简介

前言

欢迎使用 RST3000 系列电化学工作站。本工作站是由 RST 公司在原有基础上改进的新一代产品,具有完全自主知识产权的电化学分析仪器。本手册介绍了 RST3000 系列电化学工作站的安装使用方法和操作时的注意事项。请在使用前认真阅读。

RST3000 系列电化学工作站是集电化学分析方法于一体的电化学分析通用仪器。该仪器能完成线性伏安、循环伏安、阶梯伏安、脉冲伏安、方波伏安等电化学分析方法;在原有恒电位极化,电位阶跃等多项电化学测试功能基础上增加了电流阶跃、电位溶出和塔菲尔图等功能。RST3000 系列电化学工作站数据采集与数据处理的软件是基于 Windows 2000/XP及以上版本操作系统的软件,用户界面遵守 Windows 软件的设计规则,容易安装和使用。系统软件为方便使用者提供了强大的功能,包括文件管理,全面的实验控制,灵活的图形显示,方便的图形放大、缩小和还原,位图图形和数据的导出,多种数据处理功能。系统软件具有良好的用户界面,全中文菜单,方便的峰识别和叠加,更为方便地为教学和科研服务。

特性

RST3000 系列产品全部由高品质 CMOS 和 BiFET 集成电路组成,主要器件全部采用进口优质品。PCB 采用当代 EDA 设计规范及工艺。采用数控低量化噪声扫描方式,有效地降低了因扫描发生器所产生的阶梯波的量化噪声及差分噪声。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,该仪器可完全由微机控制来进行电化学分析方法测量,因此适用于高校科研与教学实验使用。

软件能实现图形和数据同步显示。系统可对测试曲线进行数字平滑、微分和积分,能对 极化曲线进行叠加、放大和缩小,并对其进行电化学参数解析,设备安装简单,即插即用。 用户可以使用笔记本电脑或台式机控制。全中文视窗软件,界面友好、符合人们使用习惯、 易学易用。

环境要求

P3 以上计算机,主频不低于 800MHz,内存 128M 以上。 Windows2000/XP 及以上版本操作系统。 硬盘至少有 12M 可用空间。

电源

220V/50Hz 交流电源。

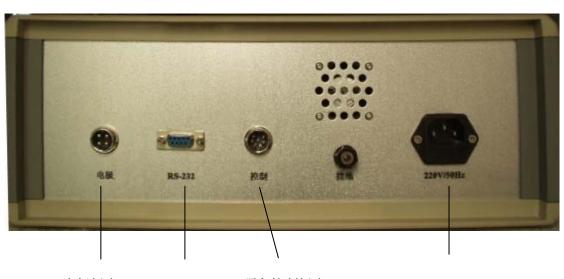
面板、背板图

面板



电源开关

背板图



电极插座 RS-232 串口 预留控制插座

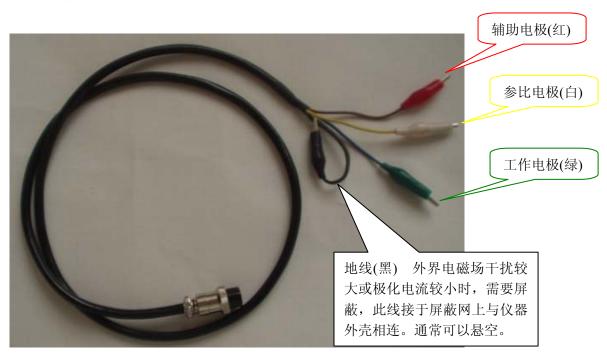
电源插座及保险管槽

连接线图

计算机串口线(RS-232)

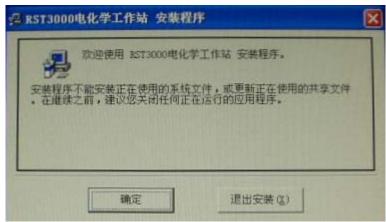


电极线



软件安装

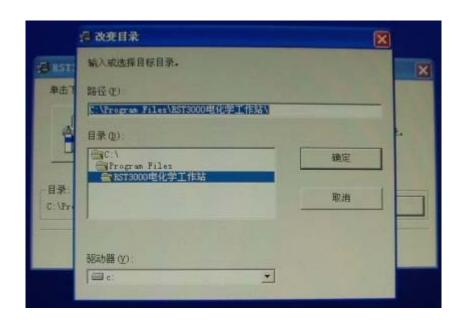
将安装光盘放入光驱,运行安装程序: setup.exe。进入 RST3000 电化学工作站安装向导,如图:



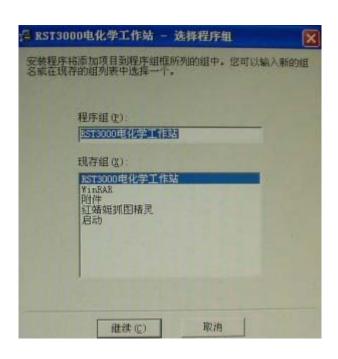
点击"确定",进入安装。



程序默认安装在 "C:\Program Files\RST3000 电化学工作站\" 目录下,通常无需改变。 若要改变目录,可以点击"更改目录",程序进入"改变目录"窗口,如图:



输入路径名后点击"确定",再点"安装"按钮,进入程序组选择,如图:



输入或确定程序组后,"继续",正式开始安装。在安装过程中,由于程序中的某些文件 是系统共享的,如果您的计算机中操作系统比较新,程序将提醒您保留较新的文件,一定要 保留。



由于计算机的速度不同,安装时间不一定,请您耐心等待。最快仅需几十秒钟。安装成功后,出现提示窗口,"确定"后,完成安装。



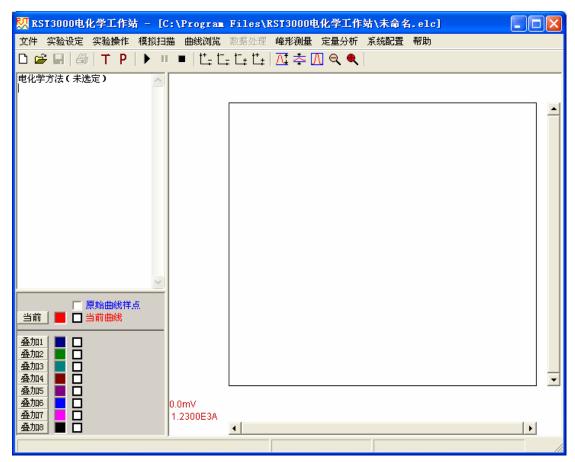
安装完成并运行过一次后,系统自动在桌面建立快捷方式。如果不小心将快捷方式删除,可以在主页面中的文件菜单中重新建立。

仪器安装

首先将仪器安放在平稳的实验台上,特别是电解池应尽量减少震动。用串口线连接仪器与计算机,然后锁紧;正确连接电极线:红色线连接辅助电极(对电极)、白色线连接参比电极,绿色线连接工作电极;若需搅拌,插上搅拌机线;插上电源线。(连接插座均在仪器背板上,见背板图。电极线说明见连接线图。)

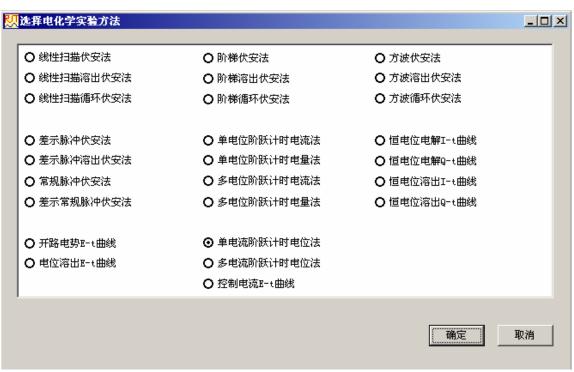
操作步骤

- **1、开机** 打开计算机,开启 RST3000 系列电化学工作站电源开关。
- 2、安装软件 如果还没有安装运行程序,参见"软件安装"完成运行程序安装。
- **3、运行程序** 点击快捷方式图标或根据安装路径找到 RST3000 电化学工作站.exe 运行程序(第一次运行)。打开运行程序,开机界面如图:(这是一个空的电化学曲线文件。)



4、选定电化学实验方法

点击"实验设定"下的"选择电化学方法"或点击快捷键"T",弹出"选择电化学实验方法"窗口。3100型工作站可供选择的方法见图:



其它型号实验方法见附录 1。

5、设定参数

点击"实验设定"下的"设定电化学实验参数"或点击快捷键"P",为选定的电化学方法配置合适的参数。参数选择范围参见参数选择窗口。例如:线性扫描循环伏安法的参数设定窗口如图。



线性扫描循环伏安法的参数设定窗口

每种电化学方法都必须给定一组参数,参数"确定"后,主页面左侧将显示所选定的方法和参数,以及实验日期和时间。工作站与计算机之间的数据传输将按以下顺序进行:下载数据模板、静止时间倒计时、扫描开始。

6、开始运行

实验方法及其相应的参数选定后,可以开始运行。点击"实验操作"下的"运行"或点击快捷键"▶",工作站即开始按选定的方法和参数运行。运行过程中,主页面实时显示 i-E 曲线(或 i-t 曲线)的进程,若曲线不正常(如电流溢出),可点击停止键"■",人为中止运行。扫描结束,主页面将自动显示最完整的曲线图形。

7、数据及图形处理

扫描结束后,可以进行数据处理和图形处理,这包括菜单中的曲线浏览、数据处理和峰形测量。

(1)曲线浏览包括:叠加曲线、峰增高、峰降低、全量程显示、全曲线显示、缩小曲线、放大曲线、显示原始曲线样点和恢复原始曲线。

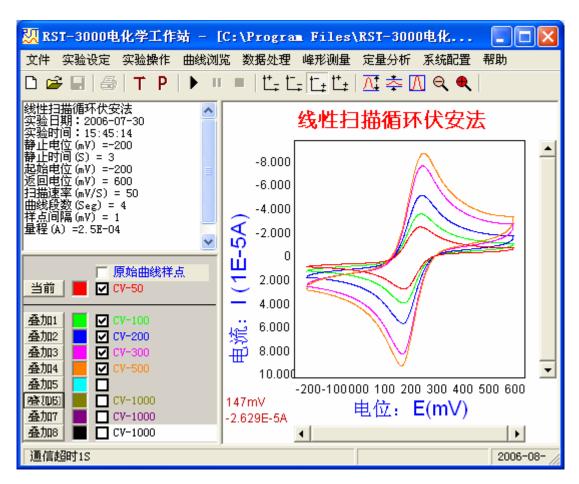
叠加曲线 为比较多次实验所得曲线的差别,可将已保存过的曲线图形叠加在当前窗口中,叠加曲线共八种颜色。见图 4。

叠加方法 点击曲线浏览,选中"叠加曲线",主页面左侧下方将弹出叠加曲线窗口(此窗口开机时默认为开启状态)。选择一种颜色,点击其按钮,例如蓝色点击"叠加2",弹出文件列表窗口,选中欲叠加的文件,点击"打开",被选中的曲线即以蓝色曲线叠加在当前窗口中。此时蓝色色块右侧的复选框呈开启状态,若点此复选框使其关闭,则蓝色曲线隐藏,其文件名显示于复选框的右侧。复选框开启,蓝色曲线重现。再次点击"叠加2"按钮,可以重新选择曲线进行叠加。

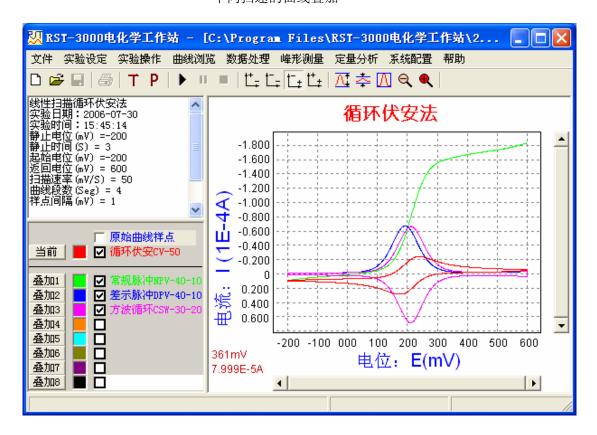
若要叠加另一种颜色, 重复以上操作。



图 曲线叠加窗口



不同扫速的曲线叠加



不同电化学方法所得曲线的叠加

峰增高和峰降低 图形在纵坐标方向拉长或缩短。

全量程显示 窗口中显示所选择的整个量程。

全曲线显示 使曲线图形占满窗口。

放大和缩小曲线 放大或缩小图形,可用鼠标选择局部放大。

显示原始曲线样点 将实验运行时采集的样点显示出来,样点很密时,连成线,放大可观察到样点。

恢复原始曲线 恢复到处理前的曲线。

(2)数据处理包括:数据列表、裁选原始曲线、平滑、微分、积分、显示原始曲线样 点和恢复原始曲线。

数据列表(当前曲线)选择数据处理中的数据列表,显示当前曲线的横、纵坐标数据。

| 序号 | 电位 (mV) | 电流 (A) | | |
|-----|---------|----------------------|------------|--|
| | | | | |
| 000 | -200.0 | 9.788514E-6 | | |
| 001 | -199.0 | 9.658814 E -6 | | |
| 002 | -198.0 | 9.452820 E- 6 | 返回 | |
| 003 | -197.0 | 9.384155 E- 6 | 松 固 | |
| 004 | -196.0 | 9.338380 E- 6 | | |
| 005 | -195.0 | 9.292603 E -6 | | |
| 006 | -194.0 | 9.254456E-6 | | |
| 007 | -193.0 | 9.216309 E -6 | | |
| 008 | -192.0 | 9.185792 E -6 | | |
| 009 | -191.0 | 9.155274E-6 | | |
| 010 | -190.0 | 9.124757E-6 | | |
| 011 | -189.0 | 9.094239E-6 | 上一页 ↑ | |
| 012 | -188.0 | 9.063721E-6 | | |
| 013 | -187.0 | 9.040833 E -6 | | |
| 014 | -186.0 | 9.017945E-6 | | |
| 015 | -185.0 | 8.987427E-6 | | |
| 016 | -184.0 | 8.956909E-6 | 下一页 ↓ | |
| 017 | -183.0 | 8.941651E-6 | 1 % | |
| 018 | -182.0 | 8.911134E-6 | | |
| 019 | -181.0 | 8.888245E-6 | | |

数据列表窗口

裁选原始曲线(适用于循环法) 去除多余的循环伏安曲线,留取需要的曲线段,多用于峰图形测量前。 点击数据处理中的"裁选原始曲线",页面左下方弹出选取曲线窗口。见图 5。



点击窗口中曲线段序号前的复选框,相应曲线段消失,点击"确定",完成曲线选取。1—8 段的曲线留取可一次完成,若需要留取 9 段以后的曲线段则需要进行二次操作。

平滑 去除噪波,使曲线光滑。选取数据处理中的"平滑",页面左下方弹出曲线平滑滤波窗口。



图 平滑窗口

单选框可选择滤波点数,点"执行"进行平滑,多次点击"执行"可进行多次平滑。若对平滑结果不满意,可点击"恢复"使其恢复原状,得到满意的图形后"返回"。

微分和积分 对曲线数据进行微分和积分。点击数据处理中的微分或积分,左下角弹出微分或积分窗口。选择一阶、二阶或三阶微分,点击"执行",主页面中的曲线显示微分曲线,若不满意可"恢复",满意则点"返回"。伏安曲线的起始和结束往往产生杂波,进行微分时会使其放大,影响中心图形的观察,为消除这些影响,可对曲线两端样点进行剔除,剔除样点数由实际曲线形状来定。仪器默认值为 10 点。



微分窗口

(3) 峰形测量包括:测量峰数据和显示峰图形。

测量峰数据 测量曲线峰电流、峰电位等数据。点击"峰图形测量",页面左下方弹 出峰图形测量窗口。



测量峰数据窗口

首先选择测量方法,共三种方法: 半峰法、高斯法和三切线法。

半峰法 适用于循环伏安、线性扫描伏安、阶梯伏安和循环阶梯伏安曲线。方法:点击"添加",鼠标变成"十"字,在曲线起峰前的直线上的任一点,按下鼠标左键,向起峰方向拖动,拉出一条与起峰前直线部分相切的射线,拉过峰点的横坐标后放开左键,程序自动给出峰电位Ep、峰电流ip和半峰面积Ahp,并在页面左侧、参数下方显示。若"显示峰图形"处于关闭状态,则图形和数据均不显示。如果所拉射线不能与曲线相切,可用鼠标拖动射线末端修改,直至得到满意的切线为止。如果需要取消此次测量,可点击该窗口内的"删除"按钮。

高斯法 适用于差示脉冲等具有高斯分布特征的曲线。方法: 从起峰前一点向峰后一点拉直线,得到峰电位 E_p 、峰电流 i_p 和峰面积 A_p 数据。起峰前后的点同样可以调整。

三切线法 适用于常规脉冲等S型曲线。方法: 从起波前到波后拉直线,得到半波电位E_w和扩散电流值i_w。起波前后的点同样可以调整。

注: 循环法测量时, 需进行曲线选取, 最多保留一周(两段)曲线。

显示峰图形 峰测量结果显示的开关。在当前曲线上显示峰测量的结果,在左边数据窗口显示测量数据。

8、模拟扫描

对于已运行并保存过的电化学曲线文件,程序提供了扫描重现的功能,即模拟扫描。 模拟扫描可有三种速度选择:快、中、慢。

当打开一个电化学曲线文件后,点击菜单中的模拟扫描,下拉菜单中给出三种速度, 选中一个后,曲线即开始按照实际扫描的路线进行扫描,只是扫描速度与实际不同。若 要终止模拟扫描,只需点击图形框内任意位置,即可恢复完整曲线。此功能常用于实验 演示,可用于电分析化学教学。若需要投影,建议使用粗线显示(参见10,界面配置), 这样 将得到更好的效果。

9、定量分析

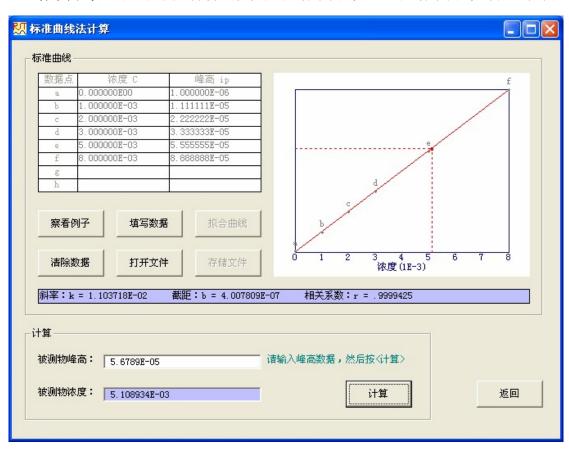
为方便样品浓度定量分析测定,本软件提供了标准加入法和标准曲线法的计算窗口。

标准加入法 点击"定量分析"菜单下的"标准加入法",进入标准加入法窗口,如图:

| 💹 标准加入法计算 | | |
|-----------------------------------|---------------------------------------|---|
| | ───────────────────────────────────── | 加标后被测物 |
| 体积 Vx: □.01 | 体积 Vs: 001 | 体积 Vm: 011 |
| 峰高 hx: .00002 | | 峰高 Hm: .00003 |
| 浓度 Cx: 1.538462E-04 | 浓度 Cs: .001 | 浓度 Cm: 2.307692E-04 |
| | | |
| | | 请在白色框中输入参数,然后按〈计覧〉 |
| $V_m = V_x + V_s$ | 察看例子 | 计算结果 返回 |
| Cx = hx * Vs * Cs / (Hm * Vm - 1 | | , |
| Cm = (Vx * Cx + Vs * Cs) / Vm | 清除数 据 | 计算成功! |
| 2 | | |

上图显示的是一个演示的例子,实际应用时可将数据清除,将实验所得数据输入或复制到相应的白色框中,点击"计算结果",在蓝色框中即可显示结果。

标准曲线法 点击"定量分析"菜单下的"标准曲线法",进入标准曲线法窗口,如图:



图示为一个标准曲线的例子,只要将实验所得被测物的峰高或波高输入或复制到"被测物峰高"后面的白色框内,点击"计算",相应的浓度值就会显示于下面的蓝色框内。

绘制标准曲线的方法是,点击"填写数据",此时上方的数据表格被激活,将实验所得一系列数据分别输入或复制在相应的表格栏内,点击"拟合曲线",右边的图形区显示新的线性拟合曲线,同时下面的蓝色框内给出直线的斜率 k、截距 b 和该组数据的线性相关系数 r。这时可以点击"存储文件"将标准曲线保存,以便以后使用。保存的文件是专用格式,只有在此窗口下才能打开。

如果标准曲线已经存在,可直接点击"打开文件",弹出文件目录列表,选择合适的文件,输入被测物数据,计算其结果。

10、系统配置

系统配置菜单下包括:界面配置和串口配置。

界面配置中,可改变主页面的图形标题,横、纵坐标标题,坐标方向,网格形式和曲 线粗细等。



申口配置 设置正确的串口,并测试联机状况。有些计算机配有多个串口,工作站如果没有连接在默认口上,则需要改变串口。



11、文件存储

文件下拉菜单位于菜单最左端,其中包括:**新建、打开、另存为、导出图像、导出数据、在桌面建立(快捷方式)**及**退出**。点击"文件",菜单展开。

新建 新建一个空的电化学曲线文件,以便运行,电化学曲线文件将以 elc 为扩展名保存。

打开 打开一个已经保存过的电化学曲线文件,即以 elc 为扩展名的文件,主页面将显示曲线图形。点击"打开",文件列表窗口弹出,选择所需文件,即可打开。

另存为 保存已运行过的文件,扩展名为 elc。此时命名窗口打开,您可以输入新的文件名。

导出图像 将当前窗口中的曲线(包括叠加曲线),连同标题和坐标轴一起保存为图形 文件(bmp)。若想得到合适尺寸的图形,请先将主页面调整到合适的大小。 导出数据 将实验过程中仪器采集的数据导出,保存为txt文件。

在桌面建立(快捷方式) 第一次运行时系统自动建立快捷方式。通常为灰色,当桌面的快捷方式被删除时,变成高亮,此时点击可再次在桌面建立快捷方式。 **退出** 退出 RST3000 系列电化学工作站系统。

注意!帮助菜单中可查到版本信息。点击版本号,还可以显示,版本日期。如果仪器处于联机状态并且已开机,还可以显示仪器型号和仪器出厂序列号。

实验举例

铁氰化钾溶液的循环伏安曲线

一、原理

铁氰化钾体系(Fe(CN)₆^{3-/4})在中性水溶液中的电化学行为是一个可逆过程,其氧化、还原峰对称,两峰的电流值相等,峰峰电位差理论值为 59mV。体系本身很稳定,通常被用于检测电极和仪器。

二、 仪器与试剂

RST3000 系列电化学工作站;金(铂或玻碳)圆盘电极为工作电极、铂片电极为对电极、 饱和甘汞电极为参比电极。

1.00×10⁻²mo1/L K₃Fe(CN)₅水溶液; 2.0mo1/L KNO₃水溶液。

三、 实验步骤

1. 溶液的配置

在 5 个 50mL容量瓶中,依次加入KNO₃溶液和K₃Fe (CN)₆溶液,使稀释至刻度后KNO₃浓度均为 0.2mo1/L,而K₃Fe (CN)₆浓度依次为 1.00×10^{-4} 、 2.00×10^{-4} 、 5.00×10^{-4} 、 8.0×10^{-4} 、 1.00×10^{-3} mo1/L,用蒸馏水定容。

2. 工作电极的预处理

用抛光粉(Al_2O_3 , $200\sim300$ 目)将电极表面磨光,然后在抛光机上抛成镜面(如果事先已经抛光处理过的电极,不需上面的处理),最后分别在 1:1 乙醇、 $1:1HNO_3$ 和蒸馏水中超声波清洗。

3. K_sFe(CN)_s溶液的循环伏安曲线

在电解池中放入 5.00×10^{-4} mo1/L K_3 $Fe(CN)_6^{3-}$ (内含 0.20 mo1/L KNO_3) 溶液,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 。

以 50 mV/s 的扫描速率,从 $-200 \sim +600 \text{mV}$ 扫描,记录循环伏安曲线,观察峰电位和峰电流,判断电极活性。

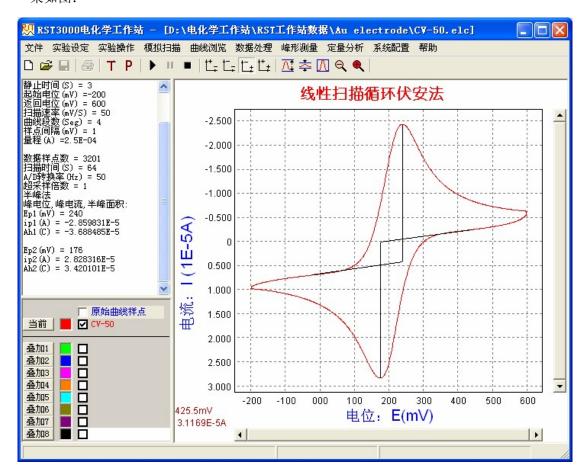
以不同扫描速率 50、100、200、300、500 mV/s,分别记录从 $-200 \sim +600 \text{mV}$ 扫描的循环伏安图。

4. 不同浓度的K,Fe(CN)。溶液循环伏安图

选择循环伏安法,扫描速度为 50mV/s, 从-200~+600mV扫描,分别记录 1.00×10^{-4} 、 2.00×10^{-4} 、 5.00×10^{-4} 、 8.0×10^{-4} 、 $1.00\times10^{-3}\text{mol/L}$ (内均含 0.20mol/L KNO₃并在测定前除氧) Fe $(CN)_6^{3-}$ 溶液的循环伏曲线,测量峰电流。记录峰电流与浓度。在电化学工作站所具有的定量分析功能的标准曲线法中进行数据处理,找出峰电流和浓度的线性方程和相关系数。

四、 结果与讨论

1. 对 $K_0 Fe(CN)_6^{3-}$ (内含 0.20mo1/L KNO $_0$)溶液的循环伏安曲线进行数据处理,选取曲线的第二圈,即第三和第四段曲线,根据循环伏安曲线特点,用半峰法进行峰测量,测量结果如图:



由测量结果可知,氧化峰电位为Ep2=176mV,峰电流为 $ip2=2.83\times10^{-5}A$;还原峰电位是Ep1=240mV,峰电流是 $ip1=2.86\times10^{-5}A$ 。氧化峰还原峰电位差为64mV,峰电流的比值为ip1/ip2=1。由此可知,铁氰化钾体系($Fe(CN)_6^{3-/4-}$)在中性水溶液中的电化学反应是一个可逆过程。(注:由于该体系的稳定,电化学工作者常用此体系作为电极探针,用于鉴别电极的优劣。)

- 2. 将不同扫描速率 50、100、200、300、500mV/s的循环伏安曲线进行叠加,如下图。由图可知,随着扫描速度的增加,峰电流也增加。且分别测量他们的峰数据可以得到峰电流与扫描速度的关系。根据电化学理论,对于扩散控制的电极过程,峰电流i_p与扫描速度的二分之一次方呈正比关系,即i_p~v^{1/2}为一直线。对于表面吸附控制的电极反应过程,峰电流i_p与扫描速度呈正比关系,即i_p~v为一直线。(此关系也可利用标准加入法的线性拟合功能,以峰电流为横坐标,扫描速度的二分之一次方或扫描速度为纵坐标,考察线性关系)
- 3. 将不同浓度的铁氰化钾(Fe(CN)₆³⁻)溶液的循环伏安曲线,同样进行叠加可以发现,峰电流随着浓度的增加而增加。分别测量它们的峰数据并进行数据处理,由线性方程及相关系数可知,在实验的浓度范围内,峰电流与铁氰化钾(Fe(CN)₆³⁻)溶液浓度呈线性关

系。可以以此进行定量分析。

