

文件编号: WU-ISCMS-QM ××××××××××

版本号: V1.0

受控状态:

分发号:

# 分子科学公共实验平台

## 质量管理文件

---

电化学工作站-  
光电化学-吸收(发射)谱测试系统  
Zahner-Zennium Pro 标准操作规程

2022 年 01 月 20 日发布

年 月 日实施

---

分子科学公共实验平台 发布



修订页

修订日期	版本号	修订说明	修订	审核	批准
2022.01.20	V1.0	发布试行	程园	陈银娟	卢星宇

分子科学公共实验平台



# 目 录

1. 目的.....	1
2. 范围.....	1
3. 职责.....	1
4. 光谱实验室安全管理规范.....	2
5. 光谱实验室仪器设备管理规范.....	2
5.1 电化学工作站使用制度.....	2
5.2 电化学工作站预约制度.....	3
6. 实验内容.....	3
6.1. 仪器组成.....	3
6.2. 电化学工作站测试系统操作流程.....	4
6.3. 电化学测试方法的选取与数据保存.....	10
6.3.1 EIS potentiostatic 电压模式下的 EIS 测试.....	10
6.3.2 EIS galvanostatic 电流模式下的 EIS 测试.....	13
6.3.3 EIS pseudo-galvanostatic 电压电流混合模式下的 EIS 测试.....	14
6.3.4 EIS potentiostatic at (drifting) OCP 开路电压漂移样品的 EIS 测试.....	14
6.3.5 Current Voltage Curves (Steady State) 电流电压曲线（稳态采样）模式.....	14
6.3.6 Current Voltage Curves(Fixed Sample) 电流电压曲线（固定采样）模式.....	16
6.3.7 Current Voltage Curves(Dynamic Scan) 电流电压曲线（动态扫描）模式.....	16
6.3.8 CV - Cyclic Voltammetry 循环伏安法.....	16
6.3.9 Open Circuit Potential 开路电压测试 OCP.....	17
6.3.10 General Polarization 一般极化测试.....	17
6.3.11 Chrono Amperometry 计时安培法.....	19
6.3.12 Chrono Potentiometry 计时电位法.....	21
6.3.13 Chrono Coulometry 计时库伦法.....	22
6.3.14 Linear Sweep Voltammetry 线性扫描伏安法.....	23
6.3.15 Polarization + OCV 单点位极化 + 开路电位记录.....	24
6.3.16 Zahner Mott Schottky （莫特-肖特基）测试.....	26
6.3.17 恒电位间歇滴定技术(Potentiostatic intermittent titration technique, PITT) ..	30
6.3.18 恒电流间歇滴定技术(Galvanostatic intermittent titration technique, GITT)..	32

6.3.19 电容器/电池充放电循环 .....	33
6.4. IMPS/IMVS 光电化学测试系统操作流程 .....	36
6.4.1 静态光电流测试, 静态光电压测试 .....	38
6.4.2 动态调制光流测试, 动态调制光电压测试 .....	40
6.4.3 填充因子测试 .....	44
6.4.4 弛豫测试 .....	45
6.4.4 电荷提取测试 .....	46
6.5 TPV、TPC 光电化学快速瞬态测试操作流程 .....	47
6.6 CLV 斩光伏安光电化学测试系统操作流程 .....	52
6.6.1 斩光伏安下线性扫描伏安法 (LSV) .....	54
6.6.2 斩光下计时电流 .....	55
6.6.3 斩光下计时电位 (开路电压随时间的扫描) .....	56
6.7 IPCE/QE 光电转换效率测试系统操作流程 .....	57
6.8 吸收发射光谱测试系统操作流程 .....	61
6.8.1 吸收光谱测试 .....	61
6.8.2 发射光谱测试 .....	65
7. 相关/支撑性文件 .....	69
8. 记录 .....	69



## 1. 目的

建立电化学工作站(Zahner-Zennium Pro)-光电化学吸收(发射)谱测试系统标准操作规程,使其被正确、规范地使用。

## 2. 范围

本规程适用于所有使用电化学工作站(Zahner-Zennium Pro)-光电化学吸收(发射)谱测试系统的用户。

## 3. 职责

3.1 操作人员:严格按本程序操作,发现异常情况及时汇报实验室技术员。

3.2 实验室技术员:确保操作人员经过相关培训,并按本文件执行操作。

3.3 文章致谢格式

根据学校指导意见,使用各校级平台仪器设备表征产生的科研成果必须致谢平台。如果您在文章成果中使用了光谱、色质谱、磁共振波谱以及其他属于分子科学平台的仪器设备,请务必在文末致谢分子科学公共实验平台。

英文文章致谢:

① Acknowledgement: The author thanks (Dr. XXX from) Instrumentation and Service Center for Molecular Sciences at Westlake University for (the assistance/discussion/supporting in) ... measurement/data interpretation.

② Coauthorship on the resulting publications would be appreciated if our staff make technical contributions (including but not limited to critical sample preparation, novel experiment designation and comprehensive data analyzation).

Affiliation address: "Key Laboratory of Precise Synthesis of Functional Molecules of Zhejiang Province, School of Science, Instrumentation and Service Center for Molecular Sciences, Westlake University, 18 Shilongshan Road, Hangzhou 310024, Zhejiang Province, China."

中文文章致谢:

① 致谢:感谢西湖大学分子科学公共实验室平台 XXX 博士(或者 XXX 老师)在.....表征或数据分析上提供的帮助。

② 共同作者:如果分子科学平台老师在您课题组样品表征或文章发表上有重要技术贡献(包括但不限于关键样品制备、新型实验设计和深度数据分析),我们感谢您将相关



老师列为共同作者, 作者单位地址如下: 西湖大学, 分子科学公共实验平台, 功能分子与精准合成浙江省重点实验室, 杭州, 310030, 浙江。

#### 4. 光谱实验室安全管理规范

- 4.1 严格遵守光谱实验室的各项安全注意警示标识。
- 4.2 实验室通道及消防紧急通道必须保持畅通, 所有实验人员应了解消防器具与紧急逃生通道位置。
- 4.3 严禁戴手套接触门把手。禁止随意丢弃实验废弃物。禁止将锐器、玻璃等丢弃在常规垃圾箱中。
- 4.4 实验室应保持整洁, 禁止携带食物饮品等与实验不相关物品进入实验室。严禁在实验室进食与抽烟。严禁动物进入实验室。
- 4.5 实验室内存放的药品、试剂、废液应标签、标识完整清晰。
- 4.6 实验室内均为大型科研设备, 有专人负责管理, 未经培训人员, 不得擅自上机使用; 经过培训的用户, 需使用预约系统, 使用本人的账号进行登录使用。
- 4.7 非常规实验测试须经实验室技术员同意并指导方可进行。个人 U 盘、移动硬盘等易带入病毒的存储设备不得与仪器电脑连接。
- 4.8 实验过程中如发现仪器设备及基础设施发生异常状况, 需及时向实验室技术员反馈。严禁擅自处理、调整仪器主要部件, 凡自行拆卸者一经发现将给予严重处罚。
- 4.9 为保持实验室内环境温度及湿度, 保持实验室门窗关闭。实验结束后, 实验人员必须进行清场。最后离开实验室人员需检查水、电、门窗等。

#### 5. 光谱实验室仪器设备管理规范

##### 5.1 电化学工作站使用制度

该仪器遵从学校“科研设施与公共仪器中心”对大型仪器设备实行的管理办法和“集中投入、统一管理、开放公用、资源共享”的建设原则, 面向校内所有教学、科研单位开放使用; 根据使用机时适当收取费用; 并在保障校内用户使用的同时, 面向社会开放。

委托测试: 用户需通过“大型仪器管理系统”(以下简称大仪网)进行送样预约, 并按照要求登记预约信息。送样预约要求如下:

1. 送样前与仪器负责老师沟通样品信息;
2. 测试结果请自行在大仪网送样记录中下载;

3. 样品如需回收请在测试后尽快取回, 一周未取回平台将作化学废弃物处理。

## 5.2 电化学工作站预约制度

为充分利用仪器效能、服务全校科研工作, 根据测试内容与时间的不同, 光谱实验室制定了 7\*24 小时预约制度。根据预约制度可登陆大仪共享网站即时预约机时, 包括周末; 寒暑假及国庆假期将另行通知。

请严格遵守预约时间使用仪器, 以免浪费机时。如需调换时间段, 在技术员同意下可与其他使用者协商。因故不能在预约时间内测试者, 请提前 30 分钟取消预约并通知技术员。恶意预约机时或有多次无故不遵预约时间的用户, 实验室将进行批评教育、通报批评或取消上机资格等处罚。

预约时段		预约时间/每人	测试内容
周一至周日	自主测试 送样测试 维护/开发测试	无限制	电化学测试

- (1) 校内使用者须经过技术员的实验操作培训, 考核合格后方可上机使用;
- (2) 实验开始时务必在实验记录本上登记, 结束时如实记录仪器状态;
- (3) 严禁擅自处理、拆卸、调整仪器主要部件。使用期间如仪器出现故障, 使用者须及时通知技术员, 以便尽快维修或报修, 隐瞒不报者将被追究责任, 加重处理;
- (4) 因人为原因造成仪器故障的(如硬件损坏), 其导师课题组须承担维修费用;
- (5) 原始数据不允许在仪器工作站上删改, 尤其不允许用 U 盘与移动硬盘直接拷贝。使用者应根据要求通过科研仪器网/数据服务器传送下载原始数据至本地电脑, 以保存并做数据处理; 实验数据在本实验室电脑中保留两年。
- (6) 使用者应保持实验区域的卫生清洁, 测试完毕请及时带走样品, 技术员不负责保管。

使用者若违犯以上条例, 将酌情给予警告、通报批评、罚款及取消使用资格等惩罚措施。

## 6. 实验内容

### 6.1. 仪器组成

电化学工作站(Zahner-Zennium Pro)-光电化学吸收(发射)谱测试系统主要由电化学测试系统, 光电化学测试系统, 吸收发射光谱测试系统三部分组成。方法模块包括: EIS potentiostatic, EIS galvanostatic, EIS pseudo-galvanostatic, EIS potentiostatic at (drifting) OCP, Current Voltage Curves (Steady State), Current Voltage Curves (Fixed Sampling), Current Voltage Curves (Dynamic Scan), CV - Cyclic Voltammetry, Open Circuit Potential, General Polarization, Chrono Amperometry, Chrono Potentiometry, Chrono Coulometry, Linear Sweep Voltammetry, Polarization + OCV, Universal Current/Voltage/Time, Capacity vs. Voltage, EIS vs. Parameter, Battery Cycling, Capcycling, IMPVS, IMPS, TPV, TPC, CLV, IPCE, Absorbance CV 和 OPV Emission CV 等。

## 6.2. 电化学工作站测试系统操作流程

1. 基理系统登陆: 接入大仪网的仪器操作电脑均需要登陆基理锁屏界面。

- (1) 如下图 (a), 如界面显示“一卡通用户”, 请在 Account 输入预约者的一卡通账户, Password 栏输入相应账户密码, 点击 Submit;

**注意:** 如账号或密码输入错误, 请按键盘 Delete 键进行删除, 再重新输入; 禁止点击 Cancel, 否则仪器会自行关机。

- (2) 如下图 (b), 如界面显示“LIMS User”, Account 显示 Administrator, 请与相关老师联系。



2. 连接电路: 确认 Zennium Pro 电化学工作站, PP212 大电流外置恒电位仪连接好。



图 6-1

3. 开机预热：打开 Zennium Pro 电化学工作站、PP212 大电流外置恒电位仪，预热 30 分钟。

**注意：**开机操作应保持双手洁净、干燥，并且不要连接测试样品。

4. 连接待测样：一端连 Zennium Pro 电化学工作站，另一端连接待测样品。

**注意：**请在操作前触摸一个接地的金属释放静电，以避免静电放电造成的设备损坏，用户接触输入连接器或者连接电极线的两端时，必须要小心不能带静电。

- ① **四电极接法：**红色对电极 (CE)，绿色参比电极 (RE)，黑色工作电极 (WE power)，蓝色工作电极 (WE sense)，一端按颜色分别插在电化学工作站，另一端分别夹住样品。三电极体系含两个回路：一个回路由工作电极 (WE sense) 和参比电极组成，用来测试工作电极的电化学反应过程，另一个回路由工作电极 (WE power) 和辅助电极组成，起传输电子形成回路的作用。
- ② **三电极接法：**两工作电极合并一线，与红色对电极 (CE)，绿色参比电极 (RE) 构成三电极体系 (图 6-2)。
- ③ **两电极接法：**两工作电极合并一线作正极，红色对电极 (CE) 和绿色参比电极 (RE) 合并一线作负极 (图 6-2)。

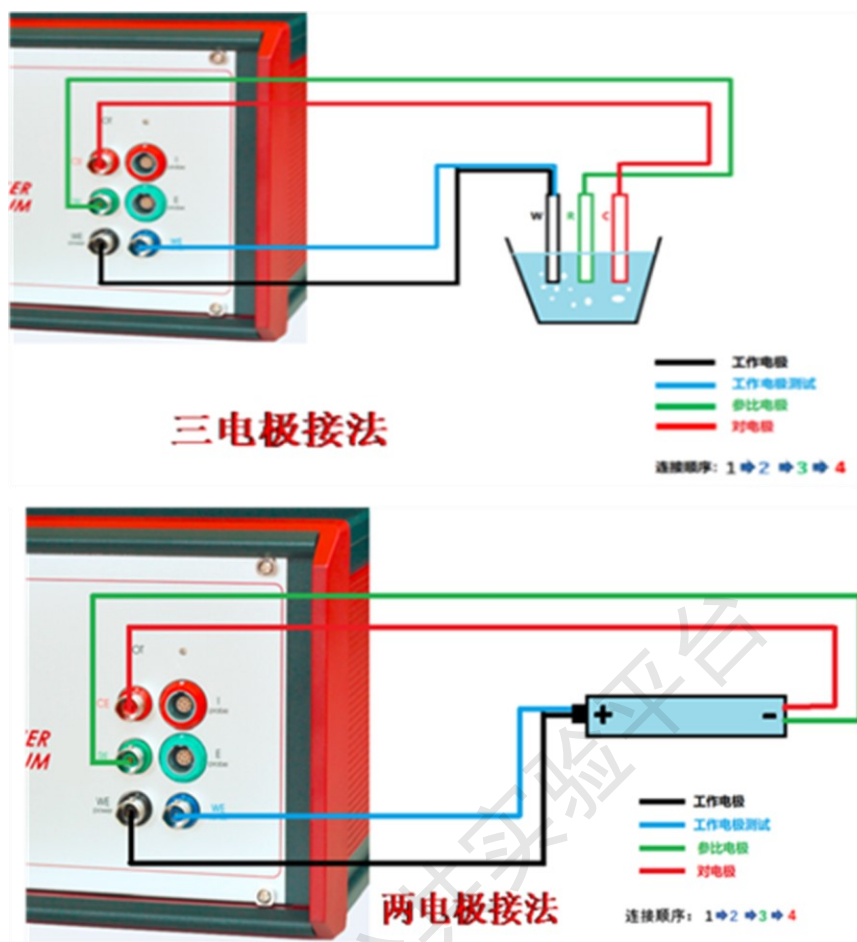



图 6-2

5. 打开测试软件: 打开 Thales XT 软件  , 确认已经预热 30 分钟, 点击 Proceed to start Thales。
6. 打开软件后, 进入公共应用设置界面, 在 Zahner Online Display 窗口中实时显示电流电压状态等信息。

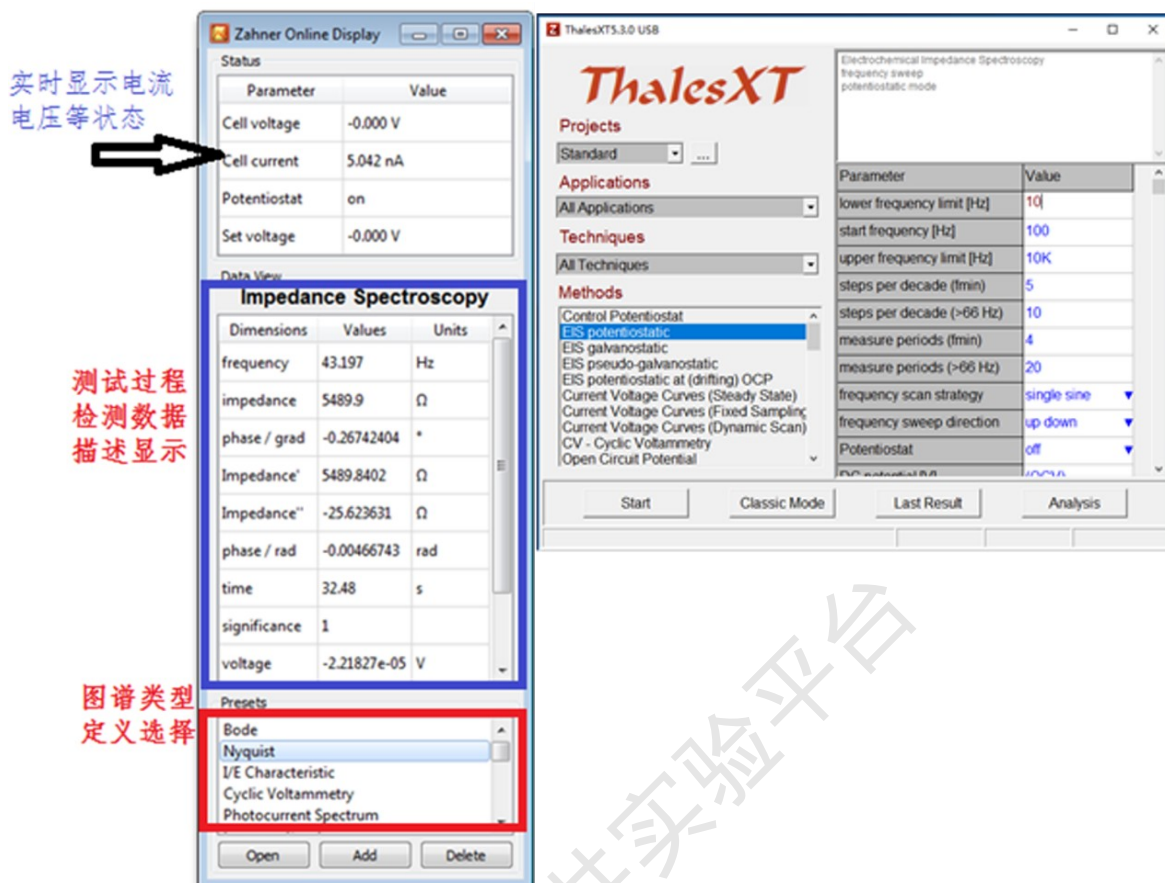


图 6-3

7. 在每次测试前, 先检查 Methods 中 Control Potentiostat 设置, 点击 Classic Mode 进入界面后, 选择 check cell connections。

**注:** 此时仪器自动开始检测开路电压, 注意观察此开路电压是否稳定 (一般 1s 内波动范围在 10 mV 以内), 如电压波动范围在几十 mV, 可能是样品状态未稳定, 需待样品稳定后再测试; 如果波动大于 100mV, 检查样品是否良好接线; 有其他问题, 请联系实验室技术员。

Connected Probe 选择 Main Pot 时: 当 Controlled Voltage 设置为 5 V 时, 对应 Compliance Voltage 为 14 V; 当 Controlled Voltage 设置为 15 V 时, 对应 Compliance Voltage 为 28 V。然后选择 Connection Scheme, 选择 no ref.electrode 对应两电极体系, 选择 with ref.electrode 对应三电极体系 (此时参比电极电位一般设为 0; 如文献中有明确提及, 则选择相应的参比电极)。

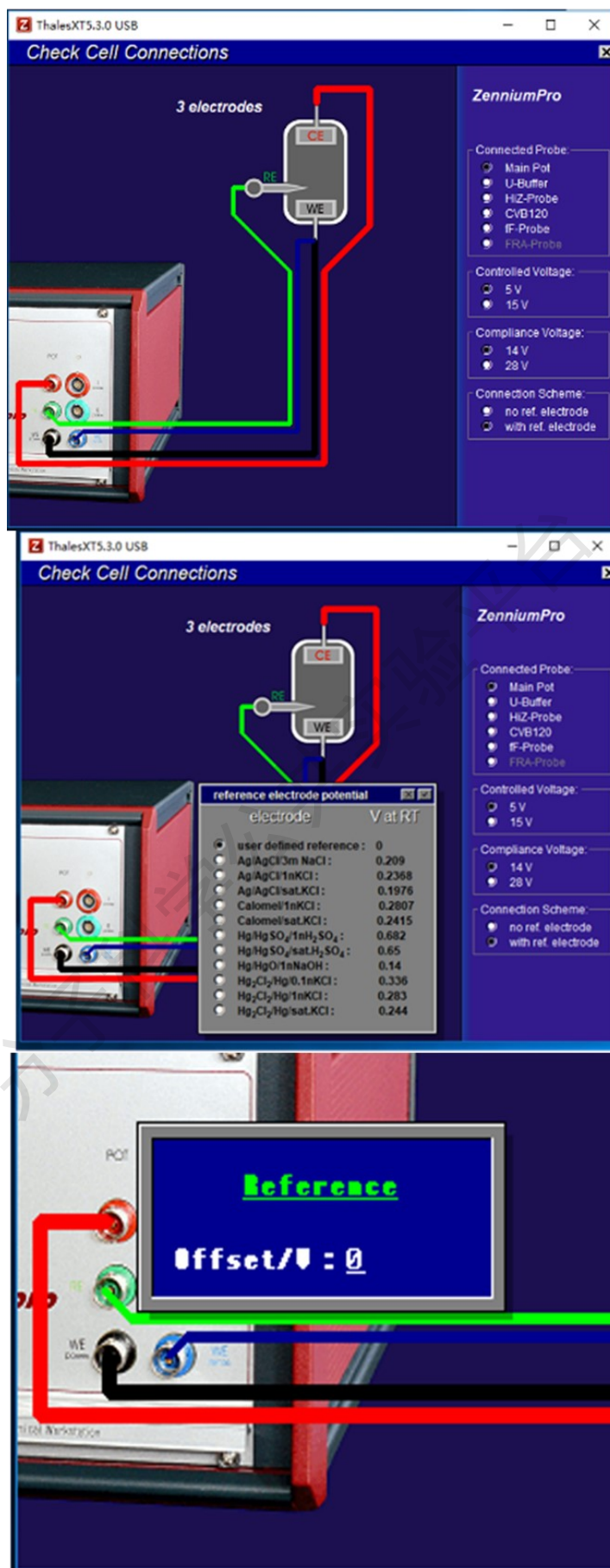


图 6-4

8. 根据实验需要, 选择 Applications, Techniques 和 Methods 中对应的选项。

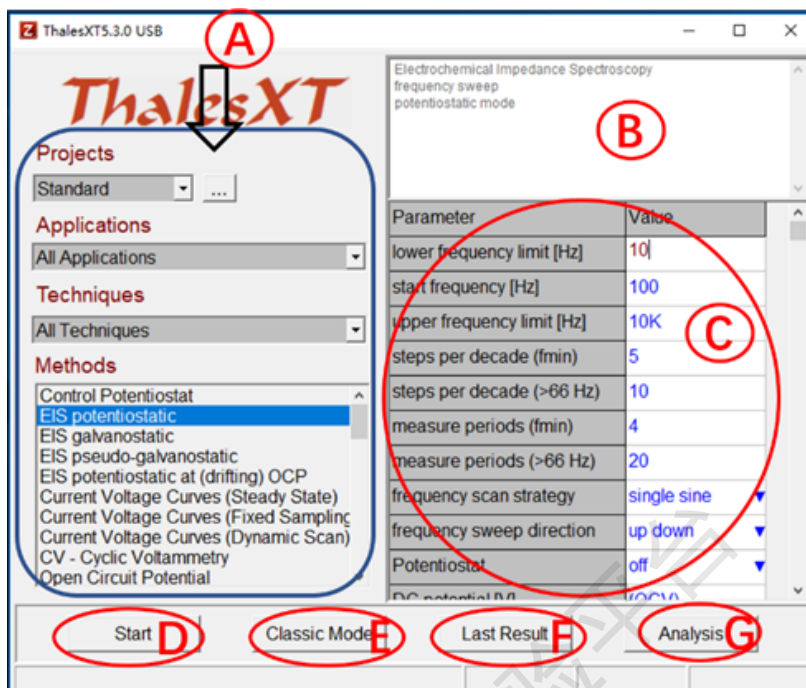


图 6-5

**Projects【项目】:** 此处可以点击后面的  , 添加一个新的名称, 在这个名称下的所有测试方法的参数, 都会保存下来, 以便于下次测试时直接使用。

**Applications【应用】:** 主要是应用方向, 如 solar, battery, corrosion 等。

**Techniques【测试技术】:** 主要是交流 AC 和直流 DC 之分。

**Methods【方法】:** 所有测试方法的选择框 (选项较多, 详见 6.3 节各方法模式的具体描述)。

A: 可添加备注, 后续显示在保存的测试数据中;

B: 测试方法的描述;

C: 参数设置框;

D: 开始测试的按钮;

E: 进入经典模式;

F: 点击可显示上一次测试的结果;

G: 进入分析界面的按钮。

9. 点击 Start 开始测试:

**在测试过程中, POT 指示灯为黄色, 此时切勿碰连接引线和测试样品, 否则容易引起短路及设备损坏。如果需要中断测试点击 STOP, 待 POT 指示灯绿色后, 更换样品或内部文件, 请勿随意转发、打印、复印**



修改参数重新测量。

#### 10. 数据保存和数据处理:

针对不同 Methods 选项, 测试数据的保存和数据处理存在差异, 将在 6.3 节具体说明。

#### 11. 关机:

仪器关机, 先检查 POT 指示灯已回到绿色, 再拆除测试样品, 关闭软件, 最后关闭工作站电源。

### 6.3. 电化学测试方法的选取与数据保存

EIS 测试分为电压模式 (EIS potentiostatic)、电流模式 (EIS galvanostatic)、电压电流混合模式 (EIS pseudo-galvanostatic) 和开路电压漂移样品的 EIS 测试模式 (EIS potentiostatic at (drifting) OCP)。

#### 6.3.1 EIS potentiostatic 电压模式下的 EIS 测试

##### 1. 参数设置:

- (1) lower frequency limit: 扫频最低点 (测试必要参数, 可参考文献等, 最低至 10 uHz)。
- (2) start frequency: 扫描频率的起始点 (必须和扫频最高点一致)。
- (3) upper frequency limit: 扫频最高点 (测试必要参数, 可参考文献等, 最高至 8 MHz)。
- (4) steps per decade (<66 Hz): 扫描频率小于 66 Hz 的部分, 每个数量级的采点数。
- (5) steps per decade (>66 Hz): 扫描频率大于 66 Hz 的部分, 每个数量级的采点数。
- (6) measurement periods (<66 Hz): 在扫描频率小于 66 Hz 的部分, 每个记录数据点是通过几个测试点取平均值得到的, 和精度有关 (一般小于 10)。
- (7) measurement periods (>66 Hz): 在扫描频率大于 66 Hz 的部分, 每个记录数据点是通过几个测试点取平均值得到的, 和精度有关。
- (8) frequency scan strategy: 频率扫描类型; 分为 single sine: 单弦波 (使用最多); multi sine: 多弦波 (使用较少), 适用于需要 EIS 测试时间较短的样品测试, 但是在低频及高频端, 稳定性稍差。
- (9) frequency sweep direction: 频率扫描方向; up down: 由高频到低频 (普遍选用); down up: 由低频到高频方向。
- (10) Potentiostat: 是否加 DC 偏置电压, 一般测试开路 (OCP) 下的交流阻抗时, 为 off; 如选择 on 后, 测试完成后, 手动变为 off, 待 POT 灯变绿后, 才能拆除样品。
- (11) DC potential [V]: 如需要加 DC 偏置电压, 输入相应值。

(12) AC amplitude [mV]: AC 扰动幅值, 一般常用 5 mV 或 10 mV, 可根据实际测试情况调节。

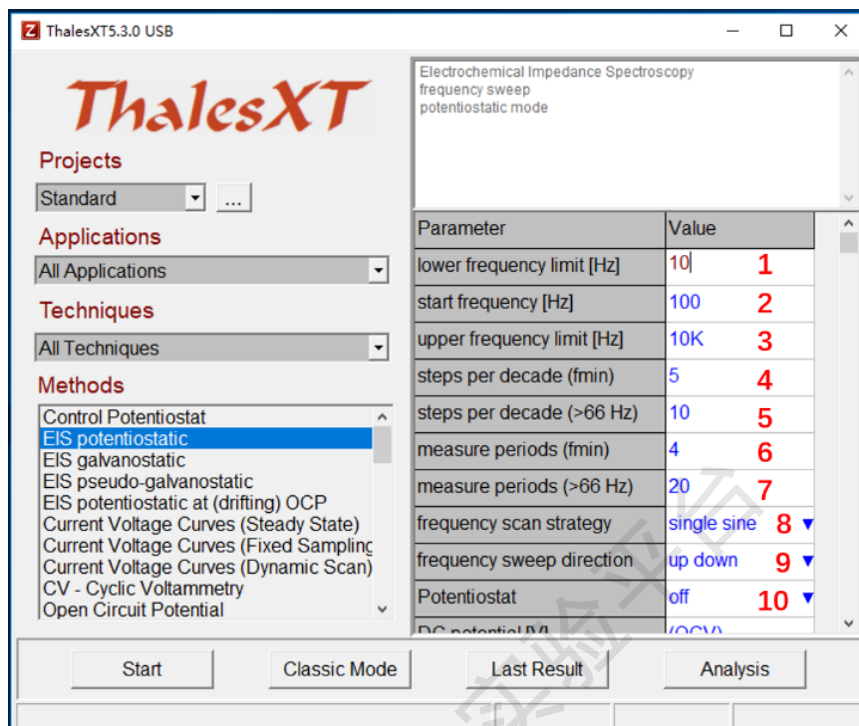


图 6-6

2. 开路电压下的 EIS 测试参数设置完成, 可以点击 Start 开始测试。测试过程显示(图 6-7): V: 加载的正弦波信号图形; I: 响应的正弦波图形; H: 加载信号的稳定性; U: 电压信号的响应强度; CURRENT: 电流信号的响应强度; A: 是否对当前轴的数据显示取对数; B: 是否对当前轴的数据显示取绝对值; C: 是否对当前坐标轴的数据显示取反。

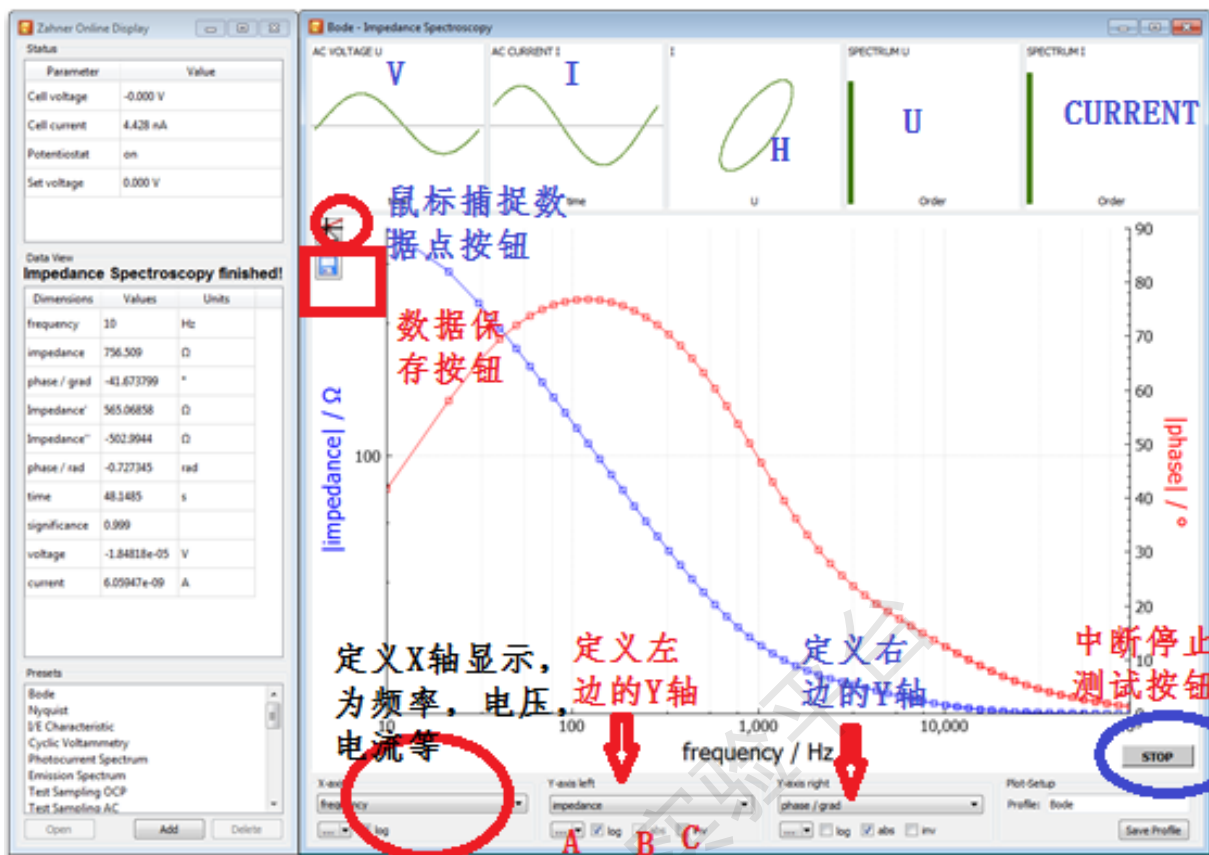


图 6-7

- 测试完成后, 点击保存按钮或右击选择 save measurement, 弹出对话框选择 OK, 选择相应的文件夹后重命名文件名后保存 .isw 数据 (注: 文件名中不得含有 \*, · 等特殊字符)。TXT 列表数据的输出: 点击 Last Result 按钮, 通过 select diagram 按钮, 选择显示模型 (EIS 测试中一般选择-Nyquist 模型), 点击 export ASCII list—save list as textfile 选择相应文件夹输出保存。除选定文件夹保存外, 在 C:\Thales\temp 中有以测试时间点为文件名的 txt 文件 (Bode 模型数据), 即为当前测试的列表数据 (为自动保存的情况, 不可导入 Zahner Analysis 软件中查看)。



- 点击  按钮进入分析界面, 执行 EIS 分析。EIS potentiostatic 电压模式适用于阻抗较大的样品, 一般用于半电池, 三电极测试。

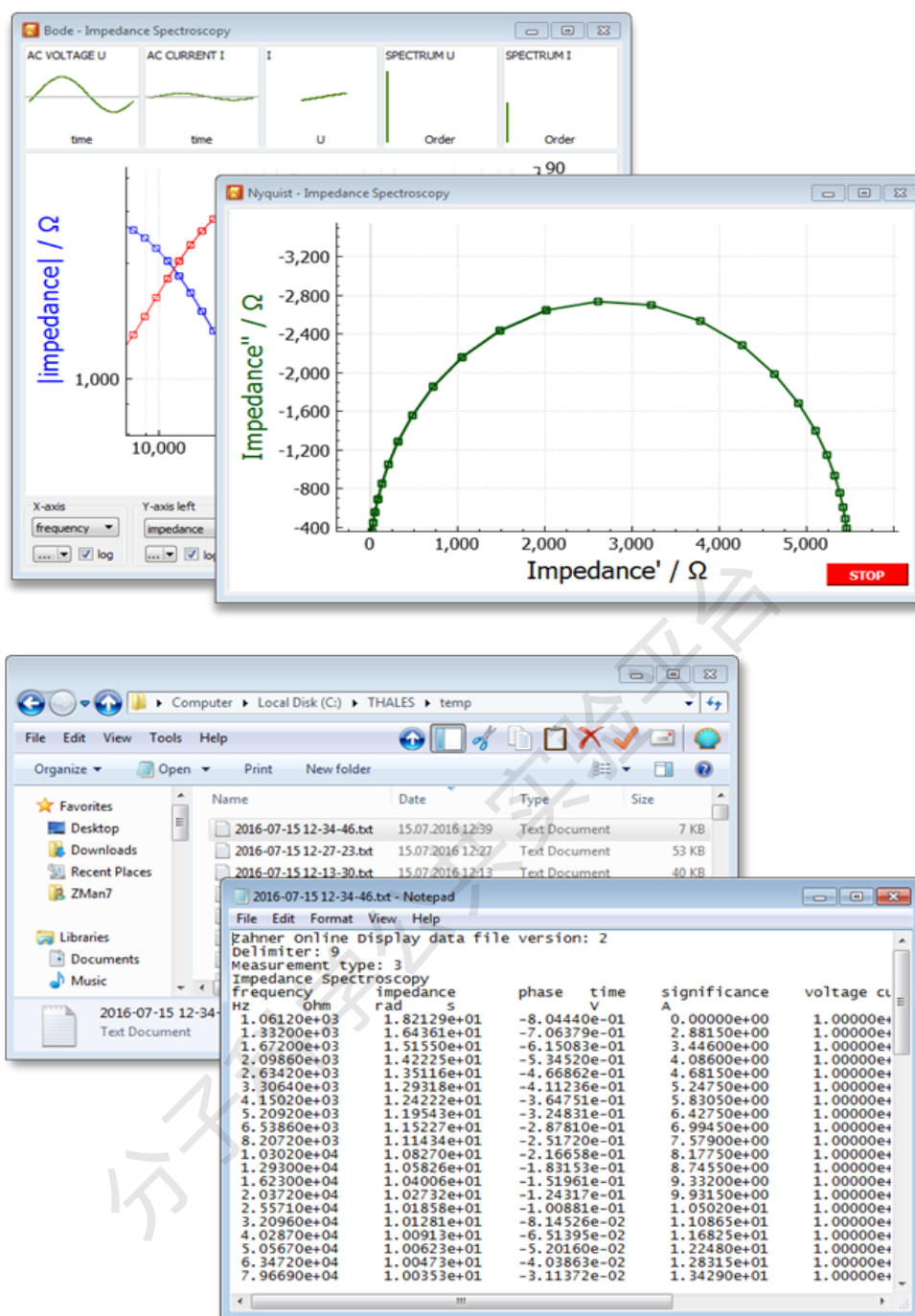


图 6-8

### 6.3.2 EIS galvanostatic 电流模式下的 EIS 测试

1. 电流模式下的 EIS 测试适用于阻抗较小（小于 10 mΩ）的样品，例如：全电池及燃料电池类的样品。
2. 设置方式和电压模式类似，不同点是将所有的电压设置更换成电流设置，同样也有 OCP 下的 EIS 测试和 DC 直流偏置电流下的 EIS 测试。

### 6.3.3 EIS pseudo-galvanostatic 电压电流混合模式下的 EIS 测试

适用于一些需要加极化电流或者充电电流在电压扰动下的 EIS 测试。设置方式和电压模式类似, 不同点是将 Class Mode 中的 Potentiostat 设置为 on, 输入 DC current 的电流值。

### 6.3.4 EIS potentiostatic at (drifting) OCP 开路电压漂移样品的 EIS 测试

参数设置方法同上述电压模式下参数设置一致, 在开始测试前, 将 Class Mode 中的 Potentiostat 设置为 on。

### 6.3.5 Current Voltage Curves (Steady State) 电流电压曲线(稳态采样)模式

#### 1. 参数设置:

(1) 1st edge potential: 起始第一个电位值。

(2) voltage reference 1st edge: 第一个电压值设置的参考点:

absolute value: 绝对值(常用); relative to OCP: 相对于开路电位(tafel 测试时选择)。

注: 第 2、3、4 的电位值设置参考点同上意义, 且同一实验中选择一致。

(3) 2nd edge potential: 第二个电位值(一般只要设置两个电位值)。

(4) 3rd edge potential: 第三个电位值(只有需要形成一个周期的情况才需要设置第三、四电位值, 否则空白)。

(5) 4th edge potential: 第四个电位值(只有需要形成一个周期的情况才需要设置第三、四电位值, 否则空白)。

(6) current range cathodic: 阴极电流范围。

(7) current range anodic: 阳极电流范围(此处范围一般设置和实际测试电流值处于相同数量级; 在不明确时, 首次设置范围较大一些, 随后的测试中根据首次测量结果进行改进)。

(8) voltage resolution/mV: 电压分辨率, 一般设置为 1 mV~5 mV, 默认为 1 mV。

(9) min. delay [s]: 电位稳定的最小开始时间, 之后开始稳定性判断。

(10) max. delay [s]: 电位稳定的最大判定时间范围, 之后认为稳定。

(11) absolute current tolerance [A/s]: 绝对电流公差, 电流维持在多少安培每秒的变化时, 认为当前电位点稳定, 记录数据点(一般为默认值)。

(12) relative current tolerance [1/s]: 相对电流公差, 电流维持在多少变化量每秒时, 认为当前电位稳定, 记录数据点(一般为默认值)。

(13) Ohmic drop resistance/Ohm: 欧姆降(如无特殊需要, 可不设置; 主要用于溶液电阻补偿; 可输入“\*”, 自动阻抗技术补偿)。

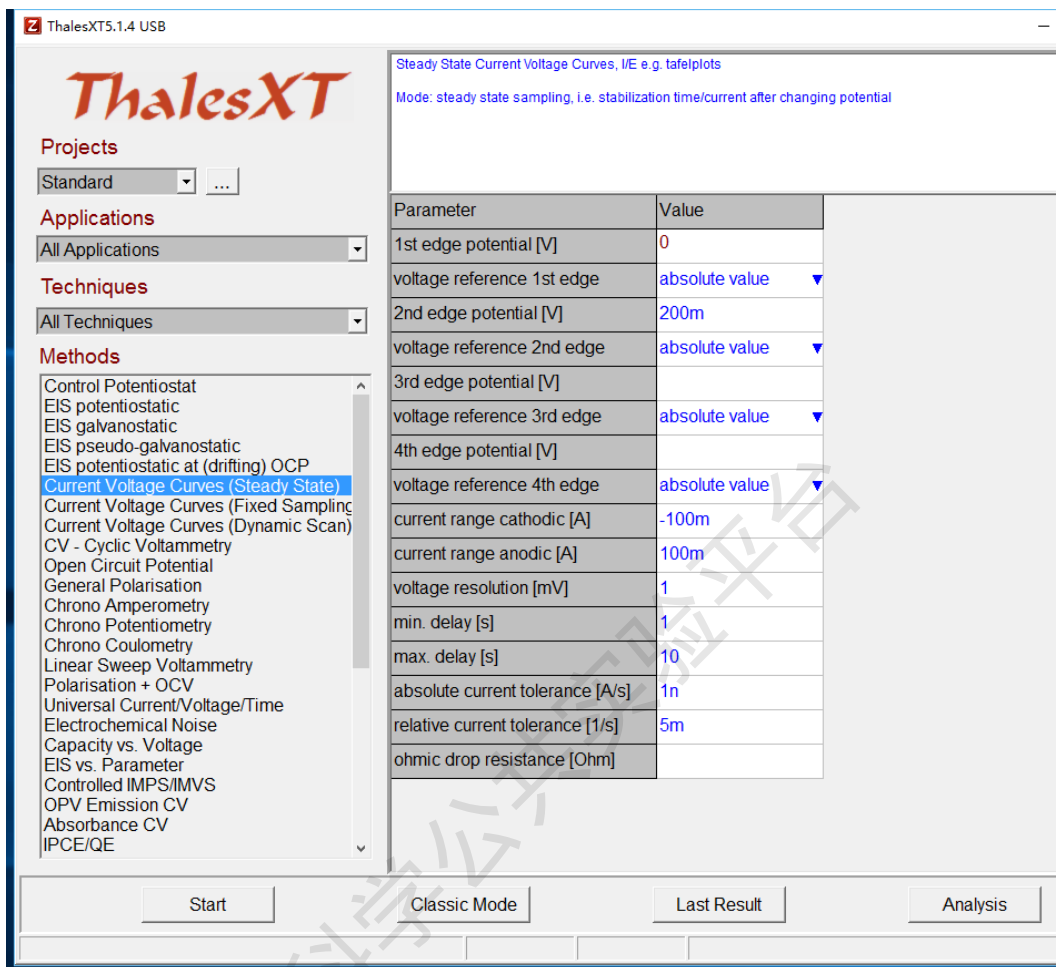


图 6-9

2. 点击 Start 开始测试, 测试过程中可以任意更改各个坐标轴的显示定义。

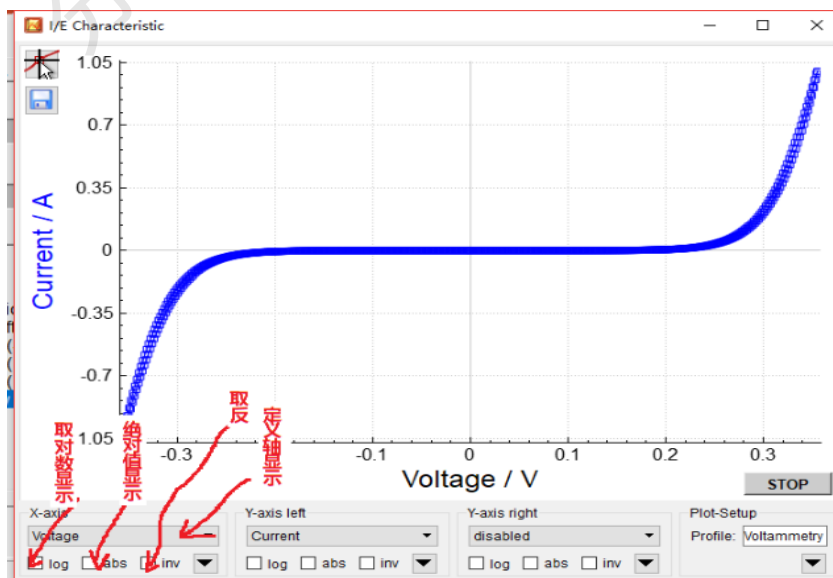
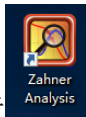


图 6-10

### 3. 保存数据:

测试完成后, 点击保存按钮或右击选择 save measurement, 选择相应的文件夹保存 \*.iss 数据。TXT 列表数据的输出: 点击 Last Result 按钮, 点击 export ASCII list—save list as textfile 选择相应文件夹输出保存。除选定文件夹保存外, 在 C:\Thales\temp 中有以测试时间点为文件名的 txt 文件, 即为当前测试的列表数据(为自动保存的情况, 不可导入 Zahner Analysis 软件中查看)。



4. 点击  按钮进入分析界面, 执行分析。

### 6.3.6 Current Voltage Curves(Fixed Sample) 电流电压曲线(固定采样)模式

参数设置、数据保存和数据分析同 6.3.5 所述类似, 唯一不同为 delay [s] 表示每间隔该设定时间记录一个数据点。

### 6.3.7 Current Voltage Curves(Dynamic Scan) 电流电压曲线(动态扫描)模式

参数设置、数据保存和数据分析同 6.3.5 所述, 唯一不同为 scan rate [mV/s] 表示扫描速率, 根据实际需要设置。**注: 本测试方法使用最广泛, 最常用。**

### 6.3.8 CV - Cyclic Voltammetry 循环伏安法

#### 1. 参数设置:

- (1) Start potential [V]: 扫描的起始电压(一般为扫描电压最低点或者开路电压)。
- (2) Upper potential [V]: 扫描的最高电压值。
- (3) Lower potential [V]: 扫描的最低电压。
- (4) End potential [V]: 扫描的终止电压(一般为扫描电压最低点或者开路电压)。
- (5) Current range cathodic [A]: 阴极电流范围。
- (6) Current range anodic [A]: 阳极电流范围(此处范围一般设置和实际测试电流值处于相同数量级; 在不明确时, 首次设置范围较大一些, 随后的测试中根据首次测量结果进行改进)。
- (7) Start time [s]: 开始阶段停留时间, 为了稳定起始电位点。若 start potential 设置为扫描最低电压, 则一般设置为 5s 左右; 若设置为开路电压, 则设置为 1s 即可。
- (8) Hold time[s]: 结束保持时间。一般设 1s, 方便后续选出一圈的数据, 也可设置为 0。
- (9) Slew rate [mV/s]: 扫描速率。

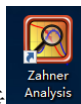
(10) Number of cycles: 循环圈数。

(11) Samples per cycle: 每一圈记录数据点数, 一般采点 100-200 点。

2. 点击 Start 开始测试, 测试过程中可以任意更改各个坐标轴的显示定义。

3. 保存数据:

测试完成后, 点击保存按钮或右击选择 save measurement, 选择相应的文件夹保存 \*.isc 数据。TXT 列表数据的输出: 点击 Last Result 按钮, 再点击 export ASCII list—save list as textfile 选择相应文件夹输出保存。除选定文件夹保存外, 在 C:\Thales\temp 中有以测试时间点为文件名的 txt 文件, 即为当前测试的列表数据(为自动保存的情况, 不可导入 Zahner Analysis 软件中查看)。



4. 点击  按钮进入分析界面, 执行分析。

### 6.3.9 Open Circuit Potential 开路电压测试 OCP

1. 参数设置:

(1) Recording time [s]: 测试时间。

(2) Scan interval [s]: 采点时间间隔。

2. 点击 start 开始测试, 记录开路电压数据; 测试过程中可以任意更改各个坐标轴的显示定义。

3. 保存数据:

测试完成后, 点击保存按钮或右击选择 save measurement, 选择相应的文件夹保存 \*.isw 数据。TXT 列表数据的输出: 点击 Last Result 按钮, 再点击 export ASCII list—save list as textfile 选择相应文件夹输出保存。除选定文件夹保存外, 在 C:\Thales\temp 中有以测试时间点为文件名的 txt 文件, 即为当前测试的列表数据(为自动保存的情况, 不可导入 Zahner Analysis 软件中查看)。

4. 对于此处的分析, 可直接在测试曲线和数据中读取分析。

### 6.3.10 General Polarization 一般极化测试

1. 参数设置:

(1) Polarization Voltage [V]: 单电位极化电压 (最大 15V)。

(2) Polarization: 极化电位参考点: absolute value: 绝对值 (常用); relative OCP: 相



对于开路电位值。

(3) Polarization time [s]: 单电位电压加载时间。

(4) Scan Interval Polarization [s]: 采点间隔时间。

(5) Relaxation time [s]: 静止时间或者开路时间。

(6) Scan Interval Relaxation [s]: 开路电压采点间隔。

(7) Scan rate [V/s]: 扫描速率。

(8) Start Potential [V]: 扫描起始电压。

(9) Start: 扫描起始电压参考点: absolute value: 绝对值 (常用); relative OCP: 相对于开路电位值。

(10) End Potential [V]: 扫描终止电压

(11) End: IV 扫描终止电压参考点: absolute value: 绝对值 (常用); relative OCP: 相对于开路电位值。

(12) Scan interval [s]: 扫描采点时间间隔。

(13) Minimum current [A]: 最小电流范围设置, 一般为实际测试的相同数量级。(在不明确时, 首次设置范围较大一些, 随后的测试中根据首次测量结果进行改进)。

(14) Maximum current [A]: 最大电流范围设置, 一般为实际测试的相同数量级。(在不明确时, 首次设置范围较大一些, 随后的测试中根据首次测量结果进行改进)。

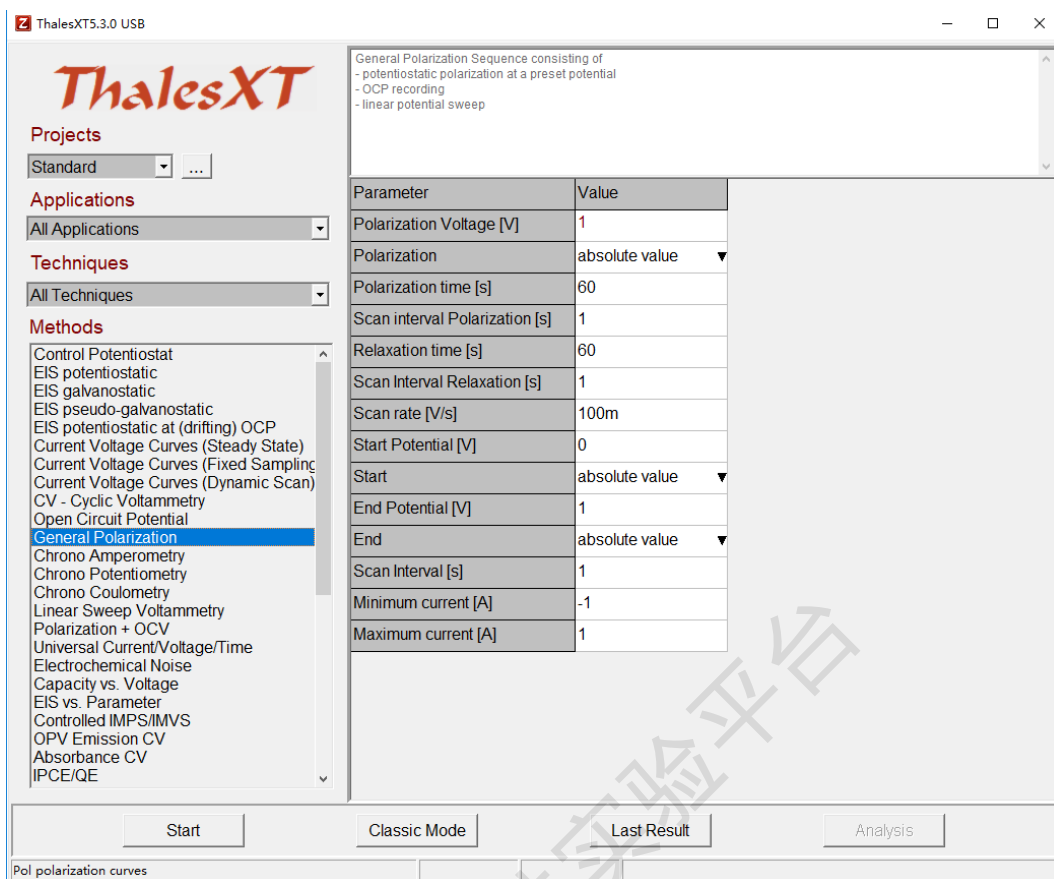



图 6-11

2. 点击 Start, 开始测试, 测试过程中可以任意更改各个坐标轴的显示定义。整个过程为: 单电位极化—开路电压测试—IV 曲线扫描。

3. 数据保存:

测试完成后, 点击保存按钮或右击选择 save measurement, 选择相应的文件夹保存 \*.isw 数据。TXT 列表数据的输出: 点击 Last Result 按钮, 再点击 export ASCII list—save list as textfile 选择相应文件夹输出保存。除选定文件夹保存外, 在 C:\Thales\temp 中有以测试时间点为文件名的 txt 文件, 即为当前测试的列表数据(为自动保存的情况, 不可导入 Zahner Analysis 软件中查看)。

4. 分析过程可直接在数据中获取想要的数值。或点击  按钮进入分析界面, 同时打开多个数据叠加对比, 执行分析。

### 6.3.11 Chrono Amperometry 计时安培法

1. 参数设置:

(1) Polarization Voltage [V]: 极化电位值, 单电位。

- (2) Voltage reference: 电位参考点。
- (3) Absolute value: 绝对值(常用); relative OCP: 相对于开路电位值。
- (4) Polarization time [s]: 计时安培测试时间。
- (5) Sampling time [s]: 采点时间间隔。
- (6) Minimum current [A]: 最小电流范围设置, 一般为实际测试的相同数量级。
- (7) Maximum current [A]: 最大电流范围设置, 一般为实际测试的相同数量级。

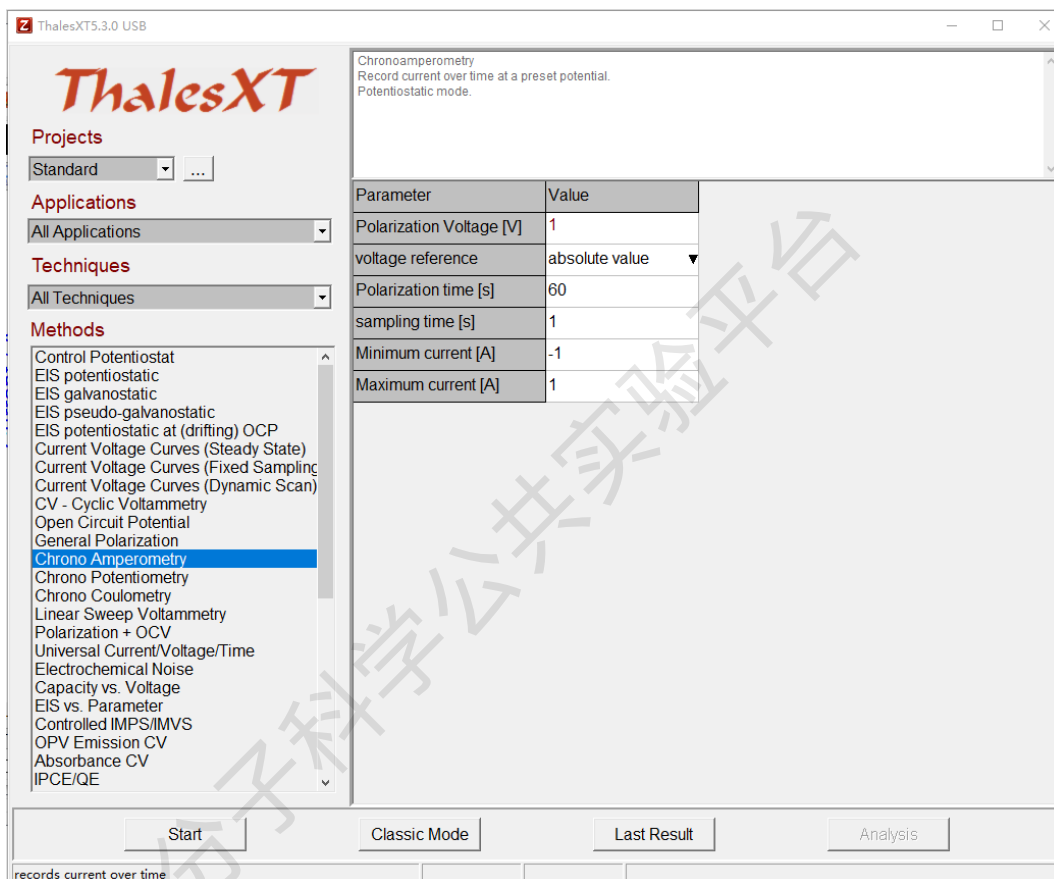


图 6-12

2. 点击 Start, 开始测试, 出现电流 VS 时间曲线。测试过程中可以任意更改各个坐标轴的显示定义。

3. 数据保存:

测试完成后, 点击保存按钮或右击选择 save measurement, 选择相应的文件夹保存 \*.isw 数据。TXT 列表数据的输出: 点击 Last Result 按钮, 再点击 export ASCII list—save list as textfile 选择相应文件夹输出保存。除选定文件夹保存外, 在 C:\Thales\temp 中有以测试时间点为文件名的 txt 文件, 即为当前测试的列表数据(为自动保存的情况, 不可导入 Zahner Analysis 软件中查看)。

4. 可在图中直接读取电流值及转折点, 实现分析。

### 6.3.12 Chrono Potentiometry 计时电位法

#### 1. 参数设置:

- (1) Polarization Current [A]: 极化电流值, 直流单电流。
- (2) Polarization time [s]: 计时电位测试时间。
- (3) Scan Interval [s]: 采点时间间隔。
- (4) Minimum Voltage [V]: 最小电压。
- (5) Maximum Voltage [V]: 最大电压。

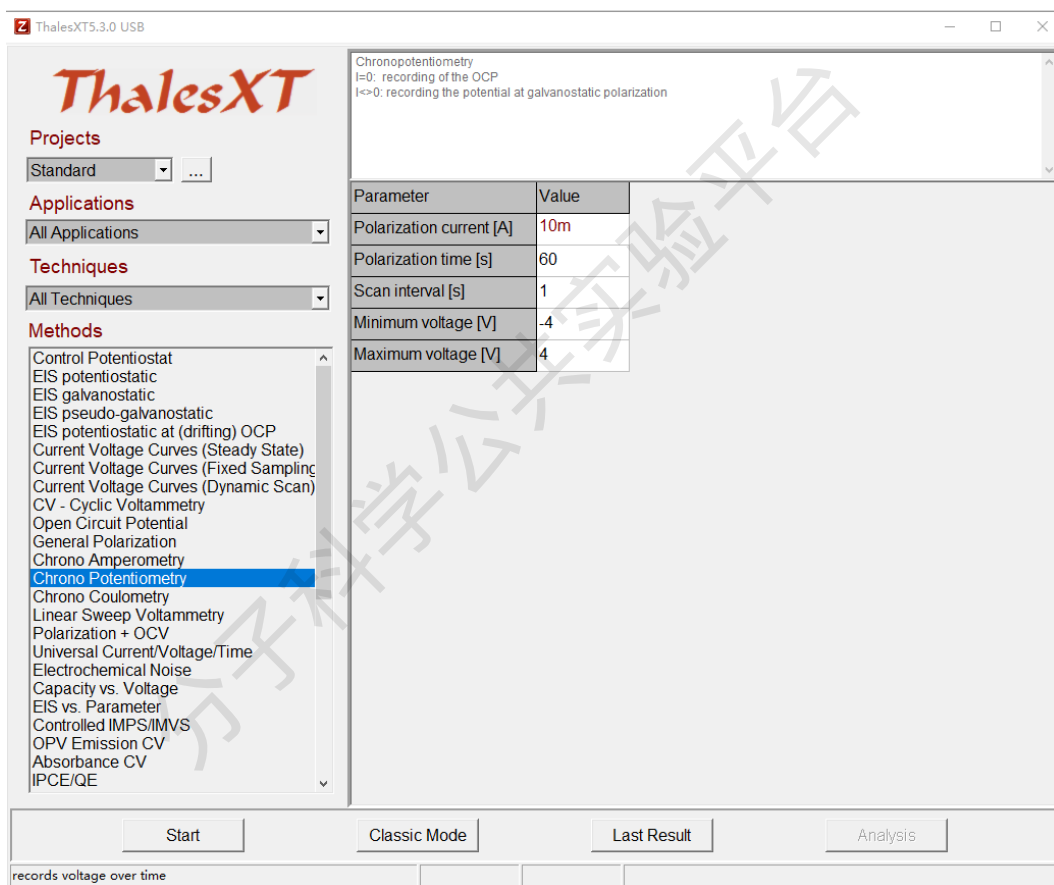


图 6-13

2. 点击 Start, 开始测试, 出现电压 VS 时间曲线。测试过程中可以任意更改各个坐标轴的显示定义。

#### 3. 数据保存:

测试完成后, 点击保存按钮或右击选择 save measurement, 选择相应的文件夹保存 \*.isw 数据。TXT 列表数据的输出: 点击 Last Result 按钮, 再点击 export ASCII list—save list as textfile 选择相应文件夹输出保存。除选定文件夹保存外, 在 C:\Thales\temp 中有内部文件, 请勿随意转发、打印、复印

以测试时间点为文件名的 txt 文件, 即为当前测试的列表数据 (为自动保存的情况, 不可导入 Zahner Analysis 软件中查看)。

4. 可根据电位值的变化情况直接进行分析判断。

### 6.3.13 Chrono Coulometry 计时库伦法

1. 参数设置:

- (1) Polarization Voltage [V]: 极化电位值, 单电位。
- (2) Polarization: 电位参考点。
- (3) absolute value: 绝对值 (常用); relative OCP: 相对于开路电位值。
- (4) Polarization time [s]: 计时安培测试时间。
- (5) Scan Interval [s]: 采点时间间隔。
- (6) Minimum current [A]: 最小电流范围设置, 一般为实际测试的相同数量级。
- (7) Maximum current [A]: 最大电流范围设置, 一般为实际测试的相同数量级。

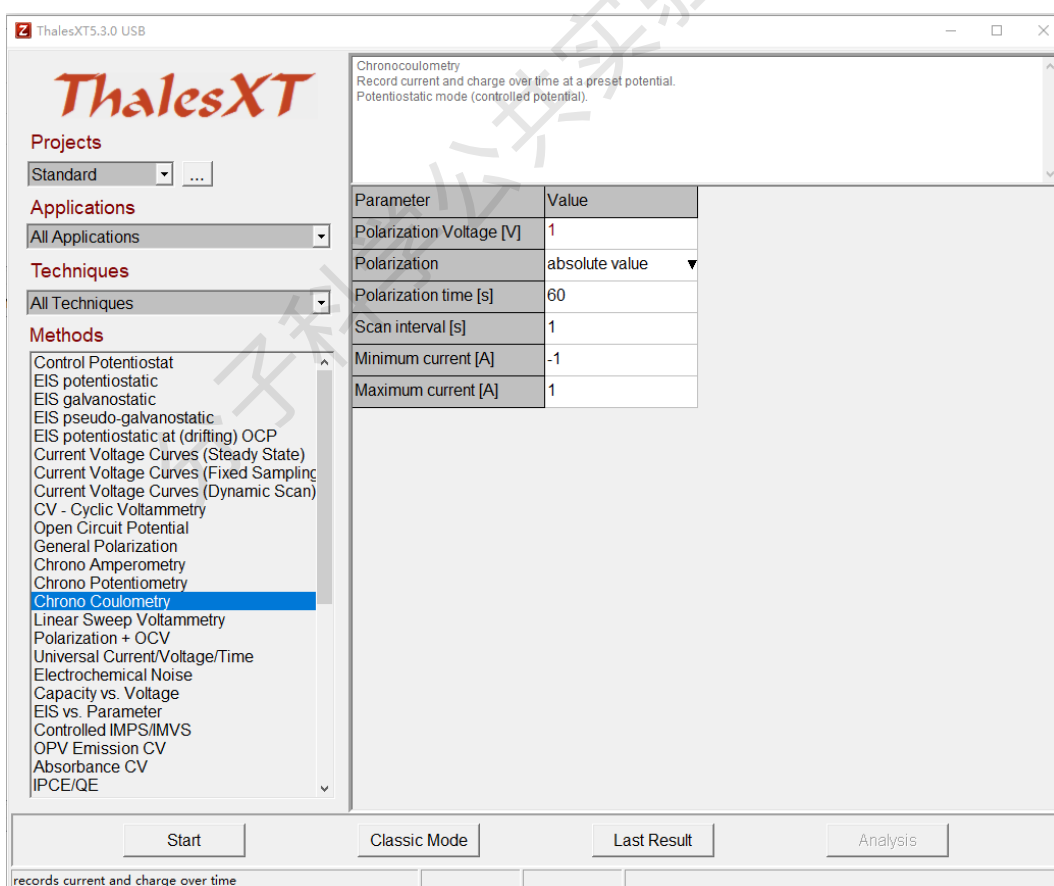


图 6-14

2. 点击 Start, 开始测试, 出现电流 VS 时间曲线。测试过程中可以任意更改各个坐标轴的显示定义。

### 3. 数据保存:

测试完成后, 点击保存按钮或右击选择 **save measurement**, 选择相应的文件夹保存 \*.isw 数据。TXT 列表数据的输出: 点击 **Last Result** 按钮, 再点击 **export ASCII list—save list as textfile** 选择相应文件夹输出保存。除选定文件夹保存外, 在 C:\Thales\temp 中有以测试时间点为文件名的 txt 文件, 即为当前测试的列表数据(为自动保存的情况, 不可导入 Zahner Analysis 软件中查看)。

4. 可在图中直接读取电流值及转折点, 实现分析。

## 6.3.14 Linear Sweep Voltammetry 线性扫描伏安法

### 1. 参数设置:

- (1) Scan rate [V/s]: 扫描速率。
- (2) Start Potential [V]: 扫描起始电位。
- (3) Start (absolute value or relative to OCP): 开始设置值为绝对值或者相对于开路电位为参考点设置的(常用 absolute value; 采用 Tafel 曲线时, 选择 relative to OCP)。
- (4) End Potential [V]: 扫描终止电位。
- (5) End (absolute value or relative to OCP): 开始设置值为绝对值或者相对于开路电位为参考点设置的。
- (6) Scan Interval [s]: 采点时间间隔。
- (7) Minimum current [A]: 最小电流范围设置, 一般为实际测试的相同数量级。
- (8) Maximum current [A]: 最大电流范围设置, 一般为实际测试的相同数量级。

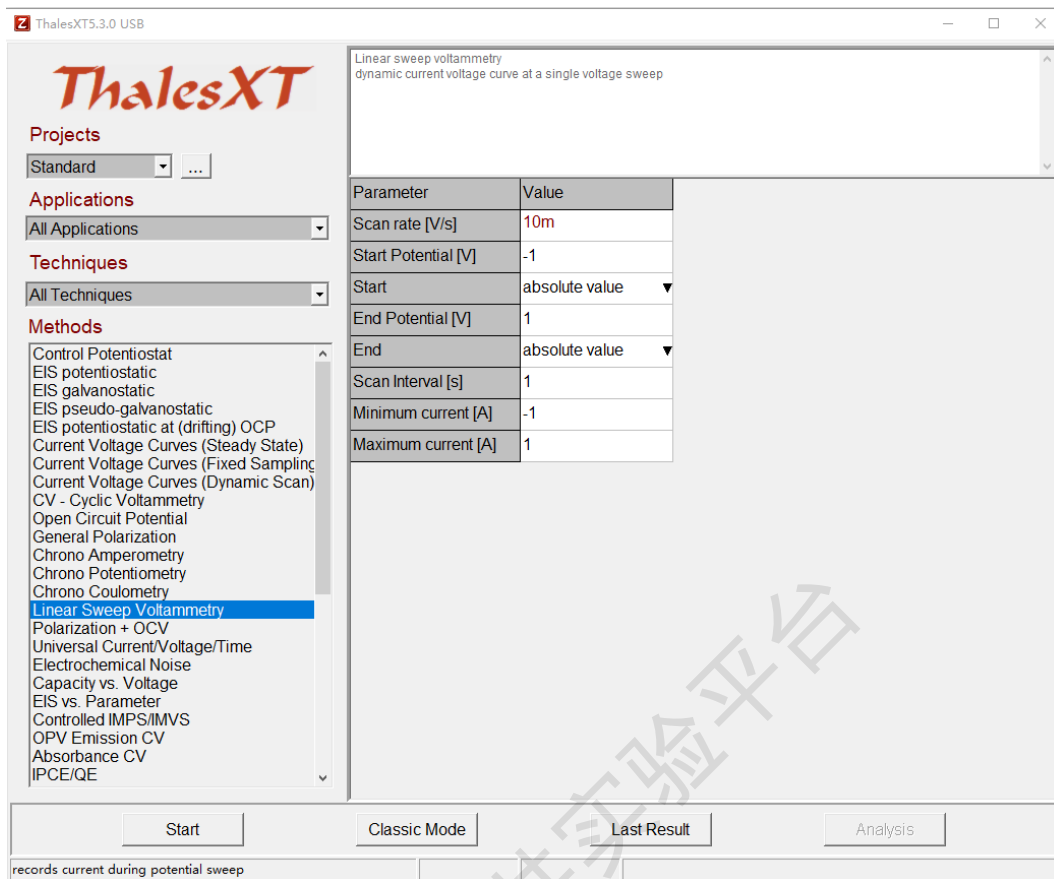


图 6-15

2. 点击 **Start**, 开始测试。测试过程中可以任意更改各个坐标轴的显示定义。
3. 数据保存:

测试完成后, 点击保存按钮或右击选择 **save measurement**, 选择相应的文件夹保存 \*.isw 数据。TXT 列表数据的输出: 点击 **Last Result** 按钮, 再点击 **export ASCII list—save list as textfile** 选择相应文件夹输出保存。除选定文件夹保存外, 在 C:\Thales\temp 中有以测试时间点为文件名的 txt 文件, 即为当前测试的列表数据(为自动保存的情况, 不可导入 Zahner Analysis 软件中查看)。

4. 分析: 一般输出数据做拐点的切线看电位区间, 或直接读取拐点、氧化峰或者还原峰等。

### 6.3.15 Polarization + OCV 单点位极化 + 开路电位记录

1. 参数设置:

(1) **Polarization Voltage [V]**: 静电位极化电压值, 根据实际需求设置。

(2) Polarization: 极化电位的参考点: absolute value: 相对于绝对值; relative to OCP: 相对于开路电压。

(3) Polarization time [s]: 极化加载的时间。

(4) Scan interval Polarization[s]: 采点间隔时间。

(5) Relaxation time [s]: 测试开路电压的时间。

(6) Scan interval Relaxation [s]: 开路电压采点间隔时间。

(7) Minimum current [A]: 最小电流范围, 根据实际情况设置到相同数量级。

(8) Maximum current [A]: 最大电流范围, 根据实际情况设置到相同数量级。

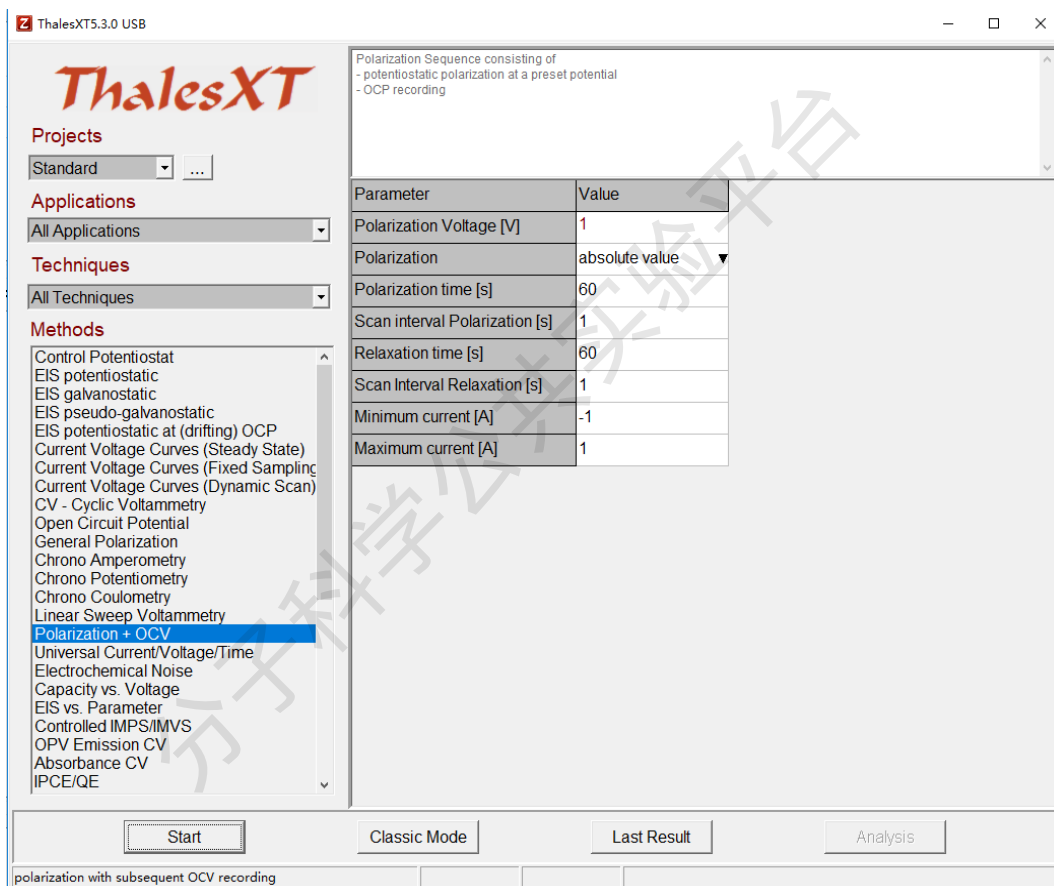


图 6-16

2. 点击 Start, 开始测试。曲线为: 电流 vs 时间图 + 电压 vs 时间图。

3. 数据保存:

测试完成后, 点击保存按钮或右击选择 save measurement, 选择相应的文件夹保存 \*.isw 数据。TXT 列表数据的输出: 点击 Last Result 按钮, 再点击 export ASCII list—save list as textfile 选择相应文件夹输出保存。除选定文件夹保存外, 在 C:\Thales\temp 中有



以测试时间点为文件名的 txt 文件, 即为当前测试的列表数据 (为自动保存的情况, 不可导入 Zahner Analysis 软件中查看)。

4. 分析: 叠加对比或者根据图中的电流电压变化判定结果。本测试方法适用于电沉积、电解加工等方向应用。

### 6.3.16 Zahner Mott Schottky (莫特-肖特基) 测试

莫特-肖特基曲线测试 (M-S 测试), 是在一个线性电位扫描过程中叠加一个固定频率的交流阻抗测试, 这个交流频率一般选择 5-20 kHz。莫特-肖特基曲线可以获得平带电位 (Flat-band Potential) 和载流子浓度  $N_d$ 。

1. 打开 Thales XT 软件, 在 Methods 下找到并选中 Capacity vs. Voltage 选项, 点击 Classic Mode, 即可打开测试设定界面。

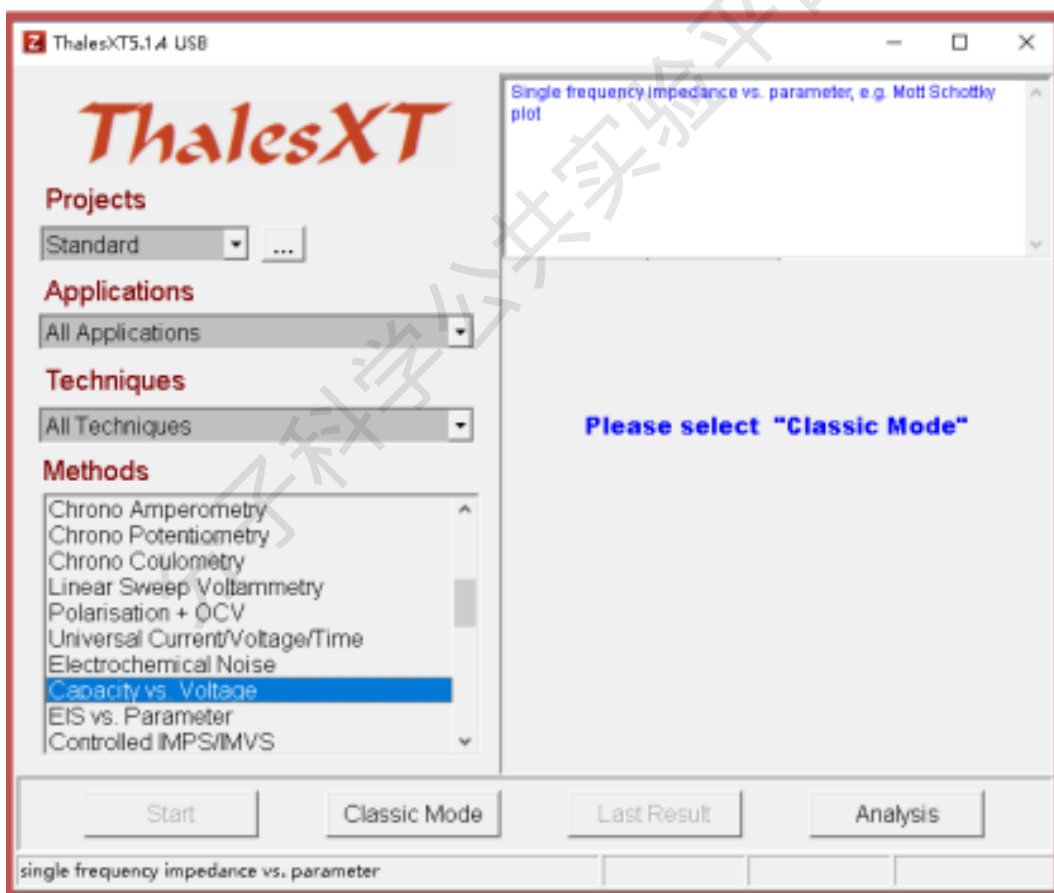


图 6-17

2. 进入设定界面后, 选中电位变量 (Potential), 点击线性扫描方式 (Linear Scan)。

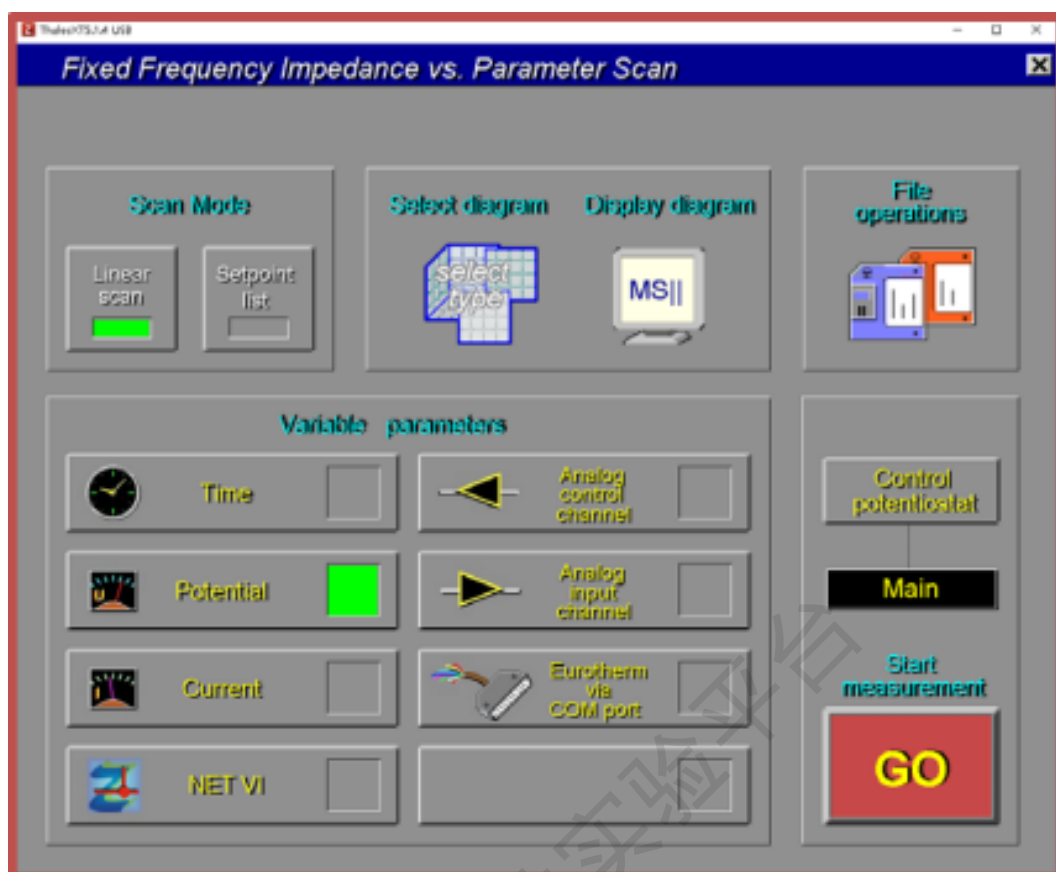


图 6-18

3. 在弹出的设置窗口中, 输入起始终止电位、步长、时间延迟 (例如, -1 V - 1 V 扫描范围, 步长为 10 mV, 每一步的稳定时间为 10 s)。

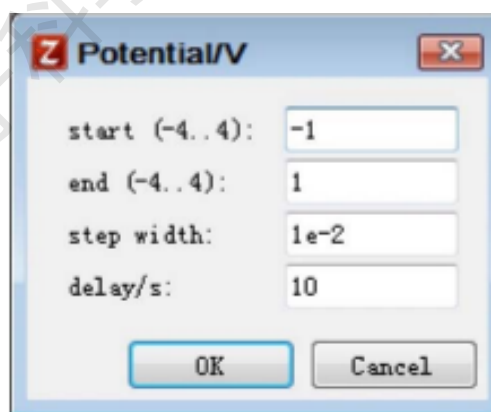


图 6-19

4. 点击 Control potentiostat, 设定频率和交流幅度 (例如: 5 KHz, 5 mV)。

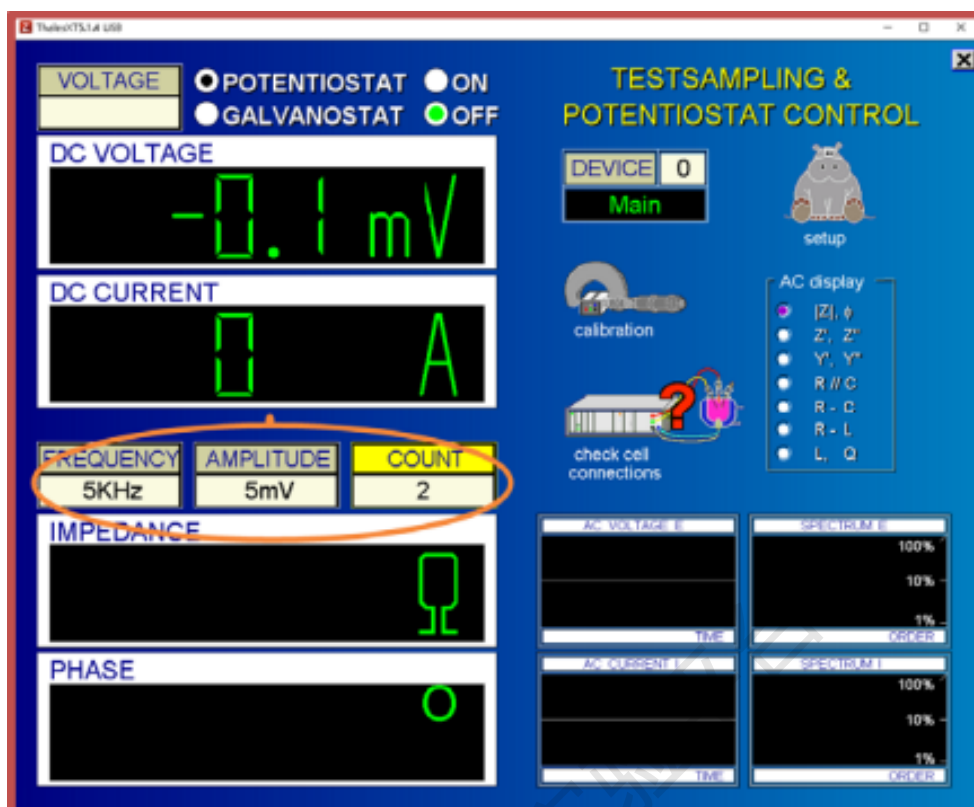


图 6-20

5. 返回设定界面, 并点击 GO, 进入测试界面并开始测试。

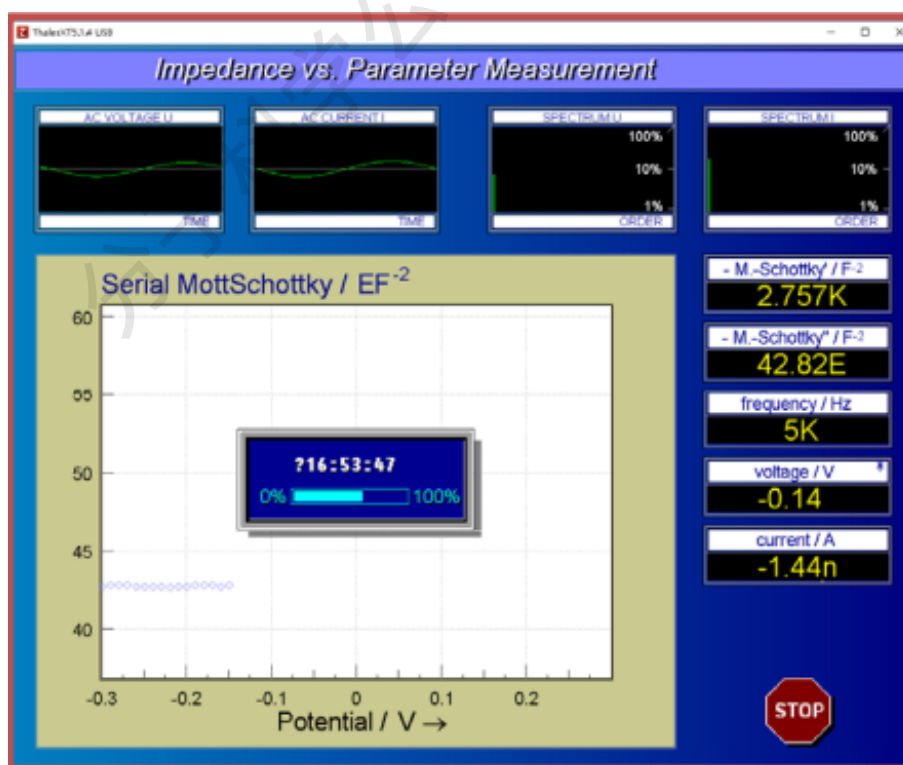


图 6-21

6. 测试后请保存实验结果, 并可以在该界面点击 Select Diagram 选择并联或串联 MS 显

示曲线。这里还有其他多种数据显示方法：如串联电容，串联电阻，并联电容，并联电阻，导纳，复介电常数（需要输入空气介质的电容值）等。

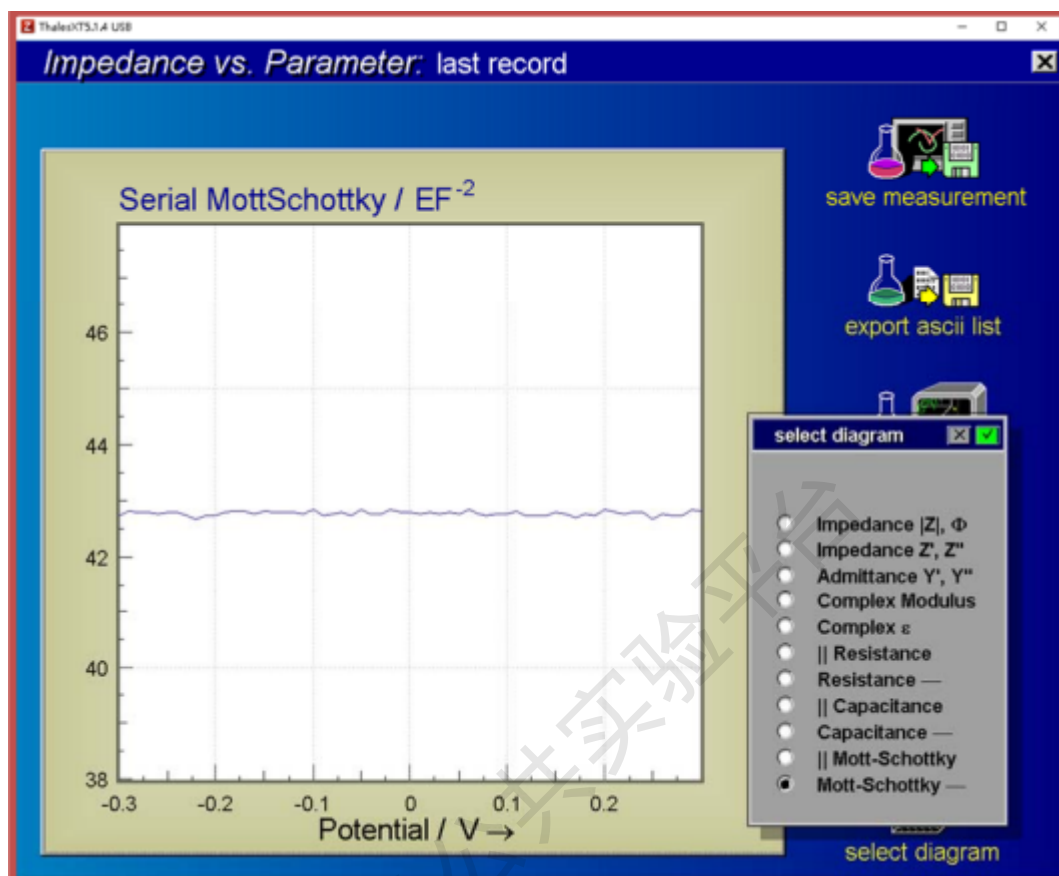


图 6-22

7. 实验完成后，保存的数据可通过 Zahner 分析软件打开。打开后可以有不同的显示方式：串联或并联 Mott-schottky，串联或并联电容/电阻，阻抗相位 等。并且可以选择不同数据的文本输出。

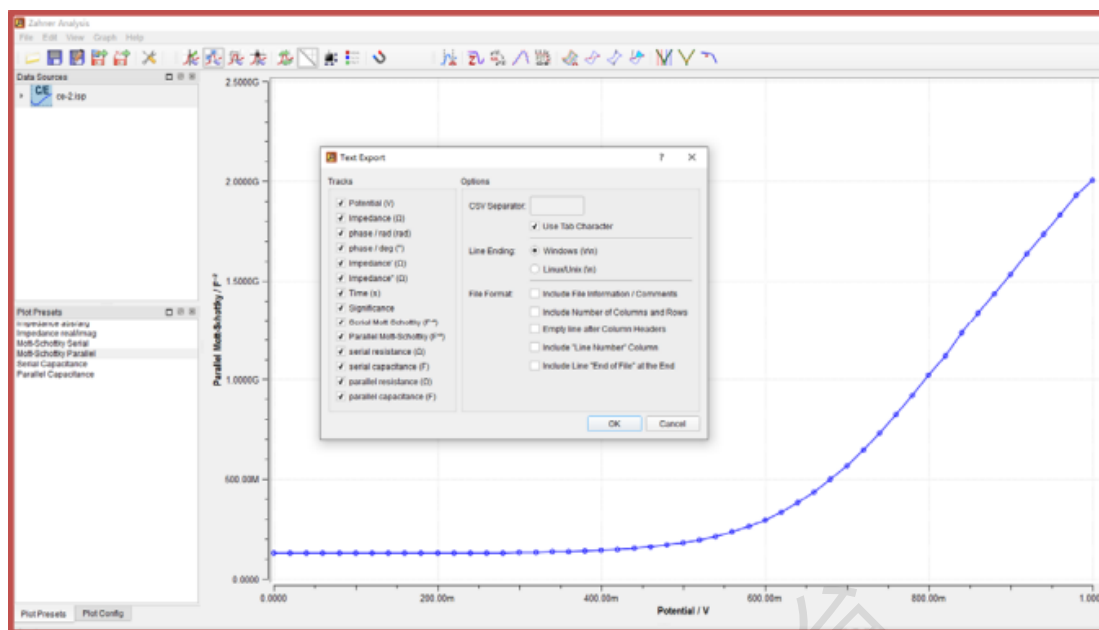


图 6-23

### 6.3.17 恒电位间歇滴定技术(Potentiostatic intermittent titration technique, PITT)

1. 点击 classic mode 进入参数设置界面, 设置参数。

(1) 点击 control potentiostat→Check Cell Connections→设置电极 2 或 3 电极连接, 完成后接上电池。

(2) start Phase: 开始状态, Charging 和 Discharging: 选择先充电滴定还是先放电滴定; 可根据电池的荷电状态选择。

(3) 依次点击数字显示框, 弹出参数设置界面。

1) maximum cell potential: 电池的极限最大电压 (电池的安全电压)

2) minimum cell potential: 电池的极限最小电压 (电池的安全电压)

3) upper reversing potential: 滴定的最高电压

4) lower reversing potential: 滴定的最低电压

5) potential step: 滴定电位的步长 $\Delta E$

6) CV charging time: 滴定电位保持时间  $t_{cv}$

7) OCP relaxation time: 滴定弛豫时间  $t_{ocp}$

8) sampling time: 采点时间间隔

(4) Emergency control: 应急控制, 如有 TempU 温度采集卡选件, 可设置温度控制参量, 若无 TempU 选件, 无需设置。

(5) assign Project: 分配项目, 即是保存路径及文件名的设置。点击保存路径, 弹出对

话框, select Project : 选择路径, root name: 设置保存文件的的名字, 后续数据会自动保存。

(6) recording temperature: 记录温度, 需配置 Temp U 温度采集卡, 可根据温度变化进行控制测试。如无 TempU 选件, 此处不选, 不影响测试。

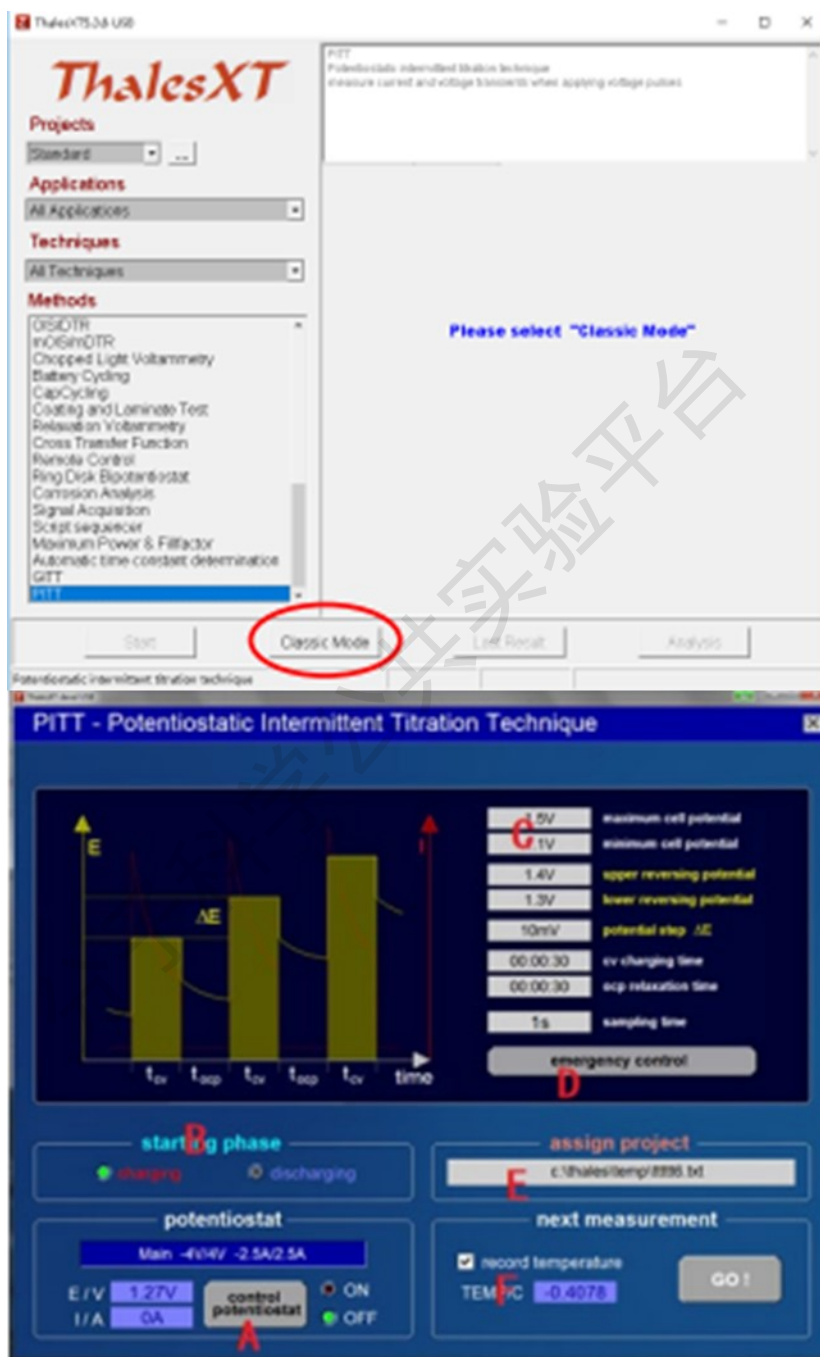


图 6-24

2. 开始测试, 完成所有的设置, 点击 Go,开始测试。测试结果图如下:

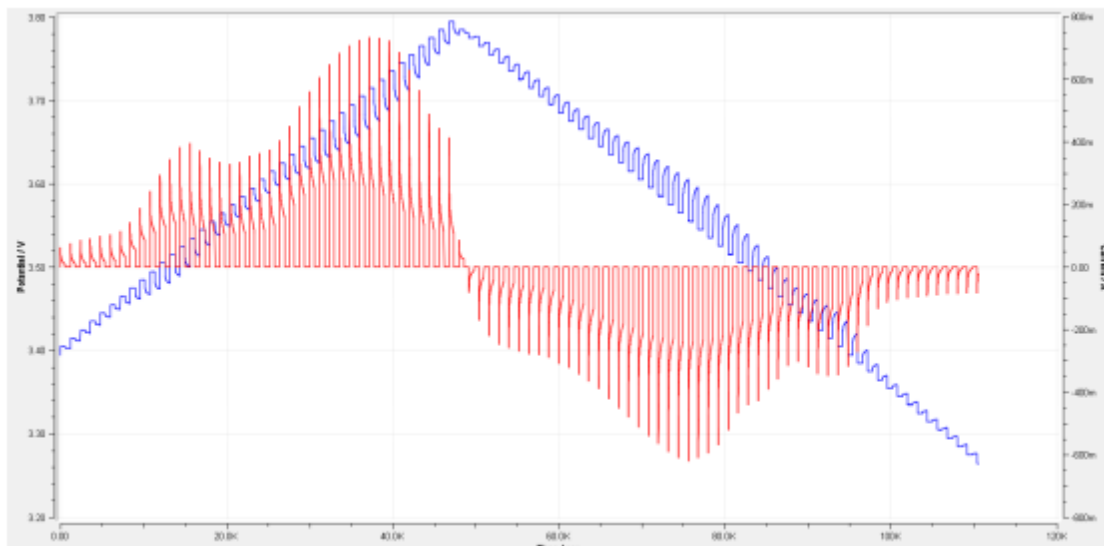


图 6-25

### 6.3.18 恒电流间歇滴定技术(Galvanostatic intermittent titration technique, GITT)

1. 点击 classic mode 进入参数设置界面, 设置参数。

- (1) 点击 control potentiostat→Check Cell Connections→设置电极为 2 或 3 电极连接, 完成后接上电池。
- (2) start Phase: 开始状态, Charging 和 Discharging: 选择先充电滴定还是先放电滴定; 可根据电池的荷电状态选择。
- (3) 依次点击数字显示框, 弹出参数设置界面。
  - 1) maximum cell potential: 电池的极限最大电压 (电池的安全电压)
  - 2) minimum cell potential: 电池的极限最小电压 (电池的安全电压)
  - 3) upper reversing potential: 滴定的最高电压
  - 4) lower reversing potential: 滴定的最低电压
  - 5) charge current: 滴定电流的大小 ICC
  - 6) CC charging time: 滴定电流保持时间 tcc
  - 7) OCP relaxation time: 滴定弛豫时间 tocp
  - 8) sampling time: 采点时间间隔
- (4) Emergency control: 应急控制, 如有 TempU 温度采集卡选件, 可设置温度控制参量, 若无 TempU 选件, 无需设置。
- (5) assign Project: 分配项目, 即是保存路径及文件名的设置。点击保存路径, 弹出对话框, select Project : 选择路径, root name: 设置保存文件的名称, 后续数据

会自动保存。

- (6) recording temperature : 记录温度, 配置温度分析板卡可根据温度变化进行控制测试。如无 Temp U 选件, 此处不选, 不影响测试。

2. 开始测试 完成所有的设置, 点击 Go, 开始测试。测试图如下:

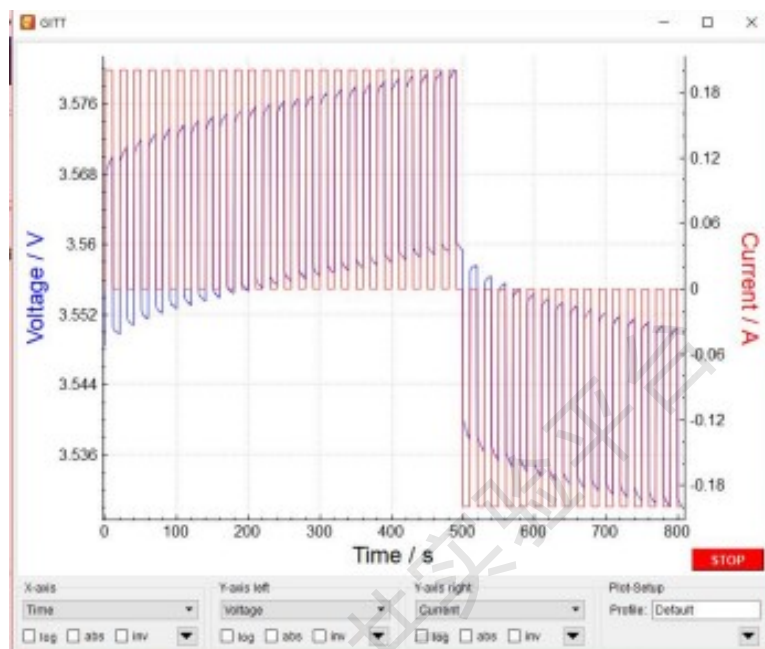


图 6-26

### 6.3.19 电容器/电池充放电循环

1. 在 ThalesXT 主界面, Methods 下面的列表中, 选择并单击 Battery cycling 点击 Classic Mode 进入经典界面, 开始设置参数。
2. 开始先充电, 循环圈数: 100, 取样间隔: 10s。

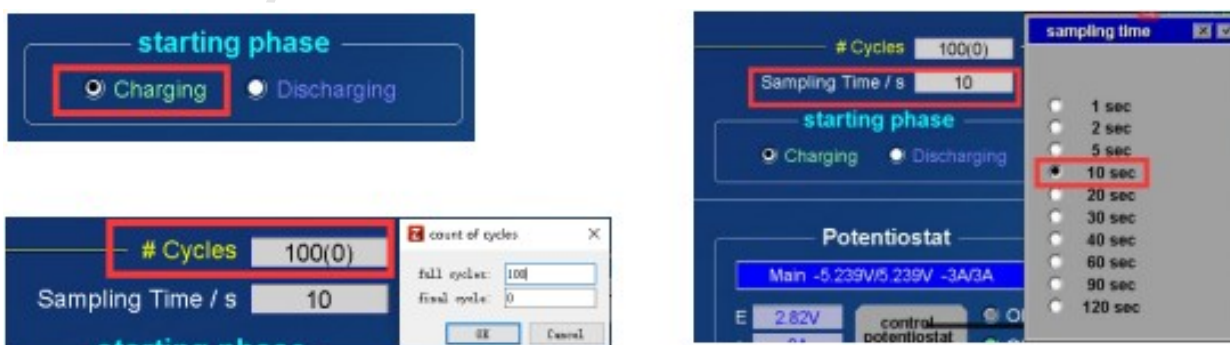


图 6-27

3. 充电选择 Constant Current, 设置充电电流 1 A, 充电电压上限 4 V。



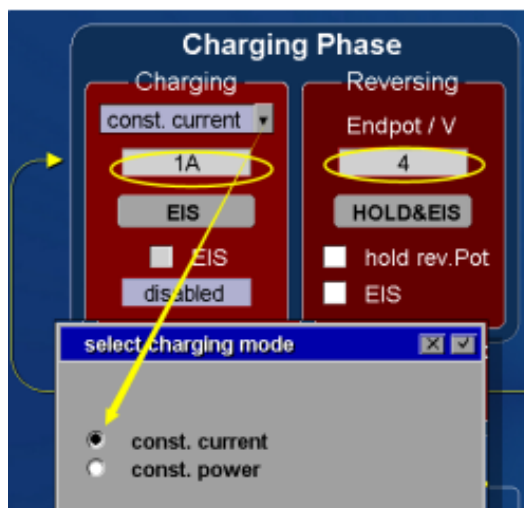


图 6-28

4. 然后恒电位充电直到电流下降到 50 mA：单击 Charging Phase 下面的按钮

**HOLD&EIS**。

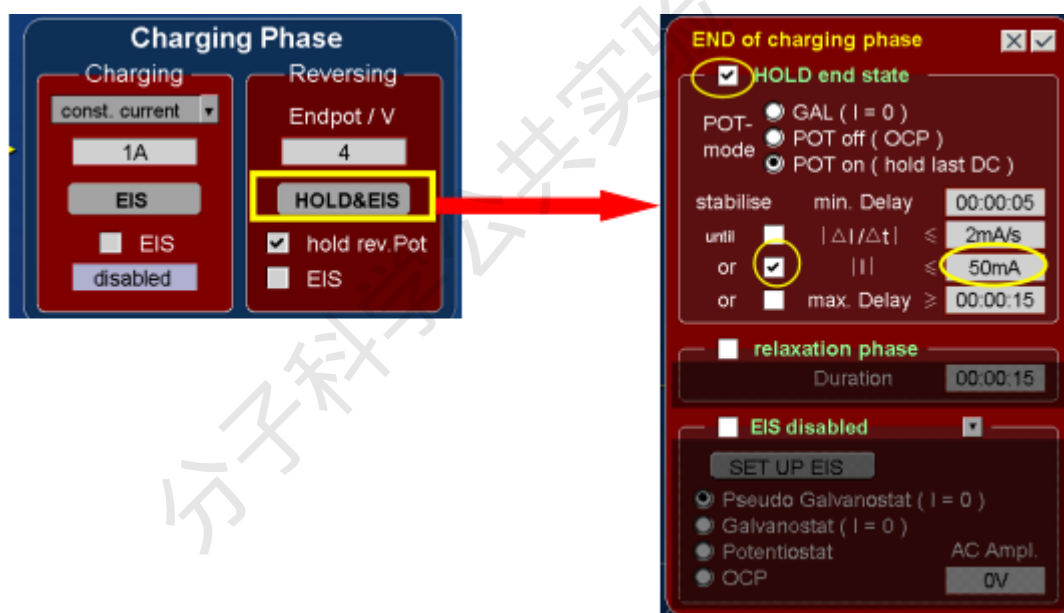


图 6-29

5. 放电选择 Constant Current，设置充电电流- 1 A，充电电压下限 3.5 V。

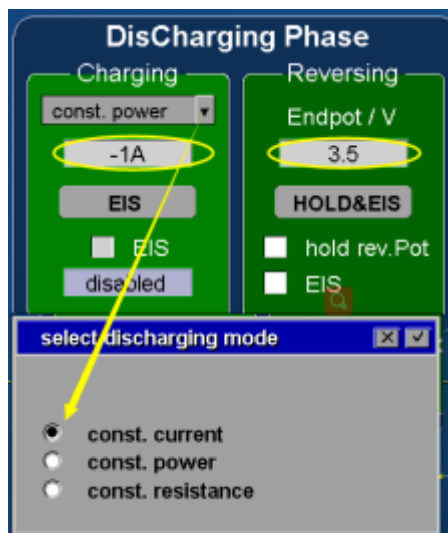


图 6-30

6. 单击 DisCharging Phase 下面的按钮, 如右图设置。

恒电位放电, 直到电流下降到 50mA

充电后 EIS 前的静置时间: 30s

每个 10 圈充放电周期测一次 EIS

EIS 参数设置:  
频率范围: 100mHz-100kHz

AC 幅度 5mv

图 6-31

7. 选择文件保存路径和文件保存名称: 单击 Assign Project 下面的文件名称按钮。



图 6-32

8. 点击 GO，实验开始。

#### 6.4. IMPS/IMVS 光电化学测试系统操作流程

1. 连接电路：确认 Zennium Pro 电化学工作站，PP212 大电流外置恒电位仪，LED 白光光源（2305LSW-2）连接好，**Probe E/I 不能接反**。
2. 开机预热：打开 Zennium Pro 电化学工作站、PP212 大电流外置恒电位仪，**预热 30 分钟**。



图 6-33

3. 连接待测样：一端连 Zennium Pro 电化学工作站，另一端连接待测样品，将待测面对准 LED 白光光源，与白光探测器（补偿光强）有一定距离，确保光斑汇聚在样品上，盖上黑布避光测试。
- ① **四电极接法**：红色对电极（CE），绿色参比电极（RE），黑色工作电极（WE power），蓝色工作电极（WE sense），一端按颜色分别插在电化学工作站，另一端分别夹住样品。三电极体系含两个回路：一个回路由工作电极（WE sense）和参比电极组成，用来测试工作电极的电化学反应过程，另一个回路由工作电极（WE power）和辅助

电极组成,起传输电子形成回路的作用。

- ② **三电极接法:** 两工作电极合并一线,与红色对电极(CE),绿色参比电极(RE)构成三电极体系。
- ③ **两电极接法:** 两工作电极合并一线作正极,红色对电极(CE)和绿色参比电极(RE)合并一线作负极。

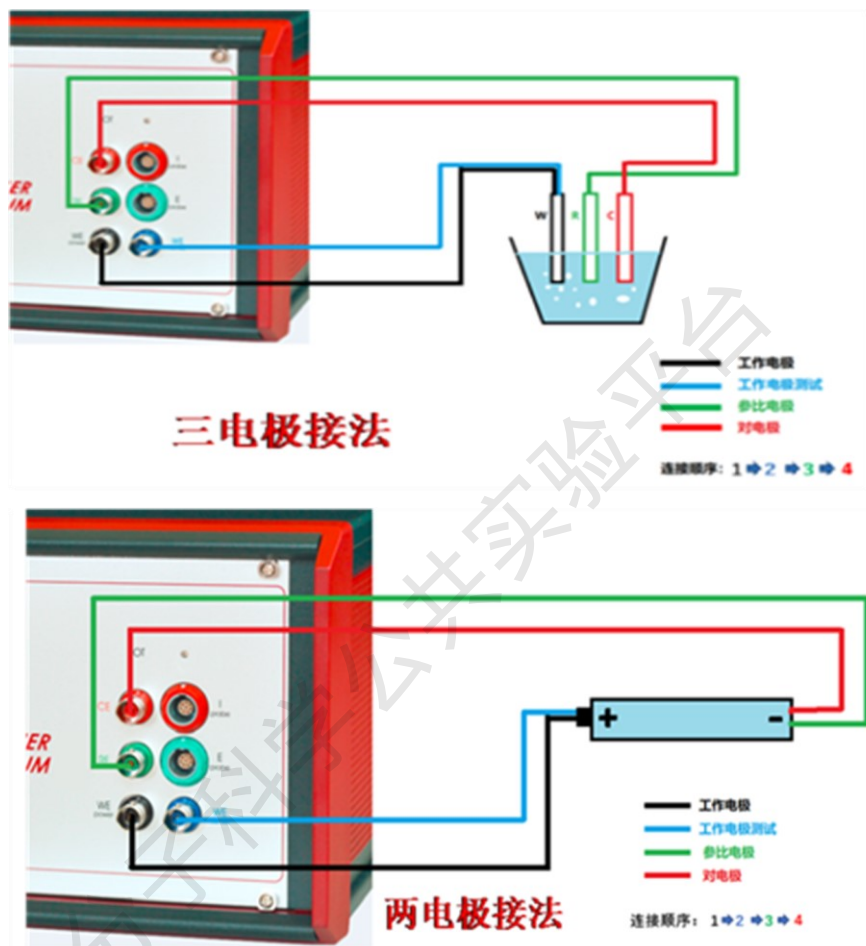


图 6-34

4. 打开软件: 打开 Thales XT 软件 , 确认已经预热 30 分钟, 点击 Proceed to start Thales (图 6-35)。
5. 找测试方法: 在 Applications 选 Photo Electrochemistry, 在 Techniques 选 All Techniques, 在 Methods 选 Controlled IMPS/IMVS。点击 Classic Mode 进入测试界面, 有几秒初始化时间。

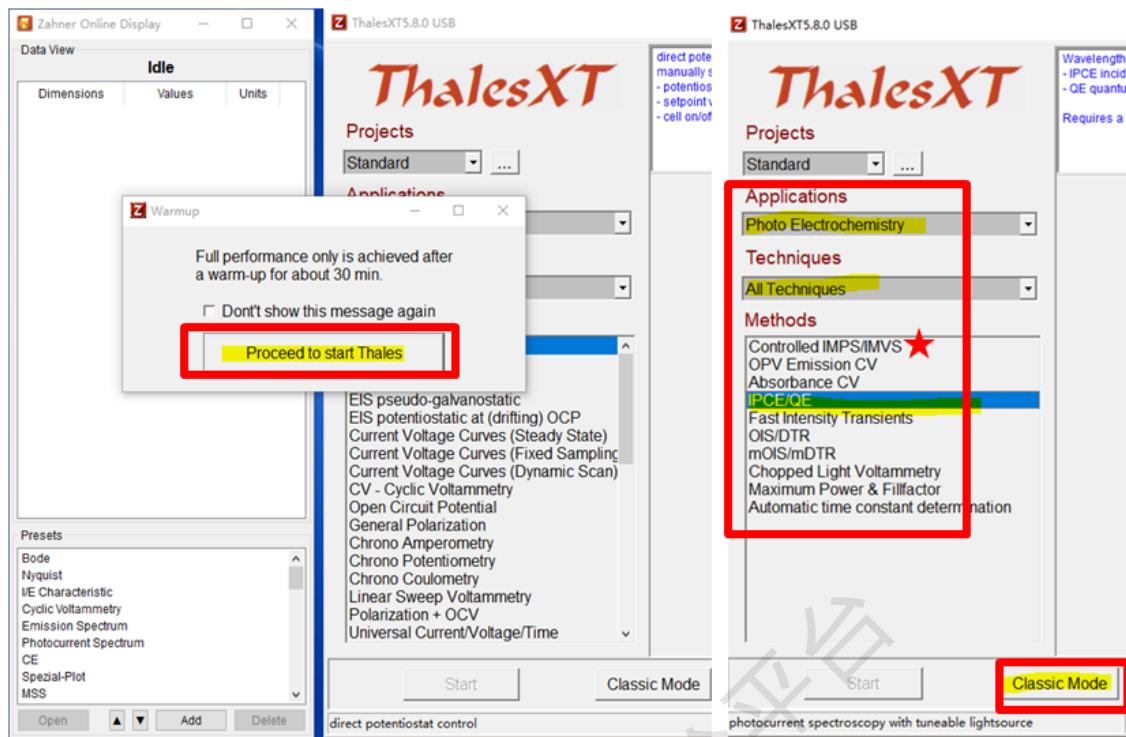


图 6-35

6. 确认光源：在左上角显示在光源控制器上所安装的 LED 光源型号（2305LSW-2），根据测试需要选取适合的激发波长的光源，在测试前就插好，LED 光源和 IPCE 光源有已经导入的标定数据，ABS 光源需要导入标定数据。

Controlled IMPS/IMVS 界面有：静态光电流测试，静态光电压测试，动态调制光流测试，动态调制光电压测试，填充因子测试，弛豫测试，电荷提取测试。

#### 6.4.1 静态光电流测试，静态光电压测试

##### 1. 静态光电流测试：

- (1) **Cell Control**：选 potentiostat（恒电位仪），根据材料设置 VOLTAGE（直流偏压），点击 ON，显示 DC VOLTAGE 为设置值，DC CURRENT 为暗电流值。
- (2) **Transfer Function**：选 photocurrent，光电流测试模式。
- (3) 点击 Start Static TF：会提示设置光源参数：开始光强值，结束光强值，每次增加光强值，每次等待时间，设置完后打勾开始测试。测试结束后光源会自动关闭。  
**注：设置的光强值不能超过最大光强值。**
- (3) 测试数据显示光电流随光强的响应关系，点击 Save Data 保存数据。保存数据路径不能出现中文。
- (4) **Cell Control**：测试结束后关闭偏压，点击 Cell Control，VOLTAGE 设为 0，点击 OFF。



图 6-36

## 2. 静态光电压测试：

- (1) **Cell Control**：选 potentiostat（电位仪），确定是 OFF 状态即可，无需设置。
- (2) **Transfer Function**：选 photocurrent，光电压测试模式。
- (3) 点击 **Start Static TF**：会提示设置光源参数：开始光强值，结束光强值，每次增加光强值，每次等待时间，设置完后打勾开始测试。测试结束后光源会自动关闭。  
**注：设置的光强值不能超过最大光强值。**
- (4) 测试数据显示开路电压随光强的响应关系，点击 **Save Data** 保存数据。保存数据路径不能出现中文。
- (5) 关闭软件（若有光源控制器需先关闭），关闭 Zennium Pro 电化学工作站，PP212 大电流外置恒电位仪，拆除测试样品，盖上防尘布。

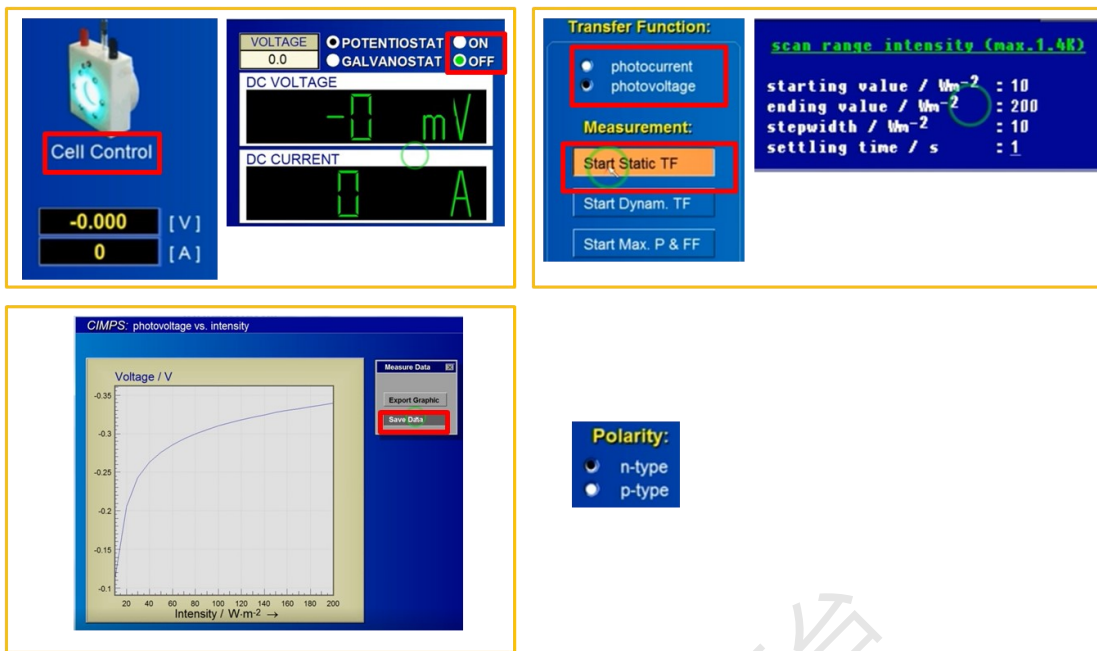


图 6-38

### 6.4.2 动态调制光流测试, 动态调制光电压测试

1. 动态调制光流测试 (IMPS): 对光源不同频率的调制, 测试光电流的响应信号, 获得特征频率, 通过计算得扩散时间。测试完成后再改变光强, 可获得一系列光强下的载流子扩散数据。

(1) Actual Average Intensity: 输入光强值 (如 100 W), Switch on lightsource 点击 Yes。

注: 设置光强不可超过或接近光强最大值。

(2) Source Control: 施加调制信号, AMPLITUDE (交流电压) 设置施加偏压是 DC VOLTAGE (直流电压) 的 1/10, 即为交流电压的光源。

(3) Cell Control: 选 potentiostat (电位仪), 根据材料设置直流偏压和交流偏压, 点击 on。

(4) Sweep & EIS setup: 设置频率范围, 频率范围是根据样品决定的。

注: 底下有频率尺, 显示最低和最高频率, 注意起始频率要等于最高频率。



图 6-38

(5) Transfer Function: 选 photocurrent, 光电压测试模式。

(6) 点击 Start Dynam. TF, 再点击 Start CIMPS, 开始测试。

AC INTENSITY P: 交流光的信号; AC CURRENT I: 光电流的响应信号;

SPECTRUM P: 施加交流光的信号强度; SPECTRUM I: 响应的光电流信号强度。

(7) 测试结束后找最低点对应的频率, 再通过公式计算出对应 (100W) 光强下的扩散时间值, 可以对数据进行平滑, 找最低点对应的频率数据。

(8) save measurement: 点击 save measurement & setting 保存数据。

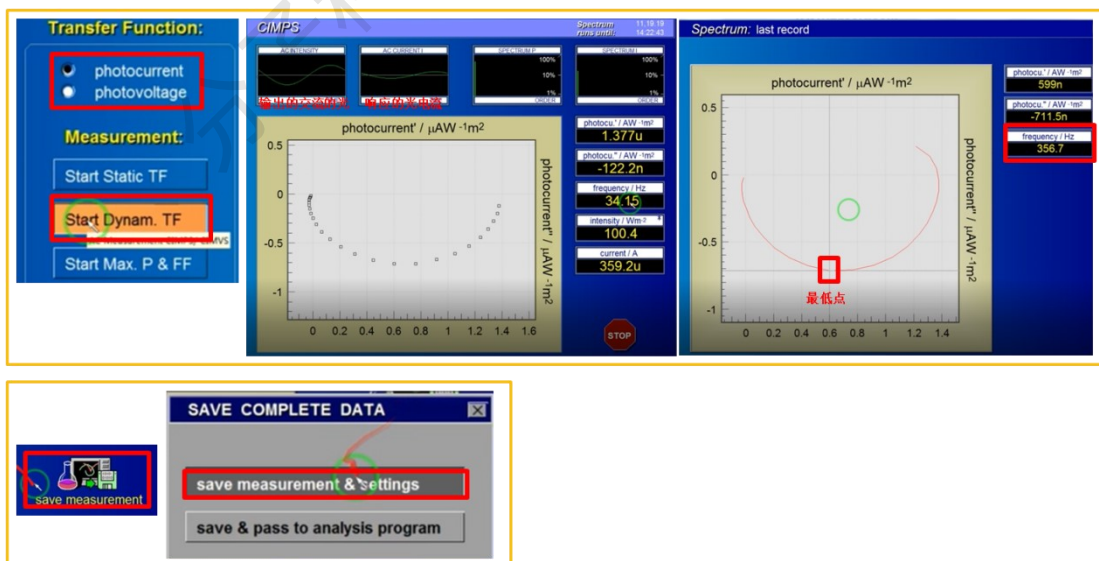


图 6-39



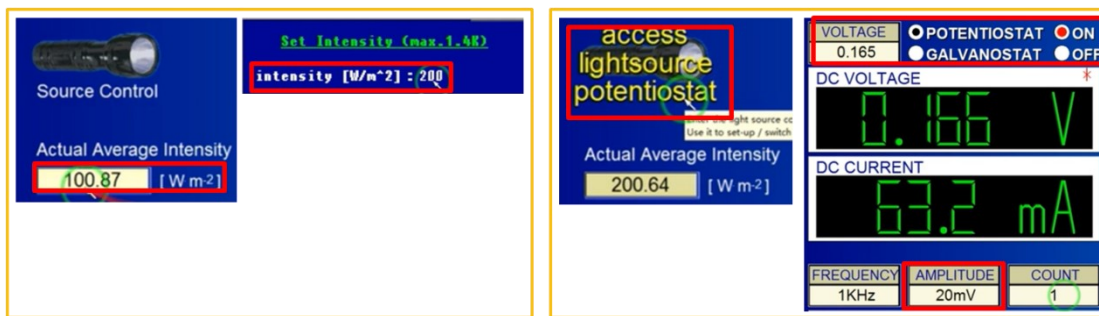


图 6-40

- (9) Actual Average Intensity: 改变光强值, 测试不同光强下的数据。
- (10) Source Control: 对应的改变调制信号, 但还是 AMPLITUDE (交流电压) 设置施加偏压是 DC VOLTAGE (直流电压) 的 1/10。
- (11) Cell Control 施加相同的偏压, Sweep & EIS setup 频率范围保持不变。
- (12) Transfer Function: 选 photocurrent, 点击 Start Dynam. TF, 再点击 Start CIMPS, 开始测试, 测试结束后找最低点对应的频率, 在通过公式计算出对应 (200 W) 光强下的扩散时间值, 可以对数据进行平滑, 再找最低点对应的频率数据。光越强, 加快载流子传输, 相应的的频率也增加。
- (13) save measurement: 点击 save measurement & setting 保存数据。保存数据路径不能出现中文。
- (14) 依次类推, 设置不同光强以及对应的施加偏压的调制, 其他不变。
- (15) 测试结束后, 点击 Actual Average Intensity, 输入 0, 关闭光源, 在 Cell Control 点击 OFF, 关闭施加的偏压。

## 2. 动态调制光电压测试 (IMVS): 调制的光信号和开路电压的关系。

- (1) Actual Average Intensity: 输入光强值 (100 W), Switch on lightsource 点击 Yes。注: 设置光强不可超过或接近光强最大值。
- (2) Source Control: 施加调制信号, AMPLITUDE (交流电压) 设置施加偏压是 DC VOLTAGE (直流电压) 的 1/10, 即为交流电压的光源。
- (3) Cell Control: 选 potentiostat (电位仪), 确定是 off 状态即可, 无需设置。
- (4) Sweep & EIS setup: 设置频率范围, 频率范围保持不变。



图 6-41

(5) Transfer Function: 选 photocurrent, 光电流测试模式。

(6) 点击 Start Dynam. TF, 再点击 Start CIMPS, 开始测试。

AC INTENSITY P: 交流光的信号; AC CURRENT I: 光电流的响应信号;

SPECTRUM P: 施加交流光的信号强度; SPECTRUM I: 响应的光电流信号强度。

(7) 测试结束后找最低点对应的频率, 再通过公式计算出对应 (100 W) 光强下的扩散时间值, 可以对数据进行平滑, 找最低点对应的频率数据。

(8) save measurement: 点击 save measurement & setting 保存数据。保存数据路径不能出现中文。

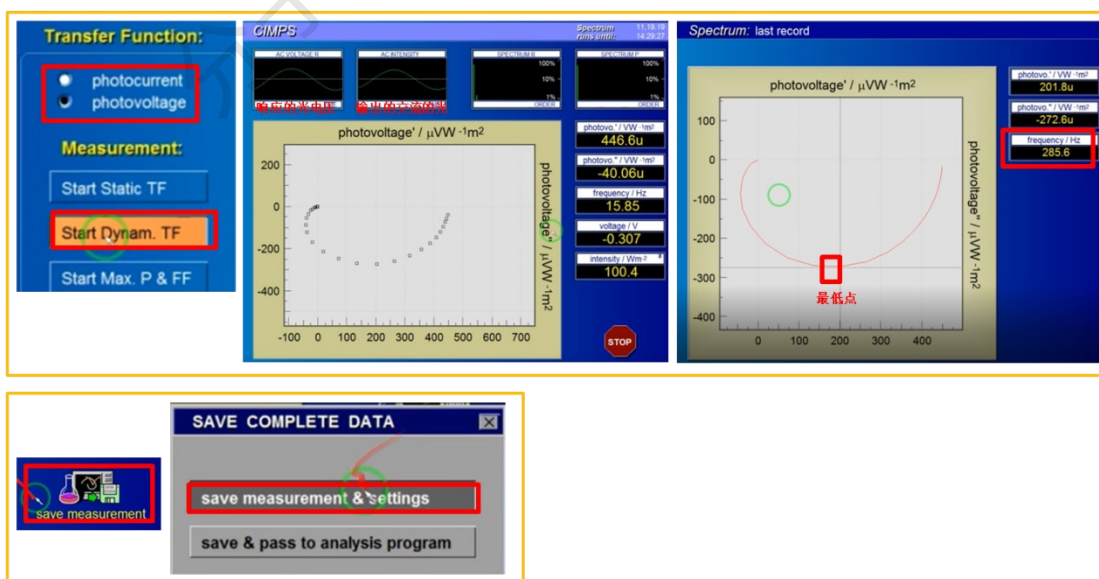


图 6-42

(9) Actual Average Intensity: 改变光强值, 测试不同光强下的数据。

- (10) **Source Control:** 对应的改变调制信号, 但还是 AMPLITUDE (交流电压) 设置施加偏压是 DC VOLTAGE (直流电压) 的 1/10。
- (11) **Cell Control** 施加相同的偏压, Sweep & EIS setup 频率范围保持不变。
- (12) **Transfer Function:** 选 photocurrent, 点击 Start Dynam. TF, 再点击 Start CIMPS, 开始测试, 测试结束后找最低点对应的频率, 再通过公式计算出对应 (200 W) 光强下的扩散时间值, 可以对数据进行平滑, 找最低点对应的频率数据。调制的光电信号对开路电压的响应。
- (13) **save measurement:** 点击 save measurement & setting 保存数据。
- (14) 依次类推, 设置不同光强以及对应的施加偏压的调制, 其他不变。
- (15) 测试结束后, 点击 Actual Average Intensity, 输入 0, 关闭光源。
- (16) **IMPS 与 IPVS 数据再通过公式计算得电子收集效率。**
- (17) 关闭软件 (若有光源控制器需先关闭), 关闭 Zennium Pro 电化学工作站, PP212 大电流外置恒电位仪, 拆除测试样品, 盖上防尘布。

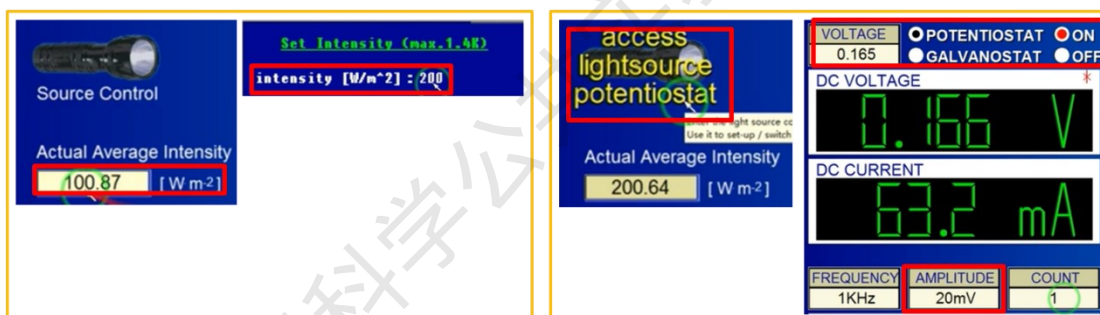


图 6-43

### 6.4.3 填充因子测试

- (1) **Cell Control:** 需要施加直流光, 因此确定交流的电压已关闭
- (2) **Actual Average Intensity:** 输入光强值, Switch on lightsource 点击 Yes。

**注:** 设置光强不可超过或接近光强最大值。

- (3) **Measurement:** 点击 Start Max. P & FF 测试填充因 (从开路电压扫到 0V 的 I-V 曲线), 会弹出扫描控制数据框: 扫描速度, 电压分辨率 (多少毫伏采一个点), 电压是否扩展, 是否需要回扫 (单扫设 1 圈, 回扫设 2 圈), 电流量程。
- (4) **save data:** 扫描结束后数据图上显示数据值, 点击 save data 保存数据。保存数据路径不能出现中文。
- (5) **Actual Average Intensity:** 输入 0, 关闭光源。
- (6) 关闭软件 (若有光源控制器需先关闭), 关闭 Zennium Pro 电化学工作站, PP212

大电流外置恒电位仪, 拆除测试样品, 盖上防尘布。

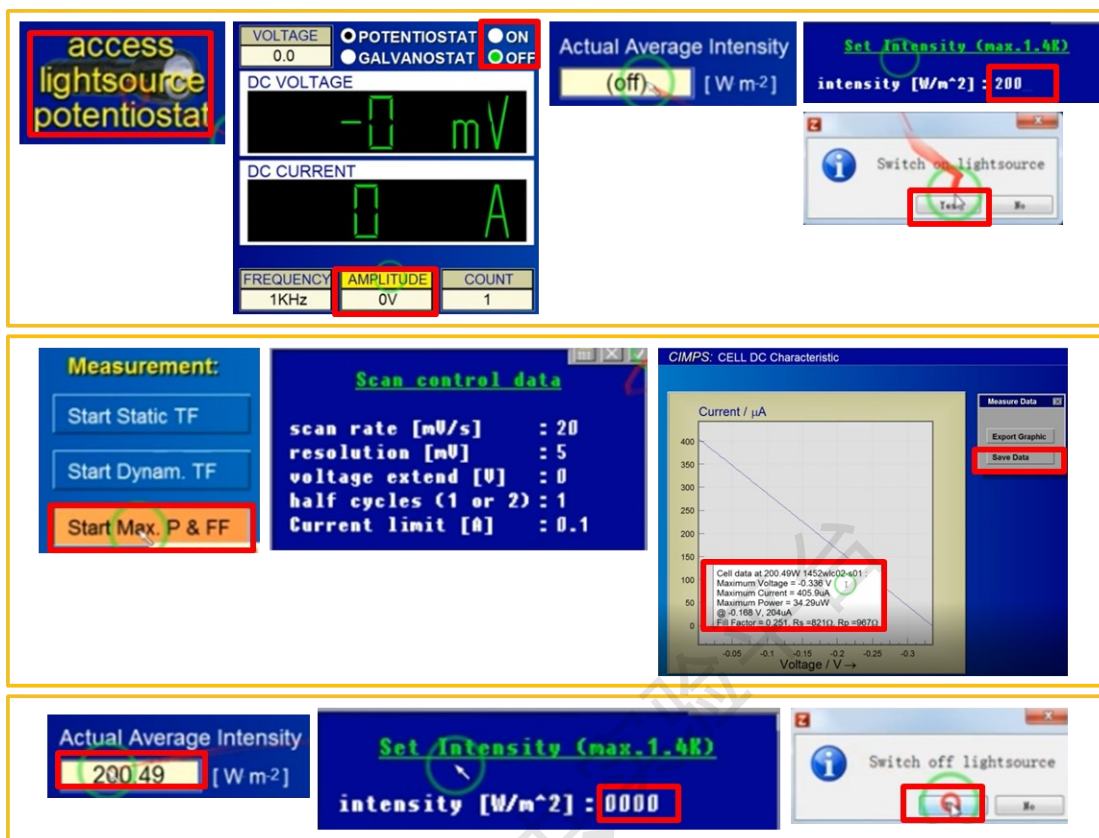


图 6-44

### 6.4.4 弛豫测试

弛豫测试: 比斩光法(开关光时间是相同的)对光源的控制更加灵活。

- (1) Time Domain Measurement: 点击 Setup Time Domain
- (2) Phase 1 polarisation (光电流测试):

Ep: 可加偏压, 选 rel 意思是添加的偏压是相对开路电压而言, 不选 rel 意思是添加的偏压是相对参比电极电压而言; Δt1: 采样点时间间隔; Time: 总共记录时间。

Phase 2 OCP scan (开路电压的扫描): Δt2: 采样点时间间隔; Time: 总共记录时间, 最后停止光照的时间。

- (3) Transients active intensity function: 在光电流记录过程中可以对光源开关的控制, 以及光源的强度和时间灵活控制, 这里是时间点。

注: 点击设置光强随时间的变化, 先在 TXT 设置好再复制进去, 这里的光强不能超过光源校准数据允许的最大数据。

- (4) 选 Phase 2 OCP scan 和 Transients active intensity function 一起工作, 即可测光电压衰减曲线。

- (5) Start Time Domain: 开始测试, 开光闭光时间选择原则是对应测试曲线与横坐标平行说明时间合适, 还有上升和下降趋势需要设置更长的测试时间。
- (6) Actual Average Intensity: 输入 0, 即关闭光源。
- (7) Show Time Domain: 保存数据, 选 export ascii list, 再选 save list as textfile 或 save list as CSV-file 导出 txt 或 CSV 数据。保存数据路径不能出现中文。
- (8) 关闭软件 (若有光源控制器需先关闭), 关闭 Zennium Pro 电化学工作站, PP212 大电流外置恒电位仪, 拆除测试样品, 盖上防尘布。



图 6-45

### 6.4.4 电荷提取测试

电荷提取: 通过调节关光时间研究内部电子与空穴复合机理。

- (1) Setup Q-extraction: 设置光强, 初始电荷提取电流, 光照时间, 光关时间 (若为 0, 即光照结束直接提取电荷), 提取电荷时间, 取样速度 (多长时间采一个点)。
- (2) Start Q-extraction: 开始测试, 数据线水平说明提取完全。

- (3) Save Data: 保存数据。保存数据路径不能出现中文。
- (4) Setup Q-extraction: 增加光关时间。
- (5) Start Q-extraction: 开始测试, 数据显示增加光关时间, 提取的电荷数减少。
- (6) Save Data: 保存数据。保存数据路径不能出现中文。
- (7) 关闭软件(若有光源控制器需先关闭), 关闭 Zennium Pro 电化学工作站, PP212 大电流外置恒电位仪, 拆除测试样品, 盖上防尘布。

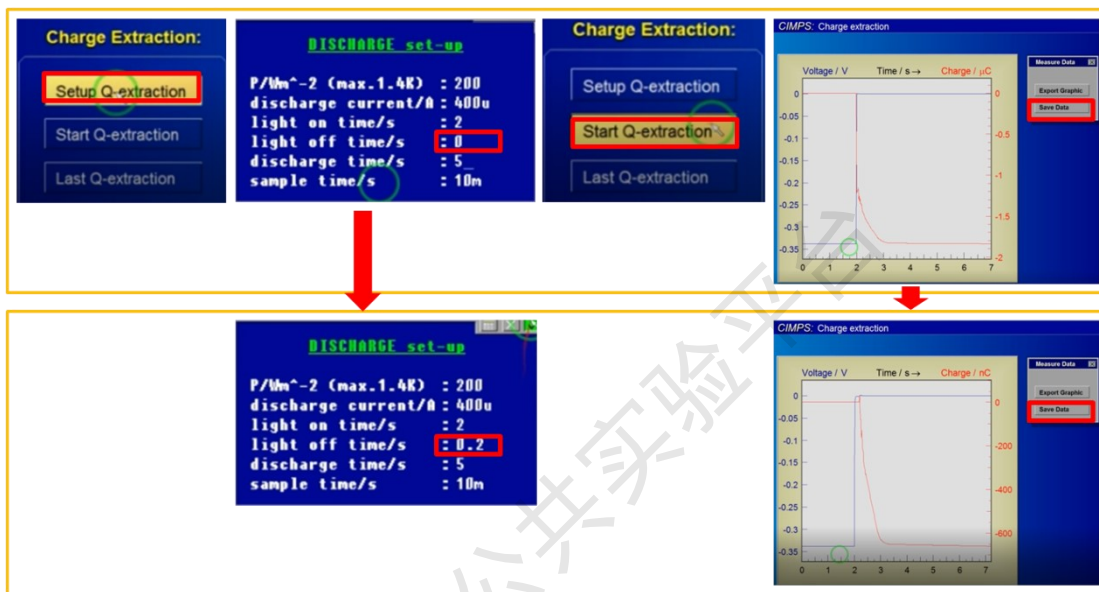


图 6-46

注: **log**: 是否对当前轴的数据显示取对数; **abs**: 是否对当前轴的数据显示取绝对值; **inv**: 是否对当前坐标轴的数据显示取反(乘以-1)。

### 6.5 TPV、TPC 光电化学快速瞬态测试操作流程

1. 连接电路: 确认 Zennium Pro 电化学工作站, PP212 大电流外置恒电位仪, LED 白光光源(2305LSW-2)连接好, **Probe E/I 不能接反**。
2. 开机预热: 打开 Zennium Pro 电化学工作站、PP212 大电流外置恒电位仪, **预热 30 分钟**。



图 6-47

3. 连接待测样：一端连 Zennium Pro 电化学工作站，另一端连接待测样品，将待测面对准 LED 白光光源，与白光探测器（补偿光强）有一定距离，确保光斑汇聚在样品上，盖上黑布避光测试。
- ① **四电极接法**：红色对电极（CE），绿色参比电极（RE），黑色工作电极（WE power），蓝色工作电极（WE sense），一端按颜色分别插在电化学工作站，另一端分别夹住样品。三电极体系含两个回路：一个回路由工作电极（WE sense）和参比电极组成，用来测试工作电极的电化学反应过程，另一个回路由工作电极（WE power）和辅助电极组成，起传输电子形成回路的作用。
  - ② **三电极接法**：两工作电极合并一线，与红色对电极（CE），绿色参比电极（RE）构成三电极体系。
  - ③ **两电极接法**：两工作电极合并一线作正极，红色对电极（CE）和绿色参比电极（RE）合并一线作负极。

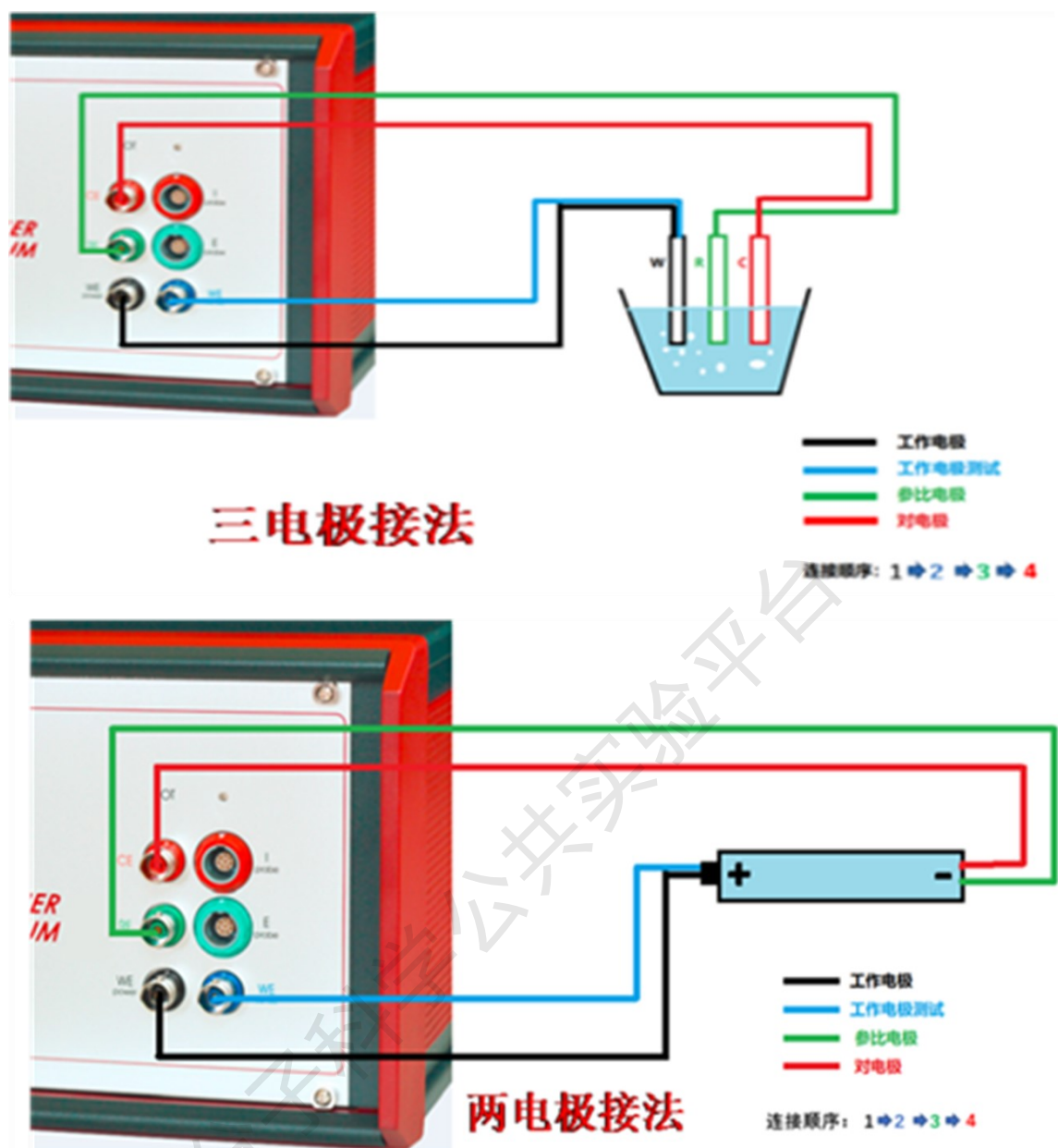


图 6-48

4. 打开测试软件: 打开 Thales XT 软件  , 确认已经预热 30 分钟, 点击 Proceed to start Thales。
5. 找测试方法: 在 Applications 选 Photo Electrochemistry, 在 Techniques 选 All Techniques, 在 Methods 选 Fast Intensity Transients。点击 Classic Mode 进入测试界面, 有几秒初始化时间。



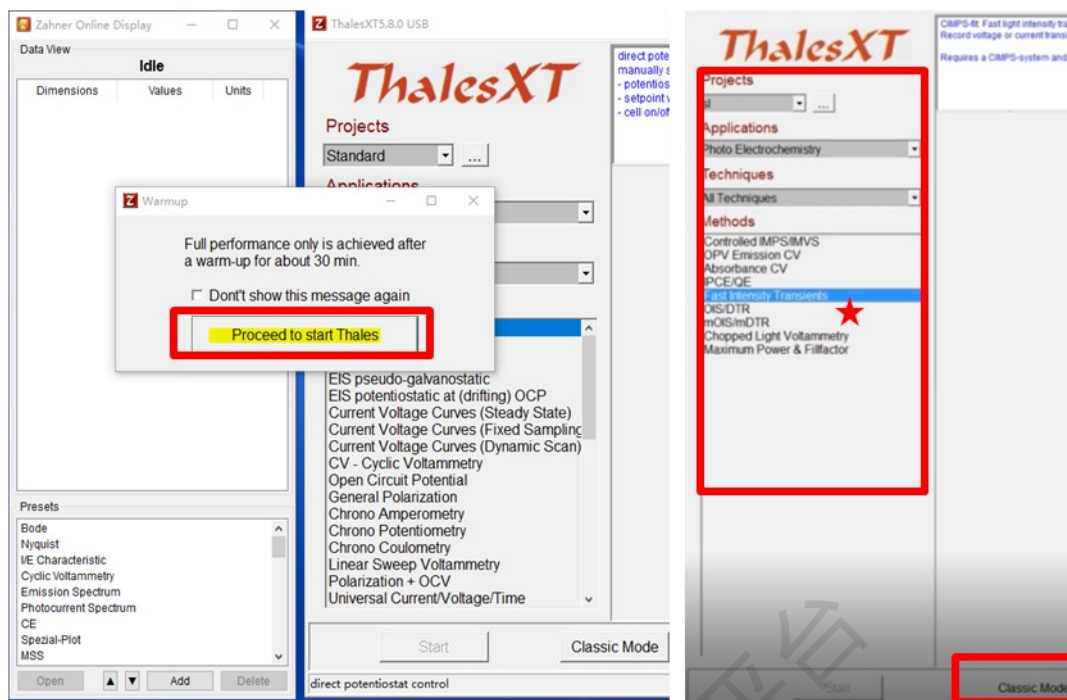


图 6-49

6. 确认光源：在左上角显示在光源控制器上所安装的 LED 光源型号（2305LSW-2），根据测试需要选取适合激发的波长的光源，在测试前就插好，LED 光源和 IPCE 光源有已经导入的标定数据，ABS 光源需要导入标定数据。

7. 测试软件操作：

(1) Source Control（光源控制）：

Transient Time（瞬变时间）设置：光源控制器恒电位仪信号上升的时间，时间太短，影响光源的稳定输出，导致测试数据不稳定，可适当增加时间。

On Phase Intensity（光强）设置：开光阶段的光强值，不可超过最大值。

(2) Cell Control（电化学控制）：

Potentiostat Settling Time（恒电位仪沉降时间）设置：时间太短数据不稳定可适当增加时间。

i: 若记录光电压衰减，在 Cell Control 选 potentiostat（电位仪），确定是 off 状态即可，无需设置。

ii: 若记录光电流衰减，记录光电流瞬态衰减信号，在 Cell Control 选 potentiostat（电位仪），在 VOLTAGE 施加偏压，AMPLITUDE 设为 0V，点击 on，产生暗电流。按鼠标滚轮返回上一界面。

(3) Recording（测试记录）：

Setting（光照时间）：光照射几秒钟使光电压和光电流达到稳态的值；

Record Time（记录时间）：记录的光电压光电流的整体瞬态时间；

Pretrigger（触发前时间百分比）：如 10%，即出发前 10%和触发后 90%的数据被记录下来；

Resolution（分辨率）：如记录时间为 10 ms，分辨率为 1us，即可记录  $1 \times 10^4$  点数据，数据点太多不易处理。

注： $1s = 1.0 \times 10^3ms = 1.0 \times 10^6us = 1.0 \times 10^{12}ps$ 。

(4) Intensity Course: TPV  On-off  
 TPC  Off-on

On-off: 先施加 On Phase Intensity 设置的光强，照射 settling 设置的时间，接着关闭光源，记录光电流或光电压的衰减。

Off-on: 在 off 状态，输出 On Phase Intensity 设置的光强的 1%，提高光源瞬态响应时间。

(5) Measurement: 点击 Start Recording，光照时间结束后就开始测试。

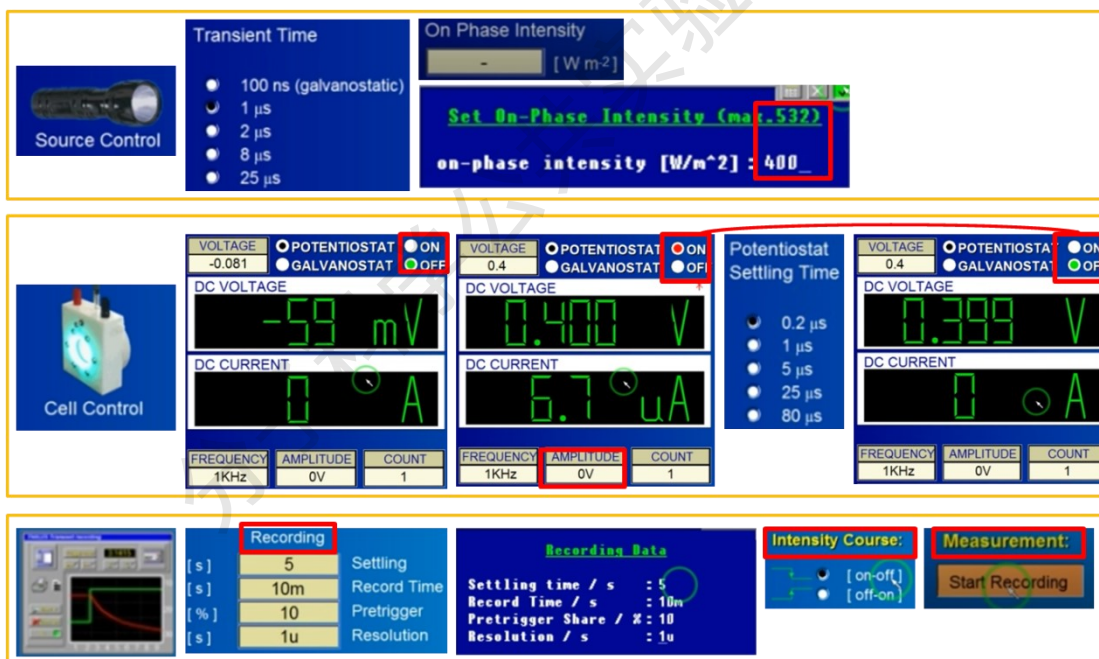


图 6-50

(6) Outputs: 保存数据，Export Data: 导出数据。保存数据路径不能出现中文。

(7) 若记录光电流瞬态衰减信号，在 Cell Control 选 potentiostat（电位仪）点击 off，关闭偏压。

(8) 关闭软件（若有光源控制器需先关闭），关闭 Zennium Pro 电化学工作站，PP212 大电流外置恒电位仪，拆除测试样品，盖上防尘布。



图 6-51

### 6.6 CLV 斩光伏安光电化学测试系统操作流程

1. 连接电路：确认 Zennium Pro 电化学工作站，PP212 大电流外置恒电位仪，LED 白光光源（2305LSW-2）连接好，**Probe E/I 不能接反**。
2. 开机预热：打开 Zennium Pro 电化学工作站、PP212 大电流外置恒电位仪，**预热 30 分钟**。



图 6-52

3. 连接待测样：一端连 Zennium Pro 电化学工作站，另一端连接待测样品，将待测面对准 LED 白光光源，与白光探测器（补偿光强）有一定距离，确保光斑汇聚在样品上，盖上黑布避光测试。
  - ① **四电极接法**：红色对电极（CE），绿色参比电极（RE），黑色工作电极（WE power），蓝色工作电极（WE sense），一端按颜色分别插在电化学工作站，另一端分别夹住样品。三电极体系含两个回路：一个回路由工作电极（WE sense）和参比电极组成，用来测试工作电极的电化学反应过程，另一个回路由工作电极（WE power）和辅助电极组成，起传输电子形成回路的作用。
  - ② **三电极接法**：两工作电极合并一线，与红色对电极（CE），绿色参比电极（RE）构成三电极体系。
  - ③ **两电极接法**：两工作电极合并一线作正极，红色对电极（CE）和绿色参比电极（RE）

合并一线作负极。

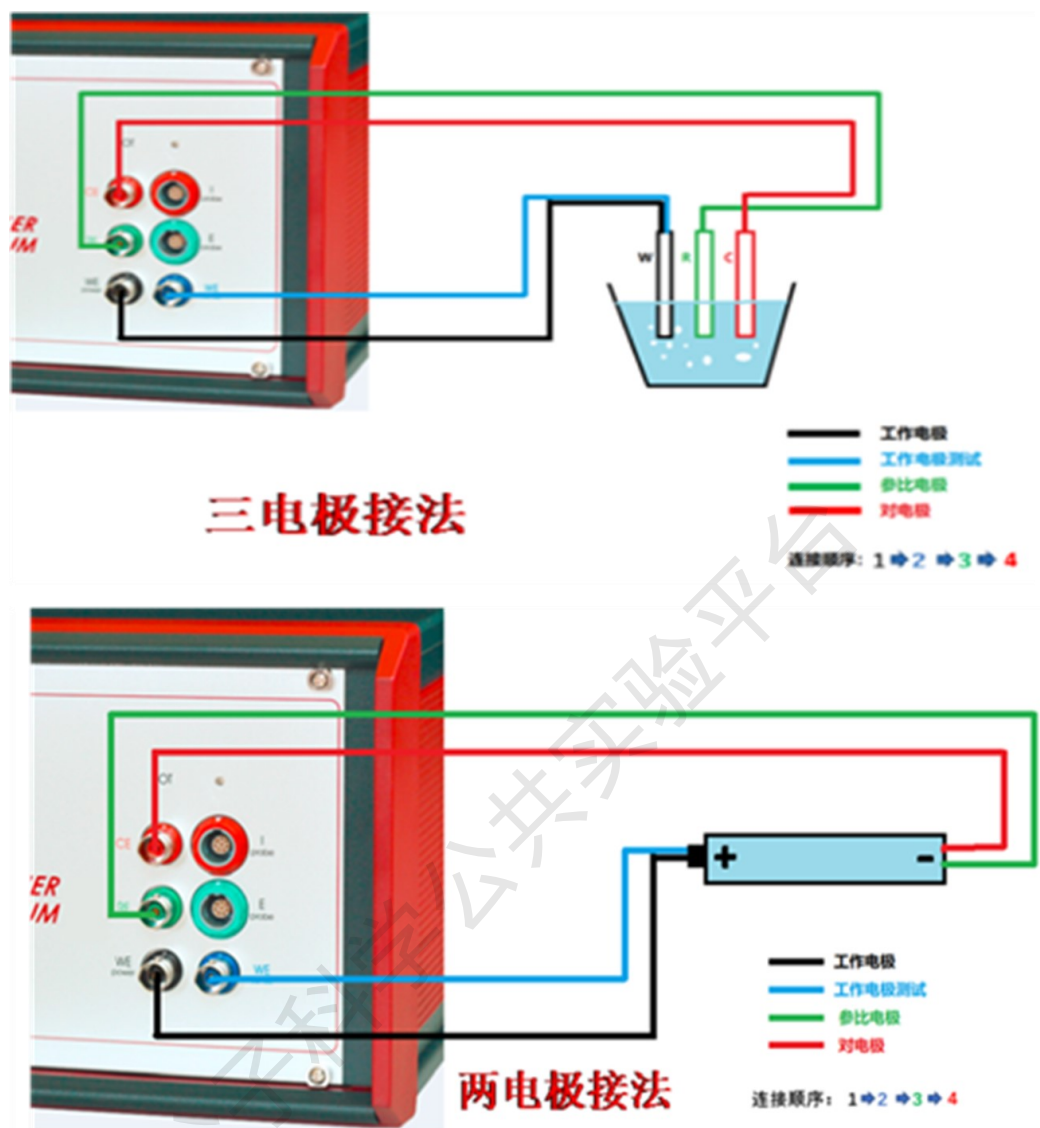



图 6-53

4. 打开测试软件: 打开 Thales XT 软件  , 确认已经预热 30 分钟, 点击 Proceed to start Thales。
5. 找测试方法: 在 Applications 选 Photo Electrochemistry, 在 Techniques 选 All Techniques, 在 Methods 选 Chopped Light Voltammetry。点击 Classic Mode 进入测试界面, 有几秒初始化时间。

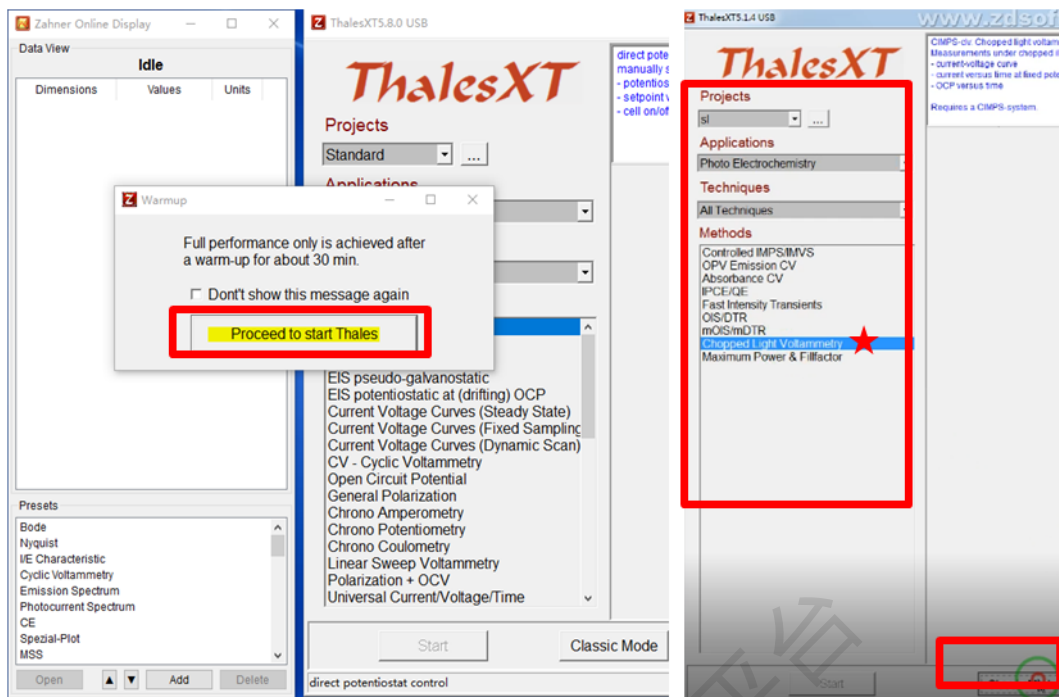


图 6-54

6. 确认光源：在左上角显示在光源控制器上所安装的 LED 光源型号（2305LSW-2），根据测试需要选取适合激发的波长的光源，在测试前就插好，LED 光源和 IPCE 光源有已经导入的标定数据，ABS 光源需要导入标定数据。

### 6.6.1 斩光伏安下线性扫描伏安法（LSV）

- (1) Voltage Scan: 选测试方法。
- (2) Scan Control Parameters: 设置扫描控制参数：扫描开始电位，扫描终止电位，扫描速度，采样速度（每秒采几个点，最高每秒 100 个点，一般设置 50 个点），光的周期（光开和关一次的时间）。
- (3) Current Limit/A: 电流量程，比测试预估的光电流大些即可。
- (4) OCP-referred: 一般不勾选，勾选的意思是设置的电位范围是相对于 OCP 而不是参比电极。
- (5) Starting Ramp: 一般不勾选，勾选意思是在初始化过程中，如果设置的初始电位与开路电位不同时需要斩光。
- (6) Start Voltage scan: 开始测试，会提示所选光源的最大使用功率，不建议使用最大光强，影响光源寿命。
- (7) 电压-电流-光强: X-axis 设置为电压，Y-axis left 设置为光强，Y-axis right 设置为电流，电流-电压为 SV 曲线，开关光引起光电流响应，光电流随光强增加上升，不同电

位下光电流响应不同, 因此可以**找到适合激发出该光电流的偏压**, 从而减小电子和空穴的复合。

(8) Save Scan: 保存数据。保存数据路径不能出现中文。

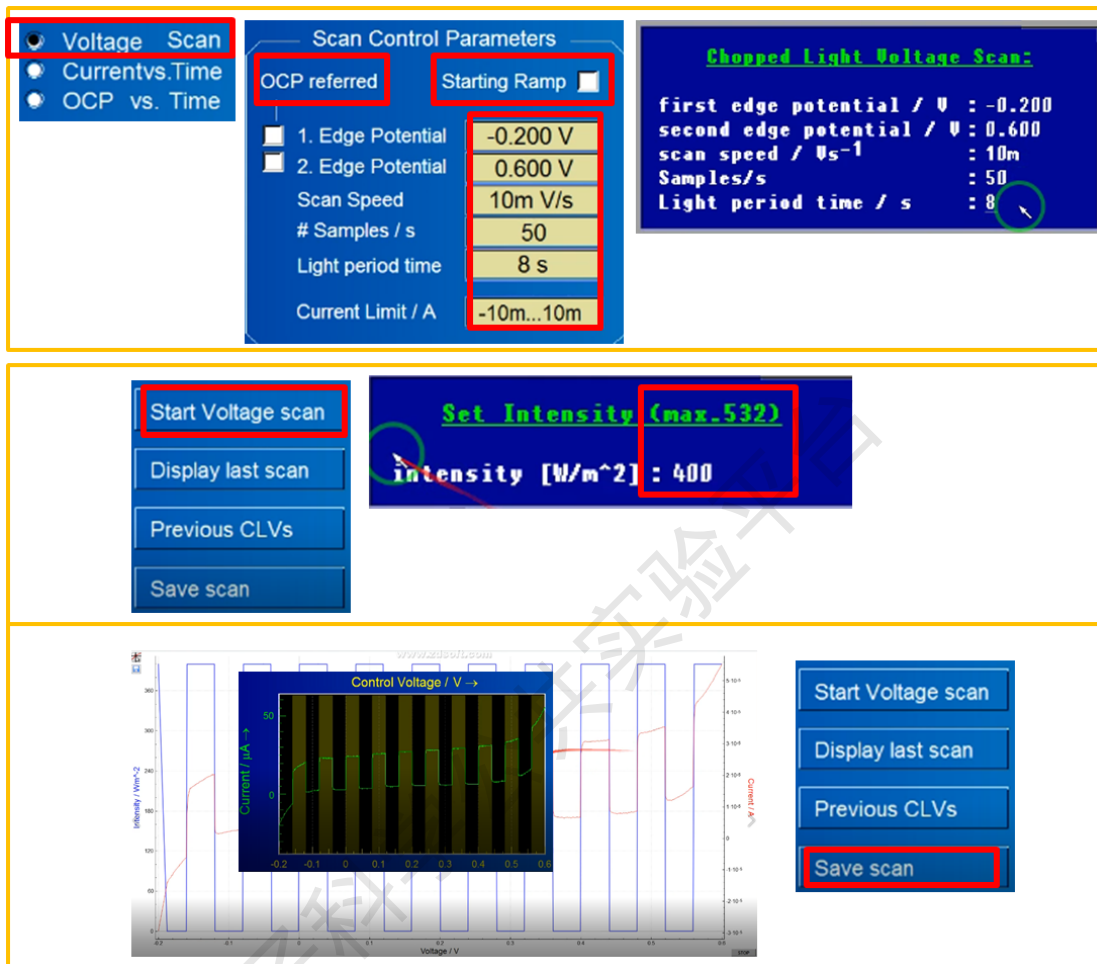


图 6-55

### 6.6.2 斩光下计时电流

- (1) Current vs. Time: 选测试方法。
- (2) Recording Parameters 设置参数: 施加的偏压, 采样速度(每秒采几个点, 采样速度慢便于观察), 光的周期(开几秒关几秒), 记录时间, 电流量程(比测试预估的光电流大些即可)。
- (3) OCP-referred 一般不勾选, Starting Ramp 一般不勾选。
- (4) Start Current record: 开始测试, 会提示所选光源的最大使用功率, 不建议使用最大光强, 影响光源寿命。
- (5) 时间-电流-光强: X-axis 设置为时间, Y-axis left 设置为光强, Y-axis right 设置为电流, 开关光对光电流的影响。

(6) Save Scan: 保存数据。保存数据路径不能出现中文。

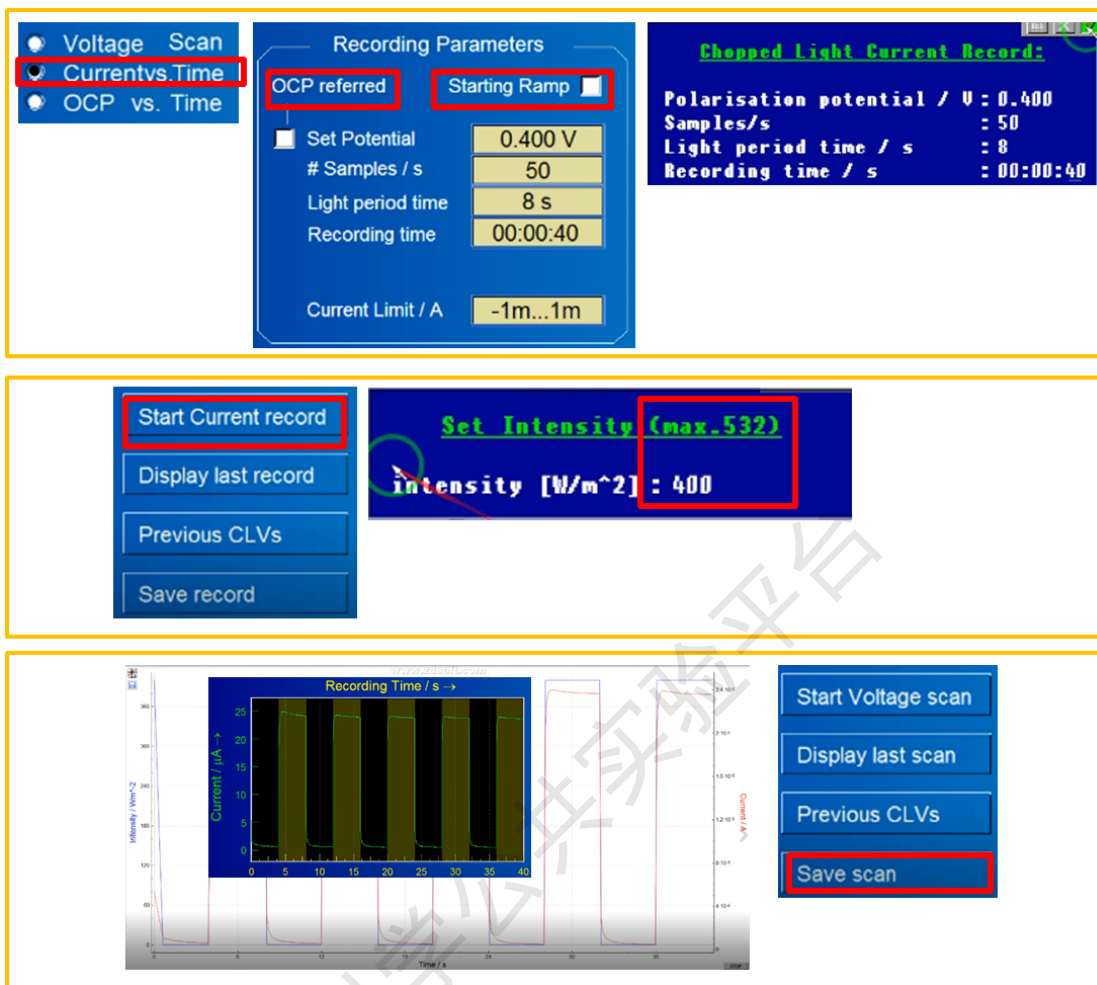


图 6-56

### 6.6.3 斩光下计时电位（开路电压随时间的扫描）

- (1) OCP vs. Time: 选测试方法。
- (2) 在 Recording Parameters 设置参数: 采样速度（每秒采几个点，采样速度慢便于观察），光的周期（开几秒关几秒），记录时间。
- (3) Start OCP record: 开始测试，会提示所选光源的最大使用功率，不建议使用最大光强，影响光源寿命。
- (4) 时间-电压-光强: 开关光对光电压的影响，由于光电催化光电压上升和衰减时间比较长，从数据图上看衰减曲线没有平行于横坐标，可以选择弛豫测试，时间可以设置更长。
- (5) Save record: 保存数据。三组测试结果导出: 点击 Display last record, 选 ASCLL Export, 选 savelist as textfile 或 save list as CSV-file 导出 txt 或 CSV 数据。保存数

据路径不能出现中文。

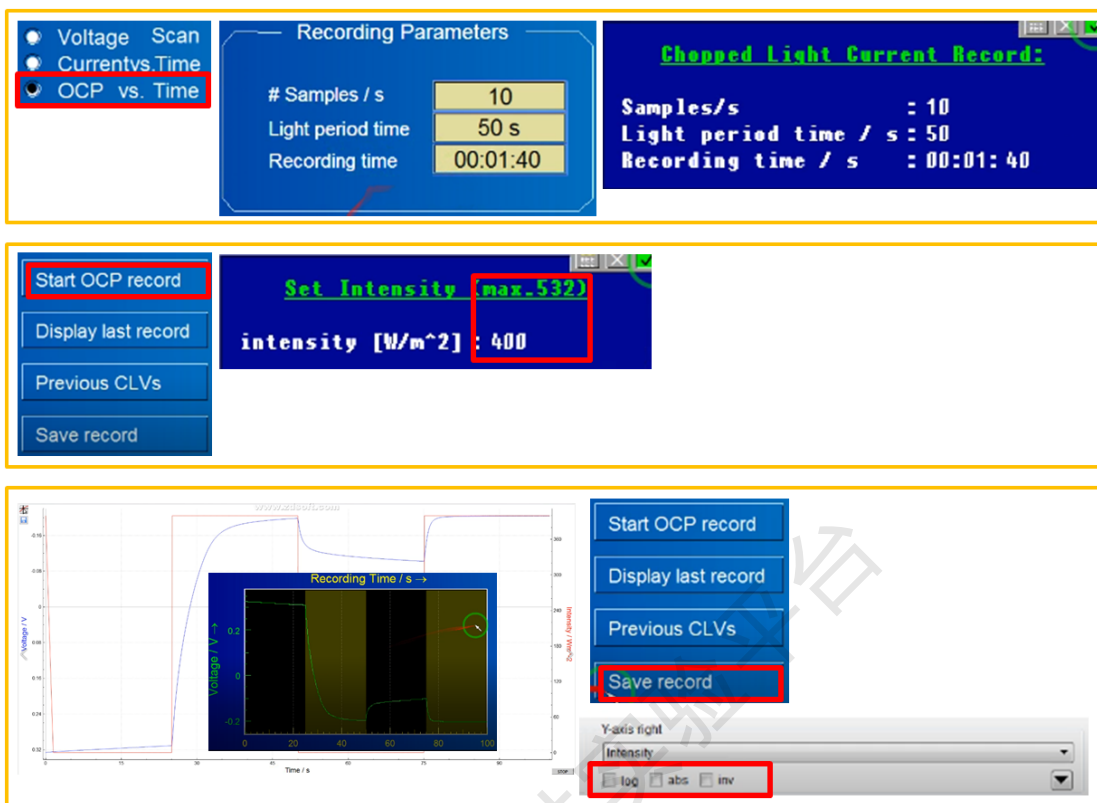


图 6-57

注: **log**: 是否对当前轴的数据显示取对数; **abs**: 是否对当前轴的数据显示取绝对值; **inv**: 是否对当前坐标轴的数据显示取反 (乘以-1)。

### 6.7 IPCE/QE 光电转换效率测试系统操作流程

1. 连接电路: 确认 Zennium Pro 电化学工作站, PP212 大电流外置恒电位仪, IPCE 专用复合 LED 白光光源 (2307TLS03) 连接好, **Probe E/I 不能接反**。
2. 开机预热: 打开 Zennium Pro 电化学工作站、PP212 大电流外置恒电位仪, **预热 30 分钟**。



图 6-58

3. 连接待测样: 一端连 Zennium Pro 电化学工作站, 另一端连接待测样品, 将待测面对内部文件, 请勿随意转发、打印、复印



准 IPCE 光源, 距离相差约一毫米, 盖上黑布避光测试。

- ① **四电极接法:** 红色对电极 (CE), 绿色参比电极 (RE), 黑色工作电极 (WE power), 蓝色工作电极 (WE sense), 一端按颜色分别插在电化学工作站, 另一端分别夹住样品。三电极体系含两个回路: 一个回路由工作电极 (WE sense) 和参比电极组成, 用来测试工作电极的电化学反应过程, 另一个回路由工作电极 (WE power) 和辅助电极组成, 起传输电子形成回路的作用。
- ② **三电极接法:** 两工作电极合并一线, 与红色对电极 (CE), 绿色参比电极 (RE) 构成三电极体系。
- ③ **两电极接法:** 两工作电极合并一线作正极, 红色对电极 (CE) 和绿色参比电极 (RE) 合并一线作负极。

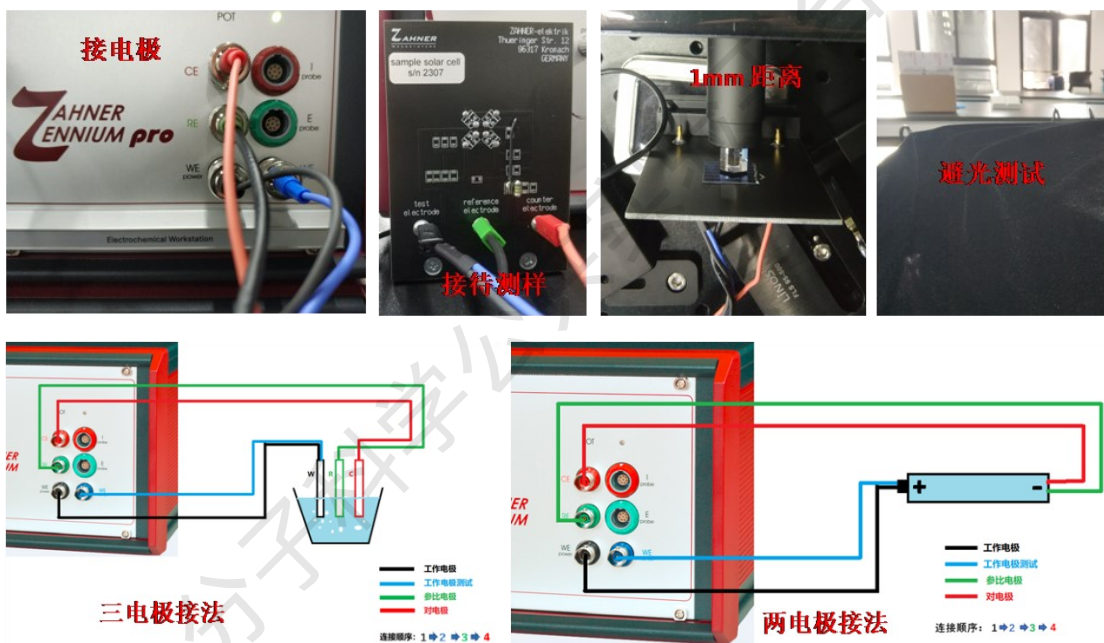



图 6-59

4. 打开测试软件: 打开 Thales XT 软件 , 确认已经预热 30 分钟, 点击 Proceed to start Thales。
5. 选择测试方法: 在 Applications 选 Photo Electrochemistry, 在 Techniques 选 All Techniques, 在 Methods 选 IPCE/QE。点击 Classic Mode 进入测试界面, 有几秒初始化时间。

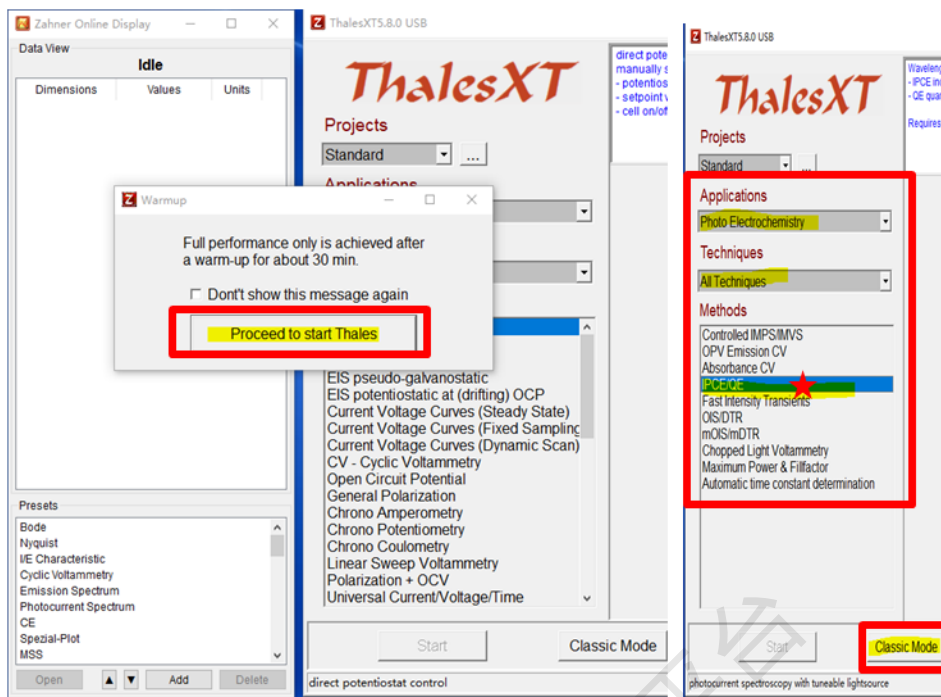


图 6-60

6. 确认光源：在左上角显示在光源控制器上所安装的 IPCE 光源型号（2307TLS03），根据测试需要选取适合激发的波长的光源，在测试前就插好，LED 光源和 IPCE 光源有已经导入的标定数据，ABS 光源需要导入标定数据。
7. 控制器最小化：第一次打开 Thales XT 软件会弹出 IPCE 光源控制器，最小化即可，不可关闭（关闭控制器 IPCE 光源就无法工作）。

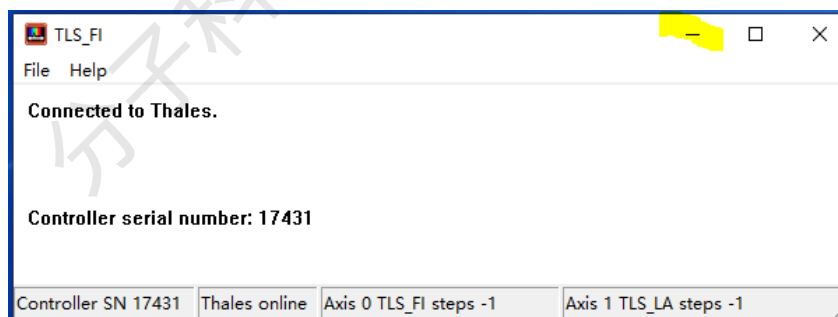


图 6-61

8. 测试软件操作：
  - (1) Source Control（光源控制）：
    - i: select source: IPCE 光源是由不同波长的 LED 阵列组成，可以查看光源波长、光强、归一化因子等信息。
    - ii: access lightsource photentiostat: 设置测试样品的 FREQUENCY（特征频率值）和 COUNT（响应周期），点击 on。

注: 特征频率与测试样品有关, 硅太阳能电池设置 1000Hz (1 秒振动 1000 次), 有机太阳能电池设置 300Hz, 燃料敏化或光电催化的材料设置 10Hz。特征频率与信号响应周期值乘积小于 1 秒。

iii: Background Light : 设置背景光, 增大光强, 对于太阳能电池材料不需要背景光, 对于光催化材料可设置一定量背景光。

(2) 扫描方式: 选择 Wideband。

Wideband (宽频带): 光强大;

Continuous: 光强弱, 分辨率高;

Mixed: 可见光区域用 Continuous 模式, 在紫外和红外区域用 Wideband 模式。

(3) Cell Control (电化学控制): 根据材料设置直流电压 VOLTAGE, 再设置交流电压 AMPLITUDE 为 0V, 点击 on。

(4) Scan Data:

Wavelength: 对应波长范围中间的波长;

range start/end: 对于波长范围;

setting time: 每切换一个波长静止时间。

(5) Polarity: 根据材料设置 n 型还是 P 型。数据差异, 数据纵坐标\* -1。

(6) Cell Area: 输入实际面积, 若材料面积大于光斑面积, 设置为光斑面积  $1 \times 1 = 1 \text{ cm}^2 = 1.0 \times 10^{-4} \text{ m}^2 = 100 \text{ um}^2$ , 若材料面积小于光斑面积, 设置为材料面积。

(7) Start Spectrum: 开始测试, 进入测试界面。

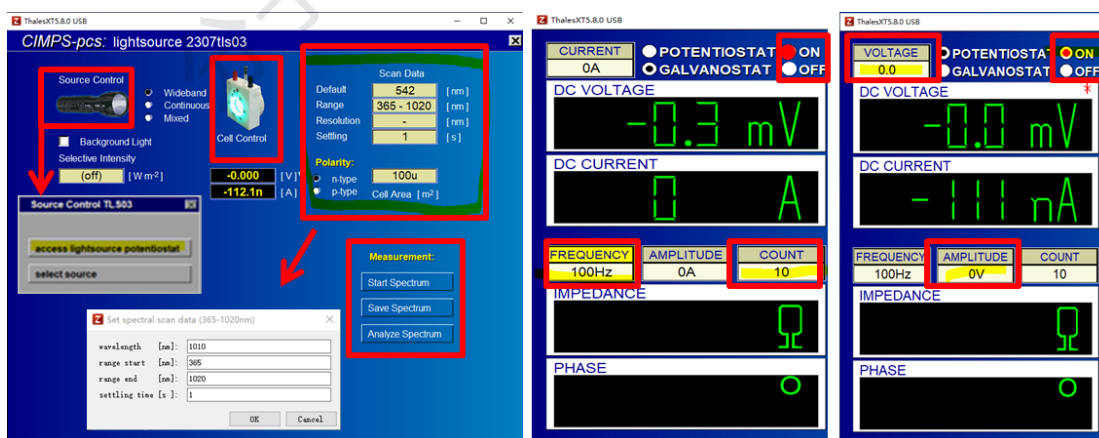


图 6-62

(8) 在测试界面可观察测试过程实时动态变化, 测试结束后点击√。

AC INTENSITY P: 交流光的信号; AC CURRENT I: 光电流的响应信号; SPECTRUM P: 施加交流光的信号强度; SPECTRUM I: 响应的光电流信号强度。

- (9) Save Spectrum: 保存数据。保存数据路径不能出现中文。
- (10) Source Control: 点击 OFF, 关闭电流, 去掉√, 关闭背景光; Cell Control: 点击 OFF, 关闭电压。
- (11) Analyze Spectrum: 点击 select diagram, 选 IPCE 和%, 点击 file operation, 调入数据。在 export ascii list 导出数据, 选 save list as textfile 保存。保存数据路径不能出现中文。
- (12) 关闭软件(若有光源控制器需先关闭), 关闭 Zennium Pro 电化学工作站, PP212 大电流外置恒电位仪, 拆除测试样品, 盖上防尘布。

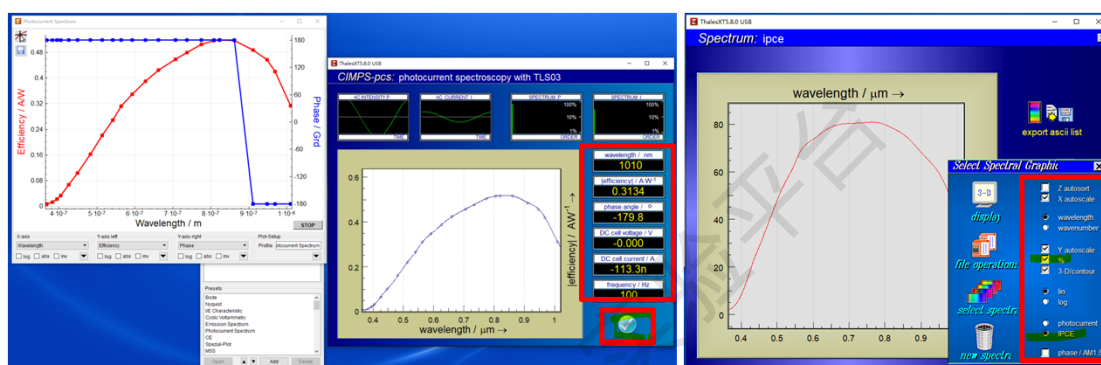



图 6-63

## 6.8 吸收发射光谱测试系统操作流程

### 6.8.1 吸收光谱测试

1. 连接电路: 钨灯、光谱仪、台控。钨灯连 PP212 (**Probe E/I 不能接反**)、滑轨控制台、光谱仪; 光谱仪黑线连钨灯, 白线连电脑 USB; 台控连电脑 USB、电源线、滑轨控制器。待测样品与电化学工作站相连, 放在滑轨上, 面对钨灯左边是空白样, 右边是待测样。
2. 开机预热: 打开 Zennium Pro 电化学工作站、PP212 大电流外置恒电位仪, **预热 30 分钟**。
3. 打开软件: 打开 Thales XT 软件 , 确认已经预热 30 分钟, 点击 Proceed to start Thales。
4. 选择测试方法: 在 Applications 选 Photo Electrochemistry, 在 Techniques 选 All Techniques, 在 Methods 选 Absorbance CV。点击 Classic Mode 进入测试界面, 有几秒初始化时间。
5. 控制器最小化: 滑轨控制器和钨灯控制器最小化。

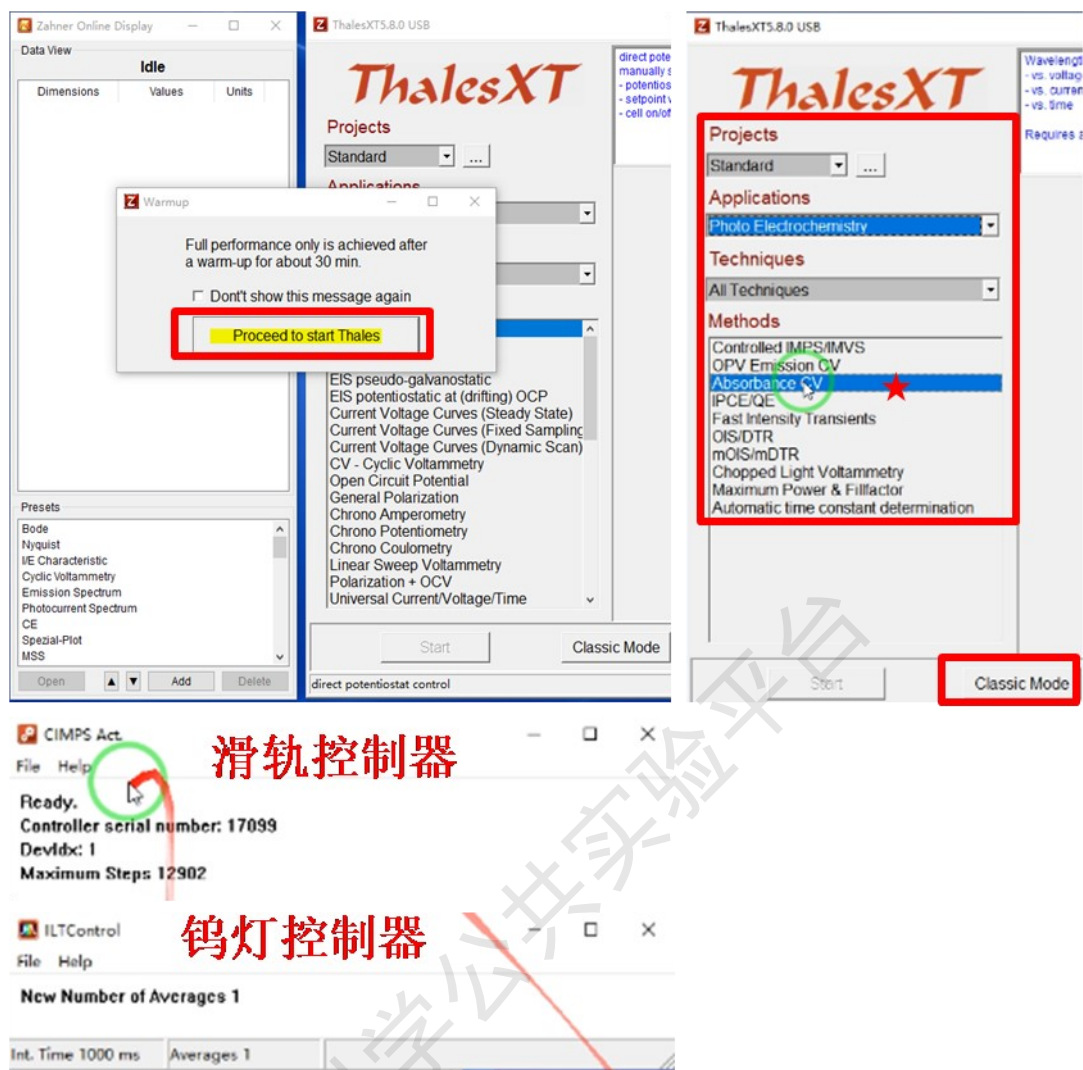


图 6-64

6. 确认光源: 左上方显示 light source uncalibrated (未校准光源), 点击 Calibration 调出校准文件: **C, THALES, cimps, 2306wow01-s02is, LOAD**。钨灯预热熄灭。
7. 光谱仪设置: 设置扫描波长范围, 积分时间(时间长, 信噪比更高), 积分次数(积分多, 数据更准确, 测试时间长)。

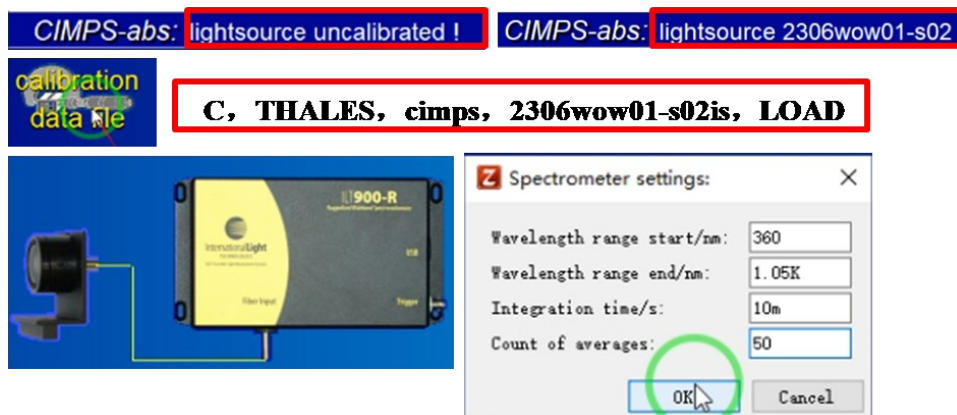


图 6-65

## 8. 自动光强, 手动测吸收光谱 (Auto 栏不选)

按顺序依次点击如下步骤:

- (1) ref: 选择测参比样。参比池移动到光源位置。
- (2) Dark Reference: 扣除背景。
- (3) Bright Reference: 参比样明场光谱。
- (3) meas: 选择测试样品。样品池移动到光源位置。
- (4) Cell Control: 施加直流偏压 VOLTAGE, 点击 on。
- (5) Absorbance: 开始测试。将测试样光谱与参比样光谱相减即为待测样吸收光谱。
- (6) Cell Control: 关闭直流偏压, 点击 off。
- (7) 测试结束后, 关闭软件 (若有控制器需先关闭), 关闭 Zennium Pro 电化学工作站, PP212 大电流外置恒电位仪, 拆除测试样品, 盖上防尘布。

## 9. 手动光强, 手动测吸收光谱 (Auto 栏不选)

按顺序依次点击如下步骤:

- (1) ref: 选择测参比样。参比池移动到光源位置。
- (2) Dark Reference: 扣除背景。
- (3) Actual Average Intensity: 点击输入光强, 最小 1.5K, 更小输入不了。
- (4) Bright Reference: 参比样明场光谱。
- (5) meas: 选择测试样品。样品池移动到光源位置。
- (6) Cell Control: 施加直流偏压 VOLTAGE, 点击 on。
- (7) Actual Average Intensity: 点击输入光强, 最小 1.5 K, 更小输入不了。
- (8) Absorbance: 开始测试。将测试样光谱与参比样光谱相减即为待测样吸收光谱。
- (9) Cell Control: 关闭直流偏压, 点击 off。
- (10) 测试结束后, 关闭软件 (若有控制器需先关闭), 关闭 Zennium Pro 电化学工作站, PP212 大电流外置恒电位仪, 拆除测试样品, 盖上防尘布。

## 10. 自动光强, 自动测吸收光谱 (选 Auto 栏)

按顺序依次点击如下步骤:

- (1) Auto Dark scan、Light: 勾选上, 自动模式。
- (2) default: 选 off, 测试结束后自动关闭钨灯。
- (3) Cell Control: 施加直流偏压 VOLTAGE, 点击 on。

(4) Absorbance: 先自动校准, 明暗场, 再测试。

(5) 测试结束后, 关闭软件(若有控制器需先关闭), 关闭 Zennium Pro 电化学工作站, PP212 大电流外置恒电位仪, 拆除测试样品, 盖上防尘布。

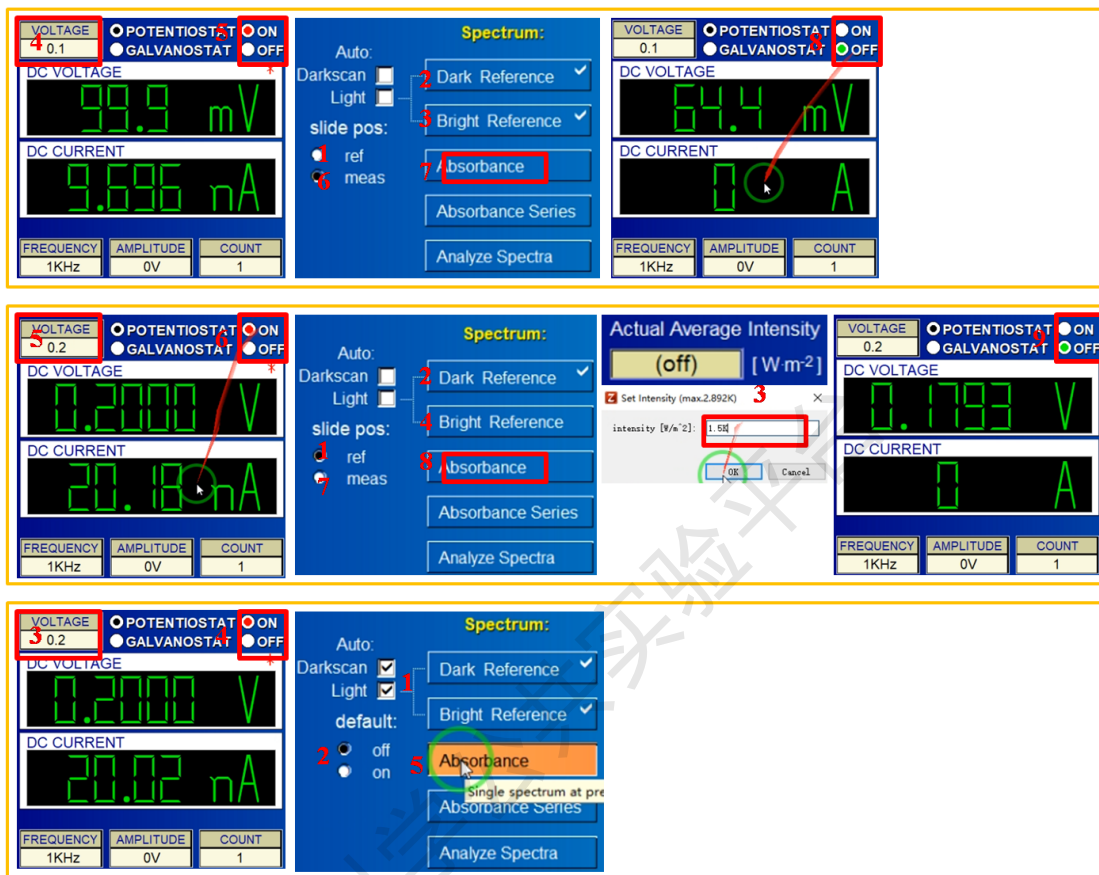


图 6-66

11. 自动光强, 自动连续测吸收光谱(选 Auto 栏)

按顺序依次点击如下步骤:

- (1) Auto Dark scan、Light: 勾选上, 自动模式。
- (2) default: 选 off, 测试结束后自动关闭钨灯。
- (3) Series Parameters: 选择不同的变量, 如电压、电流、时间、次数等。如选电压, 设置电压开始结束范围、电压步长、停滞时间, 远行半圈(设 0.5)或者远行一圈(设 1)。
- (4) Setup Series Save: 先设置保存路径。测完自动保存。保存路径和文件名不能中文。
- (5) Absorbance Series: 开始测试。
- (6) 测试结束后, 关闭软件(若有控制器需先关闭), 关闭 Zennium Pro 电化学工作站, PP212 大电流外置恒电位仪, 拆除测试样品, 盖上防尘布。

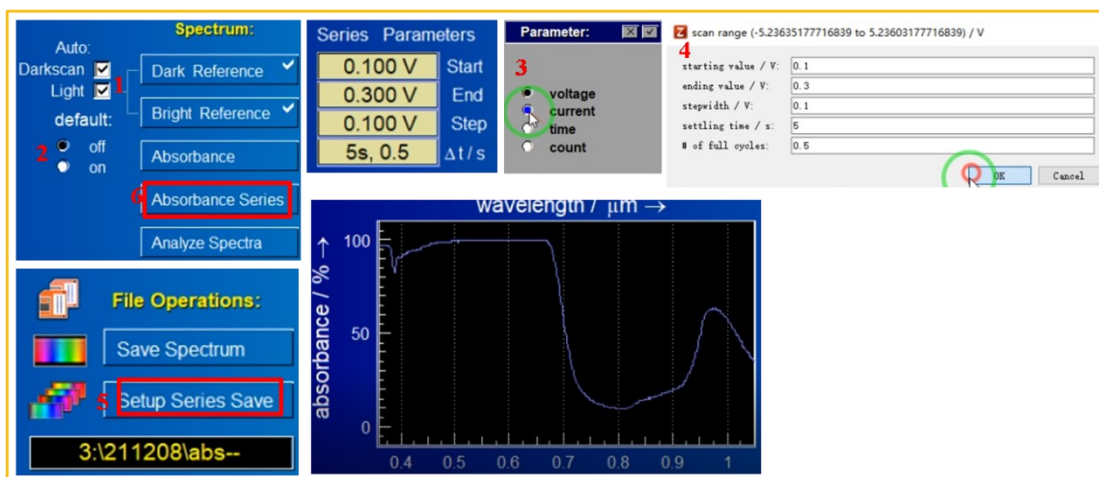


图 6-67

### 6.8.2 发射光谱测试

1. 连接电路：PP212 大电流外置恒电位仪当驱光器与待测发光光源连接，光源校准器（SEL033）一端与电化学工作站相连，另一端与光谱仪相连（LLT950），将测发光光源与光源校准器紧密靠近。

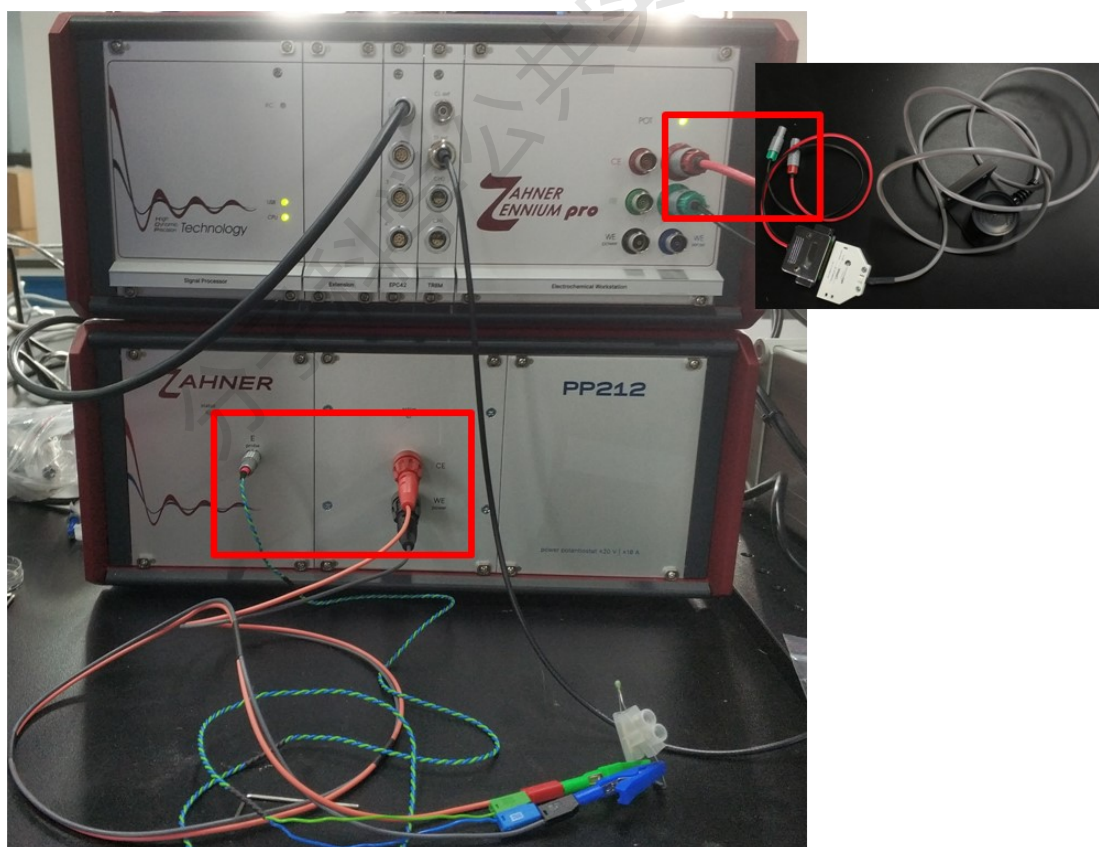



图 6-68

2. 开机预热：打开 Zennium Pro 电化学工作站、PP212 大电流外置恒电位仪，**预热 30 分钟**。



3. 打开软件: 打开 Thales XT 软件  , 确认已经预热 30 分钟, 点击 Proceed to start Thales。
4. 找测试方法: 在 Applications 选 Photo Electrochemistry, 在 Techniques 选 All Techniques, 在 Methods 选 OPV Emission CV。点击 Classic Mode 进入测试界面, 有几秒初始化时间。
5. 控制器最小化: 第一次测试会弹出光谱仪控制器, 最小化即可。

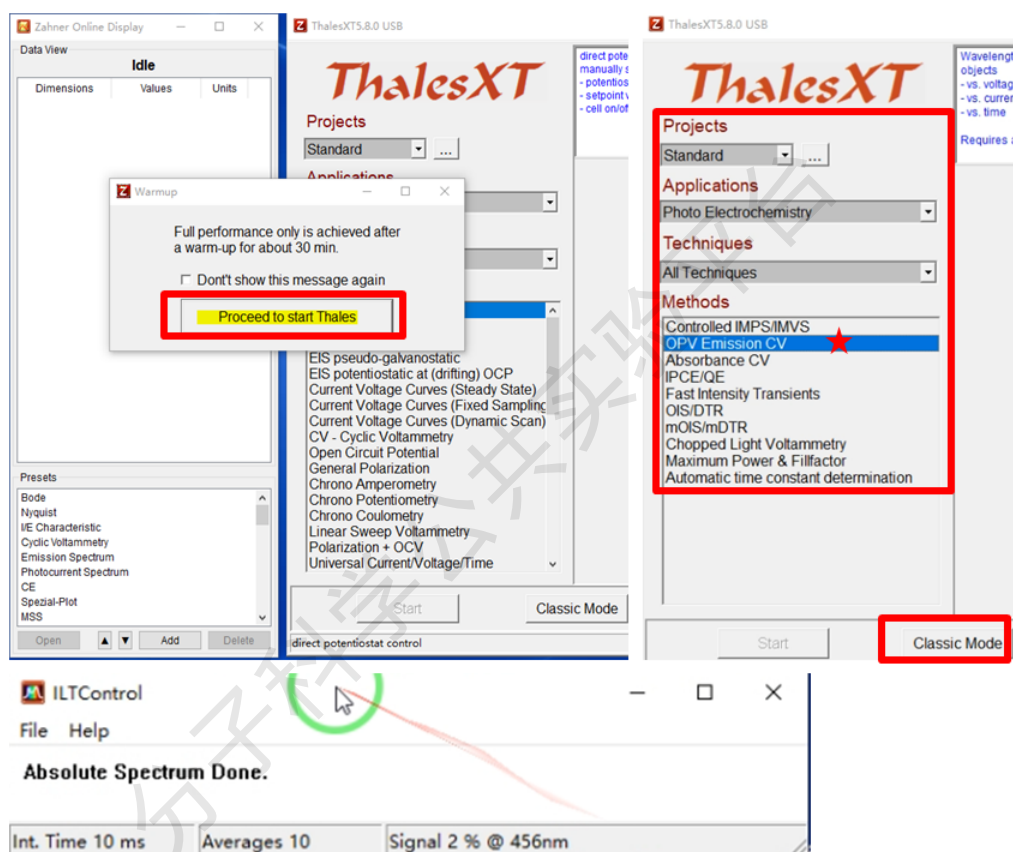


图 6-69

## 6. 光谱模式测试:

(1) 测试模式: 选 spectral resolved。

设置光谱仪参数: 光谱扫描范围, 积分时间, 积分次数。

Dark Reference: 光源校准器的盖子盖上, 点击 Dark Reference 测试背景, 测试完打开盖子。

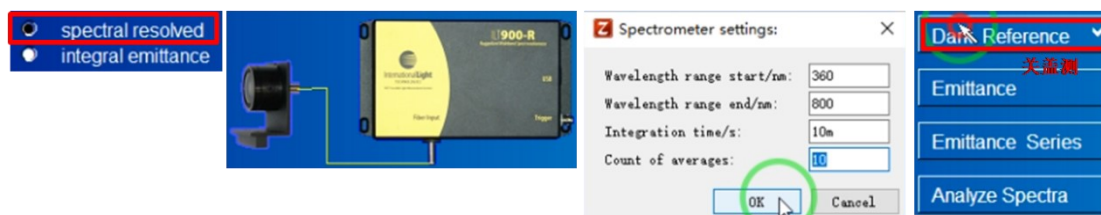


图 6-70

- (2) Electroluminescent Device Control: 将 PP212 输出的电压、电流, 通过电化学工作站控制, 施加直流电压 VOLTAGE 到器件上, 点击 on。
- (3) Emittance: 点击 Emittance 开始测试。单次测试。
- (4) Electroluminescent Device Control: 点击 off, 关闭施加的直流电压。
- (5) Series Parameters: 可设置电压, 电流, 时间参数进行一系列测试, 如电压, 设置电压范围、步长、停滞时间。
- (6) Electroluminescent Device Control: 施加直流电压 VOLTAGE 与设置的起始电压相同, 点击 on。
- (7) Setup series save: 设置存储数据地址。保存路径和文件名不能中文。
- (8) Emittance Series: 点击 Emittance Series 开始测试。连续测试。
- (9) Electroluminescent Device Control: 点击 off, 关闭施加的直流电压。
- (10) 数据图: 可测单独电压下的光谱, 也可以测一系列电压、电流时间范围内光谱, 获得波长和半峰数据。横坐标检测出波长, 纵坐标对于光强, 积分即为光强, 比发射光谱测试的结果更准确。
- (11) 测试结束后, 关闭软件(若有控制器需先关闭), 关闭 Zennium Pro 电化学工作站, PP212 大电流外置恒电位仪, 拆除测试样品, 盖上防尘布。

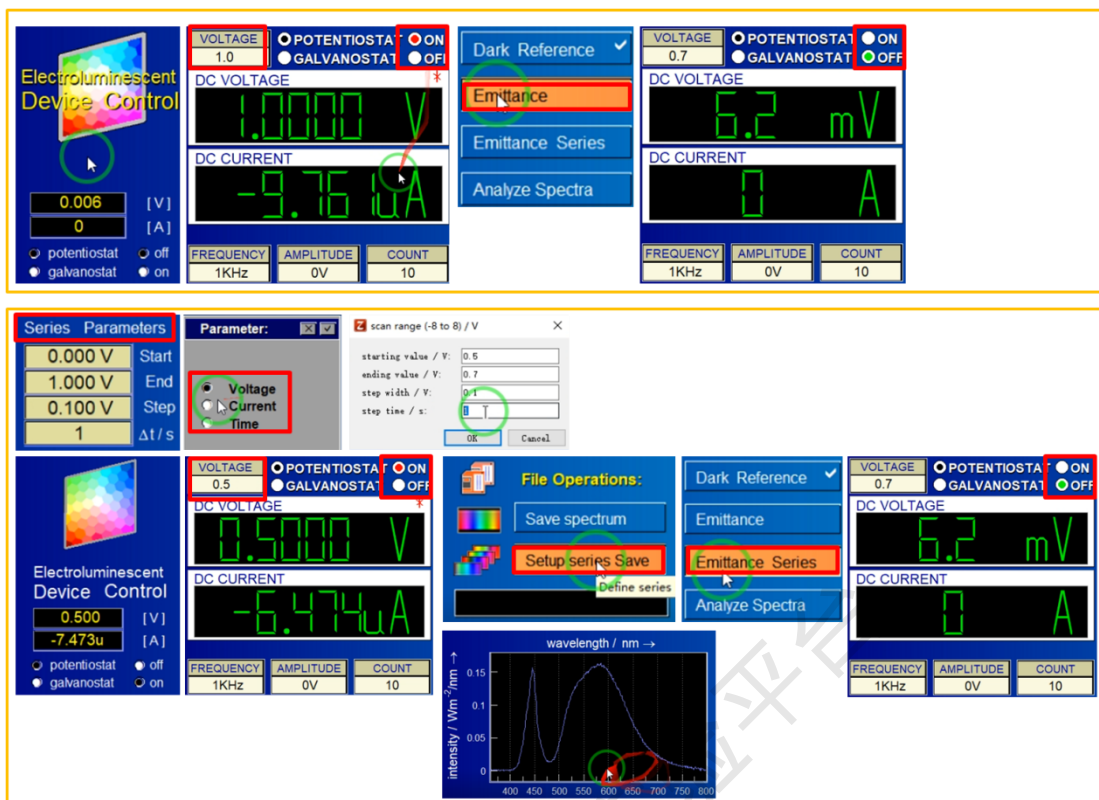


图 6-71

## 7. 光强模式测试:

(1) 测试模式: 选 integral emittance。

设置光谱仪参数: 光谱扫描范围, 积分时间, 积分次数。

Dark Reference: 光源校准器的盖子盖上, 点击 Dark Reference 测试背景, 测试完打开盖子。测一次就行, 上面测了, 这里可不测。

(2) Input spectral data: 输入待测光的波长和半峰宽。

(3) Scan Parameters: 可设置电压, 电流, 时间参数进行一系列测试, 如电压, 设置电压范围, 步长, 停滞时间。只能连续测试。

(4) Electroluminescent Device Control: 施加直流电压 VOLTAGE 与设置的起始电压相同, 点击 on。

(5) Save characteristic: 设置存储数据地址。保存路径和文件名不能中文。

(6) Start integral scan : 点击 Start integral scan 开始测试。

(7) Electroluminescent Device Control: 点击 off, 关闭施加的直流电压。

(8) 需要输入已知波长和半峰宽, 在一系列电压、电流、时间范围内测试得出光强值。

(9) 测试结束后, 关闭软件(若有控制器需先关闭), 关闭 Zennium Pro 电化工作站, PP212 大电流外置恒电位仪, 拆除测试样品, 盖上防尘布。

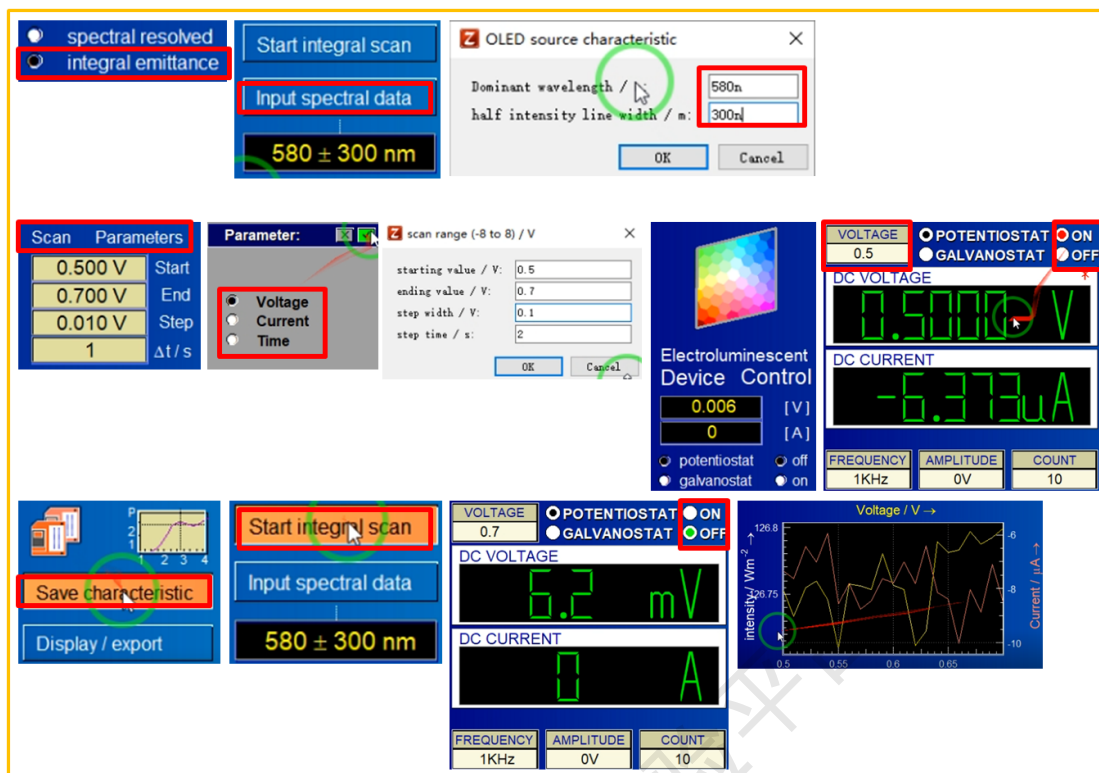


图 6-72

## 7. 相关/支撑性文件

Q/WU FLHR001 文件编写规范

## 8. 记录

电化学工作站(Zahner-Zennium Pro)-光电化学-吸收（发射）谱测试系统使用记录表。

仪器设备使用记录											仪器名: 电化学工作站-光电化学-吸收（发射）谱测试系统		20__年	
日期 月.日	使用人	课题组 导师	样品名称 或代号	检测方式(√)		测试内容	样品数	文件名 导师名首字母-使用人 名首字母-日期-数字	仪器状态		备注			
				送样	自主				正 常	报错及问 题描述				
5.6	张三	王五	钙钛矿电池		√	阻抗测试	1	WW-ZS-20190506-001	√					

\*\*请注意: 使用前先检查仪器状况, 一切正常方可操作; 一旦开始实验, 默认为使用前仪器状况良好; 使用过程中出现故障须立即联系技术员; 测试后请及时取回样品。