

基础电化学原理及技术系列讲座

电化学工作站原理 与应用简介

揭晓 (Lily Jie)

电化学工作站

- 为什么要用到电化学工作站
- 电化学工作站怎么工作
- 电化学工作站如何使用
- 电化学实验怎么做



为什么要使用
电化学工作站呢？

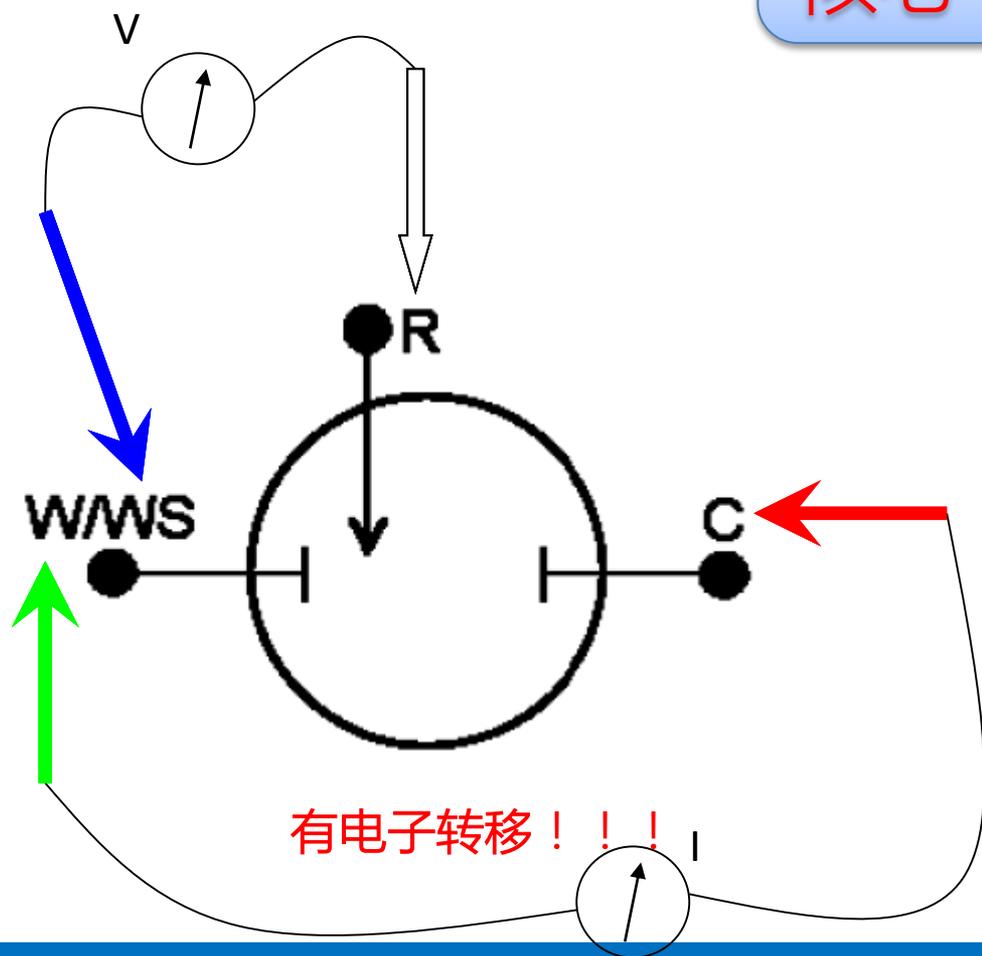
电化学研究内容

三大要素：E、 i 以及 t



电化学实验信号

核心：E、 i 以及 t



DC技术 + AC技术



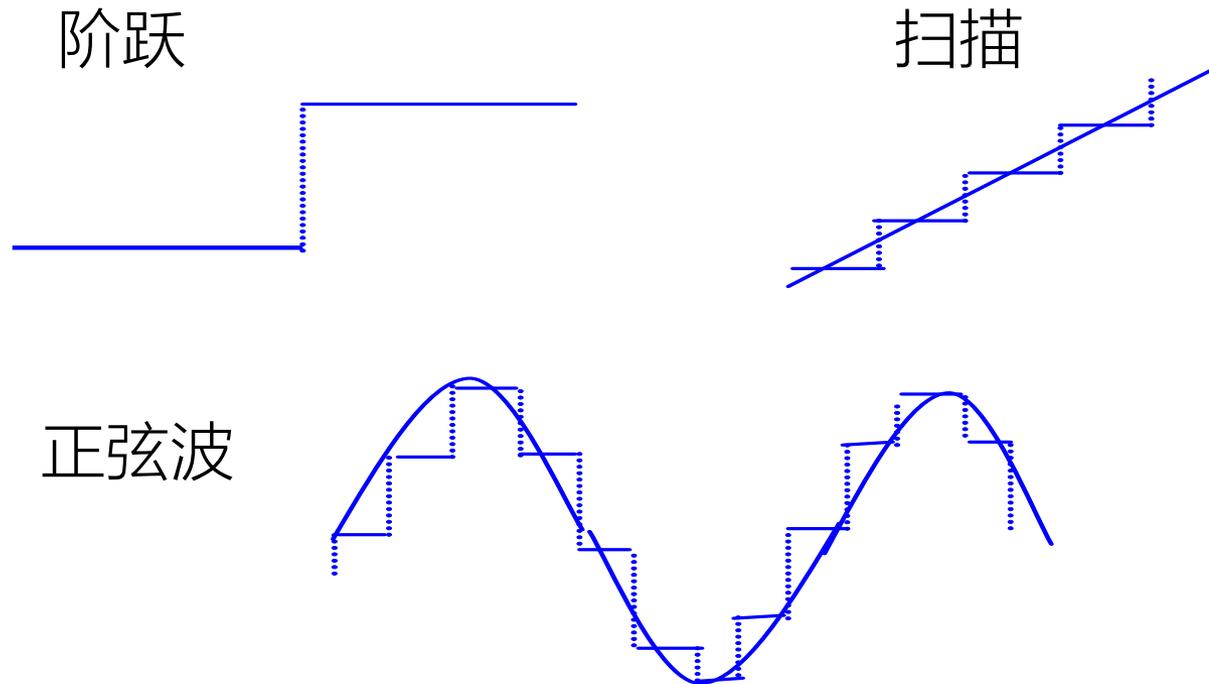
循环伏安
脉冲伏安
计时电流
计时电位
电位阶跃
...



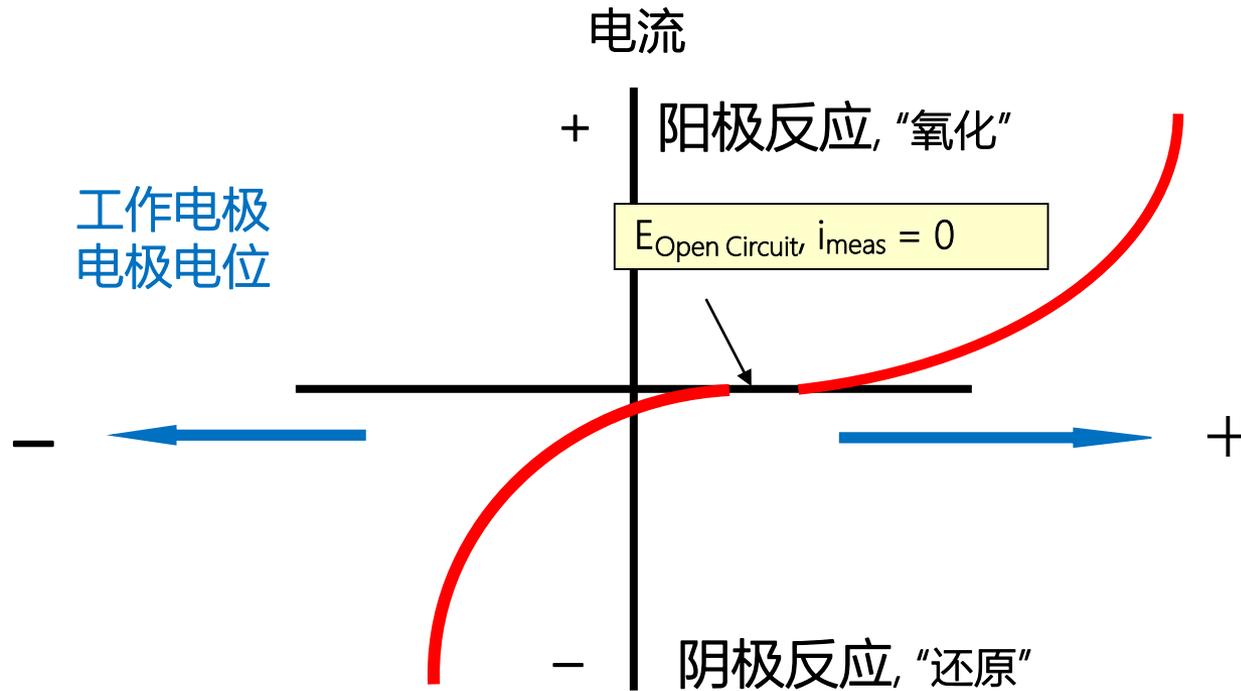
电化学阻抗谱
莫特肖特基
交流伏安
...

电化学实验信号

- 以电阻R为例思考反馈信号

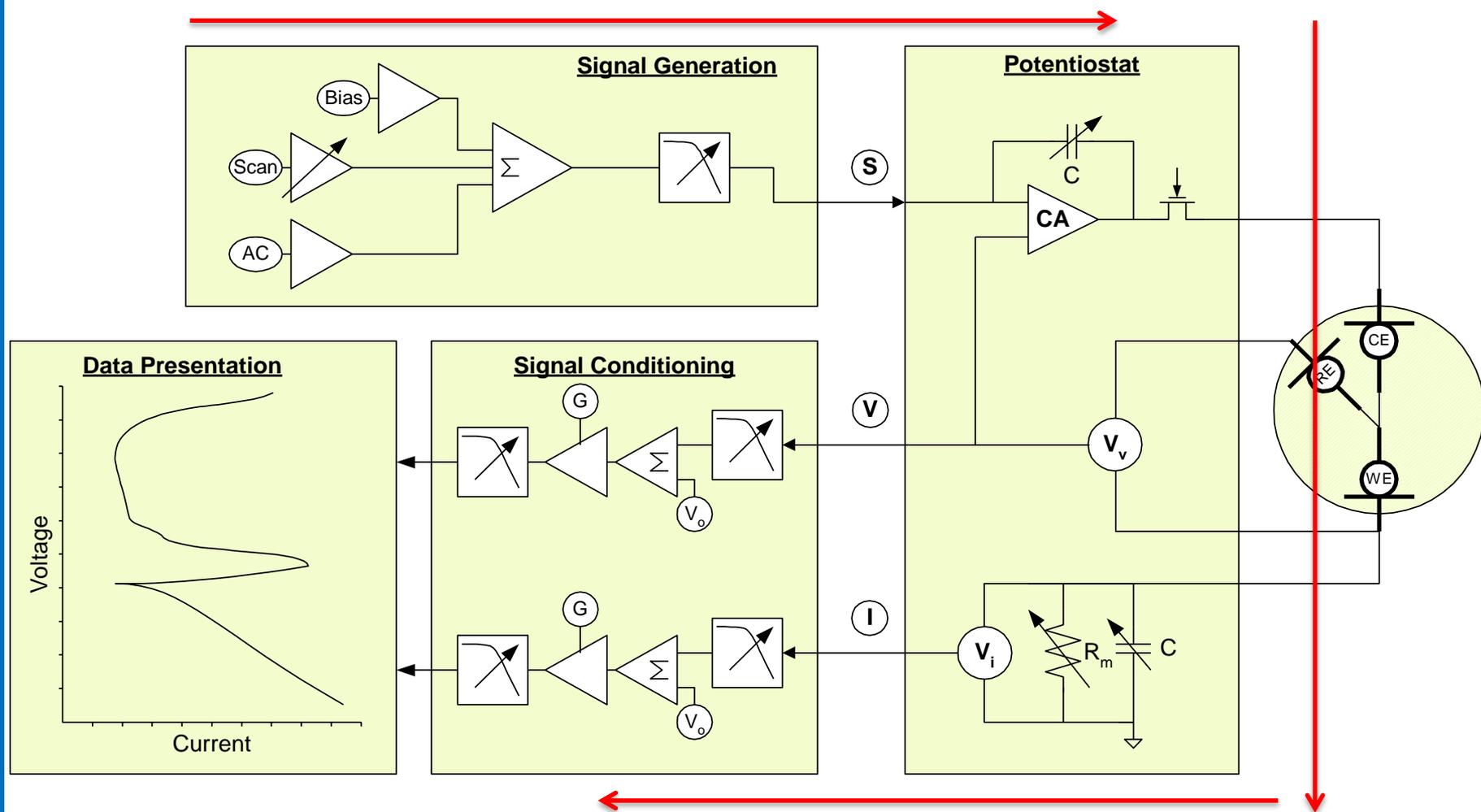


电化学反应



电化学工作站 怎么工作的呢？

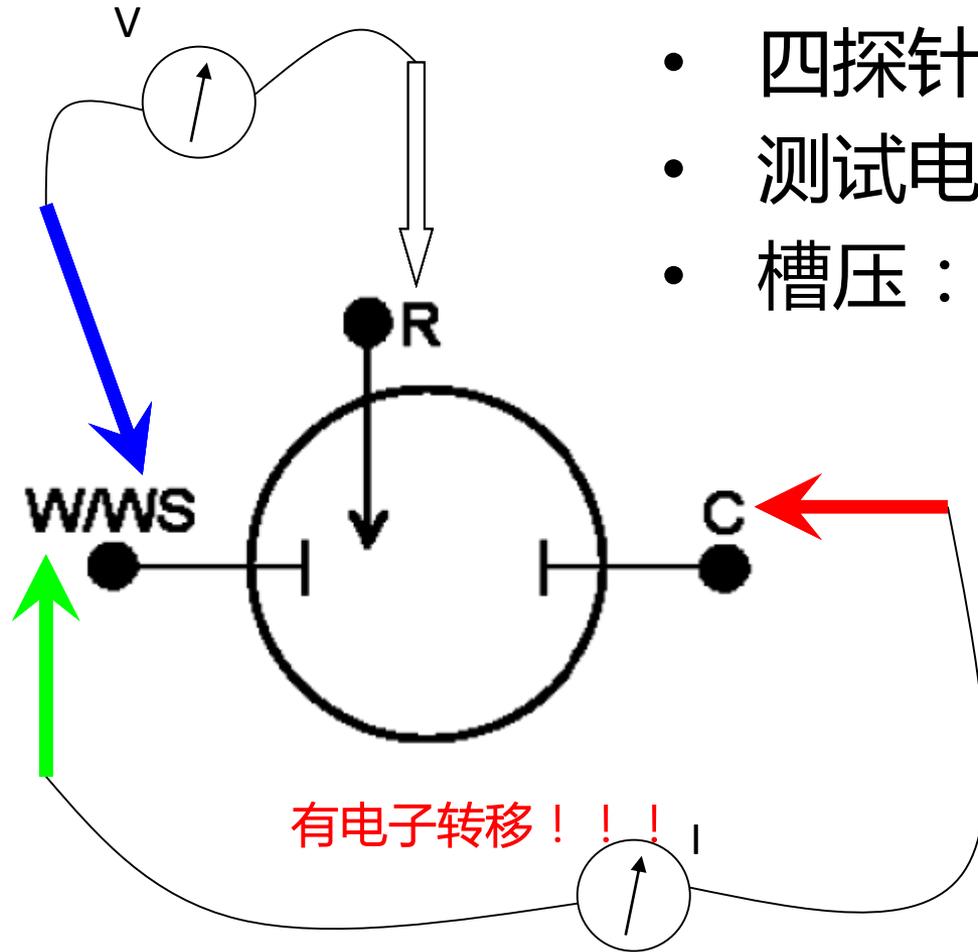
电化学工作站 (以恒电位仪为例)



电化学工作站

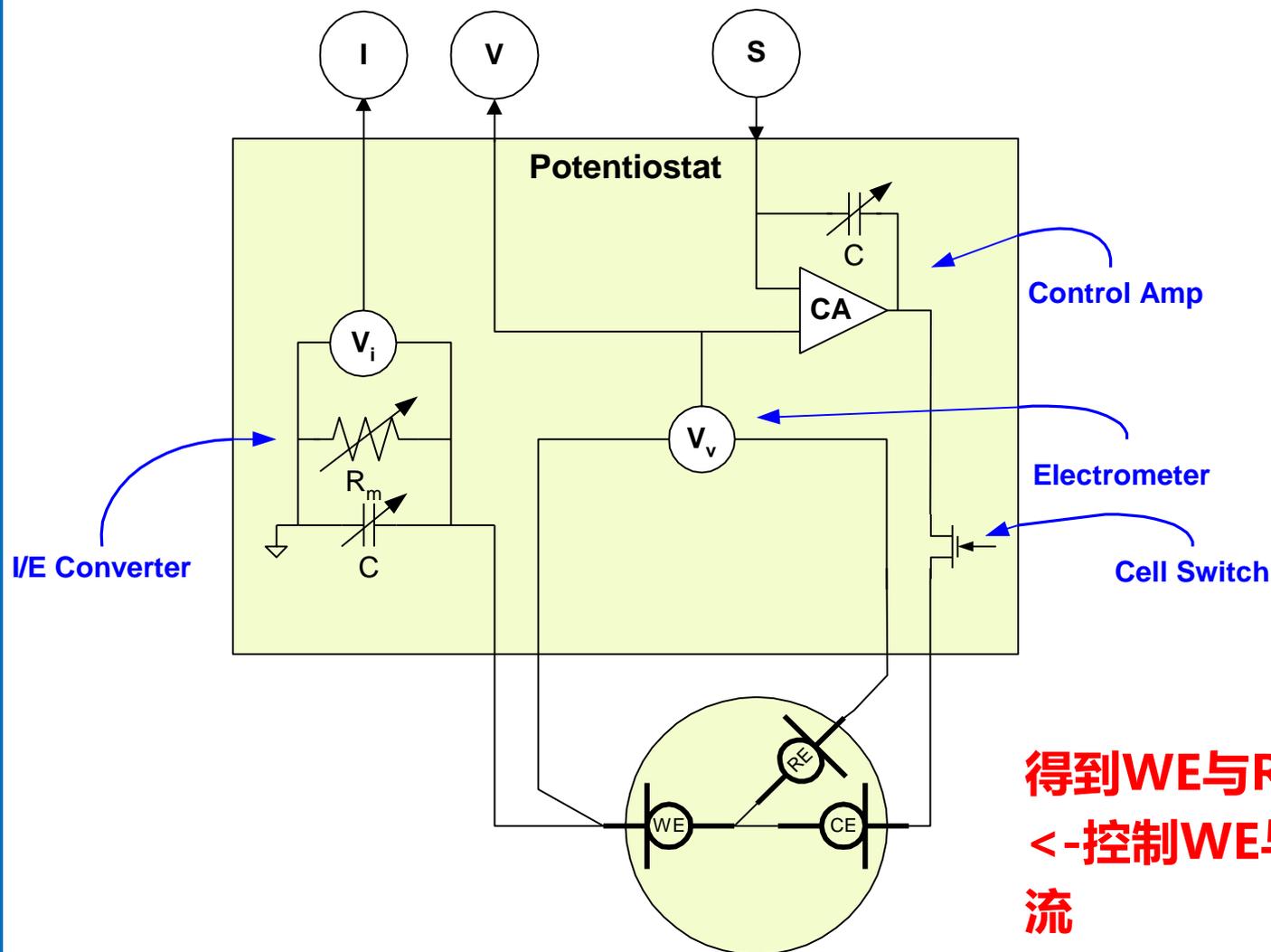
信号发生->控制部分->信号采集->得到数据

电化学信号



- 四探针法 (Kelvin法)
- 测试电压：参比vs.工作
- 槽压：工作vs.对电极

控制部分 (以恒电位仪为例)



电化学工作站怎么用呢？ (以CV为例)

信号发生

Cyclic Voltammetry

Default Save Restore OK Cancel

Estat IFC1000-08175

Test Identifier Cyclic Voltammetry

Output File RCV.DTA

Electrode Area (cm²) 1

Notes...

Initial E (V) 0 vs Eref vs Eoc

Scan Limit 1 (V) 0.5 vs Eref vs Eoc

Scan Limit 2 (V) -0.5 vs Eref vs Eoc

Final E (V) 0 vs Eref vs Eoc

Scan Rate (mV/s) 100

Step Size (mV) 2

Cycles (#) 1

I/E Range Mode Auto Fixed

Max Current (mA) 0.3

IRComp None PF CI

PF Corr. (ohm) 50

Equil. Time (s) 5

Init. Delay Off Time (s) 30 Stab. (mV/s) 0

Conditioning Off Time (s) 15 E (V) 0

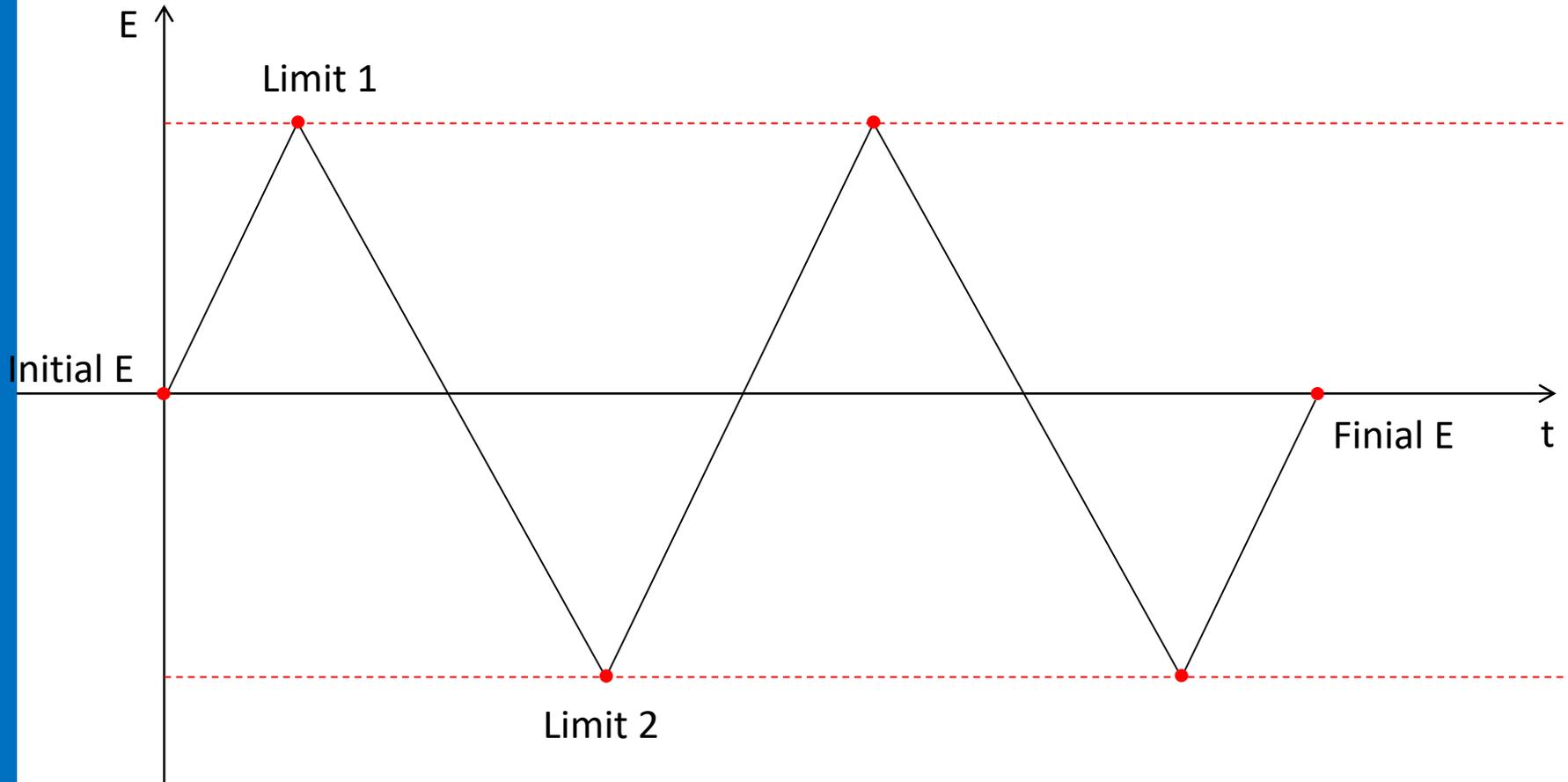
Sampling Mode Fast Noise Reject Surface

Advanced Pstat Setup Off

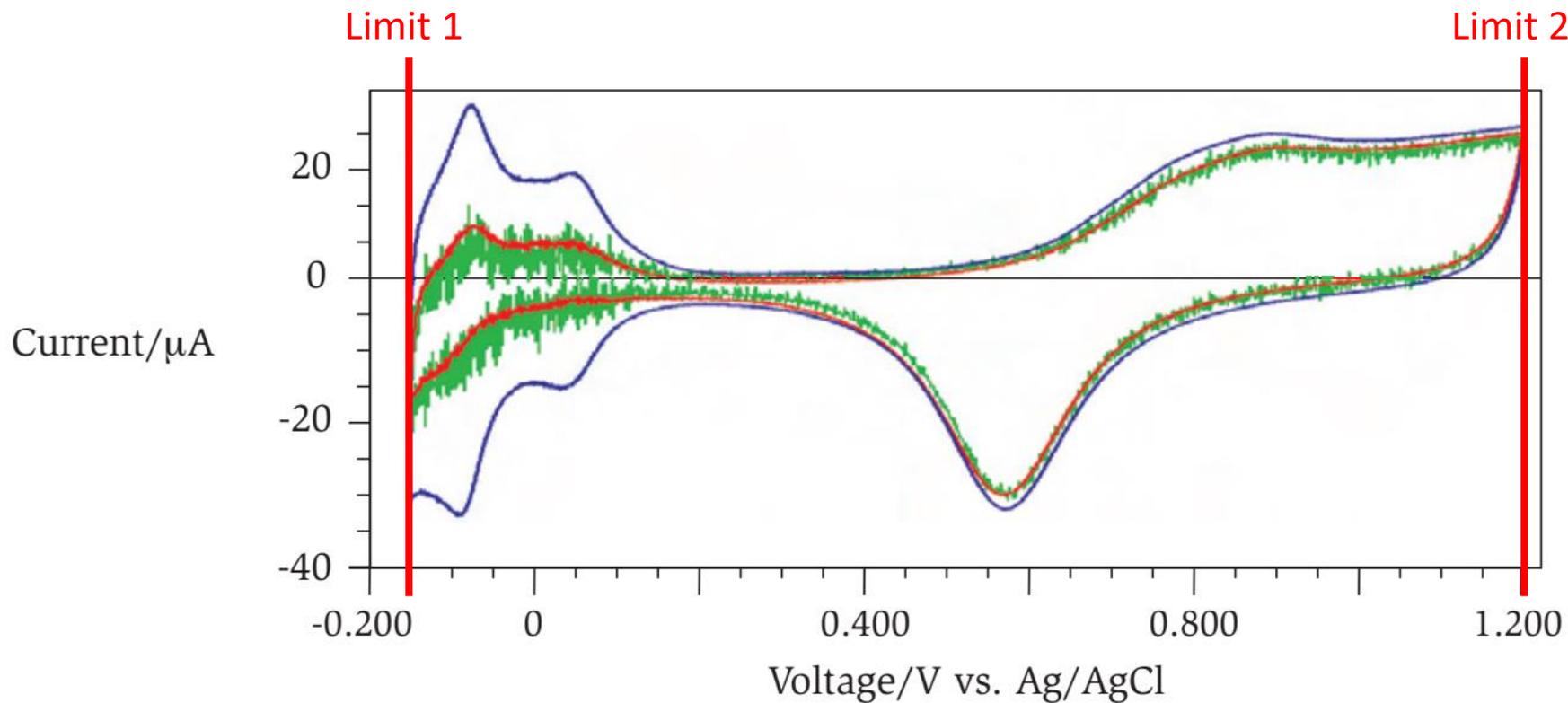
Electrode Setup On

信号发生

循环伏安



循环伏安



* 1 M硫酸中Pt电极的循环伏安结果

控制部分

Cyclic Voltammetry

Default Save Restore OK Cancel

Estat IFC1000-08175

Test Identifier Cyclic Voltammetry

Output File RCV.DTA

Electrode Area (cm²) 1

Notes...

Initial E (V) 0 vs Eref vs Eoc

Scan Limit 1 (V) 0.5 vs Eref vs Eoc

Scan Limit 2 (V) -0.5 vs Eref vs Eoc

Final E (V) 0 vs Eref vs Eoc

Scan Rate (mV/s) 100

Step Size (mV) 2

Cycles (#) 1

I/E Range Mode Auto Fixed

Max Current (mA) 0.3

IRComp None PF CI

PF Corr. (ohm) 50

Equil. Time (s) 5

Init. Delay Off Time (s) 30 Stab. (mV/s) 0

Conditioning Off Time (s) 15 E (V) 0

Sampling Mode Fast Noise Reject Surface

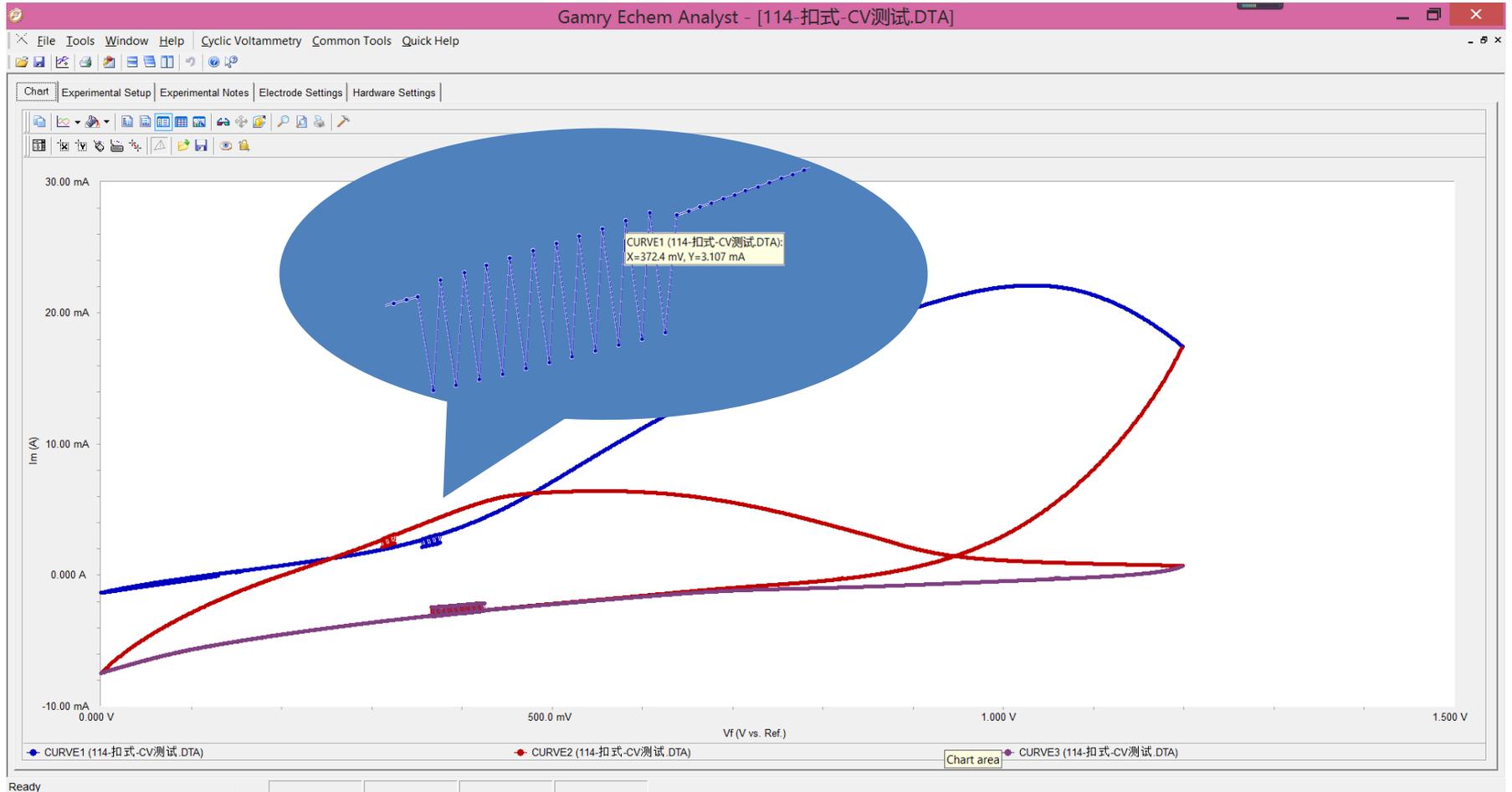
Advanced Pstat Setup Off

Electrode Setup On

控制部分

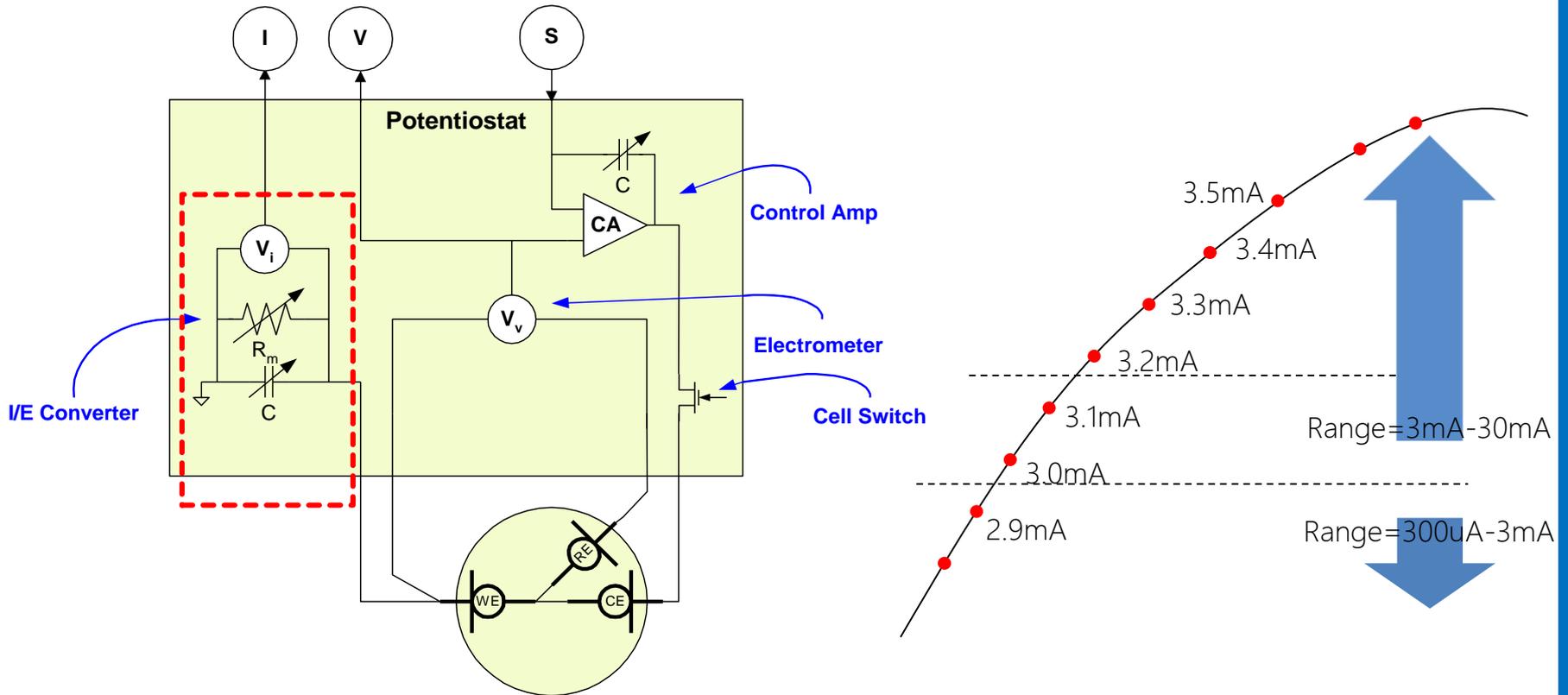
和扫描速度有关
Auto range : 扫速慢
Fixed range : 扫速快

控制部分



Ready

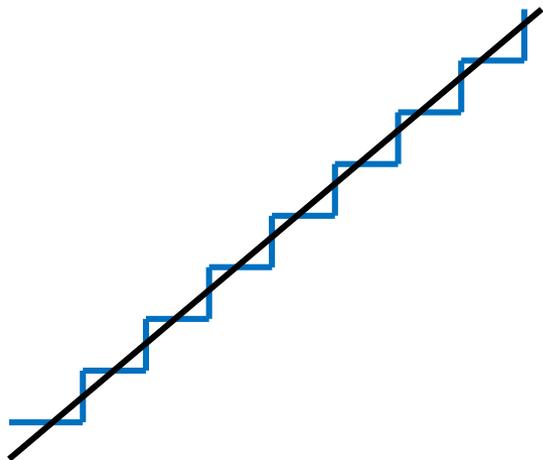
控制部分



信号采集

步长(step size)

虽然CV测试中施加的电压信号对时间是一个线性的三角波，但是由于现在使用的仪器都是数字信号，将这条直线放大，其实电压信号并不是连续的，而是一步一步(step by step)施加的，上一步电压到下一步电压，之间的电压差为步长(mV/point)



一般来说，步长设置为1-5mV之间

$$\text{point} = \frac{\Delta E(\text{mV})}{\text{stepsize}(\text{mV} / \text{point})}$$

- 点越多，数据越毛糙，造成数据过量
- 点越少，数据越稀疏，造成数据缺失

信号采集

Cyclic Voltammetry

Default Save Restore OK Cancel

Estat IFC1000-08175

Test Identifier Cyclic Voltammetry

Output File RCV.DTA

Electrode Area (cm²) 1

Notes...

Initial E (V) 0 vs Eref vs Eoc

Scan Limit 1 (V) 0.5 vs Eref vs Eoc

Scan Limit 2 (V) -0.5 vs Eref vs Eoc

Final E (V) 0 vs Eref vs Eoc

Scan Rate (mV/s) 100

Step Size (mV) 2

Cycles (#) 1

I/E Range Mode Auto Fixed

Max Current (mA) 0.3

IRComp None PF CI

PF Corr. (ohm) 50

Equil. Time (s) 5

Init. Delay Off Time (s) 30 Stab. (mV/s) 0

Conditioning Off Time (s) 15 E (V) 0

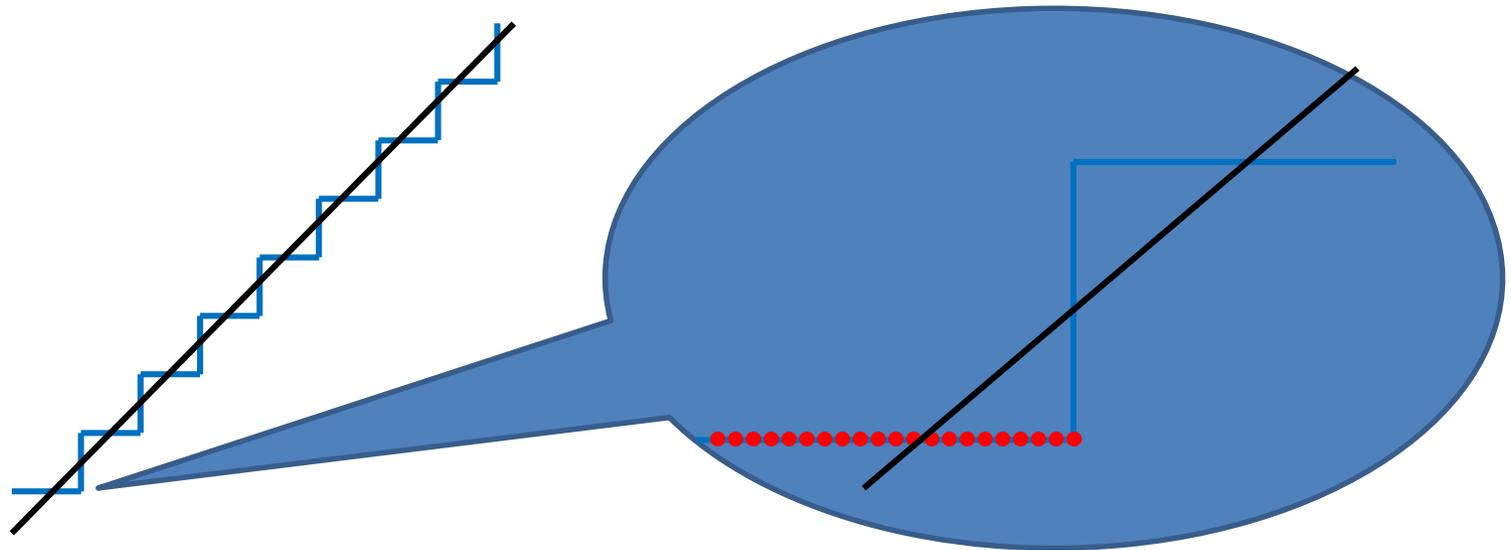
Sampling Mode Fast Noise Reject Surface

Advanced Pstat Setup Off

Electrode Setup On

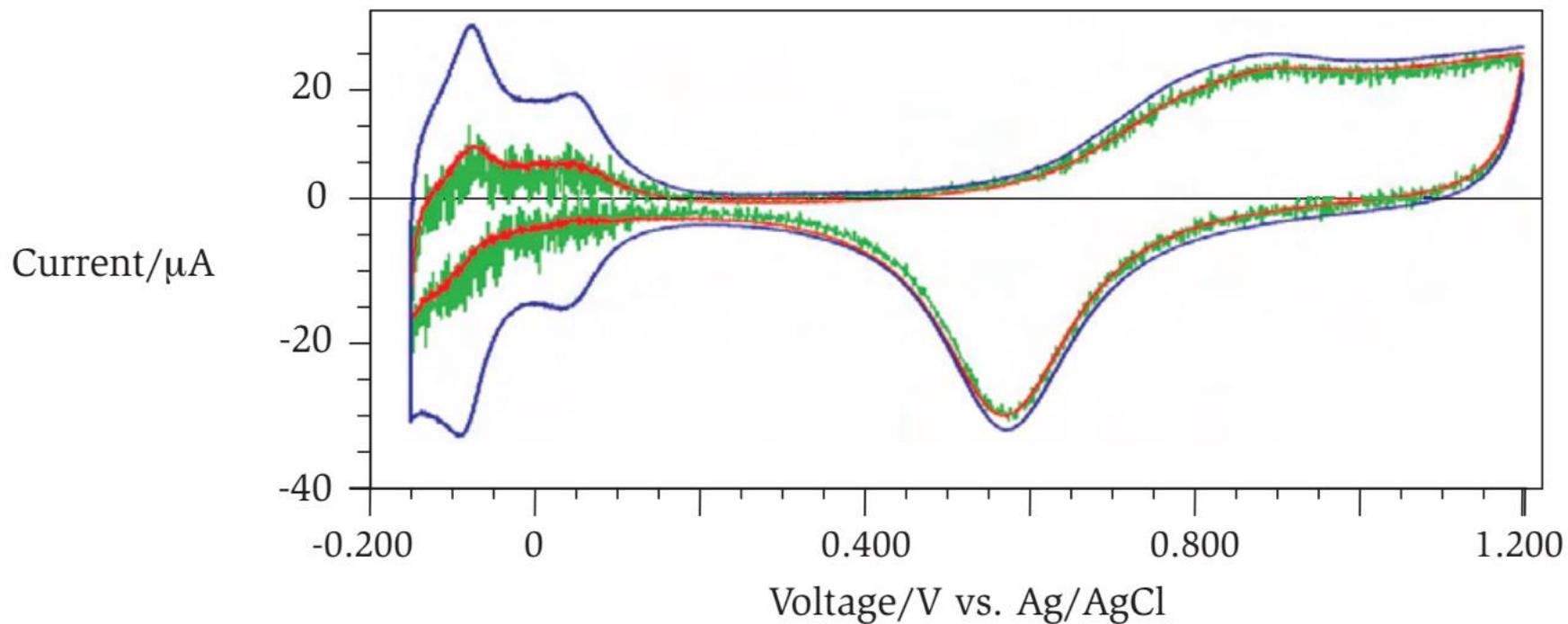
数据采集

信号采集



- Fast Acquisition Mode: 对每一步最后一个数据点进行采样
- Noise Reject Acquisition Mode: 对每一步后20%数据进行平均后采样
- Surface Acquisition Mode: 对每一步所有数据进行平均后采样

得到数据



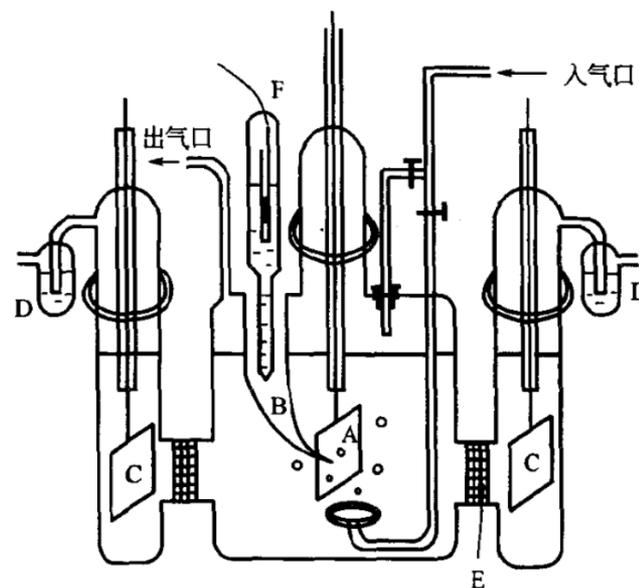
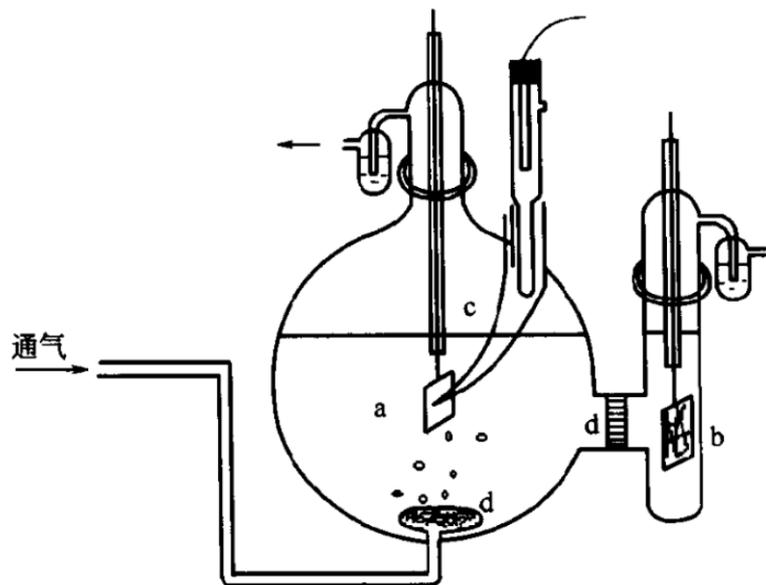
* 1 M硫酸中Pt电极的循环伏安结果

电化学实验 怎么做？？？

实验电极体系 (书上)



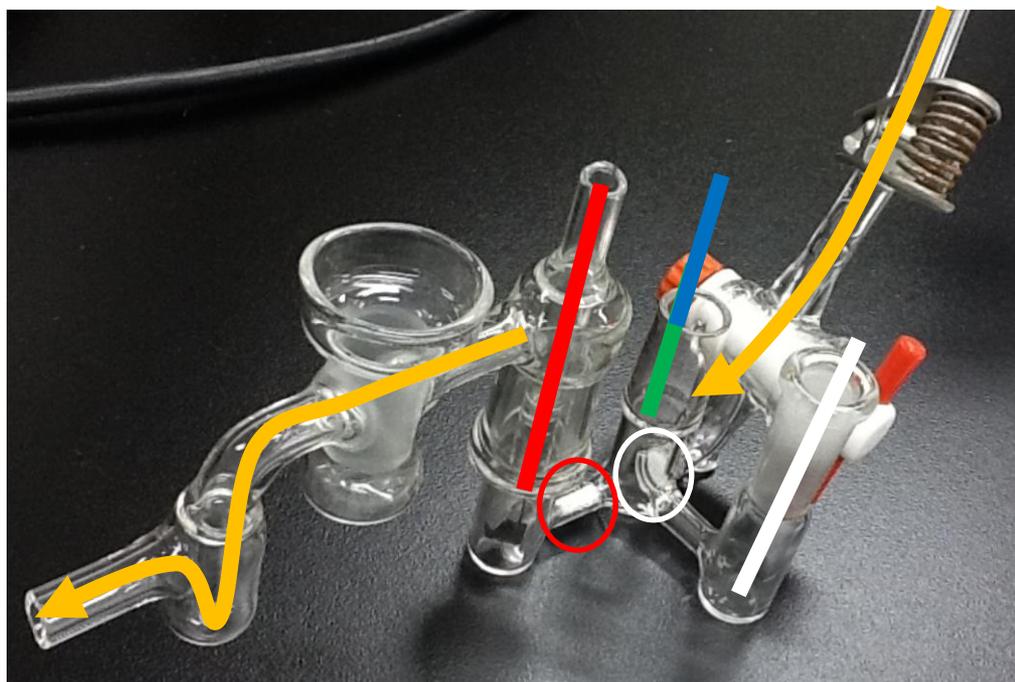
一脸懵逼



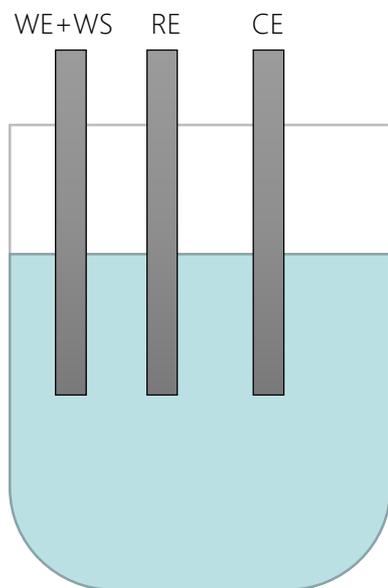
三电极体系（正规）

★要点：

- 通气体
 - 饱和前下通气
 - 饱和后上通气
 - 液封
- 工作电极
- 参比电极
 - 准确，稳定，靠得够近
 - 鲁金毛细管，盐桥
- 对电极
 - 面积够大
 - 产物不影响工作电极



三电极体系（实际）



准确性、重复性



你TM在逗我

★要点：

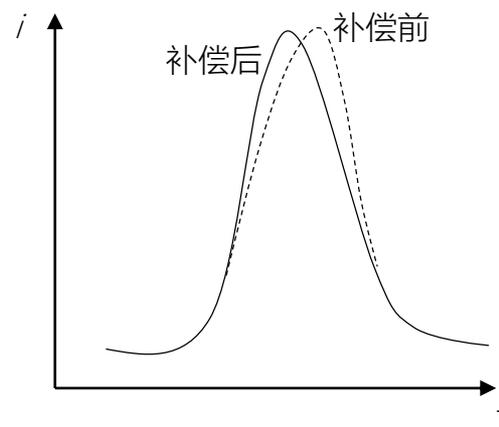
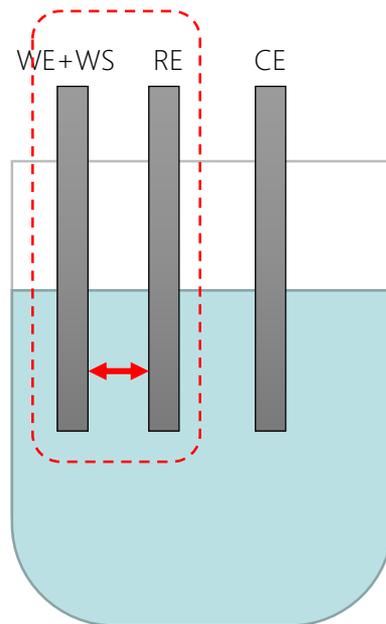
- 通气体
是否饱和？
- 工作电极
面积怎么算？
- 参比电极
是否需要IR补偿？
- 对电极
够大么？
产生气泡影响工作电极？

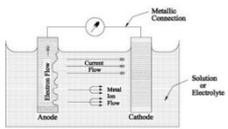
IR补偿

- 为什么要IR补偿？
 - 溶液电阻 R_u 损失了能量
 - $\Delta E = i R_u$
 - 电流 i 大，腐蚀 R_u 大

- 怎么补偿？

- 正反馈 PF 扫速大
- 电流截止 CI 扫速小





下次预告：电化学测试技术之 循环伏安法

需要答疑
欢迎扫码加入电化学
技术交流群

