

CS100 系列便携式电化学工作站

使用说明书

武汉科思特仪器股份有限公司

Wuhan CorrTest Instruments Corp.,Ltd.

2024 年 5 月

目录

安全事项	1
第一部分 CS100 系列便携式电化学工作站	2
1. 产品介绍	2
2. CS100 系列便携式电化学工作站介绍与使用	2
2.1 技术指标	2
2.2 面板说明	3
2.3 使用方法	4
第二部分 CS Studio 软件安装	5
3. CS Studio 软件安装与连接	5
第三部分 CS Studio 测试软件使用	8
4. 系统设置	8
4.1 用户设置	8
4.2 通讯设置	8
4.3 通道管理	8
4.4 设备共享	8
4.5 自定义快捷键	9
4.6 选项	9
4.7 恢复默认设置	10
4.8 退出	11
5. 组合方法	11
5.1 组合测试	11
5.1.1 测试内容编辑	11
5.1.2 创建数据文件	12
5.2 脚本化定制测试	13
5.3 脚本化双恒测试	14
5.4 定时测量	14
5.4.1 创建数据文件	14
5.4.2 测试方法	14
5.4.3 定时测量	15
6. 工作通道	15
7. 测量参数设置	15
7.1 创建数据文件	16
7.2 数据采集	16
7.3 设置	16
7.3.1 仪器设置	16
7.3.2 电极与电解池参数设置	21
7.3.3 保存测量参数	23
7.3.4 加载测量参数	23
7.4 坐标类型	23
8. 测试方法	23
8.1 稳态极化	23
8.1.1 开路电位测量	23

8.1.2 恒电位极化	25
8.1.3 恒电流极化	26
8.1.4 动电位扫描	28
8.1.5 动电流扫描	30
8.1.6 电位扫描-阶跃	31
8.2 暂态极化	33
8.2.1 任意恒电位阶梯波	33
8.2.2 任意恒电流阶梯波	35
8.2.3 恒电位阶跃	36
8.2.4 恒电流阶跃	38
8.3 计时分析	39
8.3.1 计时电位法	39
8.3.2 计时电流法	40
8.3.3 计时电量法	42
8.4 伏安分析	43
8.4.1 线性扫描伏安法	43
8.4.2 循环伏安法	45
8.4.3 阶梯循环伏安	48
8.4.4 方波伏安法	50
8.4.5 差分脉冲伏安法	52
8.4.6 常规脉冲伏安法	55
8.4.7 差分常规脉冲伏安	57
8.4.8 交流伏安法	59
8.4.9 二次谐波交流伏安	61
8.4.10 傅里叶变换交流伏安	63
8.5 电流检测	65
8.5.1 差分脉冲电流检测法	65
8.5.2 双差分脉冲电流检测法	67
8.5.3 三脉冲电流检测法	69
8.5.4 积分脉冲电流检测法	71
8.6 溶出伏安	73
8.6.1 电位溶出伏安	73
8.6.2 线性扫描溶出伏安	75
8.6.3 阶梯溶出伏安	76
8.6.4 方波溶出伏安	78
8.6.5 差分脉冲溶出伏安	80
8.6.6 常规脉冲溶出伏安	82
8.6.7 差分常规脉冲溶出伏安	84
8.7 交流阻抗	85
8.7.1 频率扫描-电位控制模式	85
8.7.2 特征频率扫描-电位控制模式	88
8.7.3 频率扫描-电流控制模式	89
8.7.4 特征频率扫描-电流控制模式	90
8.7.5 电位扫描	91

8.7.6 时间扫描-电位控制模式	93
8.7.7 时间扫描-电流控制模式	94
8.8 电池测试	95
8.8.1 电池充放电测试	95
8.8.2 恒电流充放电	97
8.8.3 恒电位充放电	99
8.8.4 恒电位间歇滴定技术	101
8.8.5 恒电流间歇滴定技术	102
8.9 腐蚀测试	104
8.9.1 开路电位测量	104
8.9.2 动电位扫描	104
8.9.3 线性极化曲线	104
8.9.4 频率扫描-电位控制模式	104
8.9.5 电位扫描	104
8.9.6 恒电位极化	104
8.9.7 电偶腐蚀测量（电化学噪声）	105
8.9.8 电化学溶解/沉积	106
8.9.9 动电位再活化	107
8.9.10 循环极化曲线	109
8.10 扩展测量	110
8.10.1 电偶腐蚀测量（电化学噪声）	110
8.10.2 电化学溶解/沉积	110
8.10.3 动电位再活化	110
8.10.4 控制电位电解库仑法	110
8.10.5 溶液电阻测量	111
8.10.6 循环极化曲线	112
8.10.7 任意恒电位极化	112
8.11 使用数据文件重测	114
8.12 图形显示	114
9.窗口	115
9.1 级联	115
9.2 平铺	115
9.3 重排	115
10.帮助	115
10.1 目录	115
10.2 皮肤	115
10.3 语言	115
10.4 移动 APP	115
10.5 联系我们	116
10.6 检查更新	116
10.7 关于	116
第四部分 CS Analysis 数据分析工具使用	117
11.文件	117
11.1 打开文件	117

11.2 极化曲线分析	118
11.2.1 打开文件	119
11.2.2 曲线拟合	120
11.2.3 伏安分析	128
11.2.4 频谱分析	133
11.3 阻抗谱分析	133
11.3.1 打开文件	134
11.3.2 数据列表	134
11.3.3 导出数据	134
11.3.4 阻抗拟合	135
11.4 Mott-Schottky 曲线分析	137
11.5 阻抗-时间曲线分析	139
11.6 电容-频率曲线分析	140
11.7 WBE E-I 分布图	141
11.8 WBE 阻抗分布图	141
11.9 打印设置	141
11.10 打印	141
11.11 退出	141
12. 图形	142
12.1 自动缩放	142
12.2 缩放到光标	142
12.3 缩放到上一次	142
12.4 缩放到下一次	142
12.5 导出图形	142
12.7 复制至剪切板	142
12.8 图形设置	142
13. 数据分析	142
13.1 数据处理	142
13.1.1 导数	143
13.1.2 背景扣除	143
13.1.3 线性基线（调整）	143
13.1.4 线性基线	144
13.1.5 移动平均基线	144
13.2 分析工具	145
13.2.1 自动寻找波峰	145
13.2.2 自动寻找波谷	145
13.2.3 计算溶液电阻	145
13.3 数据滤波	145
13.4 删除数据	146
13.4.1 删除数据点	146
13.4.2 删除光标之间的数据	146
13.4.3 删除光标之外的数据	146
13.4.4 数据转换工具	147
14. 窗口	147

14.1 关闭所有	147
14.2 主页	147
15.帮助	148
15.1 目录	148
15.2 语言	148
15.3 联系我们	148
15.4 检查更新	148
15.5 关于	148
第五部分 故障分析与排除	149
16.故障分析与排除	149
16.1 仪器自检	149
16.2 故障类型及排除方法	152
第六部分 售后服务	154
17.保修与维修	154
17.1 附件	154
17.2 电路原理图	154
18.联系方式	154

安全事项

任何电极连线及配件的连接或更换都必须关闭工作站电源后方可进行。本工作站对其工作环境有一定的要求，为保证正常使用并达到设计的性能指标，用户在系统安装前，必须仔细逐一确认以下条件：

（1）一般环境要求，本仪器属于室内安装使用设备，其安装环境必须符合以下条件：严禁被雨水或其他水源淋洒，以免引起电气故障；不要安装在酸、碱或其他具有腐蚀性环境中，以免系统腐蚀受损；避免机箱长时间受阳光直晒，以免仪器过快老化。

（2）本仪器通电前，务必确认电源插座有良好接地线。良好的接地不但可增强电磁屏蔽和抗干扰能力，而且也是保证电器使用安全的必要条件。本仪器由 220V 交流市电供电，用户必须确保供电电压稳定。若供电电压不稳定，应加装稳压电源。用户还必须确认在本仪器附近没有与其共用电源的大功率或瞬间大电流的用电设备，以防止来自电源耦合的强干扰。

第一部分 CS100 系列便携式电化学工作站

1. 产品介绍

CS100 系列便携式电分析仪由 DDS 数字信号合成器、恒电位控制、双通道高速 16bit/高精度 24bit AD 转换器组成。CS100 系列便携式电分析仪内置的 DDS 和双路信号相关积分电路，提高了交流阻抗的测量精度，测试频率范围为 $10 \mu\text{Hz} \sim 1\text{MHz}$ ，可以自动进行开路电位下或任意直流偏压下的电化学阻抗测试，内置直流偏置补偿电路可有效地提高交流信号的测量精度。激励正弦波的幅值可以在 $0 \sim \pm 2.5\text{V}$ 范围内进行任意设定。阻抗测试输出的数据格式与 ZView 兼容，可以直接调用 ZView 进行阻抗谱分析。CS100 系列便携式电分析仪还可输出正弦波、方波、三角波、锯齿波、脉冲波等，输出频率 $0 \sim 100\text{kHz}$ 。CS100 系列便携式电分析仪均具有按设定时间间隔自动定时测量的功能。能完成线性扫描伏安（LSV）、循环伏安（CV）、阶梯波循环伏安（SCV）、方波循环伏安（SWV）、差分脉冲伏安（DPV）和常规脉冲伏安（NPV）以及差分常规脉冲伏安（DNPV）等电分析方法；还可以进行开路电位监测、恒电位极化、动电位扫描（循环极化曲线）、任意恒电位方波、零阻电流测量、电化学噪声（电偶电流）等多种电化学测试。



CS100 系列主要用于电池测试、电分析化学、腐蚀电化学测试等。其电压控制范围为 $\pm 10\text{V}$ ，槽压为 $\pm 12\text{V}$ ，电流输出范围为 $\pm 45\text{mA}$ ，电流最小分辨率可达 100fA 。

CS100 系列便携式电分析仪的指令控制与数据分析均通过随机提供的 CS Studio 软件实现。软件具有多坐标图形显示和缩放、数据/图形的存贮/打印以及交互式帮助等。软件具有特别针对材料和腐蚀电化学的实验方法，包括钝化曲线自动或人工反扫，电化学再活化法，溶液电阻（IR 降）测量和补偿法。CS Studio 软件还具有完善的数据分析功能，可对伏安曲线进行平滑、峰高和面积积分运算，能对极化曲线进行电化学参数解析，包括极化电阻 R_p ，Tafel 斜率 b_a ， b_c ，腐蚀电流密度 i_{corr} ，腐蚀速率计算等，还可计算噪声电阻 R_n 和功率谱，并可将图形以矢量方式复制到其它文档中。

CS100 系列便携式电分析仪内部采用锂电池供电，可放置于手套箱中或户外使用，锂电池可提前充电，采用 Type-C 接口进行充电和通讯。电路采用浮地式设计，无需隔离变压器，即可测量接地体系的电化学参数。设备安装简单，即插即用。

2. CS100 系列便携式电化学工作站介绍与使用

2.1 技术指标

恒电位控制范围： $\pm 10\text{V}$ ；槽压输出范围： $\pm 12\text{V}$ ；

电位特性：电位精度：0.1%×满量程读数；最小电位分辨率：10μV
 电流特性：电流精度：0.1%×满量程读数；最小电流分辨率：100fA
 电位量程：3 个量程（±2.5V、±5V、±10V）
 电流量程：10 个量程（200pA、2nA、20nA、200nA、2uA、20uA、200uA、2mA、20mA、50mA）
 参比电极输入阻抗：10¹³Ω∥8pF
 CV 和 LSV 扫描速度：0.001mV/s~10V/s
 信号响应带宽：1MHz
 阻抗扫频范围：10 μHz ~ 1MHz
 通信接口：USB 通信/蓝牙
 电极接口：6 芯航插
 供电方式：内置锂电池供电，6000mAh@3.7V，USB 充电
 指示灯：电源指示灯、极化指示灯、充电指示灯
 尺寸及重量：140mm x 80mm x 25mm，重量 220g

2.2 面板说明

本仪器前面板如图 1.1 所示。



图 1.1 CS 系列电化学工作站前面板

电极电缆插头——测量线缆输入端口，每条电缆线包括 4 个电极夹：

- ① 绿色 WE 电极夹（绿色护套夹）接工作电极 WE；
- ② 红色电极夹（红色护套夹）接辅助电极 CE；
- ③ 黄色电极夹（黄色护套夹）接参比电极 RE；
- ④ 黑色电极夹（黑色护套夹）接屏蔽箱（若使用）或者电偶电极 WEII（若测试电化学噪声）。

本仪器后面板元件布置如图 1.2 所示。

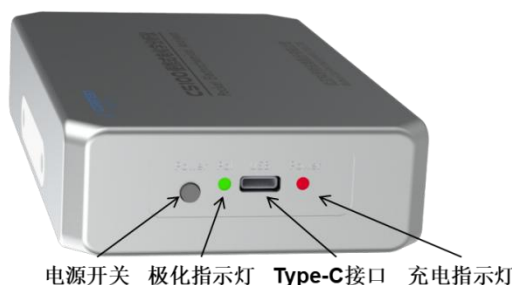


图 1.2 CS 系列电化学工作站侧面板 USB 接口

电源开关——开机后，指示灯亮，当处于低电量时，指示灯闪烁。

极化指示灯——指示灯亮表明电极处于极化状态。

Type-C 接口——计算机与电分析仪的通讯端口，用户需将 USB 电缆线的一端插入电脑主机，另一端插入分析仪上此插口。

充电指示灯——充电时，指示灯变红；充满时，指示灯变绿。

2.3 使用方法

①初次使用恒电位仪前请仔细阅读使用说明书，掌握仪器功能与使用方法。

②打开工作站前面板电源开关，然后运行 CS Studio 6 测试软件。

③预热，为使本仪器工作在温漂最小状态，每次使用前应先开电源开关，预热 5~20 分钟。

④将电极插头的绿色护套夹与工作电极相连，红色护套夹与辅助电极相连，黄色护套夹与参比电极相连，如果 CS Studio 6 软件显示的开路电位值合理，即可进行测试。

对于易受噪声干扰的体系（高阻的涂层体系），需要采用 Faraday 屏蔽箱，并将电极电缆线中标有 GND 的接地线（黑色护套夹）与屏蔽箱内侧的屏蔽端子相连。

第二部分 CS Studio 软件安装

科思特电化学工作站使用软件分两部分，CS Studio 测试软件及 CS Analysis 数据分析工具。

CS Studio 测试软件基本可实现所有的电化学测试，包括稳态极化、暂态极化、计时分析、伏安分析、电流检测、溶出伏安、交流阻抗、充放电测试、双恒测量等。此外还可进行电偶腐蚀，能对溶液电阻进行手动或自动补偿。该软件还可作为最多 2 路外部信号记录仪，配合外联设备，用于同步记录温度和控制旋转圆盘电机转速，或者联合其他设备，如拉曼、紫外光谱、XRD 等进行原位测试。

CS Analysis 数据分析工具具有强大的数据分析功能：

- ① 可对交流阻抗数据进行电路拟合，自动给出各元件数值。
- ② 可对极化曲线进行曲线拟合，可计算极化电阻 R_p 值、Tafel 斜率 b_a 、 b_c 值、腐蚀电流密度 i_{corr} 、自腐蚀电位，根据用户所设置的电极参数，还可以算出腐蚀速率 v_{corr} 。
- ③ 可对 Mott-Schottky 数据进行拟合分析，用户通过设置选定 n 型或 p 型半导体类型，拟合得出载流子浓度及平带电位。
- ④ 可对电化学噪声数据进行 FFT 频谱分析。
- ⑤ 可自动寻找极化曲线波峰波谷。

CS Studio 软件应用领域广泛，基本满足所有的电化学研究领域：

- (1) 腐蚀电化学。内置几乎所有的腐蚀电化学测试方法，包括开路电位、极化曲线、阻抗、循环极化曲线、氢渗透测试、电化学噪声（零阻电流计/电偶腐蚀）等测试方法，可用于金属腐蚀机理与耐蚀性研究、涂层耐久性和牺牲阳极电流效率评价，也可用于缓蚀剂、杀菌剂的快速筛选。
- (2) 能源电化学。内置线性扫描伏安（LSV）、循环伏安（CV）、恒电流/恒电压充放电测试以及恒流/恒压阻抗，广泛应用于超级电容器、锂硫电池、燃料电池、太阳能电池、固态电池、液流电池、金属空气电池等领域的研究。
- (3) 电催化。内置 IR 正反馈补偿技术，循环伏安法、恒电位/恒电流极化法、法拉第效率测试以及盘环电极测试，满足 ORR、OER、HER、 CO_2 还原以及电解水测试需求。
- (4) 分析电化学。具有丰富的伏安分析法，采用常规脉冲伏安、差分常规脉冲伏安、方波伏安法、交流伏安等伏安法，用于溶液中微量元素的快速分析。通过电位溶出伏安法，将恒电位电解富集法与伏安法结合，可根据溶出峰电流的大小进行定量分析。

CS Studio 软件所需系统配置：

- (1) Windows10 及以上操作系统。
- (2) 50MB 以上的硬盘剩余空间，256MB 以上运行内存。

3.CS Studio 软件安装与连接

(1) Type-C 数据线一端插入电脑 USB 端口，另一端插入电化学工作站后面板的 USB 端口。

(2) 将 U 盘插入电脑 USB 口，内容如下图 2.1 所示，软件仅适用于 win10 及以上系

统电脑，进入“CS Studio6 Software”文件夹，双击“Setup”文件运行，如下图 2.2 所示。

名称	修改日期	类型	大小
CS Sduio6 Software	2022/9/13 16:43	文件夹	
网口配置工具1.8	2022/9/13 16:43	文件夹	
CS系列电化学工作站快速安装指南	2022/9/13 11:06	Adobe Acrobat ...	781 KB
CS系列电化学工作站使用说明书	2022/9/13 11:05	Adobe Acrobat ...	6,434 KB
科思特仪器产品介绍	2022/7/20 17:54	Adobe Acrobat ...	43,086 KB

图 2.1 安装 U 盘中内容



图 2.2 安装程序界面图

(3) 点击“安装设备驱动”，安装驱动过程中直接点击“下一步”，按照自动指引即可完成安装。正确安装驱动程序后，按下仪器前面板右侧开关电源建，开机，进入到设备管理器中“端口(COM 和 LPT)”下应出现“STMicroelectronics Virtual COM Port (COM x)”，“COM x”即为驱动虚拟的 COM 端口号，如图 2.3 所示：

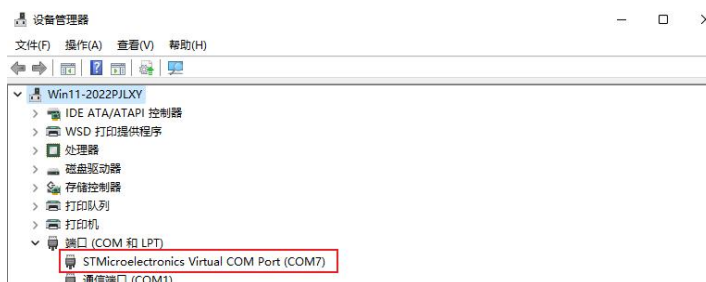


图 2.3 USB 驱动正确安装后设备管理器端口

(4) “安装运行环境”安装 .net 3.5 安装环境，如果电脑已经安装过，会提示“环境检测通过，您无需再次安装”。如果电脑没有安装，按照提示完成安装即可。



图 2.4 运行环境安装成功

(5) “安装 CS Studio6”安装测试软件，一直点击下一步，直至完成。CS Studio 软件将安装在用户指定的硬盘目录中，并在桌面创建两个快捷方式“CS Studio6”以及“CS

Analysis”（如下图）。安装完成后退出安装程序。



图 2.5 CS Studio 测试软件及分析软件图标

（6）打开仪器前面板电源开关，再运行“CS Studio6”程序，软件左上方出现仪器型号、序列号，说明仪器与电脑连接成功，仪器即可正常工作。为保证仪器稳定工作，请确保交流电源可靠接地，请将接地线香蕉插头端插入仪器后面板接地口，鳄鱼夹端与实验室接地处相接。



图 2.6 软件连接上仪器，显示型号序列号

（7）若卸载 CS Studio 软件，请从“控制面板”→“程序”→“程序和功能”中卸载。

第三部分 CS Studio 测试软件使用

4. 系统设置

4.1 用户设置

菜单位置：“系统设置”→“用户设置”。

该菜单用来修改仪器的用户设置名称。

4.2 通讯设置

菜单位置：“系统设置”→“通讯设置”。

该菜单用来修改仪器的连接方式和参数。软件默认设置为“自动”，软件安装成功后，初次打开软件，一般可以直接连接仪器。如果使用 USB 线连接电化学工作站与电脑，用户需选择“自动”或者“USB”，如果使用网线连接电化学工作站与电脑，用户需选择“自动”或者“网口”。当电化学工作站与电脑连接，打开软件，显示仪器没有连接时，可点击“连接向导”，此时软件引导用户检查连接仪器。



图 3.1 通讯设置界面

4.3 通道管理

菜单位置：“系统设置”→“通道管理”。

当某一通道异常崩溃时，根据端口号强制断开该通道，之后点击“添加”，可在不影响其他正在测试的通道的前提下重启该通道。此功能尤其适用于多通道仪器。

对于 CS100 系列便携式电化学工作站，此功能无意义。

4.4 设备共享

菜单位置：“系统设置”→“设备共享”。

该菜单仅适用于使用 USB 线连接的电化学工作站，通过此功能，用户可实现使用另外一台电脑远程控制电化学工作站测试。

设备共享功能说明如下：

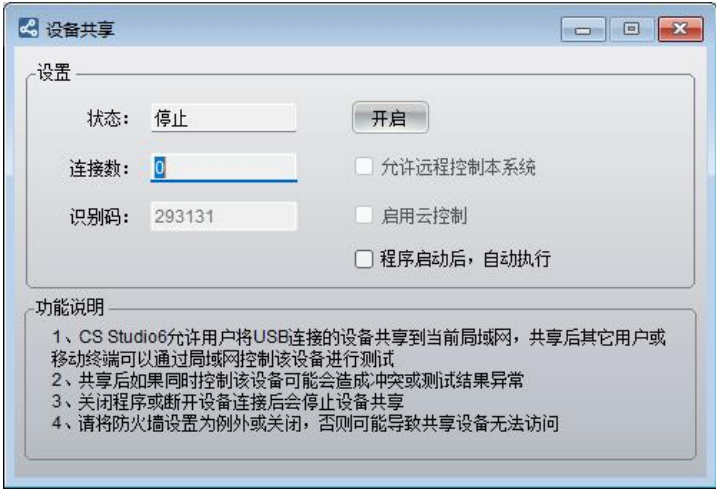


图 3.2 设备共享设置界面

4.5 自定义快捷键

菜单位置：“系统设置”→“自定义快捷建”。

此菜单方便用户对测试方法自定义快捷键，设置成功后通过快捷键可以迅速打开测试窗口。

用户可以对不同的测量方法分别添加不同的快捷键，设置好快捷键后点击“应用”按钮，快捷键就可以正常使用。如果需要修改快捷键，点“重置”按钮即可。用户只需按下快捷键按钮，就可以迅速打开对应测量方法的测试窗口，方便快捷。



图 3.3 自定义快捷键设置界面

4.6 选项

菜单位置：“系统设置”→“选项”。

工作模式用于设置通道工作模式，通过选择不同通道，可分别设置相应通道的工作模式。设置“浮地”时，仪器电路板（AGND）与大地（机壳）断开。设置“接地”时，仪

器电路板（AGND）与大地（机壳）相连。单通道仪器一般用接地模式，此时工作站的抗干扰能力较强；多通道仪器一般用浮地模式，此时工作站的地信号与外界或其他通道间隔，可保证数据的准确性。当测试体系外接金属时，如高温高压釜的电化学测试，金属电解池的测试，需要选择浮地模式。当测试电化学噪声时，需要选择接地模式。

扩展模块用来选择连接 CS2020B 大电流扩展器等设备。当电化学工作站与扩展器联用时，点击进行刷新，出现 CS2020B，说明大电流扩展器连接成功。

数据存储设置可以更改默认存储路径，软件默认测量数据存储位置为 C 盘。数据分段存储用于大量数据采集，分段点数可自行设置，设置范围为 10^4 - 10^{10} ，默认为 1000000。当单个测试数据量大于 1000000 个数据点时，测试数据将自动生成 cor-1、cor-2、cor-3... 文件分段保存，便于用户测试完成后打开数据，避免一个文件数据量太大，导致数据打开出现卡顿的情况。

数据文件格式可选三种数据保存格式。txt 格式，建议常规测试时选择。兼容性好，便于数据处理，可直接用过记事本、Excel 以及 Origin 打开。csdat 格式，建议长期测试或数据量大时选择。存储空间小，提高测试稳定性，便于数据打开，可转换为.txt 格式。cor/z60 格式，兼容通用数据分析工具 Cview 及 Zview。更改设置后，点击“保存”可保存更改参数。



图 3.4 选项设置界面

4.7 恢复默认设置

菜单位置：“系统设置”→“恢复默认设置”。

恢复默认设置是将仪器的个性设置恢复到出厂的默认状态，如测试方法中之前设置的参数、操作快捷键等恢复到出厂时的设置，但不会删除存储的实验数据。如需恢复到默认值，点击“是”按钮即可。

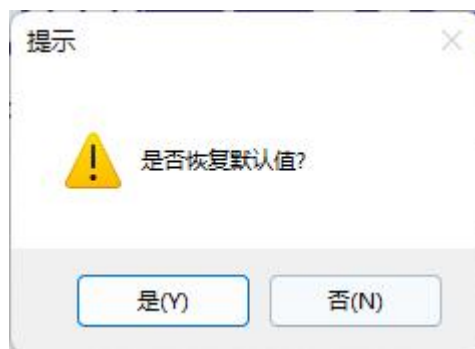


图 3.5 恢复默认设置界面

4.8 退出

菜单位置：“系统设置”→“退出”。

该菜单可以退出 CS Studio 软件。当测试正在进行时，CS Studio 软件会提示用户是否退出。

5.组合方法

5.1 组合测试

5.1.1 测试内容编辑

菜单位置：“组合方法”→“组合测试”。

组合测试方便用户自定义测试，点击图标，会弹出“添加”对话框，添加测试方法和控制指令实现组合测试。点击“测量方法”下拉菜单，可以选择所需测试的方法，进入后，设置文件名和参数，即可添加该测试方法。点击“使用数据文件重测”，选中特定数据文件，打开可查看该特定文件的参数设置。每次测试后的测试方法会自动加在“常用”选项下方，便于用户后续选择使用。

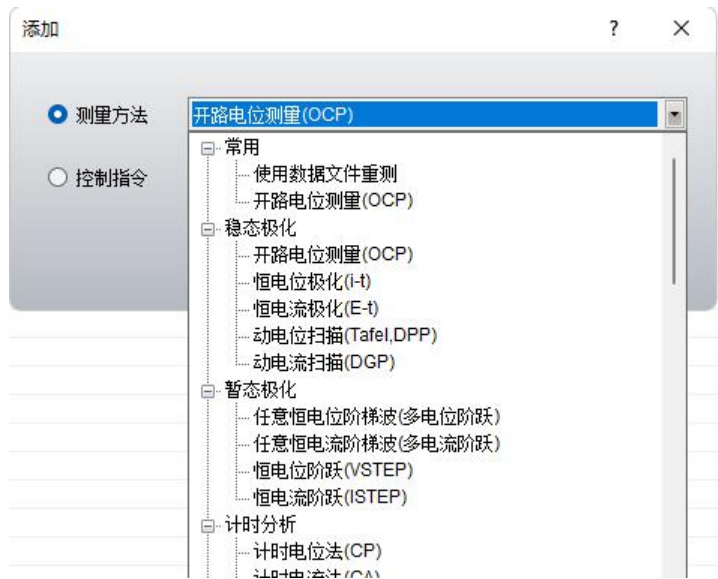


图 3.6 添加测试方法界面

控制指令有“开始循环”“结束循环”“等待”和“起始时间”等。一个完整的测试方案如下图 3.7 所示。点击“”，软件即从序号 1~7 开始依次执行命令，勾选测试方法或指令，可以选择指定的测试方法或指令。用户可以点击“”保存该方案，之后通过“”即可重新调用，点击“”可批量修改文件保存路径，避免一个文件夹中数据文件个数过多。

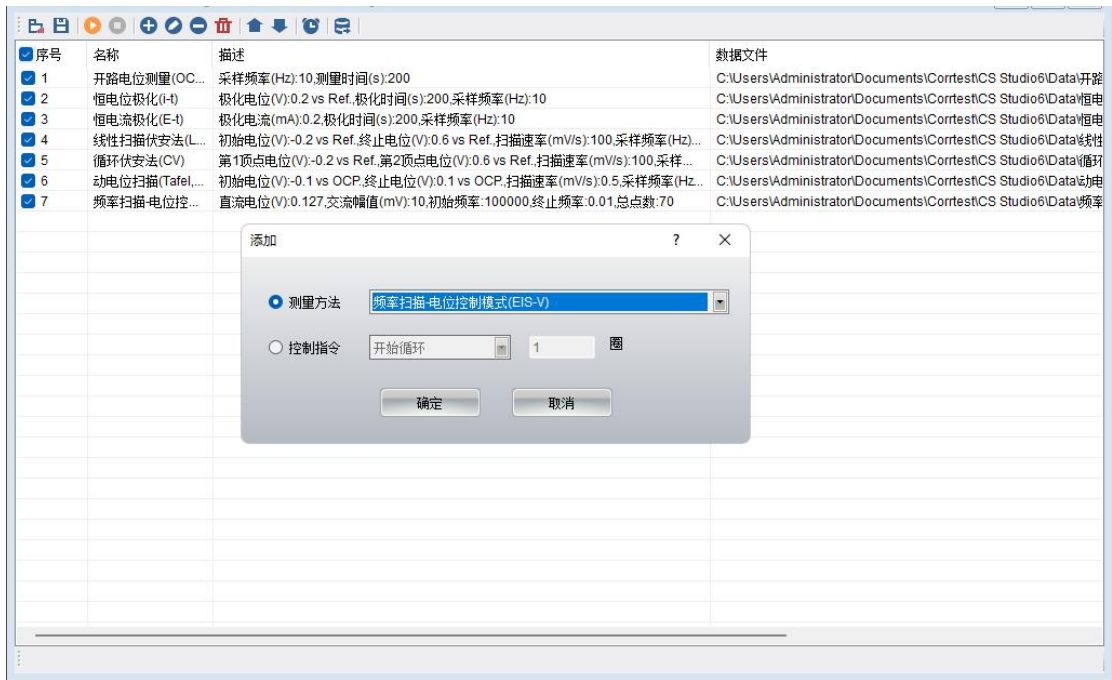


图 3.7 组合测试添加测试方法界面

5.1.2 创建数据文件

用户可以直接在文件名输入框中键入文件名，也可通过点击“浏览”按钮，弹出打开

文件对话框来建立新文件，当您忘记了已经使用过的文件名后，后面这种方式能有效地防止覆盖以前的数据文件，您如果指定一个已存在文件名，CS Studio 软件会提示是否覆盖原有文件。另外您还可以通过打开文件对话框并用鼠标右键来编辑和新建文件存储路径。

“注释”框中内容也会保存在数据文件中，用户可以在此输入测试介质和溶液成分等信息，如测试时间和相关的测试参数，这些参数均会自动保存在文件中，不必将此信息输入注释行中。

添加方法和控制指令完成之后，所有指令和方法会显示在列表中。通过点击“修改”“移除”“上移”和“下移”图标可以对所在序号的单元进行操作。通过点击“批量修改文件路径”可一次修改测试数据保存的路径，避免出现保存路径重复的问题。

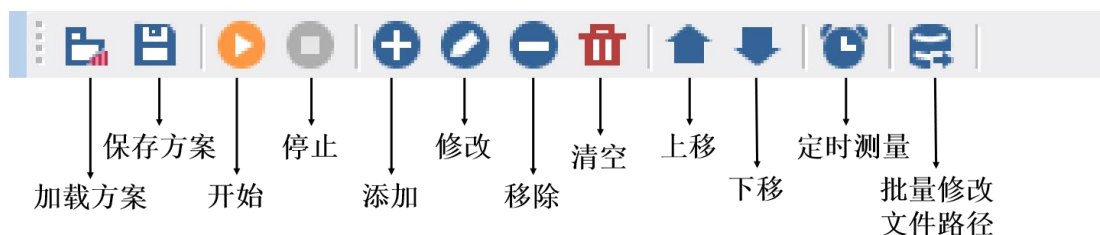


图 3.8 组合测试图标说明

5.2 脚本化定制测试

菜单位置：“组合方法”→“脚本化定制测试”。

与组合测试类似，脚本化定制测试方便用户自定义测试，包括开路电位、恒电位测试、恒电流测试、线性扫描测试以及 CV 扫描测试共五种测试方法。与组合测试不同的是，脚本化定制测试数据将一次完成，并保存在一个数据文件中，中间没有测试方法切换的等待时间，尤其适用于电位、电流、时间自定义的应用场景。

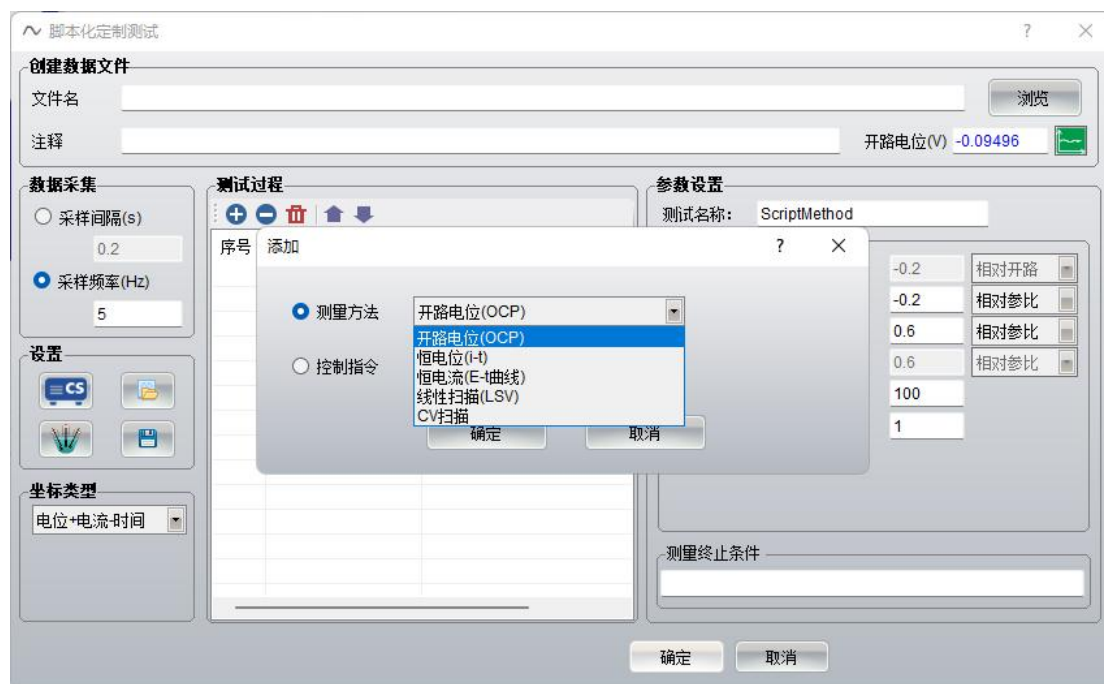


图 3.9 脚本化定制测试设置界面

5.3 脚本化双恒测试

菜单位置：“组合方法”→“脚本化双恒测试”。

此测试方法仅适用于多通道仪器，当仪器为单通道时，此功能为灰色不可点击状态。

5.4 定时测量

菜单位置：“组合方法”→“定时测量”。

定时测量用于让用户设定某一种测量方法的执行模式。该功能可以让用户实现在指定时刻后，仪器按设定的时间间隔进行定时自动测量，该测量模式主要是方便用户跟踪某种测量体系的时间变化特征。

在测试开始前，“开始”按钮为无效状态，只有当用户指定一个有效的文件名后，“开始”按钮才被激活。此后所有数据将保存在用户指定的文件夹中。

5.4.1 创建数据文件

文件名——设定 CS Studio 保存测量数据的文件名。对于定时长期测量，文件名自动开始以递增的数字来保存数据文件（abc_1.csdat, abc_2.csdat, ……），即用一系列较小的文件来代替一个很大的文件，这样在后期进行数据分析时较为方便。

5.4.2 测试方法

选择一种需要进行定时测量的试验方法。调用测试方法时，参数为该方法上一次使用时的设置值。



图 3.10 定时测量参数设置界面

5.4.3 定时测量

指定所选择的试验方法从何时开始进行测量，每次测量间隔时间和总的测量次数等。同时显示当前已经测量的次数。

对于需要进行极化的测量（如动电位扫描、循环伏安、电化学阻抗等），在每个测量完成后，仪器自动断开极化，电解池处于开路状态，直到下次定时时刻再开始新的测量。

当测量次数到达指定的总次数后，本窗口自动退出，不再进行测量。用户可以根据文件名后的序列号，判断该数据是何时测量的，便于进行后续的时间序列数据分析。

点击“取消”按钮也退出该对话框，但测试不会开始，同时您所设置的参数均会丢失。

点击“帮助”按钮则打开相应的帮助信息。

6.工作通道

此主菜单仅适用于多通道仪器，对于 CS100 系列便携式电化学工作站，此菜单无效。

7.测量参数设置

CS Studio 测试软件所有的测试方法测量参数界面基本一致，下面以恒电位极化为例进行说明。

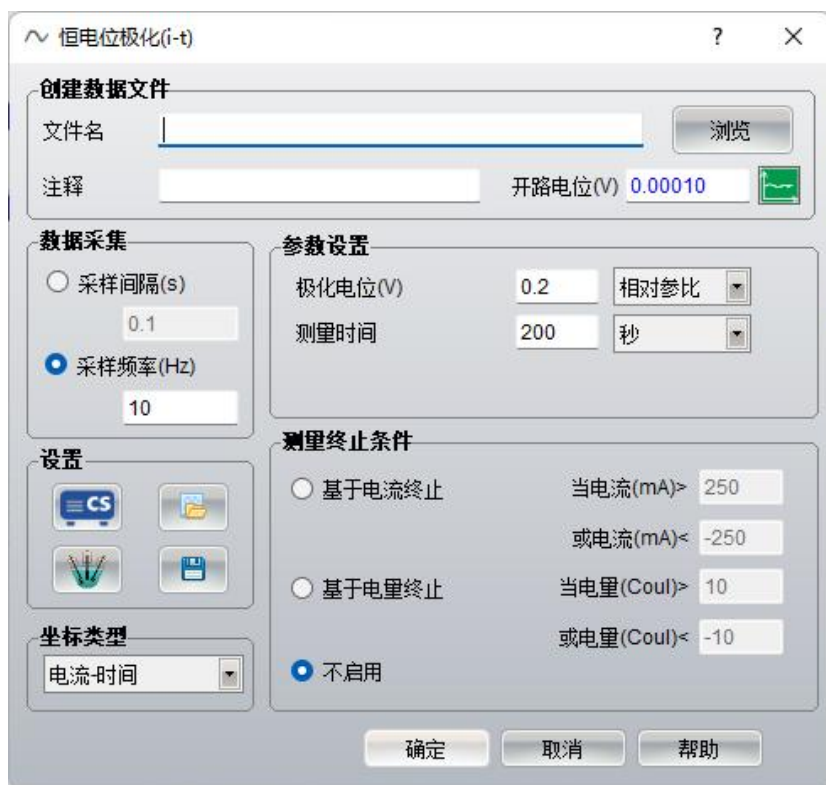


图 3.11 恒电位极化测量参数设置界面

7.1 创建数据文件

用户可以直接在文件名输入框中键入文件名，也可通过点击“浏览”按钮，弹出打开文件对话框来建立新文件，当您忘记了已经使用过的文件名后，后面这种方式能有效地防止覆盖以前的数据文件，您如果指定一个已存在文件名，CS Studio 软件会提示是否覆盖原有文件。另外您还可以通过打开文件对话框并用鼠标右键来编辑和新建文件存储路径。

“注释”框中内容也会保存在数据文件中，用户可以在此输入测试介质和溶液成分等信息，其他信息，如测试时间和相关的测试参数均会自动保存在文件中，不必将此信息输入注释行中。

7.2 数据采集

设定采集数据的频率、时间间隔等信息。“采样间隔”、“采样频率”、“电位间隔”三种方式。如果选择“采样间隔”，则数据采样间隔等于设定值；如果选择“采样频率”，则设定每秒采样的点数；如果选择“电位间隔”，则设定间隔多少电位采样。注意采样间隔不能小于“0.001s”，即每秒采样数据次数不能大于 1000，否则，软件自动以 1kHz 作为当前采样频率。

7.3 设置

7.3.1 仪器设置

本对话框让用户选择电流、电位量程以及切换方式；扫描等待时间；工作站接地模式；并可对实测数据进行实时数字和模拟低通滤波等。

用户可以从菜单“测试方法”中的任意子菜单（如动电位扫描），点击图标进入，仪器设置界面如图 3.12 所示。



图 3.12 仪器设置界面

7.3.1.1 电位量程

CS Studio 可以控制 CS 系列工作站自动切换或手动设定电位量程。如果选择“手动”设定，则它下面的量程下拉框激活，您可从中选择一个合适的电位量程。电位量程有 ± 50 mV, ± 100 mV, ± 250 mV, ± 500 mV, ± 1 V, ± 2.5 V, ± 5 V, ± 10 V, 默认值是 ± 2.5 V。范围越小，则输入信号的增益越高，可增加测量精度和信噪比。一般情况下，当电位信号输入范围在 ± 2.5 V 内，可以选择“ ± 2.5 V”选项，但如果被测体系的电位超过 ± 2.5 V 时，则必须选择量程“ ± 5 V”或“ ± 10 V”。如果测试过程中电位值超过电位量程时，CS Studio 软件将使 CS 系列工作站自动断开极化，并弹出“电位过载”弹窗。此时只需适当调大电位量程，再重新测试。

如果选择“自动”，则手动电位量程会成为初始电位量程，CS Studio 软件根据极化电位的大小自动确定合适的电位量程（用户可以利用该功能设定自动状态下的初始电位量程）。

在选择“自动”量程功能时，下面的最小量程设置有效，用户可以选择一个值，来设定自动量程切换中可使用的最小电位量程。

选中“仅增大”框，则电位量程在自动切换过程中只向大电位方向变化，如果仪器电位量程从大到小又从小到大频繁切换，可能会带来一些噪声毛刺，影响曲线的平滑程度；单方向的切换量程则可避免该问题，同时也保证了电位过大能及时切换到大大电位档。

7.3.1.2 电流量程

CS Studio 可以控制 CS 系列工作站自动切换或手动设定电流量程。如果选择“手动”设定，则它下面的量程下拉框激活，您可从中选择一个合适的电流量程。如果测试过程中电流值超过电流量程时，CS Studio 软件将使 CS 系列工作站自动断开极化，并弹出“电流过载”弹窗。此时只需适当调大电流量程，再重新测试。

如果选择“自动”，则手动电流量程会成为初始电流量程，CS Studio 软件根据极化电流的大小自动确定合适的电流量程（用户可以利用该功能设定自动状态下的初始电流量程）。

在选择“自动”量程功能时，下面的最小量程设置有效，用户可以选择一个值，来设定自动量程切换中可使用的最小电流量程。设置该功能是因为在某些高阻测量体系中，过小的电流量程可能会带来额外的噪声。

选中“仅增大”框，则电流量程在自动切换过程中只向大电流方向变化，该选项对于循环伏安测试特别有效，例如快速循环测试中，电流必然会随电位循环变化而增加或下降，如果仪器电流量程从大到小又从小到大频繁切换，可能会带来一些噪声毛刺，影响曲线的平滑程度；单方向的切换量程则可避免该问题，同时也保证了电流过大能及时切换到大电流档。

无论如何，由于电流量程切换的一瞬间，可能会产生一些噪声，因此建议快速测量或数据采集频率较高时选用固定电流量程。

7.3.1.3 扫描等待

勾选“启用”时，下方“等待时间”设置有效。输入具体数值或者点击上下箭头以改变扫描等待时间，最长延迟时间为 1000 秒。设置扫描等待时间是为了让测量的电流稳定下

来，特别的，当极化不是从开路电位开始时，瞬间的极化可能导致一个较大的极化电流，且该电流值会随时间而逐渐下降，因此需要在正式记录数据前等待一段时间，让电流稳定，具体要求视体系而定。

扫描等待期间，电化学扫描系统已开启极化，极化状态为设置的初始电位或电流值，但没有进行扫描，只是在当前窗口中显示极化电位、电流及相应电位、电流量程档。此时的极化电位、电流为设置的初始电位、电流值。如果极化测试中电流量程设定为“自动”，则在此期间，CS Studio 会根据实际电流大小，自动选定量程。如果电流量程设为“手动”，则一旦电流过载，CS Studio 会提示用户切换到更大的电流量程。如选“否”，则软件将控制电化学扫描系统从“极化”切换到“自然”状态。电位量程则会根据用户设置的极化电位最大值进行设置。例如，动电位扫描中设置的初始电位为 2V 相对参比，终止电位为 10V 相对参比，扫描等待期间，极化电位为 2V，极化电流为样品在 2V 电位下对应的电流，电流量程为相应电流下的电流量程档，电位量程为 $\pm 10V$ 。

扫描等待期间，系统自动进行倒数计时，当时间为零时，扫描过程立刻开始。如果用户认为电极的极化电流已经稳定，可以随时点击“立即开始”按钮启动扫描，如果想放弃当前测试，点击“取消”即可。



图 3.13 扫描等待界面

7.3.1.4 OCP 稳定判据

当勾选“启用”单选框后，软件会在实验开始前，判断开路电位是否达到用户设定的稳定范围。如果达到，在提前设好保存路径的情况下则自动开始实验。

7.3.1.5 工作电极模式

工作电极模式有“低阻”和“高阻”两种模式。低阻模式适用于大多数稳态测试体系，对于电化学噪声或者电偶腐蚀测量，必须选择低阻模式。小电阻体系，特别是毫欧级别以下，使用低阻模式可以有效消除导线电阻。高阻模式适用于工作电极接地的体系，如混凝土钢梁，以及某些与大地绝缘性差的测试体系。对于电化学阻抗测试，选择高阻模式，可以提高信号稳定性。

7.3.1.6 接地方式

接地方式有“浮地”和“接地”两种模式。浮地模式下测试体系与外部电路完全隔离，适用于双恒测试。工作电极与大地相连的电化学体系，如高温高压釜的电化学测试，同样

需要切换到浮地模式。对于电化学噪声或者电偶腐蚀测量，需要测试整体电路下电流电位信号，必须选择接地模式，接地模式下设备的抗干扰能力较强。

7.3.1.7 电位极性

该选项设定数据中“正”或“负”电位代表阳极极化还是阴极极化，如果选择“氧化+”，则更正的电位产生更强的氧化驱动力；同样地，选择“氧化+”，则氧化电流为正电流。在水溶液中（pH 值为 0），工作电极在电位达到+1.23 V（相对氢标电极）时析出氧气；如果选择“氧化-”，则更负的电位产生更强的氧化驱动能力，同样的对于电流，则氧化电流为负值。此时在水溶液中（pH 值为 0），工作电极在电位达到-1.23 V（相对氢标准电极）时析出氧气。

7.3.1.8 电流极性

详见 7.3.1.7 部分

7.3.1.9 带宽设置

带宽设置可以改变 CS 电化学工作站内功率放大器的频率响应带宽。选择的电容值越大，则恒电位仪的带宽越窄，高频性能降低，但稳定性增强。

如果关闭带宽设置，则放大器具有最好的频率响应特性，但该状态下对于某些高阻体系，可能会引起振荡。特别是如果使用虚地模式，选择的电容值较小时，极化过程中仪器较易发生振荡（可以用示波器观察到），甚至正反馈，导致仪器工作不正常，所以发生振荡后，必须降低放大器的带宽，即增加滤波电容值。

当增加电容值时，恒电位仪的响应频宽会相应降低，相当于对信号进行低通滤波，消除可能出现的振荡现象。一般进行慢扫描测量时，可以选 10nF~100nF 的电容。对于快速扫描或者暂态测量，可以选 100pF~10nF 的电容；而对于电化学阻抗测量，则可能需要选择 100pF~10nF，或者 0~1nF。

7.3.1.10 低通滤波器

勾选“开启”时，低频信号能正常通过，而超过设定临界值的高频信号则被阻隔、减弱。

7.3.1.11 工频陷波器

勾选“避开工频干扰”后，工作站进行测试时，即可抑制所选工频的干扰。

7.3.1.12 IR 降补偿

当测试某些高阻体系时，参比电极所在的鲁金毛细管尖端与工作电极之间较大的溶液电阻 R_s （特别是当测试混凝土或带涂层试样时），建议加以补偿。溶液电阻测试可以通

过频率扫描-恒电位模式（EIS-V）或溶液电阻测量法来进行。测量的溶液电阻乘以一个补偿系数输入到溶液电阻栏，随后的测量就可对 IR 降进行补偿了。

勾选“无补偿”，溶液电阻栏为灰色，无法输入数值，测试没有进行 IR 补偿；勾选“手动补偿”或“自动补偿”，溶液电阻栏激活。点击溶液电阻图标，进入溶液电阻测量界面，设置恰当的交流幅值以及测量频率后，点击“开始”，仪器会自动测试三次电阻，最后计算得到平均值，并自动填入到溶液电阻栏。用户可以通过测量的溶液电阻乘以一个补偿系数，再手动输入电阻值到溶液电阻栏。

“手动补偿”为后补偿，也就是反馈补偿，测试之后再补偿。

“自动补偿”为实时补偿，也就是正反馈补偿，在测试过程中，实时补充溶液电阻造成的电压损失。

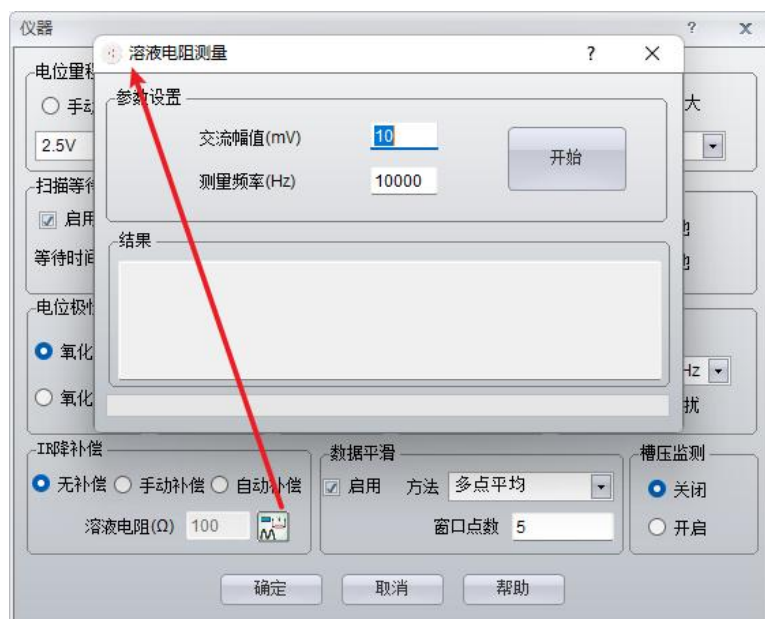


图 3.14 IR 降补偿设置界面

7.3.1.13 数据平滑

当选择数字平滑时，CS Studio 会对测试数据进行实时滤波，消除曲线上的“毛刺”。一般可以勾选“启用”。不过，当您进行暂态测量时，由于该选项会造成数据的轻微失真，所以可以不选择数字平滑。

7.3.1.14 槽压监测

槽压也就是工作电极与对电极之间的电位差，勾选此选项后，在测试图形界面右侧的参数显示界面，可以实时显示测试体系的槽压值，同时点击测试界面的图标，会出现槽压-时间曲线，这对于判断是否超了槽压有参考意义。测得的槽压数据会以 txt 格式与原始数据保存在同一文件夹中。

7.3.1.15 外部脉冲信号

电化学工作站在与其它设备联用时，需要控制其它设备同步采集数据，这时需要工作站输出一个同步信号，通过定制连接线从工作站的扩展接口连接至其它设备的触发接口，在极化开启时，通过扩展接口输出一个触发信号，进而触发联用设备。

外部脉冲信号输出模式含以下四种：

1. 无触发电平输出。此时不启用触发功能；
2. 开始测量时，输出触发电平。在极化开启瞬间同步输出电压，电压输出时长可设置；
3. 测量过程中，电位/电流改变时输出触发电平。在极化电位或电流改变瞬间，同步输出电压；
4. 测量过程中，输出固定频率的触发脉冲。测量开启瞬间，同步开始输出固定频率的脉冲信号，脉冲宽度可设置，输出完成后恢复至 0V，直到测量结束。

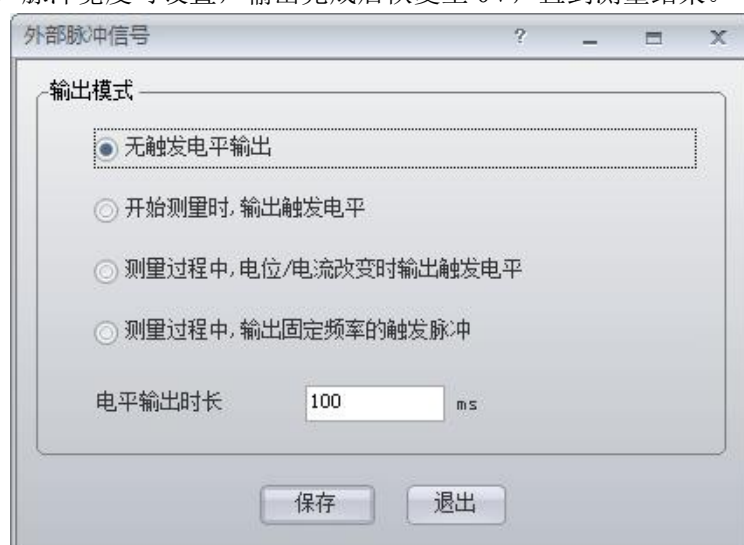


图 3.15 外部脉冲信号设置界面

7.3.2 电极与电解池参数设置

电解池参数可以让用户输入一个或多个工作电极与电解池的相关信息，如图 3.20 所示。

要进入电解池设置，可以从菜单“测试方法”中的任意测试方法子菜单进入（如动电

位扫描），点击参数设置界面中  图标即可。



图 3.16 电极与电解池参数设置界面

7.3.2.1 电极参数

“电极面积”指工作电极暴露于溶液的有效工作面积，单位为 cm^2 。

“材料密度”为工作电极材料密度，单位为 g/cm^3 。

“材料化学当量”为材料的摩尔质量除以其参加电化学反应的电子数，例如，纯铁的摩尔质量为 55.84g ，在盐酸中腐蚀时，参与反应的电子数为 2，因此其化学当量为 $55.84/2=27.92\text{g}$ 。

“Stern 系数”为电极在电化学反应中的 Stern-Genry 值，用于腐蚀速率计算，活化体系取 26 mV 、钝化体系 52 mV ；酸性电解液 18 mV 、中性电解液 26 mV 、碱性电解液 52 mV 。其他有关该参数的意义请参见曹楚南所著《腐蚀电化学原理》一书（化学工业出版社，2008 年）。

注意：只有腐蚀测试极化曲线时，材料密度、材料化学当量以及 Stern 系数对拟合结果有影响，用户进行其他测试时，此三个参数均可不设置。

7.3.2.2 记录电解池参数

此参数设置并不影响测试系统所测量的原始数据，但会自动保存在数据文件中，以便用户在以后了解实验的测试条件。仅具有信息标记作用，不影响测试结果。

“参比电极类型”为下拉式输入框，用户可以选择“RHE”、“ AgCl ”、“ HgSO_4 ”等参比电极类型。也可以选择自定义参比电极，此时用户必须指定自定义参比电极相对氢标准电极电位。

“相对氢标电位”显示所选参比电极相对氢标准电极的电位，单位为 V 。

“测量温度”记录当前电化学反应的温度，单位为 $^{\circ}\text{C}$ 。

7.3.2.3 测量行列

“测试行列”在测试丝束电极时启用，用于用户指定丝束电极中特定位置的金属针进行测试。

7.3.2.4 其他

“同步记录测试温度”和“旋转圆盘电机转速”设置在连接相应的外接拓展后可启用。

点击“确定”保存当前电极与电解池参数，并退出对话框，其数值被保存在数据文件中，并应用于腐蚀速率计算。

点击“取消”不保存当前参数，并退出该对话框。

点击“帮助”按钮打开相应的帮助信息。

7.3.3 保存测量参数

可以从菜单“测试方法”中的任意测试方法子菜单进入，单个测试方法参数设置完毕后，点击参数设置界面中图标即可保存该次测试的测量参数。

7.3.4 加载测量参数

可以从菜单“测试方法”中的任意测试方法子菜单进入，点击参数设置界面中图标即可打开之前保存的某次测试的测量参数。

7.4 坐标类型

设置动态图形显示中的图形坐标方式，对于开路电位测试，此处为“电位-时间”。

8. 测试方法

8.1 稳态极化

8.1.1 开路电位测量

菜单位置：“测试方法”→“稳态极化”→“开路电位测量（OCP）”。

本测试方法主要用来监测开路电位（即没有外加电场时，工作电极与参比电极之间的电势差）随时间的变化关系，记录时间长度可以按需要设定。

开路电位输出框显示当前的开路电位值（每秒钟刷新一次）。



图 3.17 开路电位测量参数设置窗口

8.1.1.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.1.1.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.1.1.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.1.1.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.1.1.5 参数设置

“测量时间”指定测试开路电位的时间长度，可以选择“秒”、“分”和“小时”。

8.1.1.6 测量终止条件

如果选中“启用”选择框，则当开路电位值大于所指定的最大值或小于指定的最小值

时，CS Studio 将自动终止开路电位监测。否则，该限制条件无效。如果选中“ Δ 电位”选择框，可设置开路电位每分钟变化范围小于或等于设置的电位值时，测试终止。

8.1.2 恒电位极化

菜单位置：“测试方法”→“稳态极化”→“恒电位极化（i-t 曲线）”。

本测试方法是将一个恒定的极化电位施加到工作电极上，同时监测极化电流随时间的变化关系，极化时间可以是用户所指定的长度，也可指定当极化电流达到某一特定值后，让 CS Studio 软件自动终止测试过程（同时从极化切换到自然状态）。

开路电位输出框显示体系的开路电位（每秒钟刷新一次）。

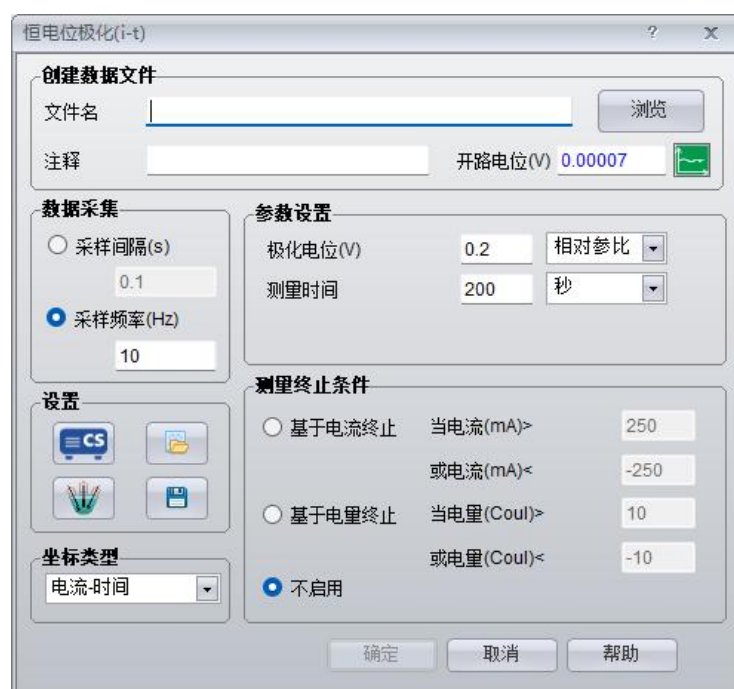


图 3.18 恒电位极化参数设置界面

8.1.2.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.1.2.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.1.2.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.1.2.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.1.2.5 参数设置

极化电位 (V) ——指在测试过程中施加给被测体系的电位。点击右边的下拉框，您还可以选择施加极化的参考电位。

该参考电位既可以是“相对开路”，也可以是“相对参比”。如果是“相对开路”，则实际加在电极上的电位是您所输入的值与当前开路电位的代数和，例如，输入“0.20”，则实际上工作电极相对参比电极的电位为 0.2V 加上开路电位值，对于 CS 系列电化学工作站，如果“极化电位”是相对于开路电位，则输入电位值为正值表示阳极极化，负值表示阴极极化。如果指定的极化电位是“相对参比”，则实际上工作电极相对参比电极的极化电位为 0.2V。

测量时间——设定恒电位极化工作时间，时间单位可以选择“秒”、“分”和“小时”。

8.1.2.6 测量终止条件

如果选中“基于电流终止”选择框，当极化电流值大于所指定的最大值（阳极电流）或小于指定的最小值（阴极电流）后，CS Studio 将自动终止恒电位极化测试。

如果选中“基于电量终止”选择框，当积分电量大于所指定的最大值（正电荷电量）或小于指定的最小值（负电荷电量）后，CS Studio 将自动终止恒电位极化测试。

如果选中“不启用”选择框，两个测试终止条件均不起作用。

8.1.3 恒电流极化

菜单位置：“测试方法”→“稳态极化”→“恒电流极化 (E-t)”。

本测试是将一个恒定的极化电流施加到工作电极上，同时监测极化电位随时间的变化关系，极化时间可以是用户所指定的长度，也可指定当极化电位达到某一特定值后，让 CS Studio 自动终止测试过程。

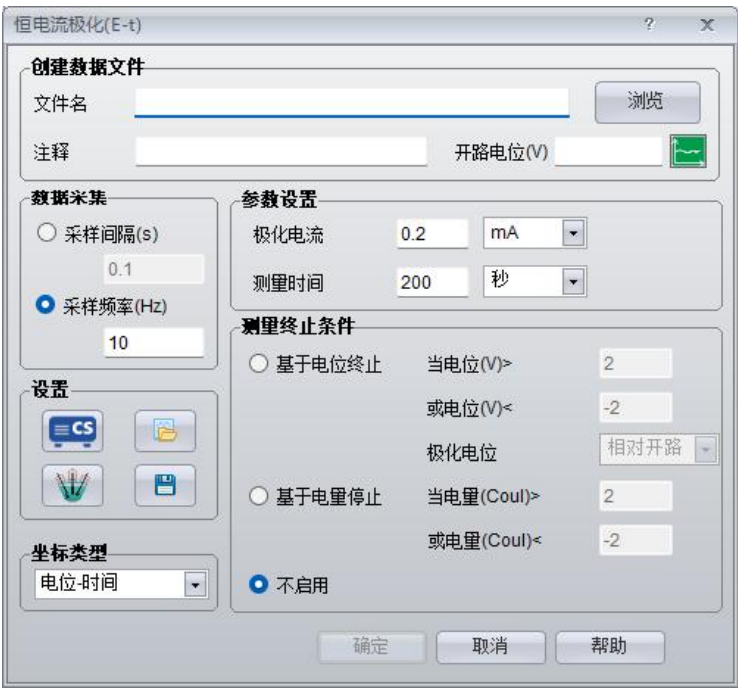


图 3.19 恒电流极化参数设置界面

8.1.3.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.1.3.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.1.3.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.1.3.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.1.3.5 参数设置

极化电流指在测试过程中施加给被测体系的电流，输入正值表示阳极极化，负值表示阴极极化，用户还可通过电流单位下拉框（ μA , mA , A ），来设置极化电流的单位。

极化时间——可以让您指定恒电流极化时间，可选择“秒”、“分”和“小时”。

8.1.3.6 测量终止条件

基于电位终止——当极化电位值大于所设定的最大值或小于指定的最小值后（电位边界），CS Studio 将自动终止恒电流极化测试；否则，该限制条件无效。

基于电量终止——当电量大于所设定的最大值或小于指定的最小值后（电量边界），CS Studio 将自动终止恒电流极化测试；否则，该限制条件无效。

不启用——若选中，则两个测试终止条件均不起作用。

8.1.4 动电位扫描

菜单位置：“测试方法” → “稳态极化” → “动电位扫描（Tafel、DPP）”。

动电位扫描测试方法中，最多可以有 4 个独立的极化电位设置点，这样可以完成较为复杂的扫描方式，该扫描过程可在电流达到某一特定的值后停止或反向，这种工作方式有利于极化电阻与 Tafel 斜率的测量，另外也方便于钝化曲线回扫的测试。



图 3.20 动电位扫描参数设置界面

8.1.4.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.1.4.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.1.4.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.1.4.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.1.4.5 参数设置

动电位扫描可以有最多 4 个独立的极化电位设置点，扫描从“初始电位”开始，依次经过“中间电位 1”和“中间电位 2”，最后至“终止电位”。点击“启用”复选框，可以打开或关闭“中间电位 1”和“中间电位 2”，如果该复选框没有选中，则扫描将不经过该值，向下一个设置电位扫描，例如启用中间电位 2，不启用中间电位 1，则第一段扫描从“初始电位”向“中间电位 2”，第二段扫描从“中间电位 2”向“终止电位”。

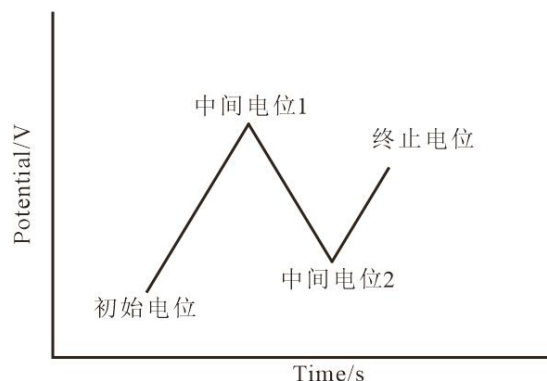


图 3.21 极化电位设置示意图

如果您不选这两个“启用”框，则扫描直接从“初始电位”→“终止电位”。例如，在“初始电位”输入框中输入“-0.1”，“终止电位”输入框中输入“0.1”，且极化方式均是“相对开路电位”，则电位扫描实际上是从阴极极化 100 mV 扫至阳极极化 100 mV，当然如果勾选了“扫描停止”，在极化电位达到“终止电位”之前，极化电流已进入了您指定的终止范围后，扫描会停止，并自动断开恒电位仪的极化状态。如果是相对开路电位，则输入负值表示阴极极化，正值表示阳极极化。

该参考电位既可以是“相对开路”，也可以是“相对参比”。

“扫描速率”为您指定整个扫描过程中的速率，注意其值只能为正值，而扫描方向由施加电位的符号确定。每一段的扫描时间则等于扫描电位区间/扫描速率，整个测试时间 = $\sum (|各段极化电位的扫描区间|/扫描速率)$ 。

8.1.4.6 测量终止条件

如果“扫描停止”单选框被选中，扫描在达到终止电位或在极化电流密度进入用户所指定的范围后，扫描停止，如上图 3.20 所示，当极化电流大于 2mA，或者小于 -2mA 时，自动终止。

如果选择“扫描反向”，此时当极化电流进入您指定的范围后，CS Studio 软件将控制

扫描从当前电位向初始电位扫描。当向阴极回扫时如果极化电流小于您指定的最小电流后，CS Studio 软件自动停止扫描，并给出提示声音。图 3.24 中设定值表示：在正扫过程中，当阳极极化电流 $>2\text{mA}$ 后，CS Studio 立刻使扫描反向，在回扫过程中当阴极极化电流 $<-2\text{mA}$ （对于 CS 系列恒电位仪，正值代表阳极极化电流），扫描停止，测试过程结束。

如果二者均不选中，则测试过程将忽略限制条件而按扫描电位设置范围进行。一般情况下，为了保护工作电极免于过大电流的破坏，可以选择“扫描停止”，并设置一个最大的阳极电流。

8.1.5 动电流扫描

菜单位置：“测试方法”→“稳态极化”→“动电流扫描（DGP）”。

动电流扫描测试方法中，最多可以有 4 个独立的极化电流设置点，这样可以完成较为复杂的扫描方式，该扫描过程可在电位达到某一特定的值后停止或反向。



图 3.22 动电流扫描参数设置界面

8.1.5.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.1.5.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.1.5.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.1.5.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.1.5.5 参数设置

动电流扫描可以有最多 4 个独立的极化电流设置点，扫描从“初始电流”开始，依次到达“中间电流 1”和“中间电流 2”，最后至“终止电流”。点击“启用”复选框，可以打开或关闭“中间电流 1”和“中间电流 2”。如果该复选框没有选中，则扫描将不经过该值，向下一个设置点扫描，例如不启用“中间电流 1”，则第一段扫描从“初始电流”向“中间电流 2”，第二段扫描从“中间电流 2”向“终止电流”。

如果您不选这两个复选框，则扫描直接从“初始电流”→“终止电流”。例如，在“初始电流”输入框中输入“-0.5”，“终止电流”输入框中输入“0.5”，电流单位为“mA”，则电流扫描实际上是从阴极极化 0.5mA 扫至阳极极化 0.5mA，当然如果勾选了“扫描停止”，在极化电流达到终止电流“0.5mA”之前，阳极极化电位已进入了您指定的范围（即满足测试终止条件），扫描也会自动停止，并断开恒电位仪的极化状态。

电流输入正值表示阳极极化，负值为阴极极化。

8.1.5.6 测量终止条件

如果“扫描停止”单选框被选中，扫描在达到终止电流值或在极化电位进入用户所指定的范围后自动终止；如果选择“扫描反向”，此时当极化电位进入您指定的范围后，CS Studio 将控制扫描从当前电流向“初始电流扫描”（回扫），其扫描速率的绝对值不变，但扫描方向会改变，并当扫描到极化电位小于您指定的最小极化电位后，自动停止扫描。

如果二者均不选中，则测试过程将忽略限制条件而按扫描电流设置范围进行。

8.1.6 电位扫描-阶跃

菜单位置：“测试方法”→“稳态极化”→“电位扫描-阶跃（SFF）”。

电位扫描-阶跃的测试方法，提供了 6 段电位线性扫描和 6 段恒电位极化共 12 个阶段的电位施加过程。



图 3.23 电位扫描阶跃参数设置窗口

8.1.6.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.1.6.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.1.6.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.1.6.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.1.6.5 参数设置

电位扫描-阶跃测试，提供了 6 段电位线性扫描和 6 段恒电位极化共 12 个阶段的电位施加过程，每一个阶段的参数可独立设置。施加的电位参考统一按照“相对开路”或者“相对参比”。静置时间：在每个阶段之间都有静置，静置时极化停止。

下面是电位扫描阶跃测试电位施加原理图，参数、范围以及说明：

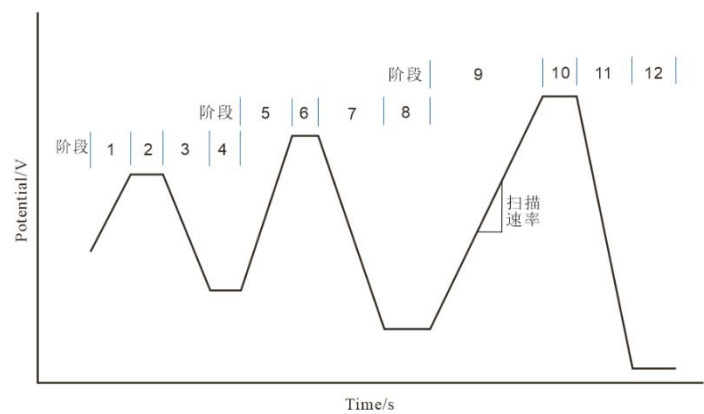


图 3.24 电位扫描-阶跃测试电位施加原理图

	极化方式	参数	取值范围	说明
阶段 1、 3、5、 7、9、11	动电位扫描	初始电位/V	-10~+10	扫描阶段的初始电位值
		终止电位/V	-10~+10	扫描阶段的终止电位值
		扫描速率/V·s ⁻¹	10 ⁻⁶ ~50	电位扫描的速率
阶段 2、 4、6、 8、10、 12	恒电位极化	极化电位/V	-10~+10	恒电位阶段的电位值
		极化时间/s	0~10000	恒电位阶段的持续时间
阶段 1~12		极化电位/V	相对于参比或 相对于开路	选择电位输出的方式

8.2 暂态极化

8.2.1 任意恒电位阶梯波

菜单位置：“测试方法” → “暂态极化” → “任意恒电位阶梯波（多电位阶跃）”。

任意恒电位阶梯波测试可以有最多 12 个独立的极化电位设置点。如果仅选择 1 个峰值电位，则阶梯波的形式为“初始电位” → “中间电位 1” → “终止电位”，选择多个则依次进行，从初始电位扫描到终止电位完成为一个循环。



图 3.25 任意恒电位阶梯波参数设置界面

8.2.1.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.2.1.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.2.1.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.2.1.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.2.1.5 参数设置

任意恒电位阶梯波测试可以有最多 12 个独立的极化电位设置点，极化从初始电位开始，并在相应保持时间内维持该电位不变，然后立即跳到“中间电位 1”，同样在相应保持时间内维持电位不变，依此规律，电位再从“中间电位 1”跃至“中间电位 2”，再到“终止电位”。

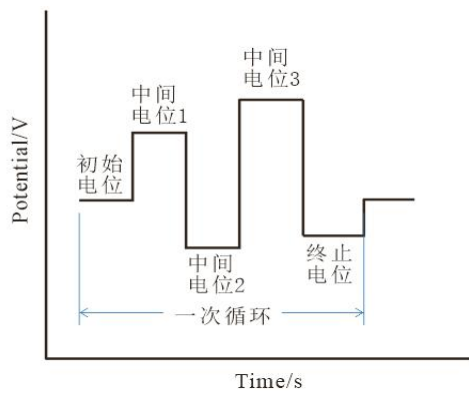


图 3.26 电位阶梯波电位设置示意图

“极化电位”下拉框——选择电位参考点，“相对开路”、“相对参比”。如果是“相对开路”，则输入电位值为负值表示阴极极化，正值表示阳极极化。

“时间单位”下拉框——可选择 s、ms、 μ s。

“循环次数”为总循环数，即电位扫描在起点与终点之间往复的次数，其值为 ≥ 1 的整数。

8.2.2 任意恒电流阶梯波

菜单位置：“测试方法”→“暂态极化”→“任意恒电流阶梯波（多电流阶跃）”。

任意恒电流阶梯波测试可以有多个极化电流设置点，因此可输出较为复杂的方波，如果仅选择 1 个峰值电流，则阶梯波的形式为“初始电流”→“中间电流 1”→“终止电流”，选择多个则依次进行，从初始电流扫描到终止电流完成为一个循环。

在测试开始前，确定按钮为无效状态，只有当用户指定一有效的文件名后，确定按钮才被激活。此后所有数据将保存在用户新建的文件中。

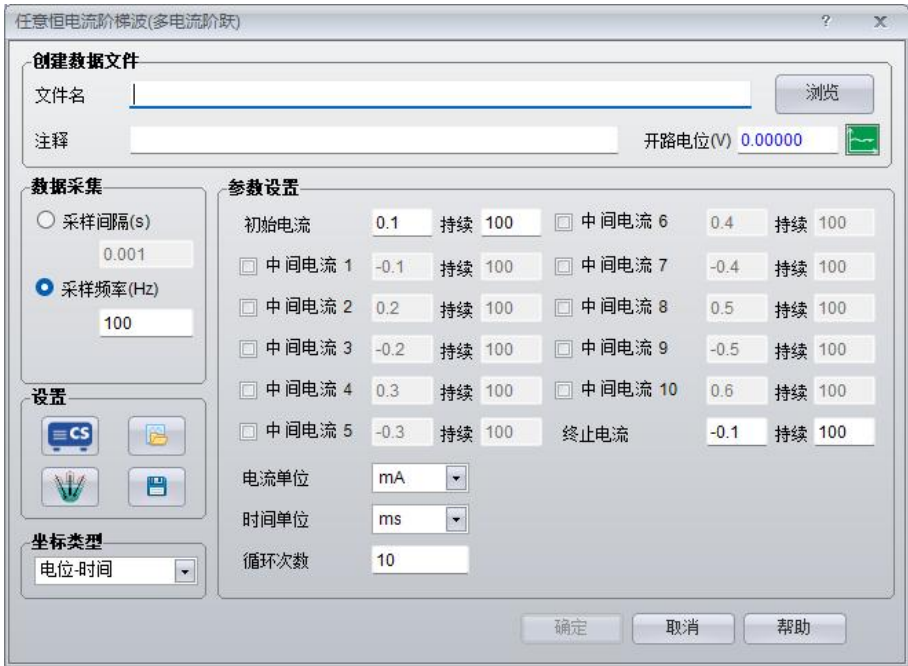


图 3.27 任意恒电流阶梯波参数设置界面

8.2.2.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.2.2.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.2.2.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.2.2.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.2.2.5 参数设置

任意恒电流阶梯波测试可以有多到 12 个独立的极化电流设置点，极化从初始电流开始，并在相应保持时间内维持该电流不变，然后立即跳到“中间电流 1”，同样在相应保持时间内维持电流不变，依此规律，电流再从“中间电流 1”跃至“中间电流 2”再到“中间电流 3”。更改“保持时间”窗口里的时间，可打开或关闭该段电流设置，如果时间设置为 0，则该段极化电流设置将关闭。电流输入正值表示阳极极化，负值表示阴极极化。用户还可通过“电流单位”下拉框（ μA , mA , A ），来改变极化电流的大小。

“时间单位”下拉框——让您指定各个周期的时间单位，可选择 s, ms, μs 。

“循环次数”为总循环数，即电流扫描在起点与终点之间往复的次数，其值为 ≥ 1 的整数。

8.2.3 恒电位阶跃

菜单位置：“测试方法”→“暂态极化”→“恒电位阶跃（VSTEP）”。

恒电位阶跃也可用来测量溶液电阻 R_s 和工作电极的极化电阻 R_p ，还可以计算双电层电容 C_{dl} 。具体计算方法请参见刘永辉所编的《电化学测试技术》一书，北京航空学院出版社，1987 年 8 月第 1 版。

恒电位阶跃测试可以有多到 3 个独立的极化电位设置点，如果选择“启用”，则阶跃的形式为“初始电流”→“阶跃电位 1”→“阶跃电位 2”，即可实现两段阶跃测量。



图 3.28 恒电位阶跃参数设置界面

8.2.3.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.2.3.2 数据采集

由于阶跃测试的过程较快，所以数据采集速率也很快，一般设定的采集频率范围为 1~3kHz。

详情请参见 7.2 节

8.2.3.3 设置

在阶跃测试中，由于测量时间较短，电流量程只能预先给定，在仪器设置窗口中设定，不是由软件通过判断来设定。详情请参见 7.3 节

8.2.3.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.2.3.5 参数设置

恒电位阶跃测试，首先从“初始电位”开始极化，并在相应“保持时间”内维持该电位不变，然后立即跳到“阶跃电位 1”，同样在相应时间内维持电位不变，依此规律，电

位再从“阶跃电位 1”跃至“阶跃电位 2”。点击“启用”复选框，可以打开或关闭“阶跃电位 2”，如果启用复选框没有选中，则只进行单次阶跃。

“时间单位”下拉框——可以选择“s”或“ms”。

“极化电位”下拉框——可以选择电位参考点。

8.2.4 恒电流阶跃

菜单位置：“测试方法”→“暂态极化”→“恒电流阶跃（ISTEP）”。

恒电流阶跃测试可以有多到 3 个独立的极化电流设置点，如果选择“启用”，则阶跃的形式为“初始电流”→“阶跃电流 1”→“阶跃电流 2”，即可实现两段阶跃测量。



图 3.29 恒电流阶跃参数设置界面

8.2.4.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.2.4.2 数据采集

由于阶跃测试的过程较快，所以数据采集速率也很快，一般设定的采集频率范围为 1~3kHz。

详情请参见 7.2 节

8.2.4.3 设置

仪器设置中电流量程将会由软件根据用户输入的电流大小自动设定，且测试过程中不会变化。因此这里对电流量程的设置不会起作用。详情请参见 7.3 节

8.2.4.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.2.4.5 参数设置

恒电流阶跃测试，首先从初始电流开始极化，并在相应“保持时间”内维持该电流不变，然后立即跳到“阶跃电流 1”，同样在相应“保持时间”内维持电流不变，依此规律，电流再从“阶跃电流 1”跳到“阶跃电流 2”。点击“启用”复选框，可以打开或关闭“阶跃电流 2”，如果“启用”复选框没有选中，则只进行单次阶跃。极化电流输入正值表示阳极极化，负值表示阴极极化。

“电流单位”——指定电流的大小，“时间单位”下拉框——可以选择“s”或“ms”。

8.3 计时分析

8.3.1 计时电位法

菜单位置：“测试方法”→“计时分析”→“计时电位法（CP）”。

计时电位法，是在某两段固定电流下，测量实验过程中电极电位与时间之间的关系。



图 3.30 计时电位法参数设置界面

8.3.1.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.3.1.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.3.1.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.3.1.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.3.1.5 参数设置

阴/阳极电流是指在测试过程中施加给工作电极的阴/阳极电流，阴极电流前面需加上负号。用户还可通过电流单位下拉框（ μA , mA , A ），来改变极化电流的大小。

阴/阳极极化时间是指施加阴极电流时间；可以选择“秒”，“分”和“小时”。

CS Studio 软件可通过用户设定电位区间来实现阴极极化与阳极极化之间的反转。

下面是计时电位法测试参数、范围以及说明：

参数	取值范围	说明
阴极电流	-2A~0A	施加给工作电极的阴极电流
阳极电流	0A~+2A	施加给工作电极的阳极电流
阴极极化时间	>0	阴极电流施加时间
阳极极化时间	>0	阳极电流施加时间
初始极性	阳极/阴极	实验开始时的极性
段数	>0	阴极电流和阳极电流施加总次数

测量终止条件--测试终止条件分两种，分别是“反向”和“停止”。勾选“反向”可以用来反转阳极极化和阴极极化过程。如图 3.34 中所示，如果不到 10 秒，电位已达到 1V，则会触发反转，进行阴极极化。如果不到 10 秒，电位已达到-1V，则会触发反转，进行阳极极化。“极化电位”右边下拉框可以选择电位反转参考电位点，可以是相对参比也可以是相对开路。勾选“停止”，同上。

8.3.2 计时电流法

菜单位置：“测试方法”→“计时分析”→“计时电流法（CA）”。

计时电流法，是向电化学体系的工作电极施加单电位阶跃或双电位阶跃后，测量电流响应与时间的函数关系。该法一般使用固定面积的电极。适用于研究耦合化学反应的电极过程，特别是有机电化学的反应机理。

开路电位输出框显示当前的开路电位值（每秒钟刷新一次）。



图 3.31 计时电流法参数设置界面

8.3.2.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.3.2.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.3.2.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.3.2.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.3.2.5 参数设置

下面是计时电流法测试参数、范围以及说明：

参数	取值范围	说明
高电位（V）	-10～+10	施加给工作电极电位
低电位（V）	-10～+10	施加给工作电极电位
脉冲宽度（s）	>0	施加电位脉冲时间
阶跃次数	>0	电位施加总段数

8.3.3 计时电量法

菜单位置：“测试方法” → “计时分析” → “计时电量法（CC）”。

计时电量法，是向电化学体系的工作电极施加电位阶跃后，测量电量响应与时间的函数关系。该法能研究各类偶合化学反应的电极过程，也是研究电活性物吸附的方法。

开路电位输出框显示当前的开路电位值（每秒钟刷新一次）。



图 3.32 计时电量法参数设置界面

8.3.3.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.3.3.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.3.3.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.3.3.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.3.3.5 参数设置

下面是计时电量法测试参数、范围以及说明：

参数	取值范围	说明
初始电 (V)	-10~+10	施加工作电极电位
终止电 (V)	-10~+10	施加给工作电极电位
脉冲宽度 (s)	0.01~1000	施加电位脉冲时间
阶跃次数	>0	电位施加总段次数

8.4 伏安分析

伏安分析法，是通过测定电解过程中所得到的电流-电压关系曲线（伏安图）为基础的电化学分析法。根据工作电极（固体电极或表面静止的电极；如悬汞、石墨和铂等电极）和参比电极组成电解池，通过电解待分析物质的稀溶液，得到电流-电压曲线而进行定性、定量分析。电分析功能包括线性循环伏安（CV）、线性扫描伏安（LSV）、阶梯波循环伏安（SCV）、方波伏安法（SWV）和脉冲伏安分析等。

8.4.1 线性扫描伏安法

菜单位置：“测试方法” → “伏安分析” → “线性扫描伏安法（LSV, i-v 曲线）”。

线性扫描伏安法（LSV）的原理与循环伏安法相同，是在工作电极与参比电极之间加上一个随时间线性变化的电极电势，其扫描历程相当于循环伏安法的半个循环，记录通过工作电极与辅助电极之间的电流随电极电位变化的曲线称为线性扫描伏安图。从初始电位开始线性扫描至终止电位。仪器的电位扫描速度可以从每秒数毫伏至 1V。

8.4.1.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.4.1.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.4.1.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.4.1.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.4.1.5 参数设置



图 3.33 线性扫描伏安法参数设置界面

参数	取值范围	说明
初始电位（V）	-10~+10	扫描电位起点设置
终止电位（V）	-10~+10	扫描电位终点设置
扫描速率（mV/s）	0.001~1 ⁷	电位的扫描速度
电位间隔（mV）	>0.001	采样的两点之间电位差值
采样频率（Hz）	0.01~1000	按频率采样，与“电位间隔”采样方式二选一

线性扫描伏安测试设置有 2 个独立的电位，仪器初始电位与终止电位可设置的电位范围为-10V~10V，可选择相对参比或者相对开路。“扫描速率”为电位的变化率，一般电极过程研究和测量范围为 1 mV/s~20 V/s。数据采集集中“采样时间间隔”和“采样频率间隔”的采样方式二选一。

下面是线性扫描伏安测试电位施加原理图以及说明：

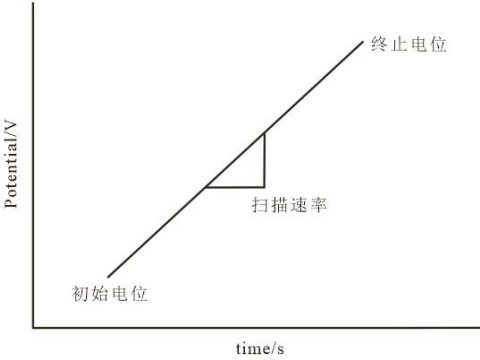


图 3.34 线性扫描伏安法测试电位施加原理图

关于“相对参比”和“相对开路”，如果在初始/终止电位中选择的是“相对开路”，例如，初始/终止电位输入值 0.2V，表示扫描是开路电位与输入值 0.2V 的和值电位点进行扫描；如果在初始/终止电位中选择的是“相对参比”，则初始/终止电位输入值 0.2V，表示扫描是从 0.2V 开始进行的。“极化电位”下拉框可以选择电位施加方式，从而改变所有极化电位设置点的参考电位。

8.4.2 循环伏安法

菜单位置：“测试方法”→“伏安分析”→“循环伏安法（CV）”。

循环伏安法（CV）是在电极上施加一个线性变化的电压，即电极电位是随外加电压线性变化记录工作电极上的电解电流的方法。循环伏安法往往采用三电极系统，工作电极（WE）相对于参比电极（RE）的电位在设定的电位区间内随时间进行循环的线性扫描，WE 相对于 RE 的电位由电化学仪器控制和测量。一般仪器的电位扫描速度可以从每秒数毫伏至 1V，常用悬汞电极、铂电极、金电极和玻碳电极等固定电极做工作电极。

8.4.2.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.4.2.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.4.2.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.4.2.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.4.2.5 参数设置



图 3.35 循环伏安法参数设置界面

参数	取值范围	说明
初始电位 (V)	-10~+10	电位扫描起点设置
第 1 顶点电位 (V)	-10~+10	电位扫描起点或从初始电位出发第一次到达的顶点电位
第 2 顶点电位 (V)	-10~+10	扫描电位到达的第二个顶点电位
扫描速率 (mV/s)	0.001~1 ⁷	电位的扫描速度
循环次数	>0	扫描的循环次数
电位间隔 (mV)	> 0.001	采样的两点之间电位差值
采样频率 (Hz)	0.01~1000	按频率采样

循环伏安测试可以有 4 个独立的电位设置点，初始电位、第一顶点与第二顶点、终止电位仪器可设置的电位范围为-10V~10V，可选择相对参比或者相对开路。如果启用“初始电位”和“终止电位”，则电位扫描的方向为“初始电位”→“第 1 顶点电位”→“第 2 顶点电位”→“第 1 顶点电位”……→“终止电位”，在第 1 顶点和第 2 顶点之间循环。如果不启用“初始电位”和“终止电位”，则只在第 1 顶点和第 2 顶点之间循环。“循环次数”为用户指定的循环次数，即电位在“第 1 顶点”与“第 2 顶点”之间的往复次数，其值不能小于 1。数据采集中“采样频率”和“电位间隔”的采样方式二选一。

下面是循环伏安测试电位施加原理图以及说明：

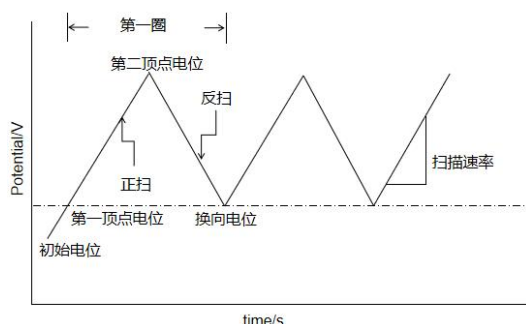


图 3.36 循环伏安法测试电位施加原理图

对于可逆电极过程（电荷互换速度很快），如在特定条件下的铁氰化钾氧化还原系统，当电压负向扫描时， $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-}$ 在电极上还原，获得一个还原电流峰。当电压正向扫描时， $\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-}$ 在电极上氧化，获得一个氧化电流峰。所以，当电压达成一次循环后，得到如图 3.41 所示的氧化还原曲线。用三角波电压得到的循环伏安曲线包括上下两部分，通常上部分为还原反应产物氧化形成的氧化波，称为氧化分支或阳极分支；下部分为电活性物质的氧化态还原形成的还原波，称为还原分支或阴极分支。

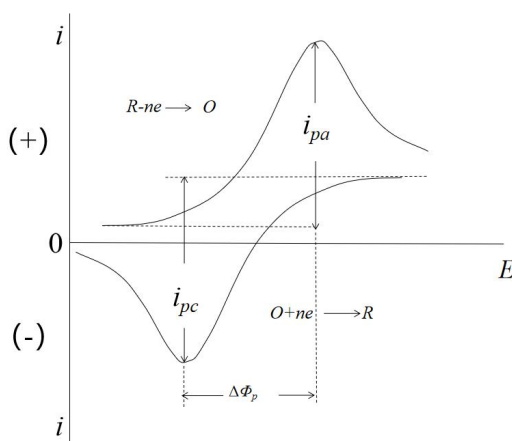


图 3.37 玻碳电极在铁氰化钾溶液中的循环伏安曲线

循环伏安法多用于研究电极过程、电极吸附现象等电化学基础理论的研究。循环伏安法有两个重要的实验参数，一是峰电流之比，二是峰电位之差。对于可逆电极反应，峰电流之比 i_{pc}/i_{pa} （阴极峰电流与阳极电流峰之比）的绝对值约等于 1。峰电位之差 ΔE_p 约为 59.6 mV (25°C)。

对于可逆电极反应：

阴极波的峰电位 E_{pc} 为：

$$E_{pc} = E_{1/2} - \frac{28.25}{n}$$

阳极波的峰电位 E_{pa} 为：

$$E_{pa} = E_{1/2} + \frac{28.25}{n}$$

阳极峰分支与阴极峰分支电位之差 ΔE_p 为:

$$\Delta E_p = E_{pa} - E_{pc} = \frac{56.5}{n}$$

注意, ΔE_p 值与循环扫描时换向电位有关, 如果 n 等于 1, 当换向电位较 E_{pc} 负 100mV 时, 将为 59.6 mV (25°C)。 ΔE_p 还与实验条件有关, 其值在 55~65mV 之间 ($n=1$), 可以判断为可逆过程, 且 ΔE_p 越大, 阴阳峰电流比值越小, 电极体系越不可逆。Laviron 研究了可逆吸附波的循环伏安曲线, 当反应物和产物在电极上强吸附时, 可逆波的循环伏安曲线对称, E_{pc} 与 E_{pa} 相等, i_{pa} 与 i_{pc} 相等。

8.4.3 阶梯循环伏安

菜单位置: “测试方法”→“伏安分析”→“阶梯循环伏安 (SCV)”。

阶梯循环伏安法 (SCV) 是按照给定的阶跃周期和电位增量从起始电位扫描到终止电位, 通过控制电极电势连续扫描来测量电流值。该方法是数字电路电势扫描的代表, 也是阶跃伏安法 (采用阶梯波) 的典型代表。

8.4.3.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.4.3.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.4.3.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.4.3.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.4.3.5 参数设置



图 3.38 阶梯循环伏安参数设置界面

参数	取值范围	说明
初始电位（V）	-10~+10	扫描电位起点设置
终止电位（V）	-10~+10	扫描电位终点设置
电位增量（V）	0.001~0.05	每个阶梯的阶跃高度
循环次数	1~10000	阶梯波的循环次数
采样宽度（ms）	1~半个阶跃周期	两个点间的间隔
阶跃周期（s）	0.001~100	电位的阶跃时间

初始电位与终止电位仪器可设置范围为-10V~10V，可选择相对参比或者相对开路，且二至之间的电位至少相差 0.01V。如果采样宽度大于 1/2 个阶梯周期，软件会弹出提示语，请将采样宽度调整到小于 1/2 个阶梯周期。数据采样应该在每个阶梯结束的时候进行。扫描速率为电位增量与阶跃时间的比值。

下面是实验测试电位施加原理图及说明：

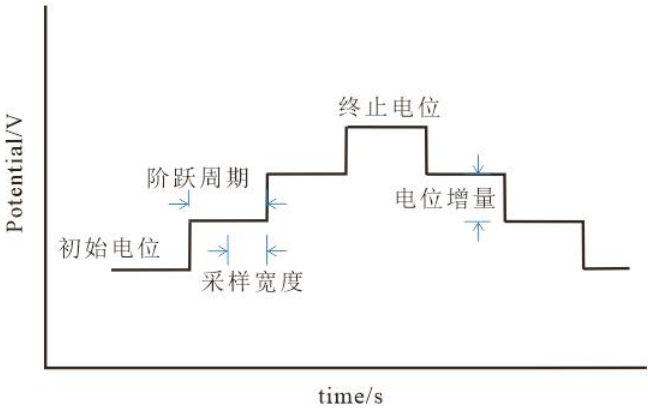


图 3.39 阶梯循环伏安电位施加原理图

阶梯循环伏安法（SCV）扫描不宜采用过高扫速，因为扫速等于电位增量与阶跃周期的比值，当扫描电位增量过高时，实验采集点数过少，无法满足实验要求；而设置过低的阶跃周期，仪器的数据采集频率会有所限制。因此，为了获得较好的 SCV 测试结果，在 SCV 参数设置时，尽量选择合适的电位增量和阶跃周期，同时至少保证单次循环的实验点数达到 100 个点以上。阶梯波电位增量的大小及时间的长短可根据实验要求而定。当电位增量足够小时，测得的极化曲线将接近于慢扫的极化曲线。

阶梯循环伏安法（SCV）与常规的循环伏安法（CV）相比，优势在于 SCV 法可以使工作电极与溶液界面之间的双电层效应产生的电容电流最小化，因而 SCV 方法能更准确地测量体系法拉第电流特性。此外，SCV 方法与 CV 方法的应用范围基本一致，如常见的电化学过程中的定性与定量测试、电极过程的可逆性判断、电极表面反应机理研究等。

8.4.4 方波伏安法

菜单位置：“测试方法” → “伏安分析” → “方波伏安法（SWV）”。

方波伏安法（SWV）又称现代方波伏安法，是在阶梯线性扫描的基础上施加一系列正向和反向的脉冲电位（二者持续时间一致，并按特定的频率施加）。正向和反向脉冲的电流相互扣除会得到差动电流曲线，这对于提高测量灵敏度是非常有用的。方波伏安测试时，基电位从初始电位变化到终止电位。对于每一个周期内的电位，会有一个方波施加在该电位上。每一个方波正向和反向后半段部分，对电流进行采样。正反方向的电流差值，对基电位作图，输出 i-E 曲线。

8.4.4.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.4.4.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.4.4.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.4.4.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.4.4.5 参数设置



图 3.40 方波伏安法参数设置界面

参数	取值范围	说明
初始电位（V）	-10~+10	扫描开始的初始电位
终止电位（V）	-10~+10	扫描停止的终止电位
电位增量（V）	0.001~0.05	相邻方波之间的电位增量
振幅（V）	0.001~0.5	每个方波的振幅
频率（Hz）	1~100000	方波输出频率
指定采样宽度（ms）	1~半个 1/频率	每个方波的采样宽度
工频积分周期	1~半个 1/频率	1 个工频周期是 20ms，积分周期不能大于频率的倒数的 1/2。采样宽度与工频积分周期二选一

初始电位和终止电位仪器可设置范围为-10V~10V，可选择相对参比或者相对极化，一般应选择“相对参比电极”以指定精确的电位范围。

下面是实验测试电位施加原理图及说明：

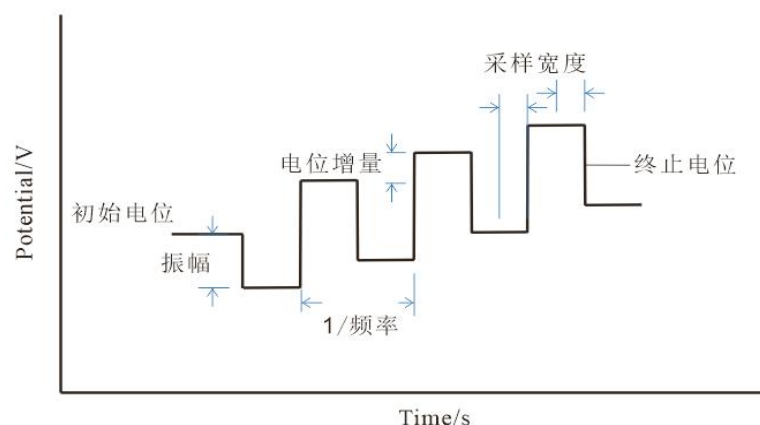
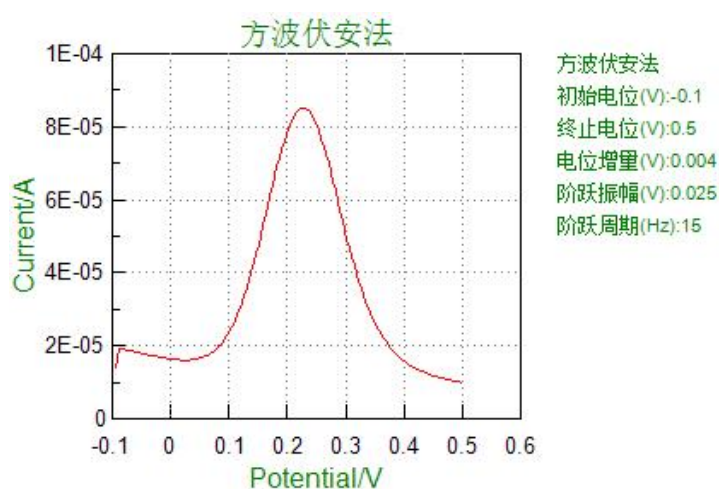


图 3.41 方波伏安电位施加原理图

图 3.42 $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ 体系的方波伏安曲线

滤波器档位越小，除去噪音的能力越强，但是信号也会越失真，特别是高频信号；选择滤波器时应结合扫描速率判断。同时，方波伏安法（SWV）中应设置合适的电流量程，否则得到的实验曲线将会存在较大的噪音。

8.4.5 差分脉冲伏安法

菜单位置：“测试方法” → “伏安分析” → “差分脉冲伏安（DPV）”。

差分脉冲伏安法（DPV）是在阶梯增加的扫描电位上，施加一振幅恒定的脉冲电位，测量不同电位所响应的电流差异做数据运算。扫描从初始电位扫到终止电位，在电位脉冲开始之前和结束时进行电流采样。这两个采样电流的差值以电位函数的形式记录下来。

8.4.5.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.4.5.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.4.5.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.4.5.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.4.5.5 参数设置



图 3.43 差分脉冲伏安法参数设置界面

参数	取值范围	说明
初始电位 (V)	-10~+10	开始测试时的初始电位
终止电位 (V)	-10~+10	测试停止时的终止电位
电位增量 (V)	0.001~0.05	相邻两个脉冲波之间的电位增量
振幅 (V)	0.001~0.5	每个脉冲波的振幅
脉冲宽度 (s)	0.001~10 或小于脉冲周期的一半	每个脉冲周期中脉冲持续时间
脉冲周期 (s)	0.01~50	每个脉冲波的周期
指定采样宽度 (ms)	1~半个脉冲宽度	每个脉冲波的采样宽度
工频积分周期	1~半个脉冲宽度	1 个工频周期是 20ms，积分周期不能大于脉冲宽度的一半。采样宽度与工频积分周期二选一

初始电位与终止电位至少相差 0.01V。当脉冲振幅为负值时，脉冲方向与电压扫描的方向不一致。对于电位极化方式，一般应选择“相对参比”以指定精确的电位范围。

下面是实验测试电位施加原理图及说明：

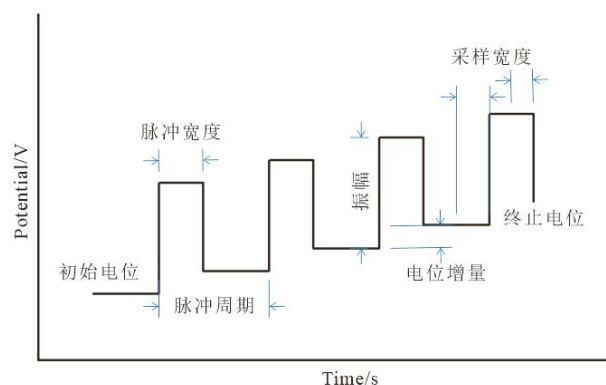


图 3.44 差分脉冲伏安法电位施加原理图

在每个脉冲之前和结束时，测量两次电流，记录两次电流之差，以电流差值对电位作图，得到差分脉冲伏安曲线。曲线呈峰形，峰电流和峰电位是两个重要的参数。

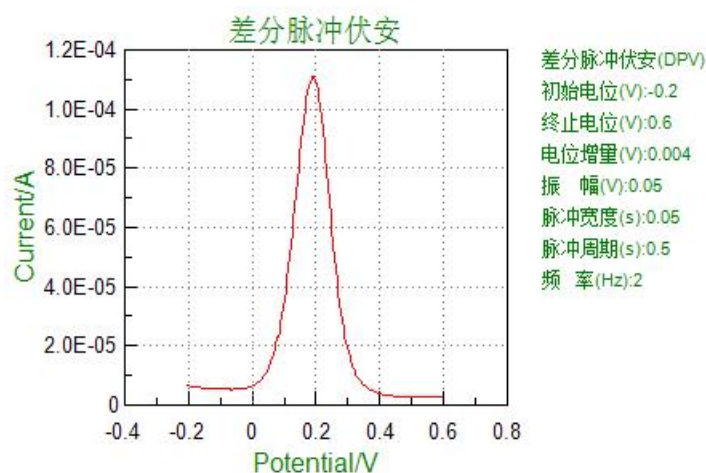


图 3.45 $K_3Fe(CN)_6$ 体系的差分脉冲伏安曲线

对于可逆体系，差分脉冲伏安曲线峰形对称，峰电流与被测物质浓度成正比。当所加脉冲的振幅较小时，其关系可用下式表示：

$$I_p = \frac{n^2 F^2}{4RT} A \Delta E \sqrt{\frac{D}{\pi t_m}} C$$

式中 ΔE 为脉冲振幅， A 为电极面积， t_m 为加脉冲后到取电流之间的时间， D 为被测物质的扩散系数。从上式可以看出，峰电流的大小与脉冲振幅的大小有关，但是振幅太大，又会影响分辨率。一般来说，采用 25~50mV 振幅、5mV/s 扫描速率为宜。

由于差分脉冲伏安法有效地消除了背景电流的影响，其灵敏度大大提高，可测最低浓度达 10^{-10} mol/L。

差分脉冲伏安曲线峰电位与普通极谱的半波电位的关系如下：

$$E_p = E_{1/2} - \frac{\Delta E}{2}$$

差分脉冲伏安曲线中还有一个较为有用的参数，即半峰宽 ($W_{1/2}$)。它是 $I=I_p/2$ 时的峰

宽度。当振幅较小时，半峰宽可表示为： $W_{1/2} = 3.52 \frac{\Delta E}{nF}$ ，

25°C时， $W_{1/2}$ 为 $90.2/n$ mV。因此，测定半峰宽可以作为确定电极反应的电子转移数 n 的一种辅助方法。

差分脉冲伏安法可以增加电化学检测灵敏度的方法，使用步阶上升的脉冲电位施加，可以改善循环伏安法在线电位变化时产生的充电电流效应与扩散层过后所造成的非法拉第电流的影响。不同于循环伏安法使用线性的电位变化，差分脉冲法使用连续的脉冲上升电位，波形呈现阶梯状并且伴随着一固定振幅而逐渐改变电位，同时记录随之变化的电流值，通常会取两点脉冲电位上升时所量到的电流，并将电流相减，成为显示的电流读值。

8.4.6 常规脉冲伏安法

菜单位置：“测试方法” → “伏安分析” → “常规脉冲伏安 (NPV)”。

常规脉冲伏安法 (NPV) 是在恒定预置电压 E_i 的基础上，叠加一振幅随时间增加的方波脉冲电压，测量脉冲电压后期的法拉第电流的方法。在常规脉冲伏安法中，基本电位保持在初始电位，采用一系列振幅增长的脉冲波，在电压脉冲结束时进行电流采样，电流以脉冲伏安函数的形式记录下来。

8.4.6.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.4.6.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.4.6.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.4.6.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.4.6.5 参数设置



图 3.46 常规脉冲伏安法参数设置界面

参数	取值范围	说明
初始电位（V）	-10～+10	开始测试时的初始电位
终止电位（V）	-10～+10	测试停止时的终止电位
电位增量（V）	0.001～0.05	相邻两个脉冲波之间的电位增量
脉冲宽度（s）	0.001～10 或小于脉冲周期的一半	每个脉冲周期中脉冲持续时间
脉冲周期（s）	0.01～50	每个脉冲波的周期
指定采样宽度（ms）	1~半个脉冲宽度	每个脉冲波的采样宽度
工频积分周期	1~半个脉冲宽度	1 个工频周期是 20ms，积分周期不能大于脉冲宽度的一半。采样宽度与工频积分周期二选一

初始电位与终止电位至少相差 0.01V。对于电位极化方式，一般应选择“相对参比”以指定精确的电位范围。

下面是实验测试电位施加原理图及说明：

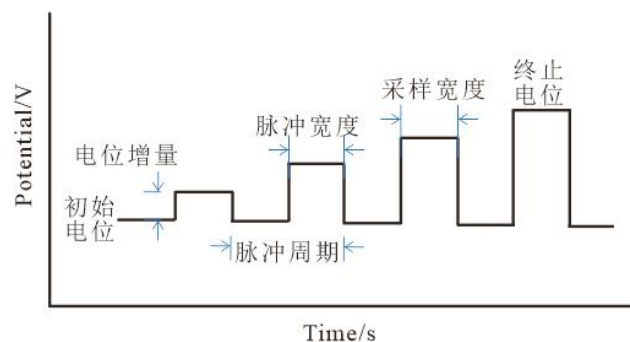
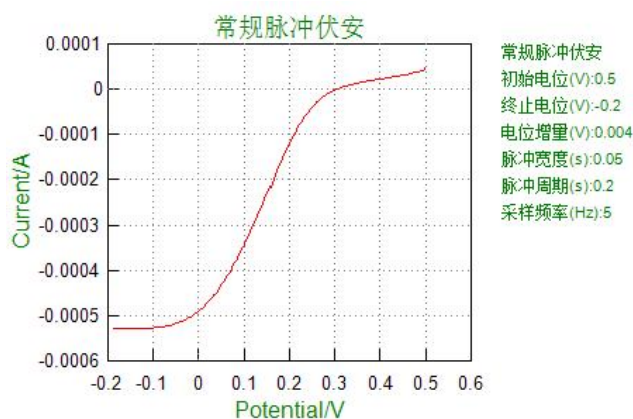


图 3.47 常规脉冲伏安法电位施加原理图

图 3.48 $K_3Fe(CN)_6$ 体系的常规脉冲伏安曲线

对于电极反应： $O + ne = R$

$$E = E_{1/2} + 2.0303 \frac{RT}{nF} \log \frac{i_l - i}{i}$$

其可逆波方程式为：

用 E 对 $\log \frac{i_l - i}{i}$ 作图，为直线，斜率为 $2.0303 \frac{RT}{nF}$ ，由此可求出电子转移数 n 。

$$i_i = nFC_o A \sqrt{\frac{D_o}{\pi t_m}}$$

其极限电流为：

若已知浓度 C_o 、电子转移数 n 和电极面积 A ，可测的扩散系数 D_o 。

8.4.7 差分常规脉冲伏安

菜单位置：“测试方法” → “伏安分析” → “差分常规脉冲伏安（DNPV）”。

差分常规脉冲伏安法（DNPV）中，基本电位保持在初始电位，采用一系列电位脉冲。第一个脉冲随着每一个脉冲增加它的高度，第二个脉冲有一个常数振幅。在第二个电位脉冲结束时进行电流采样。这两个电流的差值以第一个脉冲电位的函数形式记录下来。

8.4.7.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.4.7.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.4.7.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.4.7.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.4.7.5 参数设置



图 3.49 差分常规脉冲伏安参数设置界面

参数	取值范围	说明
初始电位 (V)	-10~+10	开始测试时的初始电位
终止电位 (V)	-10~+10	测试停止时的终止电位
电位增量 (V)	0.001~0.05	相邻两个脉冲波之间的电位增量
振幅 (V)	0.001~0.5	每个脉冲波的振幅

脉冲宽度 1 (s)	0.001~0.02	每个脉冲周期中第一个脉冲持续时间
脉冲宽度 2 (s)	0.001~0.02	每个脉冲周期中第二个脉冲持续时间
脉冲周期 (s)	0.05~50	每个脉冲波的周期
指定采样宽度 (ms)	1~半个脉冲宽度	每个脉冲波中两次脉冲的采样宽度
工频积分周期	1~半个脉冲宽度	1 个工频周期是 20ms，积分周期不能大于脉冲宽度的一半。采样宽度与工频积分周期二选一

终止电位和初始电位仪器可设置范围为-10V~10V，且二者之间的电位差应大于 0.01V。可选择相对参比或相对开路，一般选择相对参比。

下面是实验测试电位施加原理图及说明：

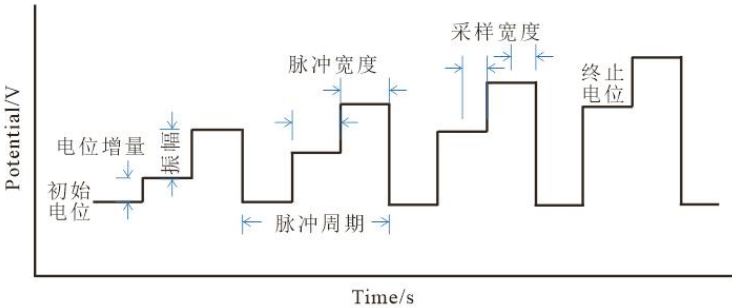


图 3.50 差分常规脉冲伏安法电位施加原理图

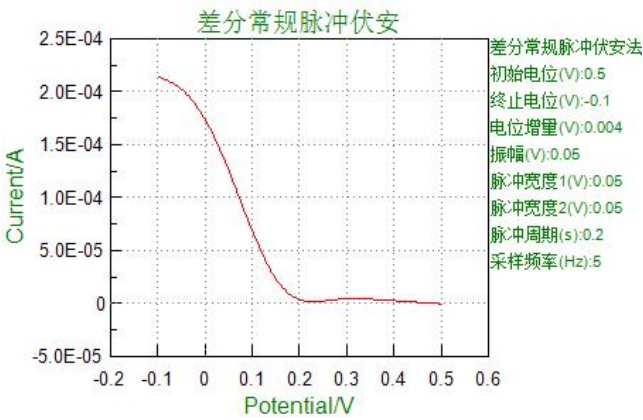


图 3.51 $K_3Fe(CN)_6$ 体系的差分常规脉冲伏安曲线

8.4.8 交流伏安法

菜单位置：“测试方法”→“伏安分析”→“交流伏安法（ACV）”。

交流伏安法（ACV）是在工作电极上施加一个随时间慢扫描的直流电位，并在直流线性扫描电压信号上叠加一个交流正弦波作为激励信号。当交流信号施加时对电流进行采样，并通过软件锁相放大器进行分析，测定相应的交流信号和电极电位之间的关系曲线。在实验过程中只能显示绝对交流电流。

8.4.8.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.4.8.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.4.8.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.4.8.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.4.8.5 参数设置



图 3.52 交流伏安法参数设置界面

参数	取值范围	说明
初始电位（V）	-10~+10	扫描的起始电位
终止电位（V）	-10~+10	扫描的终止电位
电位增量（V）	0.001~0.05	相邻波形之间的电位差
幅值（mV）	1~400	每一个波形的交流幅值

AC 频率 (Hz)	0.1~10000	交流信号的频率
偏置电流		交流信号中叠加直流偏流
采样周期 (s)	1~50	采样的时间宽度

终止电位和初始电位仪器可设置范围为-10V~10V，且二者之间的电位差应大于 0.01V。可选择相对参比或相对开路，一般选择相对参比。根据体系的不同进行不同的电位设置，一般的水相体系设置在-2V~2V，有机体系在-5V~5V。交流信号的频率仪器可设置范围为 0.1~10000Hz，推荐参数设置范围为 10~100Hz。偏置电流 开关可以选择以下四个挡位：关、1Hz 以下、100Hz 以下和开。

下面是交流伏安测试电位施加原理图，参数范围以及说明：

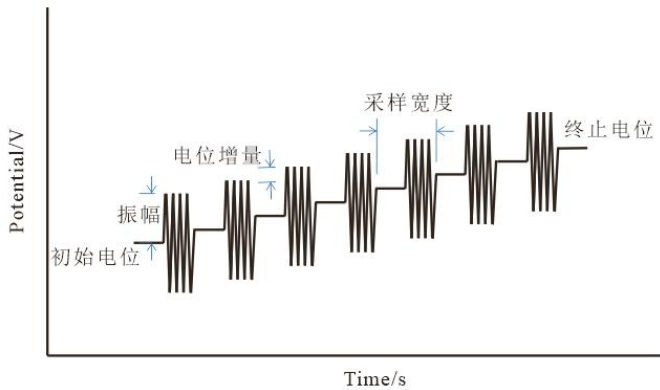


图 3.53 交流伏安法电位施加原理图

交流伏安法测试结果与电流量程设置有很大的关系，量程过小会导致曲线过载，而量程过大时，得到的曲线噪声很大，甚至可能没有正常的电流峰。此外，因为交流伏安法测试是在工作电极上施加一个随时间慢扫描的直流电势，同时叠加一个交流正弦波的扰动信号，所以 ACV 测试时设置的振幅不宜过大，一般在 5~50mV 之间。

8.4.9 二次谐波交流伏安

菜单位置：“测试方法” → “伏安分析” → “二次谐波交流伏安（SHACV）”。

二次谐波交流伏安方法（SHACV）与交流伏安方法（ACV）一样，只是在电流取样时通过软件来分析第二次谐波电流。

8.4.9.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.4.9.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.4.9.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.4.9.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.4.9.5 参数设置

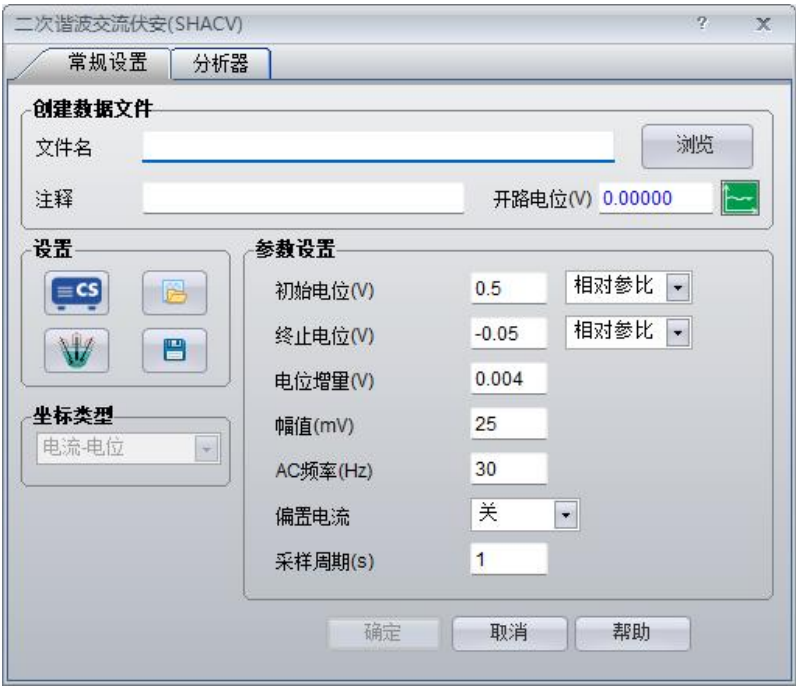


图 3.54 二次谐波交流伏安参数设置界面

参数	取值范围	说明
初始电位（V）	-10~+10	实验的起始电位
终止电位（V）	-10~+10	实验的终止电位
电位增量（V）	0.001~0.05	相邻波形之间的电位差
幅值（mV）		每一个波形的交流幅值
AC 频率（Hz）	0.1~5000	交流电的频率
偏置电流		交流信号中叠加直流偏流
采样周期（s）	1~50	采样的时间宽度

终止电位和初始电位之间的电位差应大于 0.01V。偏置电流开关可以选择以下挡位：关，1Hz 以下，100Hz 以下，开。

下面是二次谐波交流伏安测试电位施加原理图及说明：

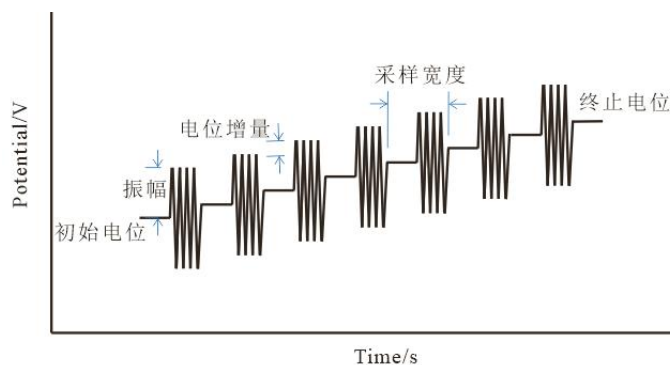


图 3.55 二次谐波交流伏安法电位施加原理图

8.4.10 傅里叶变换交流伏安

菜单位置：“测试方法” → “伏安分析” → “傅里叶变换交流伏安（FTACV）”。

傅里叶变换交流伏安法与交流伏安法的测试方式、设置参数、数据采集一样。不同的是后期的数据处理，在傅里叶变换交流伏安测试完后，软件自动对原数据进行傅里叶变换，同时得到二次、三次、四次、五次及六次谐波数据。

8.4.10.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.4.10.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.4.10.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.4.10.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.4.10.5 参数设置



图 3.56 傅里叶变换交流伏安参数设置界面

参数	取值范围	说明
初始电位（V）	-10~+10	实验的起始电位
终止电位（V）	-10~+10	实验的终止电位
电位增量（V）	0.001~0.05	相邻波形之间的电位差
幅值（mV）	1~2500	每一个波形的交流幅值
AC 频率（Hz）	0.1~5000	交流电的频率
偏置电流		交流信号中叠加直流偏流
采样周期（s）	1~50	采样的时间宽度

终止电位和初始电位之间的电位差应大于 0.01V。偏置电流开关可以选择以下挡位：关，1Hz 以下，100Hz 以下，开。

下面是傅里叶变换交流伏安测试电位施加原理图：

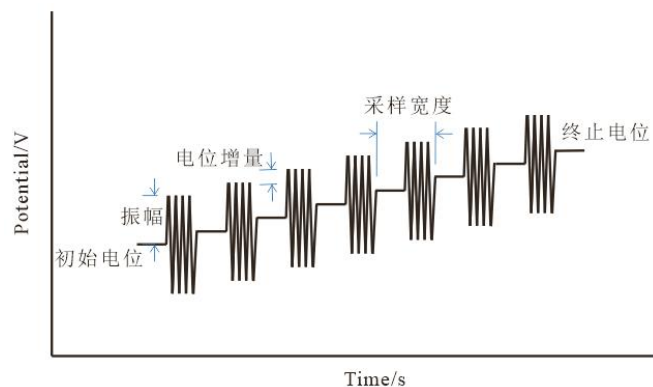


图 3.57 傅里叶变换交流伏安法电位施加原理图

8.5 电流检测

8.5.1 差分脉冲电流检测法

菜单位置：“测试方法” → “电流检测” → “差分脉冲电流检测法（DPA）”。

8.5.1.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.5.1.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.5.1.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.5.1.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.5.1.5 参数设置



图 3.58 差分脉冲电流检测法

参数	范围	说明
初始电位 (V)	-10~10	实验的起始电位
初始持续时间 (s)	≥ 0	初始电位保持的时间，此过程电流不保存数据
清洗电位 (V)	-10~10	实验的清洗电位
清洗时间 (s)	≥ 0	清洗电位保持的时间，此过程电流不保存数据
脉冲电位 1 (V)	-10~10	每个循环中脉冲电位 1 的值
保持时间 1 (s)	0.01~100	每个循环中脉冲电位 1 持续时间，此过程电流采样
脉冲电位 2 (V)	-10~10	每个循环中脉冲电位 2 的值
保持时间 2 (s)	0.01~100	每个循环中脉冲电位 2 持续时间，此过程电流采样
循环次数	10-100000	总的循环次数
指定采样宽度 (ms)	1~半个保持时间	每个脉冲波中脉冲电位 1、2 的采样宽度
工频积分周期	1~半个脉冲保持时间	1 个工频周期是 20ms，积分周期不能大于脉冲保持时间的一半。采样宽度与工频积分周期二选一

终止电位和初始电位仪器可设置范围为-10V~10V，且二者之间的电位差应大于 0.01V。可选择相对参比或相对开路，一般选择相对参比。

下面是差分脉冲电流检测电位施加原理图及说明：

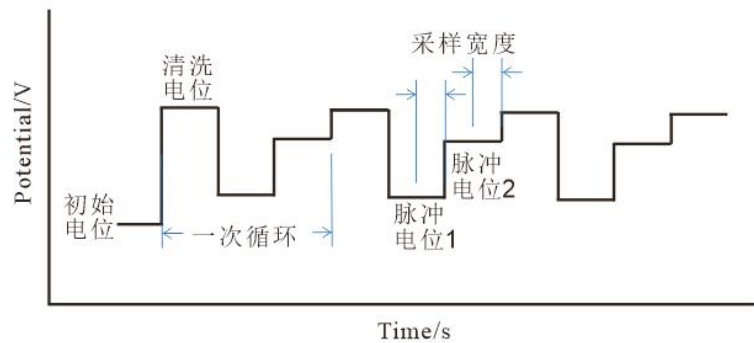


图 3.59 差分脉冲电流检测电位施加原理图

8.5.2 双差分脉冲电流检测法

菜单位置：“测试方法” → “电流检测” → “双差分脉冲电流检测法（DDPA）”。

双差分脉冲电流检测法（DDPA），可设置两组脉冲参数，设置内容相同，设置值可以不同。

8.5.2.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.5.2.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.5.2.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.5.2.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.5.2.5 参数设置



图 3.60 双差分脉冲电流检测法

参数	范围	说明
初始电位 (V)	-10~10	实验的起始电位
初始持续时间 (s)	≥ 0	初始电位保持的时间, 此过程电流不保存数据
清洗电位 1 (V)	-10~10	实验的清洗电位 1 的值
清洗时间 1 (s)	> 0	清洗电位 1 保持的时间, 此过程电流不保存数据
脉冲电位 1 (V)	-10~10	每个循环中脉冲电位 1 的值
保持时间 1 (s)	0.01~100	每个循环中脉冲电位 1 持续时间, 此过程电流采样
脉冲电位 2 (V)	-10~10	每个循环中脉冲电位 2 的值
保持时间 2 (s)	0.01~100	每个循环中冲电位 2 持续时间, 此过程电流采样
清洗电位 2 (V)	-10~10	实验的清洗电位 2 的值
清洗时间 2 (s)	> 0	清洗电位 2 保持的时间, 此过程电流不保存数据
脉冲电位 3 (V)	-10~10	每个循环中脉冲电位 3 的值
保持时间 3 (s)	0.01~100	每个循环中脉冲电位 3 持续时间, 此过程电流采样
脉冲电位 4 (V)	-10~10	每个循环中脉冲电位 4 的值
保持时间 4 (s)	0.01~100	每个循环中冲电位 4 持续时间, 此过程电流采样
循环次数	10-100000	总的循环次数
指定采样宽 (ms)	1~半个保持时间	每个脉冲波中脉冲电位 1、2、3、4 的采样宽度

工频积分周期	1~半个脉冲保持时间	1 个工频周期是 20ms，积分周期不能大于脉冲保持时间的一半。采样宽度与工频积分周期二选一
--------	------------	--

下面是双差分脉冲电流检测测试电位施加原理图及说明：

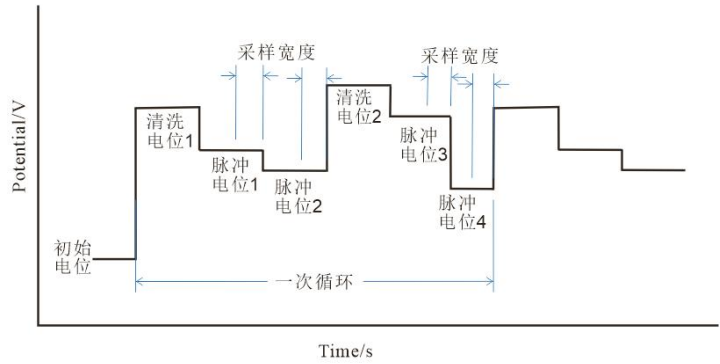


图 3.61 双差分脉冲电流检测电位施加原理图

8.5.3 三脉冲电流检测法

菜单位置：“测试方法”→“电流检测”→“三脉冲电流检测法（TPA）”。
三脉冲电流检测法（TPA），可设置三组脉冲电位的参数。

8.5.3.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.5.3.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.5.3.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.5.3.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.5.3.5 参数设置



图 3.62 三脉冲电流检测

参数	范围	说明
初始电位 (V)	-10~10	实验的起始电位
初始持续时间 (s)	≥0	初始电位保持的时间，此过程电流不保存数据
清洗电位 1 (V)	-10~10	实验的清洗电位 1 的值
清洗时间 1 (s)	>0	清洗电位 1 保持的时间，此过程电流不保存数据
脉冲电位 1 (V)	-10~10	每个循环中脉冲电位 1 的值
保持时间 1 (s)	0.01~100	每个循环中脉冲电位 1 持续时间，此过程电流采样
脉冲电位 2 (V)	-10~10	每个循环中脉冲电位 2 的值
保持时间 2 (s)	0.01~100	每个循环中冲电位 2 持续时间，此过程电流采样
清洗电位 2 (V)	-10~10	实验的清洗电位 2 的值
清洗时间 2 (s)	>0	清洗电位 2 保持的时间，此过程电流不保存数据
脉冲电位 3 (V)	-10~10	每个循环中脉冲电位 3 的值
保持时间 3 (s)	0.01~100	每个循环中脉冲电位 3 持续时间，此过程电流采样
脉冲电位 4 (V)	-10~10	每个循环中脉冲电位 4 的值
保持时间 4 (s)	0.01~100	每个循环中冲电位 4 持续时间，此过程电流采样
循环次数	10-100000	总的循环次数
指定采样宽 (ms)	1~半个保持时间	每个脉冲波中脉冲电位 1、2、3、4 的采样宽度
工频积分周期	1~半个脉冲保持时间	1 个工频周期是 20ms，积分周期不能大于脉冲保持时间的一半。采样宽度与工频积分周期二选一

下面是三脉冲电流检测电位施加原理图及说明：

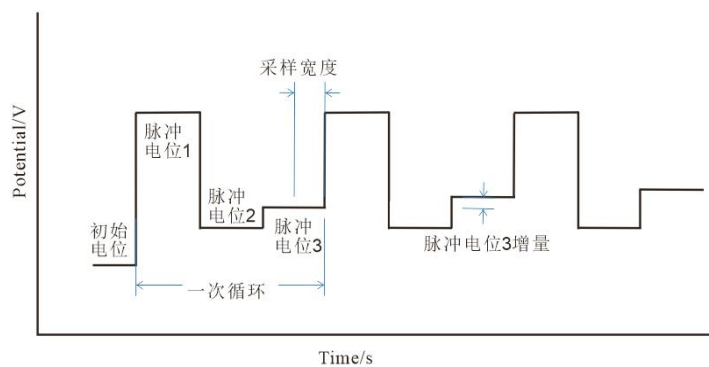


图 3.63 三脉冲电流检测电位施加原理图

8.5.4 积分脉冲电流检测法

菜单位置：“测试方法” → “电流检测” → “积分脉冲电流检测法（IPAD）”。

8.5.4.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.5.4.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.5.4.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.5.4.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.5.4.5 参数设置



图 3.64 积分脉冲电流检测法

参数	范围	说明
初始电位 (V)	-5~5	实验的起始电位
初始持续时间 (s)	0.05~1	初始电位保持的时间，此过程最后 10ms 电流采样并积分
峰电位 (V)	-5~5	每个循环中峰电位值
扫描时间 1 (s)	0.1~1	从初始电位到峰电位的扫描时间，此过程电流采样并积分
谷电位 (V)	-5~5	每个循环中谷电位值
扫描时间 2 (s)	0.1~1	每个循环中从峰电位到谷电位持续时间，此过程电流采样并积分
保持电位 (V)	-5~5	每个循环中的保持电位值
保持电位时间 (s)	0.05~1	每个循环中保持电位持续时间，此过程最开始 10ms 电流采样并积分
氧化电位 (V)	-5~5	每个循环中氧化电位值
氧化电位时间 (s)	0.05~1	每个循环中氧化电位持续时间，此过程电流不采样
还原电位 (V)	-5~5	每个循环中还原电位值
还原电位时间 (s)	0.05~1	每个循环中还原电位持续时间，此过程电流不采样
循环次数	5-100000	总的循环次数

下面是积分脉冲电流检测电位施加原理图及说明：

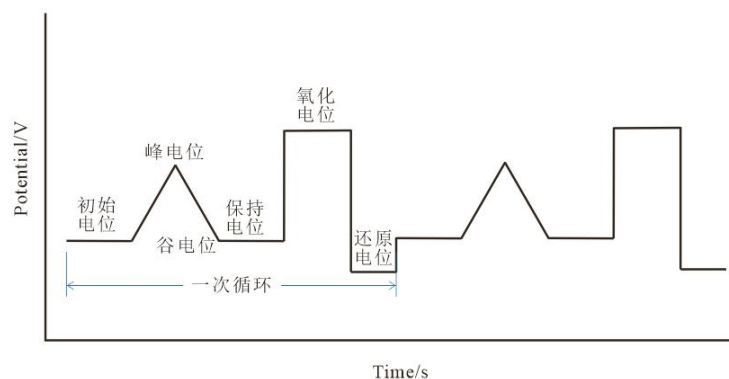


图 3.65 积分脉冲电流检测电位施加原理图

8.6 溶出伏安

溶出伏安法的测定要经过两个步骤，首先进行的是电解的富集，即工作电极的电位固定在产生极限电流的电位上进行电解，使要检测的样品富集在电极上，增强测试的灵敏度；其次是溶出的测定，即反向改变电位使富集在电极上的物质重新溶出。溶出操作中可以得到溶出峰电流和峰高，由此可以进行定量分析。溶出伏安曲线就是依据溶出时电流与电位所绘制的曲线。

溶出伏安可以分为两类：一类阳极溶出伏安法是工作电极上发生氧化反应，另一类阴极溶出伏安法是工作电极上发生还原反应，此方法实际上是电极本身氧化后与阴离子生成难溶物（电极通常是汞或银电极），富集在电极表面，当工作电极向负方向移动时，难溶物溶解，金属离子还原。

溶出伏安法常用于金属离子的检测，富集效果与初始浓度无关。若想达到好的富集效果通过减小溶液体积，增大电极面积，加快搅拌速度以及减小扩散层厚度可以缩短富集时间；而若其他条件一定时想要获得很高的灵敏度就需要很长的时间。如果在定量方面牺牲一点灵敏度就可以节省许多时间。总的来说，溶出电流与富集和溶出过程有关。从溶出电流的公式分析，影响溶出电流的因素有很多，如富集时间、搅拌速度和电位扫描速率等。另外富集电位和温度也会影响溶出电流。

8.6.1 电位溶出伏安

菜单位置：“测试方法” → “溶出伏安法” → “电位溶出伏安”。

电位溶出伏安法是将被测溶液作为电解池的电解液，并在溶出过程中在工作电极上的施加恒定的电流，然后测量在发生电化学反应时的电位、电流参数。开路电位输出框每秒钟刷新一次。

8.6.1.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.6.1.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.6.1.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.6.1.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.6.1.5 参数设置



图 3.66 电位溶出伏安

参数	范围	说明
清洗电位 (V)	-10~10	清洗电位值
清洗时间 (s)	≥ 0	清洗电位保持时间，此过程电流不保存数据
富集电位 (V)	-10~10	富集电位通常比氧化还原的标准电位负 0.3~0.5V 或者更负的电位，这样可以更容易还原被测定的金属离子。
富集时间 (s)	≥ 0	待测离子富集过程所用时间
静置时间 (s)	≥ 0	富集完成之后，溶出开始前的等待时间
溶出电流 (mA)		对工作电极施加恒定电流
溶出时间 (s)	> 0	恒电压溶出过程中所用时间

在富集过程结束后，需要静置一段时间以保证富集在电极上的待测离子为一个稳定的状态，时间设置为 ≥ 0 秒。电位溶出过程是使电极电位从恒定电位向富集过程中电极反应相反的方向改变，改变过程的电压为扫描电压，电极经过扫描电压后，富集在电极表面上的重金属就会发生化学反应而溶出。

8.6.2 线性扫描溶出伏安

菜单位置：“测试方法” → “溶出伏安法” → “线性扫描溶出伏安（LSSV）”。

线性扫描溶出伏安法（Linear Sweep Stripping Voltammetry, LSSV）是在溶出的过程中施加一个随时间线性变化的电极电势，是一种灵敏度很高、用于痕量组分的电化学分析法。

8.6.2.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.6.2.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.6.2.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.6.2.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.6.2.5 参数设置



图 3.67 线性扫描溶出伏安

参数	范围	说明
清洗电位 (V)	-10~10	清洗电位值
清洗时间 (s)	≥ 0	清洗电位保持时间，此过程电流保存数据
富集电位 (V)	-10~10	富集电位通常比氧化还原的标准电位负 0.3~0.5V 或者更负的电位，这样可以更容易还原被测定的金属离子
富集时间 (s)	≥ 0	待测离子富集过程所用时间
静置时间 (s)	≥ 0	富集完成之后，溶出开始前的等待时间
初始电位 (V)	-10~10	溶出过程中的初始电位
终止电位 (V)	-10~10	溶出过程中的终止电位
扫描速率 mV/s	0.01~1000	溶出过程的扫描速率

8.6.3 阶梯溶出伏安

菜单位置：“测试方法” → “溶出伏安法” → “阶梯溶出伏安（SCSV）”。

阶梯溶出伏安法（SCSV）即在溶出过程中，在工作电极上施加一定的呈阶梯状线性变化的电位。测定方法与线性溶出伏安法相似，阶梯溶出伏安法被认为是线性扫描溶出伏安法的衍生版。

8.6.3.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.6.3.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.6.3.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.6.3.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.6.3.5 参数设置



图 3.68 阶梯溶出伏安

参数	范围	说明
清洗电位（V）	-10~10	清洗的电位值
清洗时间（s）	≥0	清洗电位保持时间，此过程电流不保存数据
富集电位（V）	-10~10	富集电位通常比氧化还原的标准电位负 0.3~0.5V 或者更负的电位，这样可以更容易还原被测定的金属离子。

富集时间 (s)	≥ 0	待测离子富集过程所用时间
静置时间 (s)	≥ 0	富集完成之后，溶出开始前的等待时间
初始电位 (V)	-10~10	溶出过程中的起始电位
终止电位 (V)	-10~10	溶出过程中的终止电位
电位增量 (V)	0.001~0.05	每个阶梯的电位增量
循环次数	1~10000	阶梯波的循环次数
阶跃周期 (s)	0.001~100	电位阶跃周期

8.6.4 方波溶出伏安

菜单位置：“测试方法” → “溶出伏安” → “方波溶出伏安 (SWSV)”。

方波溶出伏安法 (SWSV) 是溶出过程中叠加一定振幅和一定频率的方波信号在工作电极上。溶出伏安检测重金属离子时，电极与电解液在接触面会产生双电层电容，该电容由富集在电极表面的离子形成。记录溶出过程的电流时，电容的充放电会对电解池中发生化学反应产生的电流带来干扰。而方波溶出伏安通过对扫描电压叠加一定的方波信号来降低电容干扰。

8.6.4.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.6.4.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.6.4.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.6.4.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.6.4.5 参数设置



图 3.69 方波溶出伏安

对于电位极化方式，一般应选择“相对参比电极”以指定精确的电位范围。

参数	范围	说明
清洗电位 (V)	-10~10	清洗电位值
清洗时间 (s)	≥0	清洗电位保持时间，此过程电流不保存数据
富集电位 (V)	-10~10	富集电位通常比氧化还原的标准电位负 0.3~0.5V 或者更负的电位，这样可以更容易还原被测定的金属离子。
富集时间 (s)	≥0	待测离子富集过程所用时间
静置时间 (s)	≥0	富集完成之后，溶出开始前的等待时间
初始电位 (V)	-10~10	溶出过程中的起始电位
终止电位 (V)	-10~10	溶出过程中的终止电位
电位增量 (V)	0.001~0.05	相邻方波之间的电位增量
振幅 (V)	0.001~0.5	每个方波的振幅
频率 (Hz)	1~100000	方波的输出频率
指定采样宽度 (ms)	1~半个频率的倒数	每个方波的采样宽度
工频积分周期	1~半个频率的倒数	1 个工频周期是 20ms，积分周期不能大于频率的倒数的 1/2。采样宽度与工频积分周期二选一

下面是方波溶出伏安法电位施加原理图及说明：

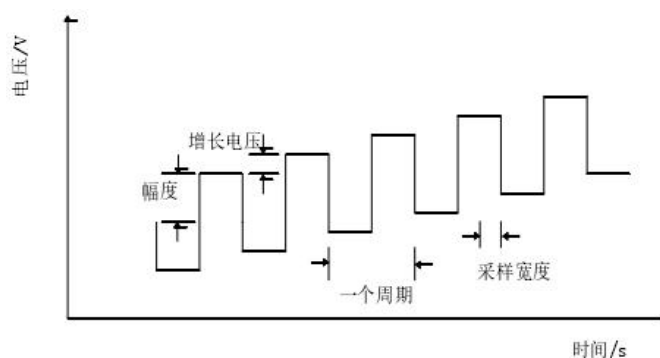


图 3.70 方波溶出伏安法电位施加原理图

富集电位：根据方波溶出伏安法的原理，在检测时需要设定一个合适电位使重金属离子发生还原反应从而聚集在电极上，该电位就是富集电位。

电位增量：在溶出过程中，电压信号每次改变的幅度值，其与方波的频率决定了电位的扫描速度。扫描速度对检测效果有影响，一般速度越快溶出峰电流越大，但是干扰噪声也会越多。

方波振幅：方波的振幅对波形的效果有影响，方波值选取适当可提高检测精度。

方波频率：方波信号的频率，与电位增量决定了电位的扫描速度。

富集时间：即富集电压的保持时间，因为富集所用的时间越长。能够被还原的重金属就越多，沉积在电极上的离子就越多，所以在电解溶出时所产生的电流越大，检测效果就越好。由于溶液中的离子始终有限，所以在一定时间后沉积的离子量将不再改变，溶出时的电流也就不会有变化。

静置时间：在重金属离子富集和溶出之间有一段间隔时间，该时间即为静置时间。目的是使富集在电极上的待测离子为一个稳定的状态，可减小其他因素对检测时的扰动干扰。

8.6.5 差分脉冲溶出伏安

菜单位置：“测试方法”→“溶出伏安”→“差分脉冲溶出伏安（DPSV）”。

差分脉冲溶出伏安法（DPSV）是在差分脉冲伏安法（DPV）的基础上建立的一种方法。DPSV 测试过程可分为一个预沉积（富集）过程和一个溶出过程，在预沉积过程中，溶液中的待测试物质在电极表面发生还原，在溶出过程中又被氧化，通过测定氧化过程中产生的电流，测量该电流并记录相应电势得到伏安图来对待测物浓度进行检测，根据氧化发生的电势值来识别金属种类，并通过它们氧化电势的差异可同时测量多种金属。而样品离子浓度的计算，则是通过计算电流峰高或者面积并且与相同条件下的标准溶液相比较得出。对于给定电解质溶液和电极，每种金属都有特定的氧化或溶出反应电压，该过程释放出的电子形成峰值电流。

8.6.5.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.6.5.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.6.5.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.6.5.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.6.5.5 参数设置



图 3.71 差分脉冲溶出伏安

对于电位极化方式，一般应选择“相对参比电极”以指定精确的电位范围。

参数	范围	说明
清洗电位 (V)	-10~10	清洗电位值
清洗时间 (s)	≥0	清洗电位保持时间，此过程电流不保存数据
富集电位 (V)	-10~10	富集电位通常比氧化还原的标准电位负 0.3~0.5V 或者更负的电位，这样可以更容易还原被测定的金属离子。
富集时间 (s)	≥0	待测离子富集过程所用时间
静置时间 (s)	≥0	富集完成之后，溶出开始前的等待时间

初始电位 (V)	-10~10	溶出过程中的起始电位
终止电位 (V)	-10~10	溶出过程中的终止电位
电位增量 (V)	0.001~0.05	相邻两个脉冲波之间的电位增量
振幅 (V)	0.001~0.5	每个脉冲波的振幅
脉冲宽度 (s)	1~100000	每个脉冲周期中脉冲的持续时间
脉冲周期 (s)		每个脉冲波的周期
指定采样宽度 (ms)	1~半个频率的倒数	每个脉冲波的采样宽度
工频积分周期	1~半个频率的倒数	1 个工频周期是 20ms，积分周期不能大于频率的倒数的 1/2。采样宽度与工频积分周期二选一

8.6.6 常规脉冲溶出伏安

菜单位置：“测试方法” → “溶出伏安” → “常规脉冲溶出伏安”。

常规脉冲溶出伏安法 (NPSV) 是在溶出的过程中叠加一振幅随时间增加的方波脉冲电压进行测试。

8.6.6.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.6.6.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.6.6.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.6.6.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.6.6.5 参数设置



图 3.72 常规脉冲溶出伏安

对于电位极化方式，一般应选择“相对参比电极”以指定精确的电位范围。

参数	范围	说明
清洗电位 (V)	-10~10	清洗电位值
清洗时间 (s)	≥0	清洗电位保持时间，此过程电流不保存数据
富集电位 (V)	-10~10	富集电位通常比氧化还原的标准电位负 0.3~0.5V 或者更负的电位，这样可以更容易还原被测定的金属离子。
富集时间 (s)	≥0	待测离子富集过程所用时间
静置时间 (s)	≥0	富集完成之后，溶出开始前的等待时间
初始电位 (V)	-10~10	溶出过程中的起始电位
终止电位 (V)	-10~10	溶出过程中的终止电位
电位增量 (V)	0.001~0.05	相邻两个脉冲波之间的电位增量
脉冲宽度 (s)	0.001~10 或小于脉冲周期的一半	每个脉冲周期中脉冲持续时间
脉冲周期 (s)	0.01~50	每个脉冲波的周期
指定采样宽度 (ms)	1~半个脉冲宽度	每个脉冲波的采样宽度
工频积分周期	1~半个脉冲宽度	1 个工频周期是 20ms，积分周期不能大于脉冲宽度的一半。采样宽度与工频积分周期二选一

8.6.7 差分常规脉冲溶出伏安

菜单位置：“测试方法”→“溶出伏安”→“差分常规脉冲溶出伏安（DNPSV）”。

差分常规脉冲溶出伏安（DNPSV）在溶出过程中，基本电位保持在初始电位，施加一系列电位脉冲进行测试。

8.6.7.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.6.7.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.6.7.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.6.7.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.6.7.5 参数设置



图 3.73 差分常规脉冲溶出伏安

参数	范围	说明
清洗电位 (V)	-10~10	清洗电位值
清洗时间 (s)	≥ 0	清洗电位保持时间, 此过程电流不保存数据
富集电位 (V)	-10~10	富集电位通常比氧化还原的标准电位负 0.3~0.5V 或者更负的电位, 这样可以更容易还原被测定的金属离子。
富集时间 (s)	≥ 0	待测离子富集过程所用时间
静置时间 (s)	≥ 0	富集完成之后, 溶出开始前的等待时间
初始电位 (V)	-10~10	溶出过程中的起始电位
终止电位 (V)	-10~10	溶出过程中的终止电位
电位增量 (V)	0.001~0.05	相邻两个脉冲波之间的电位增量
振幅 (V)	0.001~0.5	每个脉冲波的振幅
脉冲宽度 1 (s)	0.001~0.02	每个脉冲周期中第一个脉冲持续时间
脉冲宽度 2 (s)	0.001~0.02	每个脉冲周期中第二个脉冲持续时间
脉冲周期 (s)	0.05~50	每个脉冲波的周期
指定采样宽度 (ms)	1~半个脉冲宽度	每个脉冲波中两次脉冲的采样宽度

8.7 交流阻抗

8.7.1 频率扫描-电位控制模式

菜单位置: “测试方法” → “交流阻抗” → “频率扫描-电位控制模式 (EIS-V)”。

测量电化学体系在不同频率下的阻抗谱, 一般以 Nyquist 和 Bode 图来表示其阻抗谱形式。

8.7.1.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.7.1.2 设置

对常规电化学阻抗测量体系, 接地模式推荐采用实地, 滤波器带宽选用 2.2pF~1 μ F 即可。

详情请参见 7.3 节

8.7.1.3 参数设置

OCP (开路电位) 显示当前电解池的开路电位。这一点对于用户判断工作电极是否已经稳定, 尤其是进行阻抗测试是非常有必要的。

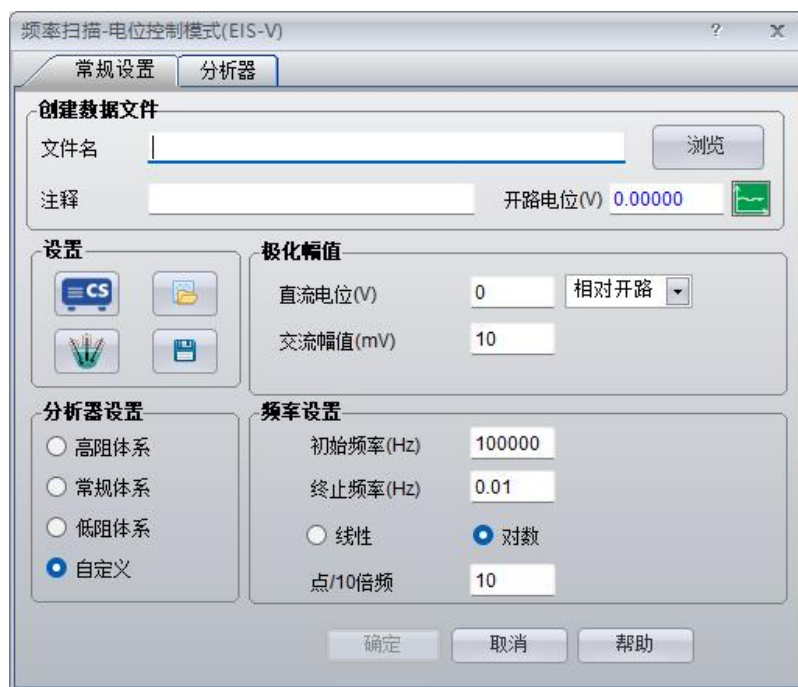


图 3.74 频率扫描-电位控制模式常规设置界面

直流电位——设定阻抗测试时工作电极的直流极化电位。如果测试需在开路电位（OCP）下进行，则此处可以输入“0”，并在下拉框中选择“相对开路电位”，此时恒电位仪自动将直流电位与开路电位之和一起输出到工作电极上。如果需要在阳极极化 50mV 直流电位水平上进行阻抗测试，则可在直流电位处输入“0.05”。

如果测试需要在确定电位（如-0.5V vs. SCE）下进行，可以在下拉框中选择“相对参比电极”，并在输入框中输入“-0.5”，则恒电位仪会将工作电极极化到“-0.5V”，而不是-0.5V+开路电位下进行测试。

交流幅值——电化学阻抗激励信号的幅值，例如 $E=0.012 \sin(\omega t)$ V，表明交流信号的幅值为 12mV，由于放大器的速率限制以及导线的高频传输损耗，可能在高频状态下，工作电极上实际的极化幅值小于该数值。一般建议高阻体系交流幅值设置 20mV 或 50mV；常规体系交流幅值设置 10mV；低阻体系交流幅值设置 5mV。

频率设置——确定频率扫描的方式。扫频是从初始频率到终止频率的，扫频模式既可以是线性的也可以是对数方式的，如果选择“线性”模式，频率范围是从 1kHz 到 1Hz，并设置 10 点/全频，则频率测试点均匀地分布在起始频率到终止频率范围内，共 10 个点。一般没有特殊需要，不选择该模式。

如果是选择对数模式，则频率采样数据点均匀分布在（频率）对数坐标轴（Bode 图）上，该模式对于频率范围在 2~5 个数量级之间的频率扫描是特别有用的。如频率范围从 100k 到 0.01Hz，并设置 10 点/10 倍频，则频率测试点均匀地分布在起始频率到终止频率范围内，共 70 个点。一般情况下选择该模式。

高阻体系——适用于阻抗值比较高的体系，如涂层体系。

常规体系——适用于一般体系。

低阻体系——适用于阻抗值较低的体系，如 18650 电池、软包电池等。

自定义——可以通过调整分析器中的带宽电容和量程等参数，测试上述三类体系。

分析器



图 3.75 电化学阻抗测试分析器窗口

电流量程——用户可以选择自动或者手动电流量程，如果选择自动量程，则需要对高频电流量程设置一个阈值，该阈值可以限制高频段测量时恒电位仪能使用的最小电流量程。上图中则表明当测量频率在 1000Hz 以上时，自动量程将不会低于 2mA。高频段的定义由用户设定，图中设定值表明，当 $f > 1000\text{Hz}$ 为高频段，当 $f < 10\text{Hz}$ 则为低频段，在 $f = 10 \sim 1000\text{Hz}$ 则为中频段。

如果选用自动量程而高频区曲线不满足要求时，建议采用手动电流量程，依据不同的频率来设定相应的电流量程。上图中，在手动量程下，当 $f > 1000\text{Hz}$ 采用 2mA 量程，同理 $f < 10\text{Hz}$ 的低频段则使用 200 μA 电流档，在 $10 \sim 1000\text{Hz}$ 中频段也使用 200 μA 电流档。

由于工作电极对高频和低频信号表现的阻抗是不同的，如果测量结果需要提高精度，其电流量程的设定是有区别的，用户可以根据频段分别选择不同的电流量程，一般低频段应比高频段量程小一级。如果在测试过程中，设定的量程不合适，测量阻抗谱曲线可能会表现出较大的噪声，或者频繁的改变量程，导致曲线上出现明显的折点，这需要用户重新设定。检查电流量程设置是否合适，可观察波形显示图中信号幅值。

带宽响应——用于改变恒电位仪频率响应带宽。选择的电容值越大，则恒电位仪的带宽越窄，高频性能降低，但稳定性增强。带宽切换是按频率 f 设定的，当测量频率高于 f 时，一般选择较小电容（或关闭），仪器具有高带宽，不至于使高频区出现虚假的阻抗谱。但对于高阻体系的阻抗测试可能会导致震荡，可能必须增加电容值。检查仪器是否出现震荡，可观察波形采集图中信号幅值和波形。

当测量频率低于 f 后，则选择第三级电容，其值应不小于第二级电容，仪器具有较低带宽。

图 3.79 中的带宽设置中，当 $f > 1000\text{Hz}$ ，带宽设置电容为 100pF；当 $f = 10 \sim 1000\text{Hz}$ ，带宽设置电容为 470pF；当 $f < 10\text{Hz}$ ，带宽设置电容为 470pF，以提高信号的稳定性。

有关滤波器的设置请参见 7.3.1.10 节的滤波器设置。

积分设置——可以分为自动或手动积分。

积分时间表示在每一个频率点上所进行的时间，积分时间越长，则测量精度越高，但

所花时间也越多。增加积分时间可以提高阻抗测量精度，降低噪声对测量结果的影响。

积分周期表示所进行积分的频点数，积分周期越大，则测量精度越高，频间等待分为自动和手动，是指在两次频率点测量之间的等待时间，再进行下一个点的测量之前，内部的频率分析仪会等待一段时间，让用户的电极进入平衡状态。

交流信号增益——分别用于对采集的电位和电流信号进行放大，信号放大后可以提高采样的精度。

电位去偏/电流去偏——用于消除叠加在恒电位仪电位或电流输出信号中的直流电平，用于增加电位或电流信号的交流放大倍率，提高阻抗测量精度。

输出衰减——用于对输出的正弦波信号进行衰减，可以选择“自动”、“×400”、“×40”、“×4”，分别表示自动、衰减 400 倍、衰减 40 倍、衰减 4 倍等，信号衰减后可以提高输出正弦波的平滑程度。

偏置测量模式——可选择仅开始测量时去除偏置或每次测量均去除偏置。

8.7.2 特征频率扫描-电位控制模式

菜单位置：“测试方法”→“交流阻抗”→“特征频率扫描-电位控制模式”。

测量电化学体系在不同特征频率下的阻抗谱，一般以 Nyquist 和 Bode 图来表示其阻抗谱形式。用户可以随机设置特定的测量频率，提高测试效率。

8.7.2.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.7.2.2 设置

详情请参见 7.3 节

8.7.2.3 极化幅值

详情请参见 8.7.1.3 节

8.7.2.4 频率设置

点击  可以添加想要测量的特征频率，点击  可对设置的测量频率进行修改，点击  可移除已设置的测量频率，点击  可一次删除所有已添加的测量频率。设置完成后，点击“确定”，仪器将按照设置的测量频率进行依次测试。



图 3.76 特征频率扫描-电位控制模式设置界面

8.7.3 频率扫描-电流控制模式

菜单位置：“测试方法”→“交流阻抗”→“频率扫描-电流控制模式（EIS-I）”。

该方法对电化学体系施加交流电流激励，当激励信号的频率变化时，测量体系的交流电压变化。恒电流 EIS 可用于许多领域，包括电池、电极动力学、工业电解等。

恒流 EIS 实验的输出是一个复数阻抗谱，EIS 频谱通常以波特图和奈奎斯特曲线的形式绘制。阻抗谱分析可以为您提供以下信息：极化电阻 R_p ，双层电容 C ，溶液电阻 R_s ，动力学信息。

8.7.3.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.7.3.2 设置

详情请参见 7.3 节

8.7.3.3 参数设置

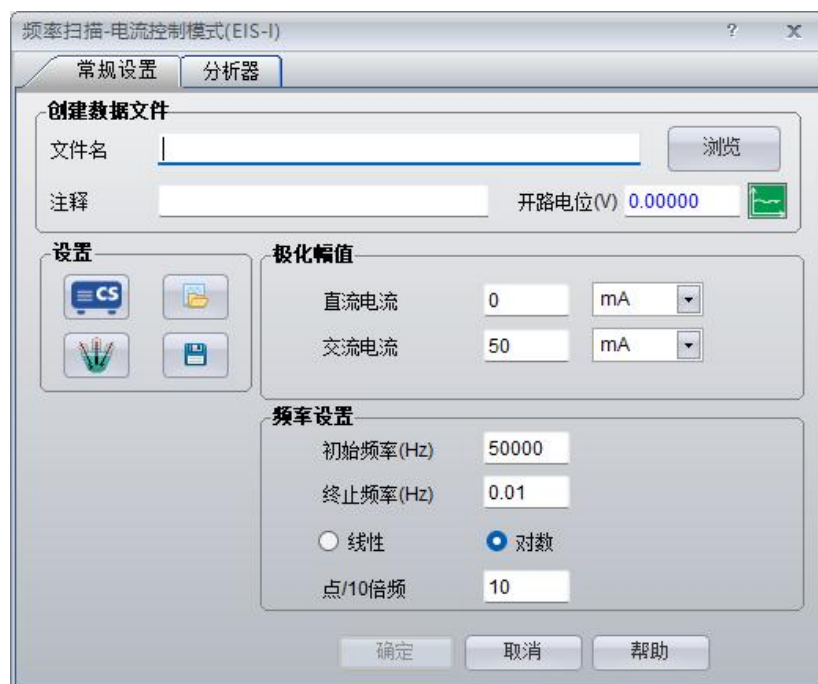


图 3.77 频率扫描-电流控制模式常规设置界面

直流电流——设定阻抗测试时工作电极的直流极化电流。

交流电流——电化学阻抗交流电流激励信号的幅值，例如 $I=0.05\sin(\omega t)$ A，表明交流信号的幅值为 50mA，由于放大器的速率限制以及导线的高频传输损耗，可能在高频状态下，工作电极上实际的极化幅值小于该数值。

频率设置——确定频率扫描的方式。详情请参见 8.7.1.3 频率设置节。

分析器——详情请参见 8.7.1.3 分析器节

8.7.4 特征频率扫描-电流控制模式

菜单位置：“测试方法” → “交流阻抗” → “特征频率扫描-电流控制模式”。

测量电化学体系在不同特征频率下的阻抗谱，一般以 Nyquist 和 Bode 图来表示其阻抗谱形式。用户可以随机设置特定的测量频率，提高测试效率。

8.7.4.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.7.4.2 设置

详情请参见 7.3 节

8.7.4.3 极化幅值

详情请参见 8.7.1.3 节

8.7.4.4 频率设置

点击  可以添加想要测量的特征频率，点击  可对设置的测量频率进行修改，点击  可移除已设置的测量频率，点击  可一次删除所有已添加的测量频率。设置完成后，点击“确定”，仪器将按照设置的测量频率进行依次测试。

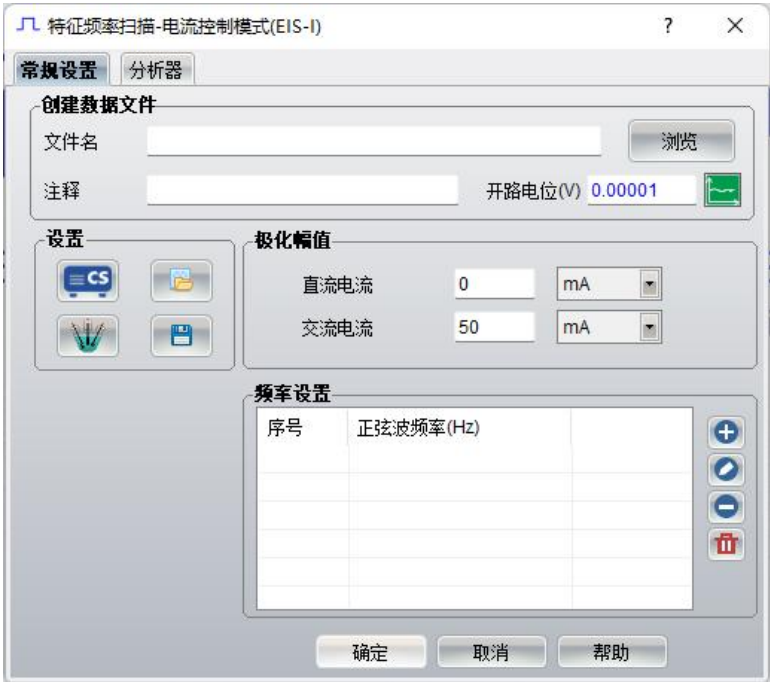


图 3.78 特征频率扫描-电流控制模式设置界面

8.7.5 电位扫描

菜单位置：“测试方法” → “交流阻抗” → “电位扫描（IMPE, Mott-Schottky）”。

该方法用于测量固定频率下不同直流极化电位下的阻抗特征，电位是以台阶式从“初始电位”增加到“终止电位”，主要用于 Mott-Schottky（M-S）曲线测试。M-S 图已经被广泛用于研究金属表面钝化膜半导体特征，可以确定半导体钝化膜的载流子类型、浓度以及平带电位，从而有助于分析钝化膜的半导体性能。

当钝化膜与溶液介质相接触，半导体钝化膜空间电荷处于耗尽状态（从空间电荷区适量取出多数载流子，并且少数载流子不存在的状态）时，空间电荷电容（space charge capacitance, C_{sc} ）与测量的电位（measured voltage, V_m ）存在如下的线性关系：

$$C_{sc}^{-2} = \frac{2}{eN_d \epsilon \epsilon_0 A^2} (V_m - V_{fb} - \frac{kT}{e}) \quad \text{n 型半导体} \quad (1)$$

$$C_{sc}^{-2} = \frac{-2}{eN_d \epsilon \epsilon_0 A^2} (V_m - V_{fb} + \frac{kT}{e}) \quad \text{p 型半导体} \quad (2)$$

式中， V_{fb} 为平带电位（flat band potential）， N_d 和 N_a 分别是施主（donor）和受主（acceptor）载流子浓度， ϵ 为相对介电常数， ϵ_0 为真空介电常数， A 为电极表面积， k 为 Boltzman 常数， T 为绝对温度， e 为电荷电量。

钝化膜具有双层结构，由于钝化膜内外层的组织成分以及晶体结构不同，因此内外层半导体类型也不同，从而在钝化膜内部形成两个空间电荷层，即溶液/钝化膜界面处空间电荷层和钝化膜内层/外层界面处 PN 结电容。由于钝化膜及 PN 电容较小，因此电位扫描中一般采用高频正弦波进行测量。

8.7.5.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.7.5.2 设置

详情请参见 7.3 节

8.7.5.3 参数设置



图 3.79 电位扫描参数设置界面

OCP（开路电位）显示当前电解池的开路电位。这一点对于用户判断工作电极是否已经稳定，尤其是进行阻抗测试是非常有必要的。

测量频率——阻抗测试时正弦波频率。

交流幅值——电化学阻抗激励信号的幅值，详情请参见 8.7.1.3 常规设置节。

初始电位——设定电位扫描时工作电极的直流起始电平，“极化电位”下拉框——可以选择电位施加方式，从而改变所有极化电位设置点的参考电位。

终止电位——设定电位扫描时的结束电位。

电位增量——电位增量是以台阶式增加的；在每一个电位台阶点上进行单频阻抗测量。

高阻体系、常规体系、低阻体系、自定义——详情请参见 8.7.1.3 节

分析器 详情请参见 8.7.1.3 分析器节。

8.7.6 时间扫描-电位控制模式

菜单位置：“测试方法” → “交流阻抗” → “时间扫描-电位控制模式（IMPT）”。

该方法测量在一定的交流电位激励信号幅值下，体系的单频阻抗特性随时间变化的特征，用于跟踪某些体系的动态过程，如电导率等。

8.7.6.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.7.6.2 设置

详情请参见 7.3 节

8.7.6.3 常规设置



图 3.80 时间扫描-电位控制模式参数设置界面

直流电位——设定阻抗测试时工作电极的直流极化电位，详情请参见 8.7.1.3 节常规设置。

交流幅值——电化学阻抗激励信号的幅值，详情请参见 8.7.1.3 节常规设置。

测量频率——阻抗测试时正弦波频率。

测量间隔——每个单频点测量的间隔时间。

测量时长——总测量时间。

计算腐蚀速率——勾选该选项，软件会在测试之后计算腐蚀速率，如需软件计算腐蚀速率，测试之前用户需要在**电解池**中输入工作电极与电解池的相关信息，比如表面积、材料密度、化学当量温度、和 Stern 系数（B 值）等。一般而言，活化体系取 26 mV、钝化体系 52 mV；酸性电解液 18 mV、中性电解液 26 mV、碱性电解液 52 mV。其他有关该参数的意义请参见曹楚南所著《腐蚀电化学原理》一书（化学工业出版社，2008 年）。其合理取值一般在 20~28mV 之间。

$$I_{\text{corr}} = \frac{B}{R}$$

其中 I_{corr} 为腐蚀电流密度，单位为 A/cm²，B 为 Stern-Geary 系数，R 为单位面积阻抗，单位为 Ohms/cm²。这些参数，测试前用户须在电解池参数中指定。则：

腐蚀速率的计算是根据：MPY(密耳/年)= I_{corr} (A/cm²)*化学当量(g/mol)*393.7(mil/cm))/(密度(g/cm³)*365*24*3600(秒/年)/96500(C/mol)，mm/a(毫米/年)=MPY(密耳/年)/39.37(密耳/mm)。

8.7.6.4 分析器

详情请参见 8.7.1.3 分析器节。

8.7.7 时间扫描-电流控制模式

菜单位置：“测试方法” → “交流阻抗” → “时间扫描-电流控制模式”。

该方法测量在一定的交流电流激励信号幅值下，体系的单频阻抗特性随时间变化的特征。

8.7.7.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.7.7.2 设置

详情请参见 7.3 节

8.7.7.3 常规设置



图 3.81 时间扫描-电流控制模式参数设置

直流电流——设定阻抗测试时工作电极的直流极化电流，详情请参见 8.7.1.5 节常规设置。

交流电流——电化学阻抗激励信号的幅值，详情请参见 8.7.1.5 节常规设置。

测量频率——阻抗测试时正弦波频率。

测量间隔——每个单频点测量的间隔时间。

测量时长——总测量时间。

计算腐蚀速率——勾选该选项，软件会在测试之后计算腐蚀速率，如需软件计算腐蚀速率，测试之前用户需要在**电解池**中输入工作电极与电解池的相关信息，比如表面积、材料密度、化学当量温度、和 Stern 系数等。详情请参见 8.7.6.3 计算腐蚀速率部分。

8.7.7.4 分析器

详情请参见 8.7.1.3 分析器节。

8.8 电池测试

8.8.1 电池充放电测试

菜单位置：“测试方法” → “电池测试” → “电池充放电测试”。

用于对充电电池的充放电特性进行检验，测试电池的循环寿命。

8.8.1.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.8.1.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.8.1.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.8.1.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.8.1.5 参数设置



图 3.82 电池充放电测试参数设置界面

充电电流 (mA) —— 充电电流值。根据电极连接方式不同，充电电流符号会有所不同。将工作电极接电池正极，参比电极与辅助电极一同接电池的负极，若开路电位显示为正值，此时输入正值表示充电。

恒流-恒压转换电压 (V) —— 充电过程从恒流向恒压转变的临界电压。根据充电规程，一般在充电前期采用恒电流模式，当电池电压大于临界电压后，则会转向恒电压充电，此时充电电流会随着时间的增加开始逐渐下降，到电流下降到**恒压充电截止电流**后（一般为

充电电流的 10~20%），软件将自动停止充电。

放电电流（mA）——放电电流值。将工作电极接电池正极，参比电极与辅助电极一同与电池的负极相连，若开路电位显示为正值，此时输入负值表示放电。

放电临界电压（V）——在电池处于放电过程中时，当电压下降到该临界电压之后，停止放电，以避免过度放电。

恒压放电截止电流（mA）——点击方框，勾选启用该功能，恒压放电过程，电流值下降到**恒压放电截止电流**后，软件将自动停止放电。

充放电转换间隔（s）——在充放电测试中，电池从充电状态转为放电状态的间隔时间，在此时间间隔内，电池处于开路状态。

最长充电时间/最长放电时间——电池在进行了一段时间 t 的充电（或放电）之后，若是还没有达到指定的临界电压，则会停止充电（或放电），转而进行放电（或充电），“时间单位”下拉框——让您指定充电与放电的时间单位，可以选择“秒”、“分”和“时”。如果设置最长充电时间为 100s，若充电 100s 还没有达到临界电压，就会停止充电，若充电不到 80s 就达到临界电压，也会立即会停止充电。

循环次数——一次完整的循环包括一次充电和一次放电过程，该参数指定整个实验进行的循环总数，在到达该次数之后，实验将会停止。

8.8.2 恒电流充放电

菜单位置：“测试方法”→“电池测试”→“恒电流充放电（GCD）”。

用于对电极材料（如二次电池或超级电容器电极材料）进行恒电流下的循环充放电特性进行测量，测试电极材料的循环寿命。

8.8.2.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.8.2.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.8.2.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.8.2.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.8.2.5 参数设置

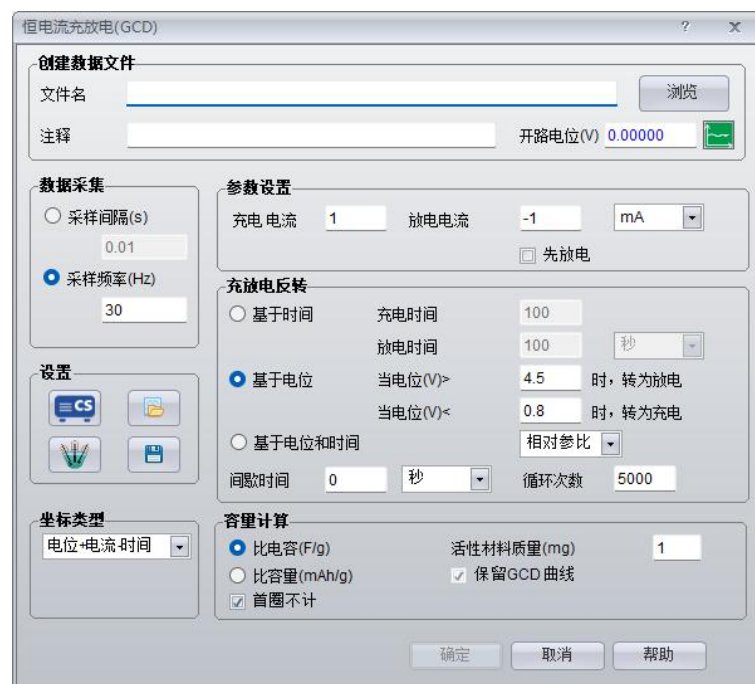


图 3.83 恒电流充放电参数设置界面

充电电流——充电电流值。下拉框让您指定充电与放电的电流单位，可以选择“ μA ”、“mA”和“A”。如果电池正极与工作电极相接，则输入正号表示为充电。

放电电流——放电电流值。如果电池正极与工作电极相接，则输入负号表示为放电。

先放电——默认测试首先进行充电，若点击方框，可勾选先放电使体系处于先放电状态。

充放电反转

选择“基于时间”——设置充放电阶段的时间，充电过程中到达设定的时间 t_{ch} 后，进入放电阶段，经过时间 t_{dis} 放电，测量完成一个循环，将再次进入充电状态。“时间单位”下拉框——让您指定充电与放电的时间单位，可以选择“秒”、“分”和“时”。

选择“基于电位”——设置充放电阶段的反转电位，当电位 (V) $< E_{\text{ch}}$ (相对参比)， E_{ch} 为用户设定值，表明材料已完全放电，仪器将会切换到充电状态，当恒电流充电过程中电位 $> E_{\text{dis}}$ 后 (相对参比)，则表明材料充电已完成，测量完成一个循环，并将再次进入放电状态。

选择“基于电位和时间”——设置充放电阶段的反转条件，电位和时间共同决定充放电反转，充电过程中，达到设定的时间 t_{ch} 或者电位 (V) $> E_{\text{ch}}$ (相对参比)，进入放电阶段，放电过程中达到设定时间 t_{dis} 或者电位 $< E_{\text{dis}}$ 后 (相对参比)，则表明材料放电已完成，测量完成一个循环，并将再次进入充电状态。

间歇时间——在充放电测试中，电池从充电状态转为放电状态的间隔时间，在此时间间隔内，电池处于开路状态，“时间单位”下拉框——可选择充电与放电的时间单位“秒”、“分”和“时”。

循环次数——一次完整的循环包括一次充电和一次放电过程，该参数指定整个实验进行的循环总数，在到达该次数之后，实验将会停止。

容量计算

活性材料质量 (mg)——输入测试试样活性材料质量，这是容量计算的必要参数。

比电容 (F/g) / 比容量(mAh/g)——二者选其一，测试结果中 dat.数据文件中可以查看相关计算数据结果。

为了直接从充放电曲线中计算电容器的比电容量和比容量，根据如下公式

比容量：

$$C = \frac{I\Delta t}{m\Delta V}$$

其中 I 为放（充）电电流， Δt 为放（充）电时间， ΔV 是放（充）电电势差，m 是电极活性材料质量（注意，m 值设定不能为 0，否则软件弹错）。

通过多次循环测量，可以对电容器的循环寿命进行评估。从充电曲线和放电曲线是否对称，可以判断电容器充放电或相应的电化学反应是否可逆。

充放电效率 η 则根据如下公式计算

$$\eta = \frac{C_{dis}}{C_{ch}} \times 100\%$$

当充放电电流大小一致时，则有：

$$\eta = \frac{\Delta t_{dis}}{\Delta t_{ch}} \times 100\%$$

其中 C_{ch} ， C_{dis} 分别为充电与放电容量， Δt_{ch} ， Δt_{dis} 分别为充电与放电时间，由软件读取。

测试过程中，测试界面中有显示比容量及充放电效率和循环次数的关系图，测试结果中 dat.数据文件中可以查看相关计算数据结果。

首圈不计——默认勾选。一般情况下，不计算第一圈的容量，可以选择“首圈不计”功能。保存的 dat 数据文件中将不含第一圈的数据。

保留 GCD 曲线——测试时，会自动保存充放电效率 随圈数变化曲线。

8.8.3 恒电位充放电

菜单位置：“测试方法”→“电池测试”→“恒电位充放电（PCD）”。

用于对充电电池的充放电特性进行检验，测试电池的循环寿命。

8.8.3.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.8.3.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.8.3.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.8.3.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.8.3.5 参数设置

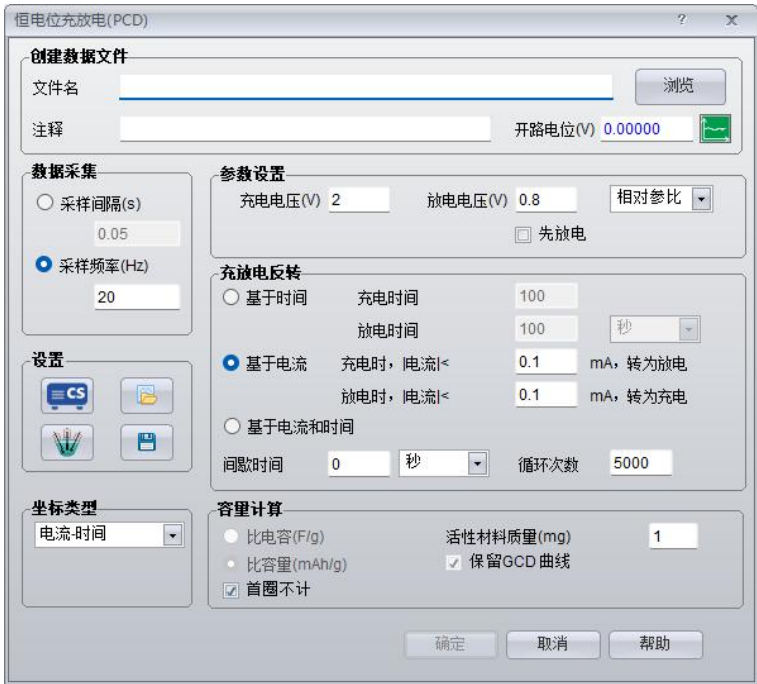


图 3.84 恒电位充放电参数设置界面

充电电压（V）——充电电压值。在恒电压下充电，当充电电流达到恒压充电截止电流后或充电一定时间后，将自动转为放电模式。电位值可以选择“相对参比”或“相对开路”。

放电电压（V）——放电电压值。在恒电压下放电，当放电电流达到恒压放电截止电流后或放电一定时间后，将自动转为充电模式。

先放电——默认测试首先进行充电，若点击方框，可勾选先放电使体系处于先放电状态。

充放电反转

选择“基于时间”——设置充放电阶段的时间，充电过程中到达设定的时间 t_{ch} 后，进入放电阶段，经过时间 t_{dis} 放电，测量完成一个循环，将再次进入充电状态。“时间单位”下拉框——让您指定充电与放电的时间单位，可以选择“秒”、“分”和“时”。

选择“基于电流”——当 $|I| < I_{ch}$ ， I_{ch} 为用户设定值，表明材料已完成充电，仪器将会切换到放电状态，当恒电压放电过程中 $|I| < I_{dis}$ 后，则表明材料放电已完成，测量完成一个循环，并将再次进入充电状态。

选择“基于电流和时间”——设置充放电阶段的时间，充电过程中到达设定的时间 t_{ch} 或者当 $|I| < I_{ch}$ ，则材料进入恒压放电阶段，放电过程中到达设定的时间 t_{dis} 或者当 $|I| < I_{dis}$ ，则放电完成，测量完成一个循环，并将再次进入充电状态。

间歇时间——在充放电测试中，电池从充电状态转为放电状态的间隔时间，在此时间间隔内，电池处于开路状态。

循环次数——一次完整的循环包括一次充电和一次放电过程，该参数指定整个实验进行的循环总数，在到达该次数之后，实验将会停止。

容量计算

比容量、比能量默认不用勾选，测试结果中 dat.数据文件中可以查看相关计算数据结果。

活性材料质量——输入测试试样活性材料质量。

首圈不计——默认勾选。一般情况下，不计算第一圈的容量，可以选择“首圈不计”功能。保存的 dat 数据文件中将不含第一圈的数据。

保留 GCD 曲线——测试时，会自动保存充放电效率随圈数变化曲线。

8.8.4 恒电位间歇滴定技术

菜单位置：“测试方法”→“电池测试”→“恒电位间歇滴定技术（PITT）”。

恒电位间歇滴定技术是从某一电位开始，瞬间施加大小为 ΔE 的脉冲电位并保持一段时间 t ，随后撤去该电位激励，进行时间为 t_1 的弛豫时间，整个过程中记录电流随时间的变化。然后继续这种循环，每一个循环比上一个循环增加 ΔE 的脉冲电位，直到体系的电位达到设置的终止电位值停止。

通过恒电位间歇滴定技术对电池的充放电特性进行检验，进一步获得化学扩散系数，从而反映电池电极反应的反应速率。

8.8.4.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.8.4.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.8.4.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.8.4.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.8.4.5 参数设置



图 3.85 恒电位间歇滴定技术参数设置界面

初始电位 (V) ——测试初始的电位。电位值可以选择“相对参比”或“相对开路”。

终止电位 (V) ——测试终止电位。

脉冲步长 (mV) ——相邻两个脉冲波之间的电位差，脉冲步长为正值。当初始电位高于终止电位，则表示进行充电状态；当初始电位低于终止电位，则表示进行放电状态。

最大脉冲时间——脉冲电位最长的保持时间。

最大弛豫时间——弛豫过程保持的最长时间，弛豫过程就是指在这段时间内仪器没有对电池施加极化，电池处于开路状态。

测试终止条件——用于设置脉冲和弛豫停止条件。

“脉冲停止条件 1”——点击方框，勾选启用该功能，当电流绝对值小于某一数值时，脉冲过程停止；

“脉冲停止条件 2”——点击方框，勾选启用该功能，当单位时间电流变化量绝对值小于某一数值时，脉冲过程停止；

“弛豫停止条件”——点击方框，勾选启用该功能，当单位时间电位变化量绝对值小于某一数值时，弛豫过程停止。

8.8.5 恒电流间歇滴定技术

菜单位置：“测试方法”→“电池测试”→“恒电流间歇滴定技术(GITT)”。

恒电流间歇滴定技术首先施加脉冲电流 I 并保持一段时间 τ ，随后撤去该电流激励，进行时间为 τ_1 的弛豫时间，接着再施加脉冲电流 I 并保持一段时间 τ ，撤去该电流激励，进行时间为 τ_1 的弛豫时间，整个过程中记录电位随时间的变化。然后继续这种循环，直到体系的电位达到设置的反转电位或者终止条件。恒电流间歇滴定技术和恒电位间歇滴定技术一样，都可以通过对电池充放电性能进行测试，获得电极反应中离子的扩散系数。

8.8.5.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.8.5.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.8.5.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.8.5.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.8.5.5 参数设置



图 3.86 恒电流间歇滴定技术参数设置界面

充电电流——充电电流值,“电流单位”下拉框——让您指定充电与放电的电流单位,可以选择“ μA ”、“mA”和“A”。如果电池正极与工作电极相接,则输入正号表示为充电。

放电电流——放电电流值。如果电池正极与工作电极相接,则输入负号表示为放电。

先放电——默认测试首先进行充电,若点击方框,可勾选先放电使体系处于先放电状态。

循环次数——一次完整的循环包括一次充电和一次放电过程，该参数指定整个实验进行的循环总数，在到达该次数之后，实验将会停止。

最大脉冲时间——每次脉冲电流最长的保持时间。

最大弛豫时间——每弛豫过程保持的最长时间，弛豫过程就是指在这段时间内没有电流通过电池。

充放电反转——设置充放电阶段的反转电位，当电位 (V) $< E_{ch}$ (默认相对参比)， E_{ch} 为用户设定值，表明材料已完全放电，仪器将会切换到充电状态，当恒电流充电过程中电位 $> E_{dis}$ 后 (默认相对参比)，则表明材料充电已完成，测量完成一个循环。

测试终止条件——用于设置脉冲和弛豫停止条件。

“测试停止条件”——点击方框，勾选启用该功能，当电位绝对值小于或大于某一数值时，测试停止；

“脉冲停止条件”——点击方框，勾选启用该功能，当单位时间电位变化量绝对值小于某一数值时，脉冲过程停止；

“弛豫停止条件”——点击方框，勾选启用该功能，当单位时间电位变化量绝对值小于某一数值时，弛豫过程停止。

8.9 腐蚀测试

8.9.1 开路电位测量

详情请见 8.1.1 节

8.9.2 动电位扫描

详情请见 8.1.4 节

8.9.3 线性极化曲线

详情请见 8.4.1 节

8.9.4 频率扫描-电位控制模式

详情请见 8.7.2 节

8.9.5 电位扫描

详情请见 8.7.5 节

8.9.6 恒电位极化

详情请见 8.1.2 节

8.9.7 电偶腐蚀测量（电化学噪声）

菜单位置：“测试方法” → “扩展测量” → “电化学噪声”。

本测试方法主要用来监测噪声电位和噪声电流（零电阻电流或称为电偶电流）随时间的变化关系，监测时间长度可以根据需要设定。

对于 CS 系列电化学工作站，噪声信号（或电偶电流）的测量与其他方法不一样，它不需处于极化状态。在噪声（或电偶）电流测量中，工作（电偶）电极 I 连接到电极电缆绿色护套夹（研究电极），工作（电偶）电极 II 则通过电极电缆地线端 GND 线（黑色护套夹），参比电极仍接到黄色护套夹上，如右图。

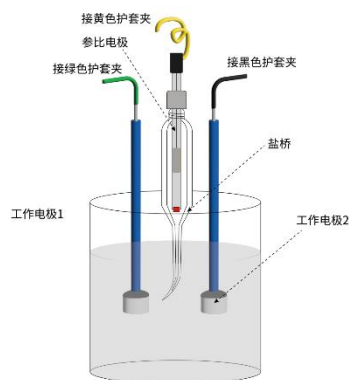


图 3.87 电化学噪声测试

运行 CS Studio 软件，选择电化学噪声测量功能，此时软件窗口将会显示偶接电位（混合电位）和电偶电流，电流读数为正表示研究电极引线所接的工作（电偶）电极 I 为阳极，接地线连接的工作（电偶）电极 II 为阴极，电流由电极 I 流向电极 II，负电流则与此相反。

测量过程中，恒电位仪将根据电流大小自动切换量程。

8.9.7.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.9.7.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.9.7.3 设置

注意此时仪器设置接地模式必须选用虚地模式，否则无法启用 ZRA 零阻电流计测量电偶电流。

详情请参见 7.3 节

8.9.7.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.9.7.5 参数设置

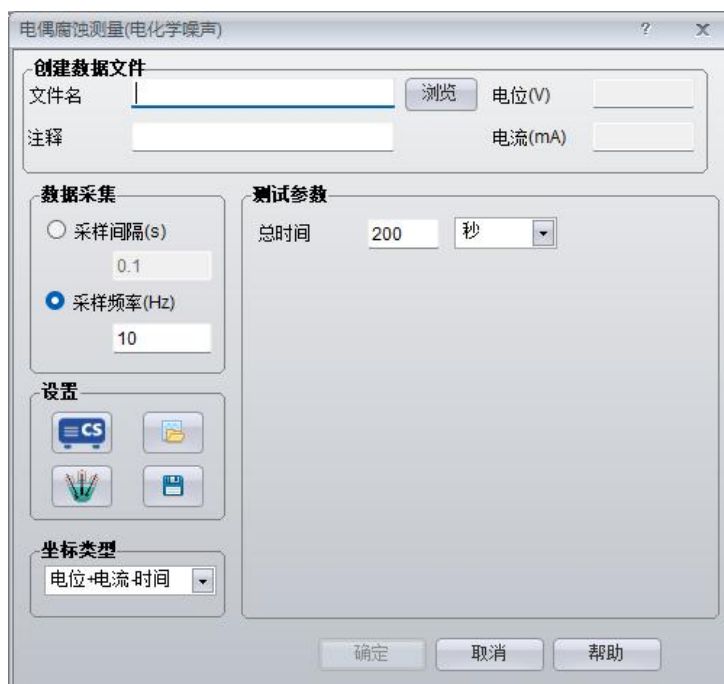


图 3.88 电偶腐蚀测量参数设置界面

总时间——指定信号测量时间长度，时间单位可以选择“秒”、“分钟”和“小时”。

8.9.8 电化学溶解/沉积

菜单位置：“测试方法”→“扩展测量”→“电化学溶解/沉积”。

本测试方法是将一个恒定的极化电位施加到工作电极上，同时监测极化电流随时间的变化关系，极化时间可以是用户所指定的长度，也可指定当极化电流达到某一特定值后，让 CS Studio 自动终止测试。

8.9.8.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.9.8.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.9.8.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.9.8.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.9.8.5 参数设置



图 3.89 电化学溶解沉积参数设置界面

极化电位 (V)——指在测试过程中施加给被测体系的电位。对于 CS 系列电化学工作站，如果“极化电位”是相对于开路电位，则负值表示阴极极化，正值表示阳极极化。点击下拉框，用户可选择是相对开路还是相对参比。

测量时间——可以让您指定恒电位极化的时间，时间单位可以选择“秒”，“分钟”和“小时”。

测试结束条件

如果选中“基于电流停止”选择框，设定静默时间和电流采样间隔，当极化电流值大于所指定的最大值（阳极电流）或小于指定的最小值（阴极电流）后，CS Studio 将自动终止恒电位极化测试。

如果选中“基于 Di/Dt 停止”选择框，当 Di/Dt 大于所设定值时，CS Studio 将自动终止恒电位极化测试。

如果选中“不启用”选择框，两个测试终止条件均不起作用。

8.9.9 动电位再活化

菜单位置：“测试方法”→“扩展测量”→“电位再活化法”。

评价晶间腐蚀敏感指数可以通过扫描活化峰值电流 I_a 和对应的再活化扫描峰值电流 I_r 的比值 (I_r/I_a ，定义为再活化率) 来判定，也可以通过活化过程的电量 Q_a 和对应的再活化过程电量 Q_r 的比值 (Q_r/Q_a) 来判定。测试完成后，实验测量的 EPR 数据可以通过 CS

Studio 软件内的“数据分析”→“伏安分析”→“EPR 指数计算”菜单，从曲线中查找到 Ir、Ia、Qr、Qa 等 4 个值。

8.9.9.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.9.9.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.9.9.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.9.9.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.9.9.5 参数设置



图 3.90 动电位再活化参数设置界面

初始电位、终止电位、正扫速率和回扫速率可参考 8.1.4 节“动电位扫描”的设置。

间歇时间——测试过程中，由正扫到反扫的间隔时间，在此时间间隔内，仪器处于断开极化状态，同时没有数据点出现。

循环次数——一次完整的循环包括一次正扫和一次反扫过程，该参数指定整个实验进行的循环总数，在到达该次数之后，实验将会停止。

8.9.10 循环极化曲线

菜单位置：“测试方法” → “扩展测量” → “循环极化曲线”。

8.9.10.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.9.10.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.9.10.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.9.10.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.9.10.5 参数设置



图 3.91 循环极化曲线参数设置届满

初始电位、终止电位、扫描速率可参考 8.1.4 节“动电位扫描”的设置。

回扫电位——回扫终止电位。

回扫速率——由终止电位扫向回扫电位的扫描速率。

恒电位条件

如果选中“当电流>保持电位恒定”选择框，当响应电流大于设定数值后，对体系施加恒定电位，电位恒定时间为设定的持续时间；如果选中“当电流<保持电位恒定”选择框，当响应电流小于设定数值后，对体系施加恒定电位，电位恒定时间为设定的持续时间。

如果两个条件均不选中，则不进行恒电位阶段。

恒电位——恒电位阶段电位数值（V），如果设置“相对测量”则电位值为“动电位阶段转为恒电位阶段瞬间的电位值+电位设定值”；如果相对于“开路”，则电位值为“开路电位+电位设定值”；如果相对于“参比”，则电位值为“电位设定值”。

8.10 扩展测量

8.10.1 电偶腐蚀测量（电化学噪声）

详情请见 8.9.7 节

8.10.2 电化学溶解/沉积

详情请见 8.9.8 节

8.10.3 动电位再活化

详情请见 8.9.9 节

8.10.4 控制电位电解库仑法

菜单位置：“测试方法”→“扩展测量”→“控制电位电解库仑法”。

8.10.4.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.10.4.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.10.4.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.10.4.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.10.4.5 参数设置



图 3.92 控制电位电解库伦法参数设置界面

预电解电位——预电解过程的电位值。

预电解时间——预电解过程所持续的时间。

电解电位——电解过程的电位值。

电解时间——电解过程所持续的时间，与终止电流比共同对电解终止起作用。

终止电流比——电解终止的判定条件之一，与电解时间共同对电解终止起作用。

8.10.5 溶液电阻测量

菜单位置：“测试方法” → “扩展测量” → “溶液电阻测量”。

对于多通道仪器，用户只能从各个测试方法中的设置 IR 补偿中进入进行测试，详情请参见 7.3.1 节。

8.10.5.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.10.5.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.10.5.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.10.5.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.10.5.5 参数设置

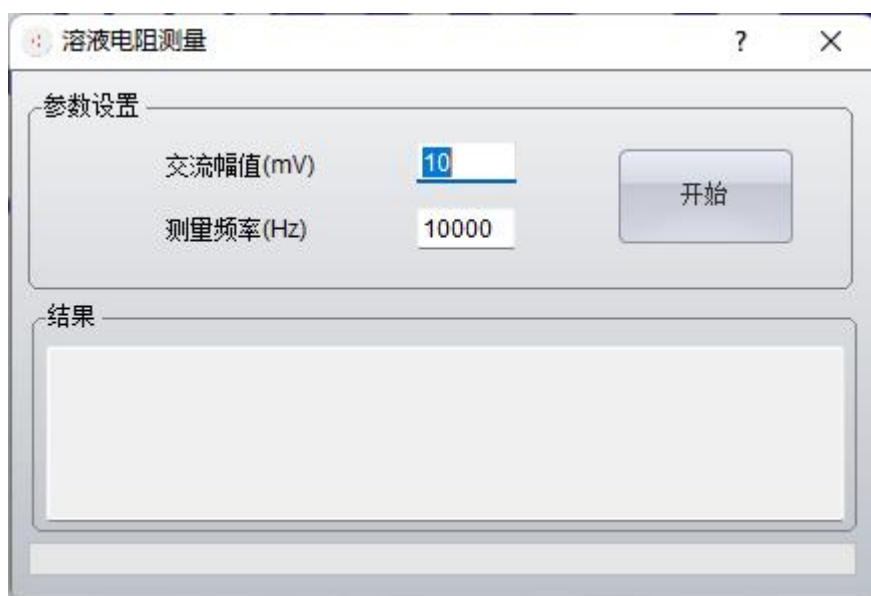


图 3.93 溶液电阻测量参数设置界面

设置交流幅值、测试频率，点“开始”，测试结束后参数设置界面会显示介质电阻 R_s 的数值，重复三次取平均值即可得体系的溶液电阻。

8.10.6 循环极化曲线

详情请见 8.9.10 节

8.10.7 任意恒电位极化

菜单位置：“测试方法”→“扩展测量”→“任意恒电位极化（i-t 曲线）”。

任意恒电位极化测试方法可以实现不同电位大小、不同测试时间自定义多次循环测试。

8.10.7.1 创建数据文件

详情请参见 7.1 节

8.10.7.2 数据采集

详情请参见 7.2 节

8.10.7.3 设置

详情请参见 7.3 节

8.10.7.4 坐标类型

详情请参见 7.4 节

8.10.7.5 参数设置

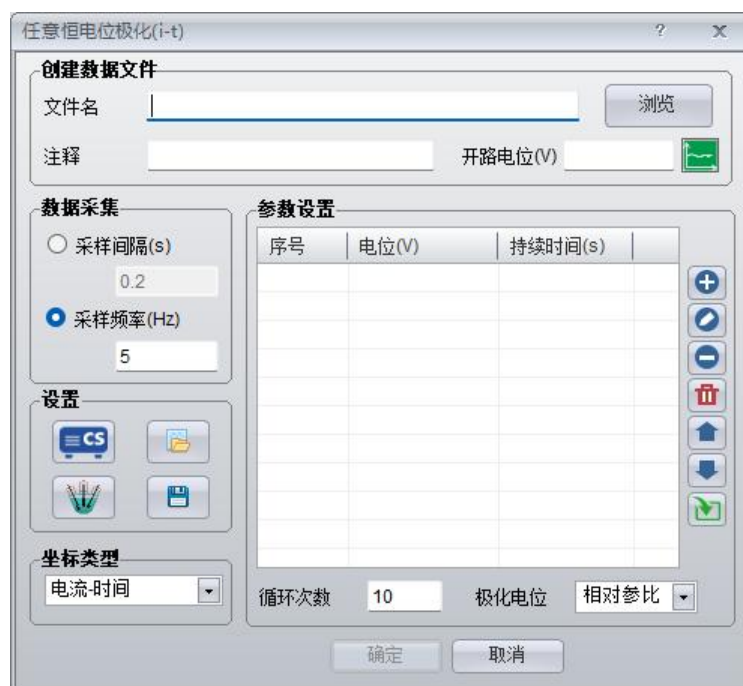


图 3.94 任意恒电位极化

点击  弹出对话框，添加恒电位大小和施加时间，点击  修改选定项目的电位和时间，点击  移除所选项目，点击  清除所有项目，点击  或  上调或下移所选项目。点击  可以导入施加参数文件，可以在 Excel 中编辑好的 csv 格式文件，也可以是

在文本文档中编辑好的 txt 格式文件。当需要编辑的电位-时间序列较多时，可以使用此方法。

使用 Excel 编辑施加参数文件时表格第一行第一列填写“电位”第二列“持续时间”，第二行第一列填写需要施加的电位值，第二列填写具体的施加时间，后面每行格式与第二行相同。编辑完成后保存为 csv 格式。使用文本文档编辑施加参数文件时第一行填写“电位，持续时间”第二行填写具体的电位值和时间值，电位值与时间值使用阿拉伯数字，两数字间使用英文逗号间隔，后面每行格式与第二行相同。编辑完成后保存文档。

	A	B
1	电位	持续时间
2	0.5	10
3	1	20
4	1.2	30
5	0.5	30
6	1	30
7	1.2	30
8	1.4	30
9	1.6	30
10	1.8	30
11	2	30
12	2.2	30
13	2.4	30
14	2.6	30
15	2.8	30
16	3	30
17	3.2	30
18	3.4	30

(a)

任意恒电位极化		
文件	编辑	查看
电位,持续时间		
0.5,10		
1,20		
1.2,30		
0.5,10		
1,20		
1.2,30		
0.5,10		
1,20		
1.2,30		
0.5,10		
1,20		
1.2,30		
0.5,10		
1,20		
1.2,30		

(b)

图 3.95 (a) Exce 上设置测试序列； (b) 记事本上设置测试序列

8.11 使用数据文件重测

菜单位置：“测试方法”→“使用数据文件重测”。

点击此菜单后，选中特定数据文件，打开可查看该特定文件的参数设置

8.12 图形显示

菜单位置：“测试方法”→“图形显示”。

在窗口的标题栏中会显示数据文件名，在窗口下部的状态栏中会显示所采用的测试方法、工作参数（如速率、测量时间、工作状态、总数据量等）以及完成进度和完成百分比。当用户无意间缩小了测试窗口，点击此按钮，可放大测试窗口界面。

9.窗口

窗口选项用于对当前所有工程子窗体的管理。

9.1 级联

所有工程子窗口以“级联”方式显示。

9.2 平铺

所有工程子窗口以“平铺”方式显示。

9.3 重排

所有工程子窗口重排。

10.帮助

10.1 目录

点击目录可查看该仪器电子版说明书，用户可在此处搜索需要查阅的内容。

10.2 皮肤

点击皮肤，可切换软件皮肤颜色。

10.3 语言

点击语言，可切换中、英文两种语言。

10.4 移动 APP

点击移动 APP，扫描弹出二维码，可下载 CS Studio 6 手机 APP 软件。CS100 系列便携式电化学工作站支持手机蓝牙连接，使用手机 CS Studio 软件测试。

10.5 联系我们

点击联系我们，进入武汉科思特仪器股份有限公司官网。

10.6 检查更新

点击检查更新，选择是否需要更新测试软件。

10.7 关于

点击关于，查看软件、硬件等详细信息。

第四部分 CS Analysis 数据分析工具使用

CS Analysis 数据分析工具是专用于科思特电化学工作站的数据分析软件，兼容科思特电化学工作站测试到的所有数据，.txt、.csdat、.cor 以及.z60 格式。CS Analysis 数据分析工具具有强大的数据分析功能：可对极化曲线进行曲线拟合，可计算极化电阻 R_p 值、Tafel 斜率 ba 、 bc 值、腐蚀电流密度 i_{corr} 、自腐蚀电位，根据用户所设置的电极参数，还可以算出腐蚀速率 V_{corr} ；可对电化学噪声数据进行 FFT 频谱分析；可对交流阻抗数据进行电路拟合，自动给出各元件数值；可对 Mott-Schottky 数据进行拟合分析，用户通过设置选定 n 型或 p 型半导体类型，拟合得出载流子浓度及平带电位。



图 4.1 CS Analysis 分析软件主界面

11.文件

11.1 打开文件

菜单位置：“文件”→“打开文件”。

该菜单可用来打开使用科思特电化学工作站测试的.txt、.csdat、.cor 以及.z60 格式数据文件，并可对文件进行查看和数据分析。点击该菜单，将弹出数据打开弹窗，点击 ，将数据添加到“待绘图文件”，点击“确定”即可打开数据。用户可同时打开多个数据文件。通过点击“详细”用户可看到测试数据的详细信息。通过点击“自动着色”、“自动线型”、“自动标记”或“自动标注”，用户可选择是否设置单个数据的线型，便于对比分析数据。通过点击“自动跳点”，设置跳点点数，可对数据进行平滑处理。

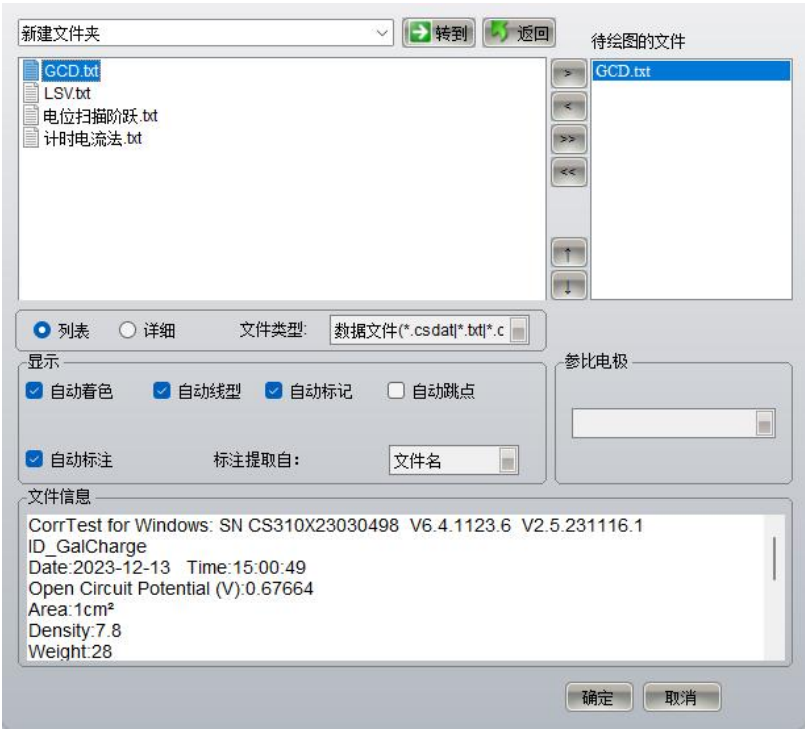


图 4.2 打开数据文件弹窗

11.2 极化曲线分析

菜单位置：“文件”→“极化曲线分析”。

测试完成后，用户可在此处进行极化曲线分析，各菜单栏意义如图所示：

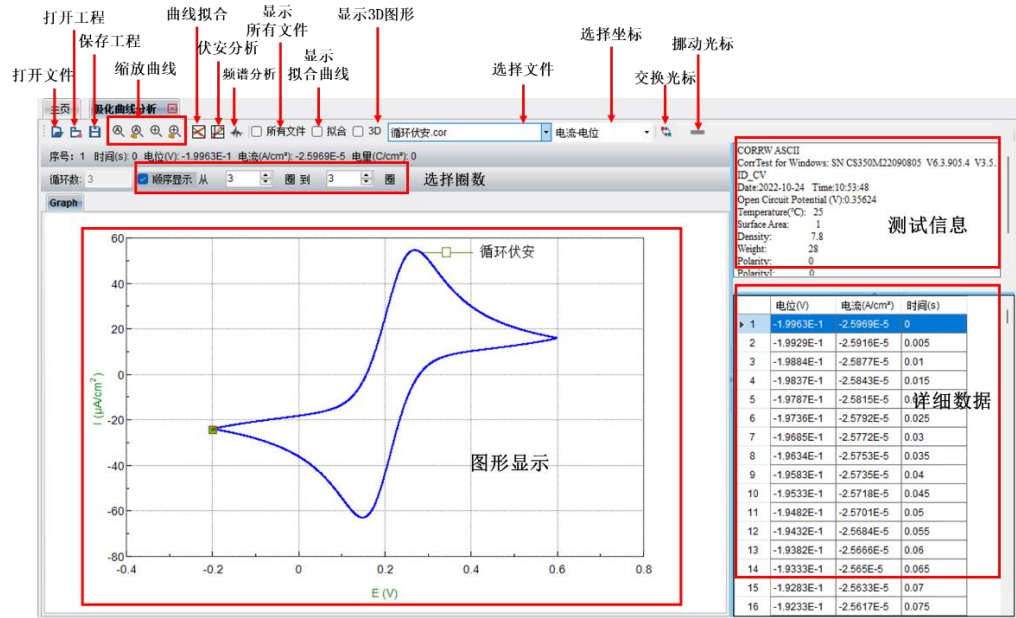


图 4.3 极化曲线分析界面介绍

打开数据后，通过点击鼠标右键，用户可对曲线进行更多设置。

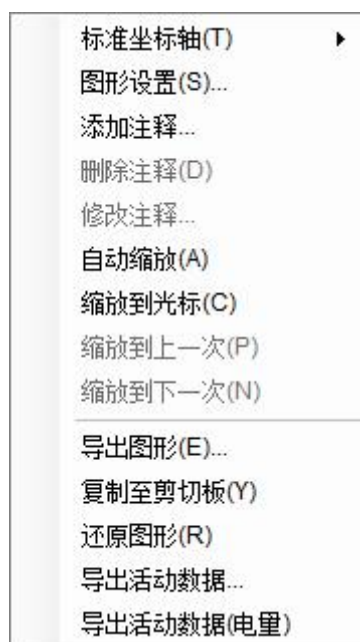


图 4.4 鼠标右键激活菜单

标准坐标轴—指定曲线的横纵坐标数据类型；

图形设置—设定横纵坐标宽度及刻度间隔；

添加注释—对曲线添加注释说明，所添加的注释说明将直接显示在软件界面上；

删除注释—添加注释后激活，删除添加的注释；

修改注释—添加注释后激活，修改添加的注释；

自动缩放—自动缩放曲线；

缩放光标—挪动光标后，点击自动将曲线缩放到光标；

缩放到上一次—长按鼠标左键并挪动鼠标可对曲线进行放大或缩小，缩放曲线后，点击“缩放到上一次”，曲线将回到上一次缩放；

缩放到下一次—点击“缩放到下一次”，曲线将回到下一次缩放；

导出图形—导出当前曲线图形，图形格式默认为.wmf；

复制至剪切板—复制当前曲线图形至剪切板，用户可将图形粘贴至 word；

还原图形—缩放后，将图形一键还原至最初状态；

导出活动数据—导出当前曲线原始数据，用户可指定导出数据格式为.csdat、.txt 或.cor；

导出活动数据（电量）—导出当前曲线电量数据，用户可指定导出数据格式为.csdat、.txt 或.cor。

11.2.1 打开文件

该菜单可用于打开极化曲线文件。点击该菜单，将弹出数据打开弹窗，点击 ，将极化曲线数据文件添加到“待绘图文件”，点击“确定”即可打开数据。用户可同时打开多个极化曲线数据文件。通过点击“详细”用户可看到测试数据的详细信息。通过点击“自动着色”、“自动线型”、“自动标记”或“自动标注”，用户可选择是否设置单个数据的线型，便于对比分析数据。通过点击“自动跳点”，设置跳点点数，可对数据进行平滑处理。

11.2.2 曲线拟合

打开任一极化曲线文件时，此菜单生效。

曲线拟合菜单下，主要含 Tafel 拟合、最小二乘法拟合、线性拟合、电流积分、噪声统计、电解池信息、数据编辑、Rp 拟合等功能。曲线拟合分析的软件界面如图 4.5 所示：



图 4.5 曲线拟合软件界面

11.2.2.1 Tafel 拟合

该方法共提供了四种拟合方法，其中拟合光标之间的阳极段数据和拟合光标之间的阴极方数据法一致，自动拟合 Tafel 斜率和自动拟合光标之间的 Tafel 斜率这两个方法一致。

阳极或者阴极的拟合基本上是基于线性拟合的原则。

$$i = i_0 \left[10^{\frac{E - E_0}{B_a}} - 10^{\frac{-(E - E_0)}{B_c}} \right]$$

如果拟合 B_a ，则是： $i = i_0 \times [10^{(E-E_0)/B_a}]$ 两边取对数，这样就能化简成： $\lg i = E/B_a + \lg i_0 - E_0/B_a$ 。这样就化简成一个标准的线性方程了，就可以拟合出 i_0 和 B_a 。

如果是拟合 B_c ，用同样的方法，就求出了 B_c 。

如果分别对 B_a 和 B_c 进行拟合，可以求出更精确的 E_0 和 i_0 。

自动拟合

自动拟合采用的是自动找寻开路电位左右 200 mV 的数据范围，然后分别拟合阴极和阳极，拟合后得出这两个方程，这两条方程得到后，就得出这两条直线的交点，这样就求出了更精确的 i_0 和 E_0 ，然后计算出腐蚀速率。

11.2.2.2 最小二乘拟合

这里主要是对数据进行多参数拟合，主要是 4 参数和 5 参数拟合。采用的是 Levenberg-Marquardt 迭代拟合。如果 i_L 不启用，则参与拟合的方程是：

$$i = i_0 \left[10^{\frac{E-E_0}{B_a}} - 10^{\frac{-(E-E_0)}{B_c}} \right]$$

如果启用 i_L ，则拟合方程为：

$$i = i_{corr} \left\{ \exp \frac{E-E_0}{\beta_a} - \frac{\exp \frac{-(E-E_0)}{\beta_c}}{1 - \frac{i_0}{i_L} \left[1 - \exp \frac{-(E-E_0)}{\beta_c} \right]} \right\}$$

但是在拟合的时候，一定要对程序进行一个初始值赋值，如果不选中需要拟合的项，则这一个参数将不参与拟合。

计算出 B_a 、 B_c 后，然后计算出 Stern-Geary 系数。其公式如下图：

$$B = \frac{\beta_a \times \beta_c}{(\beta_a + \beta_c)} = \frac{b_a \times b_c}{2.303 \times (b_a + b_c)}$$

如果数据范围设为“自动”，CS Studio 将自动寻找开路电位（电流接近零的电位），然后在开路电位的每侧（即阴极部分和阳极部分）各选定 250 mV 的数据范围。如果用户认为这不是一个恰当的范围，可以从曲线中重新定位鼠标来选定一个数据范围，这样就只有两个光标之间的数据参加计算，也可在电位范围中输入最大值与最小值来直接限定计算范围。

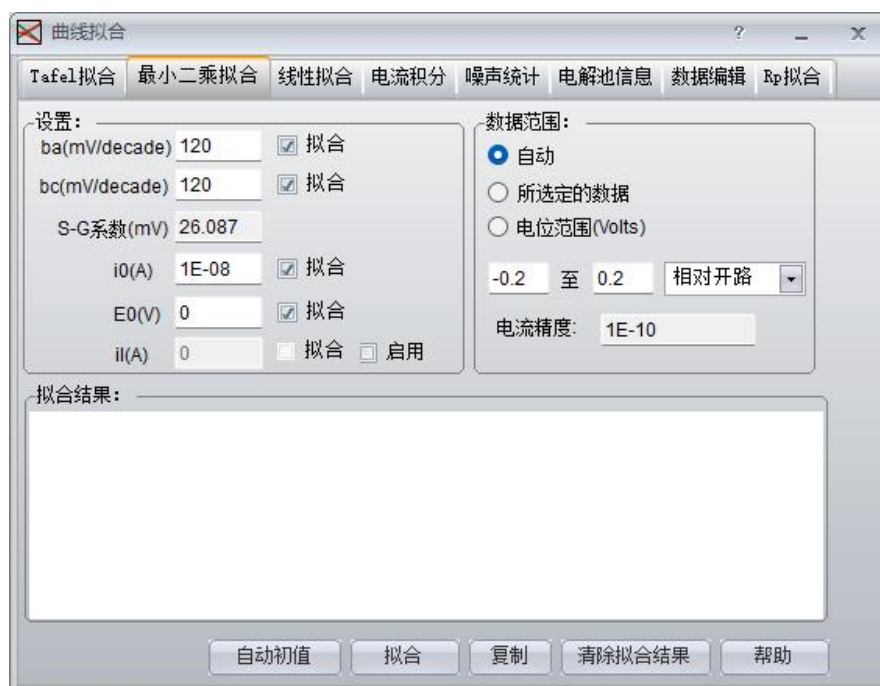


图 4.6 最小二乘拟合界面

11.2.2.3 线性拟合

在界面中，一共有 6 种拟合类型，每一种拟合类型都是依据第一种拟合类型转换过来的。即 $y = a + bx$ 这种线性方程进行转换的。

线性拟合原理

线性拟合采用的是最小二乘法。即：它通过最小化误差的平方和寻找数据的最佳函数匹配。利用最小二乘法可以简便地求得未知的数据，并使这些求得的数据与实际数据之间误差的平方和为最小。即：

$$\theta(a, b) = \sum_{k=1}^n (y_k - a - bx_k)^2$$

通过计算采样到的数据点，计算出 a, b 的值，使得 Q(a, b) 的值达到最小。下面通过偏微分方程组来解这个方程

$$\begin{cases} \frac{\partial \theta(a, b)}{\partial a} = -2 \sum_{k=1}^n (y_k - a - bx_k) = 0 \\ \frac{\partial \theta(a, b)}{\partial b} = -2 \sum_{k=1}^n (y_k - a - bx_k) x_k = 0 \end{cases}$$

将方程展开为：

$$\begin{cases} na + \left(\sum_{k=1}^n x_k \right) b = \sum_{k=1}^n y_k \\ \left(\sum_{k=1}^n x_k \right) a + \left(\sum_{k=1}^n x_k^2 \right) b = \sum_{k=1}^n x_k y_k \end{cases}$$

这是个关于 a, b 的二元一次方程组，称其为最小二乘问题的正则方程组解得 a, b 便得到最小二乘问题的拟合函数。

其余几种线性拟合

其余的几种拟合都是通过将函数转换成第一种样式，根据第一种拟合的计算方法得出拟合系数。以第五个函数为例： $i = i_0 * 10^{E/B}$ 。

先判断下 I 值的正负号，I 只可能全为正或者全为负。两边全部取 10 的对数，即 $\lg i = \lg i_0 + E/B$ 。令： $\lg i = y$, $\lg i_0 = a$, $1/B = b$ 。这样就简化成标准线性方程了，求出 $\lg i_0$ 和 $1/B$ 的值，然后间接求出 i_0 和 B。 i_0 的值还是要通过 i 的值的符号来判断。

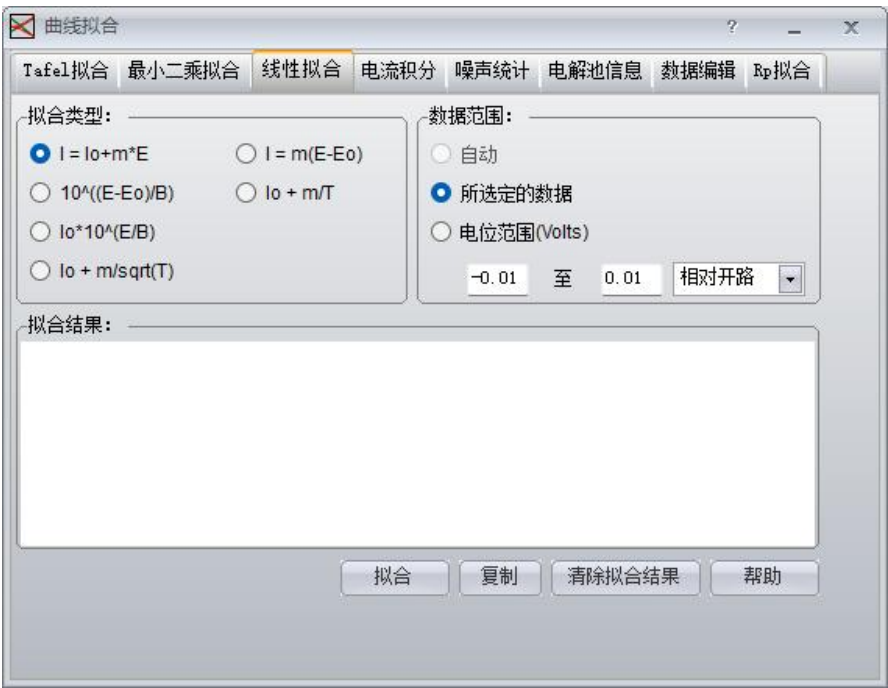


图 4.7 线性拟合界面

11.2.2.4 电流积分

积分共有两种方式，带背景和不带背景的，但计算的方式基本相同，都是采用梯形积分。

电量

电量采用的是梯形积分，就是对每相邻的两个点构成的一个梯形进行面积的计算。即对电流-时间图的每一个数据点进行梯形积分，这样电流值为上底和下底，而时间差(Δt)则是高（如下图 4.8）。对每一个梯形面积求累加和，就是求出该电量的大小。

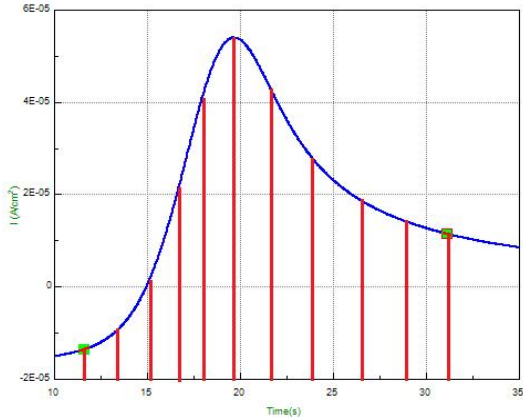


图 4.8 电量积分面积示意图

电量(背景)

如果带背景，就要求两点和这两点之间的连线所夹的面积。如下图 4.9 所示，交叉网格部分即为所求。可以拆分为两者面积之差，即点的集合构成的面积和两点之间所做的直线所围住的面积之差。点的集合的面积方法同上，两点之间确定一条直线，可以求出直线方程，然后用该方程求积分。

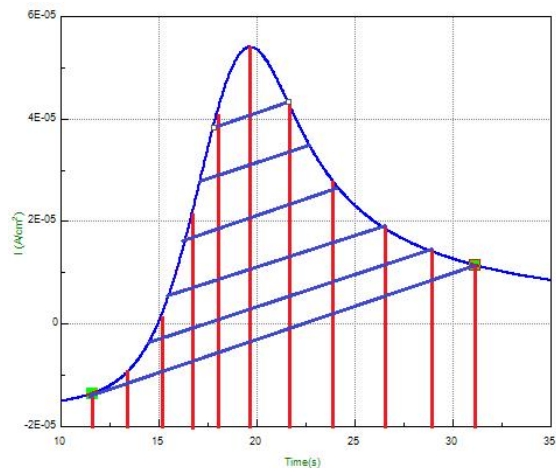


图 4.9 电量积分（背景）面积示意图

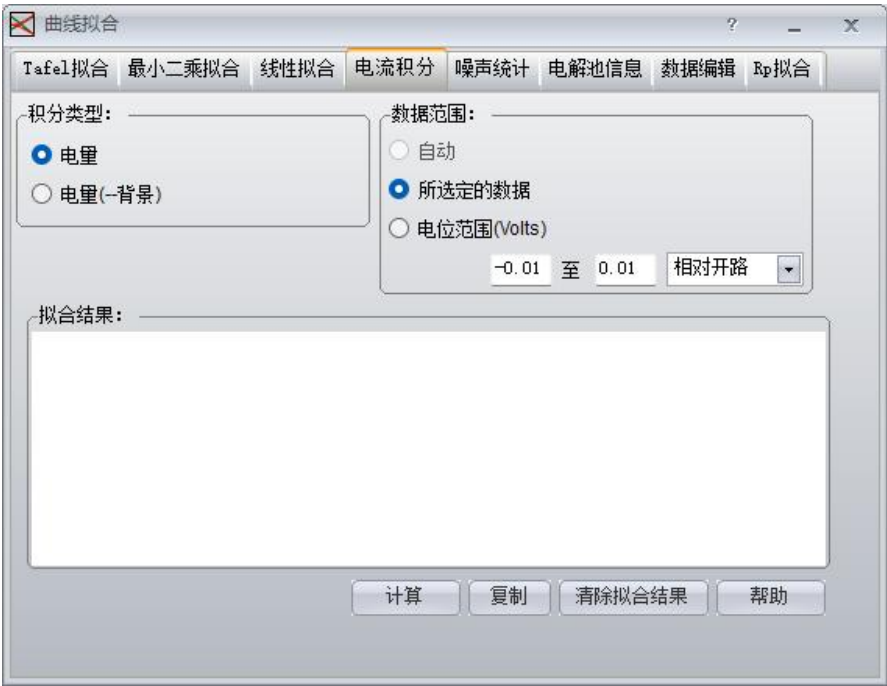


图 4.10 电流积分界面

11.2.2.5 噪声统计

采用均方根（RMS）方法计算光标之间的噪声水平，并显示计算结果。
E-RMS 和 I-RMS 值分别表示移除背景漂移后的电位与电流噪声的均方根值。
其计算公式如下：

$$\text{RMS} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n x_i^2}{n}}$$

这里：n 表示参与计算的数据个数； x_i 表示第 i 个点的数据值。

注意：计算的结果强烈地依赖数据质量、采样速率、滤波器以及环境噪声的影响等，计算结果的有效性完全取决于用户的判断。

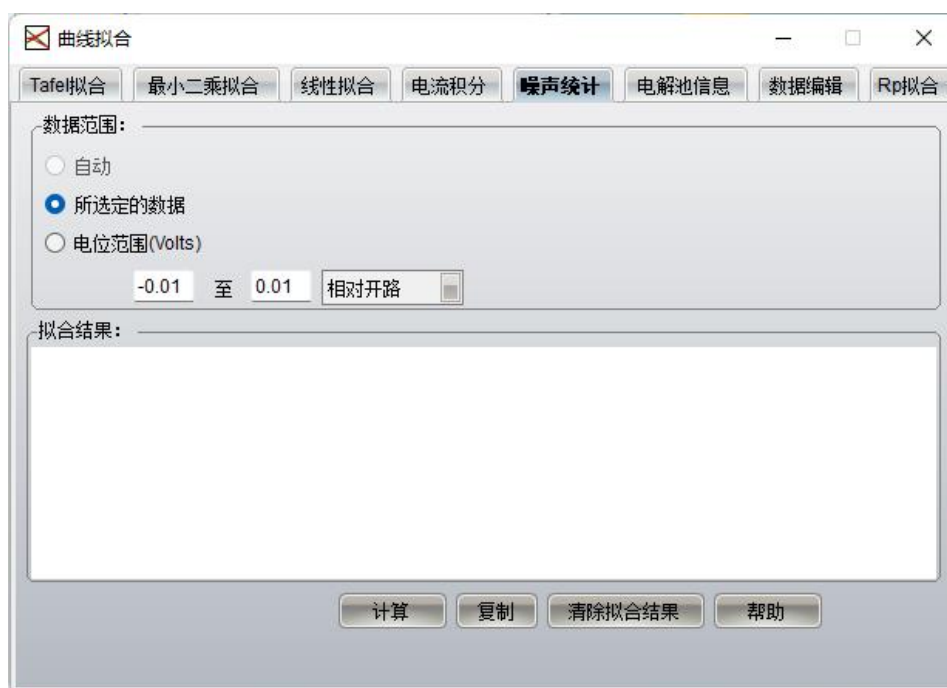


图 4.11 噪声统计拟合界面

11.2.2.6 电解池信息

这些参数用于修改数据文件里电解池的电极参数，可参见 7.3.2 节。

表面积指样品（工作电极）的工作面积；CS Studio 使用该值来计算电流密度，如果表面积设定为 1.0，则电流密度将与实际测量的电流数值上相等。

CS Studio 使用材料密度或化学当量来计算实际腐蚀速率。化学当量即为原子量除以电化学反应中的转移电子数。例如：对于反应 $\text{Fe} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Fe}^{2+}$ ，转移的电子数为 2，则化学当量为 $55.8/2=27.9$ 。

如果这些值没有输入，则只能计算极化电阻 R_p 或 Tafel 斜率，而不能计算腐蚀速率。

“极性规则”决定如何解释正或负的电位/电流，当采用正常(O^{2+})规则时，一个更正的电位将产生更大的氧化驱动力，同时产生的电流也为正值，在一个典型的水环境中($\text{pH}=0$)，当电极电位为+1.23V(相对氢标准电极)，氧将会在工作电极表面析出；如果采用反向(O^{2-})规则时，一个更负的电位将会产生更大的氧化驱动力，氧化电流也为负值，此时，在一个典型的水环境中($\text{pH}=0$)，电极电位为-1.23V(相对氢标准电极)，氧将会在工作电极表面析出。

如果需要更改参数，修改指定参数后，点击“应用”按钮，可以改变当前选定数据文件的设置参数。



图 4.12 电解池信息设置界面

11.2.2.7 数据编辑

用于修改当前数据文件。在保存前，必须使被该文件成为数据信息框中的活动数据集。
这里主要是针对原始数据进行修改。主要是让数据和图形进行偏移的翻转功能，修改后，点“应用”，所有的数据也都改变了。
如果需要相减，则只需要在相加选项对应的值处填写负值即可，同理，如果需要除法，则只需要转换相应的关系即可。



图 4.13 数据编辑设置界面

11.2.2.8 Rp 拟合

极化电阻也就是电位-电流曲线在开路电位附近的斜率。

如果数据范围设为“自动”，CS Studio 将自动寻找开路电位（电流接近零的电位），然后在开路电位的每侧各选定 20 mV 的数据范围，如果用户认为这不是一个恰当的范围，可以从曲线中重新定位鼠标来选定一个数据范围，或者直接在电位范围中输入一个最大值与最小值来进行。

拟合结果包括：

R_p (Ohms·cm²)：曲线斜率。

E_0 (V)：极化电流改变方向的电位点，他们通常与被测体系的开路电位一致。

I_0 (A/cm²)：基于 Stern-Geary 方程 (Stern-Geary, J. Electrochem.Soc. 84,56,1957) 来计算电流密度。

$$i_{corr} = \frac{\beta_a \times \beta_c}{\beta_a + \beta_c} \times \frac{1}{R_p}$$

由于在线性极化区无法直接得到 Tafel 斜率 (b_a 和 b_c)，所以 CS Studio 假设其值等于 0.12V/dec，当然通过极化曲线也可以计算出 Tafel 斜率 (b_a 和 b_c)。(Mansfeld, Advances in Corrosion Science and Tech., 6 Ed. Fontana and Staehle, Plenum Press, p. 163, 1976): 根据上述假设值，Stern Geary 系数(B 值)有：

$$B = \frac{\beta_a \times \beta_c}{(\beta_a + \beta_c)} = \frac{b_a \times b_c}{2.303 \times (b_a + b_c)}$$

一般地，Stern-Geary 系数 (B 值) 活化体系取 26 mV、钝化体系 52 mV；酸性电解液 18 mV、中性电解液 26 mV、碱性电解液 52 mV。其他有关该参数的意义请参见曹楚南所著《腐蚀电化学原理》一书（化学工业出版社，2008 年）。其合理取值一般在 20~28mV 之间。当然也可以由用户在电解池参数中指定。则：

$$I_{corr} = \frac{26mV}{R_p}$$

而腐蚀速率的计算根据：

$MPY = I_{corr}(A/cm^2) \times \text{化学当量}(g/mol) \times 393.7(mil/cm) \div \text{密度}(g/cm^3) \times 365 \times 24 \times 3600(s/Y) \div 96500(C/mol)$;

$mm/a = MPY \div 39.37(mil/mm)$ 。

对于碳钢， $1mm/a = 11.73 \times I_{corr}(mA/cm^2)$ ， $1MPY = 462.2 \times I_{corr}(mA/cm^2)$

因此，只有在给定了电极参数后，才能计算金属的腐蚀速率。

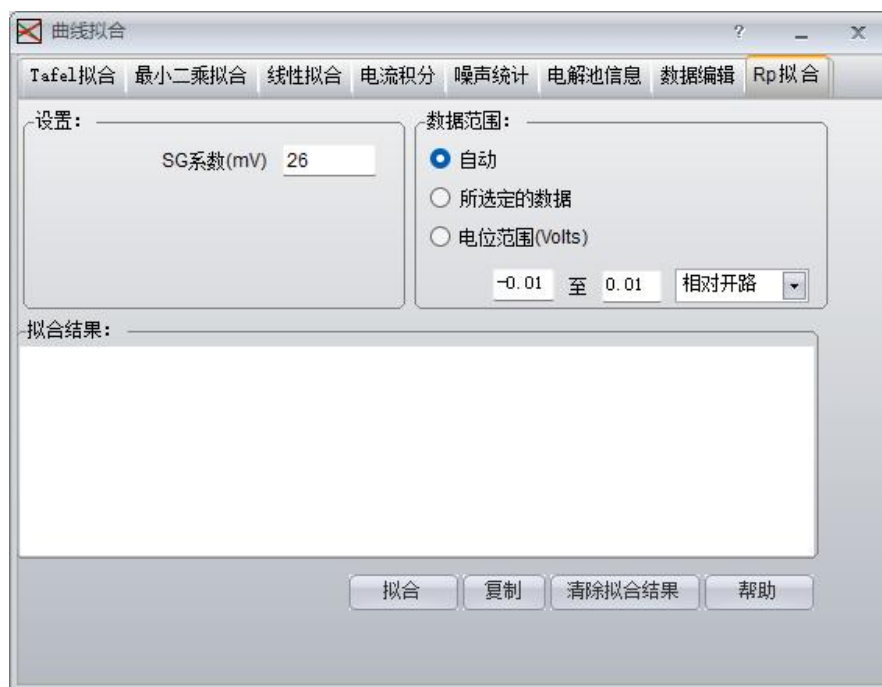


图 4.14 Rp 拟合界面

11.2.3 伏安分析

打开任一极化曲线数据文件时，此菜单生效。

伏安分析菜单下，主要有循环伏安分析，差分脉冲伏安，常规脉冲伏安和 EPR 指数计算四种分析方法。



图 4.15 伏安分析界面

11.2.3.1 循环伏安分析

由于循环伏安的特殊性，在数据文件中，添加了圈标记，所以图形也能显示每一圈。如果 CV 数据循环次数 ≥ 2 ，则出现“顺序显示”单选框，选中，即可调整从多少圈到多少圈，图形就能按照指定圈数显示。

自动

由于可能存在多圈的情况，程序提供一个找寻峰高的功能，方法是：先将数据按圈拆分，然后对每一圈进行处理。找寻每一圈数据的波峰和波谷，然后找出最平行于 x 轴的一条基线，求出峰高和半峰面积（如下图 4.16 所示）。如果找寻的位置不对，或者不是自己所需要的位置，程序还提供手动找寻峰高和基线。

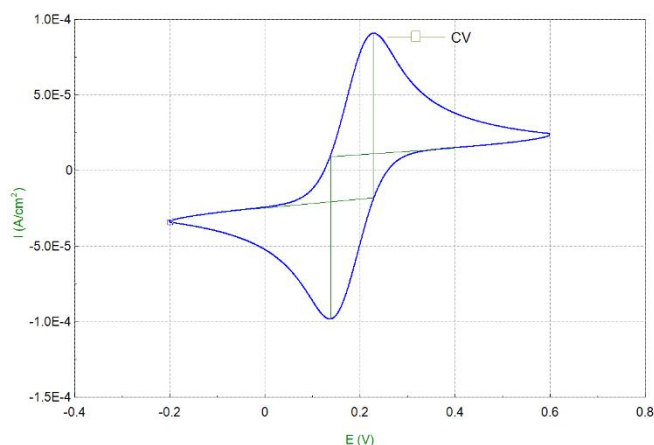


图 4.16 循环伏安自动分析界面

光标之间阳极峰

通过交换光标选定阳极峰的开始和结束位置，程序以扫描方向为基线，然后在这段数据中，找寻到最高点作为峰高，这样求出峰高和半峰面积。结果如下图 4.17 所示：

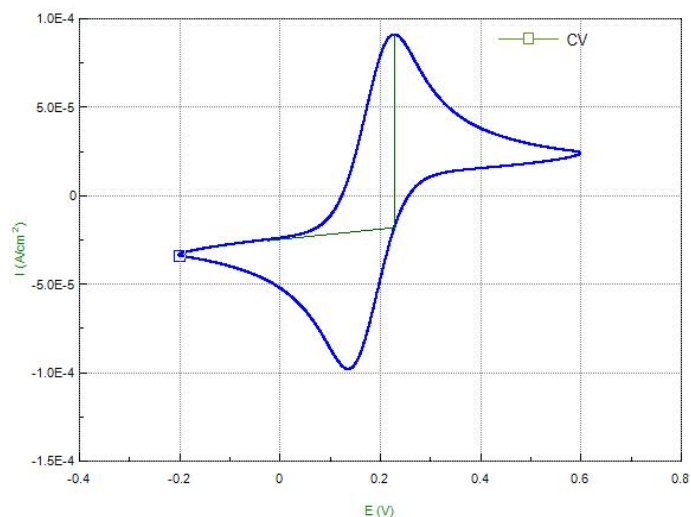


图 4.17 光标之间阳极峰分析界面

光标之间阴极峰

原理同阳极峰，也是通过交换光标确定起始位置，然后程序根据基线和最低点求峰高和半峰面积。结果如下图 4.18 所示：

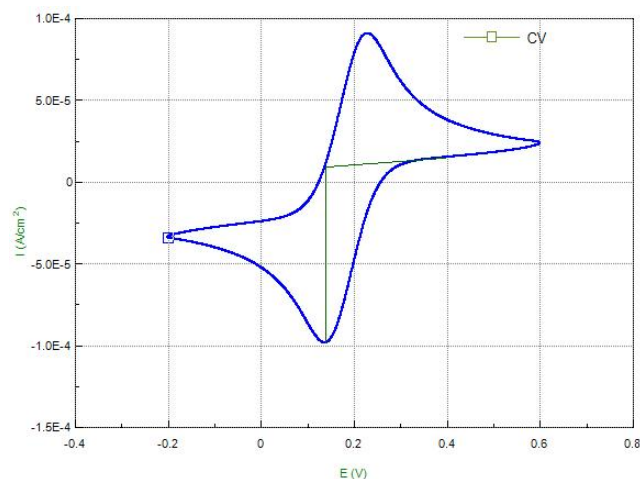


图 4.18 光标之间阴极峰分析界面

在伏安分析中，要想显示高线，坐标轴必须切换到电流-电位。

电容计算

对于循环伏安图形，可以根据如下公式进行电容计算：

$$C = \frac{\int_{E1}^{E2} IdE}{2\nu\Delta E}$$

其中，E1、E2 为循环伏安曲线扫描范围的最小和最大电位值； $\Delta E = E2 - E1$ ； ν 为扫描速率。结果显示界面如下：

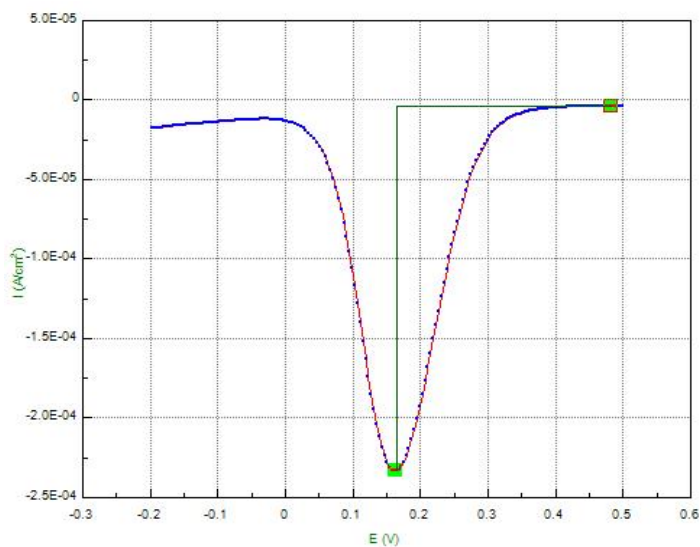
```
Segment 2:
Anode peak:
Ep = 0.22833V
Ip = 0.00010856A/cm^2
Ah = 2.6001E-06AV/cm^2
Q = 2.1944E-05C/cm^2
```

11.2.3.2 差分脉冲伏安

差分脉冲伏安提供了两种方法，自动和光标之间的峰值。

自动

程序自动找寻数据的最大电流值作为峰高，然后以扫描方向开始，找寻斜率最接近 0 的位置作为基线，然后求出峰高和半峰面积。如下图所示：

图 4.19 $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ 体系的差分脉冲伏安曲线

光标之间峰值

由于自动找寻可能出现误差或者不是自己所想的，所以提供手动方法。也是通过交换光标确定起始位置，然后程序根据基线和最高点求峰高和半峰面积。

在伏安分析中，要想显示高线，坐标轴必须切换到电流-电位。



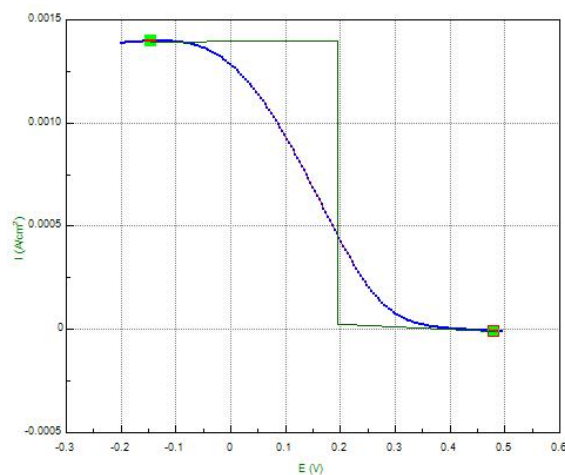
图 4.20 差分脉冲伏安分析界面

11.2.3.3 常规脉冲伏安

常规脉冲伏安提供了两种方法，自动和光标之间的高度。

自动

首先找到中值电流，然后找寻两边最接近平行于 x 轴的线作为基线，然后求出线高。如下图所示：

图 4.21 $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ 体系的常规脉冲伏安曲线

光标之间的高度

由于自动可能不是自己所求的，提供手动找寻方法。中值电流还是整段数据的中值电流，根据光标所在点做基线，然后求出两条基线夹成的高。

在伏安分析中，要想显示高线，坐标轴必须切换到电流-电位

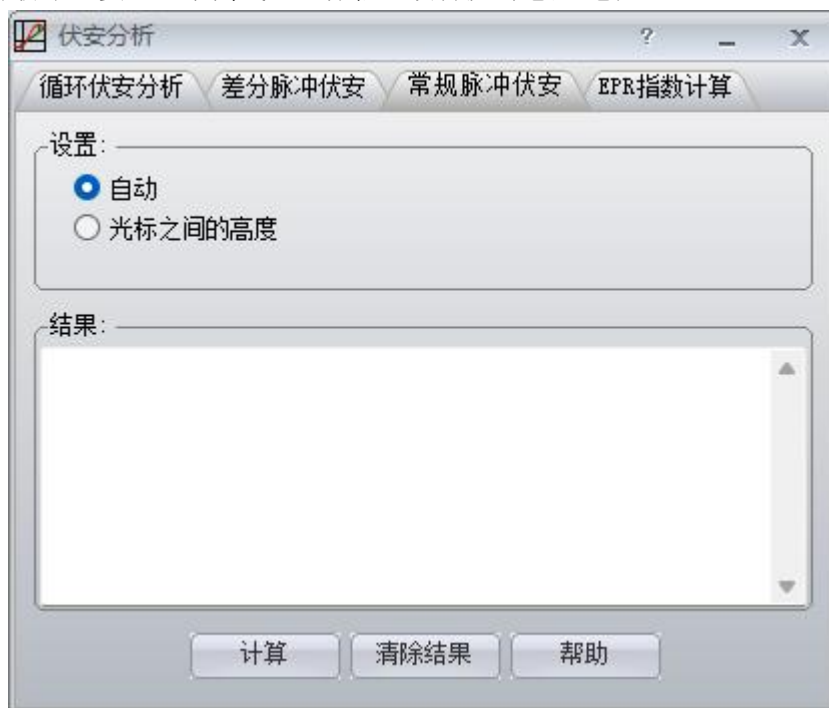


图 4.22 常规脉冲伏安分析界面

11.2.3.4 EPR 指数计算



图 4.23 EPR 指数计算分析界面

评价晶间腐蚀敏感指数可以通过扫描活化峰值电流 I_a 和对应的再活化扫描峰值电流 I_r 的比值 (I_r/I_a , 定义为再活化率) 来判定, 也可以通过活化过程的电量 Q_a 和对应的再活化过程电量 Q_r 的比值 (Q_r/Q_a) 来判定。选择“自动”或“光标之间(单圈)”菜单, 从曲线中查找到 I_r 、 I_a 、 Q_r 、 Q_a 等 4 个值。

11.2.4 频谱分析

用于分析电化学噪声数据。

11.3 阻抗谱分析

菜单位置：“文件”→“阻抗谱分析”。

测试完成后，用户可在此处进行阻抗谱分析，各菜单栏意义如图所示：

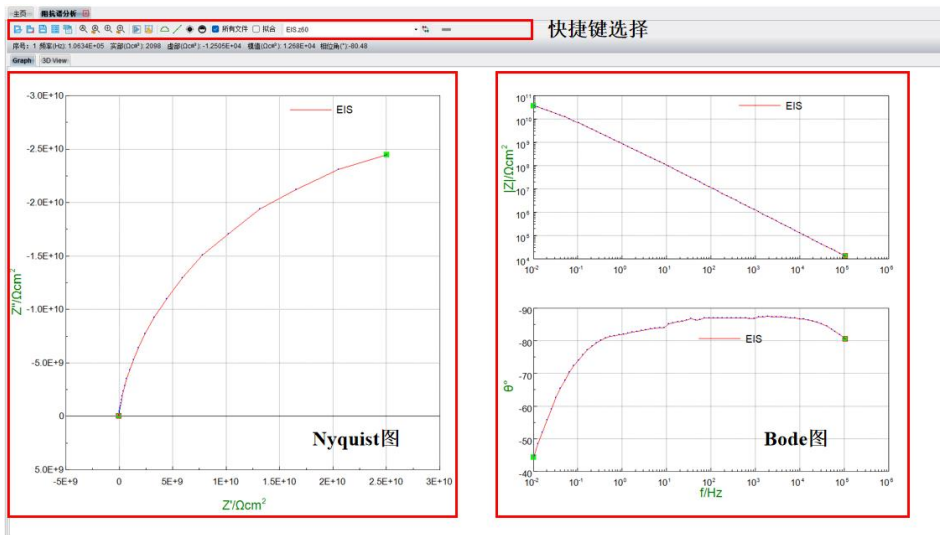


图 4.24 阻抗谱分析界面

工具条按钮实际上是菜单的快捷键，如果鼠标停留在工具条图标上，则会出现相关文字说明，所有图标的功能均可通过菜单实现。工具条也包括了几种不同的功能，下面将按其功能分类详细说明。

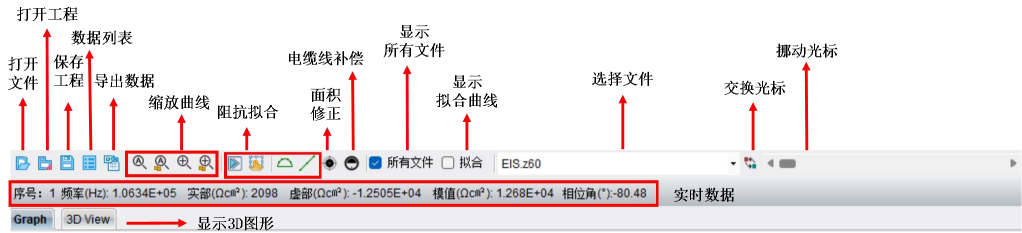


图 4.25 工具条详细说明

11.3.1 打开文件

该菜单可用来打开频率扫描以及特征频率扫描阻抗谱数据。点击该菜单，将弹出数据打开弹窗，点击 ，将极化曲线数据文件添加到“待绘图文件”，点击“确定”即可打开数据。用户可同时打开多个阻抗谱数据文件。通过点击“详细”用户可看到测试数据的详细信息。通过点击“自动着色”、“自动线型”、“自动标记”或“自动标注”，用户可选择是否设置单个数据的线型，便于对比分析数据。通过点击“自动跳点”，设置跳点数，可对数据进行平滑处理。

11.3.2 数据列表

该菜单可用于复制粘贴当前数据的原始数据。

11.3.3 导出数据

该菜单可用于导出当前数据，导出数据格式可选为.csvdat、.txt 以及.Z60。

11.3.4 阻抗拟合

删除不需要的数据

通过光标选择不需要的数据段，也就是不能拟合的部分，然后用“数据分析”→“删除数据”删除。



图 4.26 从中选择要删除的数据段演示图

快速拟合

比较简单的曲线可以直接点击快速拟合按钮，选择适当的等效电路图进行拟合，如下图 4.27。

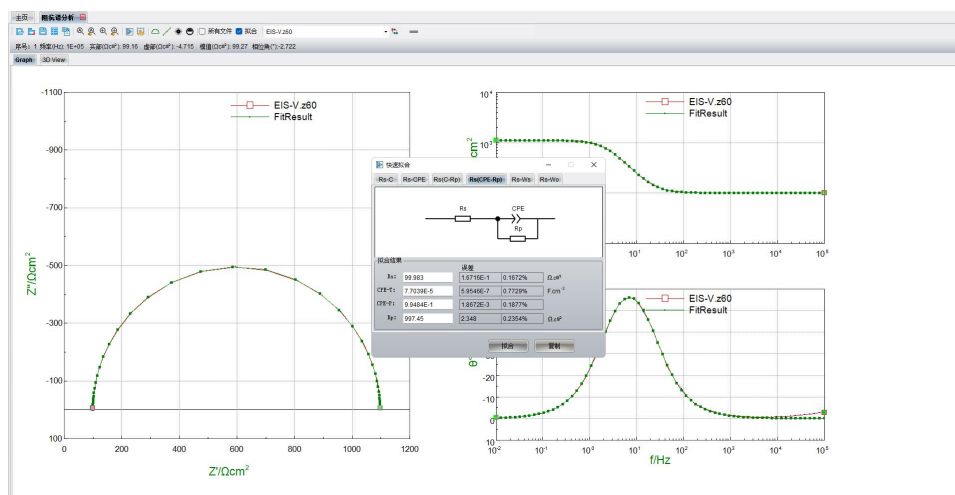


图 4.27 快速拟合

自定义等效电路

比较复杂的曲线需要先分段快速拟合确定各段拟合初值，再在自定义等效电路图中整体拟合。

(1) 在移动光标区域中移动光标块选择待拟合范围，如下图“1”处所标，选中“1”部分进行快速拟合；

(2) 在左上角打框的地方，点击“2”处图标进行快速拟合。

(3) 选择适宜的等效元件，如“3”处所标识，获得等效电路的初值。

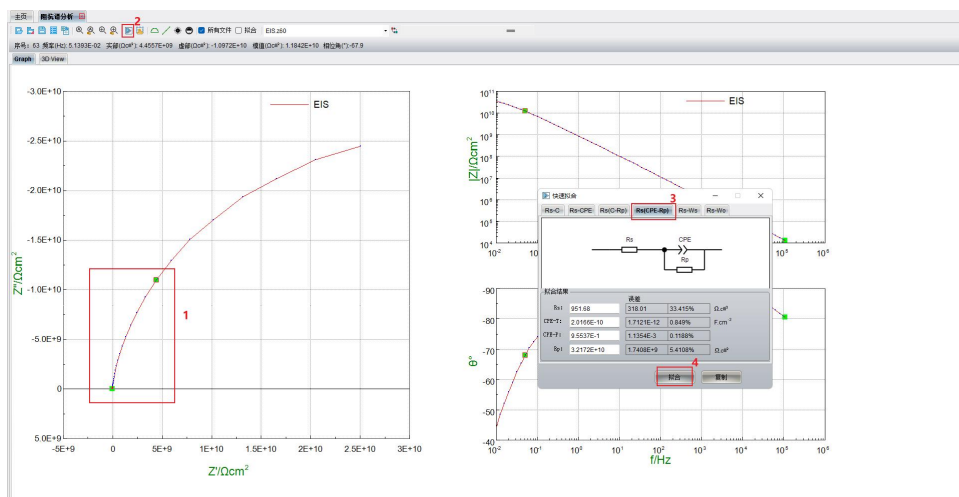


图 4.28 使用快速拟合等效电路来确定拟合初值

在快速拟合基础上，点击  建立适宜的等效电路，如下图，在等效电路图工作框里的空白区域里右击，选择的合适元件绘制快速拟合时获得的等效电路图。

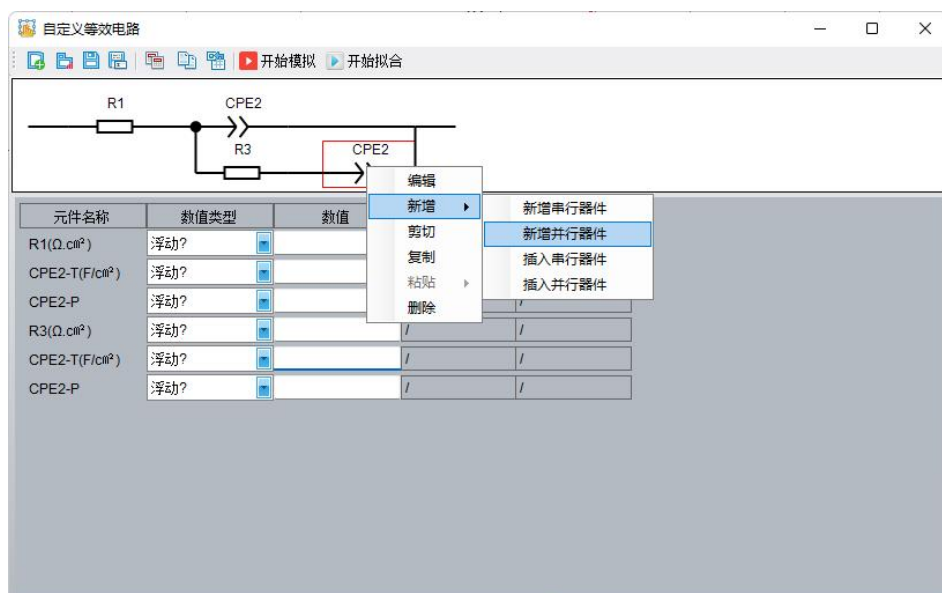


图 4.29 等效电路图绘制

将快速拟合结果中“1”处的数据，用鼠标拖到“2”处位置。

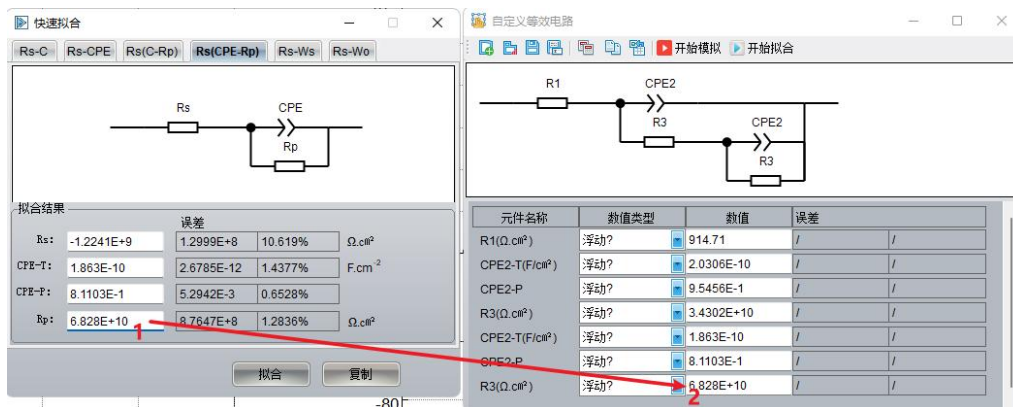


图 4.30 从快速拟合窗口中将数据传送到等效电路拟合的初值输入框演示图

相同的方法拟合第二段、第三段曲线，并得到最终的等效电路图，如下图 4.30。

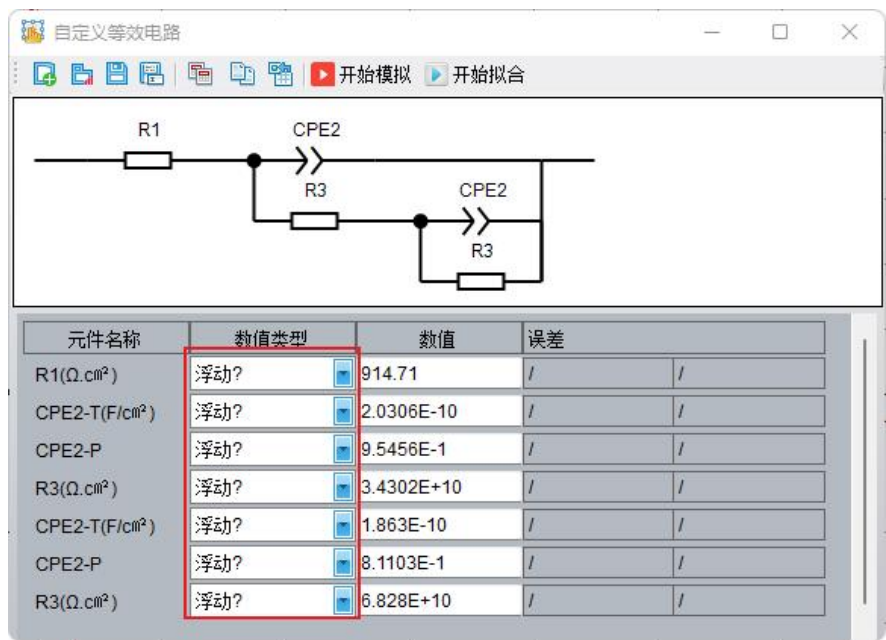


图 4.31 最终的等效电路图

将图 4.31 中红框处的“固定”改成“浮动？”，为拟合做准备，选中整条曲线，点击“开始拟合”即可进行拟合。拟合结果如下图中绿色曲线。如下图 4.31，选中拟合后数据文件，点击“1” 可导出拟合曲线的数据。

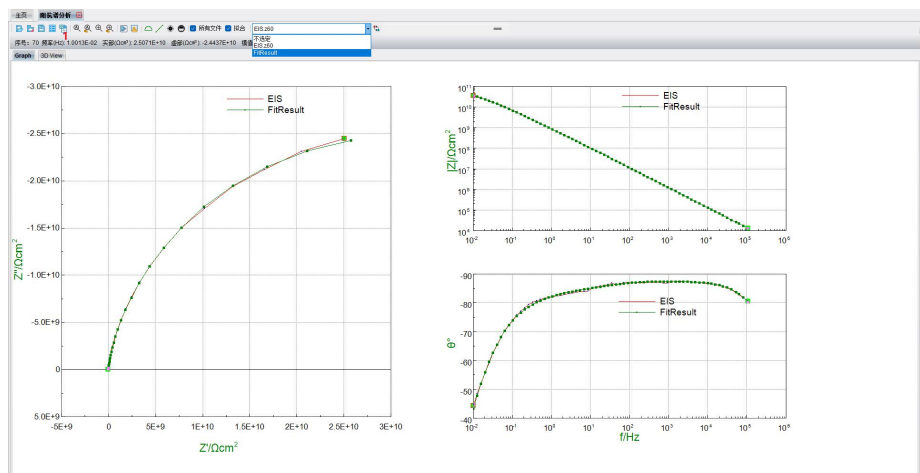


图 4.32 拟合数据结果以及拟合曲线

11.4 Mott-Schottky 曲线分析

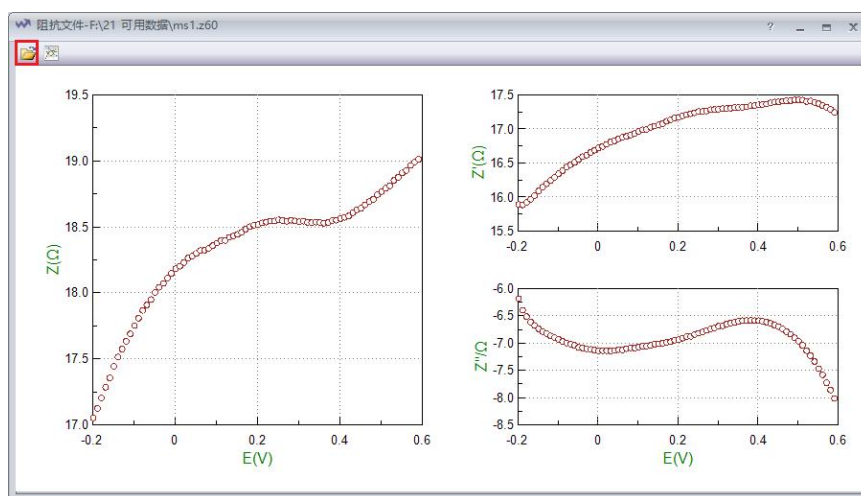
菜单位置：“文件” → “Mott-Schottky 曲线分析”。

测试完成后，用户可在此处进行电位扫描（Mott-Schottky 曲线)分析。

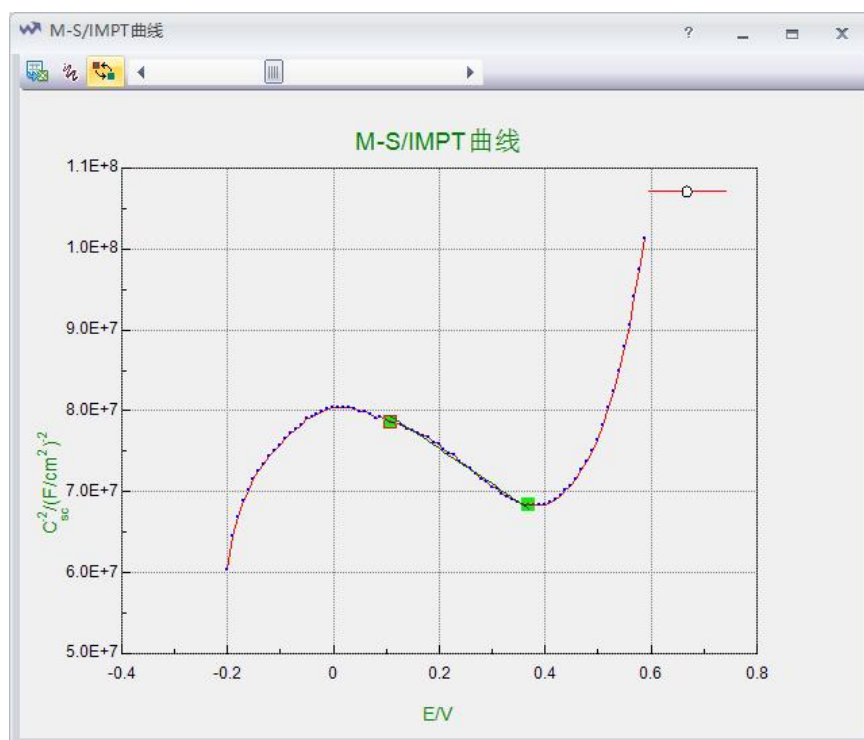
打开 M-S 曲线分析界面后，再点击 图标打开电阻抗测试文件，如图 4.33（a）所

示；再点击 图标可以打开 M-S 曲线拟合界面，如图 4.33（b）所示，点击 图标可以

对曲线进行拟合，点击可以将拟合结果导出为 Excel 格式。



(a)



(b)



(c)

图 4.33 (a) M-S 曲线分析软件界面； (b) M-S 曲线拟合界面； (c) M-S 曲线数据拟合界面

11.5 阻抗-时间曲线分析

菜单位置：“文件” → “阻抗-时间曲线分析”。

测试完成后，用户可在此处进行时间扫描曲线分析。

打开时间扫描曲线分析界面后，点击  图标打开时间扫描测试文件，再点击  图标

可以打开腐蚀速率曲线，如图 4.34 所示；点击  图标可以打开电位-时间图形，如图 4.35 所示。

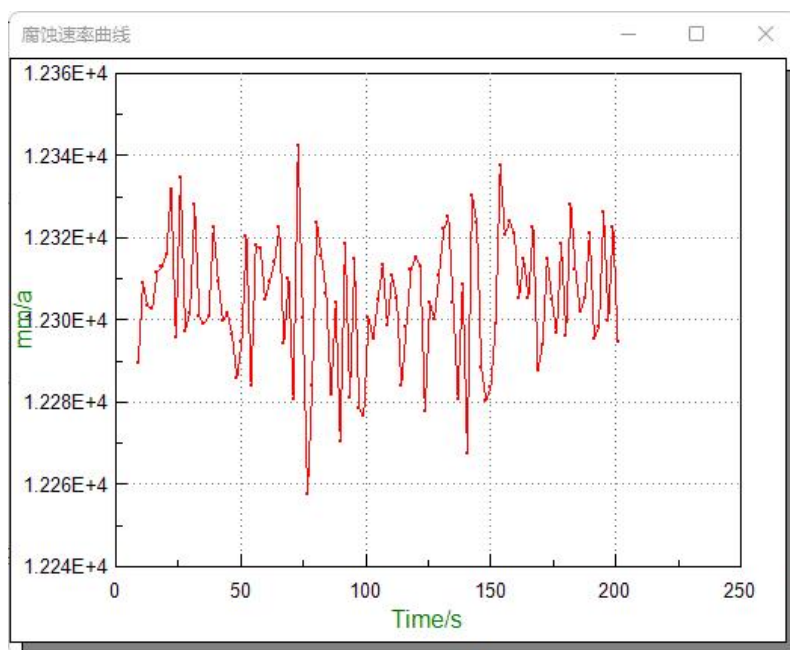


图 4.34 腐蚀速率曲线

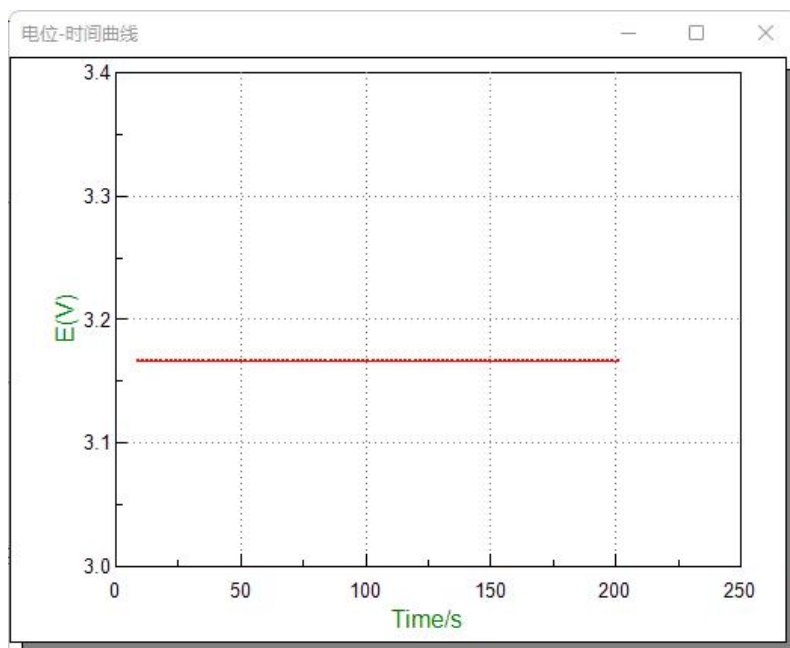


图 4.35 电位时间曲线

11.6 电容-频率曲线分析

菜单位置：“文件”→“电容-频率曲线分析”。

测试完成后，用户可在此处进行电容-频率曲线分析。

点击左上角打开数据文件，选择阻抗数据，得到电容-频率曲线。点击保存，保存数据。

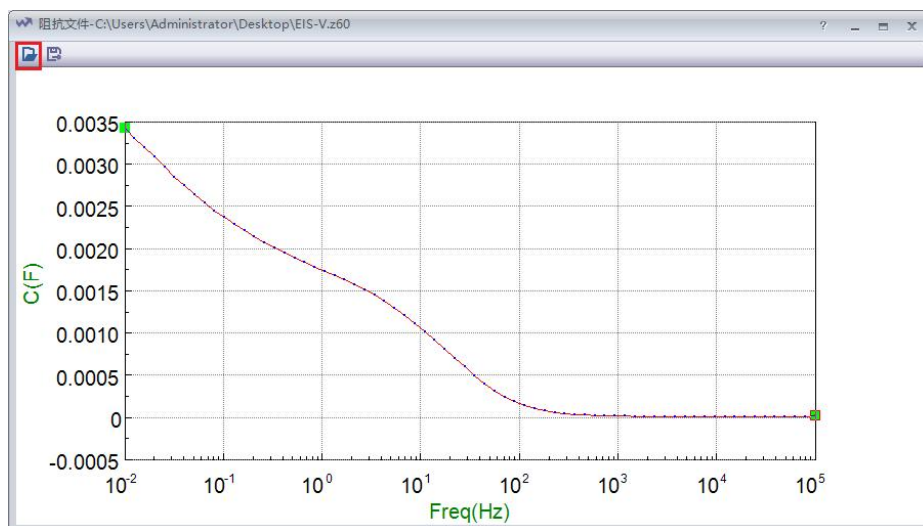


图 4.36 C-F 曲线分析界面

11.7 WBE E-I 分布图

菜单位置：“文件” → “WBE E-I 分布图”。

该菜单可以用来打开丝束电极扫描数据。

11.8 WBE 阻抗分布图

菜单位置：“文件” → “WBE 阻抗分布图”。

该菜单可以用来打开丝束电极阻抗数据。

11.9 打印设置

菜单位置：“文件” → “打印设置”。

该菜单用来设置打印输出的格式。

11.10 打印

菜单位置：“文件” → “打印”。

该菜单将用户打开文件的图形区域输出到打印机。

11.11 退出

菜单位置：“文件” → “退出”。

该菜单可以退出 CS Analysis 数据分析工具。

12.图形

12.1 自动缩放

点击后自动缩放曲线。

12.2 缩放到光标

挪动光标后，点击自动将曲线缩放到光标。

12.3 缩放到上一次

长按鼠标左键并挪动鼠标可对曲线进行放大或缩小，缩放曲线后，点击“缩放到上一次”，曲线将回到上一次缩放。

12.4 缩放到下一次

点击“缩放到下一次”，曲线将回到下一次缩放。

12.5 导出图形

导出当前曲线图形，图形格式默认为.wmf。

12.7 复制至剪切板

复制当前曲线图形至剪切板，用户可将图形粘贴至 word。

12.8 图形设置

设定横纵坐标宽度及刻度间隔。

13.数据分析

13.1 数据处理

菜单位置：“数据分析” → “数据处理”。

13.1.1 导数

菜单位置：“数据分析” → “数据处理” → “导数”。

打开数据文件，点击“导数”，设置导数阶次和拟合点数，点确定即可得到其对应的导数图（如图 4.37）。

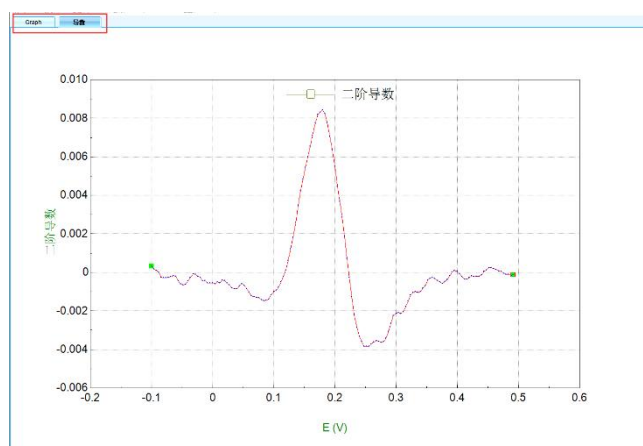


图 4.37 导数结果图



图 4.38 导数数据处理界面

13.1.2 背景扣除

菜单位置：“数据分析” → “数据处理” → “背景扣除”。

打开待处理数据结果，点击“背景扣除”即可得到扣除背景的结果图。

13.1.3 线性基线（调整）

菜单位置：“数据分析” → “数据处理” → “线性基线（调整）”。

打开待处理数据结果，点击“线性基线（调整）”即可对曲线进行基线调整。

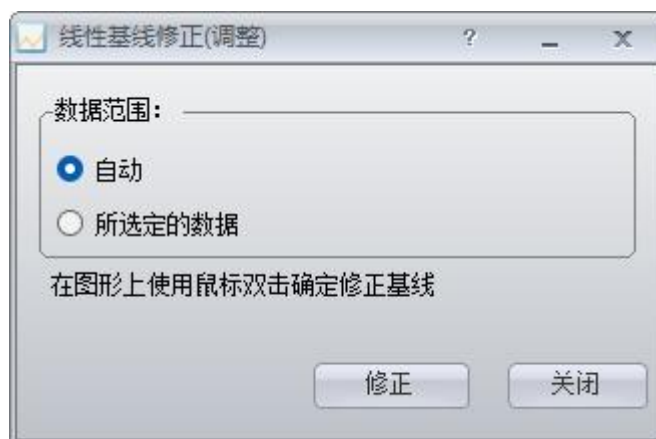


图 4.39 线性基线（调整）数据处理界面

13.1.4 线性基线

菜单位置：“数据分析”→“数据处理”→“线性基线”。

打开待处理数据结果，点击“线性基线”，按提示进行操作，即可对曲线线性基线进行修正。



图 4.40 线性基线数据处理界面

13.1.5 移动平均基线

菜单位置：“数据分析”→“数据处理”→“移动平均基线”。

打开待处理数据结果，点击“移动平均基线”，输入平均点数和拟合点数，即可对曲线进行修正。



图 4.41 移动平均基线数据处理界面

13.2 分析工具

菜单位置：“数据分析” → “分析工具”。

13.2.1 自动寻找波峰

挪动光标，选择分析区间，点击后软件自动找到波峰位置。

13.2.2 自动寻找波谷

挪动光标，选择分析区间，点击后软件自动找到波谷位置。

13.2.3 计算溶液电阻

此菜单在打开恒电流阶跃数据时生效，点击“计算溶液电阻”，在电位-时间图上选择拟合区域，可得到介质电阻、极化电阻和双电层电容测试拟合结果。



图 4.42 计算溶液电阻界面

13.3 数据滤波

菜单位置：“数据分析” → “数据滤波”。

提供两种不同的数字滤波方法用于消除数据文件中的毛刺或噪声，需依据噪声类型选择正确的方法。

第一类是“去除毛刺”。该方法特别适用于数据中包含有异常的噪声毛刺信号的情况，对于当前数据文件中的每个点，先选择 5 个点（前面两个点、当前点以及后面两个点），

然后将其中最大值和最小值除去，剩下 3 个点再进行平均后作为当前数据点的新值；对当前曲线中每一个点进行类似处理，便可有效除去由于恒电位仪量程切换所造成的噪声毛刺，以及温度控制器反复通断过程中的干扰噪声或离散的噪声信号。

第二类滤波器是“5 点到 25 点平滑”，该方法主要用于消除随机噪声，它们都是基于 Savitzky Golay (SG) 平滑算法，其原理为，以三次幂函数方程来拟合一系列数据点，平滑程度通过平滑过程中的点数来控制；更高的平滑度也可以通过反复使用滤波器来得到。不同于移动平均或模拟滤波器，“SG 平滑算法”不会改变数据中的峰形；“SG 平滑算法”是根据论文 Smoothing and Differentiation of Data by Simplified Least Squares Procedures, Analytical Chemistry, Vol. 36, No. 8, July 1964, page 1627 中的方法实现的。

如果您需要采用两种滤波算法，则必须首先使用消除毛刺的方法。

这些平滑方法并不会改变已保存的数据文件，但如果使用了滤波器后又切换到其他数据文件（通过活动数据选择框），系统将会提示您保存修改的数据到一个新文件中。修改后的数据也可使用工具|保存数据文件来保存。

完成滤波减噪后，如果需要返回到原始数据，可以从活动数据框中选择同一个文件，当程序提示保存修改的数据文件时，选择“否”。

注意：不要轻易使用噪声滤波器，较好的方法是解决噪声而不是隐藏噪声，不正确地使用滤波器，可能会丢失一些重要的信息（如电极表面钝化膜破裂形成的电位和电流峰），在使用数字滤波器前，最好用示波器检查一下恒电位仪的输出端信号的实际噪声水平，依此来判断是否要用数字噪声滤波器。

13.4 删除数据

菜单位置：“数据分析”→“删除数据”。

该程序共提供了三种删除数据的方式：删除数据点，删除光标之间的数据，删除光标之外的数据。数据改变后，不会修改源文件，修改后的数据也可通过鼠标右键到“导出活动数据”来保存。

13.4.1 删除数据点

考虑到测试的数据文件可能有某个点异常，可以通过该功能进行删除。操作流程：将当前高亮度光标选定的数据删除。这并不会删除已保存在文件中的数据，修改后的数据也可通过鼠标右键到“导出活动数据”来保存。

13.4.2 删除光标之间的数据

主要是为了剔除某一段数据。删除两个光标之间的所有数据。这通常并不会删除已保存在文件中的数据，修改后的数据也可通过鼠标右键到“导出活动数据”来保存。

13.4.3 删除光标之外的数据

测试过程中，如果只有某一段数据有效（例如在溶出伏安法中），那么通过光标选取

某一段有效数据，然后删除光标之外的数据，那么有效数据就被截取出来了，同时将是对有效数据进行分析，同时源文件不改变。修改后的数据也可通过鼠标右键到“导出活动数据”来保存。

13.4.4 数据转换工具

用于转换数据格式，支持批量转换，可将.csd、.cor、.z60 格式转换为易编辑的.txt 格式。转换得到的.txt 格式数据自动保存在原始文件所在目录中。转换后的.txt 数据可直接通过文本格式、excel 以及 origin 打开，便于用户分析绘图，但转换后的.txt 格式数据不是科思特电化学工作站测试的源文件，因此无法用 CS Analysis 数据分析软件打开。此外，对于.z60 格式的阻抗数据，转换后可以得到阻抗数据中的模值和相角数据。

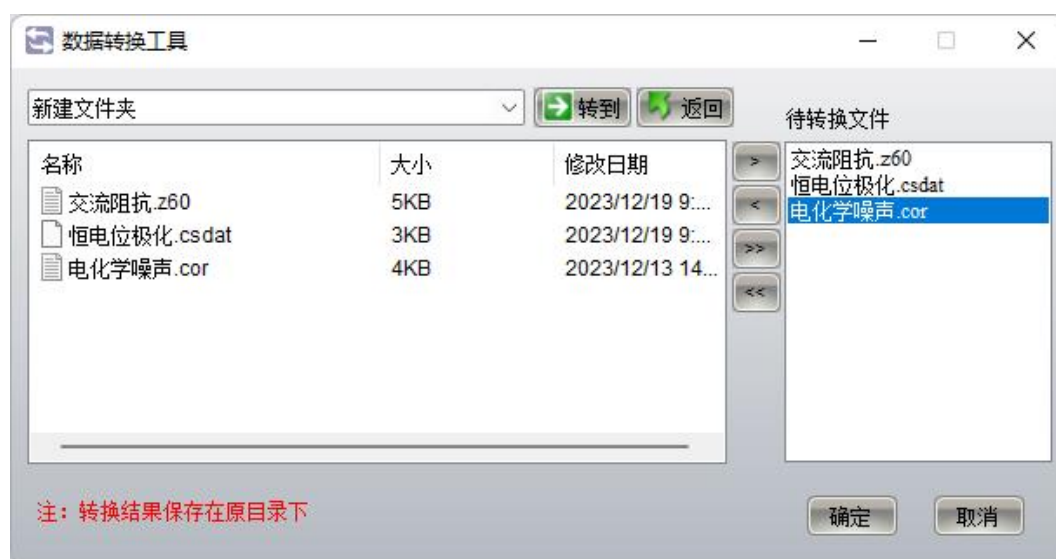


图 4.43 数据转换工具

14.窗口

窗口选项用于对当前所有工程子窗体的管理。

14.1 关闭所有

关闭所有工程子窗口

14.2 主页

点击跳转到 CS Analysis 数据分析软件主页。

15.帮助

15.1 目录

点击目录可查看 CS Analysis 数据分析软件电子版说明书，用户可在此处搜索需要查阅的内容。

15.2 语言

点击语言，可切换中、英文两种语言。

15.3 联系我们

点击联系我们，进入武汉科思特仪器股份有限公司官网。

15.4 检查更新

点击检查更新，选择是否需要更新测试软件。

15.5 关于

点击关于，查看软件、硬件等详细信息。

第五部分 故障分析与排除

16.故障分析与排除

16.1 仪器自检

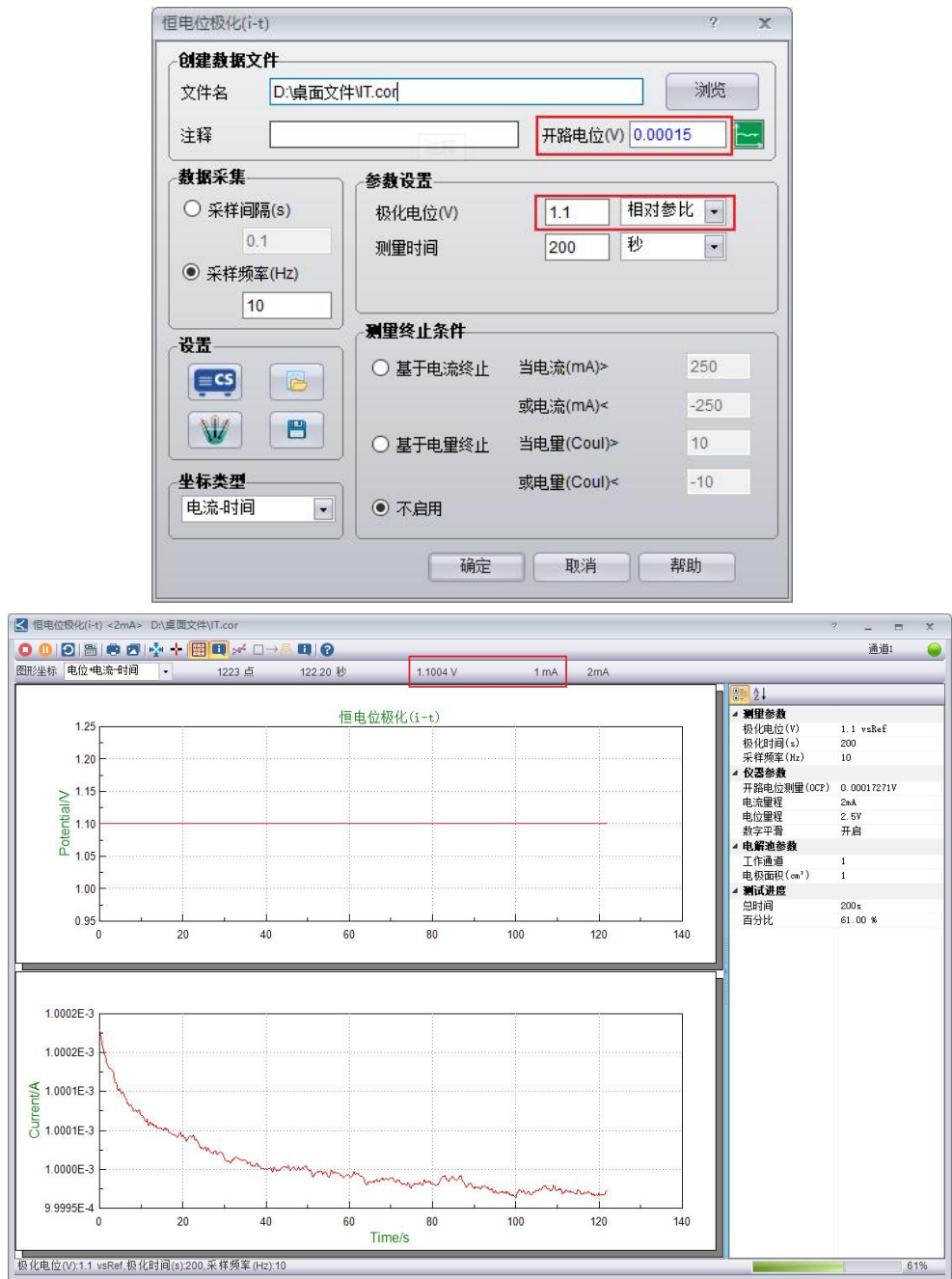
仪器应存放于干燥、清洁、空气中不含有腐蚀性气体的环境中。仪器使用时，计算机以及工作站电源均必须良好接地。

本仪器在使用中发生故障或出现异常现象，可用随机提供的模拟电解池对仪器性能进行单独检验。检验方法如下：

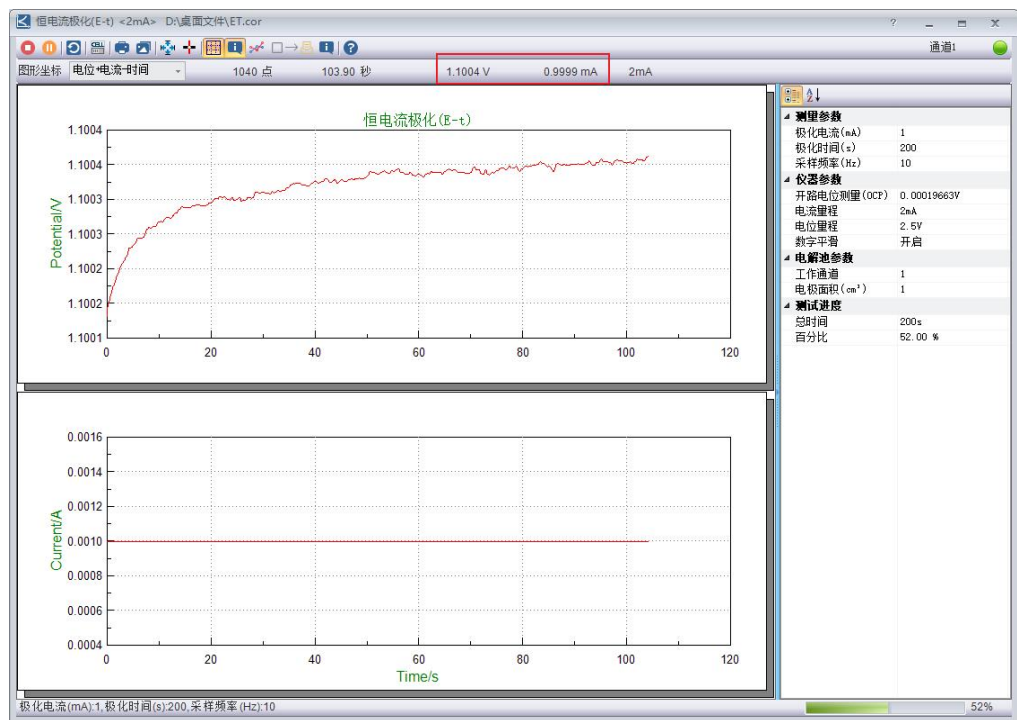
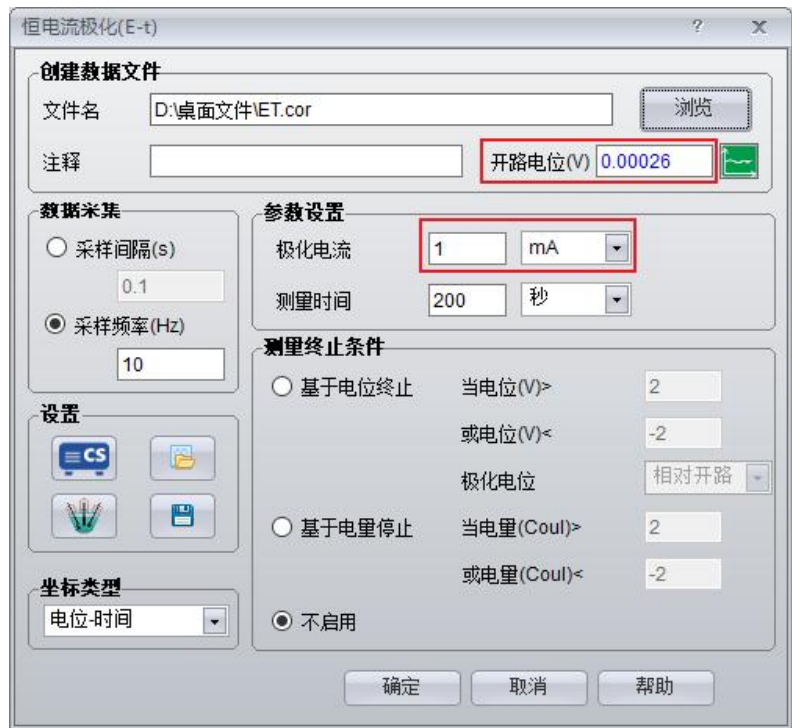
（1）连接仪器与模拟电解池。将电化学工作站摆放在实验台上，连接上电源线、USB 数据线（网线）、电极电缆线，打开电源开关，电极电缆线工作电极（绿色护套夹，WE）、参比电极（黄色护套夹，RE）、辅助电极（红色护套夹，CE）三个鳄鱼夹分别夹住模拟电解池上的三个电极 WE1、RE、CE，如有感应电极（白色护套夹，SENSE（SE））线，SE 与 WE 一起夹在模拟电解池上的 WE1 端，如下图所示。



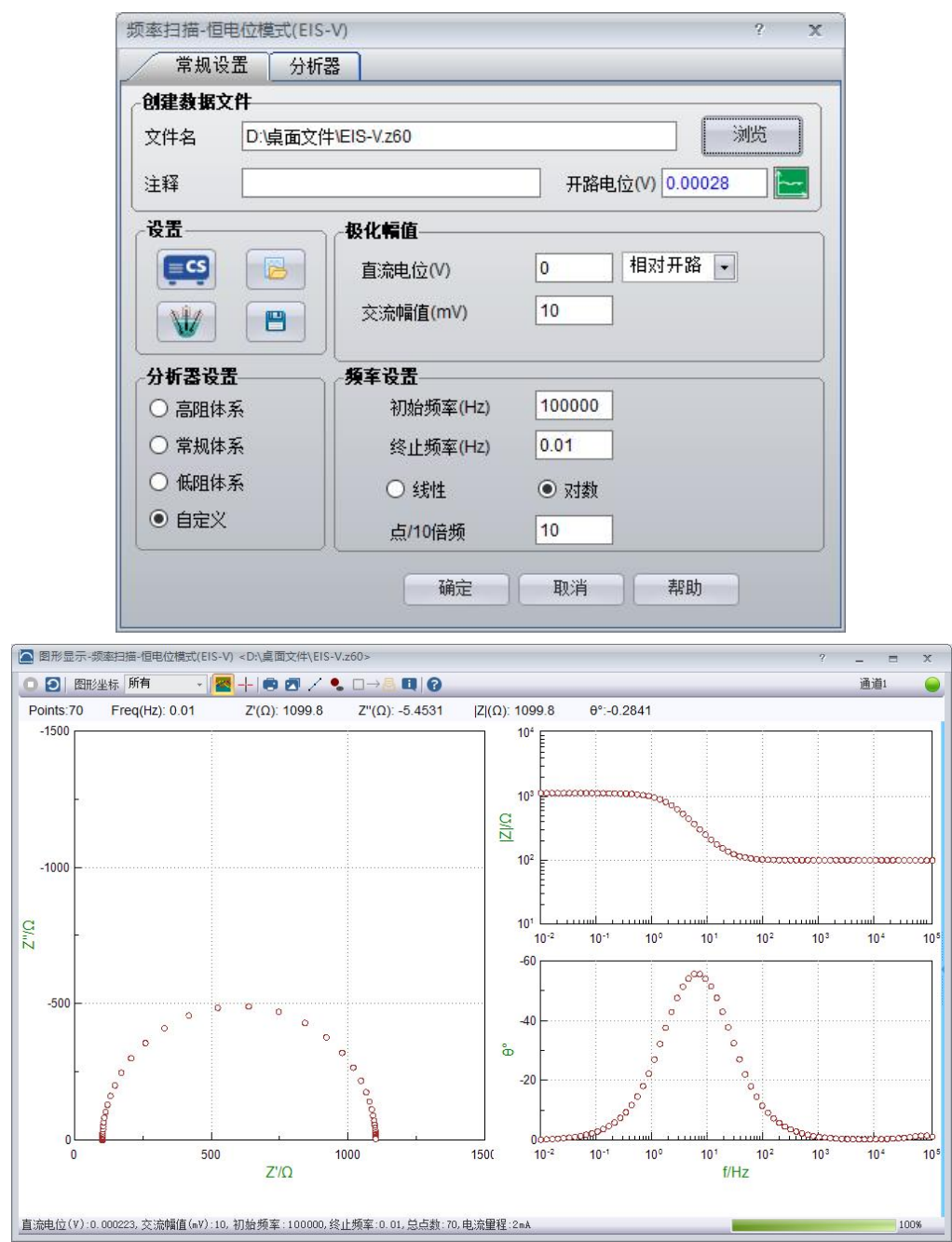
（2）检测电位输出是否正常。打开软件，点击“系统设置”-“恢复默认设置”将软件与仪器恢复出厂设置。在测试方法里面选择“恒电位极化”，关注开路电位是否为零，在极化电位处输入 1.1V，相对参比，选择保存数据文件位置，点击开始，查看此时显示的电位值是否为 1.1V，电流值是否约为 1mA，如果测试正常说明仪器电位输出正常。



(3) 检测电流输出是否正常。同样，在测试方法中选择“恒电流极化”，此时的开路电位值同样应该为零，在极化电流值处输入 1mA，选择保存数据文件位置，点击开始，查看此时显示的电流值是否为 1mA，电位值是否约为 1.1V，如果测试正常说明仪器电流输出正常。



(4) 检测阻抗测试是否正常。如果仪器具有阻抗测试功能，在测试方法里面选择“频率扫描-恒电位模式”，按照默认参数，进行阻抗测试。结果如下图，呈标准的半圆。



(5) 如上述检测均正常，说明仪器与电极电缆线均正常，如果发现偏差很大，说明仪器有问题，请及时与我们联系。

16.2 故障类型及排除方法

故障现象	原因分析	排除方法
开机无显示	电源未接通	接通电源，检查电源线以及供电是否正常
无电流输出或输出异常	电极电缆线断路或接触不良	根据自检方法，检查电极电缆线

	工作电极或辅助电极内部出现虚焊	用万用表测量引线到电极表面之间的电阻，或更换工作电极或辅助电极
	电极夹锈蚀	用砂纸打磨电极夹，确认导通正常
无电位输出或电位异常	电极电缆线断路或接触不良	电极电缆线断路或接触不良
	工作电极或参比电极内部出现虚焊	用万用表测量引线到电极表面之间的电阻，或更换工作电极或参比电极
	参比电极底部有气泡或内部溶液不足	赶走气泡并补充溶液或更换参比电极
	电极夹锈蚀	用砂纸打磨电极夹，确认导通正常
使用 USB 接口设备出现通讯故障	Type-C 线接触不良	更换新的 Type-C 线
	Type-C 线端口供电不足或接触不良	重新连接 Type-C 线，同时更换 Type-C 端口连接
	测试软件误点开多次	关闭多余的测试软件
	电脑端口处显示驱动异常	重新安装驱动
	测试软件上通讯设置手动设置连接方式为“网口”	更改连接方式为“自动”或“USB”
使用网线接口设备出现通讯故障	网线接触不良	更换新的网线，直至仪器后面板网口处有灯正常闪烁
	网线端口供电不足或接触不良	更换好的网口接线端口，直至仪器后面板网口处有灯正常闪烁
	电脑 IP 设置不当	根据“软件安装与连接”检查电脑 IP 设置
	测试软件上通讯设置手动设置连接方式为“USB”	更改连接方式为“自动”或“网口”
电流过载	工作电极与辅助电极之间电流超过仪器最大电流	使用较小电流测试
	电流量程档设置太小	切换至更大电流量程档
电位过载	工作电极与参比电极之间电位超过仪器最大电位	使用较小电位测试
	电位量程档设置太小	切换至更大电位量程档
测试无故卡住	电脑运行缓慢	清理电脑内存或更换电脑
	电源供电不稳	使用稳压源连接仪器
	仪器供电电路内具有大功率设备干扰	使用稳压源连接仪器

第六部分 售后服务

17. 保修与维修

对因材料或器件或生产工艺问题造成的仪器故障，自购买之日起，我们对主机提供三年免费保修服务。用户不得自行拆卸仪器，否则，将不予维修。

17.1 附件

使用说明书	1 份	USB 线/网线	1 根
模拟电解池	1 个	电极电缆线	1 根
1A 保险丝（电源插座内）	1 支	电源线	1 根

17.2 电路原理图

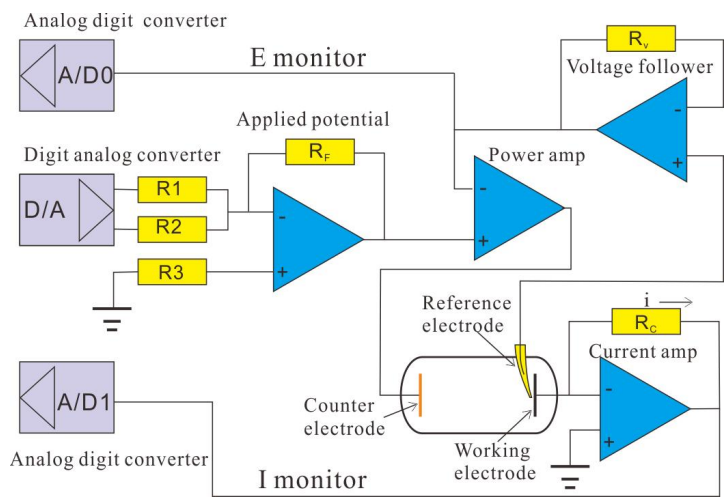


图 6.1 电化学工作站（恒电位仪）原理图

18. 联系方式

如果您在使用中对该产品有任何建议或意见，请及时与我们联系：
武汉科思特仪器股份有限公司
地址：武汉市东湖开发区光谷大道国际企业中心锦丰楼 A 座 505 室
网址：<http://www.corrtest.com.cn>
E-mail: service@corrtest.com.cn
电话：027-67849450，传真：027-67849890-39

武汉科思特仪器股份有限公司

武汉市东湖开发区光谷大道国际企业中心锦丰楼 A 座 505 室

TEL:027-67849450

<http://www.corrtest.com.cn>