

CS 系列电化学工作站

使用说明书

CS Electrochemical Workstation Manual

武汉科思特仪器股份有限公司

Wuhan CorrTest Instruments Corp., Ltd.

2019年12月

目 录

安全事项.....	1
1. 概述.....	2
2. 技术指标.....	2
3. 面板说明.....	3
4. 使用方法.....	4
4.1 盐桥的制备.....	5
4.2 电偶腐蚀/电化学噪声测量.....	5
5. 故障分析与排除.....	5
5.1 工作站检验.....	5
5.2 为何电流过载.....	6
5.3 为何电位过载.....	6
5.4 电解池故障.....	7
5.5 检查参比电极.....	7
5.6 降低噪声干扰.....	7
5.7 其他类型故障.....	8
6. 保修与维修.....	8
6.1 附件.....	8
6.2 电路原理图.....	9
7. CS Studio 软件安装.....	10
7.1 驱动及软件安装.....	11
7.2 在线帮助.....	12
7.3 模拟电解池.....	12
8. 使用 CS Studio 软件.....	13
9. 系统设置.....	14
9.1 通讯设置.....	14
9.2 精度校准.....	14
9.3 定时测量.....	15
9.4 组合测试.....	16
9.5 自定义快捷键.....	17
9.6 扩展连接.....	18
9.7 选项.....	18
9.8 恢复默认设置.....	19
9.9 电极与电解池参数设置.....	19

9.10 仪器设置.....	21
9.11 保存测量参数.....	24
9.12 加载测量参数.....	24
9.13 查看参数设置.....	24
10. 稳态极化.....	24
10.1 开路电位.....	24
10.2 恒电位极化.....	26
10.3 恒电流极化.....	27
10.4 动电位扫描.....	28
10.5 动电流扫描.....	32
10.6 电位扫描阶跃.....	33
11. 暂态极化.....	35
11.1 任意恒电位阶梯波.....	35
11.2 任意恒电流阶梯波.....	36
11.3 恒电位阶跃.....	37
11.4 恒电流阶跃.....	38
12. 计时分析.....	40
12.1 计时电位法.....	40
12.2 计时电流法.....	41
12.3 计时电量法.....	42
13. 伏安分析.....	43
13.1 线性循环伏安.....	43
13.2 线性扫描伏安.....	46
13.3 阶梯循环伏安.....	48
13.4 方波伏安.....	50
13.5 差分脉冲伏安.....	52
13.6 常规脉冲伏安.....	54
13.7 差分常规脉冲伏安.....	57
13.8 交流伏安.....	59
13.9 二次谐波交流伏安.....	60
13.10 傅里叶变换交流伏安.....	62
14. 电流检测.....	63
14.1 差分脉冲电流检测.....	63
14.2 双差分脉冲电流检测.....	65
14.3 三脉冲电流检测.....	67

14.4 积分脉冲电流检测.....	69
15. 溶出伏安.....	71
15.1 电位溶出分析.....	71
15.2 线性扫描溶出伏安.....	73
15.3 阶梯溶出伏安.....	74
15.4 方波溶出伏安.....	75
15.5 差分脉冲溶出伏安.....	76
15.6 常规脉冲溶出伏安.....	77
15.7 差分常规脉冲溶出伏安.....	78
16. 交流阻抗.....	79
16.1 阻抗~频率扫描.....	79
16.2 阻抗~时间扫描.....	82
16.3 阻抗~电位扫描.....	83
17. 充放电测试.....	85
17.1 电池充放电.....	85
17.2 恒电流充放电.....	87
17.3 恒电位充放电.....	88
17.4 恒电位间歇滴定技术.....	90
17.5 恒电流间歇滴定技术.....	91
18. 双恒测量.....	92
18.1 氢扩散测试.....	92
18.2 盘环电极测试.....	95
19. 扩展测量.....	97
19.1 电化学噪声.....	97
19.2 数字记录仪.....	99
19.3 电化学溶解/沉积.....	100
19.4 控制电位电解库仑法.....	101
19.5 动电位再活化法.....	102
19.6 溶液电阻测试.....	103
19.7 循环极化曲线.....	104
20. 图形显示.....	105
20.1 .cor 文件图形显示.....	105
20.2 .z60 文件图形显示.....	107
21. 数据分析.....	110
21.1 数据导出.....	110

21.2	曲线拟合.....	110
21.3	伏安分析.....	115
21.4	数据处理.....	119
21.5	分析工具.....	121
21.6	数据滤波.....	123
21.7	删除数据.....	124
21.8	阻抗谱分析.....	124
22.	窗口与帮助.....	129
22.1	窗口.....	129
22.2	帮助.....	130
23.	腐蚀电化学实验.....	131
23.1	缓蚀剂快速评价实验.....	131
23.2	溶液电阻补偿实验.....	132
24.	电分析实验.....	135
24.1	铁氰化钾在玻碳（金、铂）电极上的氧化还原.....	135
24.2	Cd^{2+} 离子在汞电极上的氧化还原.....	136
24.3	铁氰化钾在玻碳（金、铂）电极上的常规脉冲.....	137
24.4	Cd^{2+} 离子在汞电极上的常规脉冲.....	138
24.5	铁氰化钾在玻碳（金、铂）电极上的差分脉冲伏安.....	138
24.6	利用交流阻抗研究缓蚀剂对铁电极在盐酸中的缓蚀行为.....	138
25.	联系方式.....	140

安全事项

接地

请务必保证电化学工作站良好接地，这是仪器安全的基本要求，也是提高仪器抗干扰能力的重要保证。本电化学工作站通过电源插头的接地线接地。如果电源所接插座没有接地线，则可通过仪器后面板标有“GND”的接线孔实现接地。

安全

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。

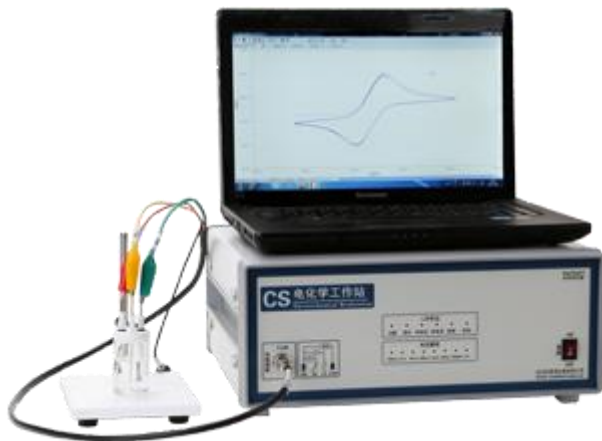
（2）本仪器通电前，用户务必确认电源插座有良好接地线。良好的接地不但可增强电磁屏蔽和抗干扰能力，而且也是保证电气使用安全的必要条件。本仪器由 220V 交流市电供电，用户必须确保供电电压稳定。若供电电压不稳定，应加装稳压电源。用户还必须确认在本仪器附近没有与其共用电源的大功率或瞬间大电流的用电设备，以防止来自电源耦合的强干扰。

第一部分 CS 系列电化学工作站

1. 概述

CorrTest 电化学测试系统由 CS 系列电化学工作站（恒电位/恒电流仪）和 CS Studio 软件组成，为涉及能源、材料、生命科学、环保等领域的科技工作者提供了优秀的科研平台。

CS 系列电化学工作站由高品质 CMOS 和 BiFET® 集成电路组成，具有控制精度高、响应速度快、性能稳定、结构紧凑、自动化程度高的特点，该系统内置高速微控制器和高精度 24bit 双路 AD 转换器，可以实现高精度的数据采集，通过 USB 端口与 Windows 系统的电脑进行通讯。



CS 系列工作站内置 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 1MHz~10μHz，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~±2.5V 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。CS350H 电化学工作站还可输出正弦波、方波、三角波、锯齿波、脉冲波等，输出频率 0~100KHz。CS 系列仪器均具有按设定时间间隔自动定时测量的功能。

CS 系列工作站还具有较强的电分析功能，包括线性扫描伏安、线性循环伏安、阶梯循环伏安、差分脉冲伏安、常规脉冲伏安和方波伏安分析等，配合玻碳电极可广泛用于痕量重金属和有机物的测定，特别是环境样品的检测分析。

CS2350H 双恒电位仪内置两套恒电位/恒电流仪，可用于旋转圆盘圆环电极测试和氢原子扩散系数测量。

CS 系列工作站内部 MCU 控制程序采用了 IAP 在线下载方式，内核升级可以通过 Internet 进行传送并通过 USB 下载，让仪器内核升级更加快捷方便。

2. 技术指标

模拟部分：

恒电位控制范围：±2.5V，±5.0V，±10V；控制精度：0.1%×满量程读数±1mV；

恒电流控制范围：-2A~+2A；控制精度：2A~200nA 0.1%×满量程读数,200nA~2nA 1%×满量程读数

最大输出电流：±2A（短时），±1.6A（长期）；

输出槽压：±21V；

输入阻抗：>10¹²Ω||20pF；

信号响应速率：>1μs；最大扫描速率：>10000V/s；

电流测量范围：0~±2.0A，分10档量程（2nA~2A）；

阻抗测量范围：1MHz~10μHz。

数字部分：

通讯接口：USB 接口；

外控接口：控制旋转圆盘电机或者石英晶体微天平；

数据分辨率：AD 双路 16~24bit，DA 双路 16bit；

转换时间：10μs；

电位测量范围：±2.5V，±5.0V，±10.0V；电位测量精度：3μV；

电流测量范围：±2A；电流测量精度：1pA；

电源：交流 220V/50Hz±10%；功耗：<100W

体积：36 厘米（宽）×30 厘米（深）×14 厘米（高）；重量：6.5 公斤；

工作环境条件：温度-10~40℃，相对湿度<75%。空气中无强烈腐蚀性气体。

3. 面板说明

本仪器前面板元件布置如图 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）。

绿色护套夹中包括两根导线：电流线和电位线，这种设计主要是为避免导线压降引起的电位测量和控制误差。

过载指示灯——指示灯亮表明输出电流已超过设定量程满刻度值的 120%。

极化指示灯——指示灯亮表明电极处于极化状态。

电流量程指示灯——绿色指示灯显示当前电流量程。

恒电位/恒电流指示灯——恒电位仪的工作方式。

滤波指示灯——硬件滤波开关，亮起表明打开滤波器，这可以降低仪器带宽，提高稳定性。

电源开关——向上按“开关”，电源打开，指示灯亮。

本仪器后面板元件布置如图 1.2 所示。



图 1.2 CS 系列工作站后面板电源及接口

AC220V 电源端口 ——附带保险丝的交流 220V 电源插座，底部盒内为 1A 保险丝。

接地选择开关——拨到“浮地”则工作站的工作电极引线 with 仪器外壳完全电隔离，可用于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。拨到“接地”，则工作站的工作电极与仪器外壳（接地）连接，此时设备的抗干扰能力较强。

外控接口——用于同步控制外部搅拌器，电机转速等，或者作为频率计对外部信号进行频率测试（可外接石英晶体微天平）。

USB 接口——计算机与恒电位仪的通讯端口，用户需将 USB 电缆线的一端插入电脑主机，另一端插入工作站上此插口。

模拟输入输出——仪器的模拟输入输出扩展端口。其中 P1 脚可输出模拟波形，如锯齿波、正弦波等；P2 为公共接地端口，为所有输出信号的接地点；P3、P4 用于记录外部模拟信号，如记录外部的温度和 pH 传感器信号等。

4. 使用方法

- ① 初次使用工作站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 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 软件显示的开路电位值合理，即可进行测试。
- ⑤ 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。

4.1 盐桥的制备

把 3g 琼脂、10g KCl 和 30mL 水加入烧杯中，再将烧杯放在石棉网上加热至 80°C。加热过程，用玻璃棒搅拌至全部固体溶解，并尽量减少溶液中的气泡。关闭加热，趁热把鲁金毛细管的尖端插入琼脂溶液中，用洗耳球从鲁金毛细管的上端将琼脂溶液匀速吸入管中，至上端较粗玻璃管部分，此过程要保证无空气被吸入到毛细管内。琼脂冷却之前，将参比电极插入琼脂内。待琼脂温度降低后，再从鲁金毛细管上端加入一定量的饱和 KCl 溶液。溶于琼脂中的 KCl 将部分析出，玻璃管中出现白色的斑点，这样装有琼脂凝胶的鲁金毛细管叫做盐桥。

注意：如果盐桥内琼脂干涸，请注意及时更换，否则电路不通或阻抗过大，会引起严重的电流或电位振荡现象。另外，如果参比电极内 KCl 完全消失，也请及时补充固体 KCl。

对于 Cl^- 敏感的体系，不能采用含有 Cl^- 的盐桥，可以用 K_2SO_4 或 KNO_3 代替 KCl 制备盐桥。

4.2 电偶腐蚀/电化学噪声测量

电偶电流测量采用零阻电流计方式进行。将工作（电偶）电极（WEI）连接到电极电缆线中的工作电极线（绿色护套夹），工作（电偶）电极（WE II）则直接与电极电缆线的接地线相接（黑色护套夹），参比电极（如 SCE）接到参比电极线（黄色护套夹）上。运行 CS Studio 软件，选择“扩展测量”——“电化学噪声”测量方法，即可观察电偶电流或电偶电位。电流读数为正表示工作电极引线所接的试样（WE I）为电偶对的阳极，接地线所连接的试样（WE II）为阴极，电流由 WE I 流向 WE II；反之亦然。

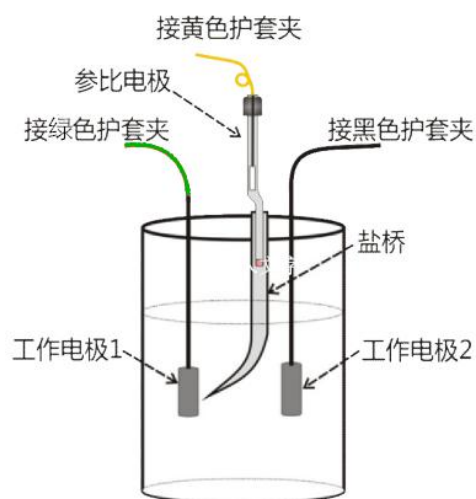


图 1.3 电偶腐蚀测量连接图

5. 故障分析与排除

5.1 工作站检验

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。如下图 1.4 所示。

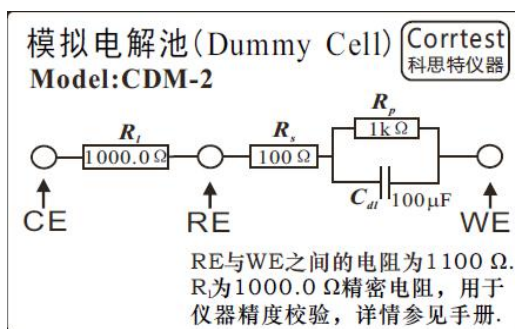


图 1.4 模拟电解池

- (1) 打开工作站电源。
- (2) 将绿色护套夹（工作电极）夹在模拟电解池的 WE 接线端子上，黄色护套夹（参比电极）夹在 RE 端子上，红色护套夹（辅助电极）连接到 CE 端子上。根据恒电位仪的基本特性，在改变给定电位时，参比电位应始终等于给定值，输出电流则服从欧姆定律 $I = \text{参比（给定）电位} / R$ （ R 为 WE 与 RE 之间的电阻值，即 1100Ω ）。
- (3) 启动 CS Studio 软件，将电极电缆线接到模拟电解池上（一个白色的小盒子），这时开路电位应该约为 $0V$ 。用恒电位极化测试，设定极化电位 $1.1V$ （相对参比），然后开始测试。测试时选择电压——时间坐标，纵坐标电压应该显示 $1.1V$ 左右；选择电流——时间坐标，纵坐标电流应该显示 $1mA$ 左右；如果发现偏差很大，说明仪器有问题，请及时与我们联系。

5.2 为何电流过载

- (1) 流经 I/E 转换器的电流超过电流量程范围时。
- (2) 使用自动量程时，当测试电流超过量程范围，电子线路需要一定的时间转换到高量程，在转换的过程中出现电流过载。
- (3) “过载”指示灯频繁闪烁表明有高频噪声干扰。
- (4) 不良的参比电极、高电容体系、电极的连接问题均可能导致电流过载问题。

5.3 为何电位过载

- (1) 参比电极与工作电极之间的最大电压超过 $\pm 10V$ 。
- (2) 工作电极接触不良、或电极与电解液未接触。
- (3) 在恒电流模式下的充放电体系（燃料电池、电池）。
- (4) 恒电位仪的槽压——施加于工作电极与对电极上的最大电压（功率放大器的最大输出电压）大于 $21\sim 25V$ （依仪器型号而定）而过载。
- (5) 参比电极损坏或参比电极未连接好。
- (6) 高阻有机体系（需要克服高 IR 降）。
- (7) 参比回路的高阻抗导致仪器反馈电路工作不稳定，可以将虚地模式改为实地模式，详见第 9.9.6 接地模式。

5.4 电解池故障

电解池特别是盐桥往往是噪声的发源地，是检查的重点，主要故障包括：

(1) 参比电极回路是否存在断路或电阻过大的问题；鲁金毛细管中的气泡，玻璃塞盐桥的高阻抗，参比电极管中液面太低等都经常是故障的原因。

(2) 检查工作、辅助以及参比电极的引线是否接触不良。引线腐蚀往往导致接触不良，漆包线未刮掉漆皮，引线长期弯折导致电缆线护套内暗断等，均会导致电路不通或电路震荡。另外，鲁金毛细管离电极表面过近也是引起系统振荡的常见原因。

(3) 有时无明显迹象，但实验结果反常，这时也要检查整个装置及电解池，确保设备无误。

5.5 检查参比电极

用一个新填充过的参比电极（与待测参比电极同型号），电极底部的微孔陶瓷先在去离子水中浸透。假定它的电位值是正确的，并将它与待测参比电极放入装有饱和 KCl 溶液的小烧杯内，用工作站或者数字电压表测量两支参比电极间的电位差，如果电位差大于 10mV，待测的电极须更换填充液或直接换新的电极。

5.6 降低噪声干扰

解决办法：

- (1) 确认参比电极的微孔陶瓷处于良好浸透状态，以降低参比电极的阻抗。
- (2) 确认盐桥是导通的，盐桥内琼脂液面浸没参比电极底端，尖端与工作溶液良好接通。
- (3) 打开系统的滤波器来增加系统稳定性。
- (4) 若由于增加的溶液阻抗产生的噪声而无法避免，可用一根铂丝与参比电极并联，将铂丝的一端浸入工作溶液中，另一端通过一个 100nF 的电容器与参比电极的输出端相连；可降低参比回路的交流阻抗，提高稳定性。如图 1.5 所示。

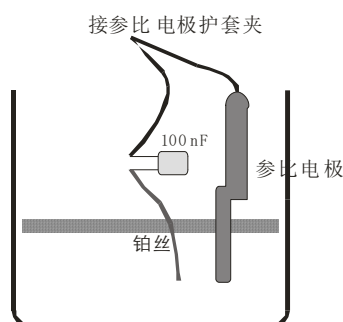


图 1.5 参比电极并联铂丝降低参比回路阻抗

- (5) 实验中所用的设备包括计算机等严格接地，并采用单独的地线，如果没有合适的地线，应该用一个粗铜线将计算机接到导电的金属管上。

(6) 关闭环境干扰源，如大功率电源、计算机监视器、搅拌器、荧光灯等。

(7) 使用法拉第屏蔽箱，并将法拉第屏蔽箱良好接地。

消除噪声是一件复杂而精细的工作，必须通过分析噪声的性质和产生的原因确定来源后才能采取有效的消除措施。参数设置不当有时也会引入噪声，如阻抗测试时，有人习惯于按 1000KHz，10KHz，1KHz 方式设定高频界限，这时，有些区域的采样频率刚好是 50Hz 的倍频，便毫无阻碍地将工频噪声采集下来。因此，阻抗扫描时最好避开这些频率。

5.7 其他类型故障

故障现象	原因分析	排除方法
开机无显示	(1) 电源未接通	接通电源
	(2) 仪器后面板插座内 1A 保险管断路	重新安装或更换保险管
无电流输出	(1) 电极电缆线断路或接线不良	检查电极电缆线，排除故障
	(2) 工作或辅助铂电极内部出现虚焊	用万用表测量检查电极引线到电极表面之间的电阻
使用 USB 接口设备出现通讯故障	(1) USB 电缆线接触不良 (2) USB 端口供电不足 (3) 电源地线没接地或接地不良	更换新的优质 USB 电缆线 重新插拔一次 USB 电缆线 将 PC 机外壳接大地

6. 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。

6.1 附件

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

6.2 电路原理图

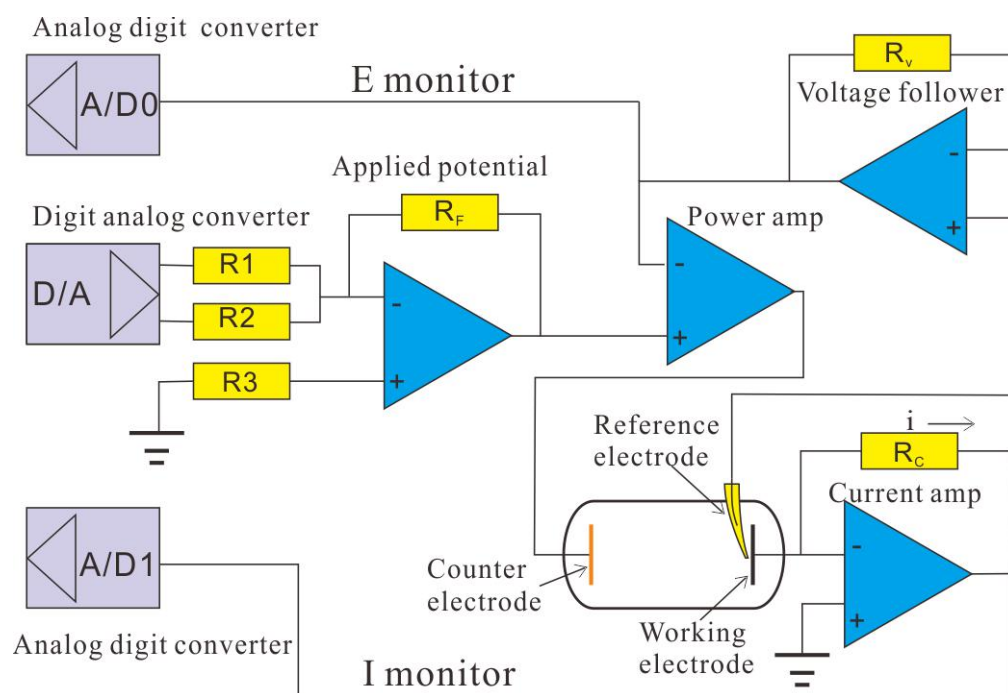


图 1.6 电化学工作站（恒电位仪）原理图

第二部分 CS Studio 软件

7. CS Studio 软件安装

CS Studio 软件能完成开路电位监测、恒电位（流）极化、动电位（流）扫描、CV、DPV、NPV、DNPV、SWV、交流伏安、溶出伏安、任意恒电位（流）阶梯波、恒电位（流）阶跃，以及电偶腐蚀、频率扫描电化学阻抗、时间扫描阻抗测试等多项测试功能，能对溶液电阻进行实时或软件补偿。

CS Studio 软件可采用线性极化、弱极化来连续测量材料的瞬时腐蚀速度；通过对极化曲线进行电化学解析，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} ，根据用户所设置的电极参数，还可以算出腐蚀速率 v_{corr} 和缓蚀率等。此外，通过电位或电流阶跃方法，还可以测量界面双电层电容 C_{dl} 以及溶液（混凝土）电阻 R_s ，并能实现图形和数据实时同步显示。另外，该软件还可作为最多 2 路外部信号记录仪，用于同步记录 pH 值或温度等。



图 2.1 CS Studio 软件主界面

应用领域：

- (1) 金属材料在介质（包括水，混凝土等环境）中的电化学测试。
- (2) 缓蚀剂、涂层、以及阴极保护效率评价。
- (3) 实验室和现场的电化学及腐蚀测试。
- (4) 常规电化学测试，包括电合成、电镀和一般电池性能。

CS Studio 软件所需系统配置：

- (1) Windows7 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。

7.1 驱动及软件安装

(1) 将 USB 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) 打开电化学工作站电源，插入安装光盘或 U 盘，内容如下图 1，进入“软件安装程序”文件夹，右键点击“Setup.exe”文件以管理员身份运行，如下图 2.2 所示。

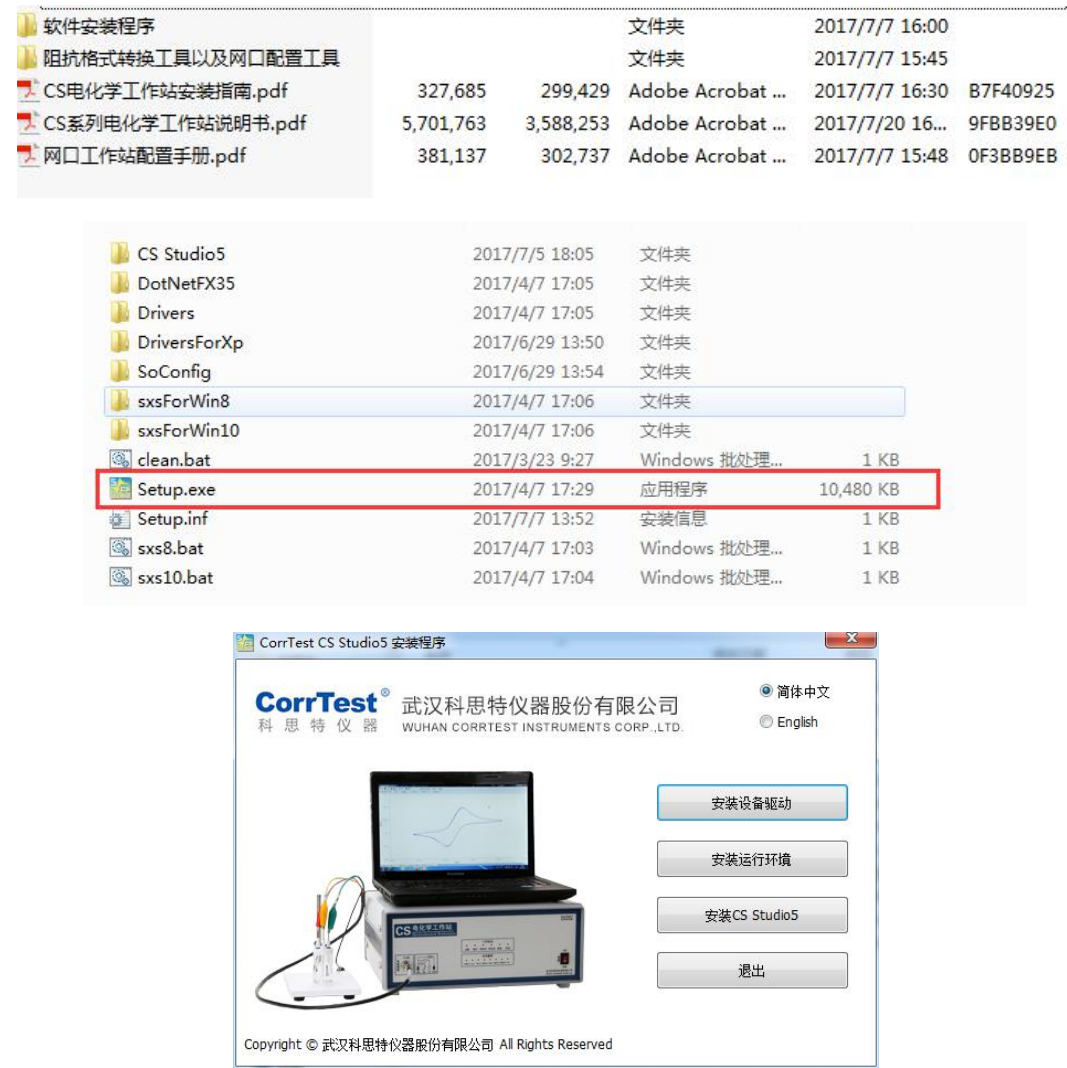


图 2.2 安装程序界面图

(3) 首先点击“安装设备驱动”，安装驱动过程中直接点击“下一步”即可安装完成。正确安装驱动程序后，进入到设备管理器中“端口(COM 和 LPT)”下应出现“Silicon Labs CP210x USB to UART Bridge(COM x)”，“COM x”即为 CP210x 虚拟的 COM 端口号，如图 2.3 所示。

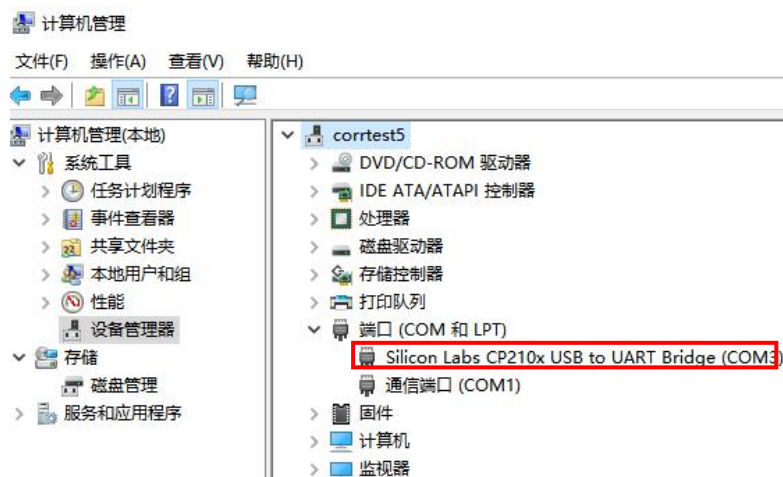
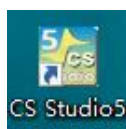


图 2.3 USB 驱动正确安装后设备管理器端口

(4) 点击“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，按照提示安装完成即可。

(5) 点击“安装 CS Studio5”安装测试软件，CS Studio 软件将安装在用户指定的硬盘目录中，并在桌面创建一个“CS Studio5”快捷方式（如下图）。安装完成后退出安装程序。



(6) 先开仪器前面板电源开关，再运行程序，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，USB 电缆线长度小于 3m。

(7) 如果测试过程中出现通讯故障，请重启电化学工作站，再次运行软件即可。

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

7.2 在线帮助

“帮助”文档中包括安装和使用 CS Studio 软件的所有信息，帮助文件中带有主题索引和关键词索引，您可以从中有选择地阅读。此外，帮助文档还支持 F1 热键和上下文敏感功能。

在本文档中，需要用户去点击的菜单命令均列在主题前面，例如，点击“文件”菜单，则可激活其下拉菜单“打开”，“保存”等。字母“F”带有下划线，用户也可通过按住 Alt 和 F 键来选中该菜单。

7.3 模拟电解池

如果您对各项电化学测试的工作方式不熟悉，请阅读化学工业出版社的《电化学测试技术》一书。

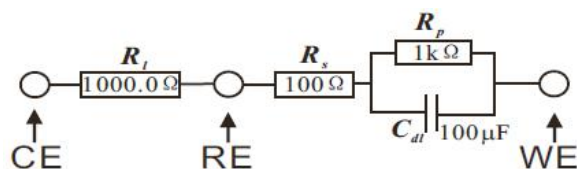


图 2.4 模拟电解池电路图

为使您第一次使用 CorrTest® 电化学测试系统时能顺利完成各项操作，希望您在正式测量前使用如图 2.4 所示的模拟电解池来进行测试，也可以用 CS 系列恒电位仪自带的模拟电解池测试，以检验电化学工作站测试系统工作是否正常。

8. 使用 CS Studio 软件

CS Studio 软件界面每一项菜单中，其右侧大多有快捷键，如“开路电位（O）”右侧有“F2”，表示点击该菜单或者按“F2”功能键都能打开该对话框。CS Studio 软件在主菜单下面有一行工具栏，通过点击相应的按钮，可以完成与菜单相同的工作，当鼠标停留在工具栏的按钮上时，CS Studio 软件会有文本信息提示。CS Studio 软件支持鼠标右键的功能，当用户在主窗口上点击鼠标右键时，会弹出“测试方法”菜单，这样更方便用户操作。每当测试开始后，工具栏中的“Stop”按钮就被激活，您可以点击该按钮来停止测试。当测试结束后，该按钮就变成灰色。

文件

该系列菜单用来管理和打印工程图形文件，在图标工具栏中有与之对应的功能按钮。

打开文件

该菜单可以用来打开数据文件，并可对文件进行查看和数据分析。

新建工程

该菜单可以在前端新建一个工程窗口，原工程窗口不会被关闭或者替换。

打开工程

该菜单可以用来打开 csp 结尾的工程文件，并可对文件进行查看和数据分析。

保存工程

该菜单可以用来将工程窗口的文件保存为工程文件格式。

另存工程为

该菜单可以用来将数据文件或工程文件，另存为新的工程文件。

关闭工程

该菜单可以关闭用户已打开的工程窗口。没有文件打开时，该菜单不可用。

打印设置

该菜单用来设置打印输出的格式。

打印

该菜单将用户打开文件的图形区域输出到打印机。

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真的退出。

9. 系统设置

9.1 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。

9.2 精度校准

菜单位置：“系统设置”→“精度校准”（注：此校准需要高精度的电阻，如需校准，请联系科思特技术支持人员）。

用于电化学工作站的测量误差的调整，通过相应的按钮，可以调整工作站的输出电压的准确度，采样数据值的精度等参数，调整前，需要配置一台精度至少 5 位半的数字多用表。



图 2.5 工作站的精度校准界面

9.2.1 误差校正

校正系数的设定必须按照给定条件并按步骤执行，零点校正必须在斜率校正之前。具体的操作过程如下：

零点校正

(1) 在图 2.5 所示窗口中，点击“工作站”控件，将电流量程设定 2mA 档，将电压设定为±2.5V，滤波器设定为 2.2nF。

(2) 将测量电极线的 WE 与 RE 短接，CE 悬空。

(3) 获取 AD 零点（采样电压值与电流值），点击“零点校正”按钮，即可完成。

斜率校正

(1) 将测量电极线的 WE 与 RE 之间接入标准 $1\text{K}\Omega(\pm 0.1\%)$ 的精密电阻，将 CE 与 RE 短接。

(2) 将 DA0 输出设定为 1V，DA1 的输出设定为 0，按“自然”切换到“极化”状态，点击“斜率校正”按钮即可完成。

9.3 定时测量

菜单位置：“系统设置”→“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，使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。

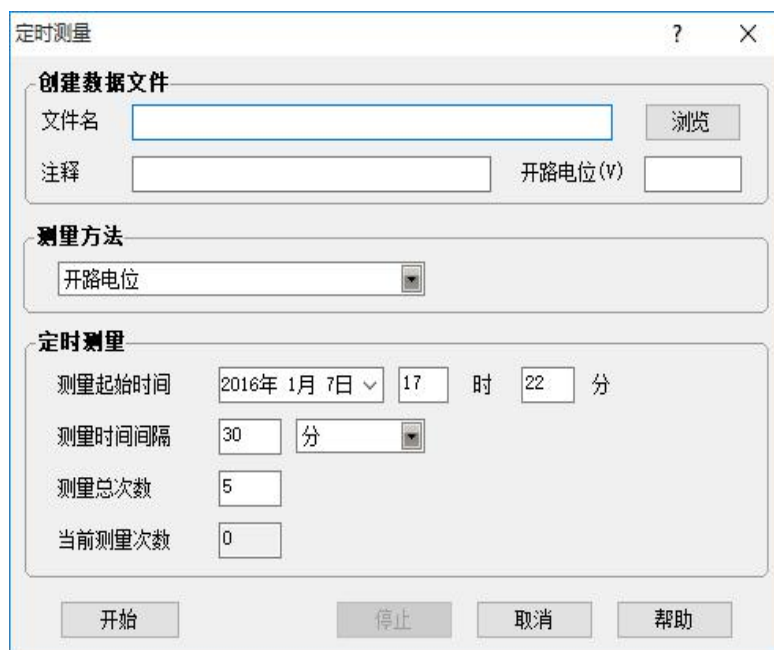
在测试开始前，“确定”按钮为无效状态，只有当用户指定一个有效的文件名后，“确定”按钮才被激活。此后所有数据将保存在用户指定的文件夹中。

创建数据文件

文件名——设定 CS Studio 保存测量数据的文件名。对于定时间的长期测量，文件名自动开始以递增的数字来保存数据文件（abc_1.cor, abc_2.cor,），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。

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。



该对话框用于配置定时测量的参数。它包含三个主要部分：创建数据文件、测量方法和定时测量。底部有开始、停止、取消和帮助按钮。

创建数据文件	
文件名	
注释	
开路电位 (V)	

测量方法	
测量方法	开路电位

定时测量	
测量起始时间	2016年 1月 7日 17 时 22 分
测量时间间隔	30 分
测量总次数	5
当前测量次数	0

开始 停止 取消 帮助

图 2.6 定时测量的参数设置

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。

按“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。

按“帮助”按钮则打开相应的帮助信息。

9.4 组合测试

菜单位置：“系统设置”→“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。

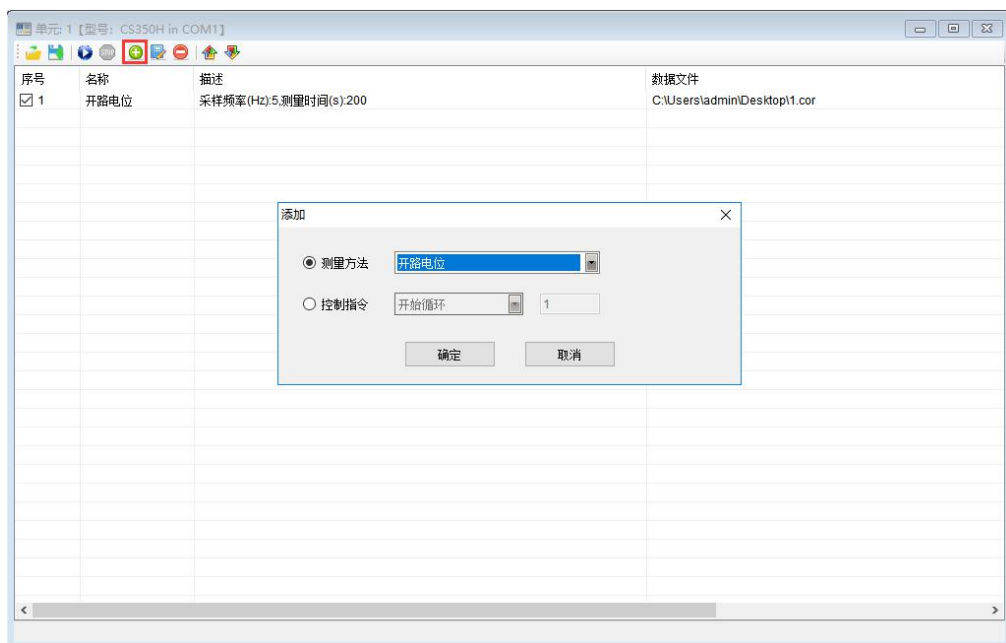


图 2.7 组合测试的参数设置

点“添加”按钮可以在下面的列表上添加一个测试方法或者控制指令。“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。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。



图 2.8 通道单元操作

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 2.9 所示。点击“开始”，软件即从序号 1~4 依次执行命令，点击测试方法或指令前面的“对勾”可以选择指定的测试方法或指令。用户可以保存该方案，之后通过“加载方案”即可重新调用。

序列号: CS3501512249 【型号: CS350 in COM4】		
加载方案 保存方案 开始 停止 添加 修改 移除 上移 下移		
序号	名称	描述
1	开始循环	当前循环开始的标记,圈数:1
2	恒电位极化	极化电位(V):1.1,极化时间(s):200,采样频率(Hz):5[D:出厂检测
3	恒电流极化	极化电流(mA):-0.2,极化时间(s):200,采样频率(Hz):5[D:出厂检测
4	结束循环	循环结束的标记

图 2.9 测试方案

用户可以添加不同的测量方法,每种测试方法都可以修改参数,同时可以设置循环次数。设置好测量方法和控制指令后,点击确定按钮,仪器就会按照自定义的要求自动测量并保存数据。该模式主要是让仪器按照用户自定义的组合方式测量,高效便捷。

9.5 自定义快捷键

菜单位置：“系统设置”→“自定义快捷键”。

自定义快捷键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。

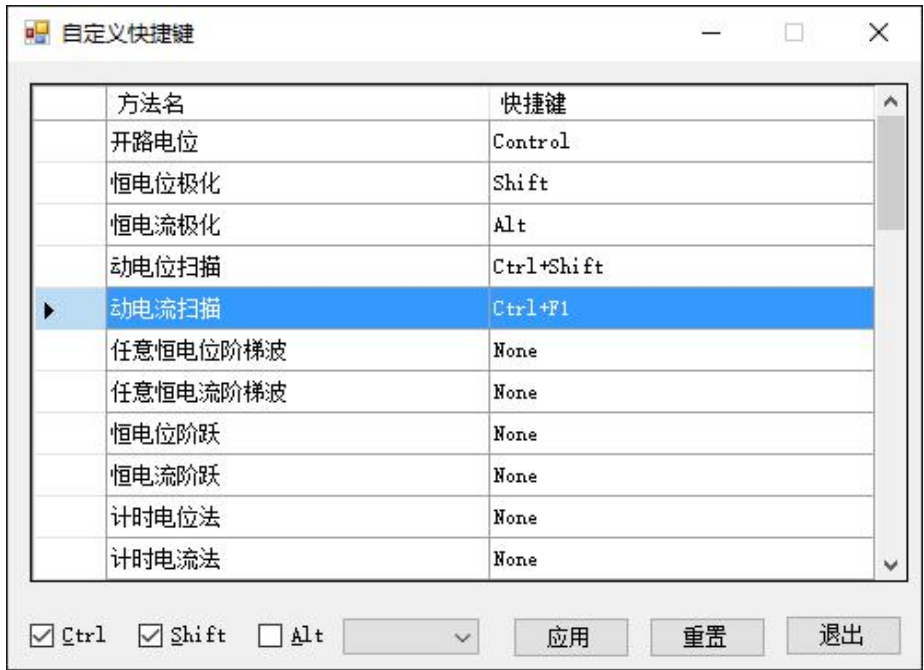


图 2.10 自定义快捷键的参数设置

9.6 扩展连接

菜单位置：“系统设置” → “扩展连接”。

当工作站单独使用时，不需要选择扩展功能，选中“无”单选框；当工作站与 CS1005 联用时，选中“CS1005 大电流扩展器”单选框；当工作站与 CS1120 联用时，选中“CS1120 大功率扩展器”单选框。

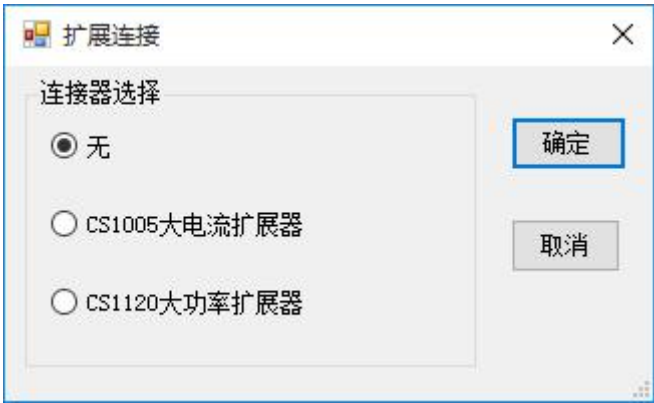


图 2.11 扩展连接的窗口

9.7 选项

菜单位置：“系统设置” → “选项”。

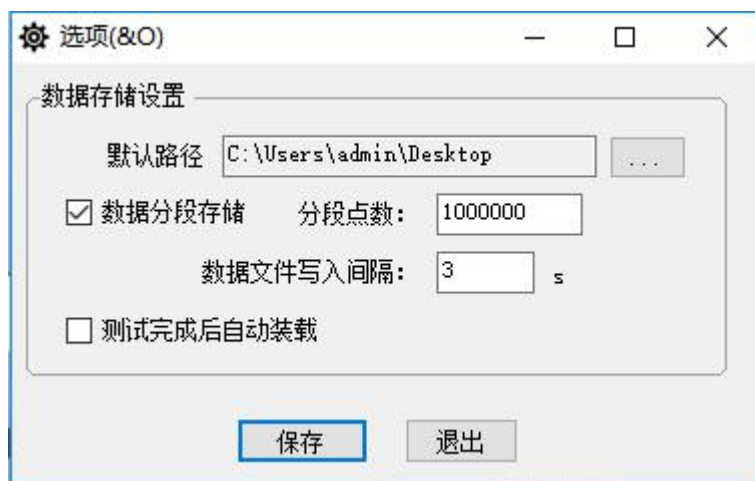


图 2.12 选项窗口

此选项可以更改默认存储位置，我们仪器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 $1E4 - 1E10$ ，默认为 1000000。更改设置好后保存可以保存更改参数。

9.8 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 2.13 恢复默认设置的窗口

9.9 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，比如电极面积、材料密度和温度等。其中电极面积、材料密度和材料电化学当量这三个参数会对测试及拟合结果有影响，设置时需按实际情况设定；温度和参比电极类型这些参数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试验的测试条件，同时这些信息也作为腐蚀速率计算的必要参数，如图 2.14 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 2.14 电解池参数设置

9.9.1 活动通道

对于多通道恒电位仪，用户可选择不同的工作通道（电解池），每个通道均保存一套完全独立的电极及电解池参数。如果使用 CS 系列单通道工作站，则仅有通道 1 的选项可用。如果是多通道工作站，则会显示每个通道的参数。



图 2.15 多通道电极与电解池参数设置

9.9.2 电极参数

“开启通道”选项，对于单通道工作站，该选项默认选中且为灰色状态。

“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 $55.84/2=27.92\text{g}$ 。

“活动通道”：对于单通道工作站，该下拉框自动设为通道“1”，表明只有一个通道。

9.9.3 电解池参数

“参比电极”为下拉式输入框，用户可以选择“SCE”、“SHE”、“AgCl”、“HgSO₄”等参比电极类型。也可以自定义参比电极，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。

“温度”为当前电化学反应的温度，单位为℃。

“Stern B 值”为电极在电化学反应中的 Stern-Genry 值，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。

按“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。

按“取消”不保存当前参数，并退出该对话框。

按“帮助”按钮打开相应的帮助信息。

9.10 仪器设置

本对话框让用户选择电流过载的保护方式、信号的输入输出范围以及扫描延迟时间，并可对实测数据进行实时数字和模拟低通滤波。

要进入仪器设置，可以从菜单“测试方法”中的任意子菜单（如动电位扫描），点击参数设置界面图标进入。



图 2.16 工作站参数设置

9.10.1 电位极化范围

电位极化范围可以是±2.5V，±5.0V，±10.0V，默认值是±2.5V。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±2.5V 内，可

以选择“ $\pm 2.5\text{V}$ ”选项，但如果被测体系的电位超过 $\pm 2.5\text{V}$ 时，则必须选择量程“ $\pm 5\text{V}$ ”或“ $\pm 10\text{V}$ ”。

9.10.2 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设定电流量程的 120%时，则 CS Studio 软件将使恒电位仪自动断开极化。

如果选择自动切换，则左边已变成浅灰色的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“自动切换”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”检查框，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。

9.10.3 OCP 稳定

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。

9.10.4 等待时间

输入具体数值或者拖动下面的滑块可以改变扫描延迟时间，最长延迟时间为 1000 秒。设置扫描延迟时间是为了让测量的电流稳定下来，特别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延迟一段时间，让电流稳定，具体要求视体系而定。



图 2.17 测量等待窗口

在此窗口弹出之前，恒电位仪已处于极化状态，但没有进行扫描，只是在当前窗口中显示测量通道、极化电位与电流。此时，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，如果想放弃本次操作，点击“取消”即可。

如果极化测试中电流量程设定为“自动切换”，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“手动切换”，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 CS 系列恒电位仪从“极化”切换到“自然”状态。

9.10.5 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有较强的溶液电阻 R_s （特别是当测试混凝土或带涂层试样时），必须加以补偿。溶液电阻测试可以通过恒电流阶跃或溶液电阻测量法来进行。测量的溶液电阻值输入到反馈补偿栏，随后的测量就可对 IR 降进行补偿了。

9.10.6 接地模式

对于恒电位仪来说，工作电极有“虚地”和“实地”两种模式。虚地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，必须选择虚地模式。实地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，选择实地模式，可以提高高频响应特性。

9.10.7 极性规则

该选项设定数据中“正”或“负”电位/电流代表阳极极化还是阴极极化，如果选择“ (O^{2+}) ”，则更正的电位产生更强的氧化驱动力；同样地，选择“ (O^{2+}) ”，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+1.23V（相对氢标电极）时析出氧气；如果选择“ (O^{2-}) ”，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-1.23V（相对氢标准电极）时析出氧气。

9.10.8 滤波器设置

滤波器设置可以改变恒电位仪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。

如果所有滤波器全部关闭，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，可能会引起震荡。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会发生振荡（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（虚地模式），或者 0~1nF（实地模式）。

数字平滑

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”。一般可以选中数字平滑。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。

9.10.9 陷波器

当勾选“工频陷波器”并选定工频频率后，工作站进行测试时，即可抑制所选工频的干扰。

9.11 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。

9.12 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  图标即可打开某次测试的测量参数。

9.13 查看参数设置

打开测试数据文件后， 图标会由灰色  变为绿色 ，点击该图标，会弹出测试该数据文件时的参数设置界面，可查看参数设置。

10. 稳态极化

10.1 开路电位

菜单位置：“测试方法”→“稳态极化”→“开路电位”。

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。

在测试开始前，确定按钮为无效状态，只有当用户指定一个有效的文件名后，“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。

开路电位输出框显示当前的开路电位值（每秒钟刷新一次）。

10.1.1 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。

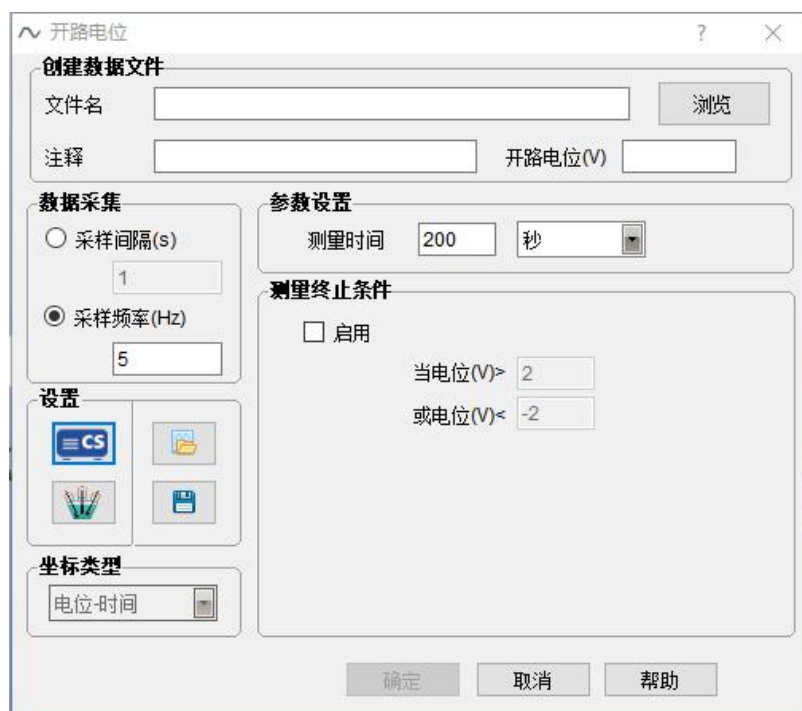


图 2.18 开路电位设置窗口

10.1.2 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”。

10.1.3 数据采集

设定采集数据的频率、时间间隔等信息。“采样间隔”和“采样频率”两种方式二选一。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。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；软件会自动用最高允许次数取代指定值。

10.1.4 工作站

点击该按钮，将打开仪器设置窗口，您可以改变其中的一些设置，不过对于开路电位测量，只有信号增益和数字平滑对测量结果有影响。详情请参见 9.9 节。

10.1.5 电解池

点击该按钮，将打开电极与电解池参数设置窗口，您可以改变电极面积、参比电极型号等，但对于开路电位测量，这些参数不改变测量结果。详情请参见 9.8 节。

10.1.6 测试终止条件

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。

10.1.7 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”。

按“确定”按钮则退出该对话框，并进入测试等待界面，同时 CS Studio 软件会保存您所设定的参数，即当您再次进入该对话框时，所有参数均为到上一次的设定值。

按“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。

按“帮助”按钮则打开相应的帮助信息，点击对话框右上角“？”，可获得相应帮助信息。

10.2 恒电位极化

菜单位置：“测试方法”→“稳态极化”→“恒电位极化”。

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）。

10.2.1 创建数据文件

文件名是 CS Studio 保存恒电位极化数据的文件名，详情请参见 10.1.1 节。

10.2.2 参数设置



恒电位极化设置窗口包含以下部分：

- 创建数据文件**
 - 文件名：[输入框]
 - 浏览：[按钮]
 - 注释：[输入框]
 - 开路电位(V)：-0.66088
- 数据采集**
 - ☐ 采样间隔(s)：1
 - ☒ 采样频率(Hz)：5
- 参数设置**
 - 极化电位(V)：0.2
 - 相对开路：[下拉菜单]
 - 测量时间：200
 - 秒：[下拉菜单]
- 设置**
 - CS Studio 图标
 - 文件夹图标
 - 数据文件图标
- 坐标类型**
 - 电流-时间：[下拉菜单]
- 测量终止条件**
 - ☐ 基于电流终止
 - 当电流(mA)>：250
 - 或电流(mA)<：-250
 - ☐ 基于电量终止
 - 当电量(Coul)>：10
 - 或电量(Coul)<：-10
 - ☒ 不启用
- 底部按钮：确定、取消、帮助

图 2.19 恒电位极化设置窗口

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, 则输入电位值为正值表示阳极极化, 负值表示阴极极化。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+ 开路电位值; 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正好为 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”。

10.2.3 数据采集

详情请参见 10.1.3 节。

10.2.4 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

10.2.5 测试终止条件

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。

10.3 恒电流极化

菜单位置: “测试方法” → “稳态极化” → “恒电流极化”。

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。

开路电位输出框显示体系的开路电位(每秒钟刷新一次)。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。

10.3.1 创建数据文件

CS Studio 保存恒电流极化数据的文件名, 详细解释请见 10.1.1 创建数据文件节。

10.3.2 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), 来改变极化电流的大小。

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”。

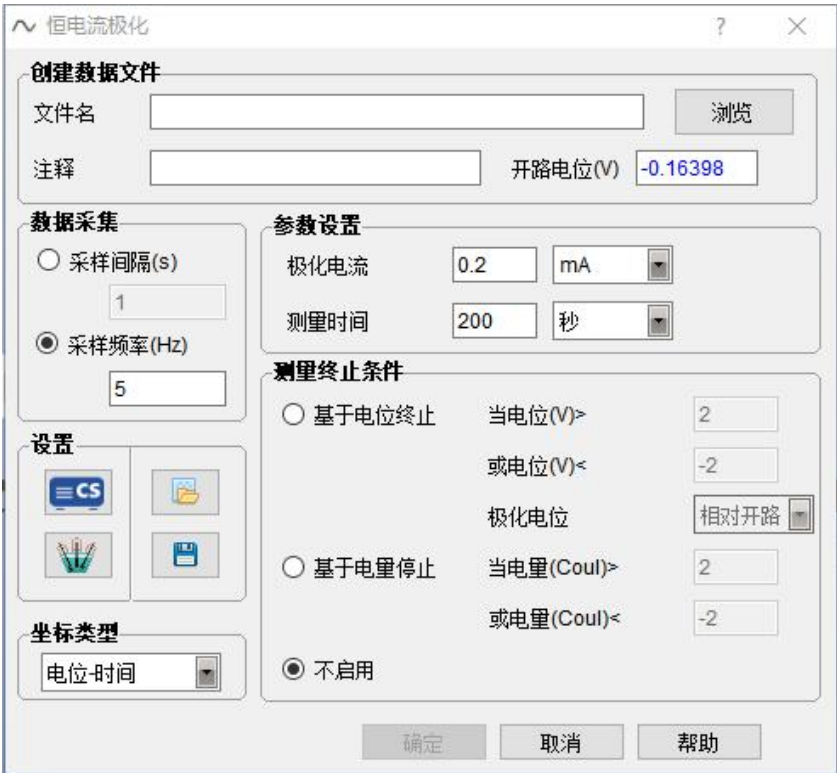


图 2.20 恒电流极化设置窗口

10.3.3 数据采集

详情请参见 10.1.3 节。

10.3.4 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。不过这里仪器设置中电流量程将会由软件根据用户输入的电流值自动设定，且测试过程中不会变化。

10.3.5 测试终止条件

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。

10.4 动电位扫描

菜单位置：“测试方法” → “稳态极化” → “动电位扫描”。

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。

开路电位输出框显示体系的开路电位（每秒钟刷新一次）。一般在进行正式扫描前，必

须等极化电流稳定后再进行，用户可以在点击“确定”按钮后观察该电流值的变化趋势，如果极化电流已经稳定，则可以点击扫描延迟窗口中的“立即开始”按钮。

10.4.1 创建数据文件

详情请参见 10.1.1 节。

10.4.2 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”。

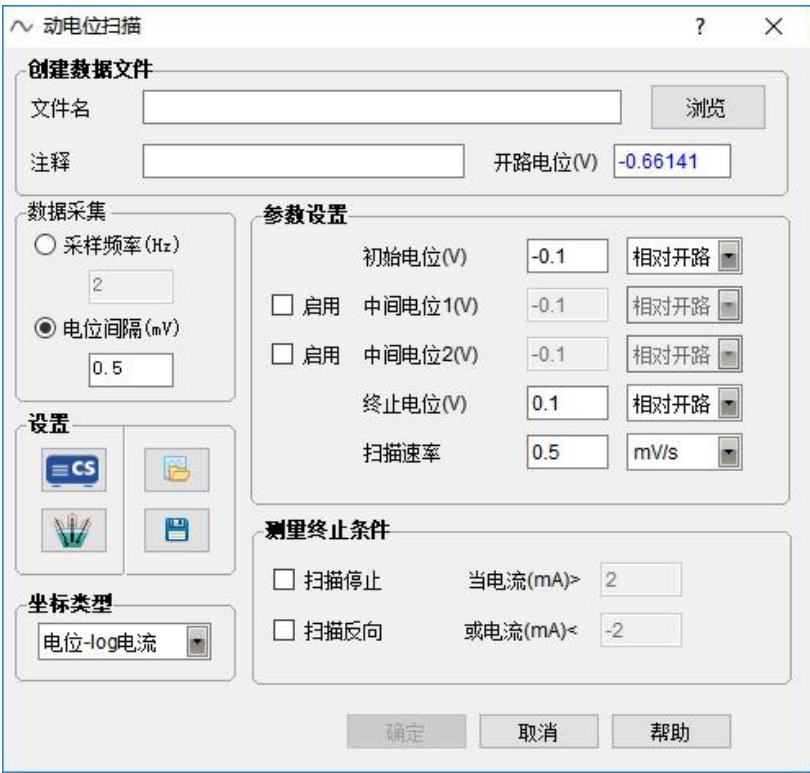


图 2.21 动电位扫描设置窗口

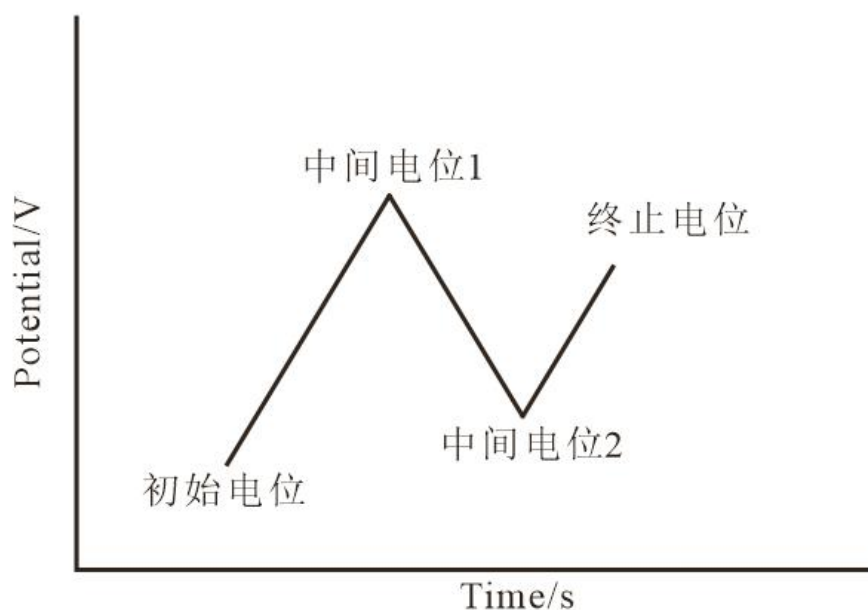


图 2.22 极化电位设置示意图

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 100mV 扫至阳极极化 100mV，当然如果在极化电位达到“终止电位”之前，极化电流密度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幅值/扫描速率，整个测试时间 = $\sum (|$ 各段极化电位的幅值 $|/扫描速率)$ 。

10.4.3 数据采集

详细解释请见 10.1.3 节。

10.4.4 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

10.4.5 测试终止条件

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 2.17 所示，当极化电流大于 2mA，或者小于 -2 mA 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。

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。

图 2.21 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。

10.4.6 坐标类型

设置动态图形显示中的图形坐标方式，此处可选择“电位- $\lg$ 电流”（对数坐标）。

10.4.7 钝化曲线回扫

在动电位扫描测试中，有时要测量一些金属如铬、镍、钴及其合金在某些介质中的钝化曲线，这些金属在电位比较正时表面会生成一层钝化膜，此时电极的行为与贵金属电极相似，流过的钝化电流极小。为了评价它们的耐腐蚀能力，需要获得其破裂电位和保护电位值，为此常常要测绘其钝化回扫曲线。

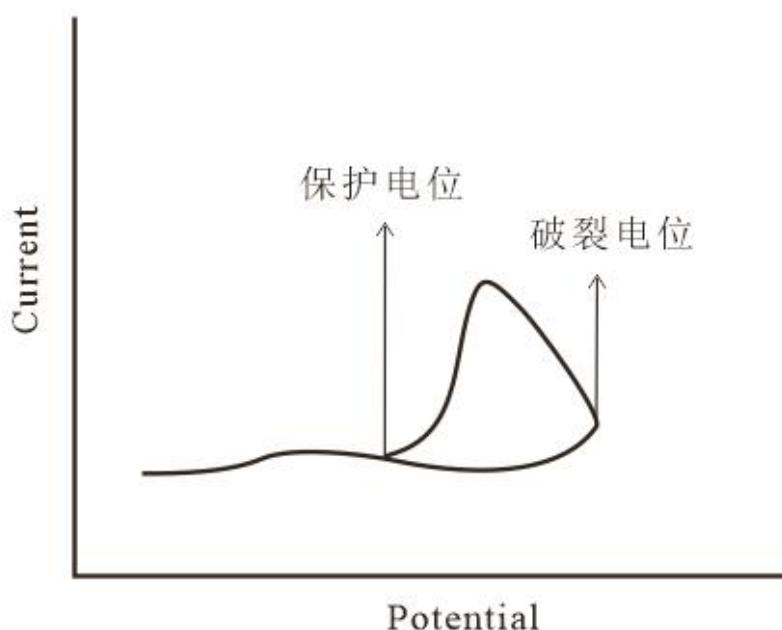


图 2.23 典型的钝化曲线回扫示意图

当极化电位继续向正方向扫描至某一值时，钝化膜会发生破裂，极化电流迅速增加，此时的极化电位称为破裂电位 ϕ_b 。如果极化电流超过某一规定值后（如 $100\mu\text{A}/\text{cm}^2$ ），立即向负方向扫描，此后在极化曲线上会出现滞后环，回扫曲线与正扫曲线的交点一般认为是材料在该介质中的保护电位 ϕ_p 。

例如测量 304 不锈钢在 3%NaCl 溶液中的钝化曲线，可以按图 2.21 中所示指定当阳极电流大于 2mA 后扫描反向。当电位继续向阴极方向扫描时，极化电流也会下降，并最终形成一个钝化回滞曲线，当回扫电流小于 -2mA 时（从阳极极化变成阴极极化）时，则 CS Studio

软件自动终止测试过程。

按“确定”按钮则退出该对话框，并弹出扫描延迟窗口，用户点击“立即开始”后，则 CS Studio 软件立即开始测试，并同时保存您所设定的参数。

10.5 动电流扫描

菜单位置：“测试方法”→“稳态极化”→“动电流扫描”。

开路电位输出框显示没有外加电场时，工作电极和参比电极之间的电位差（每秒钟更新一次）。一般在进行正式扫描前，必须等极化电位稳定后再进行，用户可以在点击“确定”按钮后观察“延时窗口”中极化电位的变化趋势，如果极化电位已经稳定，则可点击扫描延迟窗口中的“立即开始”按钮。

10.5.1 创建数据文件

详情请参见 10.1.1 节。

10.5.2 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“-100”，“终止电流”输入框中输入“100”，电流单位为“ μA ”，则电流扫描实际上是从阴极极化 0.1mA 扫至阳极极化 0.1mA，当然如果在极化电流达到终止电流“0.1mA”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。

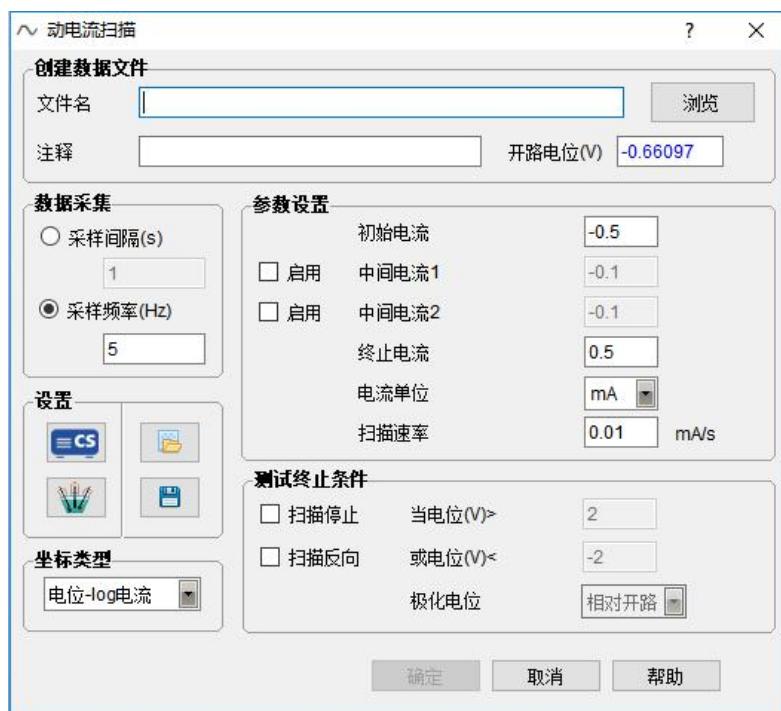


图 2.24 动电流扫描设置窗口

10.5.3 数据采集

详情请参见 10.1.3 节。

10.5.4 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。其中，仪器设置中电流量程将会由软件根据用户输入电流值自动设定，且测试过程中不会变化。

10.5.5 测试终止条件

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。

10.6 电位扫描阶跃

菜单位置：“测试方法”→“稳态极化”→“电位扫描—阶跃”。

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。

10.6.1 创建数据文件

详情请参见 10.1.1 节。

图 2.25 电位扫描—阶跃设置窗口

The graph illustrates a 12-stage potential sweep. The y-axis is labeled 'Potential/V' and the x-axis is labeled 'Time/s'. The sweep consists of the following stages:

- Stage 1:** Linear increase in potential.
- Stage 2:** Potential holds constant (plateau).
- Stage 3:** Linear decrease in potential.
- Stage 4:** Potential holds constant (plateau).
- Stage 5:** Linear increase in potential.
- Stage 6:** Potential holds constant (plateau).
- Stage 7:** Linear decrease in potential.
- Stage 8:** Potential holds constant (plateau).
- Stage 9:** Linear increase in potential. The slope of this stage is labeled '扫描速率' (scan rate).
- Stage 10:** Potential holds constant (plateau).
- Stage 11:** Linear decrease in potential.
- Stage 12:** Potential holds constant (plateau).

图 2.26 电位扫描阶跃测试电位施加原理图

	参数	取值范围	说明
阶段 1、3、5、 7、9、11	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	1E-6~50	电位扫描的速率
阶段 2、4、6、 8、10、12	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

10.6.3 数据采集

详情请参见 10.1.3 节。

10.6.4 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

11. 暂态极化

11.1 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”。

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。

11.1.1 创建数据文件

详情请参见 10.1.1 节。

11.1.2 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”，如图 2.27 所示。

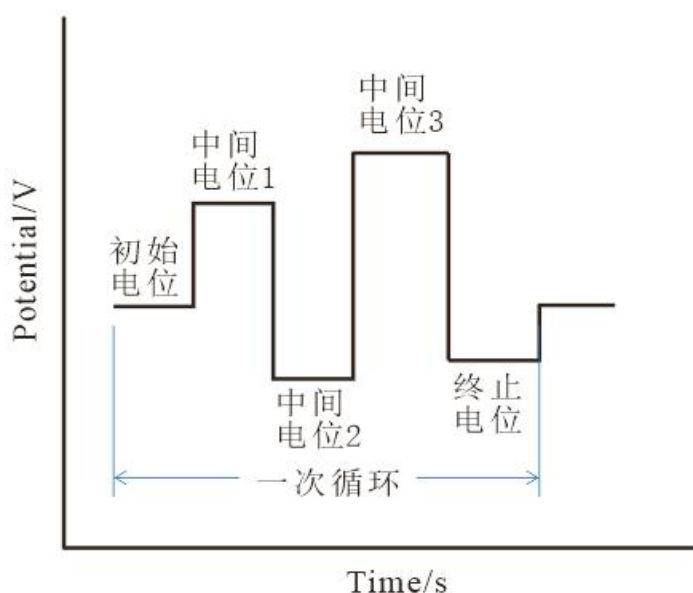


图 2.27 任意恒电位阶梯波电位设置示意图

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，“极化电位”下拉框——选择电位参考点。

“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。

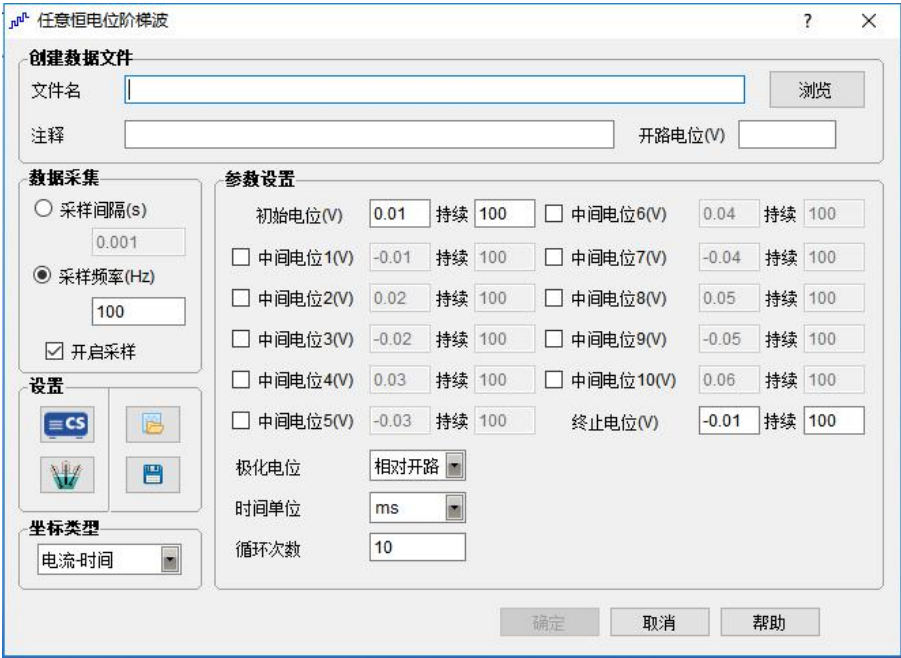


图 2.28 任意恒电位阶梯波设置窗口

11.1.3 数据采集

详细解释请参见 10.1.3 数据采集节。

11.1.4 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

11.2 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”。

任意恒电流阶梯波测试可以有多到 12 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。

11.2.1 创建数据文件

详细解释请见 10.1.1 创建数据文件节。

11.2.2 数据采集

详细解释请见 10.1.3 数据采集节。

11.2.3 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”和“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，其值不能小于 1。

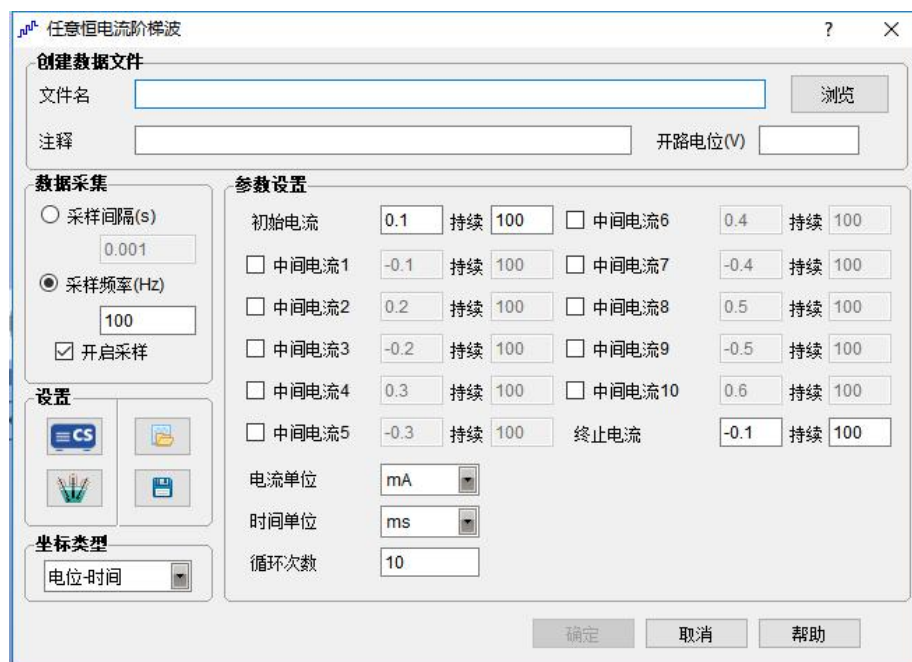


图 2.29 任意恒电流阶梯波设置窗口

11.2.4 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。该测试方法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 9.10 节。

11.3 恒电位阶跃

菜单位置：“测试方法” → “暂态极化” → “恒电位阶跃”。

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 10 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。

11.3.1 创建数据文件

CS Studio 保存恒电位阶跃极化数据的文件名，详情请参见 10.1.1 节。

11.3.2 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。

11.3.3 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。



图 2.30 恒电位阶跃设置窗口

11.3.4 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。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。

11.4 恒电流阶跃

菜单位置：“测试方法”→“暂态极化”→“恒电流阶跃”。

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。

11.4.1 创建数据文件

CS Studio 保存恒电流阶跃极化数据的文件名，详情请参见 10.1.1 节。

11.4.2 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。

11.4.3 参数设置

恒电流阶跃测试，首先从初始电流开始极化，并在“周期 1”的时间内维持该电流不变，然后立即跳到“阶跃电流 1”，同样在“周期 2”的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”。

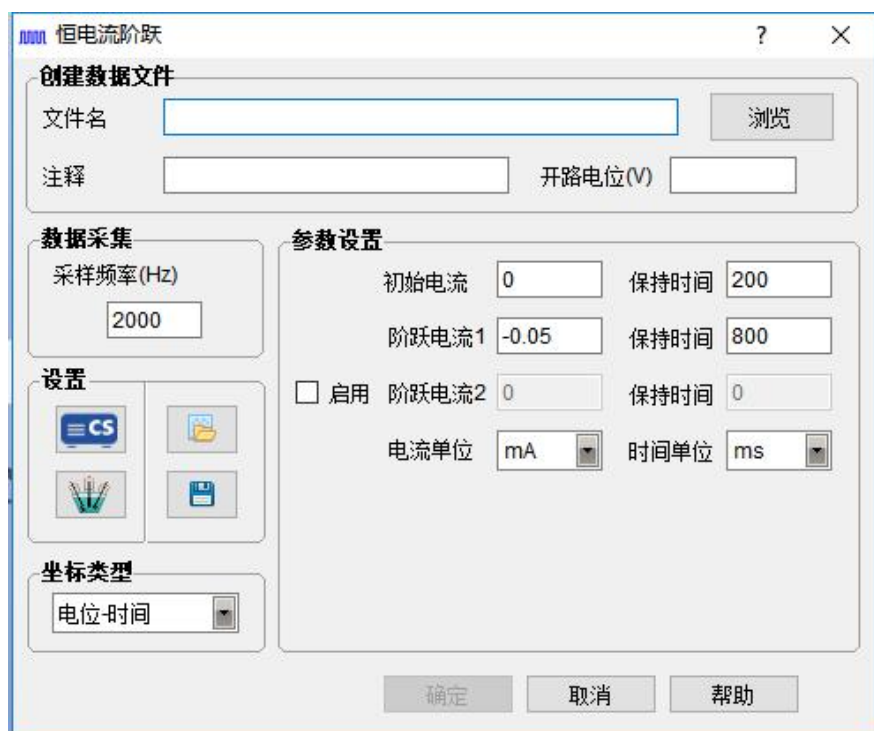


图 2.31 恒电流阶跃设置窗口

11.4.4 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。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 9.10 节。

12. 计时分析

12.1 计时电位法

菜单位置：“测试方法” → “计时分析” → “计时电位法”。

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，即 E-t 曲线。

12.1.1 创建数据文件

CS Studio 保存计时电位数据的文件名，详情请参见 10.1.1 节。

12.1.2 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，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高电位和低电位来实现阴极极化与阳极极化之间的反转。



图 2.32 计时电位法设置窗口

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~+2A	施加给工作电极的阴极电流
阳极电流	-2A~+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
高电位 (V)	-10~+10	达到给定值时电流反转
低电位 (V)	-10~+10	达到给定值时电流反转

12.1.3 电流极性反转条件

此设置可以用来反转阳极极化和阴极极化过程。如图 2.32 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。

12.1.4 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

12.2 计时电流法

菜单位置：“测试方法” → “计时分析” → “计时电流法”。

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）。

12.2.1 创建数据文件

CS Studio 保存计时电位数据的文件名，详情请参见 10.1.1 节。

12.2.2 参数设置

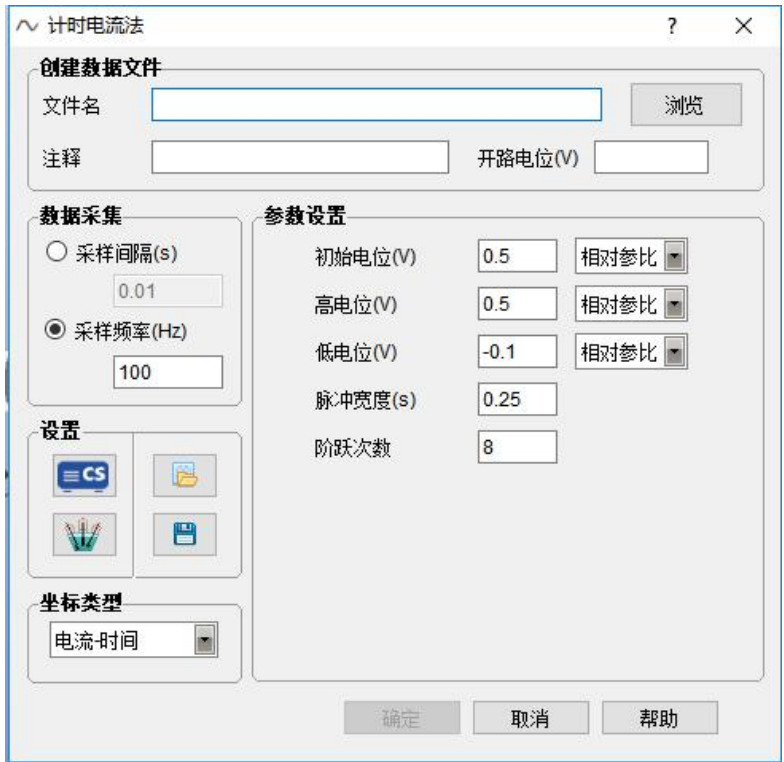


图 2.33 计时电流法设置窗口

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
初始电位（V）	-10~+10	施加工作电极电位
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

12.3 计时电量法

菜单位置：“测试方法” → “计时分析” → “计时电量法”。

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）。

12.3.1 创建数据文件

CS Studio 保存计时电量数据的文件名，详情请参见 10.1.1 节。

12.3.2 参数设置

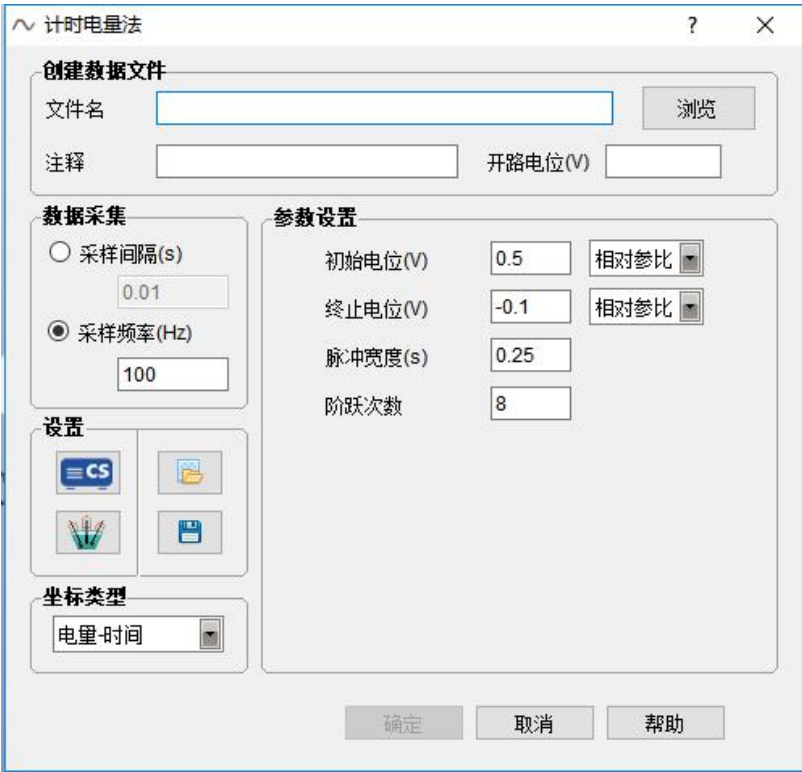


图 2.34 计时电量法设置窗口

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
初始电位（V）	-10～+10	施加工作电极电位
终止电位（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

13. 伏安分析

伏安分析法，是在极谱分析法的基础上发展而来的，根据被测物质在电解过程中的电流-电压变化曲线来进行定性或定量分析的一种电化学分析方法。电分析功能包括线性扫描伏安、线性循环伏安、阶梯波循环伏安、方波伏安法和脉冲伏安分析等。

13.1 线性循环伏安

菜单位置：“测试方法” → “伏安分析” → “线性循环伏安”。

循环伏安法（Cyclic Voltammetry）是以快速线性扫描的方式将激发电位施加于工作电极上，循环伏安法的激发信号是一个三角波。从初始电位 E_i 开始，电位沿某一方向线性变化至终止电位 E_m ，立即反向回扫至初始电位。若没有停止命令，将不断重复上述过程。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。

用三角波电压得到的循环伏安曲线包括上下两部分，通常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；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。循环伏安法可以直接测得阳极峰电流与阴极峰电流的比值，阳极峰电位与阴极峰电位的差值。

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。对于可逆体系，若阴极还原产物是稳定的，则有 $i_{pc}/i_{pa}=1$ ，若 $i_{pc}/i_{pa}\neq 1$ ，则存在别的电极过程。

电极过程可逆性的判断，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 59mV。 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。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。

循环伏安测试可以有 4 个独立的电位设置点，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”→“第 2 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。

13.1.1 创建数据文件

CS Studio 软件保存循环伏安扫描极化数据的文件名，请见 10.1.1 创建数据文件节。

13.1.2 参数设置

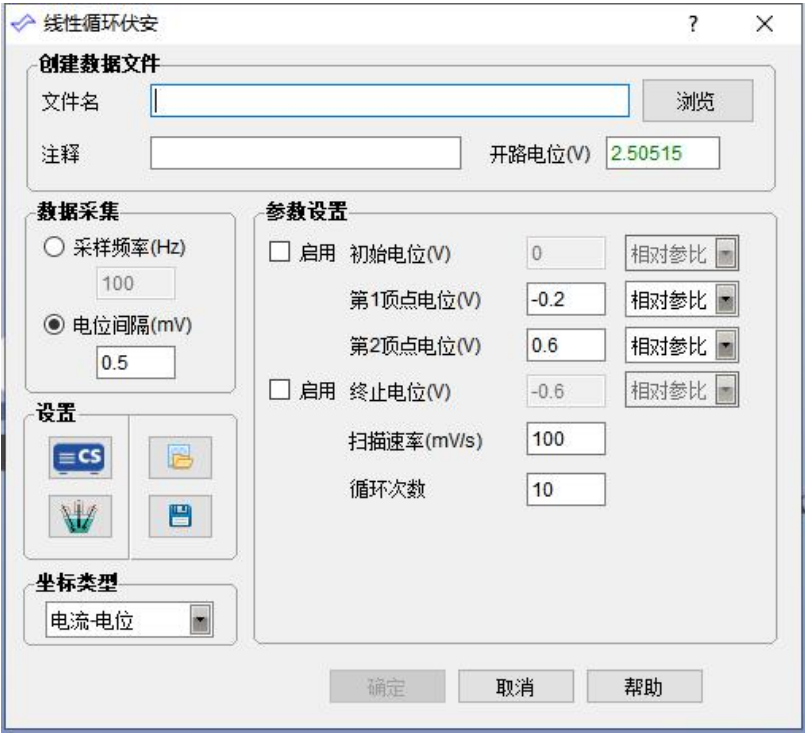


图 2.35 循环伏安设置窗口

下面是循环伏安测试电位施加原理图，参数、范围以及说明：

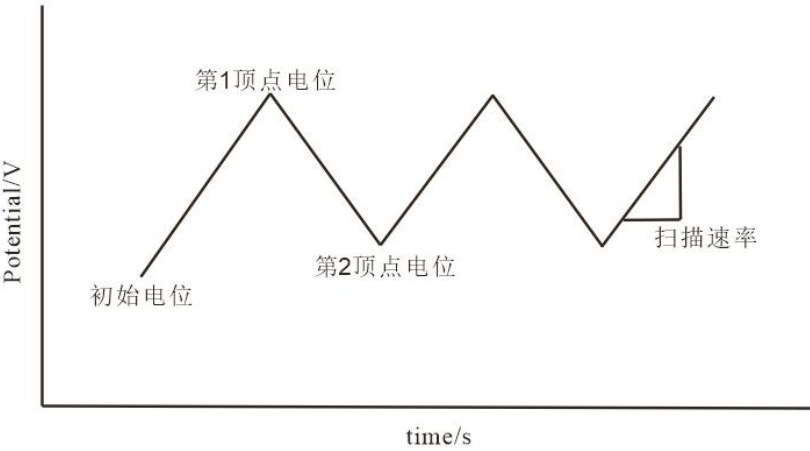


图 2.36 循环伏安测试电位施加原理图

参数	取值范围	说明
初始电位（V）	-10~+10	电位扫描起点
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
第 2 顶点电位（V）	-10~+10	扫描电位到达的第二个顶点
扫描速率（mV/s）	0.001~1E+8	电位的扫描速度
循环次数	>0	循环扫描的次数
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，与“电位间隔”采样方式二选一

在整个扫描过程各阶段的扫描速率由“扫描速率”输入框指定，而每一段的扫描时间则等于扫描幅值/扫描速率。“循环次数”为用户指定循环次数，即电位在第 1 顶点和第 2 顶点之间往复次数，其值不能小于 1。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。图 2.37 为玻碳电极在铁氰化钾溶液中循环伏安曲线。

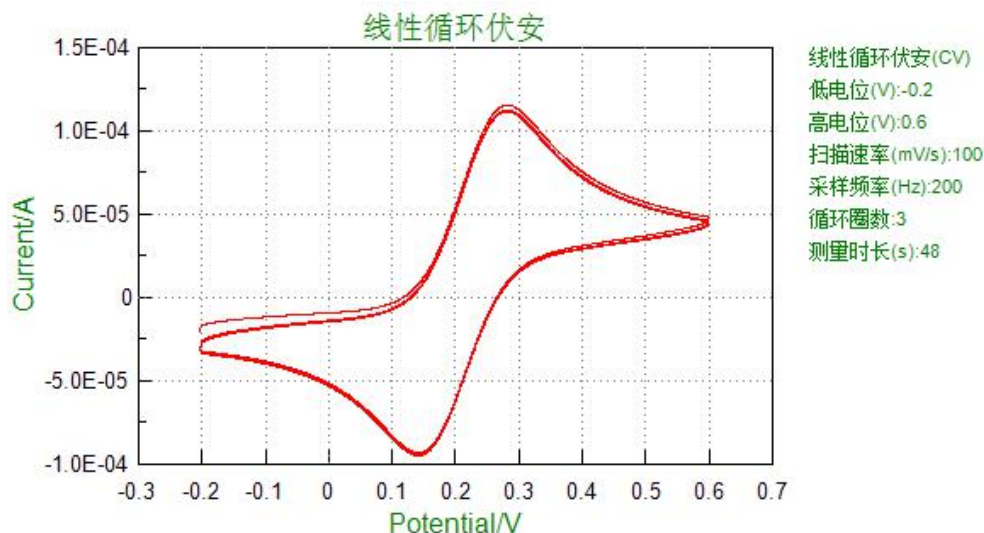


图 2.37 玻碳电极在铁氰化钾溶液中循环伏安曲线

13.1.3 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

13.2 线性扫描伏安

菜单位置：“测试方法” → “伏安分析” → “线性扫描伏安”。

线性扫描伏安法 (Linear Sweep Voltammetry) 是以线性扫描方式将激发电位施加于工作电极上，其扫描历程相当于循环伏安法的半个循环。从初始电位开始线性扫描至终止电位。一般，仪器的电位扫描速度可以从每秒数毫伏至 1V。

13.2.1 创建数据文件

CS Studio 软件保存线性扫描伏安数据的文件名，请见 10.1.1 创建数据文件节。

13.2.2 参数设置

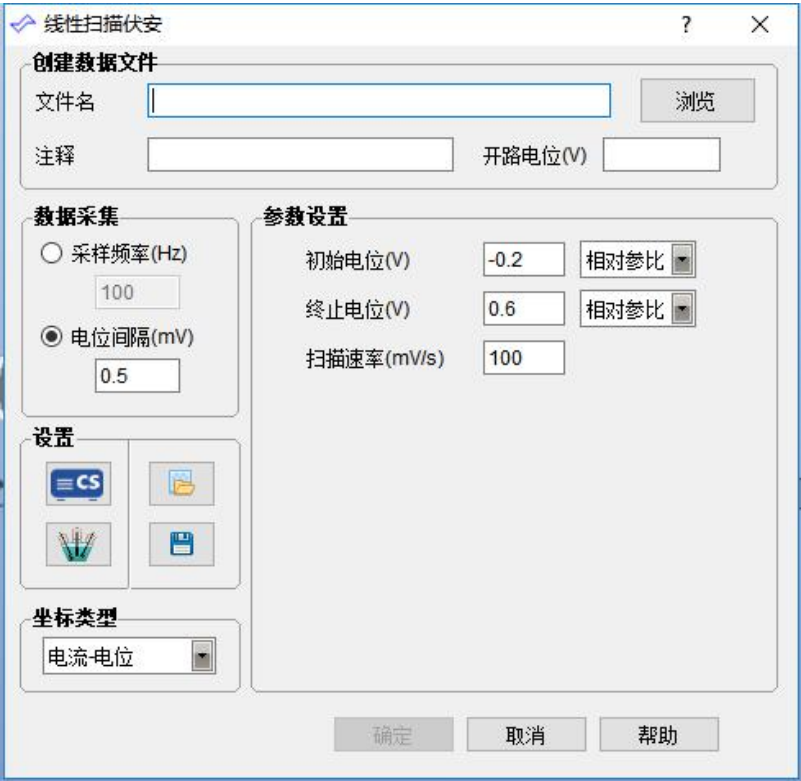


图 2.38 线性扫描伏安设置窗口

下面是线性扫描伏安测试电位施加原理图，参数、范围以及说明：

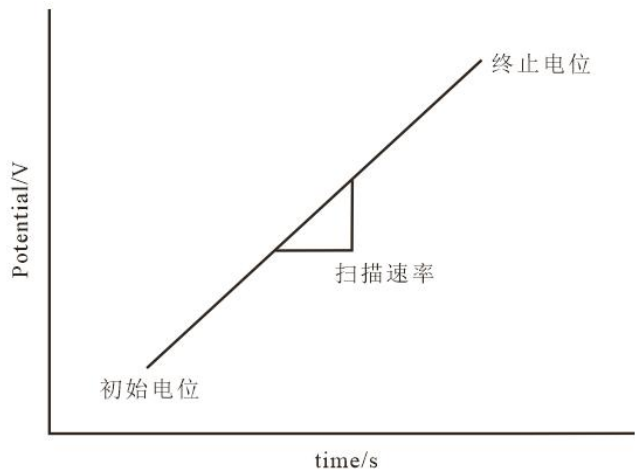


图 2.39 线性扫描伏安测试电位施加原理图

参数	取值范围	说明
初始电位（V）	-10~+10	可以选择相对开路
终止电位（V）	-10~+10	终止电位
扫描速率（mV/s）	0.001~1E+8	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

如果“初始/终止电位”是“相对开路”的，则输入“0.2”值，表示扫描是开路电位+0.2V

的电位点开始进行的。输入正值表示阳极极化，输入电位值为负值表示阴极极化，具体情况参见仪器设置中的极化方向习惯。

如果“初始/终止电位”是“相对参比”的，则输入“0.2”值，表示扫描是 0.2V 开始进行的。而与开路电位无关。

“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，一般应选择“相对参比电极”以指定精确的电位范围。

13.2.3 工作站

点击该按钮，将打开仪器设置，您可以选择仪器型号、设置电流量程切换方式、信号增益、低通滤波开关、数字平滑、扫描（极化）延迟时间以及 IR 降（溶液电阻）补偿等等。详情请参见该窗口的帮助。

13.2.4 电解池

点击该按钮，将打开电解池参数设置窗口，您可以改变电极面积、参比电极型号等等，测量温度、Stern 系数等等。

13.2.5 数据保存

按“确定”按钮则退出该对话框，并等待一段时间（也称为静止时间），该时间可在工作站设置中的等待时间框中设定，用户点击“立即开始”后，CS Studio 立即开始测试，同时 CS Studio 保存您所设定的参数。

13.3 阶梯循环伏安

菜单位置：“测试方法”→“伏安分析”→“阶梯循环伏安”。

在阶梯伏安法中，电位从初始电位扫描到终止电位，电位也能够回扫。

13.3.1 创建数据文件

详情请参见 10.1.1 节。

13.3.2 参数设置

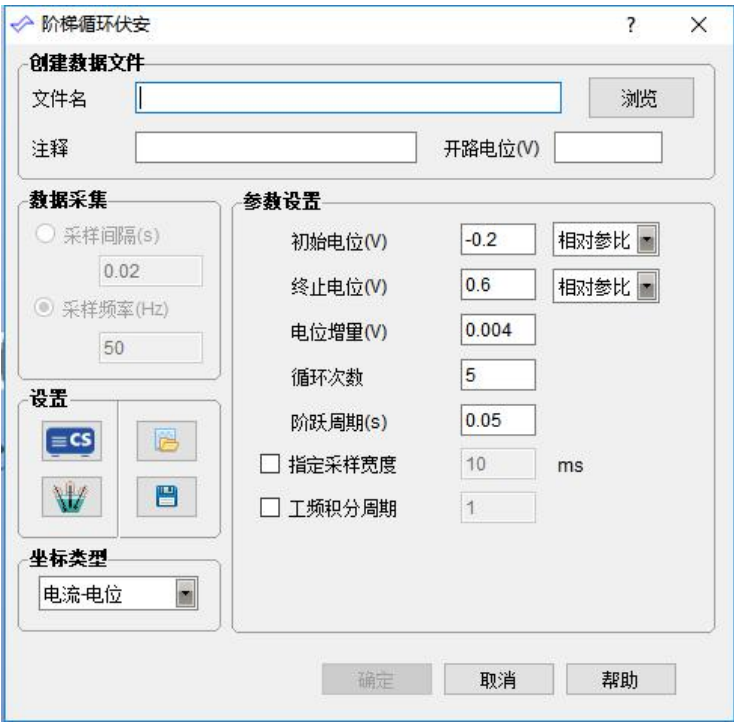


图 2.40 阶梯循环伏安设置窗口

下面是实验测试电位施加原理图，参数范围以及说明：

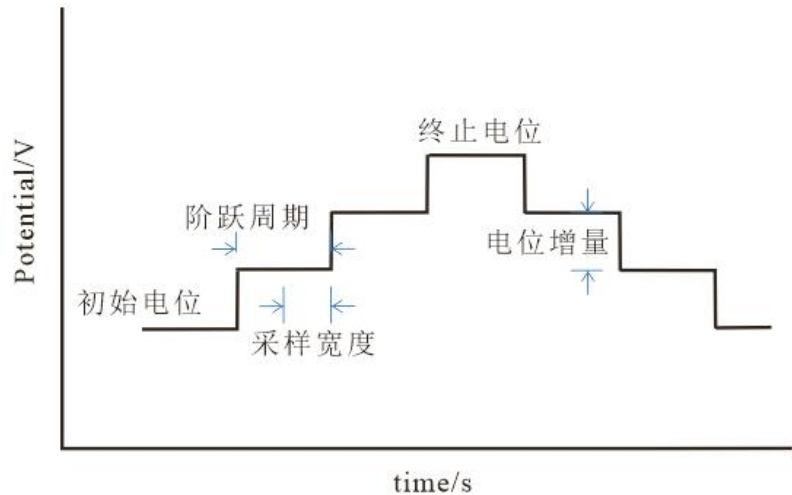


图 2.41 阶梯循环伏安电位施加原理图

参数	取值范围	说明
初始电位（V）	-10~+10	扫描的开始电位
终止电位（V）	-10~+10	扫描的终止电位
电位增量（V）	0.001~0.05	每个阶梯的电位增量
循环次数	1~10000	阶梯波循环数
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	电位阶跃周期

初始电位与终止电位至少相差 0.01V。如果采样宽度大于半个阶梯周期，软件会弹出提示语，请将采样宽度调整到小于半个阶梯周期。数据采样应该在每个阶梯结束的时候进行。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。

13.3.3 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

13.4 方波伏安

菜单位置：“测试方法” → “伏安分析” → “方波伏安法”。

在方波伏安测试时，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。

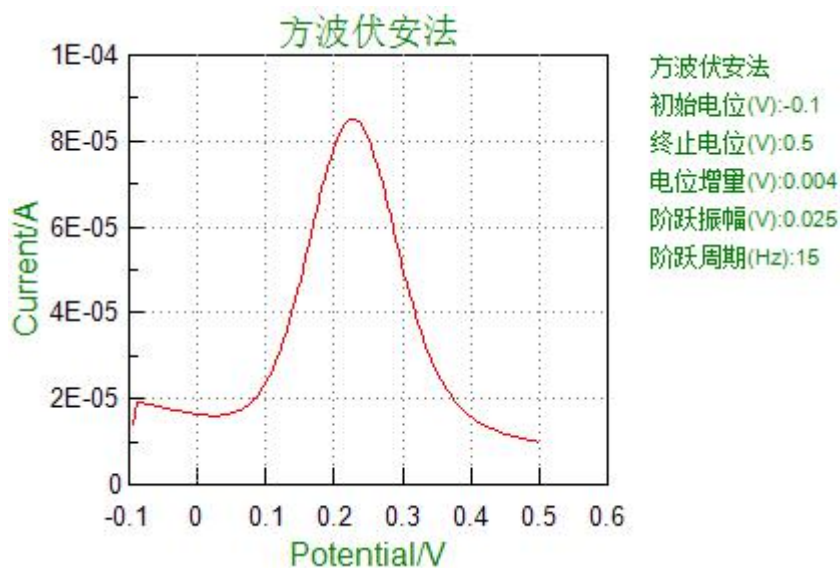


图 2.42 $K_3Fe(CN)_6$ 体系的方波伏安曲线

13.4.1 创建数据文件

详情请参见 10.1.1 节。

13.4.2 参数设置

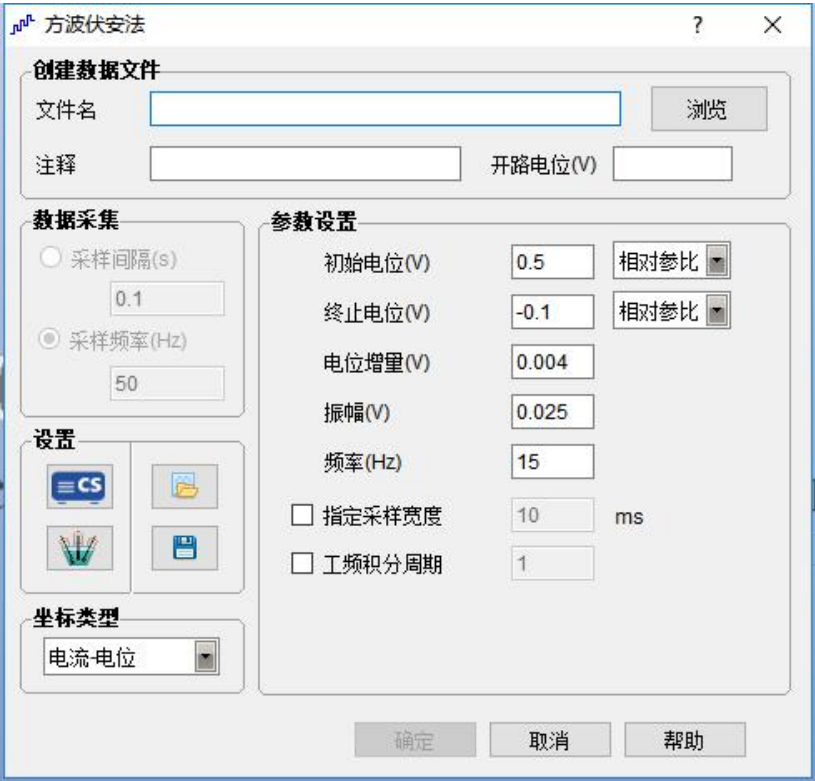


图 2.43 方波伏安设置窗口

下面是实验测试电位施加原理图，参数范围以及说明：

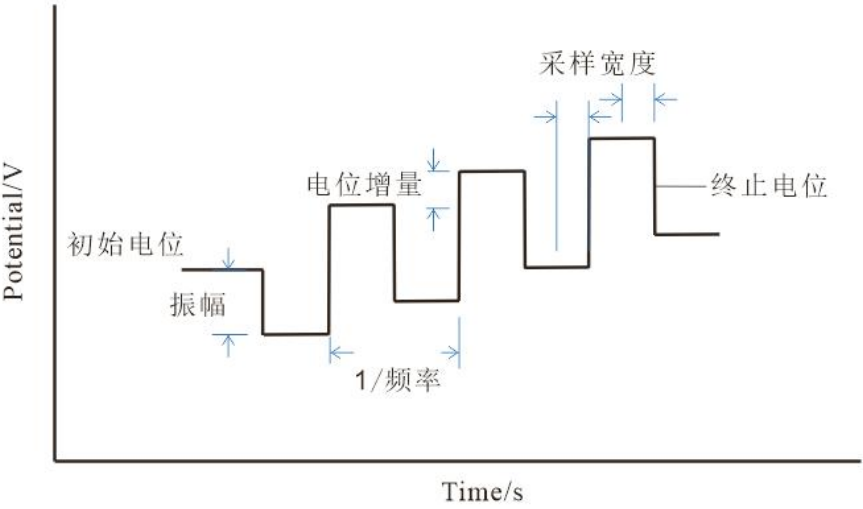


图 2.44 方波伏安电位施加原理图

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一半。采样宽度与工频积分周期二选一

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。

13.4.3 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

13.5 差分脉冲伏安

菜单位置: “测试方法” → “伏安分析” → “差分脉冲伏安”。

差分脉冲伏安法是在线性增加的扫描电位上, 施加一振幅恒定的脉冲电位, 其电极电位随时间的变化关系。扫描过程中, 基本电位从初始电位扫描到终止电位。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。

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。

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^{-8} 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。

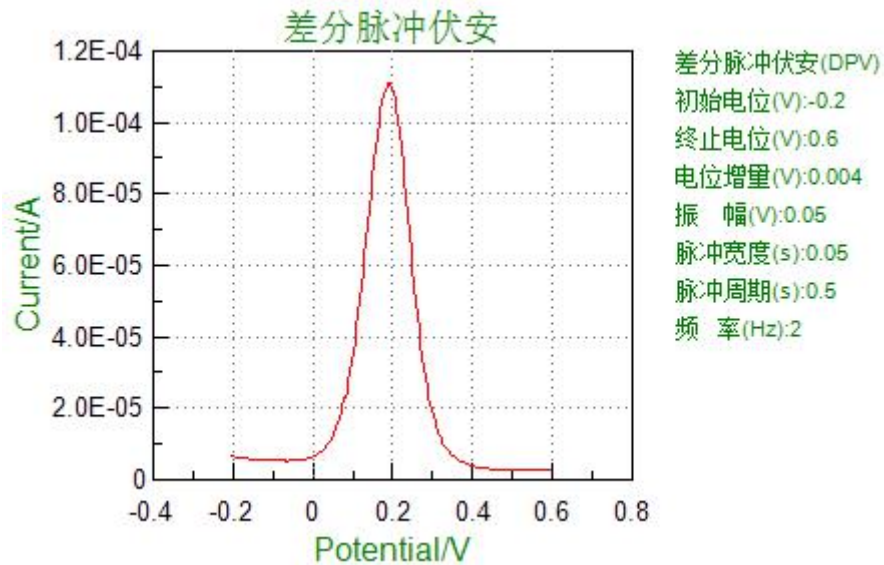


图 2.45 $K_3Fe(CN)_6$ 体系的差分脉冲伏安曲线

13.5.1 创建数据文件

详细请见 10.1.1 创建数据文件节。

13.5.2 参数设置



图 2.46 差分脉冲伏安法设置窗口

下面是实验测试电位施加原理图，参数范围以及说明：

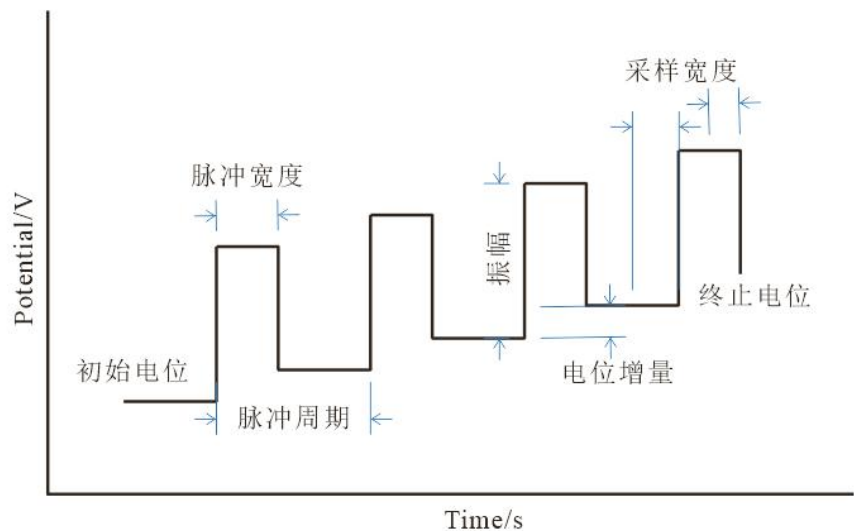


图 2.47 差分脉冲伏安法电位施加原理图

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“相对参比电极”以指定精确的电位范围。

13.5.3 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

13.6 常规脉冲伏安

菜单位置：“测试方法” → “伏安分析” → “常规脉冲伏安”。

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，称为常规脉冲伏安法。

对于电极反应： $O+ne=R$

其可逆波方程式为：

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

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

其极限电流为：
$$i_i = nFC_o A \sqrt{\frac{D_o}{\pi t_m}}$$

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 。

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。

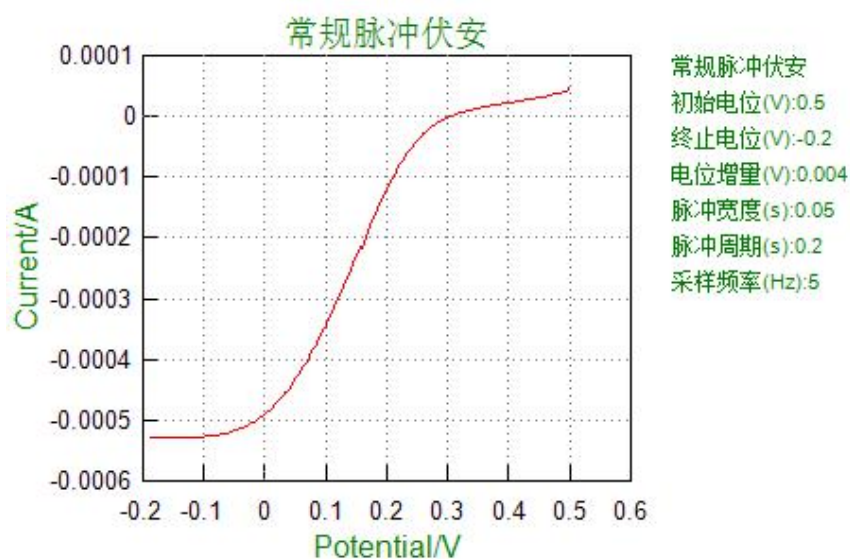


图 2.48 $K_3Fe(CN)_6$ 体系的常规脉冲伏安曲线

13.6.1 创建数据文件

详情请参见 10.1.1 节。

13.6.2 参数设置

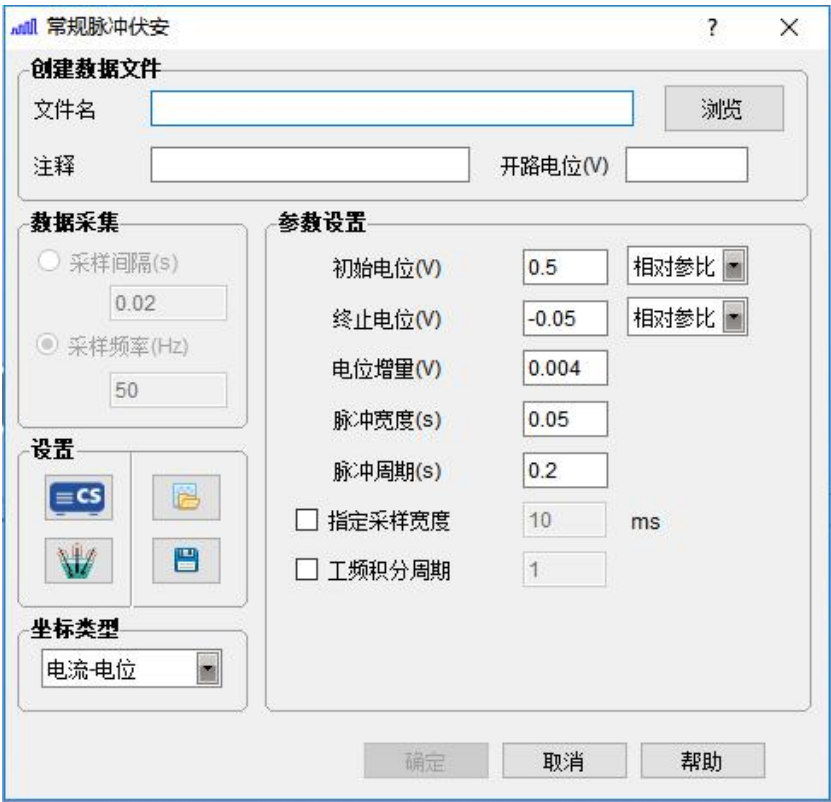


图 2.49 常规脉冲伏安法设置窗口

下面是实验测试电位施加原理图，参数范围以及说明：

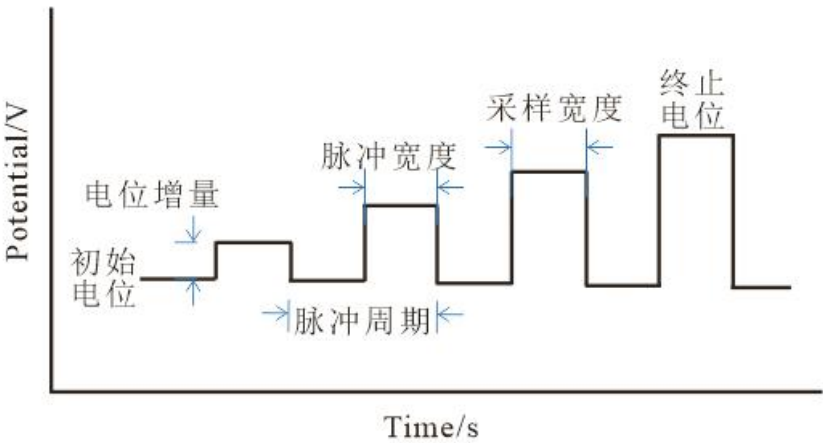


图 2.50 常规脉冲伏安法电位施加原理图

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	每个脉冲周期中脉冲持续时间

	期的一半	
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“相对参比电极”以指定精确的电位范围。

13.6.3 数据采集

详情请参见 10.1.3 节。

13.6.4 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

13.7 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”。

在差分常规脉冲伏安法中, 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。

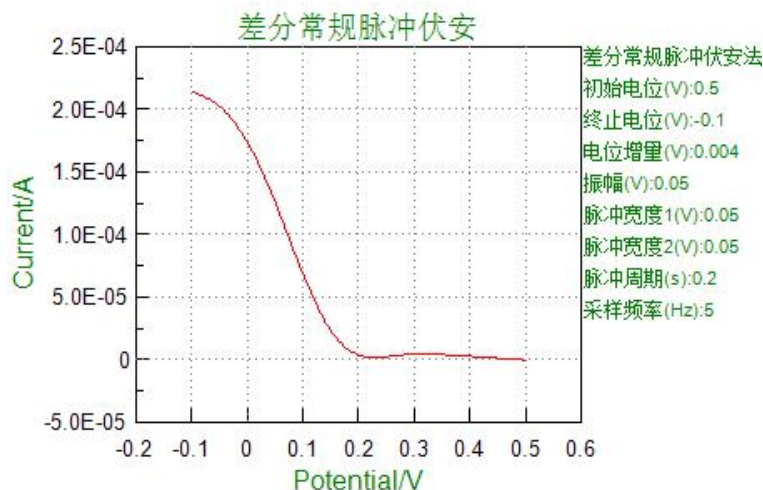


图 2.51 $K_3Fe(CN)_6$ 体系的差分常规脉冲伏安曲线

13.7.1 创建数据文件

详情请参见 10.1.1 节。

13.7.2 参数设置

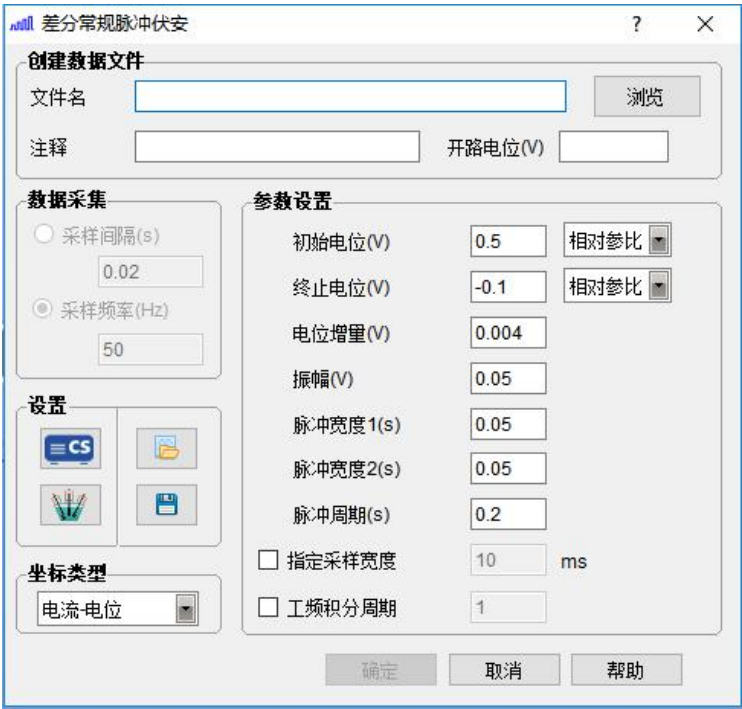


图 2.52 差分常规脉冲伏安法设置窗口

下面是实验测试电位施加原理图，参数范围以及说明：

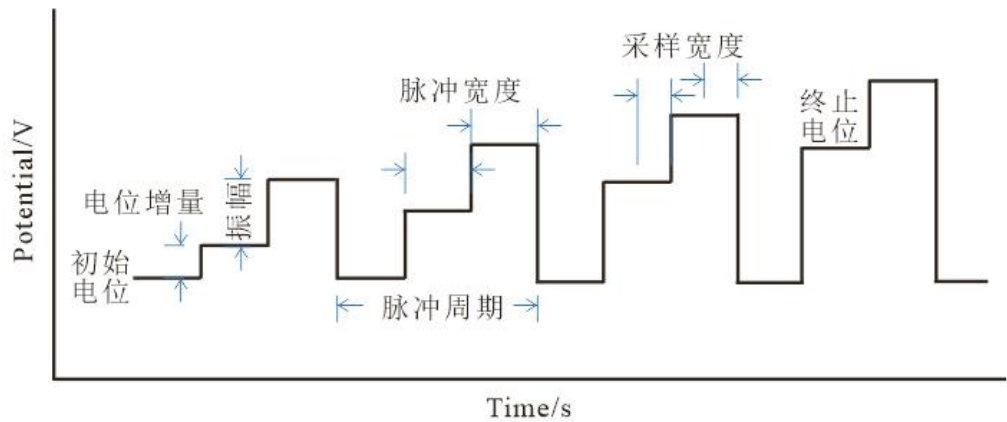


图 2.53 差分常规脉冲伏安法电位施加原理图

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 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
--------	----------	--

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“相对参比电极”以指定精确的电位范围。

13.7.3 数据采集

详情请参见 10.1.3 节。

13.7.4 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

13.8 交流伏安

菜单位置：“测试方法”→“伏安分析”→“交流伏安”。

在交流伏安法中，工作电极上施加的电位程序是一个随时间慢扫描的直流电位上叠加一个连续的正弦波。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来分析。在实验过程中只能显示绝对交流电流。

13.8.1 创建数据文件

详情请参见 10.1.1 节。

13.8.2 参数设置

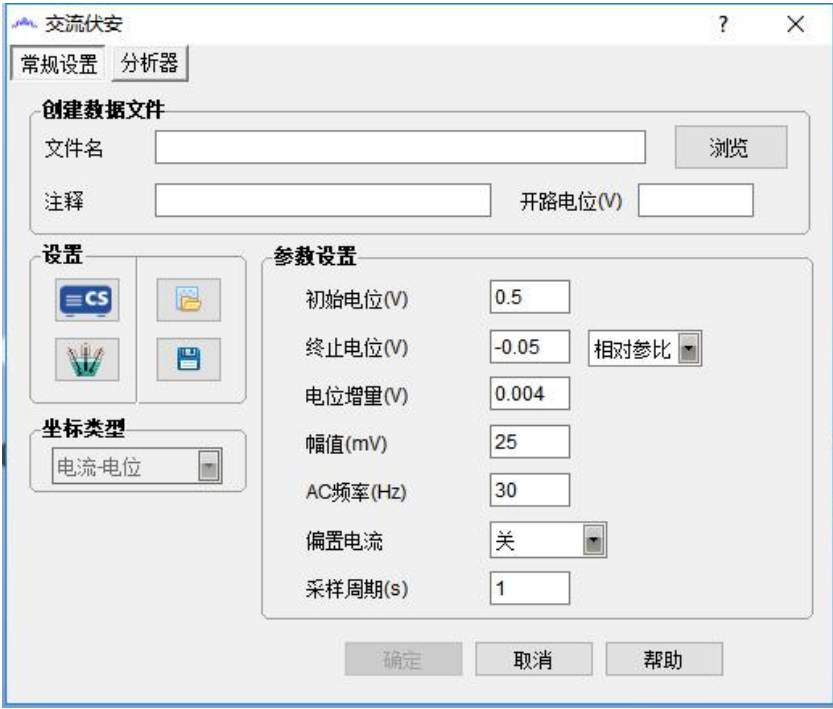


图 2.54 交流伏安法设置窗口

下面是交流伏安测试电位施加原理图，参数范围以及说明：

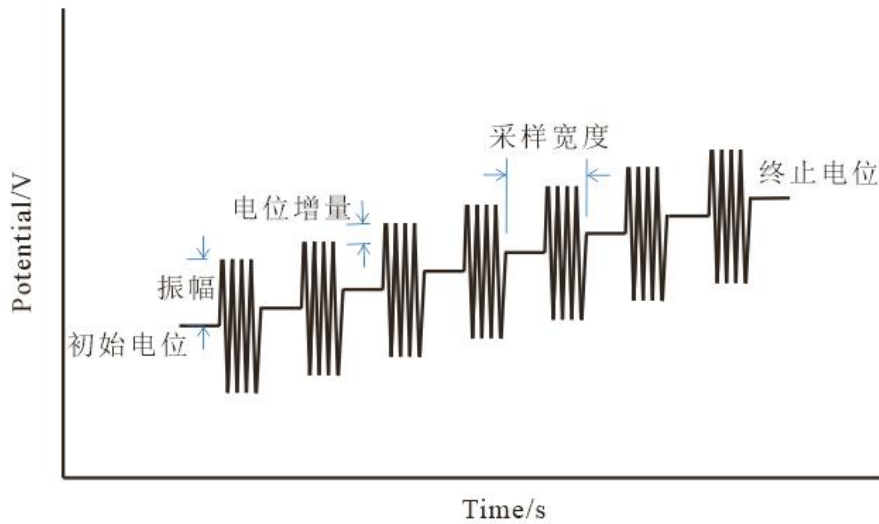


图 2.55 交流伏安法电位施加原理图

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）	1~400	每一个波形的交流幅值
AC 频率（Hz）	0.1~10000	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。

13.8.3 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

13.9 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”。

二次谐波交流伏安方法与交流伏安方法一样，只是在电流取样时通过软件锁相放大器来分析第二次谐波电流。

13.9.1 创建数据文件

详情请参见 10.1.1 节。

13.9.2 参数设置

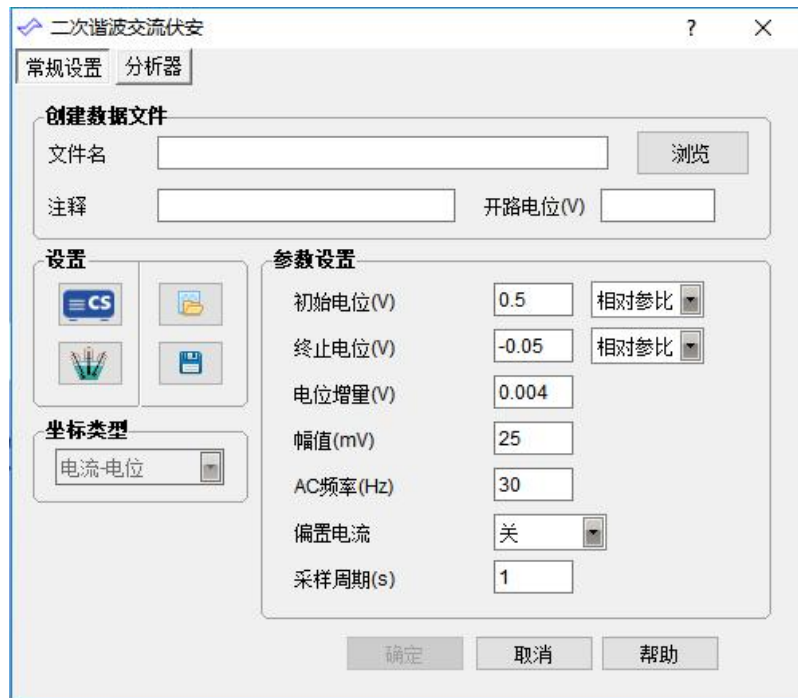


图 2.56 二次谐波交流伏安法测试窗口

下面是二次谐波交流伏安测试电位施加原理图，参数范围以及说明：

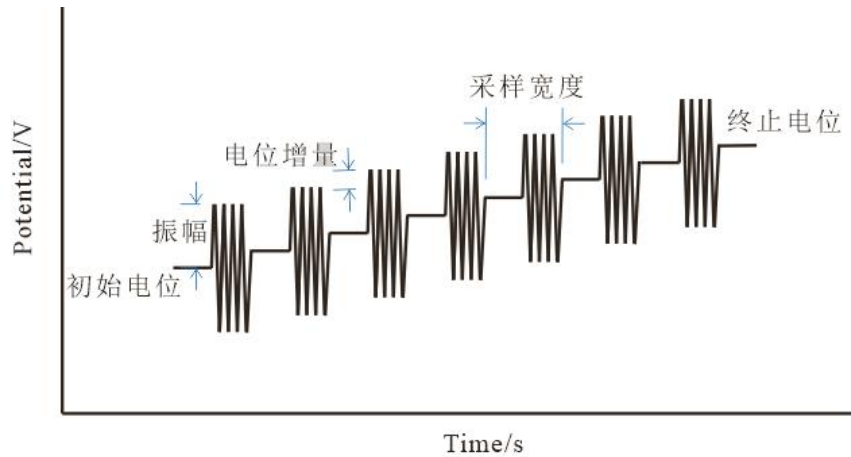


图 2.57 二次谐波交流伏安法电位施加原理图

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)	0.001~0.5	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。

13.9.3 数据采集

详情请参见 10.1.3 节。

13.9.4 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

13.10 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”。

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。

13.10.1 创建数据文件

详情请参见 10.1.1 节。

13.10.2 参数设置

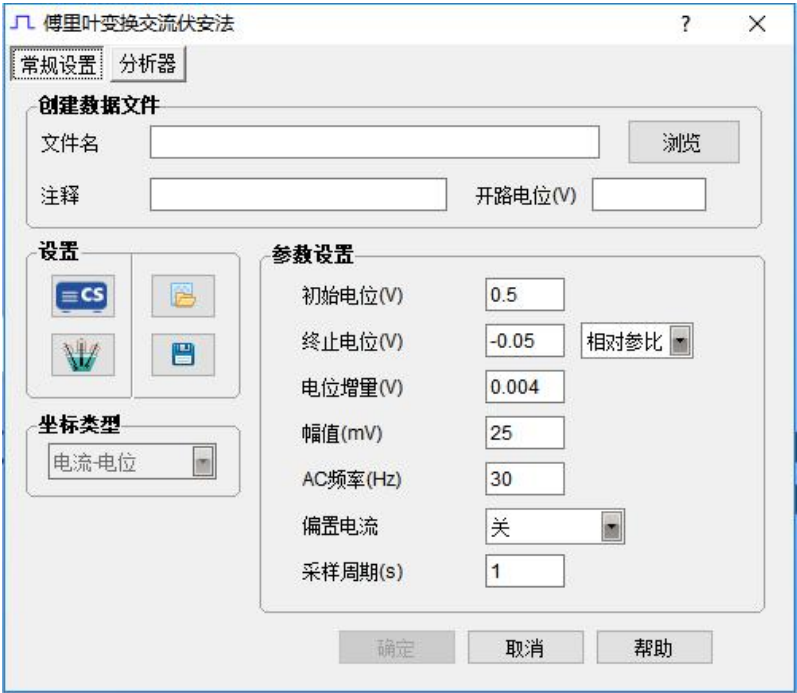


图 2.58 傅里叶变换交流伏安法设置窗口

下面是傅里叶变换交流伏安测试电位施加原理图，参数范围以及说明：

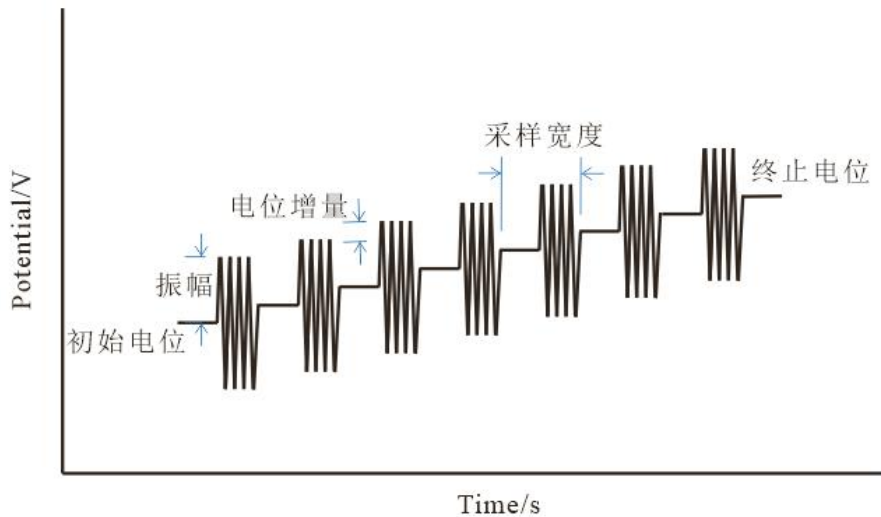


图 2.59 傅里叶变换交流伏安法电位施加原理图

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
振幅（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。

13.10.3 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

14. 电流检测

14.1 差分脉冲电流检测

菜单位置：“测试方法” → “电流检测” → “差分脉冲电流检测”。

14.1.1 创建数据文件

详情请参见 10.1.1 节。

14.1.2 参数设置



图 2.60 差分脉冲电流检测参数设置窗口

下面是差分脉冲电流检测电位施加原理图，参数范围以及说明：

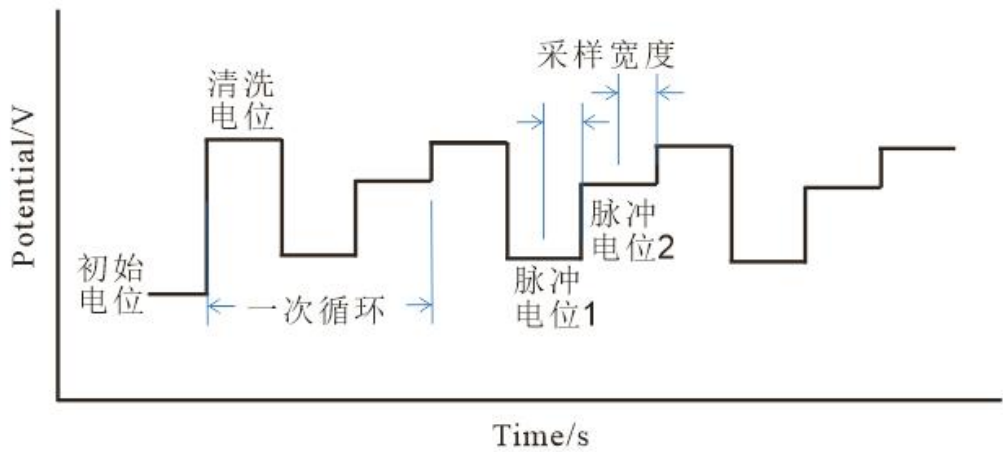


图 2.61 差分脉冲电流检测电位施加原理图

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

14.1.3 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

14.2 双差分脉冲电流检测

菜单位置: “测试方法” → “电流检测” → “双差分脉冲电流检测”。

14.2.1 创建数据文件

详情请参见 10.1.1 节。

14.2.2 参数设置

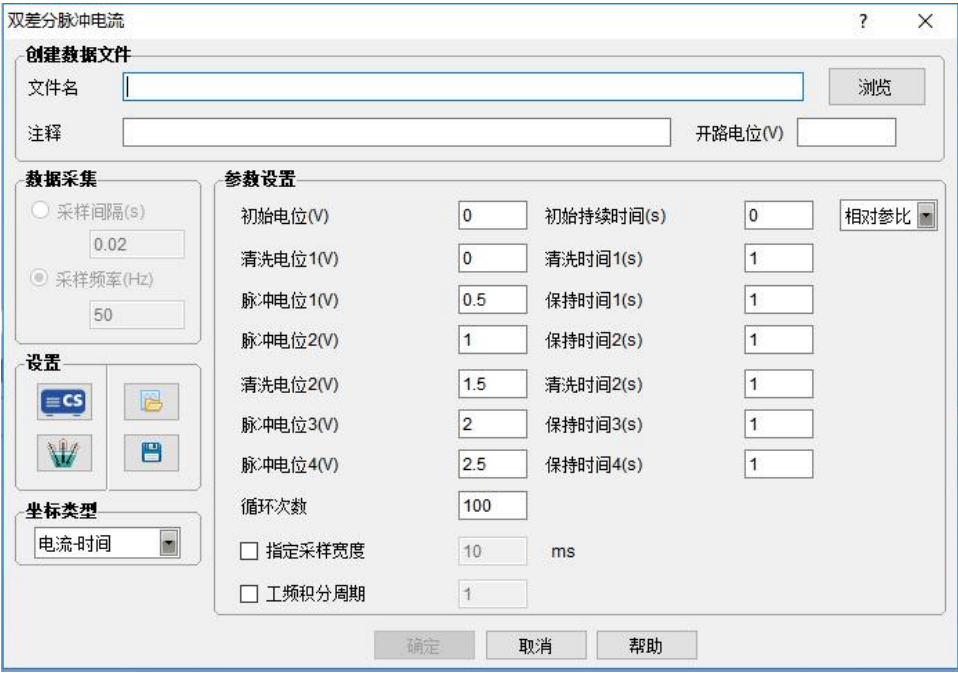


图 2.62 双差分脉冲电流检测参数设置窗口

下面是双差分脉冲电流检测测试电位施加原理图，参数范围以及说明：

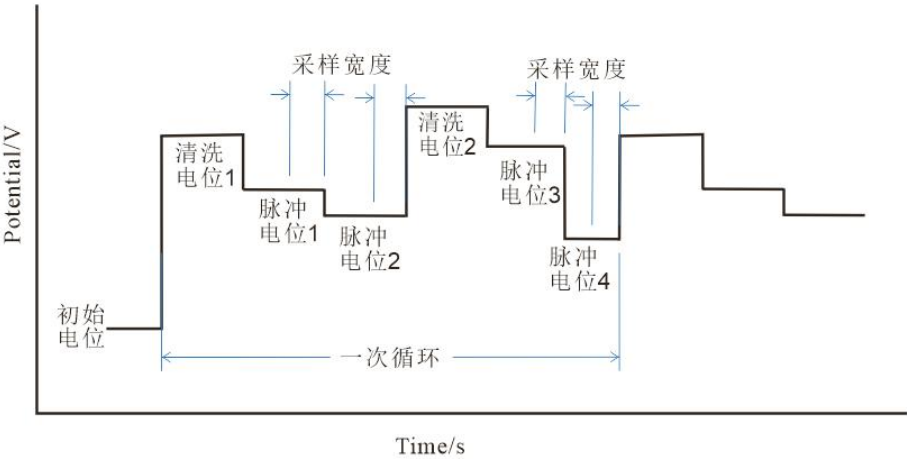


图 2.63 双差分脉冲电流检测电位施加原理图

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	每个循环中脉冲电位 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	每个循环中脉冲电位 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

14.2.3 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

14.3 三脉冲电流检测

菜单位置: “测试方法” → “电流检测” → “三脉冲电流检测”。

14.3.1 创建数据文件

详情请参见 10.1.1 节。

14.3.2 参数设置



图 2.64 三脉冲电流检测参数设置窗口

下面是三脉冲电流检测电位施加原理图，参数范围以及说明：

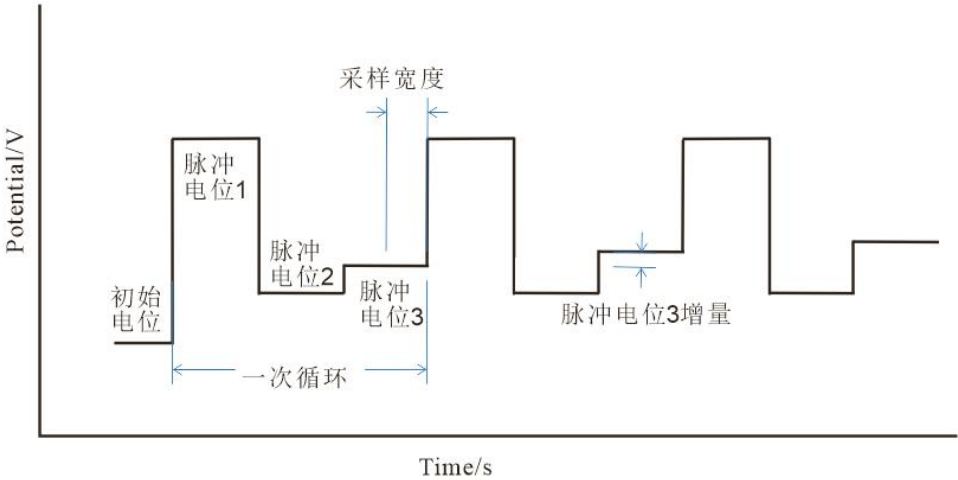


图 2.65 三脉冲电流检测电位施加原理图

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	初始电位保持时间, 此过程电流不保存数据
终止电位 (V)	-10~10	实验的终止电位
脉冲电位 1 (V)	-10~10	脉冲电位 1 的值
保持时间 1 (s)	≥ 0	脉冲电位 1 持续时间,
脉冲电位 2 (V)	-10~10	脉冲电位 2 的值
保持时间 2 (s)	≥ 0	脉冲电位 2 持续时间, 此过程电流不保存数据
脉冲电位 3 (V)	-10~10	脉冲电位 3 的值
保持时间 3 (s)	0.01~100	脉冲电位 3 持续时间, 此过程电流采样
脉冲电位 3 增量(V)	0~0.02	相邻循环中第三次的脉冲电位的差值
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 3	每个脉冲波中脉冲电位 3 的采样宽度
工频积分周期	1~半个保持时间 3	1 个工频周期是 20ms, 积分周期不能大于保持时间 3 的一半。采样宽度与工频积分周期二选一

14.3.3 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

14.4 积分脉冲电流检测

菜单位置: “测试方法” → “电流检测” → “积分脉冲电流检测”。

14.4.1 创建数据文件

详情请参见 10.1.1 节。

14.4.2 参数设置



图 2.66 积分脉冲电流检测参数设置窗口

下面是积分脉冲电流检测电位施加原理图，参数范围以及说明：

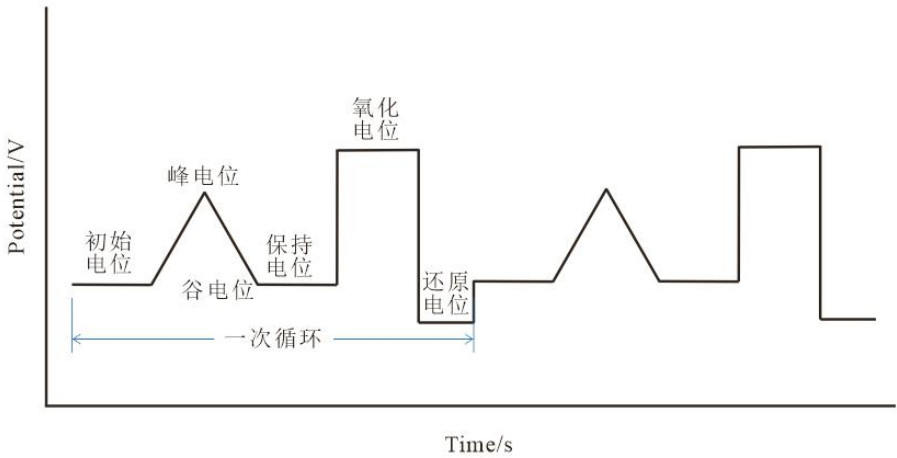


图 2.67 积分脉冲电流检测电位施加原理图

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

14.4.3 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

15. 溶出伏安

15.1 电位溶出分析

菜单位置: “测试方法” → “溶出伏安” → “电位溶出分析”。

电位溶出分析即在溶出过程中在工作电极上的施加恒定的电流。开路电位输出框每秒钟刷新一次。

15.1.1 创建数据文件

详情请参见 10.1.1 节。

15.1.2 参数设置

下面是电位溶出分析的测试参数、范围以及说明:

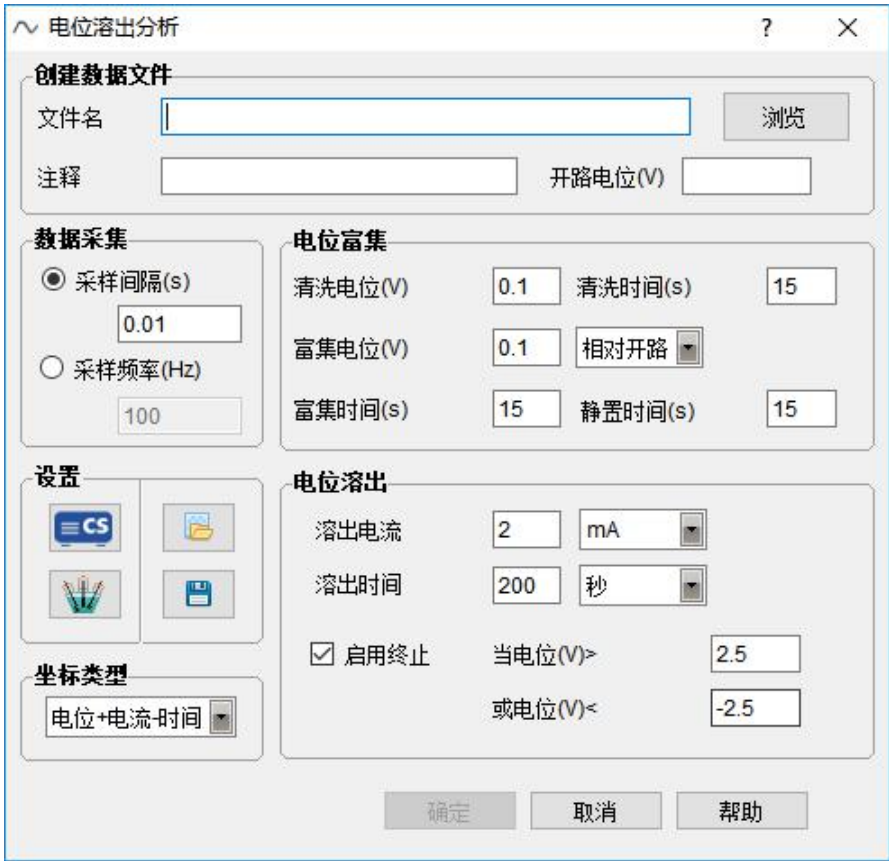


图 2.68 电位溶出分析参数设置窗口

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

15.1.3 数据采集

详情请参见 10.1.3 节。

15.1.4 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

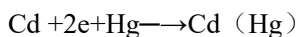
15.1.5 坐标类型

设置动态图形显示中的图形坐标方式，一般此处可选择“电流-电位”。

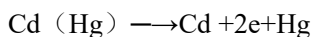
15.2 线性扫描溶出伏安

菜单位置：“测试方法”→“溶出伏安”→“线性扫描溶出伏安”。

溶出伏安法是一种灵敏度很高、用于痕量组分的电化学分析法。如果用悬汞电极代替一般极谱法中的滴汞电极，同样可以得到适用于定量测定的极谱波。一般汞电极是阴极，电极上起的是还原反应：



如果把悬汞电极的电位固定在 E' 处（约 -1V (vs. SCE)，Cd 就在电极上被还原而生成汞齐。电解一段时间以后，汞中的 Cd 已达到一定浓度，经过设定的富集时间后，CS 电化学工作站自动让悬汞电极的极化电压从 -1V (vs. SCE) 慢慢正扫，让悬汞电极的电位从 -1V 向零电位的方向移动，就得到 Cd 的氧化波。这时的电极反应为：



金属镉从电极中“溶出”，重新氧化为 Cd^{2+} ，回到溶液中。由于溶出过程中悬汞电极等汞电极是阳极，又因为使用的极化电极不是滴汞电极而是表面不再更新的悬汞电极、汞膜电极或玻璃碳汞电极，故称阳极溶出伏安法。

15.2.1 创建数据文件

详情请参见 10.1.1 节。

15.2.2 参数设置

The figure shows a software window titled "线性溶出伏安" (Linear Sweep Stripping Voltammetry). It contains the following sections and parameters:

- 创建数据文件 (Create Data File):**
 - 文件名 (File Name): [Text Input]
 - 注释 (Comment): [Text Input]
 - 开路电位(V) (Open Circuit Potential (V)): [Text Input]
- 数据采集 (Data Acquisition):**
 - ☐ 采样频率(Hz) (Sampling Frequency (Hz)): [Text Input: 2]
 - ☒ 电位间隔(mV) (Potential Interval (mV)): [Text Input: 0.5]
- 电位富集 (Potential Enrichment):**
 - 清洗电位(V) (Cleaning Potential (V)): [Text Input: 0.1]
 - 清洗时间(s) (Cleaning Time (s)): [Text Input: 15]
 - 富集电位(V) (Enrichment Potential (V)): [Text Input: 0.1]
 - 富集时间(s) (Enrichment Time (s)): [Text Input: 15]
 - 相对开路 (Relative Open Circuit) [Dropdown]
 - 静置时间(s) (Rest Time (s)): [Text Input: 15]
- 设置 (Settings):**
 - CS [Icon]
 - [Icon]
 - [Icon]
 - [Icon]
- 坐标类型 (Coordinate Type):**
 - 电流-电位 (Current-Potential) [Dropdown]
- 线性溶出 (Linear Stripping):**
 - 初始电位(V) (Initial Potential (V)): [Text Input: -0.1]
 - 终止电位(V) (Final Potential (V)): [Text Input: 0.1]
 - 扫描速率 (Scan Rate): [Text Input: 0.5]
 - 相对开路 (Relative Open Circuit) [Dropdown]
 - 相对开路 (Relative Open Circuit) [Dropdown]
 - mV/s [Dropdown]

At the bottom, there are three buttons: 确定 (OK), 取消 (Cancel), and 帮助 (Help).

图 2.69 线性溶出伏安参数设置窗口

下面是线性溶出伏安的测试参数、范围以及说明：

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

15.1.3 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

15.3 阶梯溶出伏安

菜单位置：“测试方法” → “溶出伏安” → “阶梯溶出伏安”。

阶梯溶出伏安法即溶出过程中施加在工作电极上的电势是呈阶梯状线性变化的。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。

15.3.1 创建数据文件

详情请参见 10.1.1 节。

15.3.2 参数设置

电位富集过程的参数设置，请参见 15.1.2 节。阶梯溶出过程的参数设置，请参见 13.3.2 节。



图 2.70 阶梯溶出伏安参数设置窗口

15.3.3 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

15.4 方波溶出伏安

菜单位置：“测试方法”→“溶出伏安”→“方波溶出伏安”。

方波溶出伏安法即溶出过程中施加在工作电极上的电势是呈方波状线性变化的。方波溶出伏安法中的方波溶出过程是大幅度的微分技术，施加在工作电极上的电位波形是由对称方波叠加在一个基础阶梯电位上。方波溶出伏安法的优点在于它有杰出的灵敏度，快速扫描能力，显著减小分析时间。

15.4.1 创建数据文件

详情请参见 10.1.1 节。

15.4.2 参数设置

电位富集过程的参数设置，请参见 15.1.2 节。方波溶出过程的参数设置，请参见 13.4.2 节。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。



图 2.71 方波溶出伏安参数设置窗口

15.4.3 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

15.5 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”。

15.5.1 创建数据文件

详情请参见 10.1.1 节。

15.5.2 参数设置

电位富集过程的参数设置，请参见 15.1.2 节。差分脉冲溶出过程的参数设置，请参见 13.5.2 节。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。

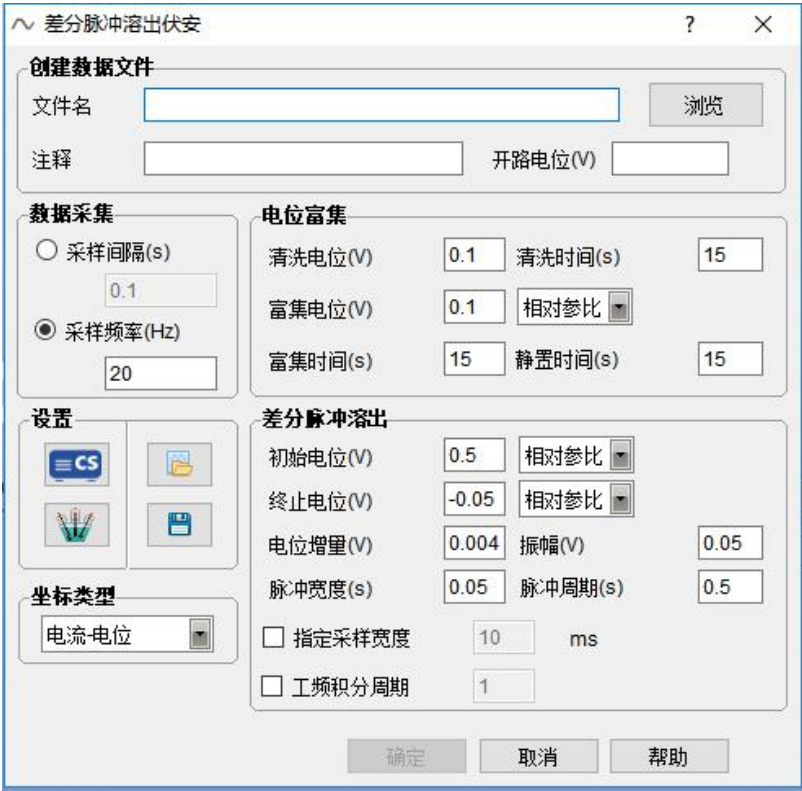


图 2.72 差分脉冲溶出伏安参数设置窗口

15.5.3 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

15.6 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”。

15.6.1 创建数据文件

详情请参见 10.1.1 节。

15.6.2 参数设置

电位富集过程的参数设置，请参见 15.1.2 节。常规脉冲溶出过程的参数设置，请参见 13.6.2 节。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。



图 2.73 常规脉冲溶出伏安参数设置窗口

15.6.3 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

15.7 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”。

15.6.1 创建数据文件

详情请参见 10.1.1 节。

15.6.2 参数设置

电位富集过程的参数设置，请参见 15.1.2 节。差分常规脉冲溶出过程的参数设置，请参见 13.7.2 节。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。



图 2.74 差分常规脉冲溶出伏安参数设置窗口

15.6.3 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

16. 交流阻抗

16.1 阻抗~频率扫描

菜单位置：“测试方法” → “交流阻抗” → “阻抗~频率扫描”。

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。

16.1.1 常规设置

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。

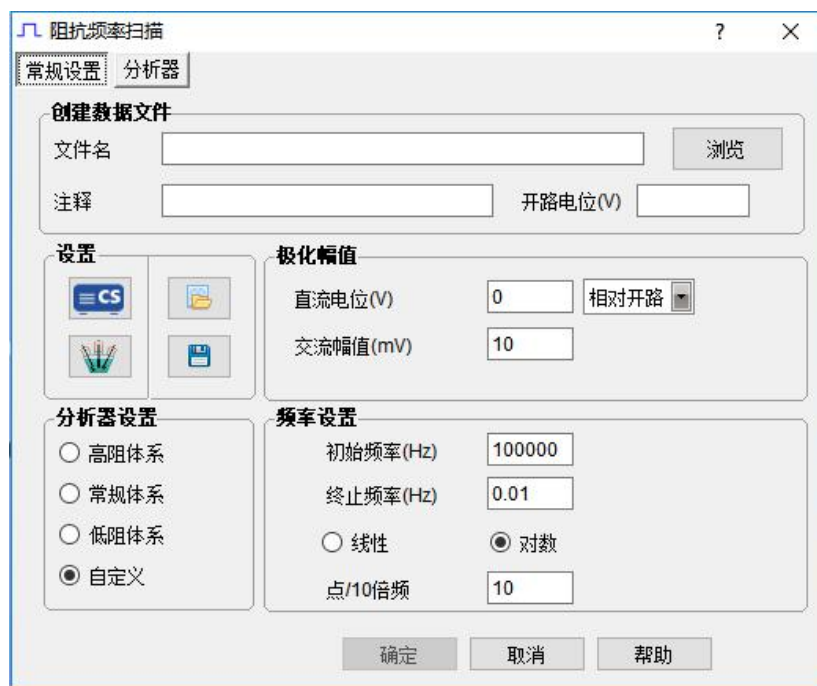


图 2.75 阻抗~频率扫描参数设置窗口

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。

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“1K 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。

工作站——详情请参见 9.10 节。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~1μF 即可。

电解池——详情请参见 9.9 节。电解池参数让用户输入工作电极与电解池的相关信息，

比如表面积、材料和温度等等。这些参数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试验的测试条件，同时这些信息也作为腐蚀速率计算的必要参数。

16.1.2 分析器

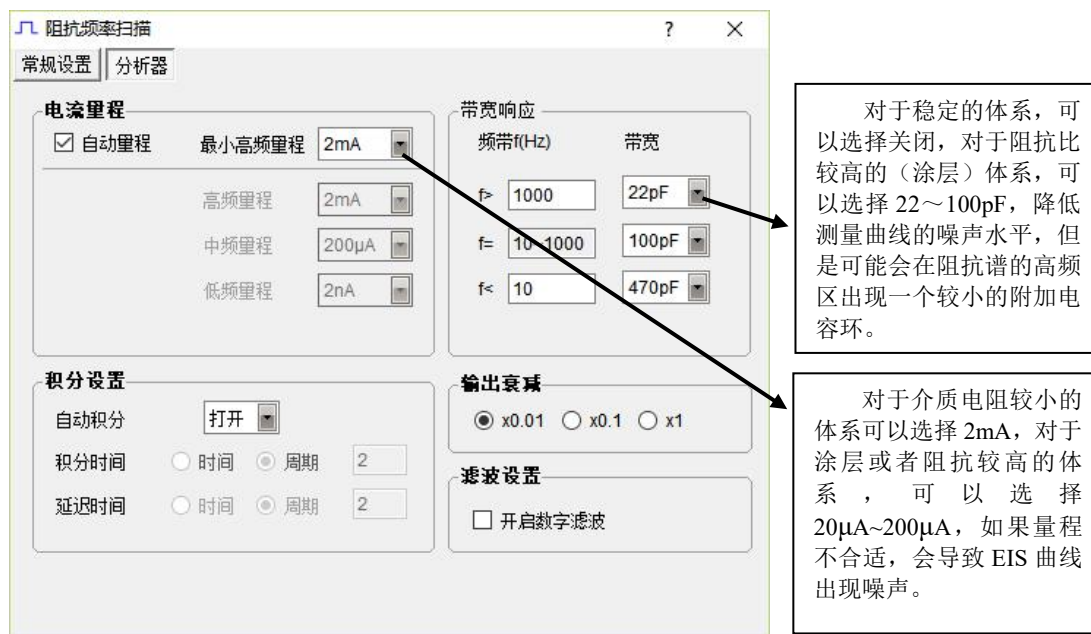


图 2.76 电化学阻抗测试分析器窗口

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 200μA 电流档，在 10~1000Hz 中频段也使用 200μA 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 2.72 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 9.9.8 节的滤波器设置。

偏压补偿——偏压补偿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。CS350 仪器内部自动采用了电位和电流的偏压消除，提高了阻抗的测量精度。进行阻抗测量时，推荐至少要打开“偏压补偿”选项，如果“交流激励”信号幅值小于 100mV ，可以打开“信号增强”选项。

积分时间——积分可以分为自动或手动积分，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。积分时间可以设为循环次数或时间（秒），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。

延迟时间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，延迟时间对于电化学体系一般不需要。

16.1.3 阻抗谱分析

CS Studio 包含阻抗谱分析以及图形绘制工具。CS Studio 测试生成的阻抗数据文件是以 .Z60 结尾的文件，可以在数据采集完毕后点击“数据分析”→“阻抗谱分析”菜单，或者 CS Studio 工具栏上的“阻抗谱分析”图标打开数据并进行数据拟合。阻抗谱分析的详细使用见 21.8 章节。

16.2 阻抗~时间扫描

菜单位置：“测试方法”→“交流阻抗”→“阻抗~时间扫描”。

该方法测量在固定频率下，体系的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。

16.2.1 常规设置

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 $E = 0.012 \sin(\omega t) \text{ V}$ ，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。

测量频率——扫描过程的测量频率值。

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。

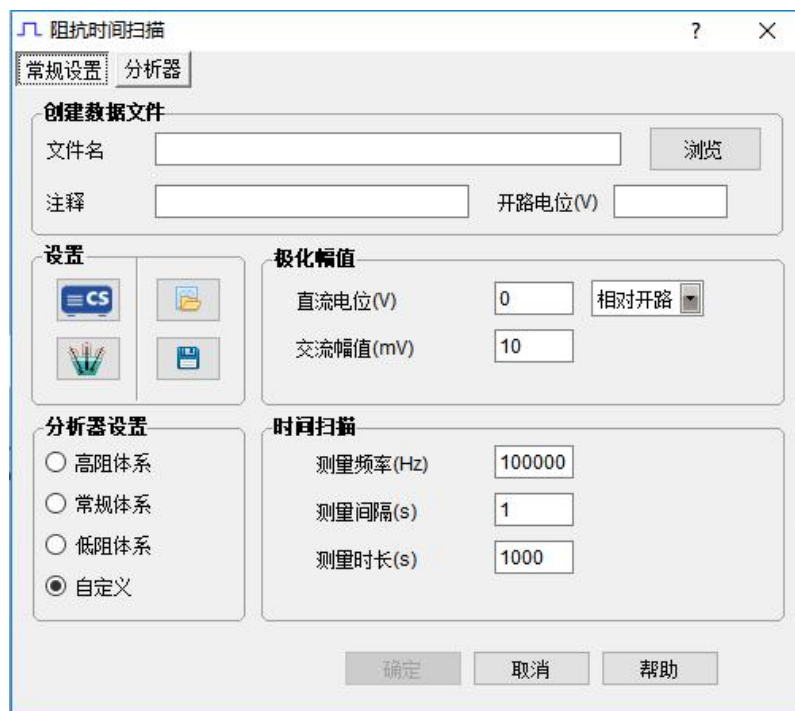


图 2.77 阻抗~时间扫描参数设置窗口

工作站——详情请参见 9.10 节。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~1μF 即可。

电解池——详情请参见 9.9 节。电解池参数让用户输入工作电极与电解池的相关信息，比如表面积、材料和温度等等。这些参数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试验的测试条件，同时这些信息也作为腐蚀速率计算的必要参数。

16.2.2 分析器

详情请参见 16.1.2 分析器节。

16.2.3 数据分析

阻抗-时间测试生成数据文件是以.Z60 结尾的文件，可以在数据采集完毕后点击“数据分析”→“阻抗谱分析”菜单打开数据，也可以用阻抗谱分析图标打开。

16.3 阻抗~电位扫描

菜单位置：“测试方法”→“交流阻抗”→“阻抗~电位扫描”。

该方法用于测量不同直流极化电位下的单频阻抗特征，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：

$$C_{sc}^{-2} = \frac{2}{eN_d\epsilon\epsilon_0A^2} (V_m - V_{fb} - \frac{kT}{e}) \quad (n \text{ 型半导体}) \quad (1)$$

$$C_{sc}^{-2} = \frac{-2}{eN_a\epsilon\epsilon_0A^2} (V_m - V_{fb} + \frac{kT}{e}) \quad (p \text{ 型半导体}) \quad (2)$$

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，因此阻抗~电位扫描中一般采用高频正弦波进行测量。

16.3.1 常规设置

“测量频率”和“交流幅值”设定阻抗测试时正弦波频率和幅值。详情请参见 16.1.1 常规设置节。

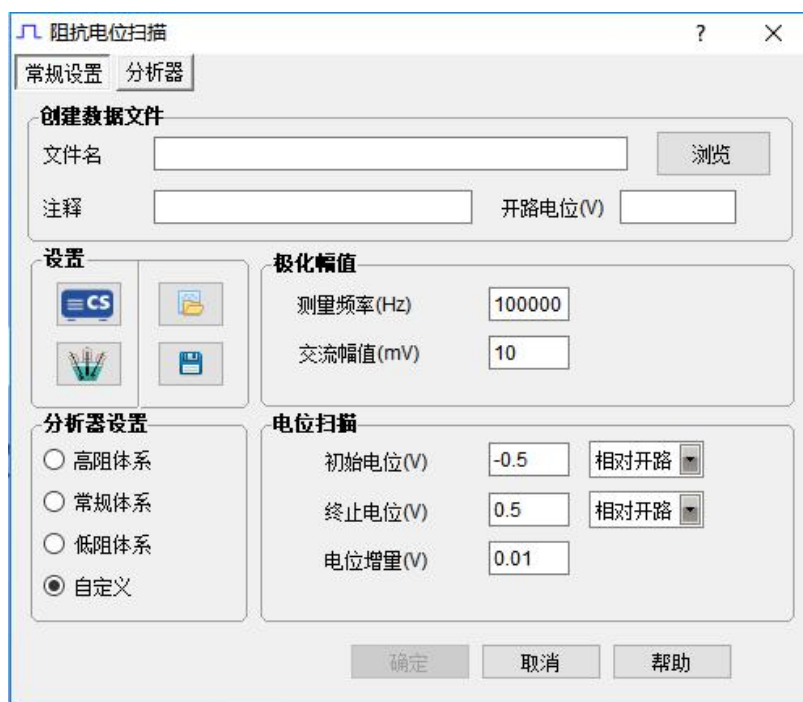


图 2.78 阻抗~电位扫描参数设置窗口

初始电位——设定阻抗~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。

16.3.2 分析器

详情请参见 16.1.2 分析器节。

16.3.3 数据分析

阻抗-时间测试生成数据文件是以.Z60 结尾的文件，可以在数据采集完毕后点击“数据分析”→“阻抗谱分析”菜单打开数据，具体数据拟合分析见 21.5.1 章节。

17. 充放电测试

17.1 电池充放电

菜单位置：“测试方法”→“充放电测试”→“电池充放电”。

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。

17.1.1 创建数据文件

设定 CS Studio 保存电池充放电数据的文件名。详情请参见 10.1.1 节。

17.1.2 参数设置

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。

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 —— 在电池在进行了一段时间的充电（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）。

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。



图 2.79 电池充放电参数设置窗口

17.1.3 数据采集

设定 CS Studio 采集数据的工作方式。详情请参见 10.1.3 节。

17.1.4 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

17.2 恒电流充放电

菜单位置：“测试方法”→“充放电测试”→“恒电流充放电”。

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，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。

17.2.1 创建数据文件

详情请参见 10.1.1 节。

17.2.2 参数设置

充电电流——充电电流值。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。

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”——“当电位 (V)” $< E_{ch}$ （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大于 E_{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。

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。充放电电位值可以选择“相对参比”或“相对开路”。

容量计算

为了直接从充放电曲线中计算电容器的比电容量，根据如下公式

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

其中 I 为充（放）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

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

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——一般情况下，第一圈的测量数据的误差偏大，可以选择“首圈不计”功能。保存的数据文件中将不含第一圈的数据。

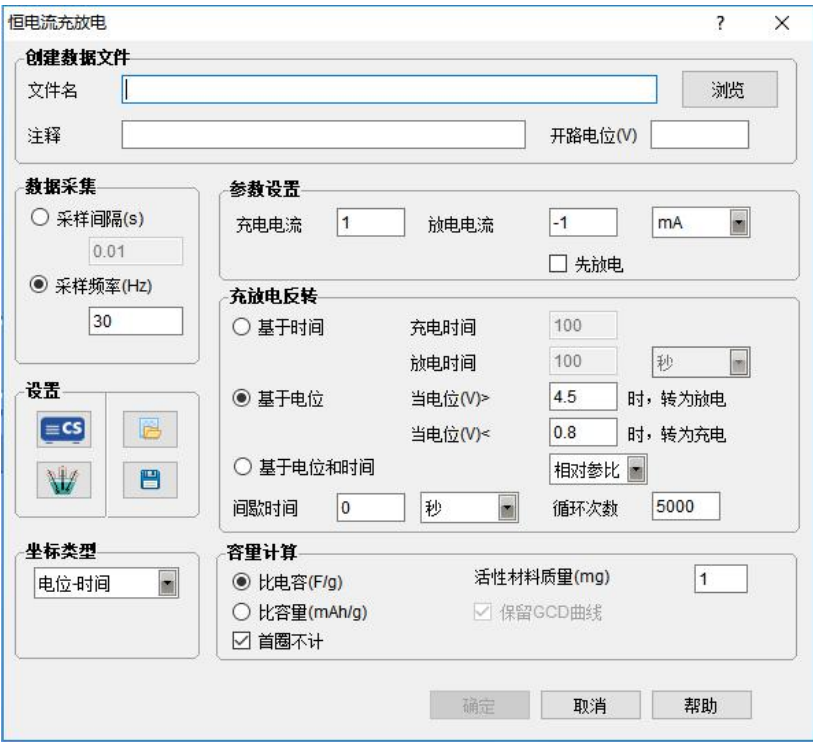


图 2.80 恒电流充放电参数设置窗口

17.2.3 数据采集

详情请参见 10.1.3 节。

17.2.4 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

17.3 恒电位充放电

菜单位置：“测试方法” → “充放电测试” → “恒电位充放电”。

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。

17.3.1 创建数据文件

详情请参见 10.1.1 节。

17.3.2 参数设置

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。可勾选先放电使体系现处于放电状态。

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 $|电流| < I_{ch}$ ， 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 $|电流| < I_{dis}$ 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。

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。

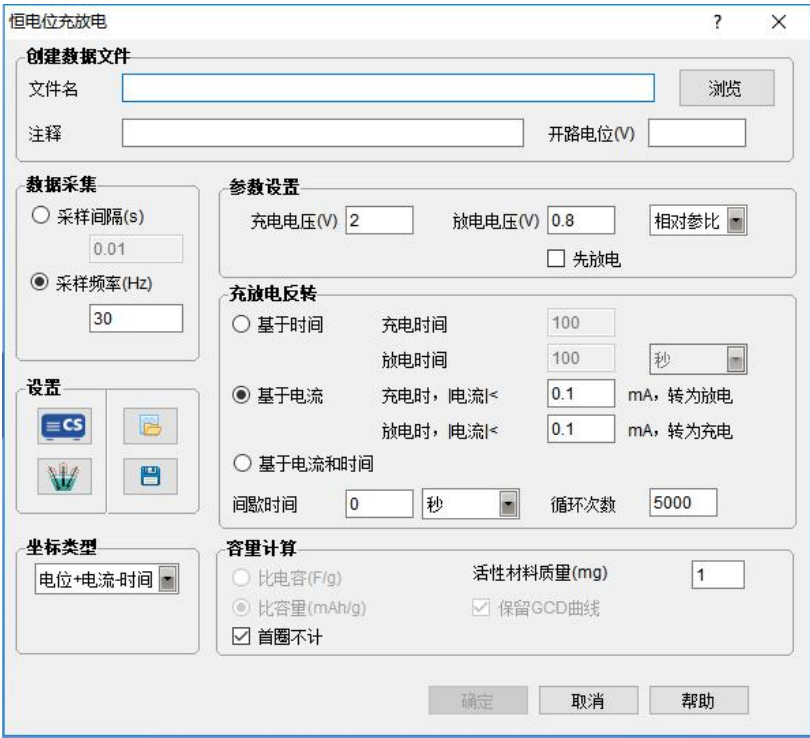


图 2.81 恒电位充放电参数设置窗口

17.3.3 数据采集

详情请参见 10.1.3 节。

17.3.4 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

17.4 恒电位间歇滴定技术

菜单位置：“测试方法” → “充放电测试” → “恒电位间歇滴定技术”。

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 τ ，随后撤去该电位激励，进行时间为 τ_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。

17.4.1 创建数据文件

详情请参见 10.1.1 节。

17.4.2 参数设置

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。脉冲步长设置为正值则表示处于充电模式，设置为负值则表示处于放电模式。

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没有电流通过电池。

终止条件——用于设置脉冲和弛豫停止条件。当电流小于某一数值或电流-时间曲线斜率小于某一数值时，脉冲过程停止；当电位-时间曲线斜率小于某一数值时弛豫过程停止。

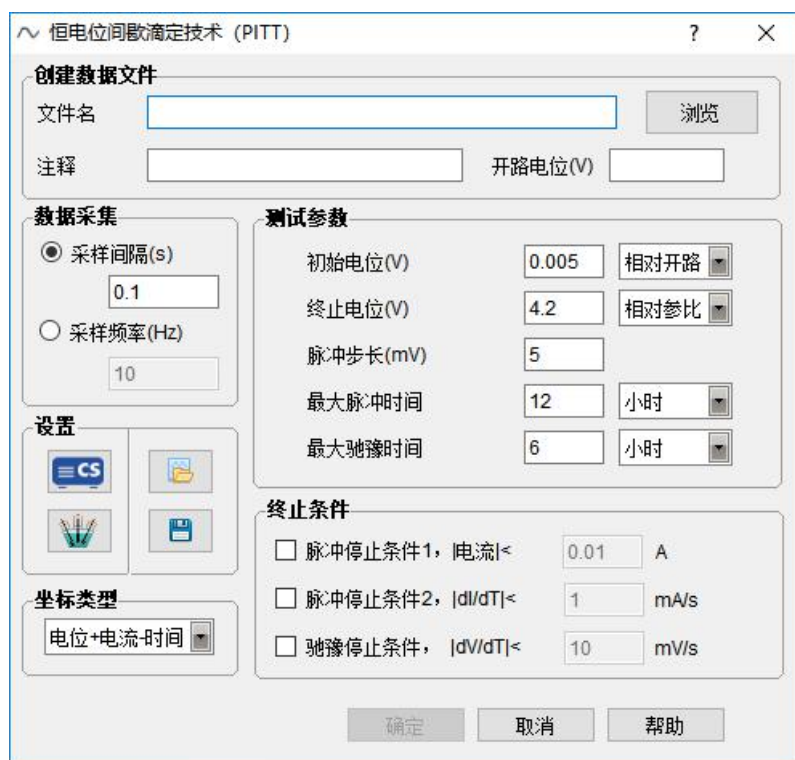


图 2.82 恒电位间歇滴定技术参数设置窗口

17.4.3 数据采集

详情请参见 10.1.3 节。

17.4.4 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

17.5 恒电流间歇滴定技术

菜单位置：“测试方法”→“充放电测试”→“恒电流间歇滴定技术”。

恒电流间歇滴定技术首先施加电流脉冲，电池电势快速变化，随后，维持电流恒定，使电势缓慢变化。接着，停止施加电流，电势迅速变化，最后，进入弛豫过程，在此豫期间，电势缓慢变化，直到再次平衡。重复以上过程：脉冲、恒电流、弛豫、脉冲、恒电流、弛豫……，直到达到测试停止条件。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。

17.5.1 创建数据文件

详情请参见 10.1.1 节。

17.5.2 参数设置

极化电流——充放电电流数值。如果电池正极与工作电极相接，则输入正号表示为充电，输入负值为放电。

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没有电流通过电池。

终止条件——用于设置脉冲、弛豫以及测试停止条件。当电位达到某一数值时,测试终止;电压-时间曲线斜率小于某一数值时,脉冲或弛豫过程停止。

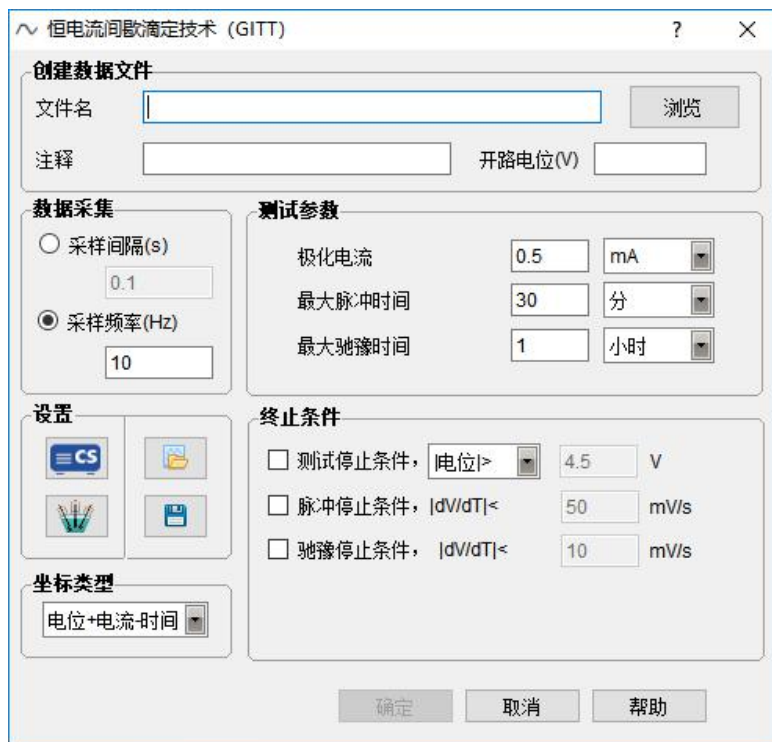


图 2.83 恒电流间歇滴定技术参数设置窗口

17.5.3 数据采集

详情请参见 10.1.3 节。

17.5.4 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

18. 双恒测量

18.1 氢扩散测试

菜单位置：“测试方法”→“双恒测量”→“氢扩散测试”。

氢渗透测量需要一套特殊的电解池,通过两个互相串连的电解池(一个用于恒电流充氢,另一个用于氢电流检测),在每个电解池中各有一套独立的参比电极和辅助电极,但共用一个工作电极,该工作电极由一个紧夹在两电解池中间的金属薄盘组成,如图 2.84。

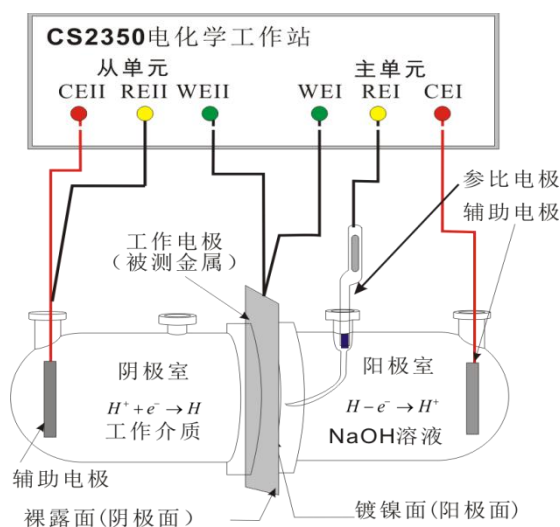


图 2.84 氢扩散电解池接线图

工作电极的充氢面施加以方波阴极电流，通过交替改变充氢电流大小，使原子向金属内扩散，并逐渐到达工作电极的检测面（反面），通过在检测面测量氢氧化电流波形的幅值以及滞后时间，既可以计算出氢在金属中的扩散速率和扩散系数。

将双电解池按照图 2.84 的方式连接好，图中的氢扩散电解池阳极室（电解池右侧）加入 0.1mol/L 的 NaOH 后，将电极电缆线连接到前面板的主单元上，将与阴极室相连的电极电缆线连接到通从单元上。先设定主单元恒电位仪的阳极极化电位为 0.2V vs. Hg/HgO，开启极化，此时阳极电流先是急剧下降，再慢慢趋于一稳定值，这一稳定值即阳极残余电流，它是由钢片内部残留的氢或扩散面溶液中含有能被氧化的杂质产生的。当残余电流小于设定的值后，即可在阴极室加入用户实验介质（如稀盐酸），然后开启双恒电位仪的从单元的恒电流极化，初始电流为图 2.85 中的峰顶电流，如 10mA，此时氢离子将在阴极室的 C 面上还原成氢原子，并且部分氢原子将渗入并穿过金属圆片，到达阳极室的 A 面，然后在主单元的恒电位阳极极化下，氧化成氢离子，形成氧化电流，测试的氢电流如图 2.85。

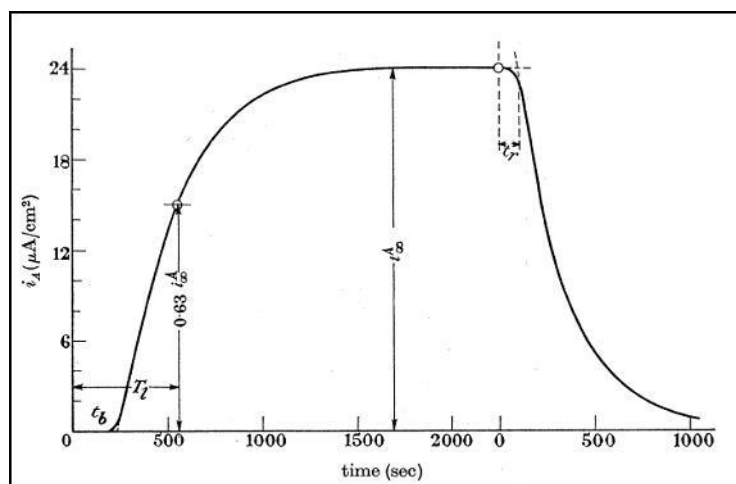


图 2.85 氢扩散测试电流-时间曲线

图 2.85 中，由于氢原子在金属中的扩散速率限制，氢检测端电流出现了滞后现象，表现为阳极电流随时间而逐渐增加（在上升沿）或下降（在下降沿）。根据氢检测电流的滞后时间以及电流大小，可判断氢在金属中的浓度以及扩散速率，进一步，还可以判断某些缓蚀剂对氢渗透的抑制作用。

18.1.1 创建数据文件

文件名是 CS Studio 保存数据的文件名，详情请参见 10.1.1 节。

18.1.2 参数设置

氢离子氧化（主单元）

极化电位 (V)——在电解池氢电流检测一端施加给工作电极的极化电位。该电位值一般应保证工作电极（金属薄盘）处于阳极极化，即极化电位需输入正值，以使从金属片对面扩散过来的氢原子氧化成为氢离子。

氢离子还原（从单元）

设置充氢电流方波的峰顶和谷底电流以及相应的持续时间。充氢电流只能是阴极方向，以使氢离子被还原成氢原子并扩散通过工作电极（中间金属盘）。充氢电流循环次数也就是方波个数。

氧化残余电流——随着恒电位极化的持续，金属中的残余氢电流会逐渐降低，当低于该设定值之后，软件即可启动充氢恒电流极化，开始充氢。

测量开始后，主单元先开启恒电位极化，让金属箔中的氢原子充分扩散到氧化面并氧化掉，这需要一个较长时间。根据 ISO 标准，一般需要等到残余氧化电流小于 $1\sim 2\mu\text{A}/\text{cm}^2$ （残余电流阈值）后，才认为金属箔中的氢原子已完全被氧化掉。一旦氧化电流小于阈值，从单元即开始进行恒电流充氢。充氢电流在峰顶电流与谷底电流之间变化；根据金属材料厚度和材质，一般在 10~20 分钟后，由于金属充氢面产生的氢原子扩散到金属片的对侧，并被氧化形成阳极电流，所以主单元监测到的阳极电流逐渐增加，并最终稳定。

时间单位——可以让您指定恒电位极化时间，单位可以选择“秒”、“分钟”和“时”。

循环次数——一次完整的循环包括充氢峰电流持续时间和充氢谷电流持续时间。



图 2.86 氢扩散测试参数设置窗口

18.1.3 数据采集

详情请参见 10.1.3 节。

18.1.4 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。对于双恒电位仪需要分别对主单元和从单元进行设置，二者参数可以相同或者不同。用户可通过“主单元”和“从单元”按钮来设置电流量程切换、信号增益、低通滤波开关、数字平滑、扫描（极化）延迟时间等，注意此时接地模式必须选用实地。详情请参见 9.10 节。

18.2 盘环电极测试

菜单位置：“测试方法”→“双恒测量”→“盘环电极测试”。

旋转圆盘电极比静止电极有以下优点：浓差极化稳定，极化曲线稳定性好，可以测量比较迅速的电化学反应。所以测量旋转圆盘电极的极化曲线，尤其在测定扩散系数、反应得失电子数、反应物浓度、电镀添加剂的整平作用和电极反应动力学参数等方面有广泛的应用。借助于环电极，还可以检测盘电极上电极反应中间产物。

图 2.87 左中 DW 为盘电极，而 RW 为环电极，分别为两个独立的工作电极，二者处于同心圆上，根据实验要求，DW 和 RW 需要控制在不同的极化电位，以保证盘电极的电化学产物传递到环电极上发生进一步的氧化还原反应，从而被检测出。

盘环电极采用双单元恒电位仪，其中主单元，也叫主通道恒电位仪，从单元也称为辅助

通道恒电位仪，辅助恒电位仪用于控制盘环电极之间的电位差。

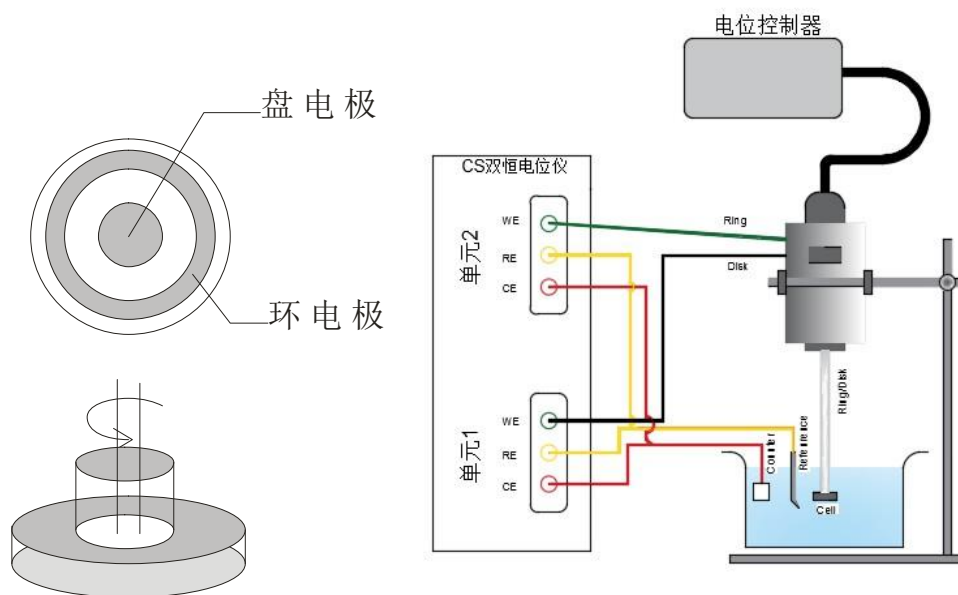


图 2.87 旋转圆盘电极（左）及旋转圆盘电极控制器与双恒电位仪的连接方式（右）

盘环电极与双恒电位仪的连接方式如图 2.87 右，其中单元 1 采用常用的三电极工作模式，辅助电极护套夹接对电极（CE），参比电极护套夹接参比电极（RE），而工作电极护套夹则接到盘电极（Disk Electrode）输出线上；单元 2 同样采用三电极工作模式，其中工作电极护套夹则连接到环电极上，辅助电极护套夹接到对电极（CE），参比电极护套夹接参比电极（RE），即单元 1 与单元 2 共用相同的辅助电极与参比电极。

在盘电极极化过程中，盘电极上产生的中间产物，在到达环电极后，由于盘环电极之间的电位差，进一步氧化或还原，并通过辅助通道恒电位仪将环电极的电流测量并显示出来。

对于盘环电极测试，盘电极为主工作电极，而环电极主要用于检测盘电极上的中间产物，因此盘电极一般仍然采用动电位扫描测试，而环电极与盘电极之间的电位差为设定的一恒电位值，如图 2.85 中的圆环电极极化参数中的设置。

测试的数据主要有两组记录，其一是主单元恒电位仪（即盘电极）上的极化电位 E_d 与极化电流 I_d ，其二为从单元恒电位仪（即环电极）的极化电位 E_r 以及环电极上的极化电流 I_r 。

18.2.1 创建数据文件

详情请参见 10.1.1 节。

18.2.2 参数设置

圆盘电极扫描

与动电位扫描类似，盘电极可以有最多 4 个独立的极化电位设置点，详情请参见 10.4 章《动电位扫描》。

圆环电极极化

极化电位——圆环电极相对于盘电极的极化电位，单位为 V。



图 2.88 盘环电极测试参数设置窗口

18.2.3 数据采集

详情请参见 10.1.3 节。

18.2.4 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。对于双恒电位仪需要分别对主单元和从单元进行设置，参见 9.10 工作站设置节，注意此时接地模式必须选用实地。

18.2.6 坐标类型

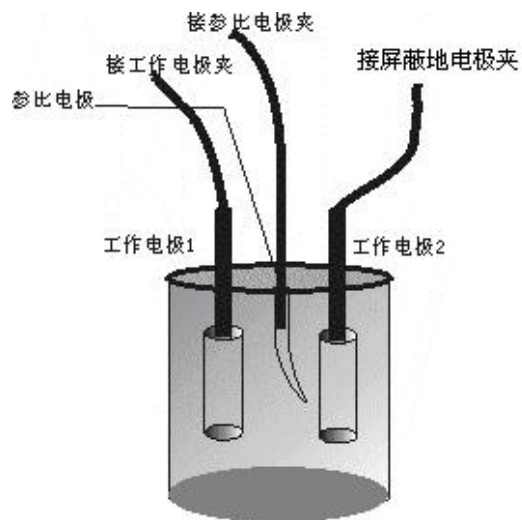
设置动态图形显示中的图形坐标方式。

19. 扩展测量

19.1 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，监测时间长度可以按需要设定。



对于 CS 系列工作站，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，如上右图。

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。

19.1.1 创建数据文件

详情请参见 10.1.1 节。

19.1.2 参数设置

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“时”。

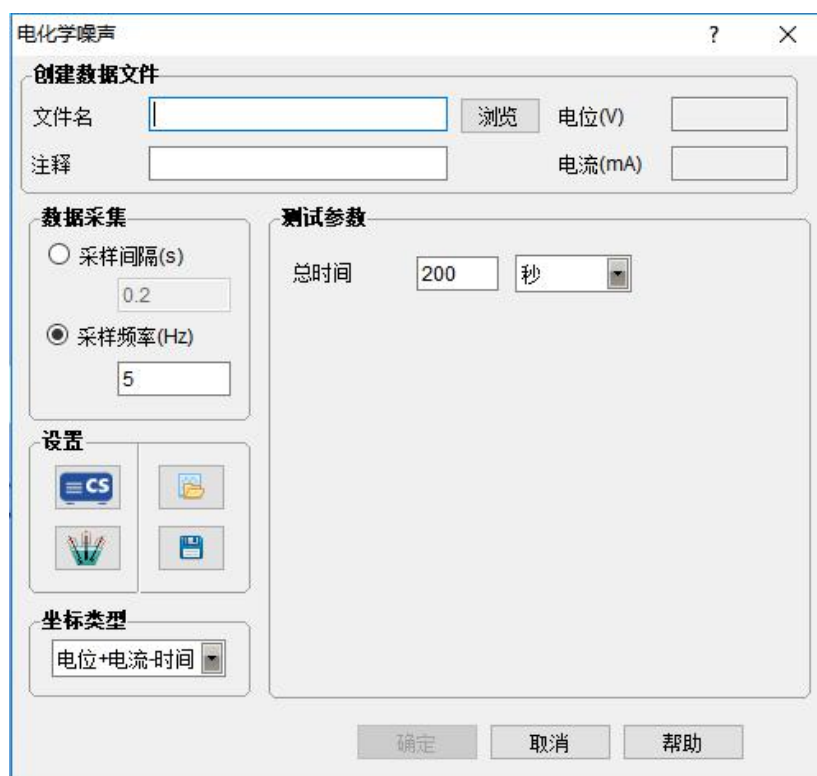


图 2.89 电化学噪声测试参数设置窗口

19.1.3 数据采集

详情请参见 10.1.3 节。

19.1.4 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。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。

19.2 数字记录仪

菜单位置：“测试方法”→“扩展测量”→“数字记录仪”。

数字记录仪用来同步记录外部信号，最多可以有 6 路外部信号被同时记录。（两路通道已用于内部的电化学测量）。该测试方法与其他的电化学测试完全独立，即恒电位仪的工作与外部信号的记录不会相互影响。在测试开始前，确定按钮为无效状态，只有当用户指定有效文件名后，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。

19.2.1 创建数据文件

建立文件名的详情请见 10.1.1 创建数据文件节。注意：由于软件内部采用双通道同时工作方式，所以数据文件总是同时保存两路数据。如只需一路信号，可将数据文件引入到 Excel 中，删除相应数据列。

19.2.2 参数设置

外部增益

实时显示当前通道的数据值，其中外部增益为外部信号的放大倍数。例如：如果外部信号放大倍数为 5 倍，则此处输入 5。

所有外部信号均以电位方式进行记录，用户必须自行将电位信号大小转换为原始信号的大小。例如对于 pH 计，1 个 pH 单位应该对应于 0.1V 的电位值。注意：外部增益值不能小于 0。

记录参数

“记录时间”——与下面的“时间单位”一起，让您选择该组信号（通道）记录的总时间。

“时间单位”下拉框——让您指定时间单位，可以选择“秒”、“分钟”或“时”。

要显示数字记录仪所记录的数据，必须选择其子菜单“记录显示”。而极化曲线等的显示则必须通过“图形显示”来激活。



图 2.90 数字记录仪参数设置窗口

19.2.3 数据采集

“采样间隔”——间隔所填入数字秒数采集一个点。

“采样频率”——采样的速率，1Hz 即每秒采集一个点，10Hz 即每秒采集 10 个点。

19.3 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。

19.3.1 创建数据文件

详情请参见 10.1.1 节。

19.3.2 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。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，用户还可以选择极化电位施加方式。

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“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。

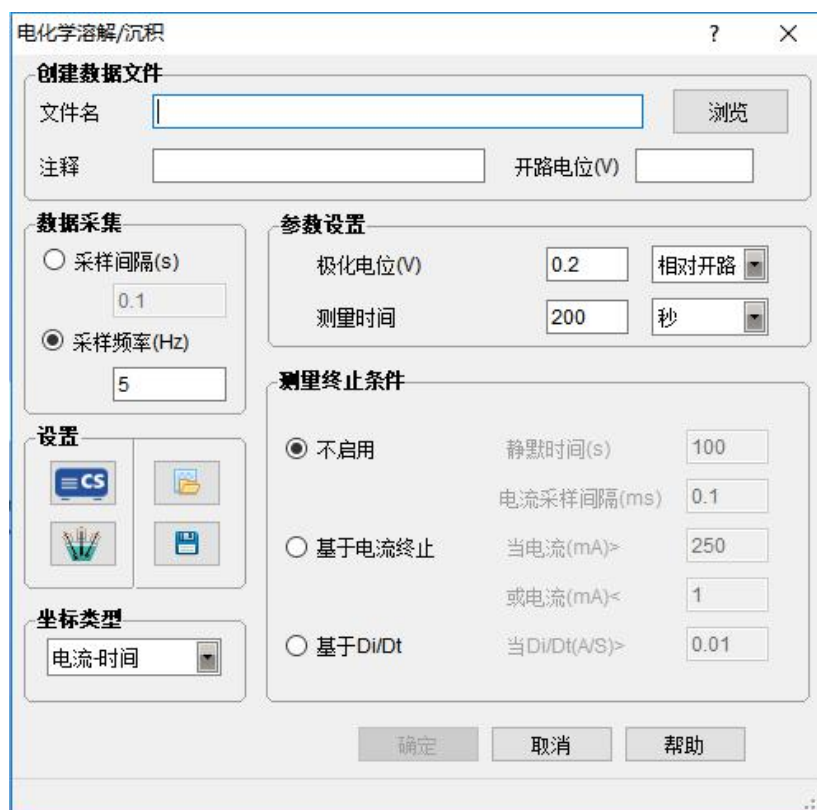


图 2.91 电化学溶解/沉积测试参数设置窗口

19.3.3 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

19.4 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”。

19.4.1 创建数据文件

设定数据的文件名。详情请参见 10.1.1 节。

19.4.2 参数设置

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。

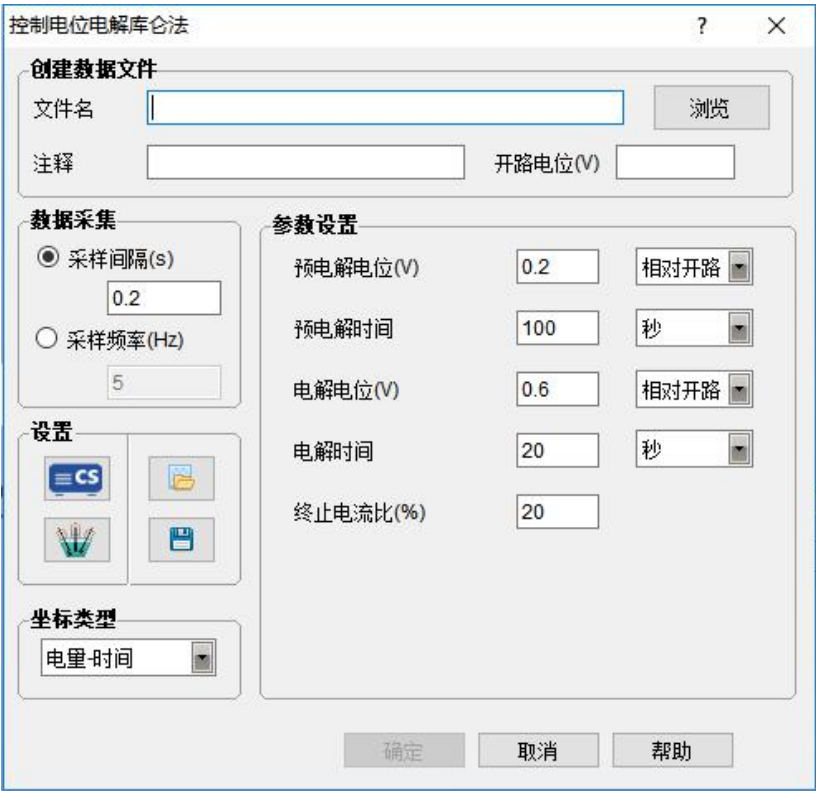


图 2.92 控制电位电解库仑法参数设置窗口

19.4.3 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

19.5 动电位再活化法

菜单位置：“测试方法”→“扩展测量”→“动电位再活化法”。

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 I_r 、 I_a 、 Q_r 、 Q_a 等 4 个值。

19.5.1 创建数据文件

设定数据的文件名。详情请参见 10.1.1 节。

19.5.2 参数设置

初始电位，终止电位可参考 10.4 章《动电位扫描》的设置。

间歇时间——在终止电位停留的时间。

正扫速率——由初始电位扫向终止电位的扫描速率。

回扫速率——由终止电位扫向初始电位的扫描速率。

循环次数——一个完整的循环是从初始电位扫描到终止电位再扫回初始电位。可设置总

的循环次数。



图 2.93 动电位再活化法参数设置窗口

19.5.3 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

19.6 溶液电阻测试

菜单位置：“测试方法” → “扩展测量” → “溶液电阻测试”。

19.6.1 参数设置

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。

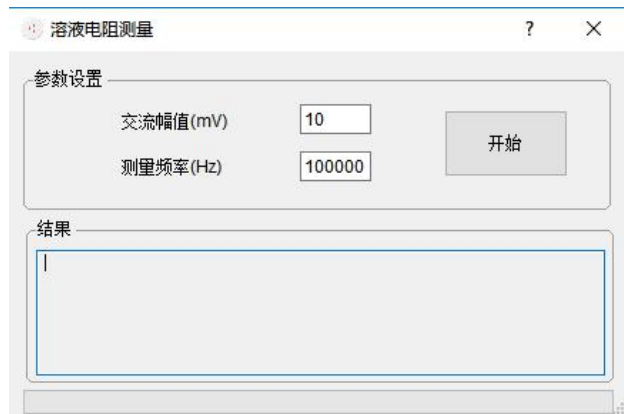


图 2.94 溶液电阻测试参数设置界面

19.7 循环极化曲线

菜单位置：“测试方法” → “扩展测量” → “循环极化曲线”。

19.7.1 创建数据文件

设定数据的文件名。详情请参见 10.1.1 节。

19.7.2 参数设置

初始电位、终止电位、扫描速率可参考 10.4 章《动电位扫描》的设置。

回扫电位——回扫终止电位。

回扫速率——由终止电位扫向初始电位的扫描速率。

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”。



图 2.95 循环极化曲线测试参数设置界面

19.7.3 设置

详情请参见 9.9~9.12 节。

20. 图形显示

CS 系列电化学工作站测试结果有两种形式：`cor.`和`.z60`。测试界面和打开方式均有区别。

20.1 `.cor` 文件图形显示

菜单位置：“测试方法” → “图形显示”。

在“恒电位仪”工作方式下（包括基于恒电位、恒电流和电偶电流等的全部测试方法），本对话框以图形方式实时显示数据值，并具有“停止”、“暂停”、“重新测试”等图形按钮。

在数字记录仪工作方式下，则显示正在工作的外部信号通道，以及当前记录的数据和图形。

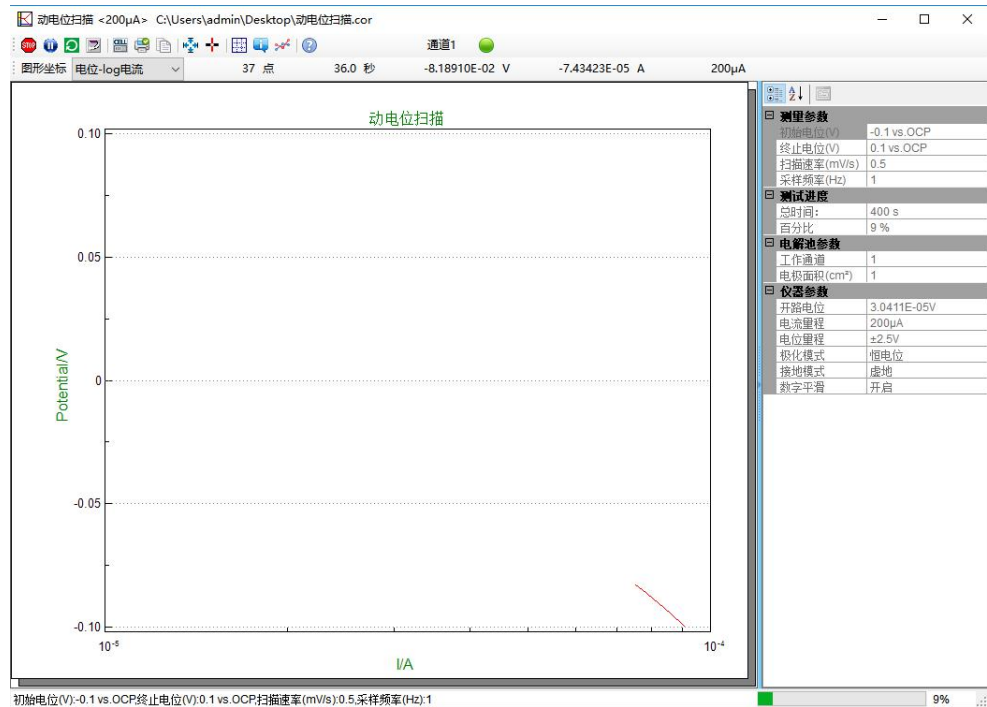


图 2.96 动态图形显示窗口

在窗口的标题栏中会显示数据文件名，窗口右侧会显示测试参数、测试进度、电解池参数等，在窗口下部的状态栏中会显示所采用的测试方法（如恒电位极化、动电位扫描等）、工作参数（如扫描速率、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。

CS Studio 软件自动选择最佳的坐标起点与终点值，并对图形进行动态刷新。

20.1.1 图形坐标

点击右侧的图形选择下拉框，可以改变动态图形显示方式。用户可以选择 7 种图形显示方式，并可根据电位和电流的大小来自动选择坐标单位（mV、V、mA、μA），即：

“电位-时间”——横坐标为时间，单位为“秒”，纵坐标为电极电位。

“电流-时间”——横坐标为时间，单位为“秒”，纵坐标为电流，单位为 A。

“电位-电流”——横坐标为电流值，纵坐标为电极电位。

“电流-电位”——横坐标为电极电位，纵坐标为电流值。

“电位- $\lg(\text{电流})$ ”——横坐标为电流的绝对值的对数，纵坐标为电极电位。

“电位+电流-时间”——横坐标为时间，纵坐标为电极电位和极化（电偶）电流。

“电量-时间”——横坐标为时间，纵坐标为积分电量。

该选项仅在恒电位仪工作方式下有效。如果数字记录仪与恒电位仪同时工作时，则依用户选定的菜单来以不同的方式显示。

20.1.2 工作通道

点击右侧的工作通道选择下拉框，在记录仪工作方式下，可以显示相应工作通道的数据。该选项仅在数字记录仪（记录外部信号）工作时有效。如果数字记录仪与恒电位仪同时工作时，则依用户选定的菜单来以不同的方式显示。

20.1.3 实时数据

显示当前采集的最新数据，从左到右依次是测试时间（s），电位（V），电流（A）。

当用户需要知道图形上某一点的数值时，可将鼠标选中工具栏中按钮，然后将光标移入图形区，在光标右侧立刻同步显示当前值。例如如果选择“电位-时间”，则该文本为时间（s）和电位（V），而当您切换到“电位-电流”后，则该文本为电流密度（A）和电位值（V）。

20.1.4 图形放大

当用户需要在测试过程中观察局部位置的图形或数据时，可以在要放大区域的左上方按住鼠标左键并同时拖动到要放大区域右下方，然后松开左键，此时选定区域的图形立刻充满整个图形窗口，同时图形不再更新，但此时 CS Studio 仍在扫描和采集数据信号。如果要恢复到自动更新状态，只要在图形上面点击鼠标任意键即可。

停止与暂停

单击按钮终止当前正在进行的测试。单击按钮则暂停测试，再次单击，继续测试。

扫描反向

单击按钮可以让用户改变扫描方向，它只用于动电位扫描和循环伏安测试，单击一次该按钮，则扫描方向立刻反向，但扫描速率值与当前速率相同，再次单击，则回到原来扫描方向。该按钮可让用户随时改变扫描方向，以研究某些电化学反应的循环特性。

极化开关

单击按钮可以让用户随时改变电极的极化状态。

打印

单击  按钮立刻将窗口中显示的实时图形输出到打印机。

图形复制

单击  按钮可以将窗口中显示的实时图形复制到常用办公文档中。

自适应显示

单击  按钮可以将窗口中显示的实时图形充满整个图形窗口。

显示坐标格线

单击  按钮可以显示坐标格线，再次单击，则取消显示。

显示参数

单击  按钮可以显示测试参数，再次单击，则取消显示。

显示标记

单击  按钮可以显示标记，再次单击，则取消显示。

帮助

单击  按钮可以显示当前测试方法的帮助页面。

20.2 .z60 文件图形显示

CS Studio 能够实时显示测试的阻抗谱数据，用户可以通过鼠标在屏幕上读取当前测试数据点，同时显示当前的实部、虚部、阻抗模，相位角和频率。所测得的数据自动同步保存。

20.2.1 实时数据

选定  单选框后，用户可通过鼠标锁定并读取“Nyquist”或“Bode”图中数据点的坐标值（包括实部、虚部、频率、阻抗模和相位角），如图 2.97。当用户需要知道图形上某一点数值时，可将光标移入图形区，光标右侧立刻同步显示当前值。

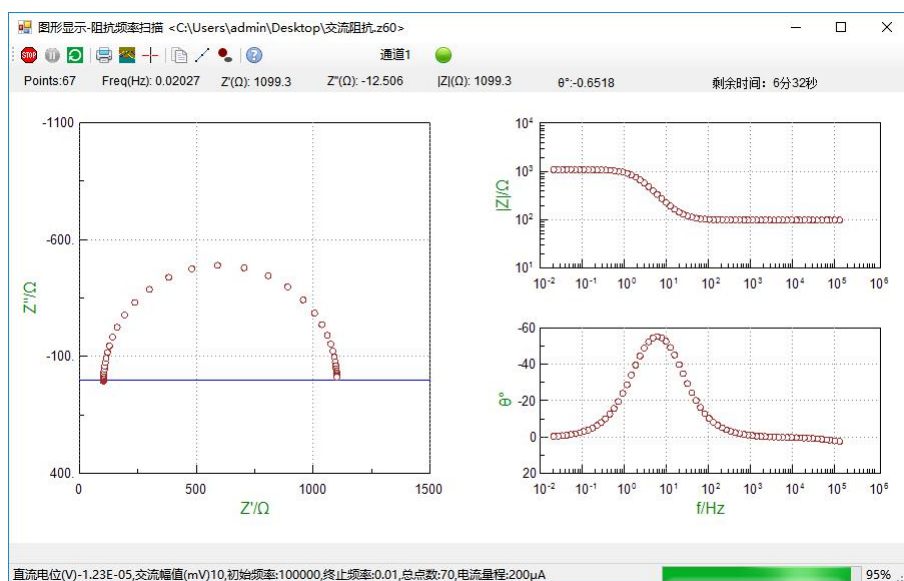


图 2.97 电化学阻抗测试显示窗口

在该窗口标题栏中会显示数据文件名。窗口下端会显示工作参数，如交流幅值、扫描范围、电流量程等。软件自动选择最佳坐标起点与终点，自动调整坐标显示方式。

20.2.2 图形放大

当用户需要在测试过程中观察局部位置的图形或数据时，可以在要放大区域的左上方按住鼠标左键并同时拖动到要放大区域右下方，然后松开左键，此时选定区域的图形立刻充满整个图形窗口，同时图形不再更新，但此时 CS Studio 仍在继续发出和采集数据信号。如果要恢复到自动更新状态，只要在图形上面点击鼠标右键即可。

注意：由于测试时数据处理量很大，最好在测试完毕之后再使用缩放功能。

停止

单击  按钮，使工作站断开测试，从极化转向自然状态。

波形图

波形采集窗口用于显示 EIS 测试过程中的所采集的电位与电流波形，指导用户从阻抗测试窗口中的分析器设置中选择合适的“最小高频量程”和“带宽响应”参数设置。如果电位和电流波形噪声较大，可能需要增加带宽滤波器的电容值，防止测试体系震荡。

进行高阻体系阻抗测试时，如不开启“阻抗谱测试”→“分析器”窗口中的带宽响应电容，则可能会导致测试过程中发生震荡现象，如下图 2.98 所示。图中电流与电位波形信号中看不到正弦波信号，且幅值与所施加正弦波信号幅值（一般 10mV）不等，表明测试系统并没有正确跟随施加的正弦波信号，发生了震荡现象。

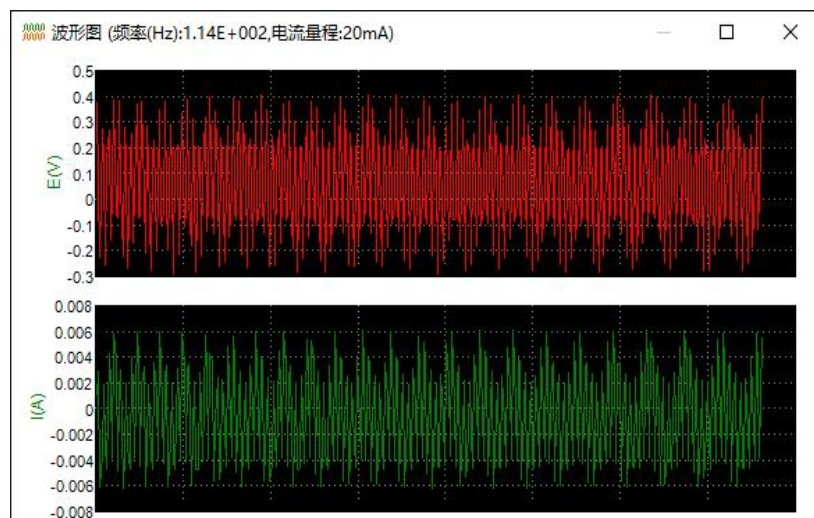


图 2.98 关闭带宽电容时，所采集电位与电流波形数据（出现震荡现象）

将“分析器”窗口中的带宽电容改为“22pF”后，则可以看到正常的正弦波信号，表明仪器可以响应施加的正弦波信号，工作正常，所采集的波形图见图 2.99，图中电位信号的幅值为 10mV，与所施加的信号幅值是一致的。同时观察电流信号范围在 100 μ A 左右，与所选定的电流量程 200 μ A 十分匹配，如果电流幅值太大（上下截边变成方波）或者太小（信噪比太低），测量的阻抗谱就会出现较大的误差，需要重新调整分析器中的最小高频电流量程。

如果只是电流信号噪声较大，则可能是因为参比回路输入阻抗较高（如高阻涂层）的原因，导致电流噪声较大，此时需增加带宽滤波器的电容值。增加电容值后可以增加测试体系的稳定性。

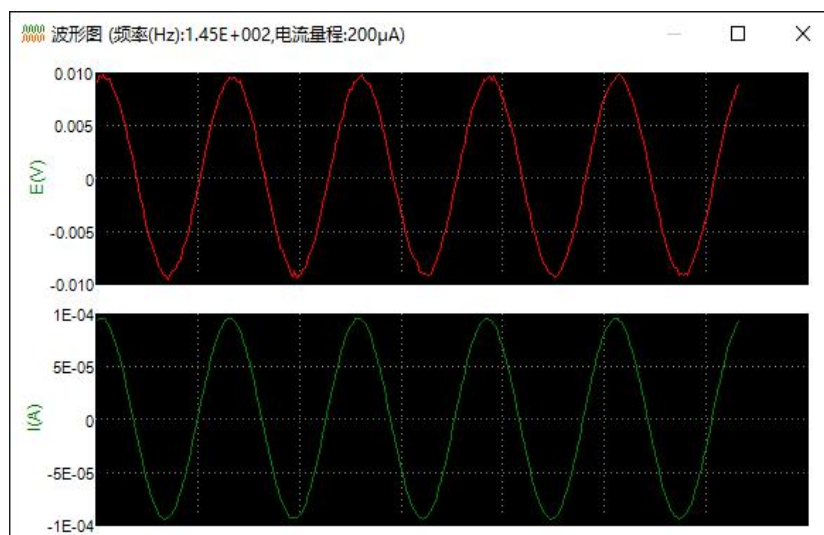


图 2.99 选择 22pF 电容时，所采集电位与电流波形数据（正常正弦信号）

21. 数据分析

21.1 数据导出

该菜单可以将活动窗口的数据文件导出，另存为“.cor”格式的数据文件。与“文件”菜单下的“另存为工程”不同，另存为工程保存的工程文件格式为“.csp”。

21.2 曲线拟合

曲线拟合菜单下，主要含 Tafel 拟合、线性拟合、积分、噪声、电解池信息、修改数据、Rp 拟合、最小二乘法拟合等功能。曲线拟合分析的软件界面如图 2.100 所示：



图 2.100 曲线拟合软件界面

21.2.1 修改数据

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。

21.2.2 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 9.8 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：对于反映 $\text{Fe}-2\text{e} \rightarrow \text{Fe}^{2+}$ ，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。

21.2.3 R_p 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 20mV 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 $\cdot \text{cm}^2$)：曲线斜率。

$E_0(\text{V})$ ：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。

$I_0(\text{A}/\text{cm}^2)$ ：基于 Stern-Geary 方程 (Stern-Geary, J. Electrochem.Soc. 104,561957) 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) 取为 18mV，当然也可以由用户在电解池参数中指定。则：

$$I_{corr} = \frac{18 \text{ mV}}{R_p}$$

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。

21.2.4 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和拟合光标之间的阴极方法一致，自动拟合 Tafel 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 200mV 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。

21.2.5 最小二乘法

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 250mV 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。

21.2.6 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: 是根据 $y = a + bx$ 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。

21.2.7 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 2.101)。对每一个梯形面积求累加和, 就是求出该电量的大小。

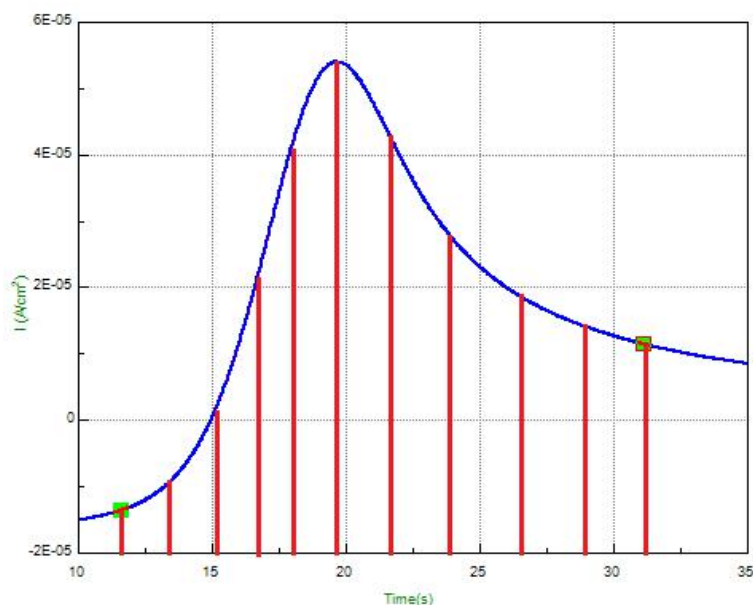


图 2.101 电量积分面积示意图

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 2.102 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。

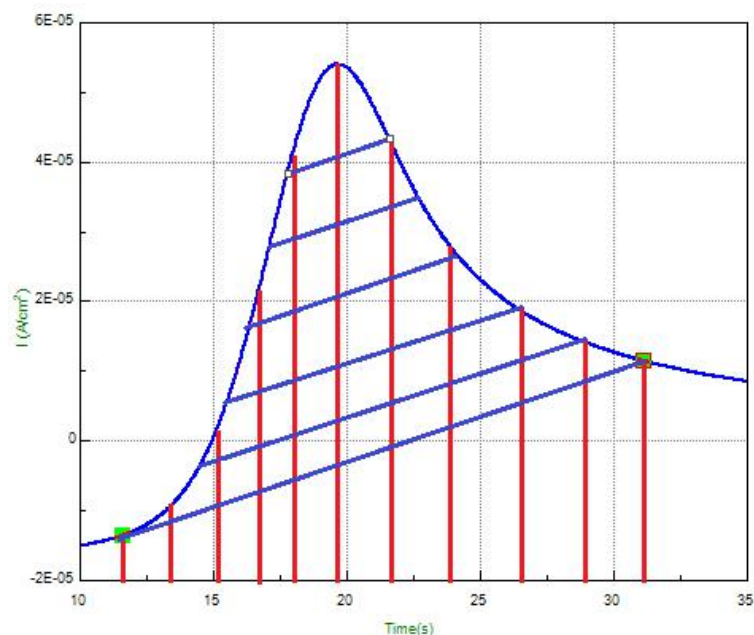


图 2.102 电量积分（背景）面积示意图

21.2.8 噪声

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。

21.3 伏安分析

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。

21.3.1 循环伏安分析

循环伏安显示

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 2.103 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。

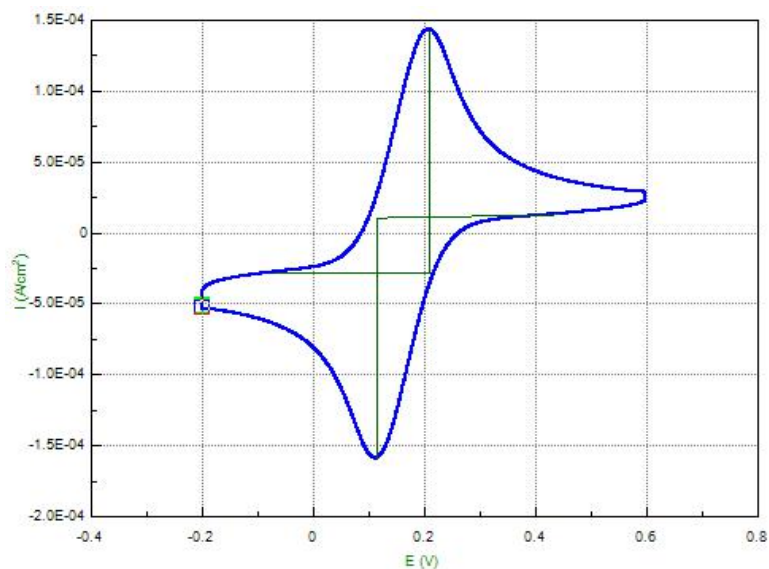


图 2.103 循环伏安自动分析界面

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 2.104 所示：

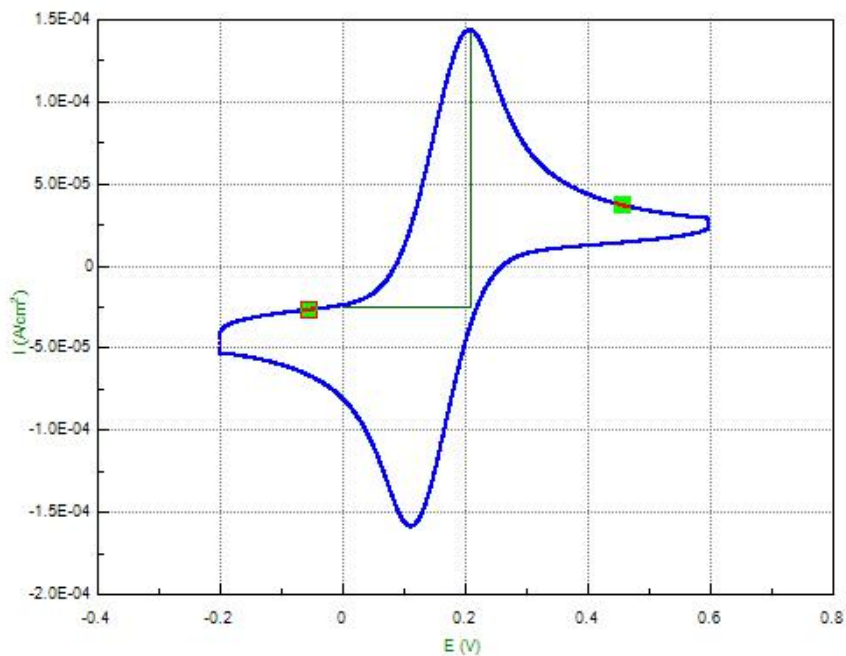


图 2.104 光标之间阳极峰分析界面

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 2.105 所示：

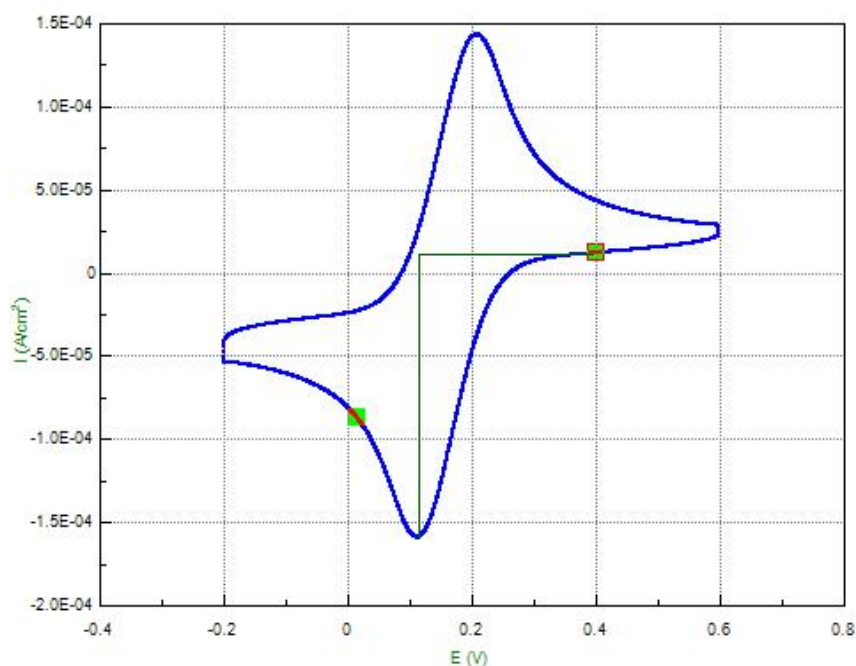


图 2.105 光标之间阴极峰分析界面

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:
Area = 5.6166E-05 W
ΔE = E2-E1 = 0.79924 V, Scan Rate=0.1 V/s
C = 0.00035137 F

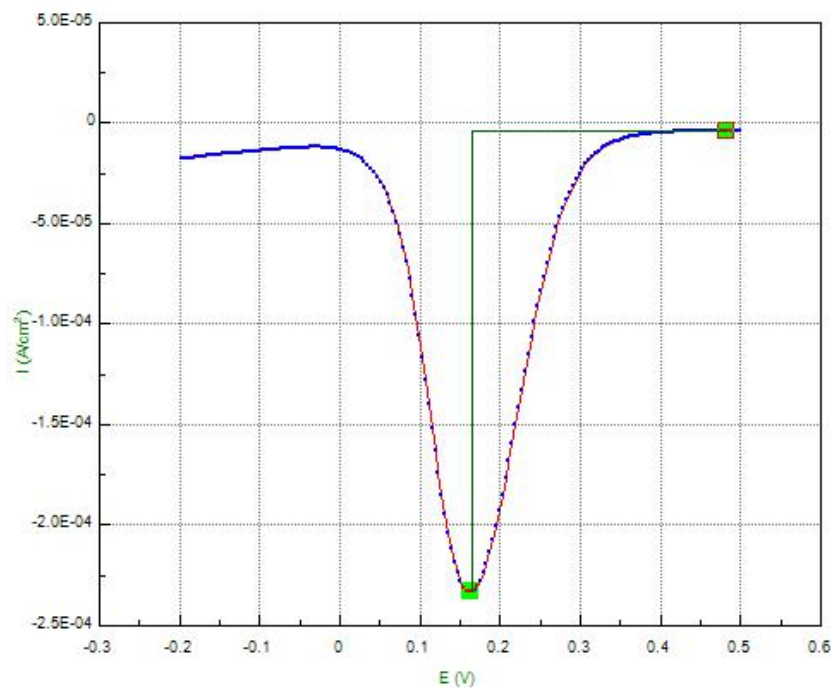
Segment 3:
Area = 5.6567E-05 W
ΔE = E2-E1 = 0.79924 V, Scan Rate=0.1 V/s
C = 0.00035388 F
```

21.3.2 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 2.106 $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ 体系的差分脉冲伏安曲线

光标之间的峰值

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。

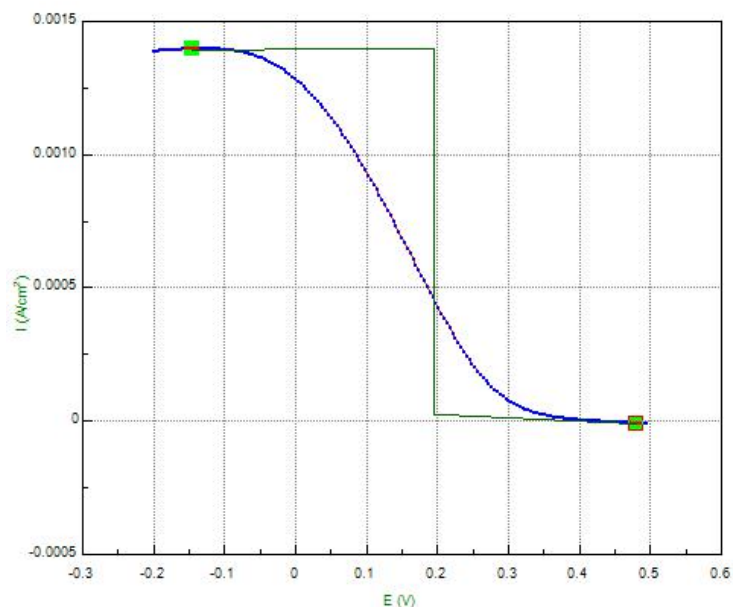
在伏安分析中，要想显示高线，坐标轴必须切换到电流-电位。

21.3.3 常规脉冲伏安

常规脉冲伏安提供了两种方法，自动和光标之间的峰值。

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 2.107 $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ 体系的常规脉冲伏安曲线

手动

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。

21.3.4 EPR 指数计算

详情请参见 19.4 节。

21.4 数据处理

21.4.1 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 2.108),点击“数据分析”→“数据导出”即可保存导数结果。

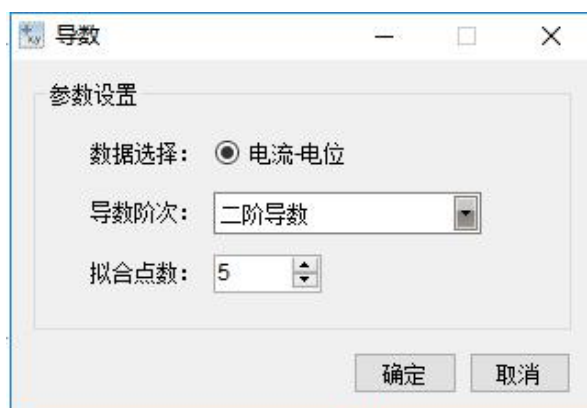
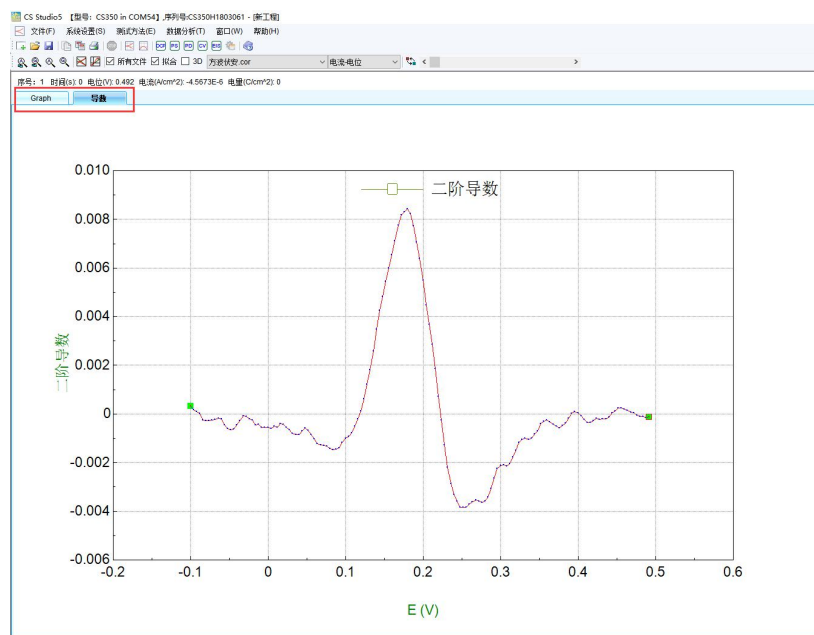


图 2.108 导数参数设置界面



2.109 导数结果图

21.4.2 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。

21.4.3 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。

21.4.4 线性基线

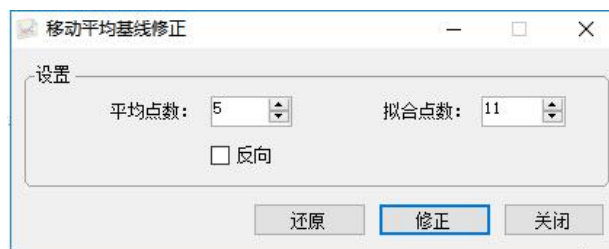
菜单位置：“数据分析”→“数据处理”→“线性基线”。

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。

21.4.5 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。



2.110 移动平均基线

21.5 分析工具

21.5.1 M-S 曲线分析

菜单位置：“数据分析”→“分析工具”→“M-S 曲线分析”。

阻抗-电位测试生成的阻抗数据文件（.Z60）与阻抗分析工具完全兼容，但是阻抗分析工具并不能做 Mott-Schottky 曲线分析。用户可以在数据采集完毕后，点击“数据分析”→“分析工具”→“M-S 曲线分析”菜单，可打开 M-S 曲线分析软件界面，如图 2.111（a）所示。

点击  图标打开阻抗-电位测试文件；点击  图标可以打开 M-S 曲线拟合界面，如图 2.111

（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。

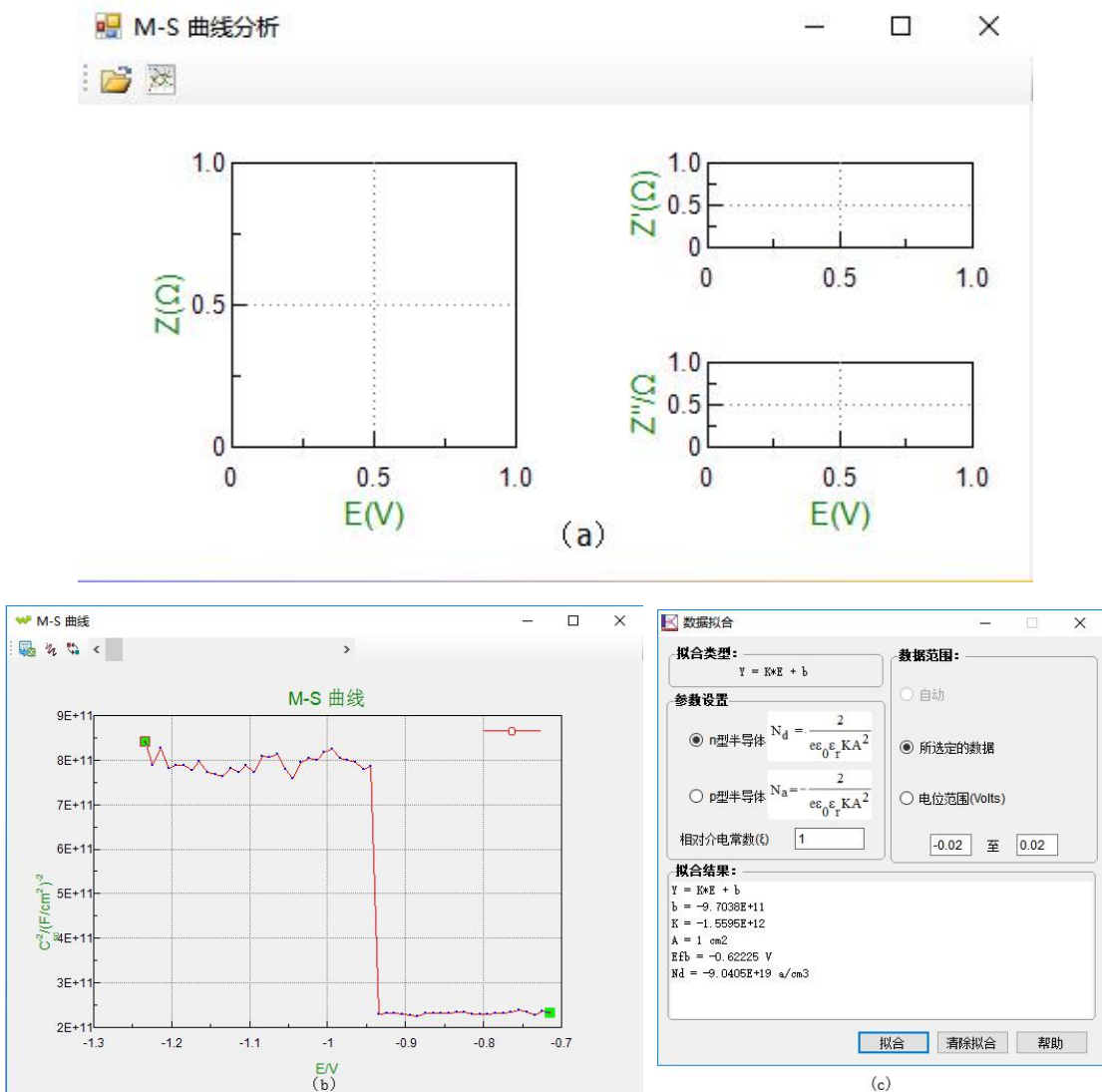


图 2.111（a）M-S 曲线分析软件界面；（b）M-S 曲线拟合界面；

（c）M-S 曲线数据拟合界面

21.5.2 自动寻找波峰

菜单位置：“数据分析” → “分析工具” → “自动寻找波峰”。

21.5.3 自动寻找波谷

菜单位置：“数据分析” → “分析工具” → “自动寻找波谷”。

21.5.4 计算溶液电阻

菜单位置：“数据分析” → “分析工具” → “计算溶液电阻”。

打开恒电流阶跃测试结果，点击“计算溶液电阻”，在电位-时间图上选择拟合区域，会在右下角得到介质电阻、极化电阻和双电层电容测试拟合结果。

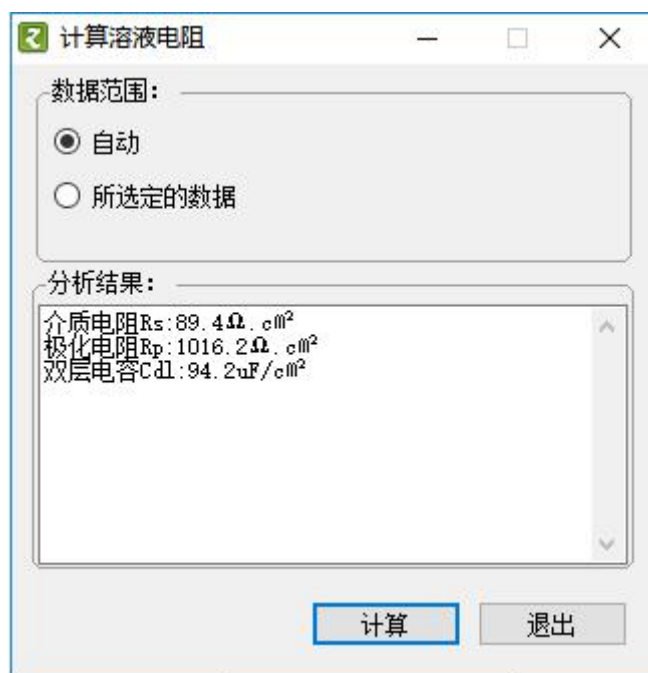


图 2.112 计算溶液电阻

21.5.5 阻抗数据转换工具

菜单位置：“数据分析” → “分析工具” → “阻抗数据转换工具”。

从左侧选择待转换的文件，转移至右侧，点确定，转换后文件即以 TXT 文档的形式自动保存在原始文件所在目录中。

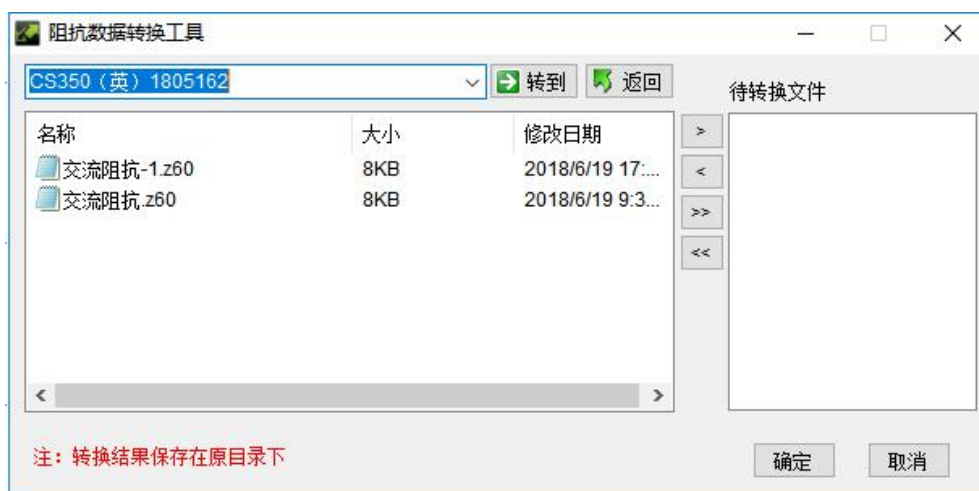


图 2.113 阻抗数据转换

21.6 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。

21.7 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“数据分析”→“数据导出”来保存。

21.7.1 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“数据分析”→“数据导出”来保存。

21.7.2 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“数据分析”→“数据导出”来保存。

21.7.3 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“数据分析”→“数据导出”来保存。

21.8 阻抗谱分析

阻抗分析工具是一款功能较强的电化学阻抗分析与绘图软件，能对 EIS 数据进行各种电化学参数计算，还能对电位、电流原始数据进行平滑和数字滤波处理，同时还可以通过软件方式补偿溶液电阻。操作界面简单明了，数据、图形可以方便地打印和存储，并可以矢量方式输出到 Word 文档中，其良好的帮助系统能回答用户在使用过程中遇到的常见问题。

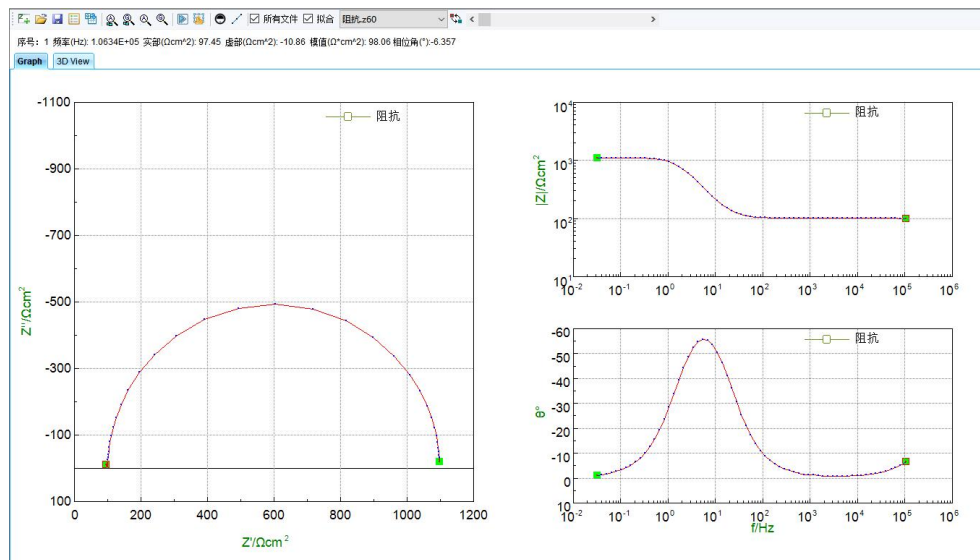


图 2.114 阻抗分析界面

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。

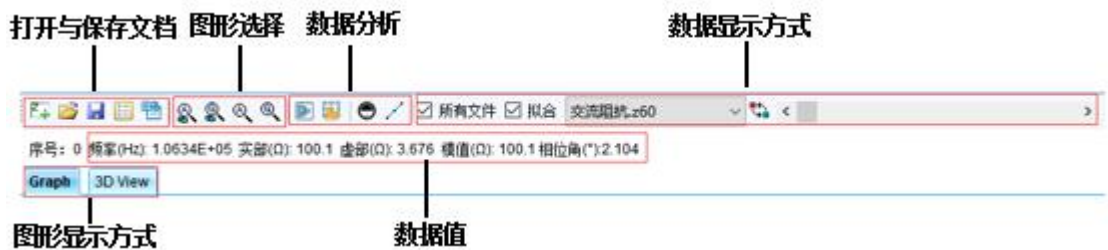


图 2.115 工具条详细说明

打开与保存文档：用于加载阻抗数据文档，一个文档包括了所绘图形的相关信息。

图形选择：可对图形进行放大和缩小。

数据分析：可对测试结果进行拟合操作。

数据显示：决定调入的数据如何显示，以及数据光标的控制。

图形显示方式：可将图形显示为平面图或 3D 图。

21.8.1 打开数据文件

菜单位置：“数据分析” → “阻抗谱分析”。点击 ，将阻抗数据文件通过箭头导入到右边列表中，如下图 2.116。

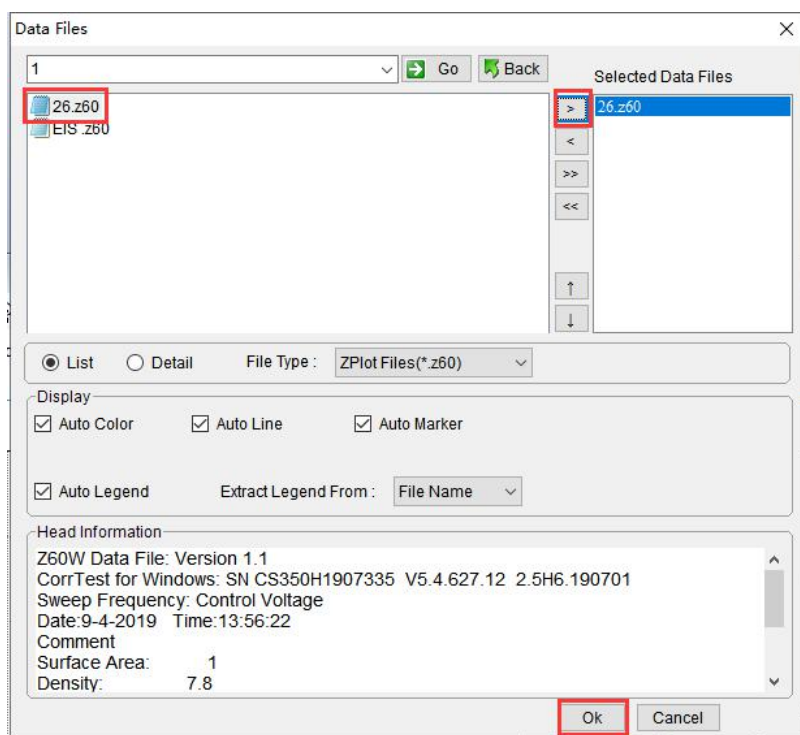


图 2.116 ZView 导入数据文件窗口

激活数据

从图 2.117 中红框处下拉框中选择将要分析的数据。

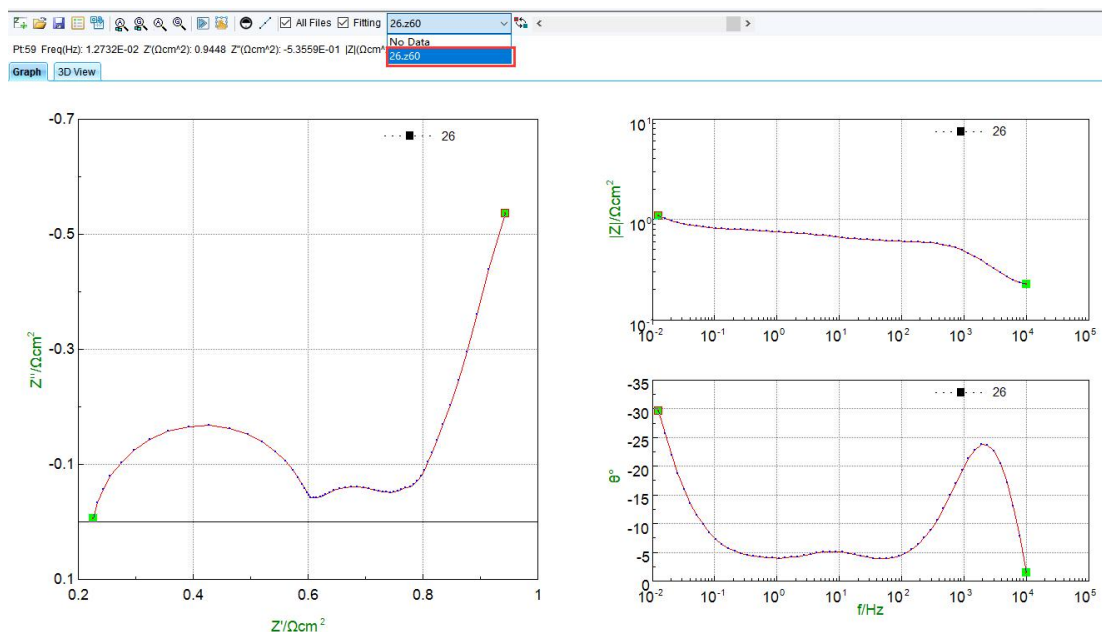


图 2.117 选择活动的数据

删除不需要的数据

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



图 2.118 从 ZView 中选择要删除的数据段演示图

21.8.2 数据拟合

A、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，如下图所示 2.119。

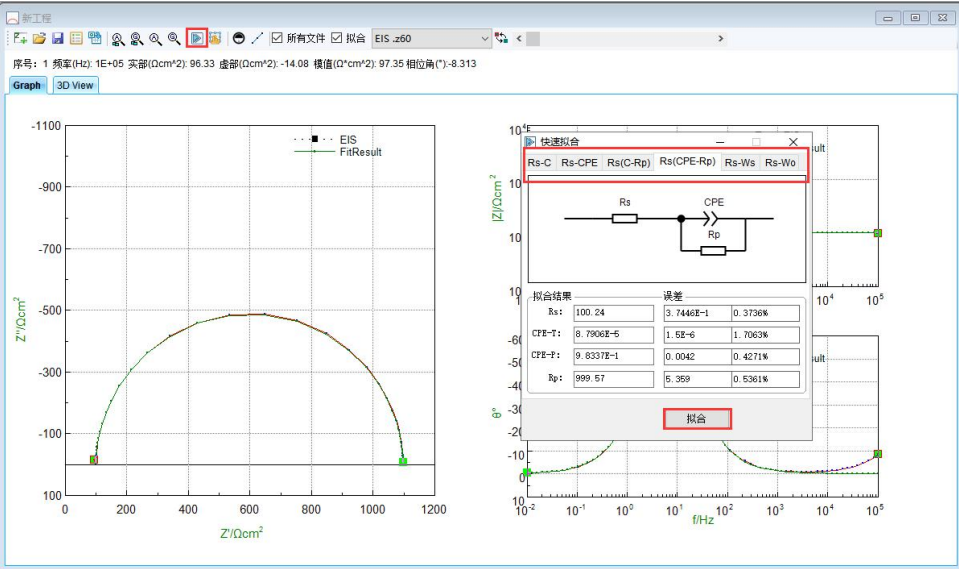


图 2.119 快速拟合

B、复杂电路拟合

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

- (1) 在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。

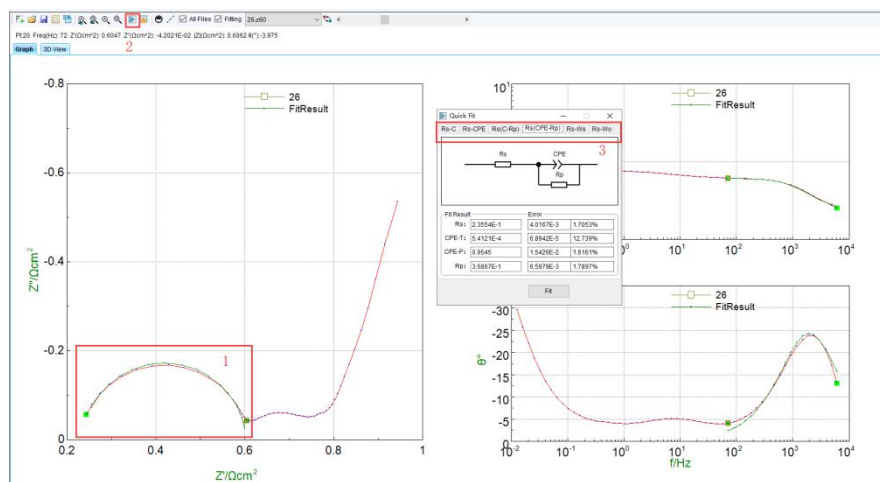


图 2.120 使用快速拟合等效电路来确定拟合初值

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。

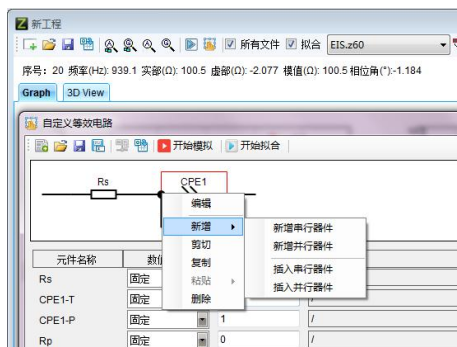


图 2.221 等效电路图绘制

将快速拟合结果中“1”处的数据，用鼠标拖到“2”处位置。

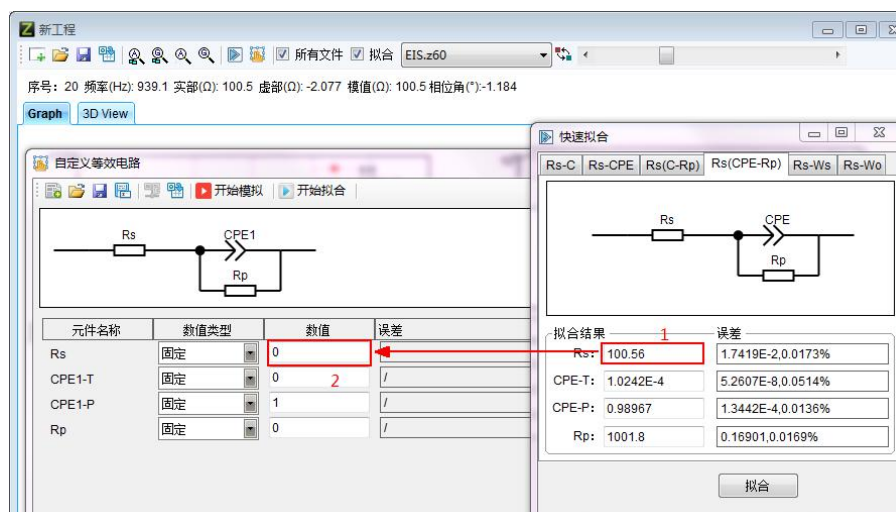


图 2.222 从快速拟合窗口中将数据传送到等效电路拟合的初值输入框演示图
相同的方法拟合第二段、第三段曲线，并得到最终的等效电路图，如下图 2.223。

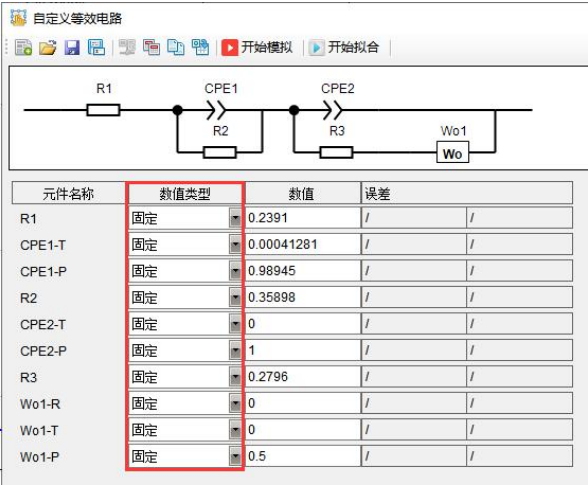


图 2.223 最终的等效电路图

将图 2.223 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 2.224，选中拟合后数据文件，点击“1”可导出拟合曲线的数据，将数据保存为 z60 数据文件。

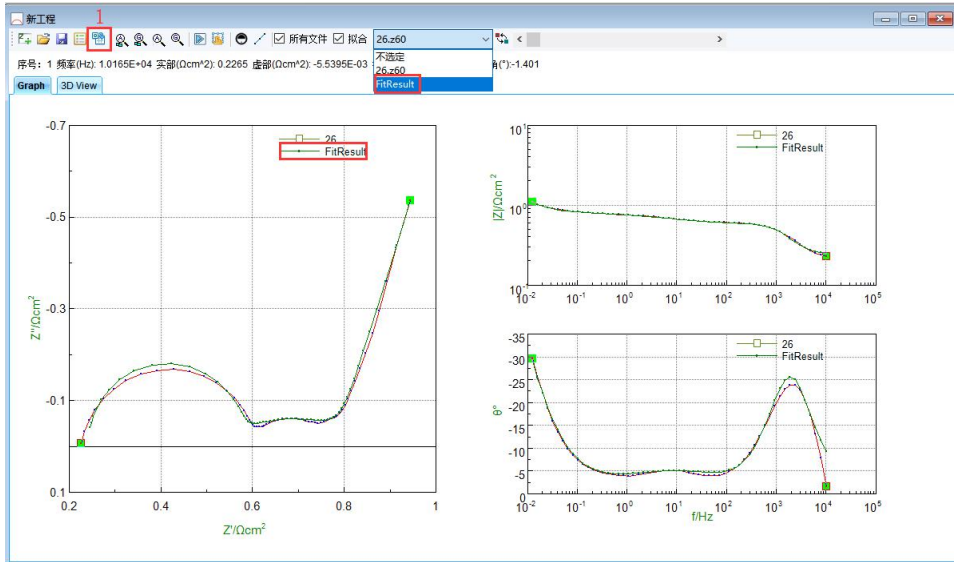


图 2.224 拟合数据结果以及拟合曲线

22. 窗口与帮助

22.1 窗口

窗口选项用于对当前所有工程子窗体的管理。

级联

所有工程子窗口以“级联”方式显示。

平铺

所有工程子窗口以“平铺”方式显示。

重排

所有工程子窗口重排。

关闭所有

关闭所有工程子窗口。

22.2 帮助

帮助选项内有本说明书的电子档、语言切换、联系我们、检查更新和关于。

目录、索引和搜索，提供三种阅读与查找说明书内容的方式。

语言栏目内提供中、英文两种语言切换选项。

联系我们，单击此菜单会跳转到我公司网站首页 www.corrtest.com.cn。

检查更新，若电脑连接到 Internet 网络，点击此菜单，可以下载本软件的最新版本，进行更新升级。

关于内有软件和所连接的仪器的一些信息，如下图所示。



图 2.225 软件硬件版本信息

第三部分 应用实例

23. 腐蚀电化学实验

23.1 缓蚀剂快速评价实验

基于电化学方法的缓蚀剂快速评价是许多生产单位需要解决的日常问题，利用 CS Studio 软件可以较为方便地完成。

一般地，可以利用动电位扫描，测量材料在不同介质中的极化曲线，如下图 3.1 所示。

扫描可从阴极极化开始，根据参比电极回路的阻抗，可以打开仪器设置中的模拟低通滤波和数字滤波，延迟时间可设定为 10~30 秒。

在动电位扫描中可以设置初始电位：-100mV，终止电位：100mV（均相对开路电位），扫描速率为 0.5mV/s。



图 3.1 缓蚀剂快速评价方法

先在空白溶液中测量一条极化曲线，随后加入不同浓度的缓蚀剂后，在相同的测试条件下重新进行动电位扫描，然后利用参数拟合中的弱极化区拟合方法来计算不同浓度下的腐蚀速率，最后通过缓蚀率计算公式来算出不同浓度的缓蚀剂效率。

另外根据算出的阴极和阳极 Tafel 斜率 (b_a , b_c)，还可以判断缓蚀剂的类型。

通过 CS Studio 分析软件，您可将所有数据文件读入，并绘制在一幅图形上，然后经剪贴板将图形粘贴到 MS Word 文档中。具体操作参见 21.2 节。

图 3.2 是低碳钢在 15%盐酸蒸馏水溶液加缓蚀剂和不加缓蚀剂时的极化曲线。

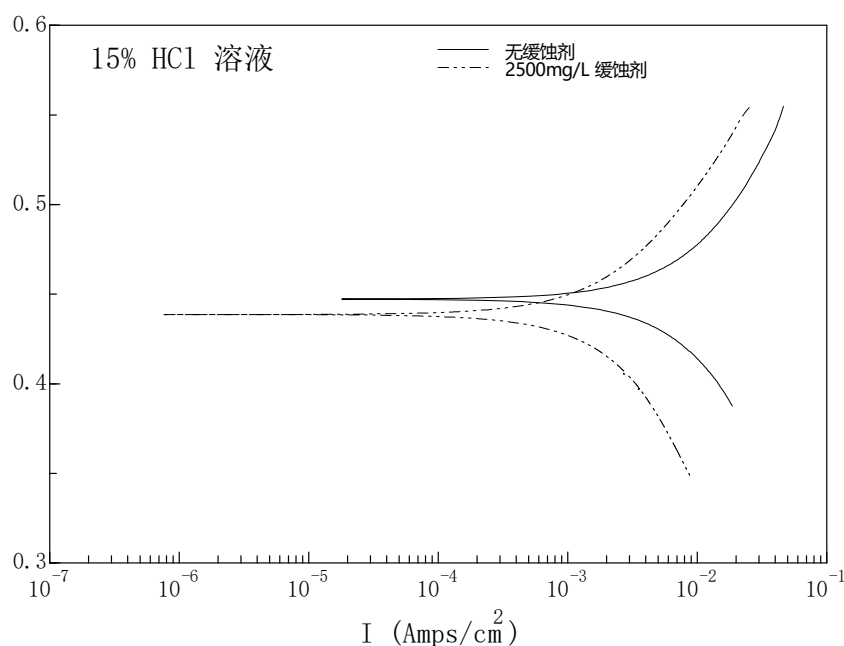


图 3.2 在 15%HCl 中有、无缓蚀剂时，碳钢的极化曲线

说明：CS Studio 软件所计算出的结果极大地依赖于用户所选择的数据，另外错误的原始数据和错误的实验方法均可能引起较大的偏差，用户必须拥有足够的电化学和腐蚀方面的知识来确保计算是合理的。

23.2 溶液电阻补偿实验

当测试某些高阻体系时，参比电极鲁金毛细管尖端与工作电极之间有较强的溶液电阻 R_s （特别是当测试混凝土或带涂层试样时），必须加以补偿。其原理如下：

$$E_c = E_p + I \times R_s$$

其中 E_c 为恒电位仪的控制电位， E_p 为工作电极相对于参比电极的极化电位， I 为流过电解池的电流， R_s 为溶液或者界面电阻。

当 R_s 较小时， $I \times R_s$ 也很小，实际上的极化电位几乎等于外部控制电位，不须补偿 R_s 。否则，实际上的极化电位 $E_p = E_c - I \times R_s$ ，不进行补偿时，测量的表观极化电阻 $R'_p = R_p + R_s$ ，所以要得到真实的 R_p ，必须减去溶液（包括固体阻挡层界面）电阻 R_s 。

溶液电阻的测试方法一般有两种：一种直接用扩展测试中溶液电阻测量；第二种是恒电流阶跃法。

一、溶液电阻测量：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 R_s 。

二、恒电流阶跃：先设定电流为 I_1 并保持一段时间，直到极化电位基本稳定，立刻阶跃到电流 I_2 （如果采用断电流法，可将 I_2 设为 0。根据下图 3.3 中的电极等效电路：

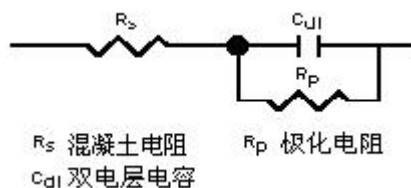


图 3.3 工作电极等效电路

在电流变化的一瞬间，双电层电容 C_{dl} 两端的电位可以认为保持不变，所以此时极化电位的增加完全来自于混凝土电阻：

$$\Delta E_1 = E_2 - E_1 = R_s(I_2 - I_1) = R_s \Delta I$$

随着电荷不断流入双电层电容，其两端的电位也逐渐增加，直到完全充满后达到一个稳定的值，即： $\Delta E_2 = E_3 - E_1 = \Delta I(R_s + R_p)$ ，注意：线性极化电阻 R_p 的成立，要求极化电位不要超过 10mV。否则电位与电流之间并不是线性关系。

$$\text{因此，溶液（界面）电阻 } R_s = \frac{\Delta E_1}{\Delta I}, \text{ 极化电阻 } R_p = \left(\frac{E_3 - E_2}{\Delta I} \right)$$

在恒电流阶跃（断电流法）测量结束后，从图 3.4 中单击按钮  可以用于计算介质（溶液或者混凝土）电阻，计算前先通过鼠标双击来选点电位阶跃段的起始点和终止点，然后单击  按钮即可计算出溶液电阻，计算结果自动显示于图形中，如图 3.4 所示。

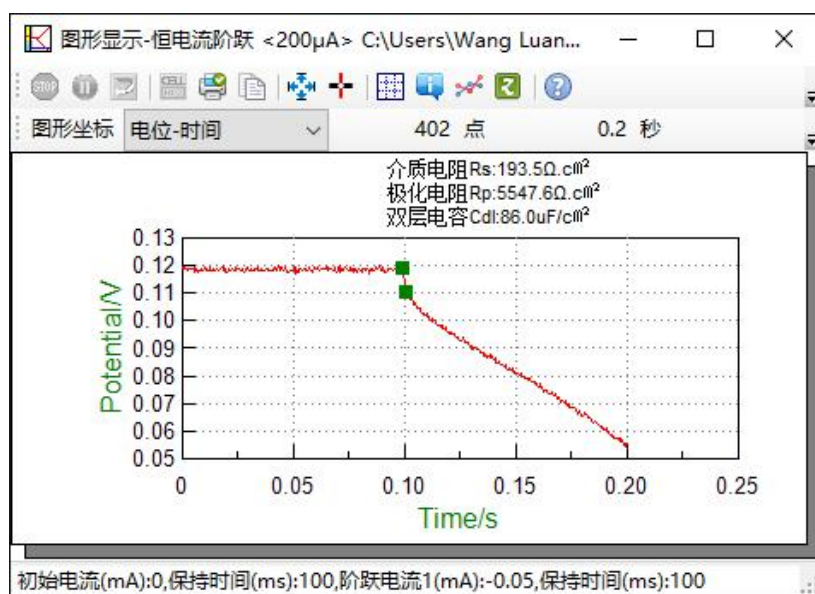


图 3.4 恒电流阶跃的测试结果（局部）

进一步，通过对阶跃段后电位~时间曲线（如图 3.5）进行指数拟合，可得到时间常数 τ ，再由 $\tau = R_p \times C_{dl}$ 计算出双层电容 C_{dl} 。可见根据恒电流/恒电位阶跃可以得到较多的电化学信息。不过该方法测试过程较快，因此很难反映扩散控制相关的电化学信息，与稳态方法测量的结

果有一些差异（比如交流阻抗技术和动电位扫描技术等）。一般地，暂态方法测试的 C_{dl} 和 R_p 要小于交流阻抗测试的结果，前者仅反应了紧密双电层的特征，而后者还包括扩散相关的其他元件。

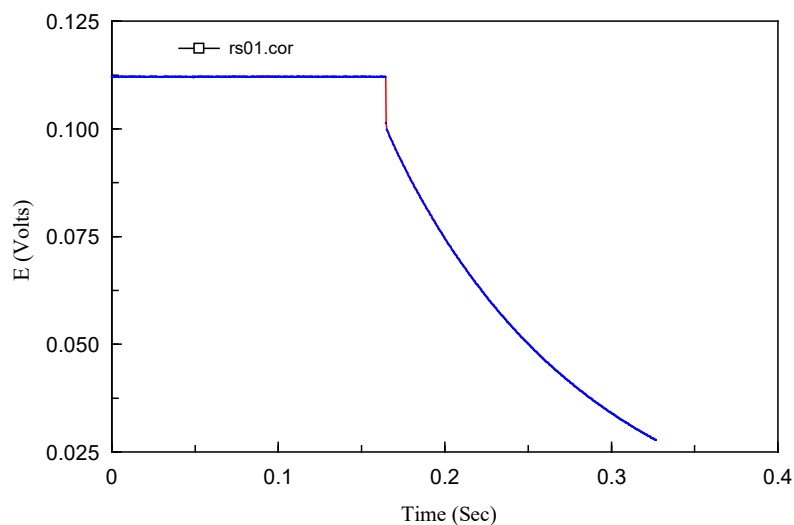


图 3.5 恒电流阶跃的测试结果（全图）

计算出溶液（界面）电阻后，就可以在仪器设置中点反馈补偿，输入溶液电阻值。



图 3.6 CS Studio 溶液电阻补偿

24. 电分析实验

24.1 铁氰化钾在玻碳（金、铂）电极上的氧化还原

24.1.1 仪器与试剂

仪器

CS350 电化学工作站；工作电极：铂（金、玻碳）圆盘电极；辅助电极：铂丝电极；参比电极：饱和甘汞电极。

试剂

1.00×10⁻²mol/L K₃Fe(CN)₆ 标准溶液：在分析天平上标准称取 1.6458g 分析纯 K₃Fe(CN)₆ 溶于 1000mL 蒸馏水中，配制成 1.00×10⁻²mol/L K₃Fe(CN)₆ 标准储备液。

2.0mol/L KNO₃ 溶液：称取 202g 分析纯 KNO₃，配制成 1000mL 水溶液。

工作电极的预处理

没抛光过的新玻碳电极先用金相砂纸把电极表面磨平，然后用 Al₂O₃（200-300 目）抛光粉抛光电极表面，直至电极表面显像出镜面。最后分别在 1:1 乙醇、1:1 HNO₃、蒸馏水中超声清洗（每次约 5min），取出用水洗净后置于 0.5mol/L H₂SO₄ 溶液中，接通三电极系统，在 -1.0~1.0V 电位范围内，以 1000mV/s 的扫描速率进行循环扫描极化处理，至 CV 曲线稳定为止（约 10 个循环）。

24.1.2 实验方法与步骤

测试液配置

取一只 50mL 容量瓶，用移液管依次加入 1.0×10⁻²mol/L K₃Fe(CN)₆ 标准储备液 2.5mL，2.0mol/L KNO₃ 溶液 5.0mL，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀。

K₃Fe(CN)₆ 溶液的循环伏安曲线

取一定量的测试液于电解池中（根据电解池的大小来决定取试液的量，一般取试液量为电解池容量的二分之一为宜），插入三电极，接通电极连线。在软件操作界面上选择循环伏安方法，设置扫描参数：第 1 顶点电位：-0.2V，第 2 顶点电位：0.6V，扫描速度为 100mV/s。，通高纯氮气除氧 10min（通氮气速度以明显看出溶液冒出连续气泡为宜），关闭氮气并让溶液静止 30s，然后开始扫描，电脑同时记录 I-E 曲线，即为 K₃Fe(CN)₆ 体系的循环伏安曲线。

扫描速度：100mV/s；电位范围：+600mV~-200mV

如果电极处理得好，该 CV 曲线具有可逆波的特性，其式量电位约为+0.23V（玻碳电极）。

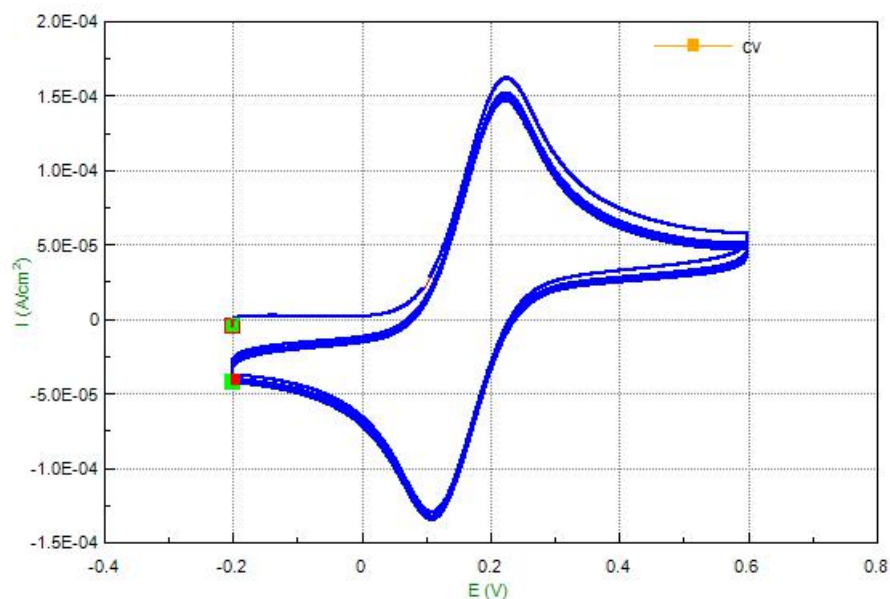
循环数: 5 ☐ 顺序显示

图 3.7 不同扫描速度下 $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ 溶液 $[\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6]=5.0\times 10^{-4}\text{mol/L}$, $[\text{KNO}_3]=0.2\text{mol/L}$ 的循环伏安曲线

在上述体系中改变扫描速度, 分别为 10mV/s , 50mV/s , 100mV/s , 150mV/s , 200mV/s , 250mV/s , 300mV/s , 350mV/s , 400mV/s 和 500mV/s , 其他条件不变, 做不同扫描速度下 $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ 溶液的循环伏安曲线, 其峰电流应与扫描速度的二分之一一次方成正比关系。

注意:

- ① 实验结果的好坏与电极的处理有直接关系, 一般来讲, 电极处理得好, 实验结果接近可逆反应的理论, 否则, 为准可逆反应。
- ② 每次扫描结束后, 进行下次扫描前应将溶液搅动, 防止电极表面的累积效应。

24.2 Cd^{2+} 离子在汞电极上的氧化还原

24.2.1 仪器与试剂

仪器

CS350 电化学工作站; 工作电极: 悬汞电极; 辅助电极: 铂丝电极; 参比电极: 饱和甘汞电极。

试剂

Cd^{2+} 标准溶液 (1.000mg/mL): 准确称取高纯金属镉 (99.99%) 250mg , 放入 150mL 烧杯中, 加入 6.0mL 1:1 硝酸使其溶解, 并加热除尽 NO_2 , 用水定容到 250mL 。此标准溶液含镉 1.000mg/mL , 用时稀释至所需浓度。 2.0mol/L HAc-NaAc 溶液 ($\text{pH}=5.0$)。

24.2.2 实验方法与步骤

测试液的配置

在一只 50mL 容量瓶中，加入 2.0mol/L HAc-NaAc 溶液 5mL，加入 Cd^{2+} 标准溶液使其浓度定溶后为 20 $\mu\text{g/mL}$ ，用蒸馏水定溶，摇匀。

悬汞电极

用微量注射器吸取 0.7~1 μL 汞注入干燥的小烧杯中，滚动成小球，然后粘悬于银基圆盘电极的尖端，即制成悬汞电极。

Cd^{2+} 在悬汞电极上的循环伏安曲线

参数设定后即可开始扫描，应该在电解池中放入测试液（根据电解池的大小来决定取试液的量，一般取试液的量为电解池容量的二分之一为宜），插入工作电极、铂丝辅助电极和饱和甘汞电极，通 N_2 除 O_2 。

打开电化学系统控制程序，选择“线性循环伏安”方法，输入测试参数为：第 1 顶点电位：-0.3V；第 2 顶点电位：-0.9V；扫描速率 100mV/s。

不同扫描速度下 Cd^{2+} 在悬汞电极上的循环伏安曲线

在上述体系中改变扫描速度，分别为 10mV/s, 50mV/s, 100mV/s, 150mV/s, 200mV/s, 250mV/s, 300mV/s, 350mV/s, 400mV/s 和 500mV/s，其他条件不变，做不同扫描速度下 Cd^{2+} 溶液的循环伏安曲线，将所得数据分别存盘，其峰电流应与扫描速度的二分之一次方成正比关系。

注意：

- ① 搅拌溶液时不能搅拌太快，以防汞滴掉下。
- ② 该体系 CV 曲线的峰电流会出现阴极支大于阳极支的现象，这是 Cd 向汞电极内部扩散所致。
- ③ 在每次改变操作条件后进行下次扫描之前，应先将悬汞电极在 -100mV 下搅拌极化 1min，使汞中溶解的 Cd 氧化出来。

24.3 铁氰化钾在玻碳（金、铂）电极上的常规脉冲

24.3.1 仪器与试剂

同实验 24.1.

24.3.2 实验方法与步骤

测试液配置

同实验 24.1.

铁氰化钾体系的常规脉冲

取一定量的测试液于电解池中（由电解池的大小来决定取试液的量，一般取试液量为电解池容量的二分之一为宜），插入三电极，接通电极连线，通 N_2 除 O_2 。在操作界面上选择常规脉冲伏安方法。设置扫描电位上限为 600mV，下限为 -200mV，其他参数可选用默认值，启动扫描，同时记录 I-E 曲线。其曲线形状应和循环伏安法相似。

注意：常规脉冲伏安法 I-E 曲线除受电极预处理的好坏影响外，还受测试参数设置的影响，

如脉冲高度、脉冲宽度、取样时间等。

24.4 Cd^{2+} 离子在汞电极上的常规脉冲

24.4.1 仪器与试剂

同实验 24.2.

24.4.2 实验方法与步骤

测试仪的配制 同实验 24.2.

悬汞电极 同实验 24.2.

Cd^{2+} 在悬汞电极上的常规脉冲曲线

在电解池中放入测试液（由电解池的大小来决定取的量，一般取试液的量为电解池的二分之一为宜），插入工作电极、铂丝辅助电极和饱和甘汞电极，通 N_2 除 O_2 10min。

打开电化学分析系统工作站控制程序，选择常规脉冲方法，选择初始电位为-300mV，终止电位为-900mV，其他参数使用默认值，开始扫描，同时记录 I-E 曲线，应具有方法二的形状。

注意：

- ① 搅拌溶液时，不能搅拌太快，以防汞滴掉下。
- ② 在每次改变操作条件后进行下次扫描之前，应先将悬汞电极在-100mV 搅拌 10min，使汞中溶解的 Cd 氧化出来。

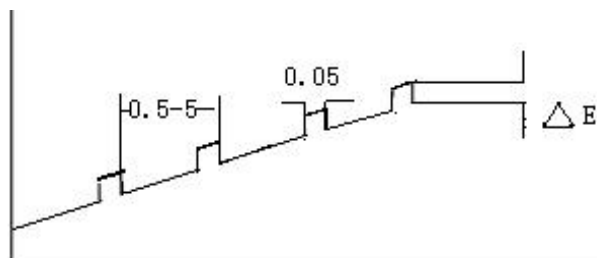


图 3.8 脉冲伏安法中电位随时间变化曲线

24.5 铁氰化钾在玻碳（金、铂）电极上的差分脉冲伏安

该实验的溶液配制，操作方法以及注意事项与实验 24.3 相同，在软件界面需选择差分脉冲伏安法，参数设置：初始电位-200mV，终止电位 600mV，脉冲幅度 60mV，脉冲宽度 0.05s，电位增量 0.004V，脉冲周期 0.5s，取样宽度 20ms，静止时间 2s 即可。

24.6 利用交流阻抗研究缓蚀剂对铁电极在盐酸中的缓蚀行为

原理：由 EIS 求铁电极表面双电层电容 C_{dl} ，极化电阻 R_p （或电荷传递电阻 R_{ct} ），并根据电容值来计算表面相对覆盖度： $\theta = 1 - C_{dl}/C_{d0}$ ， C_{dl} 表示吸附缓蚀剂后的表面电容，而 C_{d0} 表示没有缓蚀剂吸附时铁电极表面电容。

交流阻抗法是一种以小振幅的正弦波电位(电流)为扰动信号,叠加在外加直流信号(一般是开路电位)上,并作用于电解池的工作电极与参比电极之间,通过测量系统在较宽频率范围内的阻抗谱,获得研究体系的相关动力学信息以及界面结构信息的电化学测量方法。例如,可以从阻抗谱中含有时间常数的个数及其大小来推测影响电极过程的状态变化,可以从阻抗谱的低频段中观察电极过程中有无传质控制步骤(如由半无限扩散导致的 Warburg 阻抗),对于有缓蚀剂吸脱附的电极过程,还可从感抗环中观察到缓蚀剂脱附的难易程度,另外从阻抗谱的高频段可以计算各种膜材料的电导率。

本实验采用 EIS 来测量铁电极在盐酸中的腐蚀行为以及缓蚀剂对阻抗谱的影响,并根据计算出的 R_p 或 R_{ct} 来计算腐蚀电流密度 $I_{corr}=B/R_{ct}$ (或 R_p)。

根据阻抗谱设计的等效电路如图 3.9, 其中 C_{dl} 为双电层电容, 由电解质界面的相反电荷形成, R_t 为电荷传递电阻。

电极材料: 工业纯铁-退火、封装、打磨

试验溶液: 2M HCl, 2M HCl+0.3%六次甲基四胺(乌洛托品)

参比电极: SCE; 辅助电极: 铂片电极; 工作电极: PTFE 镶嵌的铁电极;

直流电平: 0V 相对开路电位, 即在自然电位下进行小信号交流激励。

交流信号幅值: 5~10mV, 扫描频率范围: 500K~0.01Hz

采用 ZView 进行阻抗谱拟合结果, 进而计算 C_{dl} , R_p (或 R_{ct}), 并求 I_{corr} 、 E 。

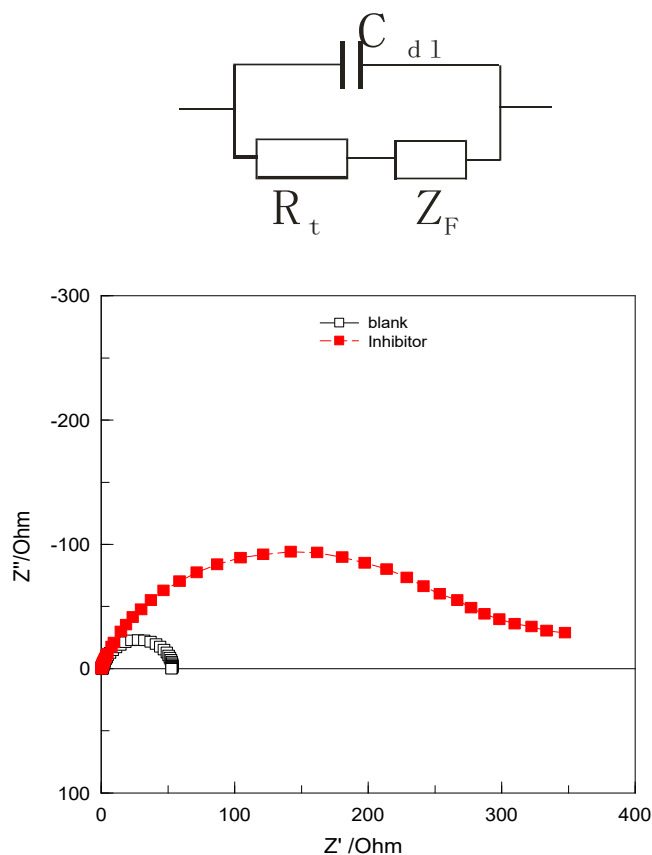


图 3.9 碳钢在 2M HCl 溶液中加入和不加缓蚀剂时的阻抗谱曲线

25. 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: 027-67849890

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

2019 年 12 月