

XMU-BY-LG扫描电化学工作站

使用说明书

目 录

第一章 前言	1
1 注意事项	1
1.1 接地	1
1.2 安全	1
1.3 探头的移动	1
2 扫描器注意事项	1
3 工作环境的要求	2
第二章 XMU-BY扫描电化学工作站.....	5
1 系统功能	5
2 硬件组成	5
2.1 计算机控制系统	6
2.2 XMU-BY扫描电化学工作站控制机箱	6
2.3 XMU-BY扫描电化学工作站扫描器	8
3 系统界面	9
3.1 菜单命令	10
3.1.1 系统菜单	10
3.1.2 功能菜单	13
3.1.3 语言菜单	15
3.1.4 视图菜单	15
3.1.5 帮助菜单	16
3.2 系统参数设置窗口	17
3.3 二维信号实时显示窗口	21
3.4 图像缓冲区	21
3.5 参数设置窗口	21
3.6 信号切换窗口	23
3.7 状态栏	23
第三章 方法介绍.....	24
1 扫描隧道显微镜	24
2 微区电位分布测试	28
3 微区电位分布/扫描隧道显微镜联用测试	31
4 定位点一维电位分布测试	36
5. 微区电流分布测试	39
6. 微区氯离子分布测试	43
7. 微区pH值分布测试	45

第一章 前言

1 注意事项

1.1 接地

务必保证仪器接地良好，这是仪器安全的基本要求；同时，也是仪器抗干扰的重要保证！

1.2 安全

任何连线及配件的插拔和更换都必须先关闭电子控制机箱的电源后方可进行！

1.3 探头的移动

系统在探针与样品逼近后，不能移动探头，或者调节探头上的任何旋钮，否则会导致探针损坏！

2 扫描器注意事项

2.1

扫描器的核心部件是压电陶瓷，极易损坏，请轻拿轻放，不允许摔落或重压；

2.2

在使用扫描器前，必须将保护盖取下，使用后请将扫描器用保护盖盖好储存；

2.3

如需运输扫描器，必须将保护盖盖好并使用减震缓冲材料进行包装；

2.4

扫描器在潮湿环境中极易损坏，若使用损坏的扫描器，可能会导致主控机箱电路的损坏；

2.5

扫描器必须储存在干燥密闭的环境中。建议用户将扫描器放置于干燥器或防潮密封盒中，并在密封容器中放入适当的硅胶防潮剂；

2.6

在每次工作后，必须将扫描器从探头底座中取出并放置在干燥密闭的环境中；

3 工作环境的要求

本系统对其工作环境有一定的要求，为保证仪器能正常使用并达到设计的性能指标，用户在系统安装前，必须仔细对如下条件逐一确认：

3.1

一般环境要求，本系统是一套精密的光、机、电一体系统，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;避免使机箱长时间受阳光直晒, 以免使系统过快老化。扫描探针显微镜扫描器的核心是压电陶瓷管, 系统通过控制加在扫描器各电极的电压来实现三维运动, 电极间的电压差高达400V, 而电极间间隙较小, 且压电陶瓷材料受潮之后绝缘性能急剧降低, 因此, 应严格控制工作环境的湿度和温度, 最适宜的工作环境:

环境温度: 18 - 25°C

环境湿度: $\leq 30\%$ (相对湿度)

3.2

本系统在通电前, 用户务必确认系统安装现场的供电具有良好的地线。良好的接地不但可增强电气屏蔽的效果、增加系统的抗干扰能力, 降低信号噪音,

而且也是保证电气使用安全的必要条件。本系统由交流市电直接供电, 系统设计的运行供电电压为

AC220V, 允许偏差 $\pm 10\%$, 用户必须确保供电电压在允许偏差范围内, 否则, 应加装稳压电源。注意, 供电电压超出允许偏差范围将可能使系统不能正常运行甚至导致系统的损坏。用户还必须确认在本系统的安装现场附近, 没有与其共用电源的频繁开关的大功率或瞬间大电流的用电设备, 以确保防

止通过电源线耦合的电磁干扰。

3.3

仪器安装场地及附近没有强震动源、强声源扫描探针显微镜的样品和探针相对的空间定位精度直接决定了其分辨率，震动和声源将对其产生干扰而使定位精度下降，因此，没有强震动源、强声源仍然是安装场地应该具备的重要条件。

3.4

系统配备的探头声、光、电、磁屏蔽减震箱具有较好的抗干扰效能，但是，为使系统达到最佳状态，尤其是用户的具体应用领域对分辨率要求较高时，应将探头置于减震装置上。减震装置一般可采用光学气垫平台或弹簧减震架。



光学气垫平台示意图

第二章 XMU-BY-LG扫描电化学工作站

1 系统功能

XMU-BY-

LG扫描电化学工作站可用于原位监测电极表面微区电位、电流分布以及检测微观尺寸上的STM形貌分布。同时，开发和利用各种电位型离子选择性探针，还可以原位测试电极表面的离子或物种分布。

此外，基于XMU-BY-

LG扫描电化学工作站特有的定点测试功能，可自动地将扫描探针定位到感

感兴趣的区域, 进行局部位点多种电化学信息的跟踪测试, 比如电位随时间的变化测试、电位随X/Y/Z方向空间位置的变化测试、表面物质浓度分布变化的测试以及形貌变化的测试等。另外, 还可以通过与其它电化学仪器的联用, 进行控制电化学条件下多种方法的定点测试。

2 硬件组成

XMU-BY-LG扫描电化学工作站由4部分组成(图2-

1):扫描平台(包括扫描探头、扫描平台底座、扫描器、探针架和探针)、控制机箱、电机控制器、计算机控制系统。

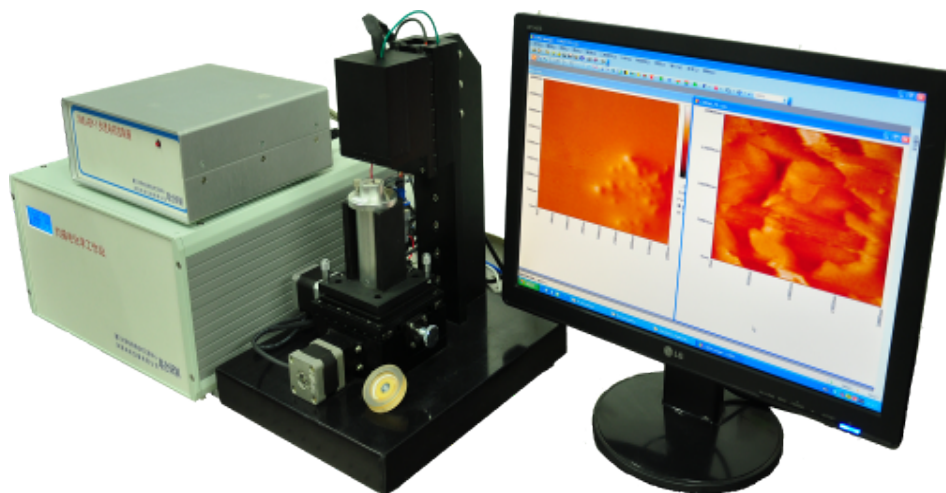


图2-1 XMU-BY-LG扫描电化学工作站样机照片

2.1 计算机控制系统

计算机控制系统包括:计算机工作站、计算机接口及计算机软件系统。

计算机工作站是一个标准的微机系统;计算机通过快速以太网(Fast

Ethernet)接口,与控制机箱连接起来,用户通过鼠标和键盘,在SPM Console在线控制软件中,实现对仪器的控制,扫描结果实时在计算机显示器输出。

2.2 XMU-BY-LG扫描电化学工作站控制机箱

控制机箱是XMU-BY-

LG扫描电化学工作站的主要电子控制系统。前面板(图2-

2)有液晶显示屏,用于监控系统状态;后面板(图2-

3)预留多通道模拟和数字信号输入/输出接口,充分满足用户未来应用和二次开发的需求。

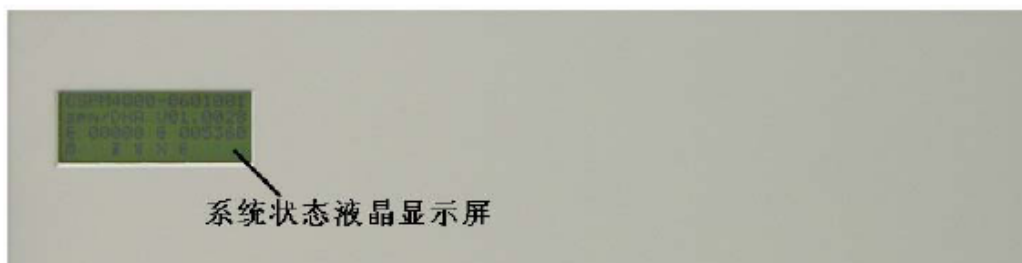
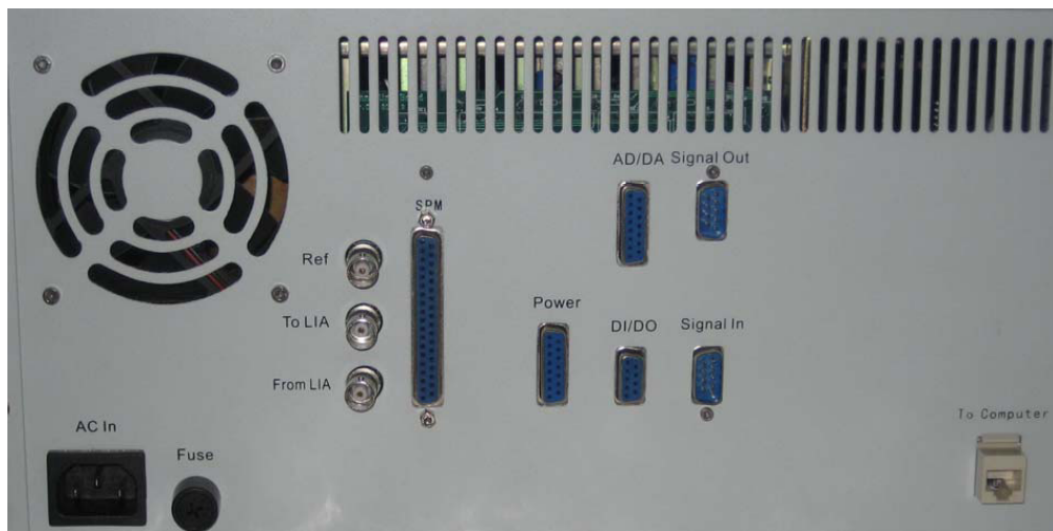


图2-2 控制机箱前面板



控制机箱后面板

以下是各接口的定义:

AC In	电源接口, 交流电源输入 (AC 220V/50Hz);		
FUSE	保险管座 (AC 250V/4A);		
SPM	探头连接接口, 与 SPM 相连;		
Power*	电源输出端口;	Ref [#]	参考信号输出;
AD/DA*	模拟信号输入/输出端口;	To LIA [#]	探针信号输出至锁相放大器;
DI/DO*	数字信号输入/输出端口;	From LIA [#]	从锁相放大器输入;
Signal Out*	仪器信号输出端口;		
Signal In*	外部信号输入端口;		
Ethernet	以太网接口, 通过交叉网线与控制计算机相连;		

图2-3 控制机箱后面板及各接口定义

2.3 XMU-BY-LG扫描电化学工作站扫描器

扫描的最大范围和分辨率取决于用户所选择的扫描器(图2-

4)。越长的扫描器可以提供越大的扫描范围。一般来说, 扫描范围越小的扫描器由于受音频段的噪音影响更小, 可以获得更高的扫描分辨率; 大扫描器提供更大的扫描范围, 但是扫描的分辨率会受到一定的限制。



图2-4 不同型号的扫描器

扫描器的核心部分是压电陶瓷管，根据所加的电压，它可以在X、Y、Z三个方向上独立的伸长或缩短。由于每一个压电陶瓷管的物理特性都不同，所以每一个扫描器都有特定的参数(伸缩系数和畸变校正参数)，这些参数已经随扫描器附上。

注意

1. 扫描器非常脆弱，极易损坏，请轻拿轻放，不允许摔落或重压；
2. 在使用扫描器前，必须将保护盖取下，使用后请将扫描器用保护盖盖好储存；
3. 如需运输扫描器，必须将保护盖盖好并使用减震缓冲材料进行包装；
4. 扫描器在潮湿环境中极易损坏，若使用损坏的扫描器，可能会导致主控机箱电路的损坏；
5. 扫描器必须储存在干燥密闭的环境中。建议用户将扫描器放置于干燥器或防潮密封盒中，并在密封容器中放入适当的硅胶防潮剂；
6. 在每次工作后，必须将扫描器从 SPM 探头底座中取出并放置在干燥密闭的环境中；

3 系统界面

整个软件界面大概可分为如下所示的8个区域(图2-5)。

A1: 菜单栏

A2: 系统参数设置窗口

A3: 二维信号实时显示窗口

A4: 图像缓冲区窗口

A5: 单行信号实时显示窗口

A6: 信号参数设置窗口

A7: 信号切换窗口

A8: 状态栏

菜单栏包括系统、功能、语言、视图及帮助五部分;系统参数设置窗口包括系统状态、控制、图形参数、工作模式、扫描参数设置和数据显示几个部分;二维信号实时显示窗口主要用于显示数据作图的结果;单行信号实时显示窗口主要用于实时的显示单行数据的变化;图像缓冲区窗口用于临时存放已经得到的数据图片;信号参数设置窗口主要用于调整波形参数的设置;信号切换窗口用于不同窗口之间的切换;状态栏用于显示仪器的工作状态。

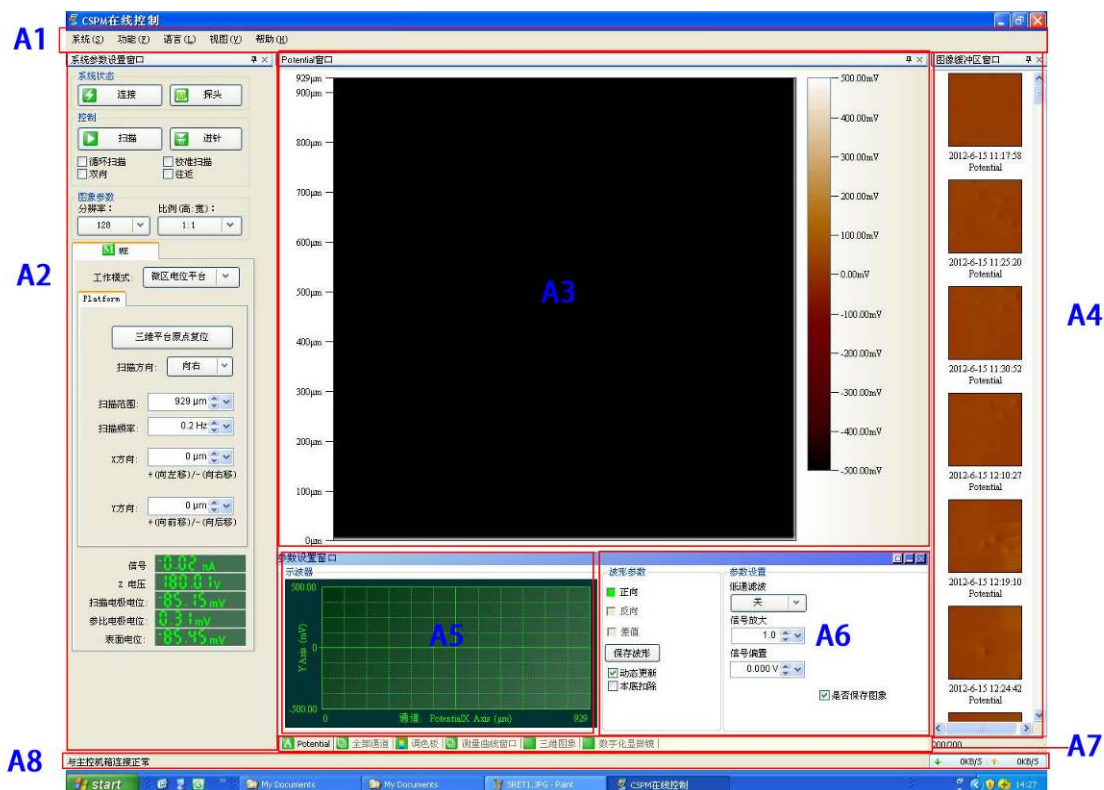


图2-5 XMU-BY-LG扫描电化学工作站系统界面

3.1 菜单命令

3.1.1 系统菜单

主要用于扫描仪器的系统设置，初始用仪器需要对仪器进行系统的设置，一般如果没有重大问题，系统设置不用改变。

➤ 选择网络驱动

设置软件的工作网络，通常情况下选择Winpcap(recommended);一般在开启软件的同时仪器会自动选择并连接;

➤ 控制机箱设置

显示仪器序列号，并进行检测(图2-6)；



图2-6 控制机箱设置对话框

➤ 扫描器设置

根据相应的扫描器型号设置扫描器的参数，一般不同的扫描器有不同的扫描的参数，但相应的扫描器有着固定的扫描参数(图2-7)；



图2-7扫描器设置对话框

➤ 畸变校正

一般探针在扫描的过程中会有一定的热漂移, 通过畸变校正可以减小其引起的扭曲(图2-8);

➤ 图像信息设置

对得到的图像进行命名及注释(图2-9);

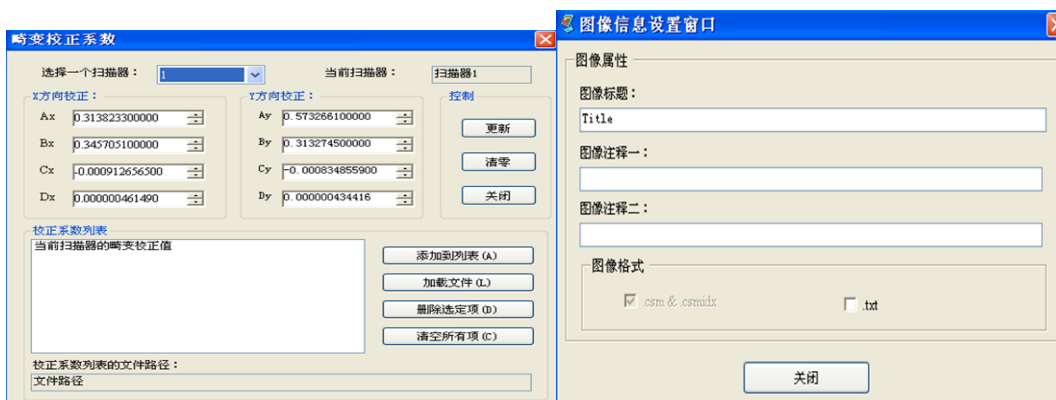


图2-8 畸变校正对话框

图2-9 图像信息设置对话框

➤ 平台设置

对电极电位系数、图像比例系数极化电位进行设置, 并可以设置工作电极的极化电位, 可以在设定的极化电位下进行扫描测量(图2-10);

➤ 任务计划

设置时间间隔, 进行间隔扫描, 即间隔一定的时间进行扫描, 在任务完成后要回到次对话框进行“停止任务”(图2-11);

➤ 退出系统

关闭Spm Console(CHS)软件;



图2-10 平台设置对话框

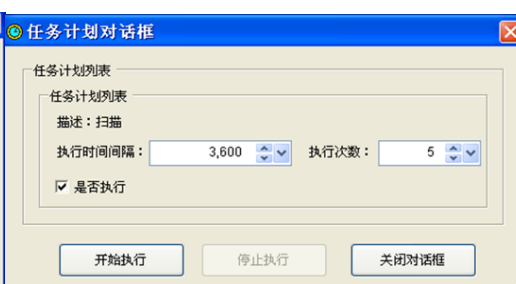


图2-11 任务计划对话框

3.1.2 功能菜单

主要包括系统软件的升级及控制平台的三维移动；

➤ 升级系统功能

如果软件开发出了新功能，可通过厂家提供的升级软件对系统的功能进行升级，增加系统的功能；

➤ 升级控制机箱软件

利用厂家提供的升级软件对控制机箱软件的升级(图2-12)；

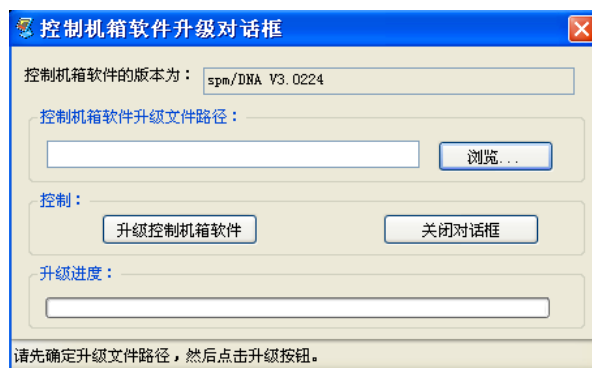


图2-12 控制机箱软件升级对话框

➤ 三维平台移动

用于精细的控制样品台的三维移动，可以通过控制XYZ轴移动的步数及方向实现样品台的移动(Z轴步长为50nm, X/Y轴步长为100nm)，也可以以一定的速度移动样品台(图2-13)；



图2-13 三维平台移动对话框

➤ 反馈参数整定

利用积分增益和比例增益反馈控制使系统较好的控制(图2-14)；

➤ 测试网络

对工作网络进行测试(图2-15)；

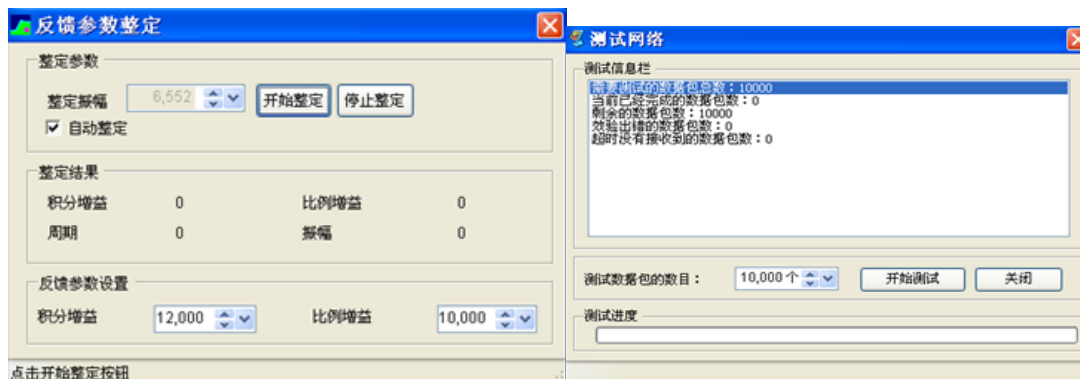


图2-14 反馈参数整定对话框

图2-15 测试网络对话框

3.1.3 语言菜单

设置软件的显示语言，包括简体中文、繁体中文和英文三种语言。

3.1.4 视图菜单

主要用于显示或隐藏操作界面中的子窗口，选择的窗口会显示在界面下方的信号切换窗口中(图2-16)。

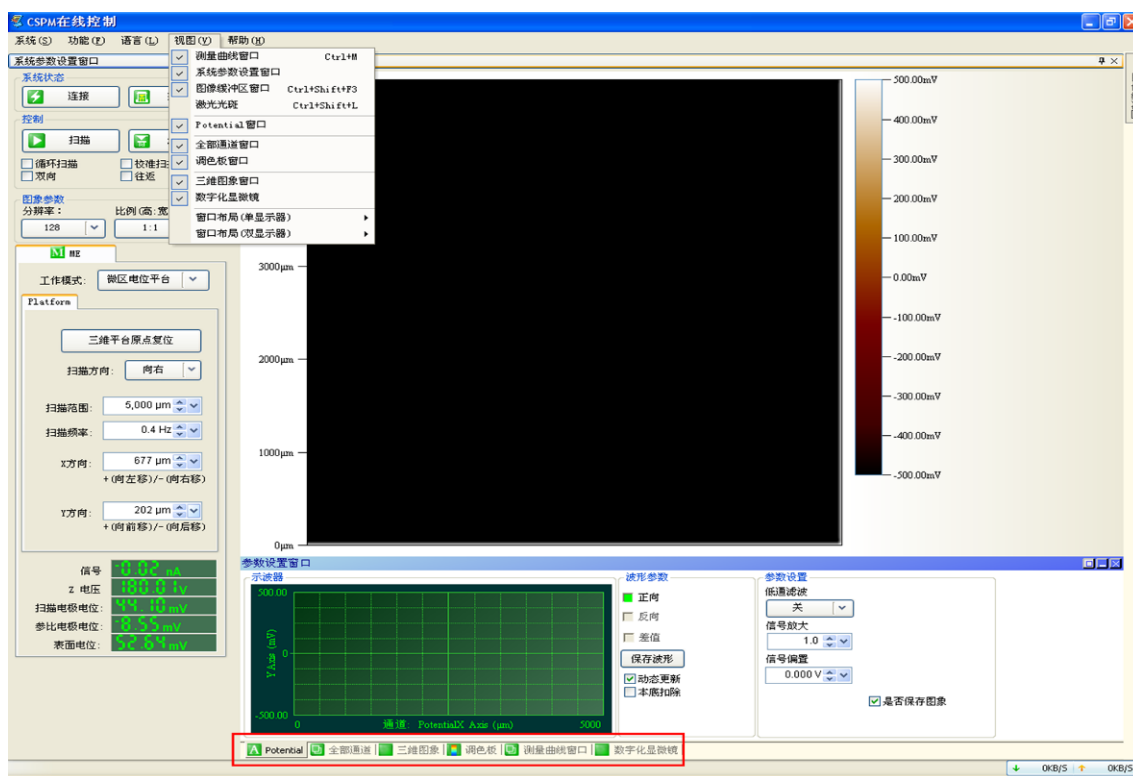


图2-16 视图菜单

3.1.5 帮助菜单

➤ 版本说明

打开对此版本的详细解说；

➤ 关于

打开关于窗口, 显示仪器版本、公司信息等(图2-17);



图2-17 关于CSPM在线控制软件对话框

3.2 系统参数设置窗口

➤ 系统状态

一般在开启软件的同时, 软件在初始化的过程中会自动连接主机;

➤ 控制

扫描快捷键()用于在进针完毕后进行扫描;进针快捷键()用于自动进针、退针、单步进/退针和水平调整, 单击进针快捷键时会出现如图2-18进针对话框;

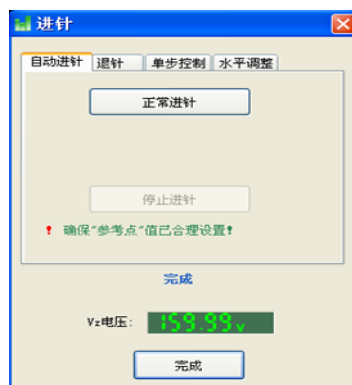


图2-18 进针对话框

- 循环扫描——

前一幅图扫描完毕之后，紧接着就进行下一次扫描；

- 双向——

在探针左右(前后)移动的过程中都采集数据，同时得到两幅图；

- 往返——前一幅图扫描完毕后，紧接着从后向前倒着扫描；

- 图形参数

- 分辨率——设置图片的分辨率，即采集的点数；

- 比例(高:宽)——设置图片的形状；

- 工作模式

包括微区电位平台、扫描隧道和微区电位-

扫描隧道三种工作模式，当工作模式变化后，相应的扫描参数也会变化；

- 扫描参数设置

- 扫描方向——设置微区扫描的扫描方向(向左/向右/向上/向下)；

- 扫描范围——设置扫描面积的大小；
- 扫描频率——

决定扫描的速度，指每秒扫描的行数，比如设置为0.8，则每秒扫描0.8行；
- X/Y方向——可以用于调整扫描的位置；
- 反馈控制——

用于设置扫描隧道模式中的反馈模式(对数/线性)，一般选择对数模式；
- 扫描角度——

用于设置扫描隧道模式中的扫描方向，可通过调整扫描角度得到较理想的图像；
- 偏压——

可通过调整偏压设置初始的信号值，避免信号值太大不能进针；
- 参考点——

为了得到良好的扫描图像，系统必须能够精确的控制探针一样品之间的相互作用。通过电子反馈控制电路，系统控制压电陶瓷管Z

方向的伸缩，使探针一样品之间的相互作用力等于用户所设定

的参考点, (不同的工作模式下, 探针一样品之间的相互作用不同, 参考点的意义也不同,)从而保护探针不与样品发生碰撞, 并通过记录加在压电陶瓷管Z方向的电压得到样品的表面形貌。用户设置参考点来维持反馈电路工作。参考点即反馈电路要维持恒定的探针一样品的相互作用的大小;

- 比例增益——

反馈电路每隔一段时间, 计算实际的探针一样品作用力与设置的参考点之间的误差。比例增益控制对这个误差进行补偿的快慢程度, 比例增益越大则反馈越灵敏。只使用比例增益不能完全使反馈电路稳定工作于用户所设定的参考点上, 系统总会存在一定的误差, 所以系统只能接近而不能达到所设定的参考点;

- 积分增益——

积分增益用于补偿累积的系统误差。在系统中, 若只单独使用比例增益, 则系统总会存在误差。所以, 系统需要知道, 在一段时间间隔内, 探针一样品之间的作用与参考点之间的总误差量是增加的还是减少的。积分增益的作用就是补偿这一段时间内的总累积的系统误差。积分增益越大则反馈越灵敏;

- 参考增益——

对大部分的样品而言，每行扫描得到的形貌数据与上一行总是连续的。所以系统引入参考增益这一参数，通过记录上一行得到的数据，预测当前扫描行的形貌数据。由于样品形貌变化的连续性，参考增益对扫描形貌有规律性或者是周期性的样品，例如光栅，更为有效。

➤ 数据显示

- 信号——

显示的为隧道电流的值，在扫描隧道模式中，隧道电流值随着针尖距工作电极表面的距离而变化，压电陶瓷通过电压调节工作电极表面距针尖的距离使其保持不变，通过记录电压调节值得到表面形貌；

- Z电压——压电陶瓷上的所加的电压，变化范围为-

180~+180V,在扫描隧道模式中Z电压随着针尖距电极表面距离的调整而变化，在微区电位平台模式中是恒高模式，压电陶瓷上所加的电压一定，故其显示值不变；

- 扫描电极电位——扫描探针针尖处的电压；

- 参比电极电位——参比探针针尖处的电压；

- 表面电位——

扫描探针针尖处电压与参比探针针尖处电压的差值；

3.3 二维信号实时显示窗口

将采集的数据以图像的形式表示，图像中颜色的深浅表示表面电位的大小；

3.4 图像缓冲区

用于暂时存放扫描完成得到的图像，建议扫描完毕后将图片保存在目标目录下；

3.5 参数设置窗口

- 示波器

用于实时的显示一行数据的变化；

- 波形参数

- 正向——

选择时，显示信号波形；取消选择时，示波器不会显示波形；

- 保存波形——保存正在显示的波形，单击时会弹出保存对话框；

- 动态更新——

选择时波形会随着扫描的进行动态地显示每一行的波形变化；

取消选择时，波形显示会停止在取消时的时刻；

- 本底扣除——

在微区扫描时, 由于表面电位比较大, 选择时会显示扣除掉基底
的电位变化; 取消选择时一般需要加信号偏置电压才能显示图
形, 故一般扫描微区电位时会选择本地扣除;

- 曲面校正——

在隧道扫描时由于外界各种因素的影响可能会造成数据的跳跃
，一般讲曲面校正选择为0-3级, 可减弱数据跳跃的影响;

➤ 参数设置

- 低通滤波——用于消除噪音的影响;

- 信号放大——

根据扫描得到的图像显示调整放大倍数, 使数据在显示范围内
达到最优, 一般微区扫描放大倍数设为100倍;

- 信号偏置——

根据表面电位设置信号偏置使信号值在显示的范围内;

- 伸缩范围——

一般在扫描隧道模式中取消自动调整收缩, 将收缩范围调为360
V;

- 是否保存图像——

选择时会自动将扫描完的图像保存在图像缓存区, 不选择时扫

描完毕需要手动将图形保存;

3.6 信号切换窗口

用于显示多个窗口, 显示的窗口可在视图菜单中选择;

3.7 状态栏

用于显示系统的工作状态;

第三章 方法介绍

1 扫描隧道显微镜

1)将工作电极固定电解池中,并通过水平器将样品调平及探针安装好后(将探针调至需要扫描的区域中心),依次打开控制机箱和主机,进入软件工作界面;打开工作界面后,软件会自动与主控机箱连接,若连接正常,工作界面下方会显示“与主控机箱连接正常”;若不正常则需要重新启动主控机箱(图3-1);

2)系统参数设置窗口将工作模式选为“扫描隧道”,并选择合适的分辨率,最下面信号显示窗口中“信号”显示值在0nA附近,Z电压为180.00V,如图3-1所示;如果此时“信号”显示的绝对值较大,比如超过1nA,则可能是因为周围存在干扰,检查探针固定出的金属盒盖是否关上,若关上则通过调整扫描参数窗口中的“偏压”值使其信号较小;

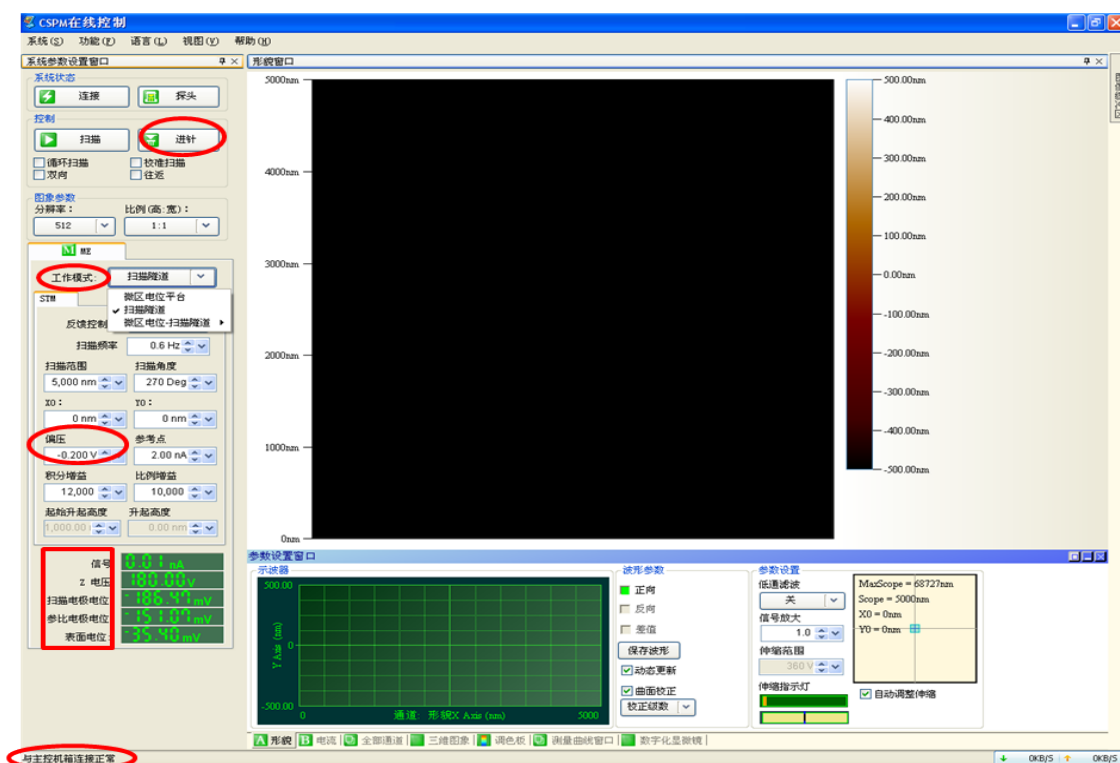


图3-1 工作模式的选择

3) 先利用主控机箱使针尖逼近电极表面，选择“系统参数设置窗口”中的进针键( 进针)，会出现“进针窗口”(图3-2左一)；单击“自动进针”窗口中的“正常进针”，则探针会自动进针；若进针未完成将会弹出提醒窗口(图3-2左二)，当进针结束后，窗口中显示的 V_z 电压会在小于180.00V处波动(图3-2左三)；将窗口切换至“单步控制”(图3-2左四)，单击“单步前进”直到显示电压处于50V左右时，单击“完成”。

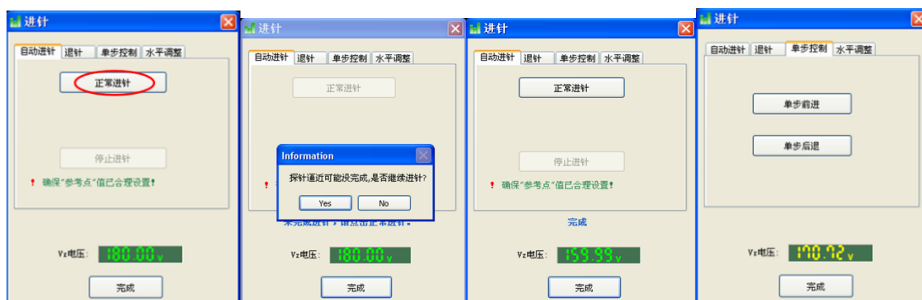


图3-2 进针窗口

4) 进针完成后, 在扫描参数设置窗口(图3-

3) 中设置需要的参数, 如扫描范围、扫描频率(是指每秒扫描的行数, 比如设置为0.8则每秒扫描0.8行)等;

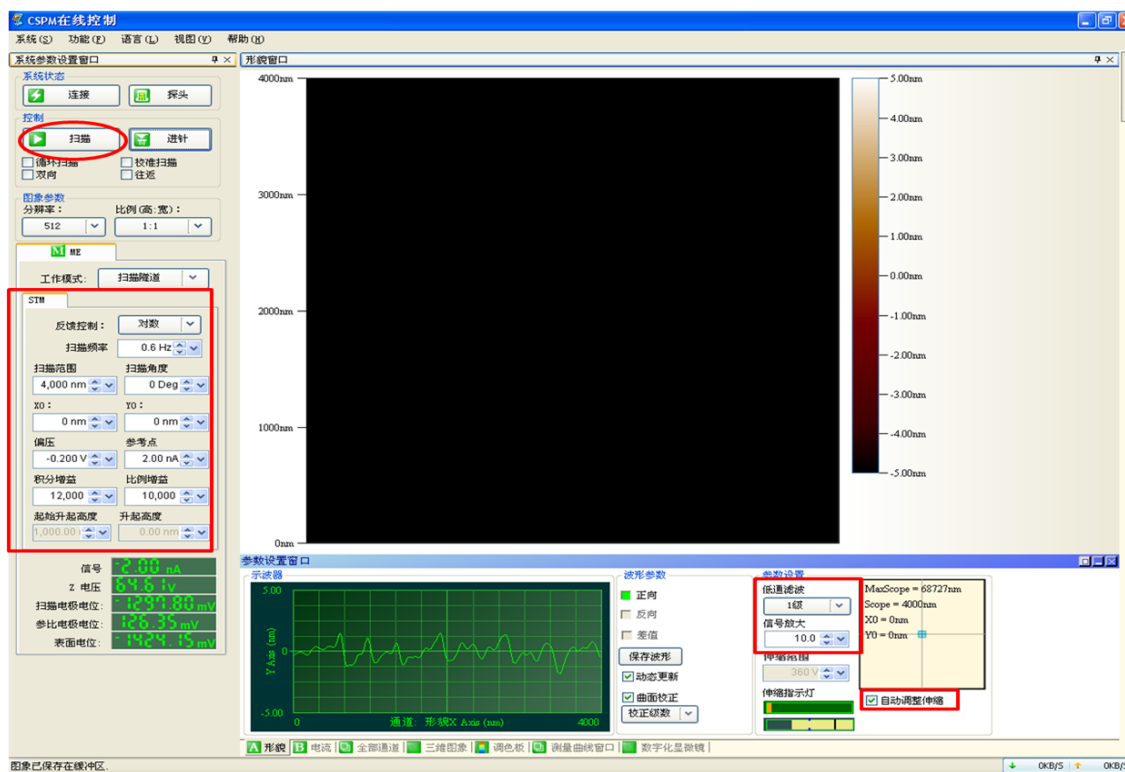


图3-3 扫描参数设定

5) 点击系统参数设置窗口中的“扫描”( 扫描), 开始扫描; 扫描过程中根据信号的大小适当的调整信号参数设置窗口中的“低通滤波”和“信号放大”(图3-3), 以获得清晰细节可见的形貌图;

6) 扫描完毕后, 点击进针键( 进针), 选择退针页面(图3-4), 点击退针(2mm或者5mm);

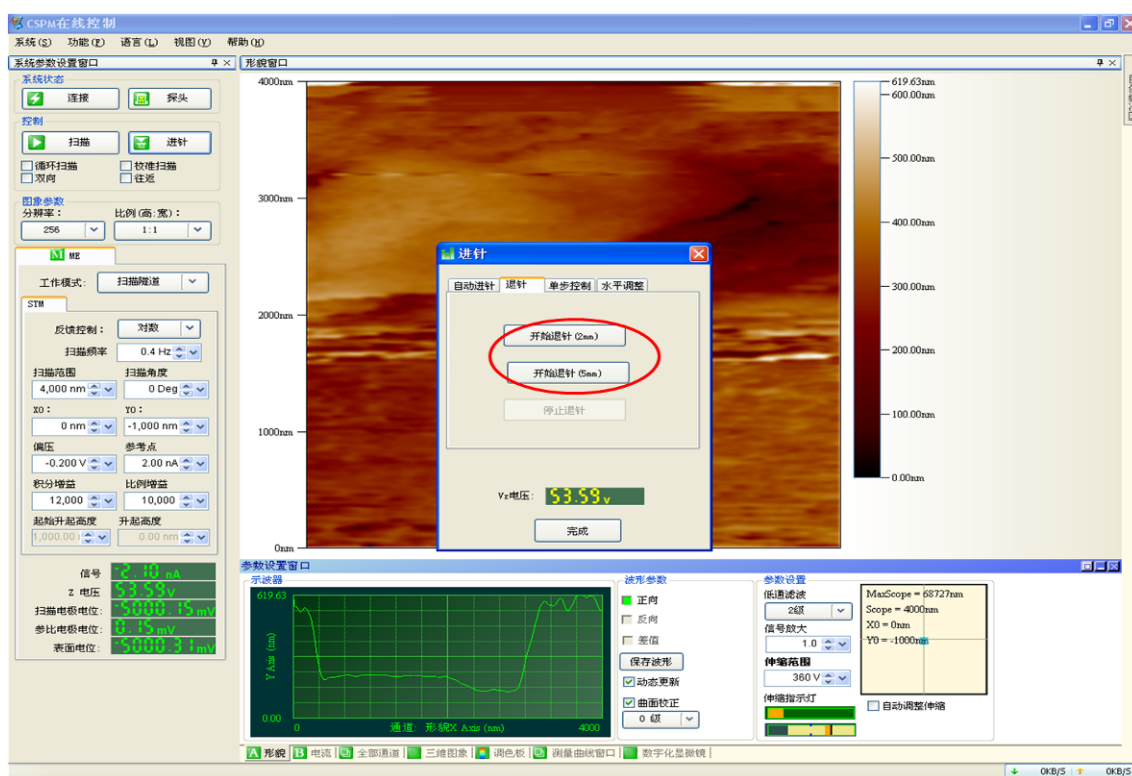


图3-4 退针界面

7) 取下探针和工作电极, 依次关闭工作软件、控制箱和主机。

2 微区电位分布测试

微区电位分布测试需要精确固定探针与样品之间的距离, 为了实现探针与样品之间距离的自动精确控制, 在XMU-BY扫描电化学工作站中采用STM辅助自动进针的模式, 所以前两步与上述扫描隧道显微镜的步骤一致, 即通过隧道电流的控制将探针自动逼近到样品表面。

1) 请参考方法1中的(1)(2)两步;

2) “自动进针”至电压小于180V时即可完成进针, 不必进行“单步进针”; 退回工作页面后, 将工作模式调回“微区电位平台”, 选择“功能”菜单——“三维平台移动”(图3-5), 将平台向上移动100-1000步(每步50nm), 完成之后关闭对话框(图3-6);

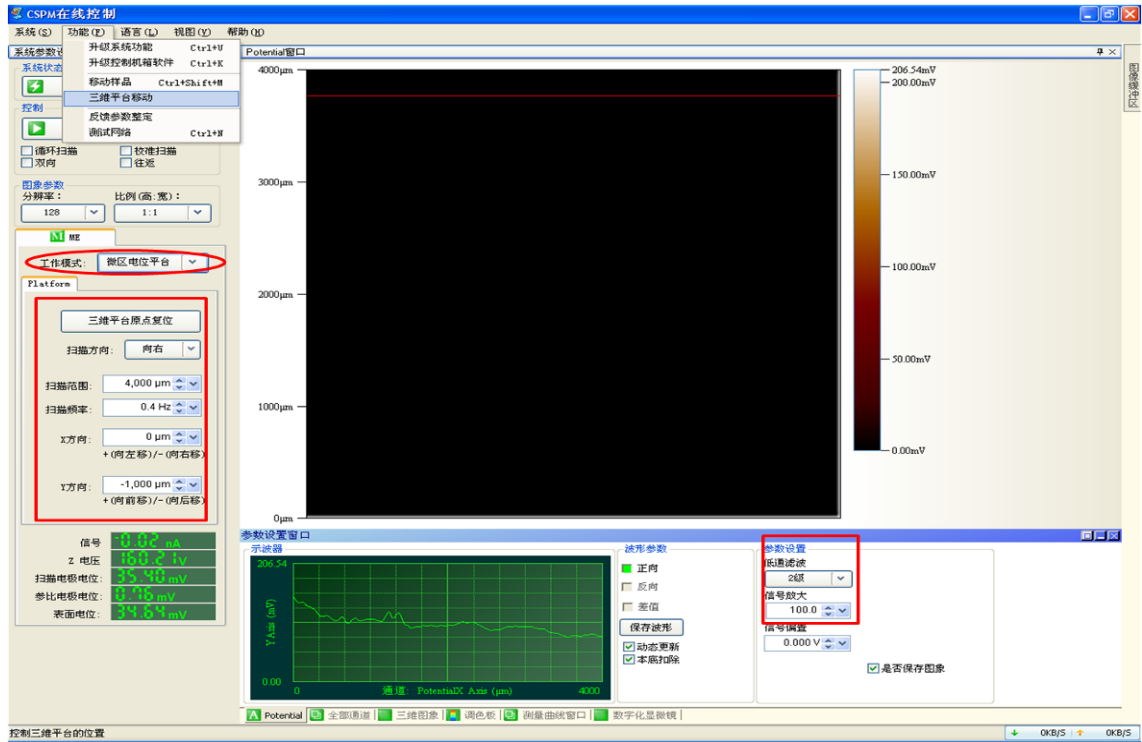


图3-5 微区电位扫描界面

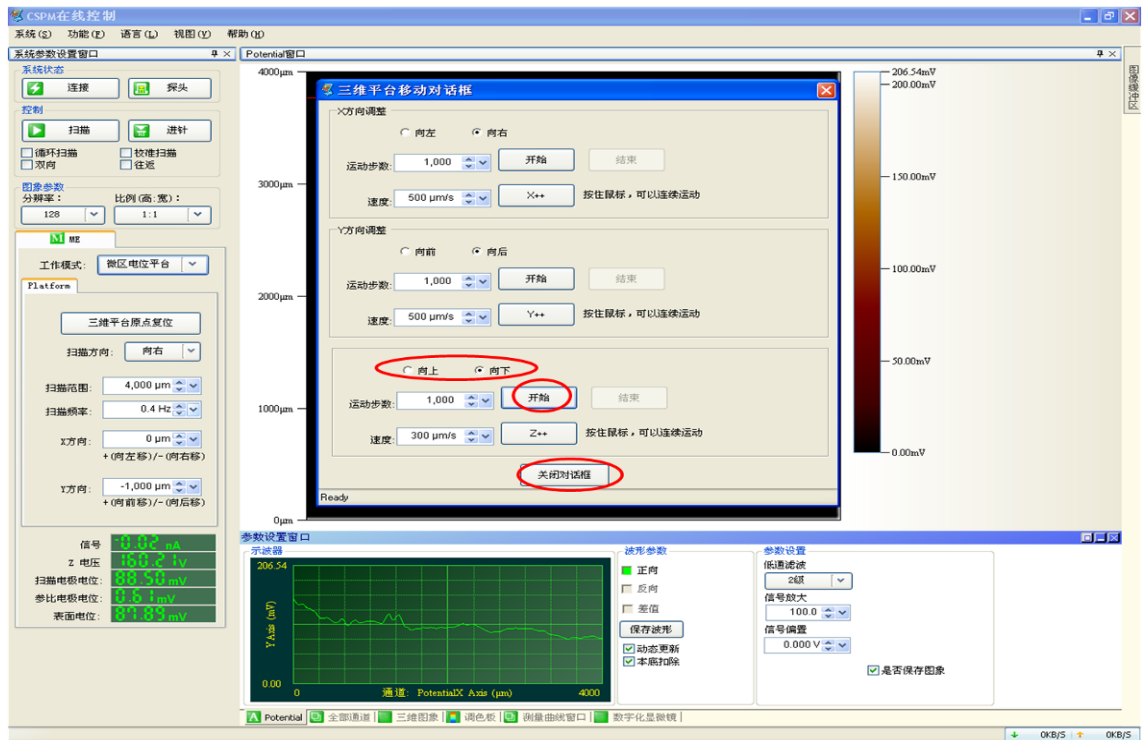


图3-6 三维平台移动

3)在系统设置窗口设置扫描参数,如扫描方向、扫描范围、扫描频率等;

4)如果样品在测试环境中的局部腐蚀较明显,局部区域电位差异性较大,且扫描电极和参比电极的信号稳定,则可以把“本底扣除”单选框前面的勾选去掉,否则最好选择“本底扣除”并将信号参数设置窗口中的信号放大调为100倍;

5)利用针筒将测试溶液注入电解池,马上开始扫描;

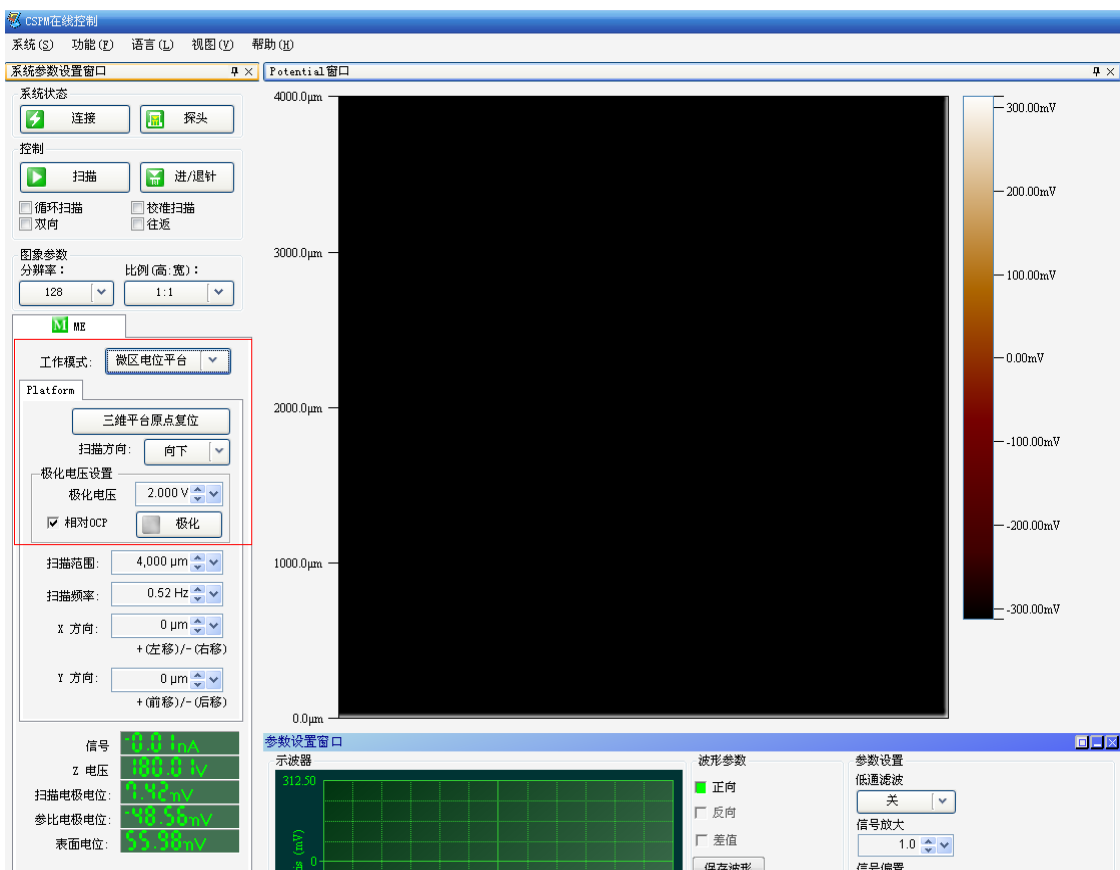
6)可对电极表面选定区域进行连续跟踪扫描测量;

7)测量扫描完毕后,点击进针键() ,选择退针页面,点击退针(2mm或者5mm);

8)取下探针和工作电极,依次关闭工作软件、控制箱和主机。

☆微区极化功能

微区电位扫描之前可选择是否使用极化功能,可添加极化电压为(-2V~2V)。如下图所示:



1)

确认所使用样品槽上有铂圈电极，扫描前将铂丝电极与平台对电极相接。

其余接线与微区电位测试时的一致。

2) 每次极化扫描之前或更换极化电压请按如下操作，打开极化按钮（

极化电压 2.000 V，不选取相对OCP（☐ 相对OCP），将极化电压设置为0进行调零

，然后勾选上相对OCP（☒ 相对OCP），设置所需要的极化电压，确认即可。

3) 不需要极化电压时，可设置为0或者将铂丝电极与对电极断开。

3 微区电位分布/扫描隧道显微镜联用测试

微区电位分布/扫描隧道显微镜联用测试主要应用于电极表面局部电化
学行为与电极表面微观形貌的关联性研究。其测试要点是先通过微区电位
分布测试,获得电极表面的电势分布信息,然后再选择感兴趣的位置进行
原位STM形貌的变化研究(反之亦然)。在测试过程中,两种测试模式运用同
一只Pt-

Ir扫描探针,该扫描探针既可满足微区电位分布测试的需要又可满足溶液环
境中STM测试的要求。本方法主要分为三个阶段:(1)微区电位分布测试;(2)
将探针定位到感兴趣的区域;(3)STM形貌测试。

1) 微区电位分布测试步骤请参考上述方法2;

2) 将探针定位到感兴趣的区域:(a)利用微区电位扫描得到腐蚀电位图
后,打开“测量曲线窗口”,“曲线类型”选择“距离(电机)电位”,“测量模式”选
择“定位点”;(b)已经得到的图中选择需要扫描形貌的点(鼠标双击确定点的
位置),通过图形显示区右侧的按键可以清除已经选择的点,也可以通过“点
信息”得到定位点的信息(图3-7);(c)

定位点选择好后,点击系统参数设置窗口中的“扫描”(),当扫描到所选
择的位置时会自动停止扫描(图3-8);

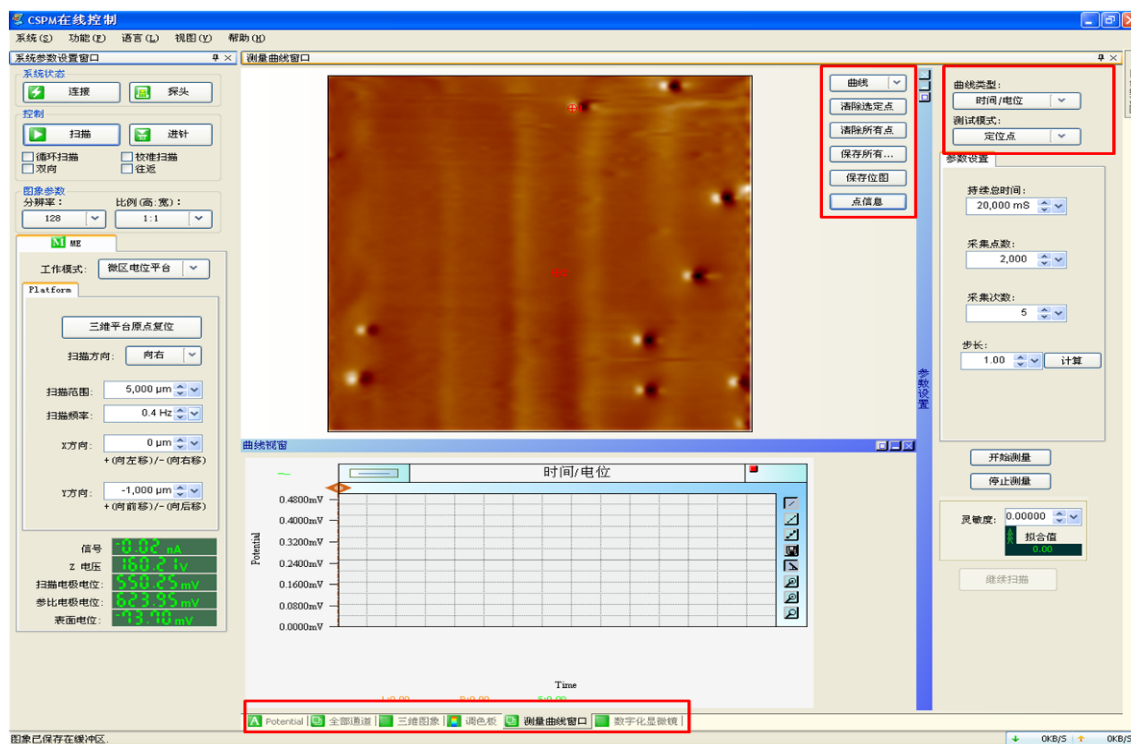


图3-7 定位点扫描

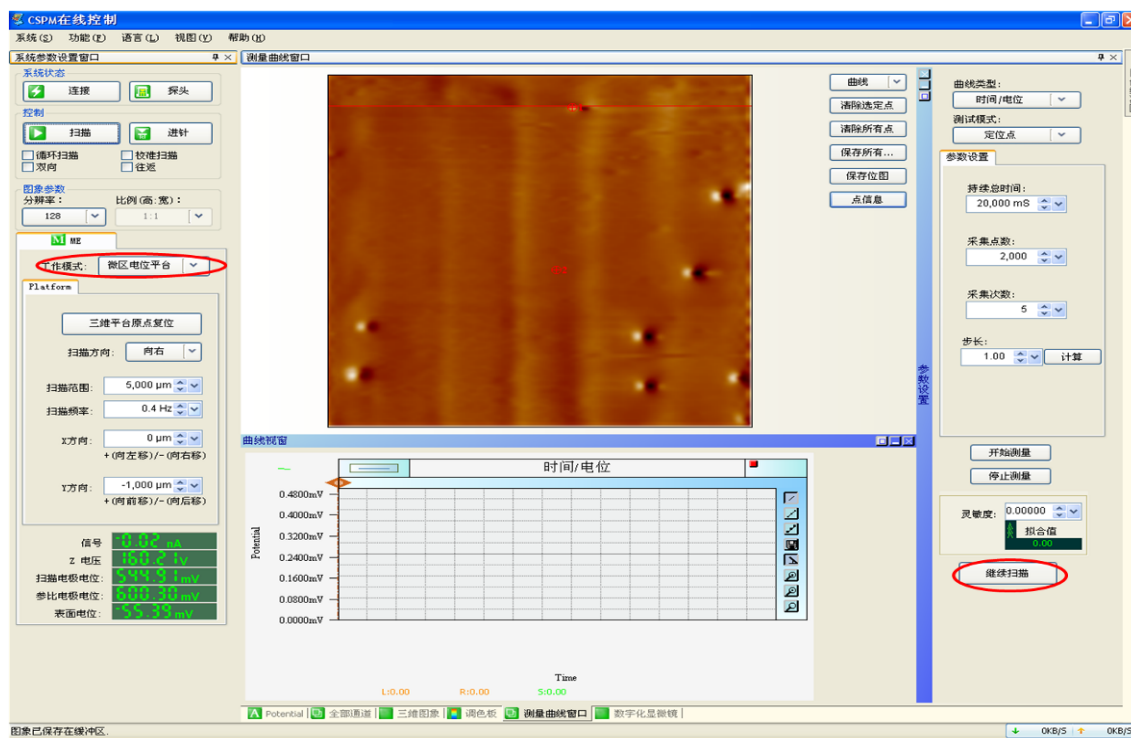


图3-8 微区扫描与隧道扫描切换

3) 扫描隧道显微镜测试: 上述步骤完成后, 将扫描模式变换为扫描隧道, 进针至显示电位值为50V之间(注意如果探针包封的不良, 变换扫描模式之后电位显示值会变为-

180.00V, 此时不能进行STM扫描), 设置扫描参数(如扫描范围等)(图3-

9), 详细的参数说明请参考第二章;

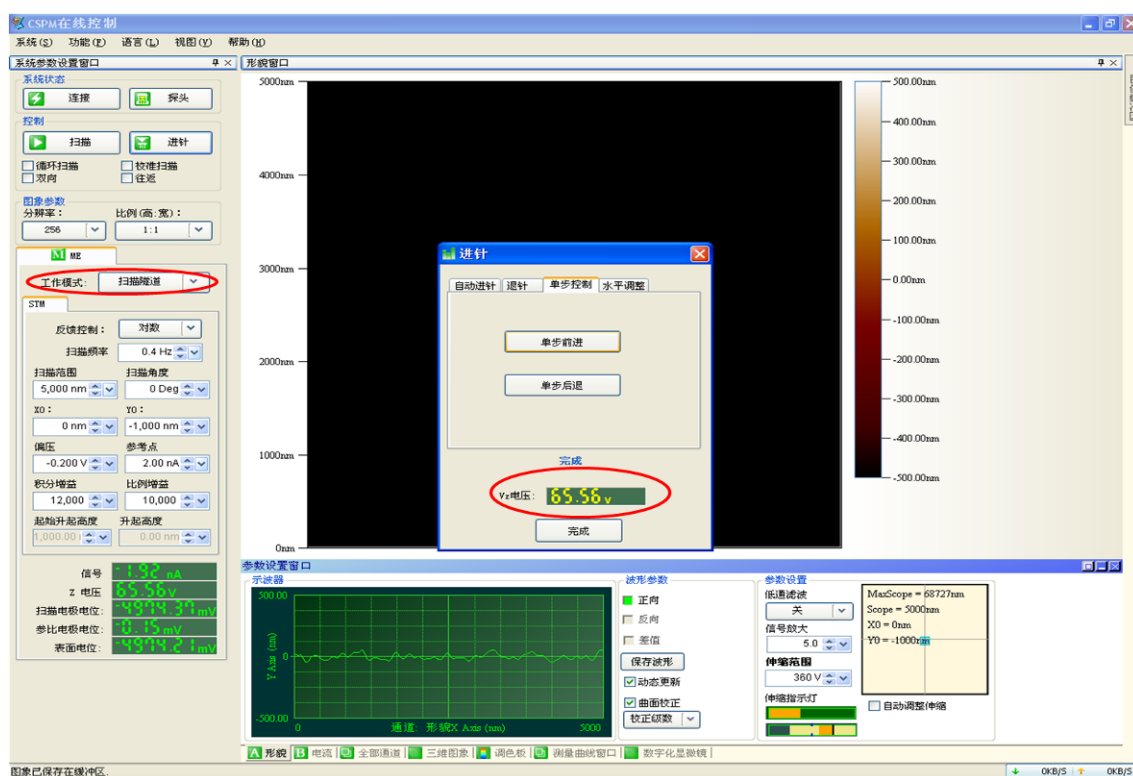


图3-9 扫描模式切换至扫描隧道后进针

4) 当STM形貌扫描测试结束后, 如果还要继续测试电极表面的电位分布, 还可将扫描模式变换回“微区电位扫描”(图3-10), 选择“功能”菜单——“三维平台移动”, 将平台向上移动100-

1000步，完成之后关闭对话框；选择“测量曲线窗口”，点击界面右下方的“继续扫描”（图3-11），电位分布测试将接着从定位点之后开始继续扫描；

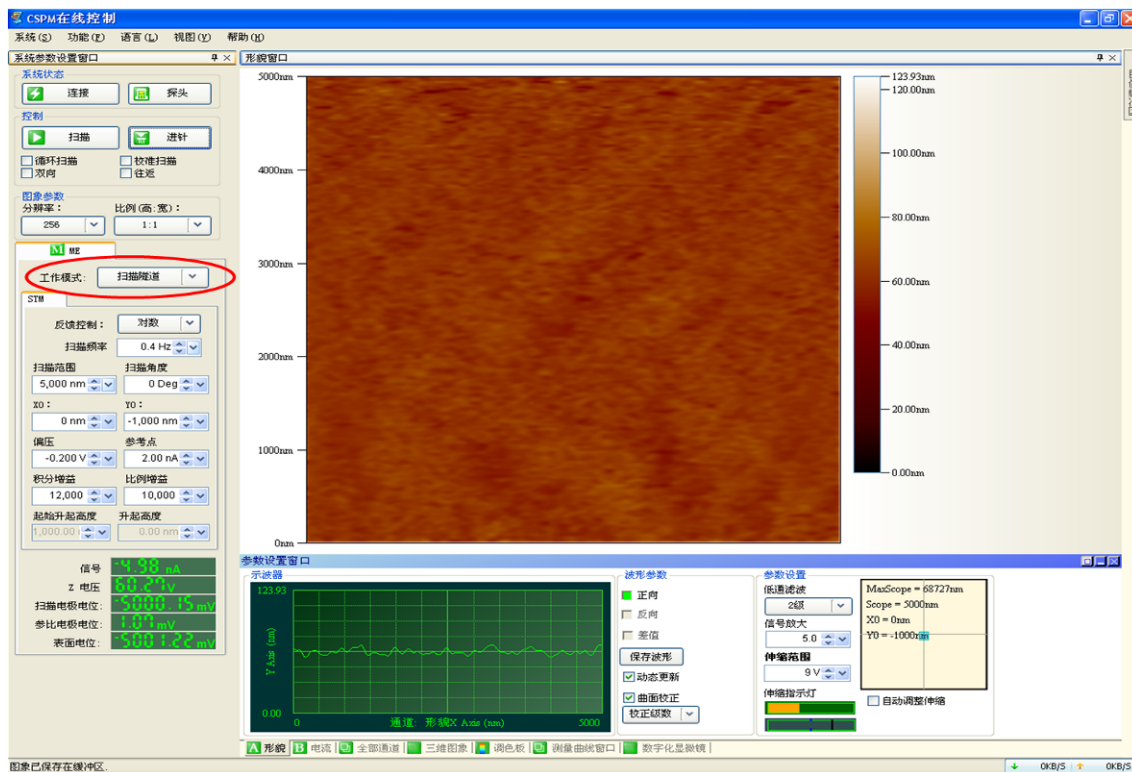


图3-10 扫描模式切换

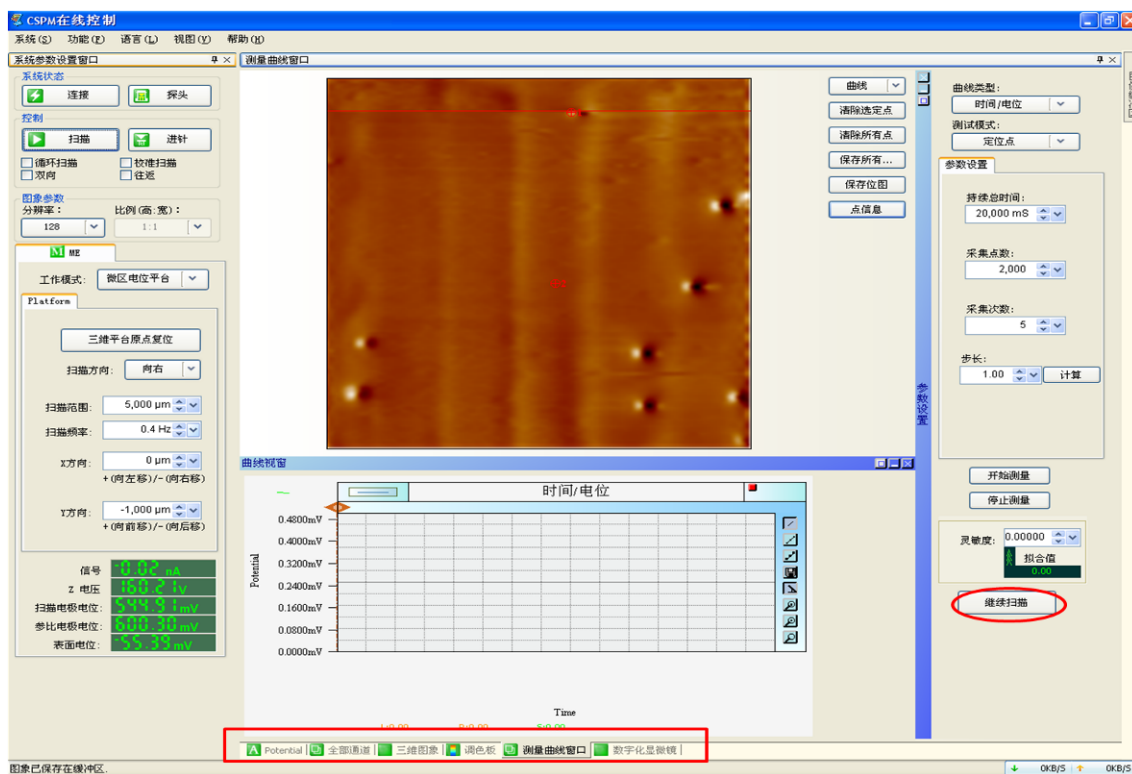


图3-11 继续扫描微区电位分布

5) 当选择多个感兴趣区域进行电位测试，测量系统扫描至下一个定位点时也同样会停止扫描，等待用户继续完成如上所述的形貌扫描，如此循环直至所选的定位点全部测试完成(在切换的同时注意进/退针及扫描参数的改变)；

6) 扫描测试完成后，点击进针键( 进针)，选择退针页面，点击退针(2 mm或者5mm)；

7) 取下探针和工作电极，依次关闭工作软件、控制箱和主机。

4 定位点一维电位分布测试

定位点一维方向(X/Y/Z)电位分布的测试有利于快速了解特定定位点电位分布和界面结构,有利于获得局部点位置多方位的电化学信息,通过监测特定腐蚀位点一维方向上的电位分布变化,可极大提高实验效率和时间分辨率,如测量电极表面特定定位点Z方向上的电位分布,还有助于分析腐蚀电极不同位置的界面双电层结构。测试过程主要可分为三个阶段:(1)微区电位分布测试、(2)将探针定位到感兴趣的区域、(3)一维电位分布测试。具体步骤如下:

1)利用微区电位扫描得到特定区域腐蚀电位图后,打开“测量曲线窗口”,“测量模式”选择“定位点”,“曲线类型”选择“距离(压电陶瓷)/电位”,在已经测的腐蚀电位图中选择需要测试的位点(鼠标双击确定点的位置)(图3-12);

2)定位点选择好后,开始扫描,当扫描到定位点的位置时会停止扫描,如果要得到定位点X(Y)轴线扫描的电位信息,则将“曲线类型”选择为“距离(电机)/电位-X(Y)”(图3-13);如果将“曲线类型”选择为“距离(电机)/电位-Z”,则需要先适当的进针(图3-14);

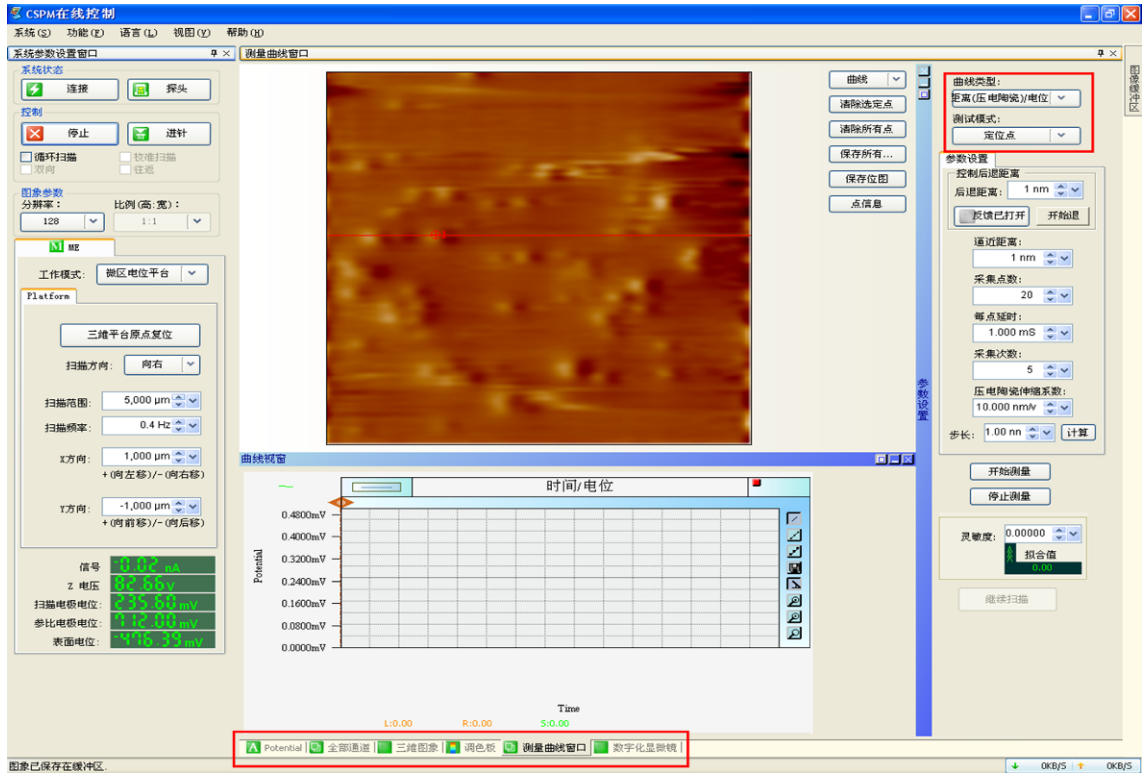


图3-12 定位点的确定

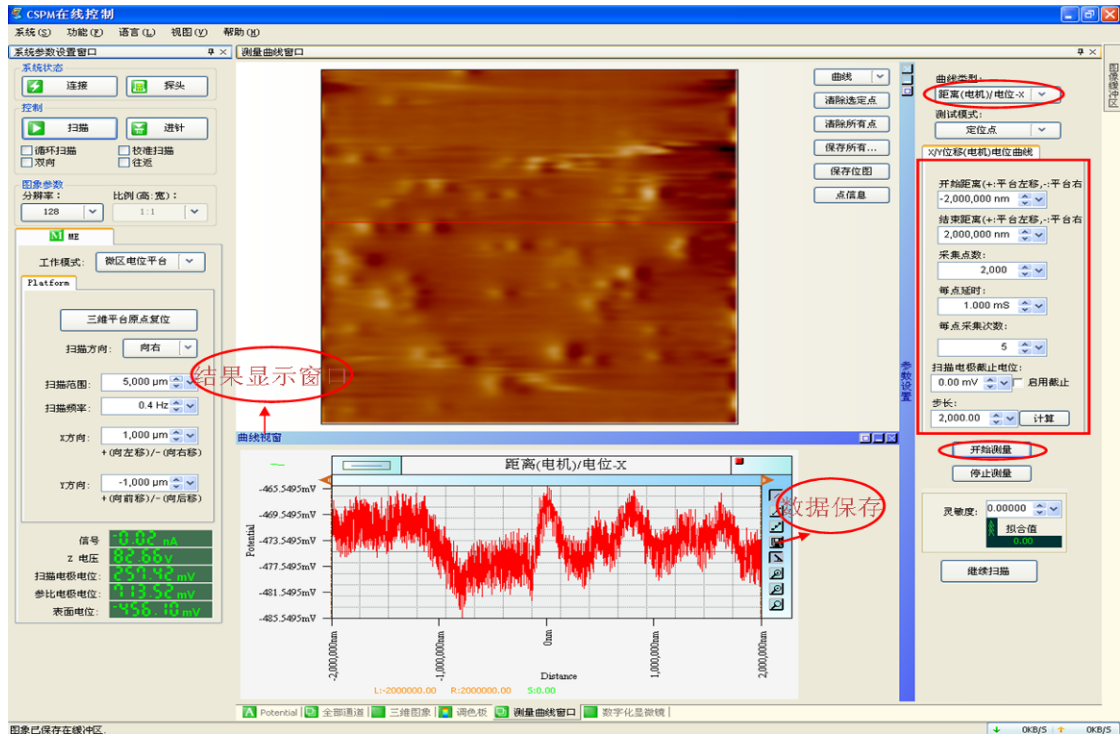


图3-13 X轴电位测试

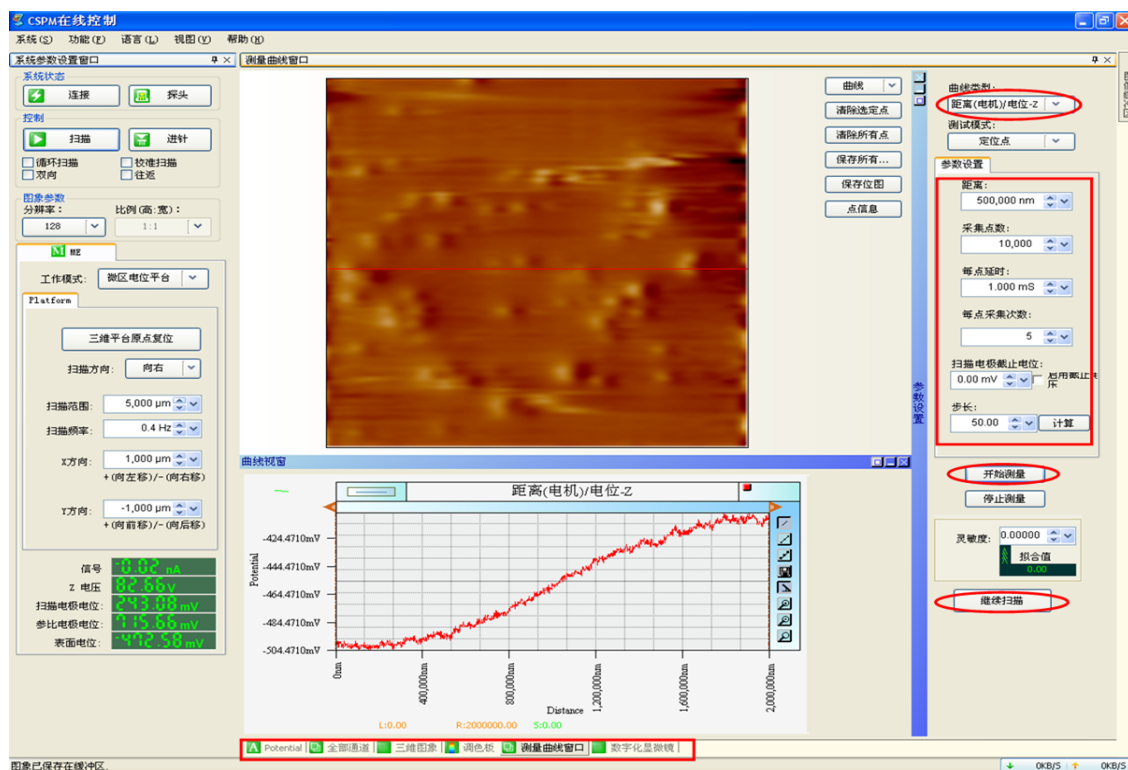


图3-14 Z轴电位测试

3) 在“X/Y位移(电机)电位曲线”窗口中设置扫描参数, 如开始距离、结束距离、采集点数等; 参数设置完后, 点击计算(**计算**), 调整扫描参数, 最好使步长大于50nm;

4) 参数设置好后, 开始测量(**开始测量**), 测量完毕后, 测量的结果会显示在“曲线视窗”窗口; 结果可通过显示窗口右侧的保存键保存;

5) 点位点附近信息测量完毕后, 将曲线类型调回“距离(压电陶瓷)/电位”, 点击“继续扫描”键(**继续扫描**);

6) 扫描完毕后, 退针(2mm或5mm), 取下探针和工作电极, 依次关闭工作软件、控制箱和主机。

5. 微区电流分布测试

微区电流分布测试同样需要精确固定探针和样品之间的距离, 为了实现探针自动精确控制, 在XMU-BY 扫描电化学工作站中采用STM 辅助自动进针的模式, 所以前两步与上述扫描隧道显微镜的步骤一致, 即通过隧道电流控制将探针自动逼近到样品表面。

电流探针的测试原理为: 当两根相互分立、其尖端具有一定高度差($L \sim 500\mu\text{m}$)的微电极固定一起, 并使尖端足够靠近样品表面通过测量双电极尖端间的电位差可获得局部位点的电压降 ΔV 基于双电极探针的扫描, 可检测电极表面垂直分量上的腐蚀电流分布($i = \Delta V / \rho L$, ρ 为溶液电阻率)。一般在腐蚀点中心位置, 其垂直分量上的电流最大, 则流过双电极尖端间电流形成的电压降也最大, 即对应于微区电流密度分布上的峰值位置, 所以应用电流探针能得到比电位探针更灵敏的局部腐蚀信号。

1) 请参考方法1中的(1)(2)两步(注: 电流探针有长短两根接线, 其中较长的接线对应于较靠下的针尖, 即为扫描探针; 较短的接线对应为稍靠上的针尖, 即为参比探针);

2) 在“扫描隧道”工作模式下, “自动进针”至电压小于180V时即可完成进针, 不必进行“单步进针”; 退回工作页面后, 将工作模式调回“微区电流平台”, 输入溶液电阻值(一般估算), 回车, 关闭对话框。(图3-15)

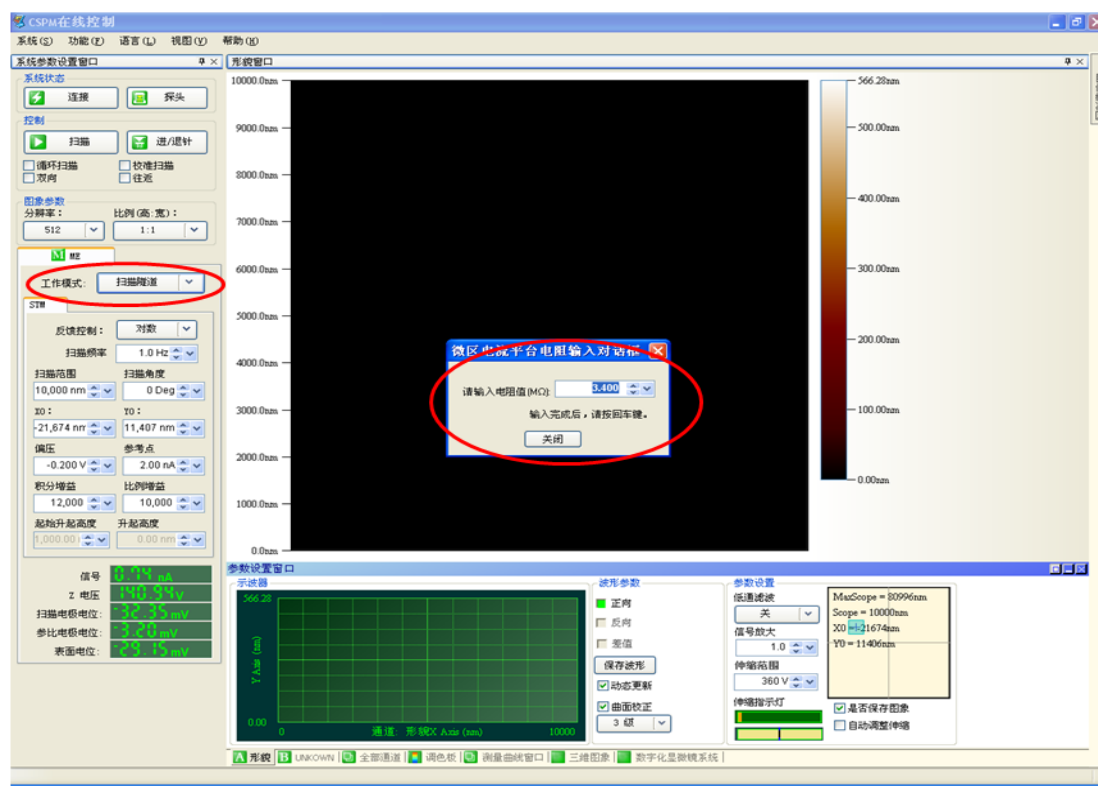


图3-15 微区电流扫描界面

3) 选择“功能”菜单——“三维平台移动”，将平台向上移动100-1000步（每步50nm），完成之后关闭对话框。（图3-16）

图3-16 三维平台移动

- 4) 在系统设置窗口中设置扫描参数, 如扫描方向、扫描范围、扫描频率等;
- 5) 一般最好选择“本底扣除”并将信号参数设置窗口中的信号放大调为100-200倍;
- 6) 向电解槽注入测试溶液, 开始扫描;
- 7) 测试完毕后, 点击进/退针键, 选择退针页面, 点击退针;
- 8) 取下电流探针, 依次关闭工作软件、控制箱和主机。

6. 微区氯离子分布测试

微区氯离子分布测试与其他测试一样需要精确固定探针和样品之间的距离, 为了实现探针自动精确控制, 在XMU-BY

扫描电化学工作站中采用STM

辅助自动进针的模式, 所以前两步与上述扫描隧道显微镜的步骤一致, 即通过隧道电流控制将探针自动逼近到样品表面。

氯离子探针的测试原理为: 使用可敏感隧道电流的Pt微探针和可敏感氯离子浓度的Ag/AgCl微电极, 其中Pt微探针具有三重功能: (a) 敏感隧道电流, 精确调控探针尖端与样品表面距离; (b) 原位测量表面STM图像; (c) 作为Ag/AgCl微电极的参考电极, 精确测量表面微区氯离子浓度二维分布。

1) 请参考方法1中的(1)(2)两步(注: 氯离子探针有长短三根接线, 其中较长的黄色接线对应于较靠下的针尖, 即为扫描Pt微探针; 蓝色的接线为扫描Ag/AgCl微探针; 较短的黄色接线为参比Pt微探针。

2) 在“扫描隧道”工作模式下, 将扫描探针接线与Pt微探针相连, 即与较长的黄色接线相连。“自动进针”至电压小于180V时即可完成进针, 不必进行“单步进针”; 退回工作页面后, 将工作模式调回“氯离子浓度分布”。

输入探针对应的斜率和截距值, 回车, 关闭对话框。(图3-17)

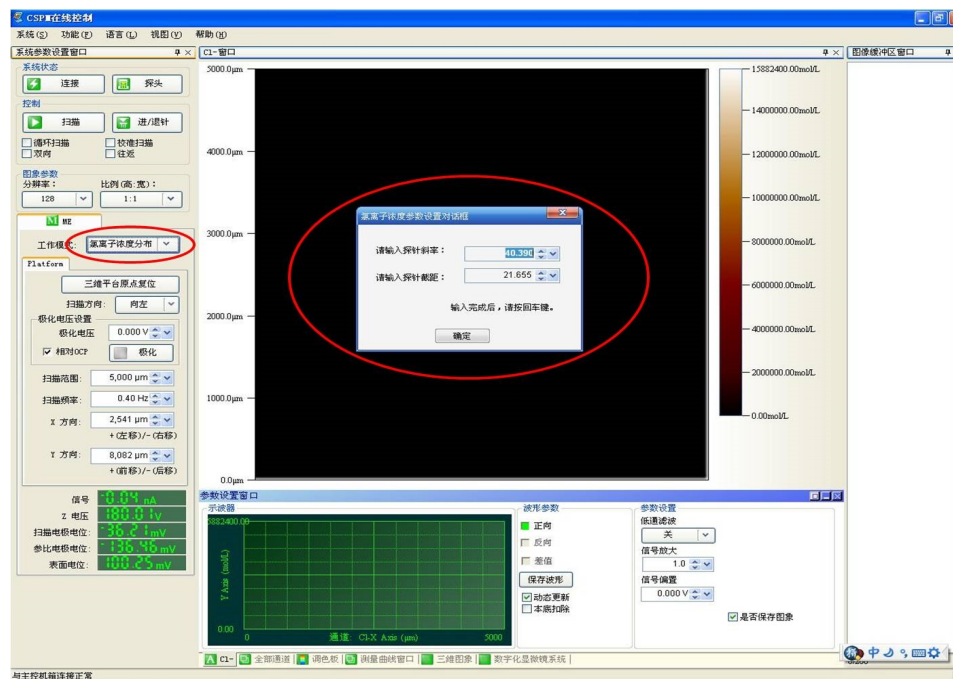


图3-17 微区氯离子分布扫描界面

3) 选择“功能”菜单——

“三维平台移动”，将平台向上移动500步左右（每步50nm），完成之后关闭对话框。

4) 将扫描探针接线从Pt微探针连线上取下，与Ag/AgCl探针接线（即蓝色接线）相连，参比探针接线与较短的黄色接线相连。

5) 在系统设置窗口中设置扫描参数，如扫描方向、扫描范围、扫描频率等；

6) 选择“本底扣除”并将信号参数设置窗口中的信号放大调为100-200倍；

- 7) 向电解槽注入测试溶液, 开始扫描;
- 8) 测试完毕后, 点击进/退针键, 选择退针页面, 点击退针;
- 9) 取下氯离子探针并用清水冲洗针尖, 依次关闭工作软件、控制箱和主机。

7. 微区pH值分布测试

微区pH值分布测试与其他测试一样需要精确固定探针和样品之间的距离, 为了实现探针自动精确控制, 在XMU-BY扫描电化学工作站中采用STM辅助自动进针的模式, 所以前两步与上述扫描隧道显微镜的步骤一致, 即通过隧道电流控制将探针自动逼近到样品表面。

pH值探针的测试原理为: 使用可敏感隧道电流的Pt微探针, 可敏感氢离子浓度的W/WO₃微电极和可敏感氯离子浓度的Ag/AgCl微电极, 其中Pt微探针具有双重功能: (a) 敏感隧道电流, 精确调控探针尖端与样品表面距离; (b) 原位测量表面STM图像。

Ag/AgCl微电极作为W/WO₃微电极的参考电极, 精确测量表面微区氢离子浓度二维分布。

1) 请参考方法1中的(1)(2)两步(注:pH值微探针有长短三根接线, 其中黄色的接线对应于较靠下的针尖, 即为扫描Pt微探针; 蓝色的接线对应为Ag/AgCl微探针, 棕色的接线为扫描W/WO₃微探针;

2) 在“扫描隧道”工作模式下, 将扫描探针接线与Pt微探针相连, 即与较长的接线相连。“自动进针”至电压小于180V时即可完成进针, 不必进行“单步进针”; 退回工作页面后, 将工作模式调回“pH值浓度分布”。输入探针对应的斜率和截距值, 回车, 关闭对话框(图3-18)。

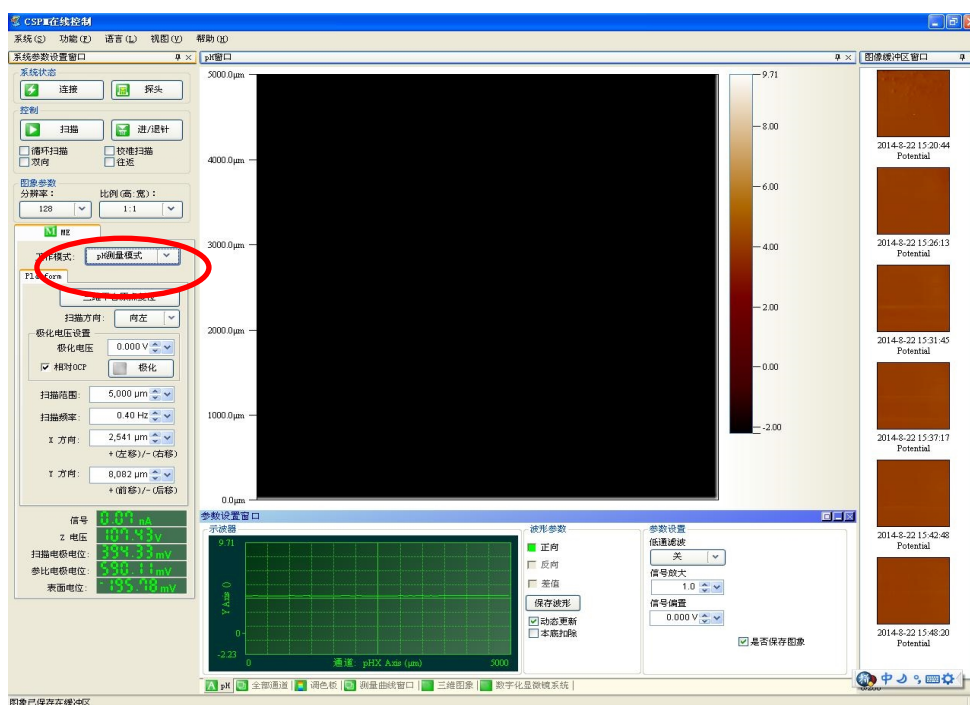


图3-18 微区pH值分布扫描界面

- 3) 选择“功能”菜单——
“三维平台移动”，将平台向上移动500步左右(每步50nm)，完成之后关闭对话框。
- 4) 将扫描探针接线从Pt微探针连线上取下，与W/WO₃探针接线(即棕色接线)相连，参比探针接线与Ag/AgCl微探针连线(蓝色接线)相连。
- 5) 在系统设置窗口中设置扫描参数，如扫描方向、扫描范围、扫描频率等；
- 6) 选择“本底扣除”并将信号参数设置窗口中的信号放大调为100-200倍；
- 7) 向电解槽注入测试溶液，开始扫描；
- 8) 测试完毕后，点击进/退针键，选择退针页面，点击退针；
- 9) 取下pH值探针并用清水冲洗针尖，依次关闭工作软件、控制箱和主机。