执行测试脚本，如图 6 所示。

执行测试脚本

一旦测试脚本开始执行，用户必须根据仪器触摸屏上的提示定义测试参数。

获得开路电位：在执行过程中，将显示测得的开路电位 (E_{oc})，用户必须表明取值是否可以接受。在仪器处于电压表模式下时，将测量电化学电池的开路电位。在测量开路电位时，电流源设置成输出 0A。仪器在 4 线配置下进行这种高阻抗电压测量，如图 7 所示。没有必要手动改变任何测试线。

在定义电压顶点时，可以使用这个 E_{oc} 电位作为基准指标。在这种情况下，将在该顶点中增加 E_{oc} 测量。

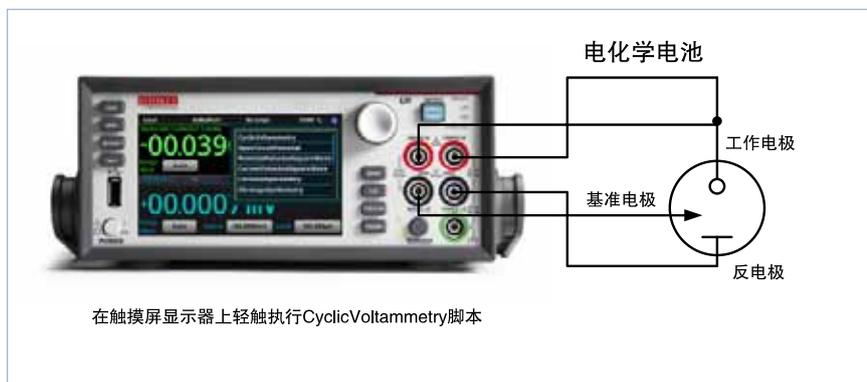


图 6. 从 2460 仪器主屏执行 Cyclic Voltammetry 测试脚本。

定义电压顶点：在测量开路电压后，必须定义电位扫描的电压，包括顶点数量、电压幅度和基准电压。用户可以选择最多 4 个电压顶点，其分别定义为 E1 (或 E initial)、E2、E3 和 E4；图 8 中的电位与时间关系图显示了这些顶点。这些直线的斜率是扫描中使用的扫描速率。

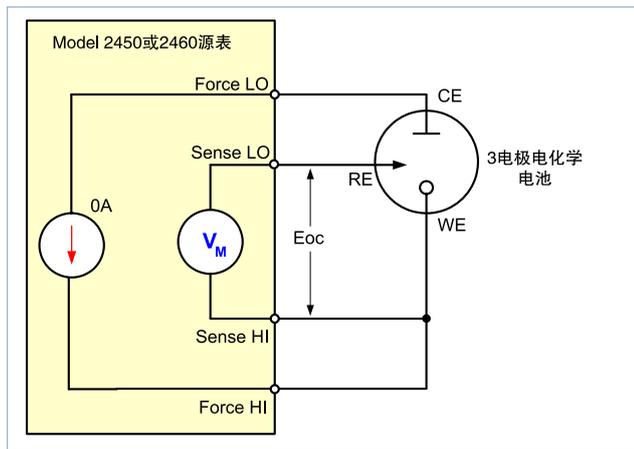


图 7. 测量电化学电池开路电位使用的仪器配置。

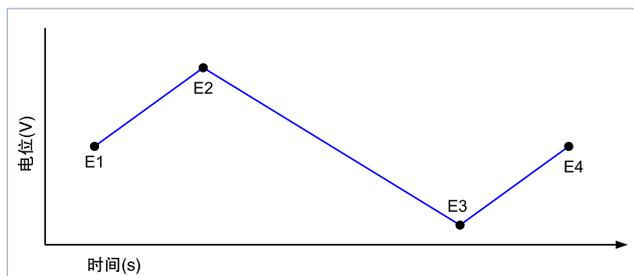


图 8. 循环伏安测量的电位扫描相对于时间关系实例。

必须为每个顶点电位指定 $\pm 5.0000V$ 左右的电压幅度。用户还必须选择每个顶点的电位是相对于基准电位 (E_{ref}) 还是相对于开路电位 (E_{oc})。

选择扫描速率：然后指定扫描速率，范围在 $0.1 \text{ mV/s} \sim 3500 \text{ mV/s}$ 范围内。扫描速率规定了在试验期间线性扫描电位的速率。仪器输出的并不是真正的线性电压，而是输出非常小的数字化步进，从 0.1mV 到

10mV ，具体视扫描速率而定。在扫描过程中，将根据用户设置的扫描速率使用这些电压步长：

- $100\mu\text{V}$ 步长： $0.1\text{mV/s} < \text{扫描速率} < 35\text{mV/s}$
- 1mV 步长： $35\text{mV/s} < \text{扫描速率} < 350\text{mV/s}$
- 10mV 步长： $350\text{mV/s} < \text{扫描速率} < 3500\text{mV/s}$

选择周期数：选择的周期数 ($1 \sim 100$) 决定着每次扫描重复多少次。图 9 是一个电位相对于时间关系图实例，显示了三顶点电压扫描的三个周期。

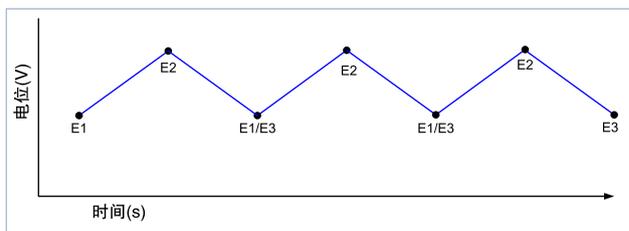


图 9. 三周期三顶点电压扫描图。

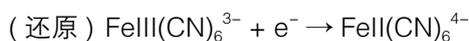
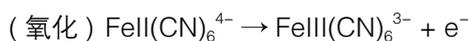
选择电流测量范围：在扫描期间，将在用户指定的范围内测量电流。可以选择的电流范围视使用的是 2450-EC 系统还是 2460-EC 系统而定。2450-EC 的电流范围有 $10\mu\text{A}$ 、 $100\mu\text{A}$ 、 1mA 、 10mA 、 100mA 和 1A 。2460-EC 的电流范围有 1mA 、 10mA 、 100mA 、 1A 、 4A 、 5A 和 7A 。

根据采样间隔单位获取读数：在扫描期间，将输出许多小的电压步长，测量得到的电流。为限制返回内部缓冲器的点数（电流、电压和时间读数），用户可以指定八种采样间隔单位中的一种，定义把读数存储到默认缓冲器中的频次。表 1 描述了每种采样间隔单位及取值范围。

表 1. 采样间隔单位。

采样间隔单位	说明	取值范围
pts/test	不管周期多少，在测试期间采集的总点数	10 ~ 10,000
pts/cycle	在每个周期中采集的总点数	10 ~ 10,000
sec/pts	每个点秒数	0.01 ~ 100
pts/sec	每秒获得的总点数	0.01 ~ 100
mV/pt	点与点之间的毫伏数	0.1 ~ 1000
pts/mV	每毫伏的点数	0.001 ~ 10
mA/pt	点与点之间的毫安数	0.0001 ~ 100
pts/mA	每毫安的点数	0.01 ~ 10,000

生成扫描，实时查看图表：一旦定义了所有输入，那么试验开始。可以在 Graph 屏幕上实时查看生成的伏安图。这些图使用 IUPAC(国际理论化学和应用化学联合会)惯例绘制，其中电位沿着 x 轴方向朝着正向移动。阳极电流在 y 轴上显示为正值，阴极电流在 y 轴上显示为负值。图 10 所示的仪器生成的伏安图是下述铁氰化钠 $K_3[Fe(CN)_6]$ 的可逆化学反应的结果：



在这个实例中，我们使用了四个电压顶点和 25mV/s 的扫描速率生成这个伏安图，其中包含三个周期的数据。

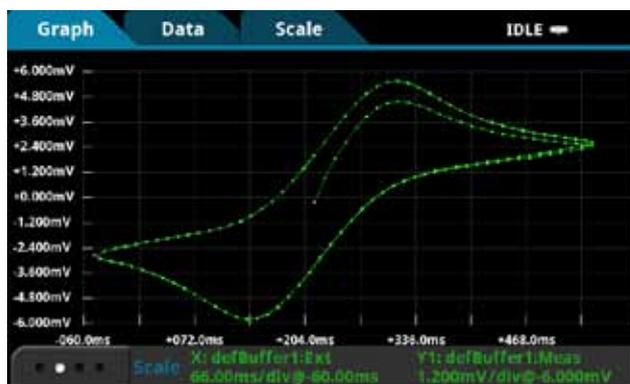
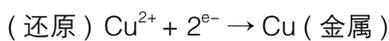


图 10. 2450-EC 在 Fe(CN) 试验中生成的伏安图。

另一个实例使用 Cyclic Voltammetry 测试脚本在硫酸铜上执行试验。在这个实例中，我们使用循环伏安测量在石墨工作电极上镀铜，然后再向回剥离。这种化学反应是：



在这个测试中，我们配置了三个电压顶点，从而可以使用 25mV/s 扫描速率从 0.4V → -0.1V → 0.4V 扫描电压。采样间隔单位设置成 5 points/s。我们执行了三个扫描周期，图 11 显示了这个试验的结果。

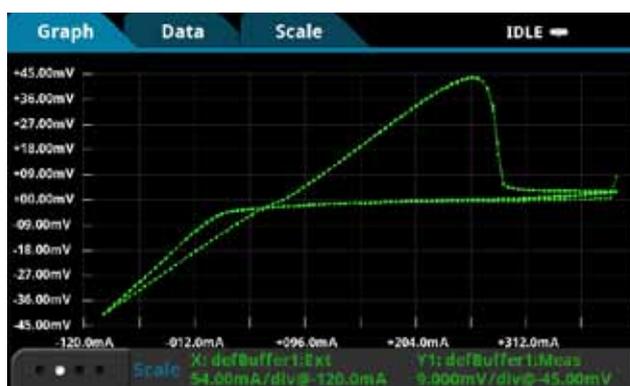


图 11. 2450-EC 在硫酸铜试验中生成的伏安图。

应用文章

在 .CSV 文件中查看数据结果：如果数据保存到 U 盘中，那么通过在计算机的电子表格程序中打开文件，可以查看读数。图 12 显示了数据显示方式实例。除了电流、电压和时间外，文件中还包括与测试有关的通用参数。

General Parameters:		
EOC potential =	0.215446	V
fileName =	fecn23test7	
Source Parameters:		
Source Range =	2	
# of Vertices =	4	V
Vertex 1 =	0.215446	V
Vertex 2 =	0.55	V
Vertex 3 =	-0.05	V
Vertex 4 =	0.215446	V
Source Rate =	25	mV/sec
# of Cycles =	3	
Measure Parameters:		
Current Range =	0.1	A
Sampling Interval	2	pts/sec
Calculated Parameters		
stepSize =	0.0001	V
sourceDelay =	0.004	seconds
voltageLimit	0.55	V
Current	Voltage	Seconds
-0.000263035	0.21545	0
0.00089106	0.22795	0.479199
0.00181773	0.24045	0.979192
0.00260912	0.25295	1.47921
0.00328355	0.26545	1.97919
0.00383069	0.27795	2.47919
0.00423351	0.29045	2.9792
0.00447714	0.30295	3.47921
0.00456108	0.31545	3.97919
0.00450899	0.32795	4.47918

图 12. 出现在 .csv 文件中的数据实例。

使用 LabVIEW 项目和程序库

2450-EC 和 2460-EC 包括一个 LabVIEW 项目，用来执行循环伏安测量和开路电位测量。这个选项包括执行 CV 测量的 LabVIEW 源代码，以及从 PC 执行循环伏安测量的 LabVIEW 运行时应用程序，适用于系统中没有安装 LabVIEW 的用户。

在执行 LabVIEW 代码前，2450 或 2460 仪器必须经通信接口连接到 PC 上，包括 GPIB、USB 或以太网。一旦连接，用户可以在 LabVIEW 应用程序的 Source Settings 和 Measure Settings 窗口中简便地输入源和测量测试参数（扫描速率、电压源和基准值、周期数、测量范围、采样间隔单位、等等）。在配置 CV 测试后，用户只需轻触 Start 按钮，就可以执行测试。伏安图在 Graph 标签中实时绘制。Results 标签中实时列出电流、电压和时间测量，如图 13 所示。这些数据及测试参数可以保存到计算机上的 .csv 文件中。还可以独立于循环伏安测量扫描监测开路电压 (Eoc)。

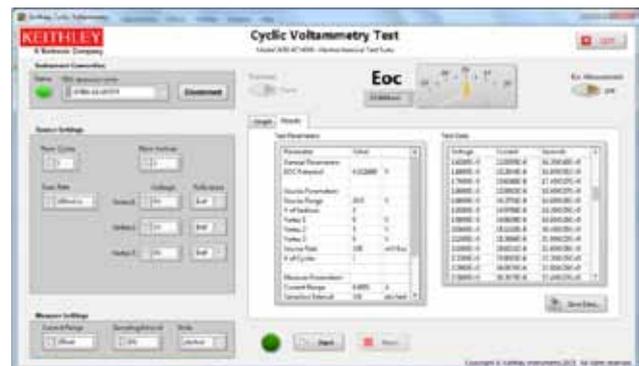


图 13. 吉时利循环伏安测量 LabVIEW 项目 GUI。

总结

2450-EC 和 2460-EC 电化学实验室系统为执行常见的电化学测试提供了理想的工具。这些系统包括各种测试脚本，用来执行循环伏安测量、开路电位测量、电位脉冲和方波及电流测量、电流脉冲和方波及电位测量、计时电流和计时电位。这些系统无需使用计算机就可以执行测试。另外还包括一条电化学转换电缆，可以简便地连接仪器与电化学电池。它带有一个 U 盘驱动器，包含着执行循环伏安测量使用的 LabVIEW 代码，另外还包括测试脚本源码。

循环伏安测量测试可以设置的值：

- 电位范围：±5V
- 倾斜期间的电压步长：
 - 100 μ V (0.1mV/s < 扫描速率 < 35mV/s)
 - 1mV (35mV/s < 扫描速率 < 350mV/s)
 - 10mV (350mV/s < 扫描速率 < 3500mV/s)
- 扫描速率：0.1mV/s ~ 3500mV/s
- 电流测量范围 (满刻度)：
 - 2450-EC：100 μ A, 1mA, 10mA, 100mA, 1A
 - 2460-EC：1mA, 10mA, 100mA, 1A, 4A, 5A, 7A
- 周期数：1 ~ 100
- 用户可以选择的采样间隔单位：Points/Test, Points/Cycle, Seconds/Point, Points/Second, mV/Point, Points/mV, mA/Point, Points/mA
- 最大点数：最多 100,000 个读数

泰克科技(中国)有限公司
上海市浦东新区川桥路1227号
邮编: 201206
电话: (86 21) 5031 2000
传真: (86 21) 5899 3156

泰克北京办事处
北京市海淀区花园路4号
通恒大厦1楼101室
邮编: 100088
电话: (86 10) 5795 0700
传真: (86 10) 6235 1236

泰克上海办事处
上海市徐汇区宜山路900号
科技大楼C座7楼
邮编: 200233
电话: (86 21) 3397 0800
传真: (86 21) 6289 7267

泰克深圳办事处
深圳市福田区南园路68号
上步大厦21层G/H/I/J室
邮编: 518031
电话: (86 755) 8246 0909
传真: (86 755) 8246 1539

泰克成都办事处
成都市锦江区三色路38号
博瑞创意成都B座1604
邮编: 610063
电话: (86 28) 6530 4900
传真: (86 28) 8527 0053

泰克西安办事处
西安市二环南路西段88号
老三届世纪星大厦26层C座
邮编: 710065
电话: (86 29) 8723 1794
传真: (86 29) 8721 8549

泰克武汉办事处
武汉市洪山区珞喻路726号
华美达大酒店702室
邮编: 430074
电话: (86 27) 8781 2760

泰克香港办事处
香港九龙尖沙咀弥敦道132号
美丽华大厦808-809室
电话: (852) 2585 6688
传真: (852) 2598 6260

如需进一步信息。泰克维护着完善的、且不断扩大的资料库, 其中包括各种应用指南、技术简介和其它资源, 帮助工程师开发尖端技术。详情请访问: cn.tek.com 和平共处 www.keithley.com。



© 2015 年泰克公司版权所有, 侵权必究。泰克产品受到已经签发及正在申请的美国专利和外国专利保护。本文中的信息代替所有以前出版的材料中的信息。本文中的技术数据和价格如有变更, 恕不另行通告。TEKTRONIX 和 TEK 是泰克公司的注册商标。本文中提到的所有其它商号均为各自公司的服务标志、商标或注册商标。

11215 KI

1KC-60116-0

KEITHLEY
A Tektronix Company