# 電気化学顕微鏡
# Surface electrochemical Microscopy

# 取り扱い説明書

BAS

# 目次


## 1 章 . はじめに

1.1 紹介 1
1.2 電気化学テクニック 3
1.3 ソフトウェアーの特長 5
1.4 必要なシステム構成 8
1.5 ハードウェアーの仕様 8

## 2 章 . スタート

2.1 組込み 9
2.2 試験 11
2.3 役に立つヒント 12
2.4 USB ドライバーの組込み 13
2.5 本体のセットアップ 15
2.6 電源投入 16
2.7 ステッパーモーター / ピエゾ 17

## 3 章 . ファイルメニュー

3.1 ファイルを開くコマンド 18
3.2 名前を付けて保存コマンド 19
3.3 削除コマンド 20
3.4 修復コマンド 21
3.5 機器のプロクラムを更新コマンド 21
3.6 データファイル一覧コマンド 22
3.7 テキスト変換コマンド 23
3.8 テキストファイルフォーマットコマンド 26
3.9 テキストファイルインポートコマンド 28
3.10 印刷コマンド 29
3.11 多重ファイル印刷コマンド 30
3.12 印刷セットアップコマンド 31
3.13 終了コマンド 32

## 4 章 . セットアップメニュー

4.1 テクニックコマンド 33
4.2 パラメータコマンド 34
4.3 スィープテクニック 35
4.3.1 サイクリックボルタンメトリー パラメータ 37
4.3.2 リニアースィープボルタンメトリーパラメータ 39
4.3.3 ターフェルプロットパラメータ 41
4.4 ポテンシャルテクニック 42

4.4.1 クロノアンペロメトリーパラメータ 45
4.4.2 クロノクーロメトリーパラメータ 47
4.5 パルステクニック 49
4.6 ノーマルパルステクニック 51
4.6.1 階段波ボルタンメトリーパラメータ 53
4.6.2 微分パルスボルタンメトリーパラメータ 54
4.6.3 ノーマルパルスボルタンメトリーパラメータ 55
4.6.4 微分ノーマルパルスボルタンメトリーパラメータ 56
4.7 矩形波テクニック 57
4.7.1 矩形波ボルタンメトリーパラメータ 58
4.8 交流テクニック 59
4.8.1 交流ボルタンメトリーパラメータ 61
4.8.2 第二高調波交流ボルタンメトリーパラメータ 62
4.8.3 フーリエ変換交流ボルタンメトリーパラメータ 63
4.9 アンペロメトリーテクニック 64
4.9.1 アンペロメトリー i-t 曲線パラメータ 65
4.9.2 微分パルスアンペロメトリーパラメータ 67
4.9.3 ダブル微分パルスアンペロメトリーパラメータ 69
4.10 トリプルパルステクニック 71
4.10.1 トリプルパルスアンペロメトリーパラメータ 72
4.10.2 積分パルスアンペロメトリー検出 74
4.11 クーロメトリーによるバルク電気分解 76
4.11.1 バルク電気分解－クーロメトリーパラメータ 77
4.12 ハイドロダイナミックテクニック 78
4.12.1 ハイドロダイナミック変調ボルタンメトリーパラメータ 80
4.12.2 スィープステップファンクションパラメータ 81
4.12.3 マルチポテンシャルステップパラメータ 82
4.13 インピーダンス 83
4.13.1 交流インピーダンスパラメータ 85
4.13.2 インピーダンス－タイムパラメータ 87
4.13.3 インピーダンス－電位パラメータ 88
4.14 クロノポテンショメトリーパラメータ 89
4.14.1 電流ランプ－クロノポテンショメトリーパラメータ 91
4.14.2 マルチ電流ステップ 92
4.15 ポテンショメトリックストリッピング分析パラメータ 93
4.16 電気化学ノイズ測定 92
4.17 オープンサーキットポテンシャル－タイムパラメータ 95
4.18 表面パターン処理パラメータ 96
4.19 プローブスキャン曲線パラメータ 98
4.20 プローブ接近曲線パラメータ 100
4.21 Surface Interrogation SECM パラメータ 102
4.22 電気化学顕微鏡パラメータ 104

4.23 システムコマンド 106
4.24 ハードウェアーテストコマンド 108

## 5 章 . コントロールメニュー

5.1 測定コマンド 110
5.2 待機／再開コマンド 110
5.3 測定停止コマンド 111
5.4 スキャン反転コマンド 111
5.5 ゼロ電流コマンド 112
5.6 ゼロタイムコマンド 112
5.7 測定状況コマンド 113
5.8 静止時間ー電流値制御機能の操作 115
5.9 繰返し測定コマンド 116
5.10 繰返し測定の機能 117
5.11 マルチプレクサーコマンド 119
5.12 マクロコマンド 121
5.13 オープンサーキットポテンシャルコマンド 136
5.14 iR 補償コマンド 137
5.15 iR 補償 139
5.16 フィルター設定コマンド 141
5.17 セルコマンド 143
5.18 ステップファンクションコマンド 145
5.19 前処理コマンド 146
5.20 回転ディスクコマンド 147
5.21 その他コントロールコマンド 148
5.22 ストリッピングモードコマンド 149
5.23 SECM プローブコントロールダイアログボックス 150

## 6 章 . グラフィックスメニュー

6.1 現在のデータプロットコマンド 152
6.2 重ね書き表示コマンド 155
6.3 データを重ね書きに追加コマンド 156
6.4 パラレルプロットコマンド 157
6.5 データをパラレルに追加コマンド 158
6.6 ズームコマンド 159
6.7 マニュアル結果コマンド 160
6.8 ピーク定義コマンド 161
6.9 X-Y プロットコマンド 162
6.10 ピークパラメータプロットコマンド 164
6.11 半対数プロットコマンド 167
6.12 スペシャルプロットコマンド 168
6.13 グラフオプションコマンド 170

6.14 色、説明コマンド 172
6.15 フォントコマンド 174
6.16 クリップボードへのコピーコマンド 175

7 章 . データ処理メニュー
7.1 スムージングコマンド 176
7.2 微分コマンド 178
7.3 積分コマンド 179
7.4 半積分、半微分コマンド 180
7.5 書き込みコマンド 181
7.6 ベースラインフィッティング、減算コマンド 182
7.7 ベースライン補正コマンド 184
7.8 データポイント除去コマンド 185
7.9 データポイント修正コマンド 186
7.10 バックグラウンド減算コマンド 187
7.11 シグナル平均化コマンド 188
7.12 数学操作コマンド 189
7.13 フーリェスペクトルコマンド 190

8 章 . 分析メニュー
8.1 キャリブレーション曲線コマンド 191
8.2 スタンダード添加コマンド 193
8.3 データファイルレポートコマンド 195
8.4 時間依存コマンド 198
8.5 スペシャルプロットコマンド 201
9 章 . シミュレーションメニュー
9.1 メカニズムコマンド 203
9.2 ポテンシャル、速度定数ダイアログボックス 206
9.3 濃度、拡散係数ダイアログボックス 207
9.4 表面濃度ダイアログボックス 207
9.5 平衡時の濃度ダイアログボックス 207
9.6 シミュレーション変数ダイアログボックス 208
9.7 CV シミュレーションコマンド 208
9.7.1 CV フィッティングコマンド 209
9.8 交流インピーダンスのシミュレータ− 211

10 章 . ビューメニュー
10.1 データ情報コマンド 232
10.2 データ一覧コマンド 233
10.3 理論式コマンド 234
10.4 クロックコマンド 235

10.5 ツールバーコマンド 236
10.6 ステータスバーコマンド 236

## 11 章 . ヘルプメニュー

11.1 ヘルプトピックスコマンド 237

## 付録

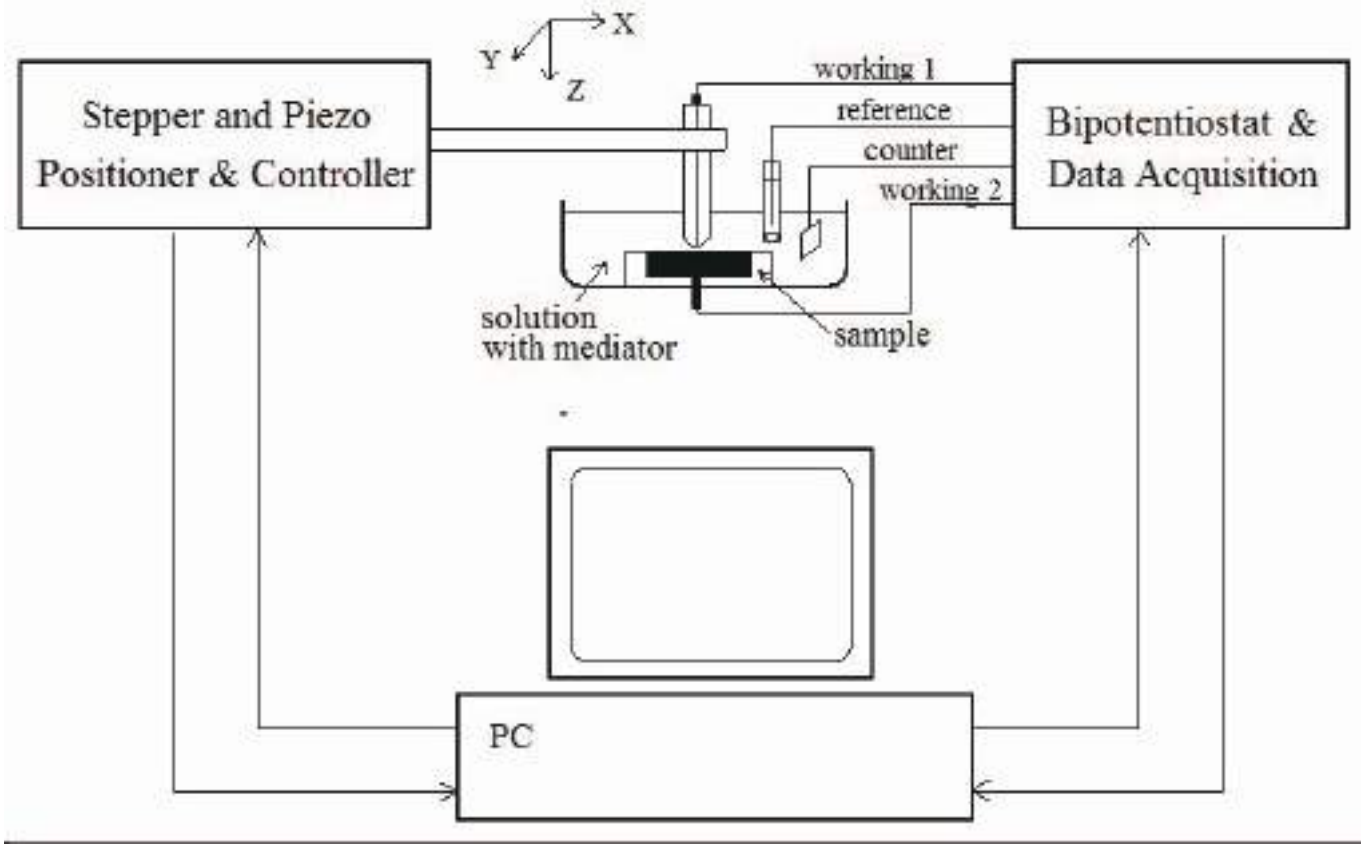
A-1 電気化学テクニックの略称 238
A-2 モデル 400C シリーズ電気化学水晶振動子マイクロバランス 240
A-3 モデル 600E シリーズのテクニック電気化学アナライザー 242
A-4 モデル 700E シリーズバイポテンショスタットのテクニック 243
A-5 モデル 800D シリーズ電気化学ディテクターのテクニック 244
A-6 モデル 920D 走査型電気化学顕微鏡 245
A-7 モデル 1000C シリーズマルチポテンショスタット 246
A-8 モデル 1100C シリーズパワーポテンショスタット / ガルバノスタット 247
A-9 モデル 1200B シリーズハンドヘルドポテンショスタット 248
A-10 モデル 200(B) ピコアンペアブースターとファラデーケージ 249
A-11 モデル 684 マルチプレクサ 249
A-12 モデル 680C アンペアブースター 250
A-13 モデル 682 液 / 液界面アダプター 250
A-14 CV 電極 & アクセサリー 251
A-15 ケーブルと接続 252
A-16 ソフトウェアーの更新 254
A-17 トラブルシューティング 255
A-18 メンテナンスとサービス 256
A-19 保証について 257
A-20 ソフトウェアーの保証について 258

## 1.1 紹介

1989 年に紹介された走査型電気化学顕微鏡 (SECM) は界面近傍の化学的な変化を高解像度で観察するための装置です。サンプル表面の近傍をスキャンして微小探針で起こる反応を画像化します。SECM は表面の化学物質の反応像、反応速度の定量を行なうために使用します。多くの SECM の研究成果は世界中の研究室から報告されています。応用分野としては腐食研究、細胞膜の研究、液液界面の研究に用いられており、更に用途が広がってます。SECM を用いたシングルセルから酸素等の測定も報告されています。モデル 900 D/920D SECM はテキサス大学のグループと共同開発しました。

ウインドウズ環境下の PC にて本装置はコントロールできます。ソフトウェアーのインストールならびに取扱いは簡単です。ユーザーインターフェースはウインドウズアプリケーションデザインに準じています。マニュアルまたはヘルプなしでもソフトウェアーをご使用できるでしょう。コマンド､パラメータ、オプションは化学者が使用している用語を用いています。ツールバーは簡単に汎用コマンドにアクセスできるようにしました。ヘルプはオンラインヘルプを導入しましたので、疑問点などはその場で調べることができます。

装置は、多くのパワフルな機能を、例えばファイルの取扱い、実験コントロール、柔軟なグラフィック機能、各種データ解析、効率的なデジタルシミュレーション、その他ユニークな特徴としてはマクロコマンド､色指定､フォントの選択､データの書込み､見ながらのベースライン補正､信号の平均化､フーリェ変換、電気化学計測法に関係する式の表示などがあります。




モデル 900D/920D 走査型電気化学顕微鏡はファンクションジェネレーター､バイポテンショスタット、高解像度データ処理、三次元マイクロポジショナーから構成されています。

SECM には高速デジタルファンクションジェネレーター、高速ポテンシャル制御範囲は ±10 V、電流範囲は± 250mA、電流感度は 1pA 以下の電流を計測できます。サイクリックボルタンメトリー (CV)、リニアースィープボルタンメトリー (LSV) を使用した時、2 つの電流チャンネルは交換されます。A/D コンバーターは高速サンプリング速度 (1MHz 16-bit ) で高分解能を有しています

探針を走査するに当り、2 種類の操作モードを提供しました。 プローブ走査曲線モードとプローブ

接近曲線モードです。プローブ走査曲線モードは探 針を X、Y、Z 方向に移動します。プローブと差分電位はコントロールされ、それぞれの電流が測定できます。探針は電流が一定の値に達しますと停止します。このことは表面の目的物の探索と接近曲線を調べるのに役立ちます。
プローブ接近曲線モードは探針を基板表面に接近させます。表面プロセスを区分するのに有効です。この場合、PID*1 コントロールが使用されます。PID は自動的にステップサイズを調整し、探針を基板表面に接触させずに接近させます。
モデル 900D は 8nm 解像度、移動距離 25mm のステッパーモーターを使用しています。モデル 920D はステッパーモーターに３次元ピェゾポジショナーが組み込まれています。920D は解像度が 100nm 移動距離は 50mm になります。

1. A. J. Bard, F.-R. F. Fan, J. Kwak, and O. Lev, Anal. Chem. 61, 132 (1989); U.S. Patent No. 5,202,004 (April 13, 1993).
2. A. J. Bard, F.-R. Fan, M. V. Mirkin, in Electroanalytical Chemistry, A. J . Bard, Ed., Marcel Dekker, New York, 1994, Vol. 18, pp 243-373.

## 1.2 電気化学テクニック

### スィープテクニック

● サイクリックボルタンメトリー
●リニアースィープボルタンメトリー
●回転ディスク電極ボルタンメトリー
●ターフェルプロット
●ステップースィープ機能

### ステップテクニック

●クロノアンペロメトリー
●クロノクーロメトリー
●階段状ボルタンメトリー
●タストポーラログラフィー
●微分パルスボルタンメトリー／ポーラログラフィー
●ノーマルパルスボルタンメトリー／ポーラログラフィー
●微分ノーマルパルスボルタンメトリー／ポーラログラフィー
●矩形波ボルタンメトリー
●ステップスィープ機能
●マルチポテンシャルステップ

### 交流テクニック

●交流ボルタンメトリー／ポーラログラフィー
●位相選択交流ボルタンメトリー／ポーラログラフィー
●第二高調波交流ボルタンメトリー／ポーラログラフィー
●交流インピーダンススペクトロメトリー
●交流インピーダンスー時間
●交流インピーダンスーポテンシャル

### ストリッピングテクニック

●リニアースィープストリッピングボルタンメトリー
●微分パルスストリッピングボルタンメトリー
●ノーマルパルスストリッピングボルタンメトリー
●矩形波ストリッピングボルタンメトリー
●交流ストリッピングボルタンメトリー
●位相選択交流ストリッピングボルタンメトリー
●第二高調波交流ストリッピングボルタンメトリー

### 電流制御テクニック

●クロノポテンショメトリー
●クロノポテンショメトリー電流ランプ
●マルチ電流ステップ

●ポテンショメトリックストリッピング分析

アンペロメトリー検出テクニック

● i-t 曲線 ( アンペロメトリー )
●微分パルスアンペロメトリー
●ダブル微分パルスアンペロメトリー
●トリプルパルスアンペロメトリー
●積分パルスアンペロメトリー検出

その他テクニック

●バルク電気分解 – クーロメトリー
●ハイドロダイナミック変調ボルタンメトリー
●電気化学ノイズ測定
●オープンサーキットポテンシャル - タイム

## 1.3 ソフトウェアーの特長

### ユーザーインターフェース

- 32/64-bit ウインドウズアプリケーション
- ツールバー : 頻繁に使用するコマンドに簡単にアクセスできる
- ステータスバー : テクニック、ファイル状況、コマンドプロンプット
- プルダウンメニュー
- ダイアログボックス
- フルマウスサポート
- WYSIWYG グラフィックス
- ヘルプ機能の充実

### ファイルマネージメント

- データファイルを開く
- データファイルの保存
- ファイルの削除
- データファイルの一覧
- テキストファイルの変換 : データを他のソフトウェアー、例えば、スプレッドシートにエキスポート
- テキストファイルフォーマット
- 現在のデータの印刷
- 多数のファイルの印刷
- プリントセットアップ

### セットアップ

- テクニック : 電気化学テクニックのフルレパートリー
- 実験パラメータ : 非常に広いダイナミックレンジ
- システムセットアップ : 通信ポート、電位極性と、電流軸
- ハードウェアーテスト : デジタル、アナログ回路診断テスト

### 機器の制御

- 測定 : ほとんどの場合、リアルタイムデータ表示
- 繰返し測定 : 自動データ保存、信号の平均化、遅延またはプロンプット
- 測定の停止
- 測定中のスキャン方向の反転 : サイクリックボルタンメトリー
- 測定状況 : 攪拌、パージ、iR 補償、測定後スムージング、RDE、SMDE 制御状況
- マクロコマンド : 編集、保存、読込み、一連のコマンドの実行
- オープンサーキットポテンシャル測定
- iR 補償 : 自動、マニュアル補償、溶液抵抗、二重層キャパシタンス、安定化テスト
- アナログフィルター設定 : ポテンシャル、i/V コンバーター、シグナフィルターの自動またはマニュアル設定
- セル制御 : パージ、攪拌、セルオン、SMDE 滴下採取、前滴下ノック安定化コンデンサー
- ステップファンクション : 電極洗浄または他の目的のためのステップファンクションジェネ

レーターの多数サイクル
- 測定前の作用電極のコンディショニング
- 回転ディスク電極 : 回転スピード、析出中、静止時間、測定の間の on/off 制御
- ストリッピングモード : 使用可能 / 使用不可、析出電位、時間、攪拌、パージ条件

### グラフィック表示
- 現在のデータプロット : ヘッダー、ファイル名、パラメータ、結果を伴うデータプロット
- 再スケール、ラベル :X、Y 軸表示、再スケール、テキストの挿入
- 上書プロット : 比較のために何種類かのデータセットを上書
- パラレルプロット : 何種類かのデータセットを並べてプロット
- ズーム : 選択したズームエリアを視覚化
- マニュアルによる結果 : 選択したベースラインを視覚化
- ピーク定義 : 形、幅、レポートオプション
- X-Y プロット : データポイント用として
- ピークパラメータプロット : $i_p \sim v$、$i_p \sim v^{1/2}$、$E_p \sim \log(v)$ プロット
- 半対数プロット : 電流—電位半対数プロット
- グラフオプション : ビデオまたはプリンターオプション、軸、パラメータ、ベースライン、結果、グリッド、軸反転、軸固定、軸タイトル、データセット、XY スケール、参照電極、ヘッダー、注
- 色、説明 : バックグラウンド、軸、グリッド、曲線、説明サイズ、厚さ、表示間隔
- フォント : フォント、スタイル、サイズ、軸ラベルの色、軸タイトル、ヘッダー、パラメータ、結果
- クリップボードへコピー : データプロットをワープロにペースト゛
- 3D プロット（NEW）: インピーダンスデータ、SECM のインタラクティブな可視化 ; ラプラシアンスムージング、ドロネー三角分割、立体 3D アナグリフ画像

### データ処理
- スムージング : 5 ～ 49 ポイント最小二乗法、フーリェ変換
- 微分 : 1 ～ 5 次、5 ～ 49 ポイント最小二乗法
- 積分
- 畳み込み : 半微分、半積分
- 書込み : 2 ×～ 64 × データ書込み
- ベースラインフィッティングと減算 : フィッティング機能の選択、多項式、ベストフィッティングの電圧範囲、ベースライン減算 : 微量分析に有効
- ベースライン補正 : 選択したベースライン、勾配、dc レベル補償
- データポイント除去
- データポイント変更 : データポイント変更の視覚化
- バックグラウンド減算 : 2 組のデータセットの差分
- 信号の平均化 : 多数のデータ組の平均化
- 数学操作 : 両 X、Y データ配列
- フーリェスペクトル

### 解析
- キャリブレーション曲線 : 未知濃度、傾き、切片、曲線の相関性の計算、キャリブレーション曲線のプロット、キャリブレーションデータの保存と読込み

- スタンダード添加 : 未知濃度、傾き、スタンダード添加曲線の相関性の計算、スタンダード添加曲線のプロット、スタンダード添加データの保存と読込み
- データファイルレポート : 指定ピークポテンシャル範囲での保存データファイルから未知濃度を計算、種、キャリブレーション情報、テキスト形式での分析レポートを作成、最大 4 種類の目的物質の定義が行える
- 時間依存 : 指定ピークポテンシャル範囲での保存データファイルから時間関数として未知濃度を計算、キャリブレーション情報、時間関数としての濃度
  レポートを作成またはプロット

デジタルシミュレーション

- 反応メカニズム :( 既知定義メカニズム ): 10(720E 以下のモデル )、電子移動、一次、二次化学反応を含む組み合せ ( モデル 730E/750E/760E)
- 系 : 拡散、吸着
- 最大式 : 12
- 最大種 : 9
- シミュレーションパラメータ : 標準酸化還元電位、電子移動速度、移動係数、濃度、拡散係数、フォワード、可逆反応速度定数、温度、電極面積、実験パラメータ
- シミュレーションパラメータ保存
- シミュレーションパラメータ読込み
- リアルタイムデータ表示
- 濃度プロフィールのリアルタイム表示
- 無次元電流
- 平衡データ
- 自動検索、過定量平衡定数の調査

AC インピーダンスシミュレーション

- 等価回路入力の可視化
- 自動等価回路パラメータフィッティング

ビュー

- データ情報 : 日付、時間、ファイル名、データソース、機器名、行ったデータ処理、ヘッダー、注
- データ一覧 : データ情報、数値データ配列
- 理論式 : 一般式、電気化学テクニックに関連した理論式
- クロック
- ツールバー
- ステータスバー

ヘルプ

- 状況ヘルプ
- 索引
- ヘルプの使用法
- アプリケーションについて

## 1.4 必要なシステム構成

| | |
|---|---|
| オペレーティングシステム： | マイクロソフトウインドウズ 7/8.1 |
| プロセッサー： | iCore 5 以上 |
| RAM: | 8GB バイト |
| モニター： | VGA |
| マウス | PS/2 |
| シリアル通信ポート： | RS-232 または USB |
| 出力デバイス： | ウインドウズにてサポートされるプリンター |

## 1.5 ハードウェアー仕様

マイクロポジショナー
ピエゾ解像度 : 1.6 nm
ステッパーモーター解像度 : 4 nm
X, Y, Z 移動距離 : 50 mm

バイポテンショスタット

| | |
|---|---|
| プローブ電位： | ± 10 V |
| 基盤電位： | ± 10 V |
| 電流： | ± 250 mA |
| 最大電圧： | ± 12 V |
| ポテンショスタット立ち上り時間 | < 1 μ s |
| 4 電極組合せ | |
| 参照電極の入力インピーダンス： | $10^{12}$ Ω |
| スィープテクニックでの最小電位増加分： | 100 μ V |
| ポテンシャル 速度： | 10 MHz |
| 最大サンプリング速度： | 1 MHz (16-bit) |
| 電流最大範囲： | 1 × $10^{-12}$ ～ 0.1 A/V 範囲の 12 レンジ |
| 最低電流測定： | 50 pA 以下 |
| 最小電流測定： | < 1 pA |
| 自動再ゼロ： | ドリフトに対して両電位、電流 |
| セルコントロール： | パージ、攪拌、ノック |
| RDE 回転速度制御： | 0 ～ 10,000 rpm(0 ～ 10V voltage) |
| 大きさ： | 32 ( 幅 ) × 25 ( 奥行 ) × 12 ( 高さ ) cm |
| 重さ： | 約 5.4 kg |

## 2.1 組込み

ソフトウェアー :

機器はウインドウズ環境下で起動するウインドウズパソコンで制御できます。ハードウェアーはペテンティアム以上の CPU プロセッサーが要求され、キーボード, 8 GB RAM, ハードディスクドライブ、VGA モニター、マウス、USB ポート、パラレルポート、ウインドウズでサポートしているプリンターまたはプロッターが必要です。

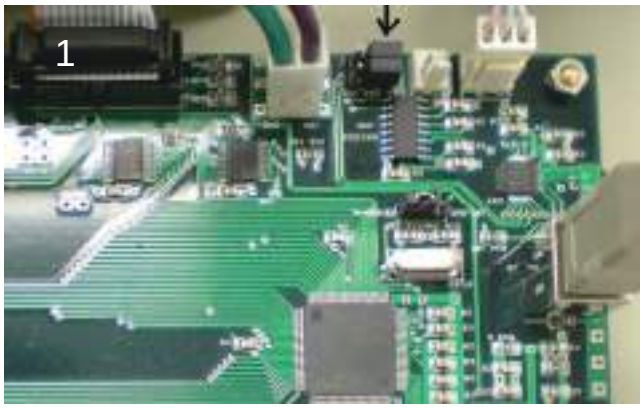
ウインドウズの取扱いについてはウインドウズのユーザーマニュアルを参照して下さい。機器のソフトウェアーをインストールする場合、添付の USB メモリーの中の”xxxxxx.EXE ファイルをダブルクリックします。

1.ALSxxx フォルダーが自動的に作製されます。
2. マイコンピューターの C ドライブを開きます。
3. ディレクトリーを見付け、ALSxxx.exe ファイルを見付けて下さい。ところで、xxx はモデル番号です。
4. マウスの左ボタンでそのファイルをクリックし、マウスの左ボタンを押しながら、グループ画面からモニターにアイコンを移動しますと、ショートカットアイコンが表れます。
5. ショートカットキーをダブルクリックしますと、プログラムが開始されます。

ハードウェアー :

システムのハードウェアーの組込みは簡単、容易です。機器が入っているダンボール箱から機器を取出し、使用する電源を確認します。交流電源が工場で前もって設定され、裏面のシリアル番号に表示されています。交流電源が正しい場合、機器の電源ソケットに電源ケーブルを接続します。

パソコンの通信ポート (Com Port1) または USB ポートと機器の通信ポートを 9 ピンの通信ケーブルまたは USB ケーブルで接続します。ソフトウェアーで最適なポート設定を行う必要があるかもしれません。セットアップメニューのシステムコマンドにて行えます。通信速度の心配も不要です。



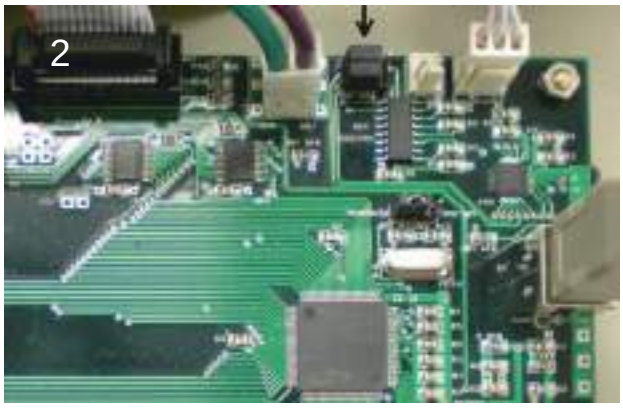




図 2.1 シリアルポートまたは USB ポートの選択　2 つのジャンパー ( 矢印 ) は設定に使用します。
写真 1 は RS-232C シリアルポートの選択になります。
写真 2 は USB 設定になります。

通信に USB ポートを使用する場合、機器内部のジャンパーの位置を変更し、ソフトをインストールする必要があります。900D/920D は出荷前に厳密な試験を行っており、PC と接続して Linked Failed エラーが発生する場合、コンピューターのシリアルポートに起因したトラブルであることがあります。考えられる理由としてはウインドウズのシリアルポートのインターラプトの優先順位は低いため、他のデバイスによる影響で通信ができないことが起こります。そのような場合、スクリーンセーバーを OFF, インターネット接続を OFF, ウイルススキャンソフトを OFF にして下さい。

ネットワークカードを使用しないで下さい。ネットワークはバックグラウンドインタラプトを発生し、測定器とパソコンの間のデータ通信に影響します。

裏パネルに電極ケーブルを接続します。白は参照電極、赤はカウンター電極、作用電極は緑です。

裏パネルのセルコントロールはパージ、攪拌、水銀滴下のコントロールに使用します。モデル 200B ピコアンペアブースター、モデル 680 アンペアブースター、モデル 684 マルチプレクサー等を接続します。詳細については付録を参照して下さい。

BAS 社製の RRDE-3A 回転ディスク電極装置をお持ちの場合、900D/920D からの RRDE 制御は可能です。裏面パネルにある 2 つのバナナジャックの電圧は 0 ～ 10 V となり、0 ～ 10,000 rpm 回転速度に相当します。

これで機器の用意が完了しました。

## 2.2 試験

出荷される前に装置は検査されています。USB メモリーに収められている・.bin データファイルは計測したデータです。

コンピューターと装置の通信を試験する場合、ソフトを起動し、装置の電源を入れます。セットアップメニューのハードウェアーテストコマンドを使用します。Linked Failed メッセージが表れた場合、ケーブルの接続とポートの設定をチェックして下さい。セットアップメニューのシステムコマンドを使用して、ポートの設定が適切かどうかを確認して下さい。

ハードウェアーのテスト結果がスクリーンに表れた場合、通信は働いています。全ての機能が OK ならば、ハードウェアーテスト結果はモニターに表示されます。

システムが最適に計測を行っているかを確認する場合、100 kΩ の抵抗をダミーセルとして使用します。参照極 ( 白 )、カウンター 極 ( 赤 ) は 100 kΩ の抵抗片側に接続し、作用極 ( 緑 ) はもう一方に接続します。セットアップメニューのパラメータコマンドを使用して、0.5V ～ -0.5 V のポテンシャルを選択します。コントロールメニューの測定コマンドを使用して計測を行います。測定結果として直線 ( 大きなスロープ ) が見えるでしょう。

ソフトウェアーの効率を試験するために、ファイルメニューの開くコマンドを通してデータファイルを開くことができます。ソフトウェアーにはテストデータがあります。これらのデータは本装置で測定したデータです。ファイルを選択、OK ボタンをクリックし、ファイルを開けます。またはファイル名をダブルクリックします。データを読み込んだ後、データを表示したり、データ処理を行うことができます。グラフィックス、データ処理メニューのすべてのコマンドを使用して下さい。

## 2.3 役に立つヒント

ウインドウズアプリケーションをよく使用する方には簡単にこの装置を操作することが出来ます。次のポイントはウインドウズ経験の少ない方のためのポイントですが、いくつかは装置を使用する上で便利なポイントになるでしょう。

1. ツールバー（メインメニューバーの下にあるボタンがたくさん付いているバー）の操作に慣れます。ツールバーはよく使用するコマンドに素早くアクセスできます。コマンドボタンの意味はボタンを押すとスクリーンの左下にコメントが表示されます。

2. 多数のファイルをプリント、多重、パラレルプロットするために多数のファイル名を同時に選択します。選択したい最初のファイル名をクリックして、マウスの左ボタンを押しながら下にドラッグします。多数のファイルが選択されます。ファイルがディレクトリ中にまとまらない場合、Ctrl キーを押しながら各ファイルをクリックして選択できます。

3.Y 軸のタイトルの方向が違う場合、グラフィックメニューのフォントコマンドを使用して、プリントするための Y 軸の回転角度を変更できます。

4. アイテムをダブルクリックすることによってファイルやテクニックを選択できます。

5. タブキーを使用すると各アイテムに移動して、パラメータを変更することが出来ます。編集ボックス中のテキストがハイライトされます。直接新しいテキストを入力できます。時々、マウスのクリック & ドラッグを使用するよりも早くて便利です。

6. 装置の内部的ノイズはとても小さいです。最も一般的で最も大きなノイズ源はライン周波数 (60 Hz か 50 Hz) です。ノイズを削減するためにアナログローパスフィルターがあります。スキャン速度 0.1 V/s の時、自動カットオフ設定は 150 Hz か 320 Hz です。ライン周波数がパスして、ノイズが現れます。スキャン速度 0.05 V/s の時、フィルターのカットオフ周波数は 15 か 32 Hz で、ライン周波数のノイズが効果的に削減されます。サンプル間隔が電源ライン周期の倍数に設定する場合、ライン周波数ノイズは削減できます。小さい信号と比較的早い測定にはファラデーケージをお薦めします。

7. データを異なる形式に表示する場合、グラフィックメニューのグラフオプションコマンドを使用します。使用可能なデータ表示形式は本マニュアルの 6-1 ページを参照して下さい。

## 2.4 USB ドライバーのインストール

### 2.4.1. はじめに

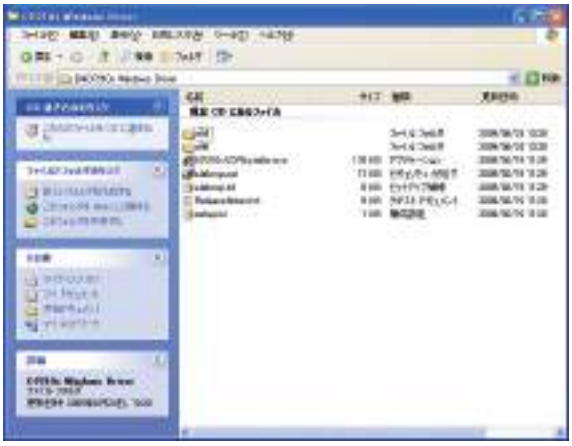
ALS/CHI 900D シリーズにおいて USB の接続が可能です。ドライバーのインストールは、新規に使用する時だけです。

### 2.4.2. インストール手順

BAS でインストールした場合、このドライバーのコピー手順は必要ありません。 始めに、パソコンの C ドライブに新規フォルダーを作成します。このフォルダーに添付の USB メモリーから起動ファイルをコピーします。

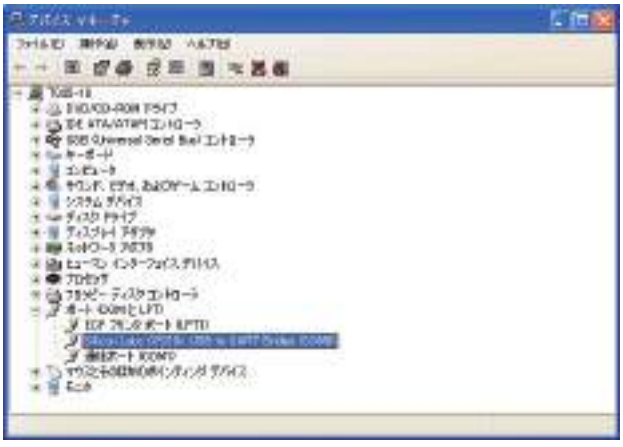
1. モデル 700E の電源を切り、ALS マシンとコンピュータを USB ケーブルで接続します。接続した後、モデル 700E の電源を入れます。

### 2.4.3. USB ドライバーのインストール



2.4.3.1. USB メモリー内にある「CP210x Windows Driver」→「CP210xVCPInstaller.exe」をダブルクリックします。

2.4.3.2. 任意の場所にインストールを行って下さい。「Install」をクリックして、インストールを開始します。



2.4.3.3. 器械本体 (ALS/CHI) と PC を USB ケーブルで繋ぎ、器械本体 (ALS/CHI) の電源を ON にする。「マイコンピュータ」のプロパティをクリックして、デバイスマネージャーを開き、「Silicon Labs CO210x USB to UART Bridge (COM#)」のプロパティを開きます。

※ COM ＃の＃は専用ソフトと同じポート設定にして下さい。

2.4.3.4. ビット / 秒「19200」、データビット「8」、パリティ「なし」、ストップビット「1」、フロー制御「なし」と入力します。次に詳細設定 (A) をクリックします。

2.4.3.5. ウンドウズ XP では COM ポートを選べますので、専用ソフトと同じポートに設定して下さい。図 2-4 でポートを確認し、専用ソフトのポート設定をして下さい。

2.4.3.6. ALS ソフトのシステムセットアップを開き、「通信ポート」を PC 側のポートと同じにして下さい。

## 2.5 本体のセットアップ

1. 本マニュアルに記載した電気化学測定器は専門知識を有する研究者が使用するために設計されています。調整、メンテナンス、修理は本マニュアルを熟読の上行なって下さい。精密な器機ですので、取扱いには十分気を付けて下さい。修理等のサービスが必要な場合、ビーエーエスにご連絡下さい。

2. 高感度測定を必要とする場合、器機を設置する場所、電源環境等を考慮の上最適な場所に設置してください。化学物質などの影響がなく、水平バランスが取れている実験テーブルをご利用ください。腐食物質、腐食性ガス雰囲気下のような場所は避けて下さい。

3. 本計測器の上に測定用セル等を置いて実験しますと、サンプルの飛散等の危険がありますので、このような測定は避けて下さい。また、器械内部にサンプルが侵入した場合、最寄の代理店にご相談下さい。本体の定期的な清掃は必要ありませんが、本体に水分などが付着した場合など乾燥タオルで拭取って下さい。使用しますコンピューターなどの傍で薬品などを使わないよう気を付けて下さい。

4. セルケーブルの腐食が起こらないよう気を付けて下さい。チェック方法としては IM Ω 抵抗を用いて、± 1 V 範囲、感度を $1 \times 10^{-6}$ とし、最大電流 ± 1 $\mu$ A の直線が得られます。作用電極は抵抗の片端に接続し、カウンター、参照極は抵抗の残り端に接続します。接続は間違えないよう気を付けて下さい。

5. 実際の電気化学計測を行った時、期待したデータがでない原因は誤ったセルケーブルの接続、参照電極の劣化、作用電極の汚れ等の要因であることが頻繁に見られます。スタンダードサンプルを用いて電気化学データを取ることにより、正しい測定を行って下さい。

6. 装置のカバーを頻繁に取り外さないで下さい。

7. 使用する試薬に関する MSDS シートを収集し、安全な取扱い方法をマニュアル化することをお勧めします。

8. トラブルが発生した場合、ビーエーエスにお問合せ下さい。装置のハードウェアーテストでエラーが頻繁に発生した場合、どのようなエラーが表示されているかをメモにして下さい。その内容をお知らせ下さい。

9. PC に接続する装置の周りにはスペースを空けてください。ファンの空気循環ならびに電極等の取扱いに差し支えない空間を確保して下さい。

10. 電極の接続には付属のセルケーブルを使用して下さい。ワニ口クリップの腐食には気を付けて下さい。接触不良の原因となります。

## 2.6 電源投入

送付されてきました段ボールを開封しますと、

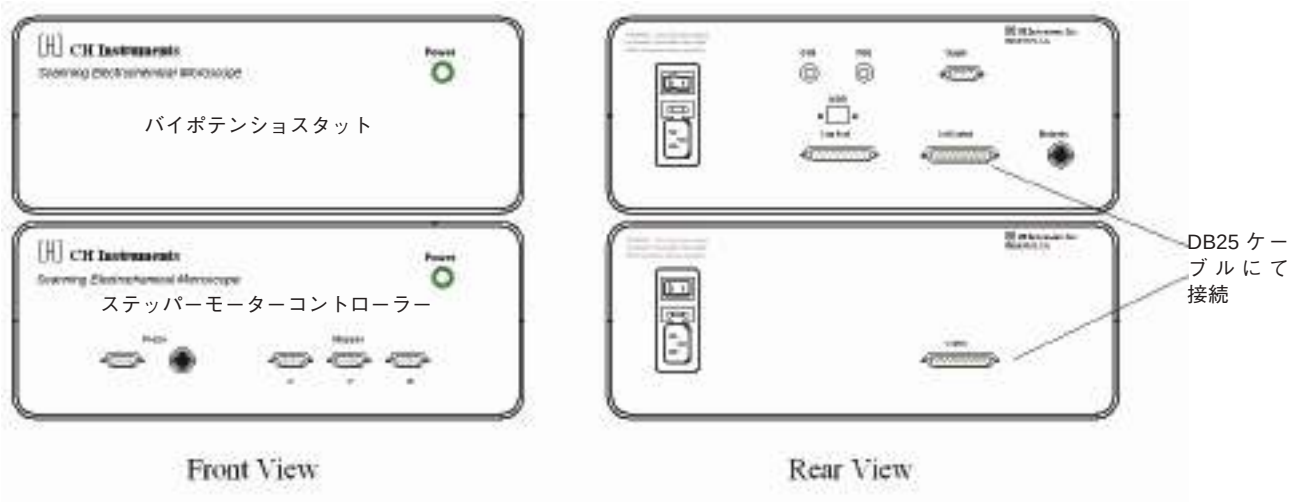
1. 電源ケーブル
2. セルケーブル
3. マニュアル (USB メモリー )
4. バイホテンショスタット、コントローラー、ステージ本体、USB ケーブル
5. 注文してある場合、電極関係のセル

本体は交流 100V ～ 230V/50 ～ 60 Hz で使用できるよう設計されています。本体の背面をチェックして頂きますと、電源ケーブルを挿入するソケットがあります。出荷前に使用する電源は調整してあります。

電源ケーブルは通常壁にあります電源コンセントに接続します。この時、電源のグラウンドが取れていることを確認してください。グラウンドが取れていませんと、ノイズの原因となります。ヒューズは本体の電源ソケットの中に組み込まれています。ヒューズの規格は 250 V, 0.4 A です。

電気化学アナイラザーの電源をオンにしますと、前面のインジケーターが点燈します。

本体の全面と背面の説明

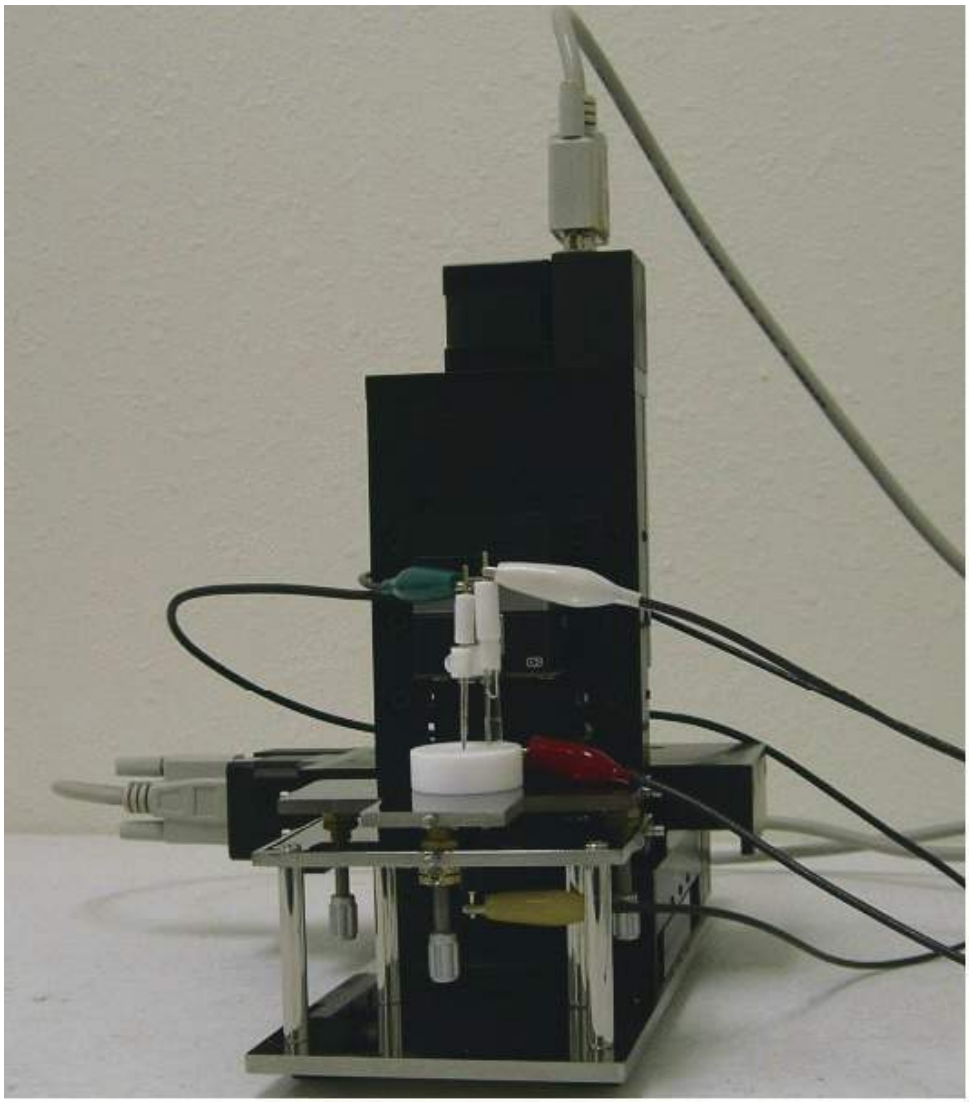



バイポテンショスタットとモーターコントローラーを Cell Control と記載された 3-ft DB-25 ケーブルで接続します。Stepper と記載された 15-pin コネクターケーブルでステージとステッパーモーターコントローラーを接続します。

920D の場合、DA-15 コネクターと "Piezo" と記載された 4 ピン丸形コネクター をステージとステッパーモーターコントローラーを接続します。

電源はバイポテンショスタットに電源を入れてください。セットアップが終了しましたらステッパーモーターコントローラーの電源を入れるようにしてください。ピエゾ素子を使用しない場合、電源は入れないでください。未使用時、ピエゾ素子に通電していますと、使用期間が短くなりますのでご注意ください

## 2.7 ステッパーモーター / ピエゾ



ステージを組み立てる時、十分に注意して組み立てを行ってください。添付のビデオを参照してからステージの組み立てをして下さい。不明な点がございましたら、ビーエーエスまでご連絡をお願いします。
ステージを組み立てた後、ステージをコントロールしてみましょう。X 軸をプラス側方向にすることは右に移動します。Y 軸をプラス側方向にすることは前面に移動します。Z 軸をプラス側方向にすることは下側に移動します。

### ピエゾ素子付ステッパーモーター

4 ピン丸形ピエゾケーブルには高電圧が掛かっていますので、使用時触れないようにして下さい。

### ピエゾブロック

ピエゾ素子の寿命は高電圧の印加時間に依存します。150V 印加する場合、1000-1500 時間が寿命となります。ピエゾ素子の寿命を長くしたい場合、印加電圧を低くするようにして下さい。

## 3.1 ファイルを開く

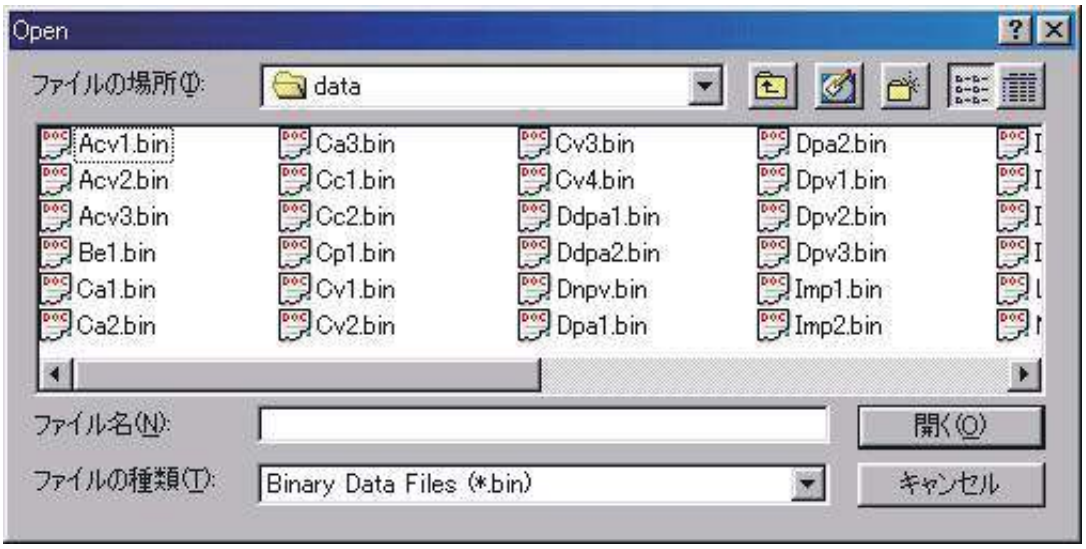
次のオプションは選択するファイルを指定します :

一回で一つのデータのみを読み込みできます。これはアクティブデータです。ファイルが読み込まれた後、メモリーは最新のデータと交換されます。そして、グラフィックは更新されます。テクニックと実験パラメータもまた更新されます。

このソフトはマルチドキュメントインターフェースを使用するため、この手順を繰り返すことによって多数のファイルを開くことが出来ます。

下記の図はファイルを開くコマンドダイアログボックスです。

次のオプションにてファイルを選択します :




ファイル名

ファイル名を入力または選択する。このボックスはタイプボックスのリストファイルで選択できる拡張子を持つファイルを一覧します。

拡張子を入力する必要はありません。システムは自動的にファイルに拡張子を付けます。

ファイルタイプの一覧

ファイルタイプの選択。"bin"( バイナリファイルデータ ) のみが利用でます。

ドライブ

システムが保存するファイルのドライブの選択。

ディレクトリー

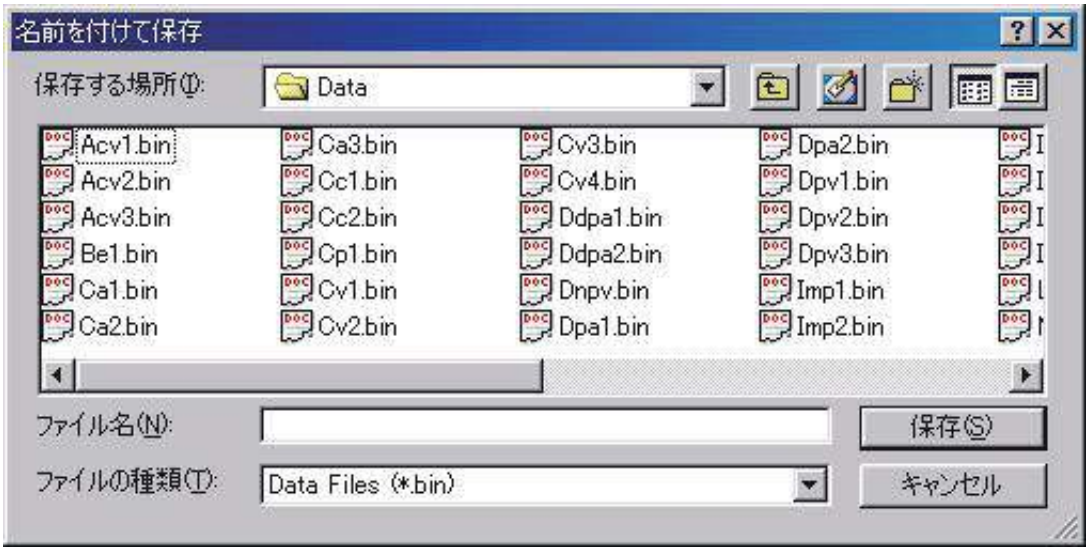
システムが保存するファイルのディレクトリーの選択。

このコマンドはファイルを開きます。

## 3.2 名前を付けて保存コマンド

ファイルに名前を付けて保存するコマンドです。

下図は名前を付けて保存するダイアログボックスです :




次のオプションは保存するファイルの位置、名前を指定します :

**ファイル名**

現在のデータ、変数を保存するために新しいファイル名をタイプします。ファイル名は 8 文字まで入力できます。存在されたファイル名を使用した場合、システムは警告を発生し、次に進みます。

拡張子をタイプする必要はありません。システムは自動的に拡張子をファイルに付けます。データファイルの場合、拡張子 "bin"( バイナリーファイル ) です。 マクロファイルの場合、拡張子 "mcr" です。シミュレーションファイルの場合、拡張子 "sim" です。他の拡張子は許可されていません。

**タイプファイルの一覧**

開きたいファイルのタイプを選択します。"bin"( バイナリーファイルデータ ) のみが利用できます。

**ドライブ**

システムが保存するファイルのドライブの選択。

**ディレクトリー**

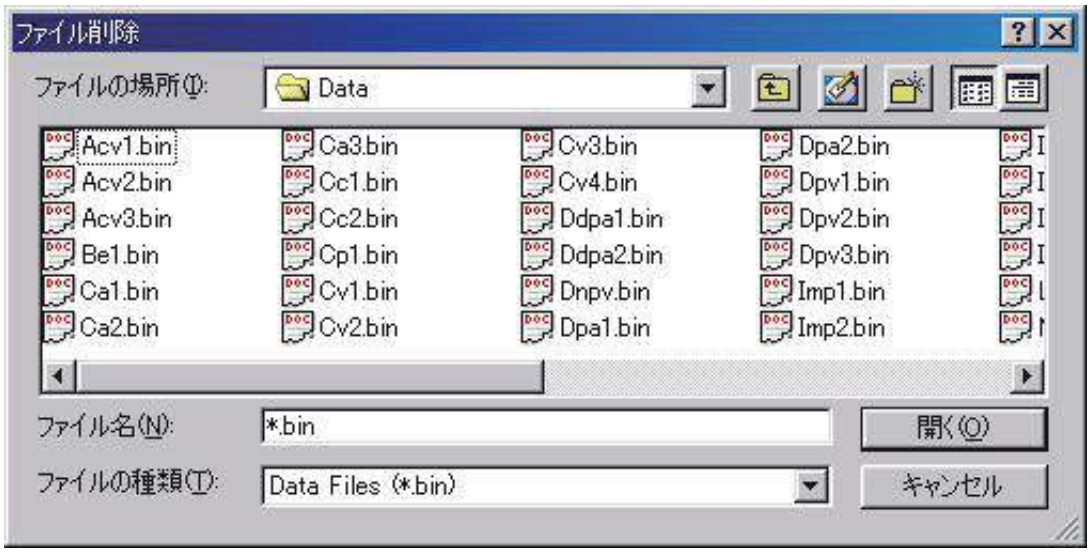
システムが保存するファイルのディレクトリーの選択。

このコマンドはファイルを保存します。

## 3.3 削除コマンド

このコマンドを使用すると、ファイルを削除します。

下図はファイル削除ダイアログボックスです :




次のオプションは削除したいファイルの位置、名前を特定します :

**ファイル名**

削除したいファイル名を選択またはタイプします。このボックスはタイプボックスのリストファイルにて選択する拡張子を持つファイルを一覧します。 多数のファイルを削除するために、Ctrl ボタンを押しながら、選択したいファイル名にマウスを移動し、Ctrl キーを押しながら、左マウスボタンをクリックします。

システムは特定された拡張子を削除タイプボックスに追加します。

**タイプのファイル一覧**

削除したいファイルのタイプの選択。

**ドライブ**

削除したいファイルのドライブの選択。

**ディレクトリー**

削除したいファイルのディレクトリーの選択。

## 3.4 修復コマンド

このコマンドを使用しますと、測定中のハードディスクに保存してあるデータを元に戻します。実験が外部干渉または中断、通信エラーにより終了しない場合、部分的なデータは回復できます。これはスキャン速度が遅い実験の場合、有効です。何時間も掛かる測定データを修復できます。

このコマンドはデフォルトでは有効ではありません。遅いスキャン走査実験を行わない場合、または事故により実験が中断した場合、再測定して下さい。このコマンドを有効にする場合、セットアップメニュー下のシステム コマンドを使用して下さい。" 測定中のデータ修復保存 " オプションをチェックして下さい。

最後の測定データを修復したい場合、測定開始前に行って下さい。新規測定が行われますと、最後の測定データは失われます。

## 3.5 プログラムの更新コマンド

このコマンドを使用すると、機器内部のソフトウェアーをアップデートできます。このコマンドを使用する場合、ユーザーマニュアルの付録のソフトウェアー更新の取り扱いを必ず参照して下さい。

フラッシュメモリーを更新する場合、ヘキサデシマルファイル (Als/CHIxxxx.HEX, ここでは xxxx はモデル番号です ) が必要です。次の操作を行なって下さい :

1. PC サイドの Als/CHIxxxx プログラムを終了します。
2. 機器の電源を切ります。
3. 側面のネジを外し、上部カーバーを取り外します。
4. 9 ピンシリアル通信コネクターの近傍にバックスライドスイッチがあります。スイッチ位置を "Download" に変更して下さい。.
5. 機器の電源を入れます。
6. PC サイドの Als/CHIxxxx プログラムを立ち上げます。
7. ファイルメニュー下の " プログラム更新 " を使用してフラッシュメモリー更新ダイアログボックスを行います。
8. ダイアログボックスで , use "Browse" ボタンを使用してヘキサデシマルファイル名を選択します。次に、"Update" ボタンをクリックしフラッシュメモリーにプログラムをダウンロードします。

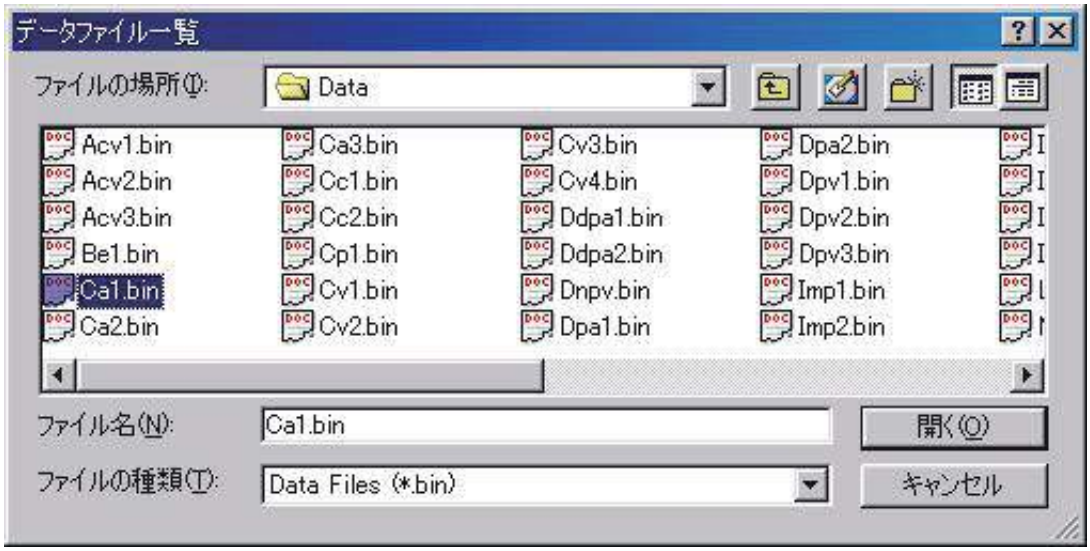
   ダウンロードを失敗した場合、エラーメッセージが現れます。ステップ 1 からやり直して下さい。
9. ダウンロードが成功した場合、確認メッセージが現れます。機器の電源を切り、バックスライドスイッチを元の位置に戻します。機器のカバーを元に戻しネジを止めます。これで機器のアップクレードは終了です。

## 3.6 データファイル一覧コマンド

このコマンドを使用すると、テキストモードでデータファイルを一覧できます。テキストフォーマットはテキストファイルフォーマットで変更できます。

現在のデータは変更されずに残っています。現在のデータの数値を一覧する場合、ビューメニューのデータ一覧コマンドを実行します。

下図はデータファイル一覧のダイアログボックスです:




次のオプションはテキストモードで一覧したいファイルの位置と名前を指定します:

**ファイル名**

一覧したいファイル名を選択またはタイプします。タイプボックスのリストファイルにて選択する拡張子を有するファイルを一覧します。

拡張子をタイプする必要はありません。システムは自動的にファイル名に "bin" を付け加えます。他の拡張子は許可されません。

**タイプのファイル一覧**

一覧したいファイルタイプを選択します。"bin"(バイナリファイルデータ) のみが利用でます。

**ドライブ**

削除したいファイルのドライブの選択。

**ディレクトリー**

削除したいファイルのディレクトリーの選択。

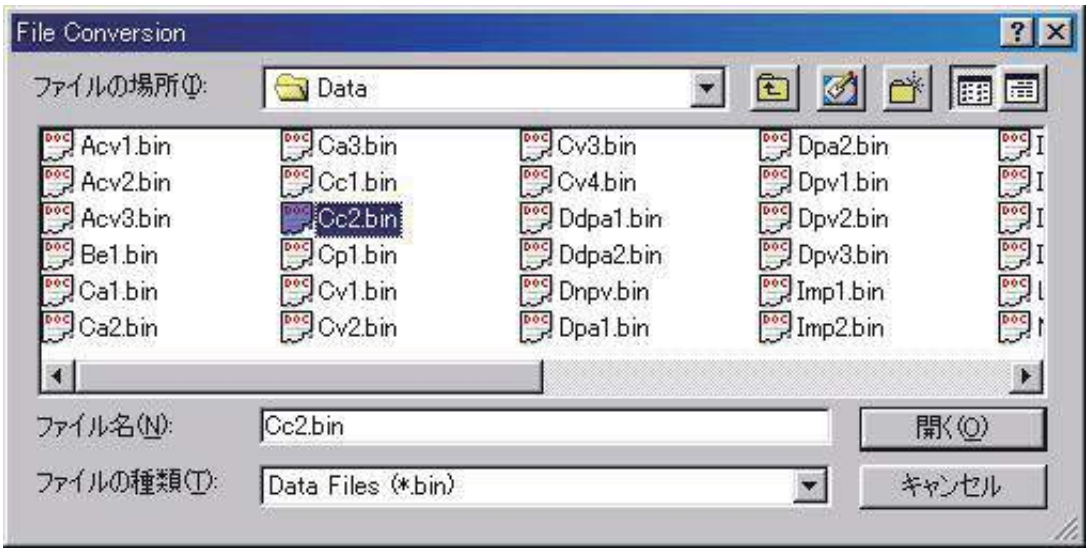
## 3.7 テキスト変換コマンド

このコマンドを使用しますと、バイナリーデータファイルをテキストファイルに変換します。テキストフォーマットはテキストファイルフォーマットにより変更できます。

多数のファイルも変換用に選択できます。多数のファイルを選択する場合、選択したいファイル名にマウスカーソルを移動し、Ctrl キーを押しながら、左マウスボタンをクリックします。

テキストファイルは他のソフト、例えばエクセル等のスプレッドシートで読み込みできます。

下図はファイル変換ダイアログボックスです :




次のオプションはテキストファイルに変換したいバイナリーファイルの位置と名前を指定します :

**ファイル名**

一覧したいファイル名を選択またはタイプします。タイプボックスのリストファイルにて選択する拡張子を有するファイルを一覧します。

変換のために多数のファイルを選択することが出来ます。

拡張子をタイプする必要はありません。システムは自動的にファイル名に "bin" を付け加えます。他の拡張子は許可されません。

**タイプのファイル一覧**

変換したいファイルタイプを選択します。"bin"( バイナリファイルデータ ) のみが利用できます

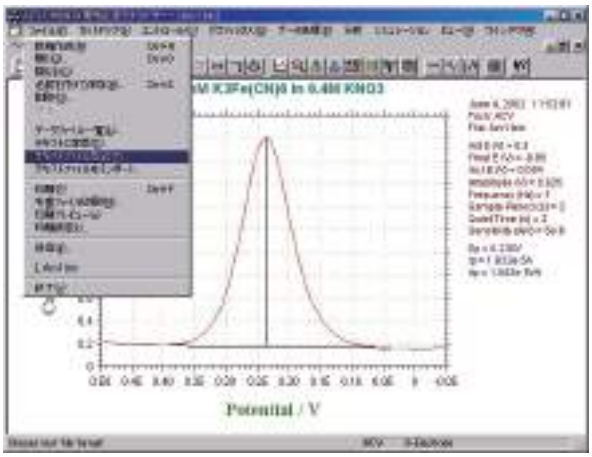
**ドライブ**

削除したいファイルのドライブの選択。

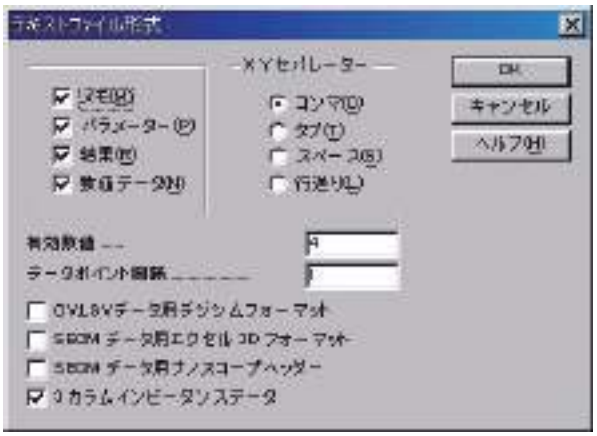
**ディレクトリー**

削除したいファイルのディレクトリーの選択。

### 3.7.1 テキスト変換方法について




データを表示した後、図形データを数値データに変換する方法について紹介いたします。測定したデータから必要な数値データを求める場合、ファイルの中のテキストファイル形式を選択してください。



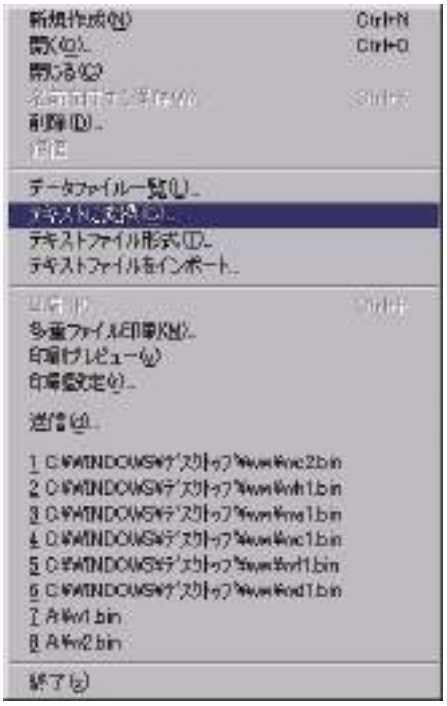

テキストファイル形式を選択しますと、右のダイアログが表れます。このファイルを表示した後、図形データを数値データに変換する方法について紹介いたします。測定したデータから必要な数値データを求める場合、ファイルの中のテキストファイル形式を選択してください。

表示させるのに必要な項目メモ、パラメータ、結果、数値データをマウスにて選択します。エクセルにデータをエクスポートする場合、データフォーマットを設定する必要があります。例えば、コンマ、タブ等です。コンマを選択した後、有効数値 ( 桁数 )、データポイント間隔 ( 電位の解像度 ) を指定します。次に、インピーダンスの場合、3 カラムインピーダンスデータを選択します。

表示させる必要があるデータ形式の選択を行います。グラフオプションを選択します。

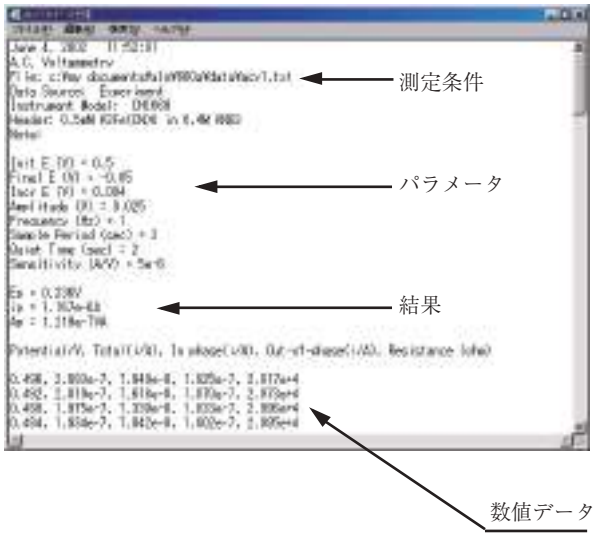
グラフオプションを選択してから、右画面が表示されます。データ (a) のダイアログボックスで Capacitance の選択をマウスで行ないます。

この画面を開いてテキストに変換 (c) をマウスで選択してください。



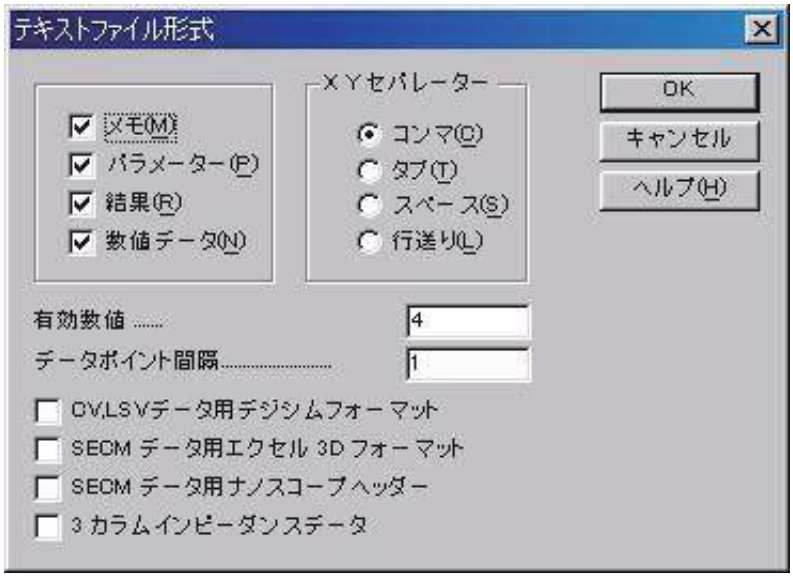

データが保存されているディレクトリーが表示されます。変換したいデータをマウスにて選択しますと、自動的にテキスト形式に変換されます。変換されたデータはデータが保存されている同じディレクトリーに保存されます。

テキストデータの内容をチェックしたい場合、ウインドウズのメモ帳で読み込んで表示させます。日時、測定条件、パラメータ、結果、測定データが転送されます。不要な項目はテキストファイル形式のダイアログボックスで必要な項目のみ選択して下さい。



## 3.8 テキストファイルフォーマットコマンド

このコマンドを使用すると、テキストモードでデータフォーマットを選択できます。下図はテキストファイルフォーマットダイアログボックスです:




次のオプションはテキストフアイルフォーマットを指定します:

**メモ**

一覧したい日付、時刻、テクニック、ラベル、注等があれば、このチェックボックスにチェックします。

**パラメータ**

一覧したい実験パラメータがあれば、このチェックボックスにチェックします。

**結果**

一覧したい実験結果、例えば、ピークまたは波形ポテンシャル、電流、面積があれば、このチェックボックスにチェックします。一覧したい項目を選択した後、グラフィックメニー下のピーク定義コマンドを実行します。

**数値データ**

一覧したい数値データポイントがあれば、このチェックボックスにチェックします。

**セパレーター**

X,Y データ組で使用される ( コンマ、タブ、スペースまたはラインフィード ) セパレーターを選択します。データ組は次のフォーマットの一つを有します。:

| | |
|---|---|
| X , Y | ( コンマ ) |
| X Y | ( タブ ) |
| X Y | ( スペース ) |
| X<br>Y | ( ラインフィード ) |

データフォーマットは市販のソフト、例えばスプレッドシート、データベースと互換です。

**有効数値**

このコマンドはテキストファイルの有効数字の数を設定します。有効数字のデフォルトは 4 桁です。ほとんどのアプリケーションに満たす条件です。最大 10 桁の有効数字に変更できます。しかしながら、有効数字の桁数が多くなると、データファイルも大きくなります。

### データポイントインターバル

このコマンドで部分的にデータポイントを読み込み、表示することができます。データ分析やデータファイルサイズを縮小するのに役立つます。しかし、データの詳細を失う可能性があます。

### CV と LSV データ用の DigiSim フォーマット

このコマンドは、CV と LSV データのみに使用します。このボックスにチェックを入れると、テキストデータファイルは直接 DigiSim に読み取れるフォーマットになります。

### エクセル３D 形式

このコマンドは SECM イメージデータ用です。このボックスがチェックされますと、データファイルはエクセルの３D 表面プロットに直接読み取れます。

エクセル 3D 表面プロットを実行するために、次の操作を行って下さい。

1. エクセルをスタートする
2. テキストデータファイルを開く
3. “テキストインポートウイザード－ステップ 1/3” ダイアログボックスが表示されます。”Next” ボタンを押します。
4. “テキストインポートウイザード－ステップ 2/3” ダイアログボックスが表示されます。テキストファイルフォーマットに使用したデータセパレータにマッチするために、”Delimiters” を選択。
5. “テキストインポートウイザード－ステップ” 3/3 ダイアログボックスが表示されます。”Finish” ボタンを押します。データを収容するスプレッドシートが表示されます。
6. スプレッドシート中の全てのデータポイントを選択して下さい。
7. ツールバーに” ChartWizard” ボタンを見つけ、押して下さい。
8. スプレッドシートのデータエリアにマウスを移動し、左ボタンを押します。
9. ” ChartWizard” ダイアログボックスステップ 1/5 が表示されます。”Next” ボタンを押します。
10. ” ChartWizard” ダイアログボックスステップ 2/5 が表示されます。3D Surface を選択して、”Next” ボタンを押します。
11. ” ChartWizard” ダイアログボックスステップ 3/5 が表示されます。”1” か ”2” を選択して、Next” を押します。
12. ” ChartWizard” ダイアログボックスステップ 4/5 が表示されます。”一連のデータ列”、”X 軸ラベルの第一列を使用する”、”Y 軸ラベルの第一カラムを使用する” を読込みます。”Next” ボタンをクリックします。
13. ”ChartWizard” ダイアログボックスステップ 4/5 が表示されます。前もって決めた説明、チャートタイトルを加え、X,Y,Z の軸タイトルを入力します。その後、”Finish” ボタンをクリックします。
14. スプレッドシートのデータエリアに 3D surface plot が表れます。グラフのサイズを変更するにはカーソルの形がサイズ変更カーソルに変わるまでカーソルをグラフの角に移動します。マウスの左ボタンを押しドラッグします。グラフが大きくなったり、小さくなったりするのを見ることができます。
15. グラフを選択し ( グラフをクリックする )、コピー ( 編集メニューのコピーコマンドを使用する、またはツールバーのコピーボタンをクリックする ) することによって、グラフをワード等にペーストし、印刷できます。

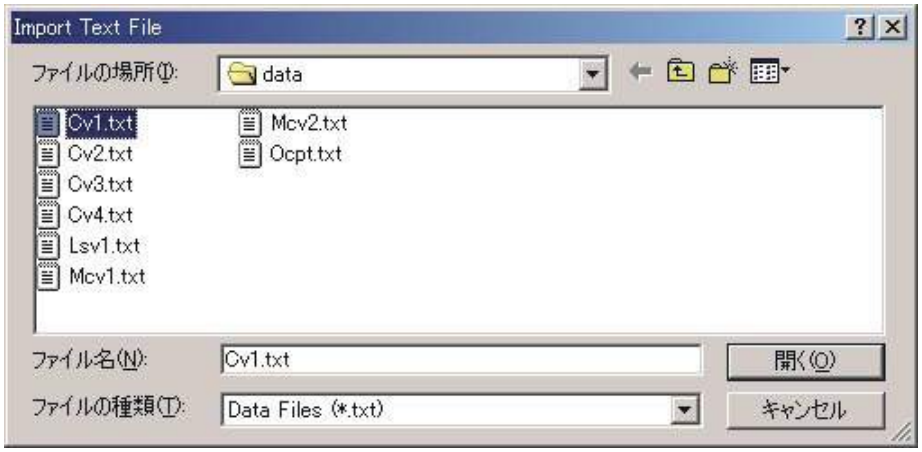
データ密度が高く、データポイントの接続線をハッキリ見ることができない場合、データポイント間隔を 1 より大きくして下さい。

### ナノスコープヘッダー

これは SECM イメージデータ用です。 このボックスがチェックされますと、ヘッダーがテキストファイルに加わり、データファイルは 3D プロット用ナノスコープソフトウェアにて直接読み込みできます。

## 3.9 テキストファイルインポートコマンド

このコマンドはテキストファイルをインポートします。ALS/CHI テキストファイルならびに BAS 社のテキストファイルデータを読み込むことができます。下図はテキストファイルインポートダイアログボックスです :




ALS/CHI ファイルの場合、メモ、パラメータがありませんと、ファイルの読み込みは行いません。BAS 社のテキストファイルとはフォーマットが異なりますのでご注意下さい。

## 3.10 印刷コマンド

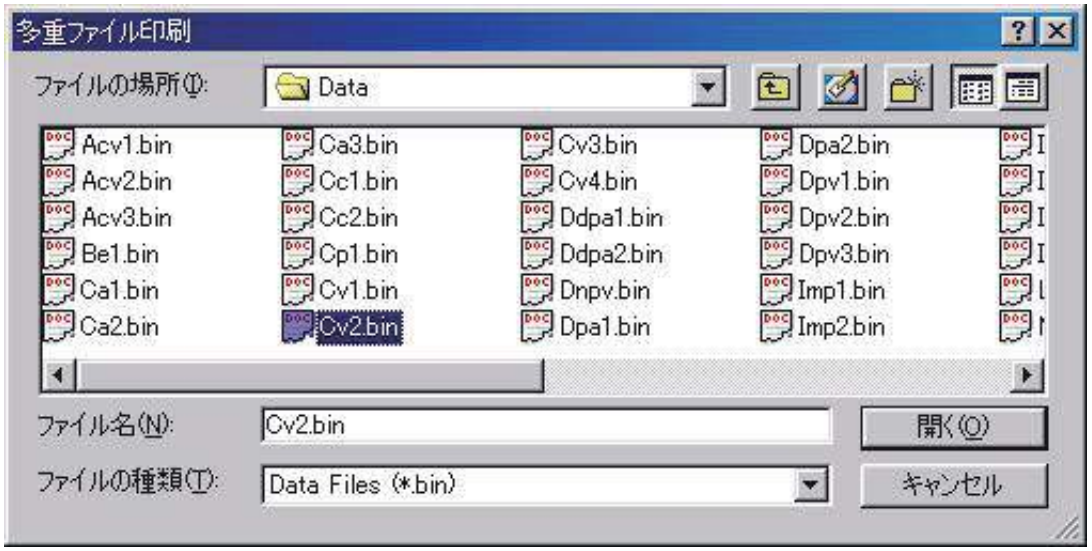
ドキュメントを印刷するためのコマンドです。印刷出力はスクリーンで見たものと同じです。印刷出力をカスタマイズする場合、グラフメニューのグラフオプションを使用します。
紙の種類はランドスケープになります。警告が表れた場合、紙の種類を設定するためにプリントセットアップを使用します。この設定はプログラムを終了した時、記憶されません。紙の種類を永続的に設定する場合、メインウインドウのプリントマネージャーを用いて、プリンターセットアップコマンドを実行します。

このコマンドはツールバーボタンで印刷を開始します。

## 3.11 多重ファイル印刷コマンド

ドキュメントを印刷するためのコマンドです。印刷出力はスクリーンで見たものと同じです。印刷出力をカスタマイズする場合、グラフメニューのグラフオプションを使用します。

下図は多重ファイル印刷ダイアログボックスです。




次のオプションは印刷したいバイナリーデータファイルの位置と名前を指定します :

**ファイル名**

一覧したいファイル名を選択またはタイプします。タイプボックスのリストファイルから選択する拡張子を有するファイルを一覧します。 多数のファイルを選択するためには、マウスカーソルを選択したいファイル名に移動し、Ctrl キーを押しながらマウスの左ボタンを押します。

拡張子をタイプする必要はありません。システムは自動的にファイル名に "bin" を付加えます。他の拡張子は許可されません。

**タイプのファイル一覧**

印刷したいファイルタイプを選択します。"bin"( バイナリファイルデータ ) のみが利用できます

**ドライブ**

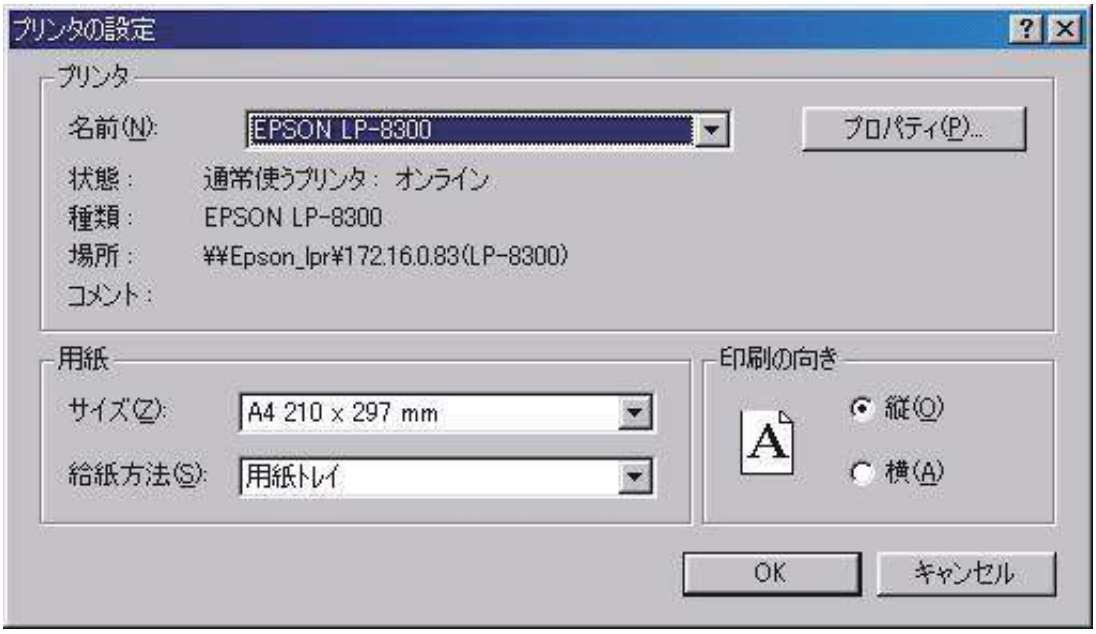
削除したいファイルのドライブの選択。

**ディレクトリー**

削除したいファイルのディレクトリーの選択。

## 3.12 印刷セットアップコマンド

このコマンドを使用すると、プリンター、プリンターの接続を選択できます。下記図は印刷セットアップダイアログボックスです:




次のオプションはプリンターの選択と接続を指定します。

**プリンター**

使用したいプリンターの選択を行います。デフォルトプリンターを選択または特定プリンターオプションの選択、ボックスで示されるインストールされた最新のプリンターの一つを選択します。プリンターをインストールし、ウインドウズコントロールパネルを用いてポートの設定を行います。

**オリエンテーション**

ポートレイトまたはランドスケープを選択します。このアプリケーションのペーパーオリエンテーションはランドスケープです。警告が表れた場合、用紙の種類を設定するための印刷セットアップコマンドを使用します。この設定はプログラムを終了した時メモリーされません。用紙の種類を永続的に設定する場合、プリンターを完全にランドスケープに設定する必要があります。メインウインドウのプリンターマネージャーを起動し、プリンターセットアップコマンドを実行します。ワードのようなソフトはデフォルトセッティングを各ソフトにおいて保存します。グローバルセッティングはそれらのソフトに影響しません。

**用紙サイズ**

印刷するドキュメントの用紙サイズの選択

**用紙の供給**

プリンターはサイズの異なる用紙を収納するマルチトレータイプがあります。ここでトレーの指定を行います。

**オプション**

プリンターの選択、印刷を指定するためのダイアログボックスを表示します。

## 3.13 終了コマンド

アプリケーションを終了するためのコマンドです。

終了する時、ファイルディレクトリー、システムセットアップ、コントロール状況、マクロコマンド、データ処理オプション、シミュレーションオプション、グラフィックオプション、色、フォント等、いくつかのシステム情報は保存されます。

### ショートカット

マウス： アプリケーションコントロールメニューボタンをダブルクリックします。

キー： ALT+F4

## 4.1 テクニックコマンド

このコマンドを使用すると、電気化学テクニックを選択できます。
下記図は電気化学テクニックのダイアログボックスです :

次のオプションは電気化学テクニックの選択を指定します :

テクニックの選択

使用したい電気化学テクニックを選択します。このボックスは装置で利用できるテクニックを一覧します。選択したいテクニックをダブルクリックすることはテクニックを選択し、OK ボタンをクリックすることと同じです。

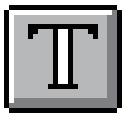
ポーラログラフィックモード

このボックスをチェックするとポーラログラフモードを使用でき、水銀滴を成長させ、データポイント毎に滴下させます。

次のテクニックのみにポーラログラフモードが許可されます。階段波 (SCP), 微分パルスポーラログラフィー (DPP), ノーマルパルスポーラログラフィー (NPP), 交流ポーラログラフィー (ACP), 第二高調波交流ポーラログラフィー (SHACP).

一旦ポーラログラフィーモードが使用されますと、ストリッピングモードは使用できません。コントロールメニューのストリッピングモードコマンドを使用してストリッピングモードに設定する場合、ポーラログラフィーモードを未チェックにする必要があります。

このコマンドはツールバーボタンがあります :



## 4.2 パラメータコマンド

このコマンドは実験パラメータをセットするために使用します。

システムはパラメータダイアログボックスを表示させ、使用するパラメータを選択します。テクニックによって、パラメータダイアログボックスは異なります。テクニックによるパラメータは次の通り：

サイクリックボルタンメトリーパラメータ
リニアースィープボルタンメトリーパラメータ
階段波ボルタンメトリーパラメータ
ターフェルプロットパラメータ
クロノアンペロメトリーパラメータ
クロノクーロメトリーパラメータ
微分パルスボルタンメトリーパラメータ
ノーマルパルスボルタンメトリーパラメータ
微分ノーマルパルスボルタンメトリーパラメータ
矩形波ボルタンメトリーパラメータ
交流ボルタンメトリーパラメータ
第二高調波交流ボルタンメトリーパラメータ
アンペロメトリー i-t 曲線パラメータ
微分パルスアンペロメトリーパラメータ
ダブル微分パルスアンペロメトリーパラメータ
トリプルパルスアンペロメトリーパラメータ
積分パルスアンペロメトリー検出パラメータ
バルク電気分解－クーロメトリーパラメータ
ハイドロダイナミック変調ボルタンメトリーパラメータ
スィープ－ステップファンクションパラメータ
マルチポテンシャルステップパラメータ
交流インピーダンスパラメータ
インピーダンス－タイムパラメータ
インピーダンス－ポテンシャルパラメータ
クロノポテンショメトリーパラメータ
クロノポテンショメトリー－電流ランプパラメータ
ポテンショメトリックストリッピング分析パラメータ
電気化学ノイズ測定パラメータ
オープン回路ポテンシャル－タイムパラメータ
Surface Patterned Conditioning パラメータ
プローブスキャン曲線パラメータ
プローブ接近曲線パラメータ
Surface Interrogation SECM パラメータ
走査型電気化学顕微鏡パラメータ
Z プローブ定電流コントローラメータ
サンプリングスキームパラメータ

各テクニックのパラメータの詳細については、関連ダイアログボックスの項を参照して下さい。
このコマンドはツールバーボタンがあります：

## 4.3 スィープテクニック（ LSV 、CV、TAFEL）

リニアースィープテクニックでは、電位は一定のスキャン速度で初期電位から最終電位まで直線的に変化させます。電流は印加電位の関数としてモニターされます。簡単な LSV の電位波形を図 4-1 に示します。

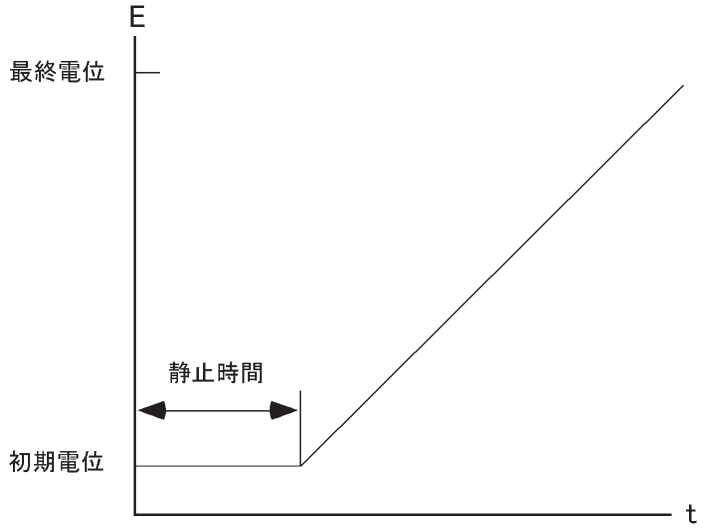



図 .4-1.LSV のポテンシャルの波形

LSV を更に汎用的にしたものが CV です。 このテクニックでは、最終電位に達した時、スキャン方向を反転し、同じ電位範囲内で反対の方向に再びスキャンします。フォワードスキャンで生じた電気化学反応の生成物質を逆スキャンで調べることができます。この特徴が CV テクニックが広く使用される主な理由の 1 つです。

CV では、電位は同じ範囲内で何回も繰り返すことができます。初期電位と、スキャンの方向が反転される高電位と低電位の 2 つのスイッチングポテンシャル という 3 つの電位変数が必要です。 CV のポテンシャル波形を図 10-2 に示します。

図 4-2 に CV の最もシンプルな i ー E 曲線を示します。 曲線の非対称性は拡散による物質移動により生じます。この曲線の形に影響を及ぼす多数の他の変数があります。例えば、遅い不均一系の電子移動、酸化或いは還元種の不安定性、吸着などです。もし不均一系の電子移動速度が速ければ（実験のタイムスケールと比べて)、

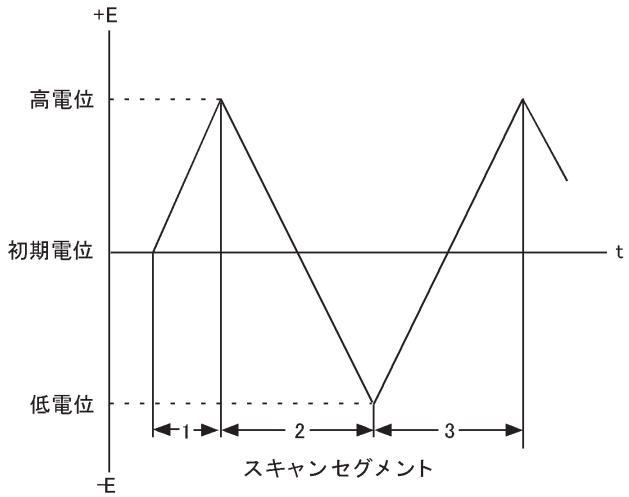



図 4-2.CV のポテンシャル波形

そして酸化種還元種両方が安定（実験のタイムスケール上）であるなら、その時、レドックス過程は電気化学的に可逆的と言れます。そのような系の標準レドックスポテンシャルは２つのピークポテンシャル（ $E_{pa}$ と $E_{pc}$ ）の平均であり、ピークポテンシャルの差は 57/n（mV）です（n は 1 モル当たりの移動電子数です）。

可逆過程のサイクリックボルタンメトリーではピーク電流は Randles-Sevcik 式で表わされます。

$$i_p=2.69x10^5n^{3/2}AD^{1/2}Cv^{1/2}$$

| | |
|---|---|
| $i_p$= ピーク電流 (A) | n=equiv/ モル |
| A= 電極面積 ($cm^2$) | D= 拡散係数 ($cm^2/s$) |
| C= 濃度 ($mole/cm^3$) | v= スキャン速度 (V/s) |

それゆえに、可逆過程の、$i_p$ は濃度 C とスキャン速度 $v^{1/2}$ に比例します。CV 曲線の形に影響を及ぼす多数の変数があります。遅い電子移動速度はピークポテンシャルの分離（$\Delta E_p$）を増加させ、電子移動の速度定数はスキャン速度による $\Delta E_p$ の変化を調べることにより算出できます。作用電極と比較電極間の未補償抵抗もまた同じく $\Delta E_p$ を増加させます。 未補償抵抗の効果はエレクトロニクスによる iR 補償により低下させるか、或いは取り除くことができます（コントロールメニューの iR 補償を参照）。

もう１つの CV の用途として電極反応の生成種の反応を研究することがあります。 フォワードスキャンで生じた生成種の反応性は折り返しのスキャンやそれ以後に引き続くスキャンにより調べられます。反応速度の定性的評価はスキャン速度を変えて得られます。

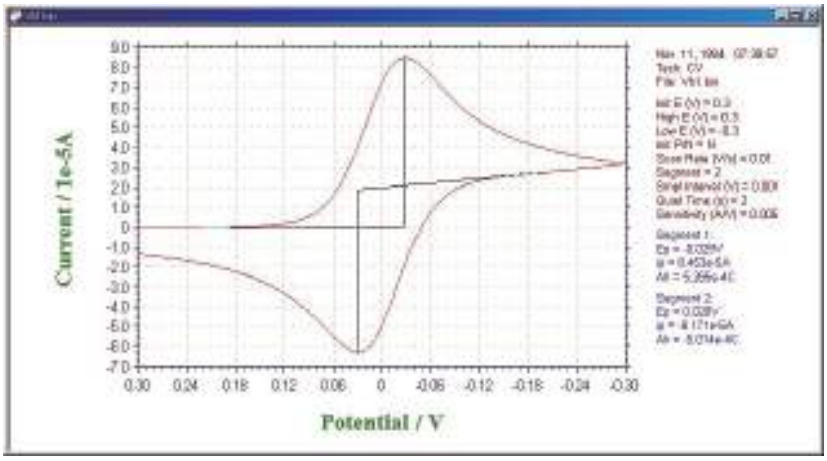


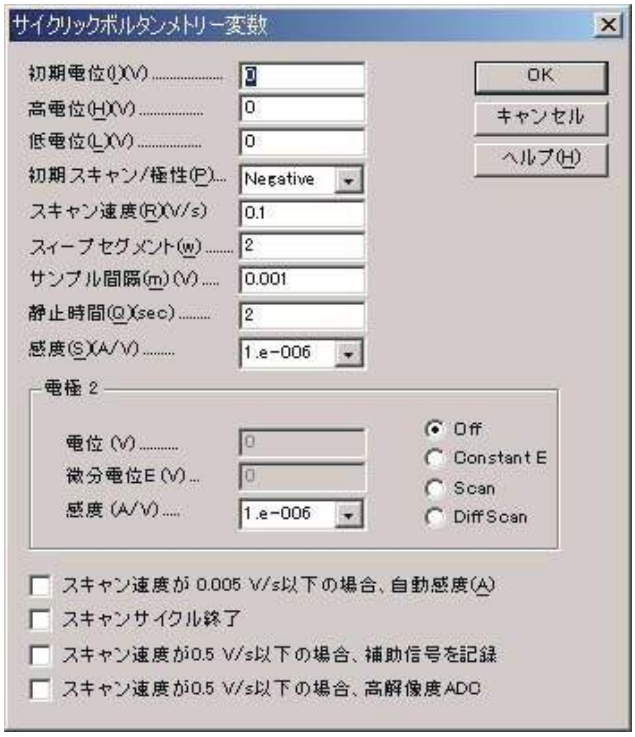
図 4-3.CV の典型的な電流応答

簡便性と迅速性のおかげで CV は酸化還元系を調べる最初の手段としてしばしば使われ、反応速度とメカニズムの定性的な解析手段として非常に強力なテクニックとされています。 しかし、遅い電子移動効果と化学反応性を切り離すべき方法がないので、CV と LSV は、一般に均一系と不均一系の反応速度の定量的な測定には不向きです。 これらの測定には、他のテクニック（例えば、クロノクーロメトリー）の方が一般により適しています。とはいえ、他のテクニックが使われる前に、酸化還元電位を知る必要があり、これは CV によって最も便利に調べることができます。

CV と LSV に現われるバックグラウンド（容量性）電流が定量分析手段としての有用性に制限を与えます。一方、LSV はストリッピングボルタンメトリーによる微量金属の検出に際しては有効な手法になります。

## 4.3.1 サイクリックボルタンメトリーのパラメータ

サイクリックボルタンメトリーパラメータダイアログボックスを示します。




実験パラメータ、範囲、詳細は次の通り

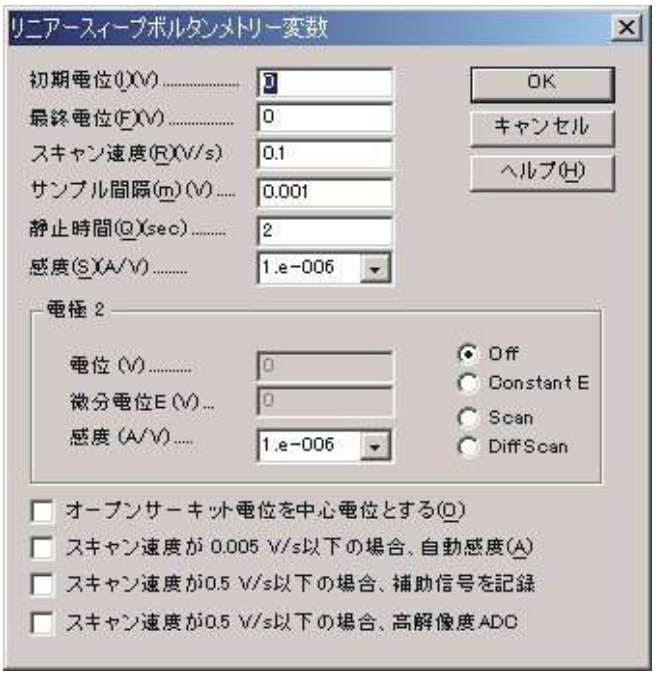
| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| 初期電位 (V) | -10 ～ +10 | 初期電位 |
| 高電位 (V) | -10 ～ +10 | ポテンシャルスキャン高電位リミット |
| 低電位 (V) | -10 ～ +10 | ポテンシャルスキャン低電位リミット |
| 初期スキャン極性 | Positive または Negative | 初期スキャンの方向 |
| スキャン速度 (V/s) | $1 \times 10^{-6}$ ～ $2 \times 10^{4}$ | ポテンシャルのスキャン速度 |
| スィープセグメント | 1 ～ 1,000,000 | 半サイクルは 1 セグメント、スィープセグメント |
| サンプル間隔 (V) | $1 \times 10^{-6}$ ～ 0.064 | データサンプリング間隔 |
| 静止時間 (Sec) | 0 ～ 100,000 | ポテンシャルスキャン前の静止時間 |
| 感度 (A/V) | $1 \times 10^{-12}$ ～ 0.1 | 感度スケール |
| 自動感度 | チェックまたは未チェック | 測定時の自動感度 |
| スキャンサイクル終了 | チェックまたは未チェック | サイクル終了 |
| 補助信号の記録 | チェックまたは未チェック | スキャン速度が 0.25V/s 以下の時、同時的に外部信号を記録する |
| 電極 2: | | |
| 電位 (V) | -10 ～ +10 | セカンド作用電極の電位 |
| 微分電位 (V) | -0.2 ～ +0.2 | Diff scan が選択された場合、1Ch |
| 感度 (A/V) | $1 \times 10^{-12}$ ～ 0.1 | セカンド電極の感度スケール |
| OFF | チェックまたは未チェック | セカンド作用電極のオン・オフコントロール |
| Constant E | チェックまたは未チェック | 第二電極を低電位に保持する |
| Scan | チェックまたは未チェック | 第二電極を第一電極と一緒にスキャンする |
| Diff Scan | チェックまたは未チェック | 第一と第二電極間を一定の電位差にしながらスキャン |

注

1. 高電位、低電位は少なくとも 0.01 V 離して下さい。
2. 間違えた高電位、低電位が入力した場合、システムは自動的にそれらの値を再調整します。
3. 初期電位、高電位、低電位に依存して、システムは自動的に初期スキャン方向を再調整します。
4. 最高ポテンシャルスキャン範囲は 13.1 V です。
5. スキャン速度が 500 V/s 以下の場合、ポテンシャルの増加分は 0.1 mV です。スキャン速度が 5000 V/s の場合、ポテンシャルの増加分は 1 mV です。スキャン速度が 10000 V/s の合、ポテンシャルの増加分は 2 mV です。
6. スキャン速度が 1000 V/s 以下の場合、サンプル間隔は 1 mV です。スキャン速度が 2000 V/s の場合サンプル間隔は 2 mV です。スキャン速度が 5000 V/s の場合サンプル間隔は 5 mV です。高いスキャン速度の場合、データサンプリング間隔は自動的に増加します。電極 2 が有効な場合、サンプル間隔は高スキャン速度では 2 倍になります。
7. スキャン速度が 0.5V/s 以上か補助信号記録チャンネルを無効にした場合、最低のサンプル間隔は 0.001V です。スキャン速度が 0.5V/s 以下の場合、最低のサンプル間隔が限定を超えません（スキャン速度 /500）。サンプル間隔は 0.001V 以下の場合、0.0005 V、0.0002 V、0.0001 V、0.00005 V、0.00002 V、0.00001 V、0.000005 V、0.000002 V、0.000001 V のみ使用できます。しかしデータポイントの数が 32,000 以上の場合サンプル間隔が増加します。
8. スィープセグメント数が大きくなると、データサンプリング間隔は自動的に 0.02 V まで増加します。スキャン速度が 0.5 V/s 以上の場合、スィープセグメント数はメモリサイズ (64000 ポイント ) により制限されます。スキャン速度が低い場合、指定のスィープセグメントは実行されますが、セグメントの限界数だけが保存されます。スィープセグメントを大きくすると、電極の前処理に有効です。
9. スキャン速度が 0.01 V/s 以下の場合、測定中の感度は自動的に電流レベルに応じて変更されます。自動感度が起動された時、感度選択は測定には影響がありません。しかし、$10^{-12}$ ～ 0.1 A/V の代わりに自動感度範囲は $10^{-8}$ ～ 0.1 A/V です。ピコアンペアブースターは動作しません。より高い感度を選択するためには自動感度の設定を OFF にする必要があります。
10. スキャンサイクル終了は初期電位が高電位、低電位と異なる場合と、スィープセグメントが 3、5、7、9（奇数）のみ働きます。スキャンサイクル終了が働く時、最後のセグメントは高電位、低電位の代わりに初期電位で停止します。
11. スキャン速度が 0.25V/s 以下の場合、ボルタモグラムと同時に外部電圧信号 ( 分光器信号等 ) を記録できます。信号入力用の背面の 9 ピン D コネクターを使用します。ユーザーマニュアルにピンアウトを参照してください。
12. ノイズレベルが高い（特にライン周波数ノイズ）場合、信号平均化を使用する低感度（サンプル間隔中に多数回サンプリング）の方が良い結果が得られます。しかしながら、ノイズ以外の問題において高分解度 ADC はより高い精度と正確を与えます。感度スケールを最適化されなくても、データ特性は合理的になります。スキャン速度が 0.02 V/s 以下の場合、高分解度 ADC を使用します。
13. スキャン速度が 0.5 V/s 以下の場合、高解像度 ADC はデータサンプリングに使用されます。高解像度 ADC は良好な S/N が得られ、データの品質は高解像度により感度設定に依存しなくなります。第２電極がオンの場合、高解像度 ADC は第 1 チャンネルのみに適用されます。
14. 第２電極が ON の場合、補助信号の記録チャンネルは OFF になります。

## 4.3.2 リニアースィープボルタンメトリーパラメータ

リニアースィープボルタンメトリーパラメータダイアログボックスを示します。




実験パラメータ、範囲、詳細は次の通り

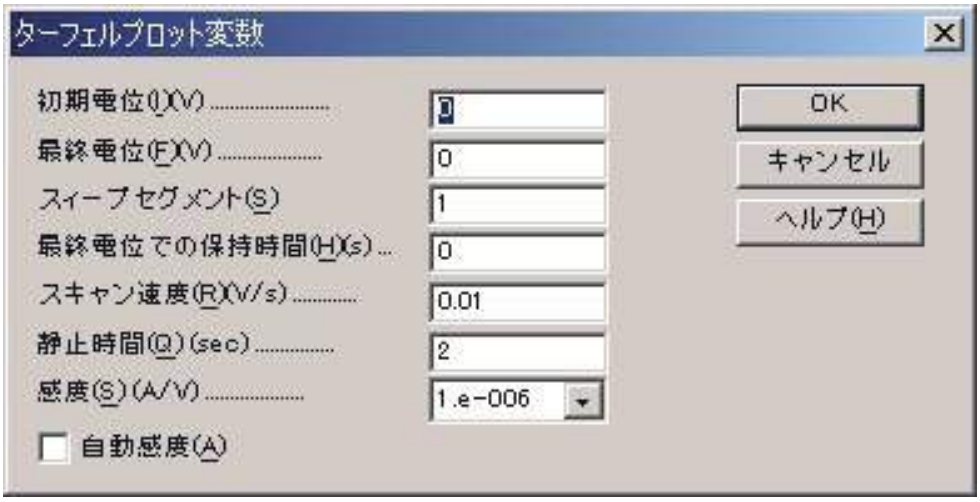
| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| 初期電位 (V) | -10 ～ +10 | 初期電位 |
| 最終電位 (V) | -10 ～ +10 | 最終電位 |
| スキャン速度 (V/s) | $1 \times 10^{-6}$ ～ $2 \times 10^{4}$ | ポテンシャルスキャン速度 |
| サンプル間隔 (V) | $1 \times 10^{-6}$ ～ 0.064 | データサンプリング間隔 |
| 静止時間 (Sec) | 0 ～ 100,000 | ポテンシャルスキャンする前の静止時間 |
| 感度 (A/V) | $1 \times 10^{-12}$ ～ 0.1 | 感度スケール |
| 自動感度 | チェックまたは未チェック | 測定中の自動感度 |
| 補助信号の記録 | チェックまたは未チェック | スキャン速度が 0.25 V/s 以下の時、同時的に外部信号を記録する |
| 電極 2: | | |
| 電位 (V) | -10 ～ +10 | セカンド作用電極の電位 |
| 差分電位 (V) | -0.2 ～ +0.2 | Diff scan が選択された場合、1 Channel |
| 感度 (A/V) | $1 \times 10^{-12}$ ～ 0.1 | セカンド電極の感度スケール |
| OFF | チェックまたは未チェック | セカンド作用電極の ON/OFF コントロール |
| Constant E | チェックまたは未チェック | 第二電極を低電位に保持する |
| Scan | チェックまたは未チェック | 第二電極を第一電極と一緒にスキャンする |
| Diff Scan | チェックまたは未チェック | 第一と第二電極間を一定の電位差にしながらスキャンする |

注 :

1. 初期電位と最終電位は少なくとも 0.01 V 離して下さい。
2. 最高ポテンシャルスキャン範囲は 13.1 V です。
3. スキャン速度が早い場合、データサンプリング間隔は自動的に増加します。
4. スキャン速度が 500V/s 以下の場合、ポテンシャルの増加分は 0.1 mV です。スキャン速度が 5,000 V/s の場合、ポテンシャルの増加分は 1 mV です。スキャン速度が 20,000 V/s の場合、ポテンシャルの増加分は 4 mV です。
5. スキャン速度が 1000 V/s 以下の場合、サンプル間隔は 1 mV です。スキャン速度が 2,000 V/s の場合サンプル間隔は 2 mV です。スキャン速度が 5,000 V/s の場合サンプル間隔は 5 mV です。スキャン速度が高速になりますと、データサンプリング間隔も自動的に増加します。
6. スキャン速度が 0.5 V/s 以上か補助信号記録チャンネルを有効にした場合、最低のサンプル間隔は 0.001V です。スキャン速度が 0.5 V/s 以下の場合、最低サンプル間隔は ( スキャン速度 /500) を超えないこと。サンプル間隔が 0.001 V 以下の場合、0.0005 V、0.0002 V、0.0001 V、0.00005 V、0.00002 V、0.00001 V、0.000005 V、0.000002 V、0.000001 V のみ使用できます。しかしデータポイントの数が 64,000 以上の場合サンプル間隔が増加します。電極 2 が有効な場合、サンプル間隔は高スキャン速度では 2 倍になります。
7. スキャン速度が 0.01 V/s 以下の場合、測定中の感度は自動的に電流レベルに応じて変更されます。自動感度が起動された時、感度選択は測定には影響がありません。しかし、自動感度範囲は $1 \times 10^{-8}$ ～ 0.1 A/V からです。ピコアンペアブースターは動作しません。$1 \times 10^{-9}$ ～ $1 \times 10^{-12}$ A/V の高感度を選択する場合、自動感度の設定を OFF にする必要があります。
8. スキャン速度が 0.25V/s 以下の場合、ボルタングラムと同時に外部電圧信号 ( 分光器信号等 ) を記録できます。信号入力用の背面の 9 ピン D コネクターを使用します。ユーザーマニュアルにピンアウトを参照してください。
9. ノイズレベルが高い（特にライン周波数ノイズ）場合、信号平均化を使用する低感度（サンプル間隔中に多数回サンプリング）の方が良好です。しかしながら、ノイズ以外の問題において高分解度 ADC はより高い精度と正確が得られます。感度スケールを最適化されなくても、データ特性は合理的です。
10. 直線分極抵抗プロットはグラフメニュー下にあるスペシャルプロットコマンドにて実行できます。
11. スキャン速度が 0.5 V/s 以下の場合、高解像度 ADC はデータサンプリングに使用されます。高解像度 ADC は良好な S/N が得られ、データの品質は高解像度により感度設定に依存しなくなります。第２電極がオンの場合、高解像度 ADV は第 1 チャンネルのみに適用されます。
12. 第２電極が ON の場合、補助信号の記録チャンネルは OFF になります。

## 4.3.3 ターフェルプロットパラメータ

ターフェルプロットパラメータのダイアログボックスを示します。




実験パラメータ、範囲、詳細は次の通り

| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| 初期電位 (V) | -10 ～ +10 | 初期電位 |
| 最終電位 (V) | -10 ～ +10 | 最終電位 |
| 電位増加分 (V) | 0.001 ～ 0.05 | 各ステップの増分電位 |
| スィープセグメント | 1 ～ 2 | 半サイクルが 1 セグメント、スィープセグメント |
| スキャン速度 (V/s) | $1 \times 10^{-6}$ ～ 0.1 | ポテンシャルスキャン速度 |
| 静止時間 (Sec) | 0 ～ 100,000 | ポテンシャルスキヤン開始前の静止時間 |
| 感度 | $1 \times 10^{-12}$ ～ 0.1 | 感度スケール |
| 自動感度 | チェックまたは未チェック | 測定中の自動感度 |

注：

1. 初期電位と最終電位は少なくとも 0.01 V 離して下さい。
2. 腐食速度計算ははグラフメニュー下にあるスペシャルプロットコマンドにて実行できます。

## 4.4 ポテンシャルステップテクニック（CA, CC, STEP）

これらのテクニックでは、ポテンシャルをある値から第２の値に変化させ、電流（クロノアンペロメトリー）または電荷（クロノクーロメトリー）応答を時間の関数としてモニターします（電荷は電流の積分であることに注意)。ある時間 $\tau$ の間第２の電位に保持した後、ポテンシャルを（しばしば元のポテンシャル値である）第３の値に変化させます。それゆえに、ポテンシャルステップ実験はシングルステップ、またはダブルステップとなります。

一般変数 はクロノアンペロメトリーとクロノクーロメトリーでわずかに異なります。クロノアンペロメトリーの場合、初期電位（初期 E）と高電位、低電位が必要となります。 ポテンシャルを初期電位から低電位 または高電位 に変化させます（これは初期Ｐ / Ｎ変数によって決まります)。時間 $\tau$ （パルス幅）経過後に、ポテンシャルは反対の方向（低電位から高電位または高電位から低電位）に変化させ、$\tau$ 時間この値の電位に保持します（図 4-4 参照)。クロノクーロメトリーの場合、ポテンシャルは初期電位（初期 E）と最終電位（最終 E）となります（図 4-5 参照)。

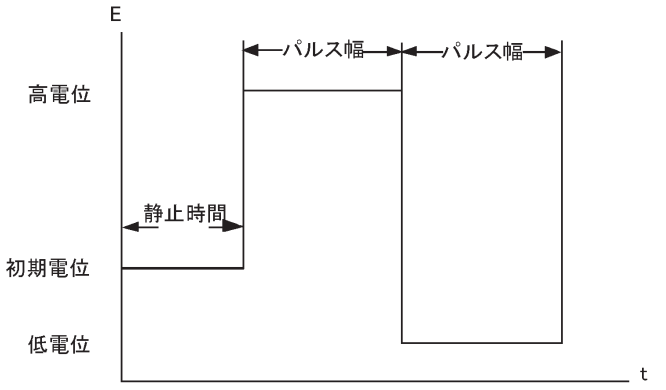


図 4-4 クロノアンペロメトリーのポテンシャル波形

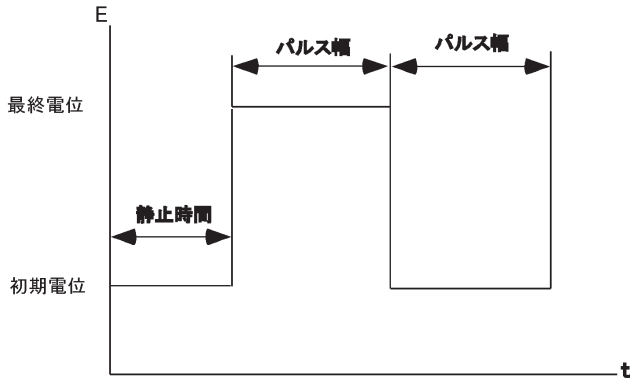


図 4-5 クロノクーロメトリーのポテンシャル波形

電流 / 電荷応答は初期電位と最終電位値に依存します。もしファラディー反応がどちらの電位でも起こらないなら（ファラディー反応とは溶液での分子の電気分解です)、応答は電極の充電による電流となります（充電即ち容量性電流またはバックグラウンド電流)。その応答は電流スパイクで指数関数的に減少します。

しばしば、初期電位は ファラディー反応が起こらない電位にし、最終電位はファラディー反応が迅速に起こる電位にします。即ち、電気化学活性な分子は作用電極の表面に到着するとすぐに 電気分解されます。 電流の大きさはバルク溶液から作用電極表面への物質移動速度により決まります。即ち、拡散速度です。 拡散支配による電流は下記の Cottrell 式によって与えられます。

$$i = \frac{nFAD^{1/2}C}{\pi^{1/2}t^{1/2}}$$

ここで

i = 電流（A）
n = 電子移動数 / 分子当たり、 F = ファラディー定数（96,500C/mole）
A = 電極面積（$cm^2$)、 D = 拡散係数（$cm^2$ / s）
C = 濃度（mol / $cm^3$)、 t = 時間（s）

拡散支配によるファラディー電流は $t^{-1/2}$ で減衰します（典型的なクロノアンペログラム、図 4-6. 参照）。拡散支配による電荷（ $Q_{diff}$ ）の同様な式は上式の積分となります（即ち、Q は $t^{1/2}$ に比例）。そして典型的なクロノクーログラムを図 4-7. に示します。

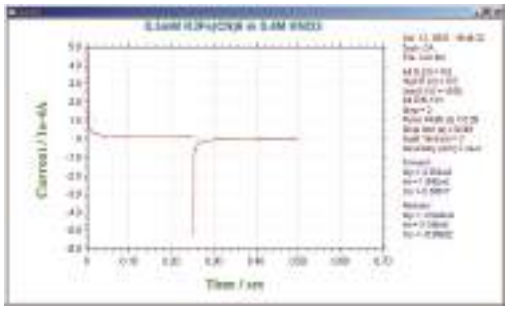


図 4-6. CA クロノアンペログラム（電流 - 時間応答）

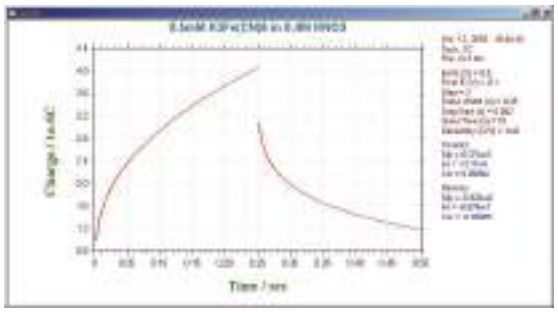


図 4-7. CC のクロノクーログラム（電荷 - 時間応答）

CA と CC 測定法は直線プロットの勾配を用いて n、C、A、D の内の 1 つを決めるために使われます。但し、4 つのパラメータの内 3 つは既知でなければなりません。 しかし、他のテクニック（例えば、後述のパルステクニック）の方が検出下限は低く、そのため CA と CC は濃度測定には一般に使われません。A と D はしばしばこれらのテクニックを使って測定されています。

i と $t^{-1/2}$ または Q と $t^{1/2}$ の間の関係は電流（または電荷）が拡散によって厳密にコントロールされる時間間隔を調べるために使用されます。図 4-8. は時間に対する $i/t^{-1/2}$ のプロットです。 短時間における理論値からのズレはステップポテンシャルで作用電極を充電するのに必要な時間の長さによります。長時間における理論値からのズレは自然対流によるものです。

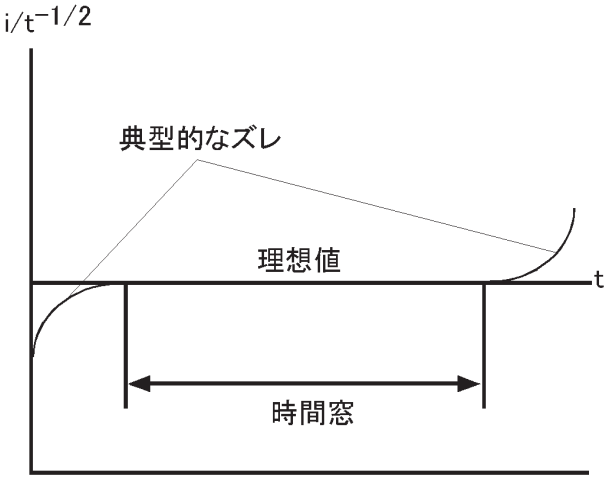



図 4-8. 電気化学システムの平面拡散条件における時間ウインドウを模式的にあらわす i / $t^{-1/2}$（CA）プロット

CA と CC 測定法は絶対濃度測定には使用しませんが、電解された分子の均一系化学反応による濃度変化を測定するために使用されます [3,4]。 これはダブルステップテクニックを使い、フォワードとバックワード電流（電荷）の比を測定することにより行なわれます。 もしフォワードステップで電解後に生成物が化学反応を起こすならば、これらの生成物分子は逆ステップで電解用に供給されにくくなります。それ故、化学反応が速くなればなるほど 、逆ステップでの電流 / 電荷は小さくなります。化学反応速度は異なったパルス幅による電流（または電荷）比を測ることにより算出されます。

もし電子移動が迅速に起こらない値を最終電位にするならば、電流（または電荷）応答は拡散速度と同様不均一電子移動速度によって影響されるでしょう。従って 電子移動速度は CA と CC によって測定されます（5）。

CC は CA に比べて幾つかの利点があります。 シグナルは時間と共に増加します。応答の後半部分ははじめに集中する充電電流により歪められないので、良い S/N 比が得られます。加えて、電荷が実験中に加算されるので、初期応答からのインフォメーションも保持されます。

初期情報を保持することができる点を利用する別の CC の応用は作用電極の表面に吸着した種の検出です 。このような種はポテンシャルが変化するやいなや、非常に速く電解されます。 クロノクーロメトリーの間に測定される総電荷は

$$Q=Q_{diff} + Q_{dl} + Q_{ads}$$

$Q_{dl}$ は作用電極の充電による電荷量、$Q_{ads}$ は吸着種の電解による電荷量で吸着物質の表面濃度に比例します。 ３つの成分のうち、$Q_{diff}$ だけ が時間に依存します。従って、Anson プロットの切片は $Q_{dl} + Q_{ads}$ になります。$Q_{ads}$ を算出する１つの方法はバックグラウンド溶液で CC 実験を行なうことにより $Q_{dl}$ を測定し差を求めることです。

しかし、これは電気化学活性な種の有無に関わらず $Q_{dl}$ は同じであると仮定しています；。これは必ずしも真実ではありません。一層正確な方法はダブルステップ CC を使うことです。 $Q_{dl}$ はフォワード / リバースの Anson プロット（図 4-9.）の切片の差を計算することにより除去できるからです。

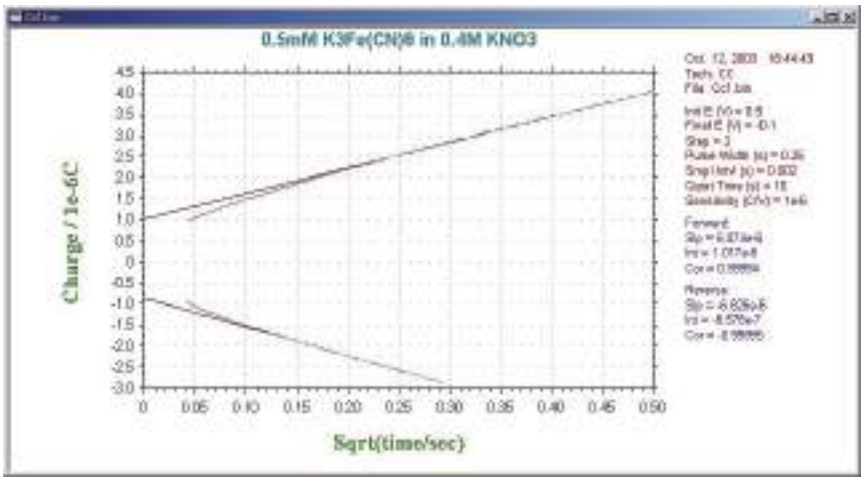
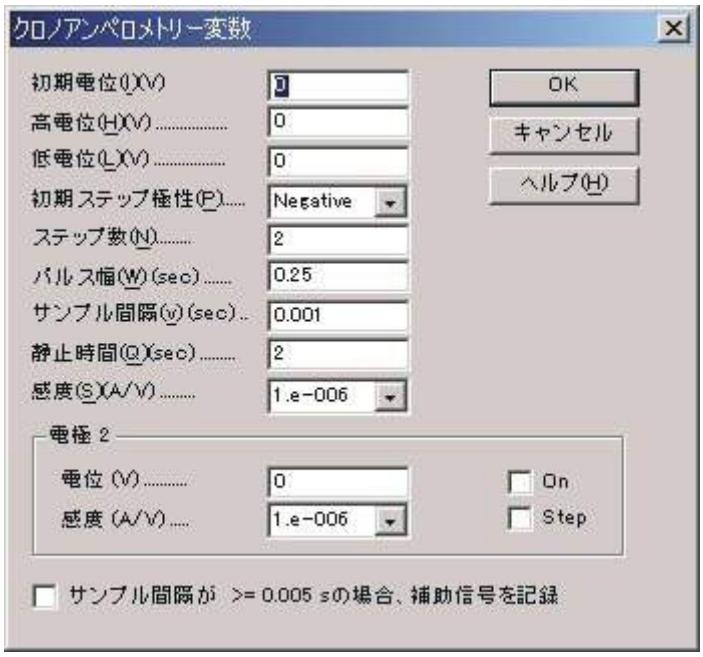



図 4-9. フォワード / リバースの Anson プロット

## 4.4.1 クロノアンペロメトリーパラメータ

クロノアンペロメトリーパラメータのダイアログボックスを示します。




実験パラメータ、範囲、詳細は次の通り

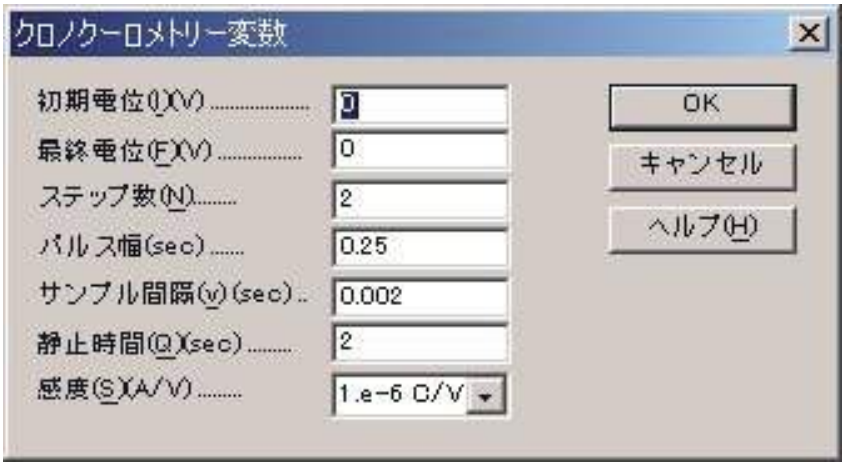
| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| 初期電位 (V) | -10 ～ +10 | 初期電位 |
| 高電位 (V) | -10 ～ +10 | ポテンシャルスキャン高電位リミット |
| 低電位 (V) | -10 ～ +10 | ポテンシャルスキャン低電位リミット |
| 初期スキャン極性 | Positive または Negative | 初期ステップの方向 |
| ステップ数 | 1 ～ 320 | ポテンシャルステップ数 |
| パルス幅 (Sec) | $1 \times 10^{-4}$ ～ 1,000 | ポテンシャルパルス幅 |
| サンプル間隔 (Sec) | $1 \times 10^{-6}$ ～ 10 | サンプリング間隔 |
| 静止時間 (Sec) | 0 ～ 100,000 | ポテンシャルステップ開始前の静止時間 |
| 感度 (A/V) | $1 \times 10^{-12}$ ～ 0.1 | 感度スケール |
| 補助信号の記録 | チェックまたは未チェック | サンプル間隔が 0.01 sec より大きい時、同時に外部信号を記録する |
| 電極 2: | | |
| 電位 (V) | -10 ～ +10 | ステップをしない場合、第２作用電極の電位 |
| 感度 (A/V) | $1 \times 10^{-12}$ ～ 0.1 | 第２電極の感度スケール |
| ON | チェックまたは未チェック | 定電位での第２作用電極 |
| Step | チェックまたは未チェック | 第二電極電位のステップ |

注 :

1. 高電位と低電位は少なくとも 0.01 V 離して下さい。
2. 理由のない高電位、低電位が入力された場合、システムは自動的にそれらの値を再調整します。
3. 初期電位、高電位、低電位値に依存しますので、システムは自動的に初期ステップ方向を再調整します。
4. 最高ポテンシャルステップ範囲は 13.1 V です。
5. 短いサンプル間隔はデータ密度を上げますが、S/N 比は減少します。初期のトランジェントデータが重要な場合短いサンプル間隔が薦められます。目的のデータが後半部分であれば、長いサンプル間隔が薦められます。しかし、サンプリング速度が許可されない場合、ステップ当り最小 100 ポイントは必要です。
6. サンプル間隔が 0.002 Sec より短い場合、データはリアルタイムベースで移動できません。実験終了後、データ転送します。測定オプションのセルオンが選択されていない場合、データ転送の間、セルはオフにします。実験開始からデータ転送まで遅延があります。内部メモリーサイズ (64 K) の限界によりデータのトータル数は 64 K が限界です。サンプル間隔は自動的に最適範囲のデータポイントに調整されます。
7. サンプル間隔が 0.002 Sec より長い場合、データは実験間に転送できます。最大 64 K のデータポイントは各ステップで許容されます。サンプル間隔は自動的に最適範囲のデータポイントに調整されます。
8. サンプル間間隔が 0.005 Sec 以上の場合、電流と同時に外部電圧信号 ( 分光器信号等 ) を記録できます。信号入力用の背面の 9 ピン D コネクターを使用します。ユーザーマニュアルのピンアウトを参照してください。
9. 第２電極のステップを設定した場合、電位は第一電極と同じになります。独立していません。

## 4.4.2 クロノクーロメトリーパラメータ

クロノクーロメトリーパラメータダイアログボックスを示します。




実験パラメータ、範囲、詳細は次の通り

| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| 初期電位 (V) | -10 ～ +10 | 初期電位 |
| 最終電位 (V) | -10 ～ +10 | 最終電位 |
| ステップ数 | 1 ～ 320 | ポテンシャルステップ数 |
| パルス幅 (Sec) | $1 \times 10^{-4}$ ～ 1,000 | ポテンシャルパルス幅 |
| サンプル間隔 (Sec) | $4 \times 10^{-7}$ ～ 10 | サンプリング間隔 |
| 静止時間 (Sec) | 0 ～ 100,000 | ポテンシャルステップ開始前の静止時間 |
| 感度 (A/V) | $1 \times 10^{-12}$ ～ 0.1<br>または $1 \times 10^{-9}$ ～ 1 × 10-6 C/V | 感度スケール |

注 :

1. 初期電位と最終電位は少なくとも 0.01 V 離して下さい。
2. 最高ポテンシャルステップ範囲は 13.1 V です。
3. 実際のインテグレータ ( チャージ - 電圧コンバーター ) を選択できます。この場合、感度は $1\times10^{-9}$ ～ $1\times10^{-6}$ C/V です。チャージは $8\times10^{-6}$ クーロンを超えなければ、インテグレータのコンデンサーは放電され、充電は以前の値に追加されます。高充電はインテグレータで測定できます。コンデンサーの放電によりチャージ - タイム曲線の不連続性として表れます。不連続性は無視できます。測定に十分であれば、電流 - 電圧コンバーターを選択し、ソフトにより測定した電流を積分できます。
4. 電流 - 電圧コンバーターがクロノクーロメトリーに理想的でない、二重層キャパシタンスまたは表面反応において、特に初期の一時的なデータが重要である場合、チャージ - 電圧コンバーターは良い選択です。
5. 短いサンプル間隔はデータ密度を上げますが、S/N 比は減少します。初期のトランジェントデータが重要な場合短いサンプル間隔が薦められます。目的のデータが後半部分であれば、長いサンプル間隔が薦められます。しかし、サンプリング速度が許可されない場合、ステップ当り最小 1,000 ポイントは必要です。
6. サンプル間隔が 0.002 秒より短い場合、データはリアルタイムベースで移動できません。実験終了後、データ転送します。測定オプションのセルオンが選択されていない場合、データ転送の間、セルは OFF にします。実験開始からデータ転送まで遅延があります。内部メモリーサイズの限界によりデータのトータル数は 64 K が限界です。サンプル間隔は自動的に最適範囲のデータポイントに調整されます。
7. サンプル間隔が 0.002 秒より長い場合、データは実験間に転送できます。最大 64 K のデータポイントは各ステップで許容されます。サンプル間隔は自動的に最適範囲のデータポイントに調整されます。
8. 測定中、オーバーフロー警告が表れるかもしれません。これはポテンシャルステップ後すぐに電流トランジェントによるものです。Anson プロット (Q-$t^{1/2}$ plot) のインターセプト ( 二重層のキャパシタンスと吸着の情報を与える ) に興味がない場合、その警告を心配する必要はありません。しかし、データの歪みを視覚化する場合、感度スケールを低下させなければなりません。時々、システムをスローダウンするために i/E コンバーターを使用する必要があるかもしれませんが、フィルターの時間定数 (1/ カットオフ周波数 ) はパルス幅より短いことを確認してください。
   ノイズを減少させ、測定精度を向上させるために、高感度感度スケールの使用を薦めます。

## 4.5 パルステクニック

リニアースイープテクニックの不利な点の 1 つはバッククラウンド（容量性電流）電流の存在です。そのためこれらのテクニックを濃度の定量に使うことは、得策ではありません。 検出限界はこのバックグラウンド電流によって影響されます。

すべてのパルステクニックの基礎はポテンシャルステップ後のバックグラウンド電流とファラディー電流の減衰速度に差があることです。 バックグラウンド電流は指数関数的に減衰し、一方、ファラディー電流は 1/（time）$^{1/2}$ の関数として減衰します。即ち、バックグラウンド電流の減衰速度はファラディー電流よりかなり速く減衰します。 バックグラウンド電流はポテンシャルステップ後、5 Ru Cdl 時において無視できます（Ru Cdl は電気化学セルの時定数で $\mu$s ～ ms 範囲になります）。それゆえ、この時間後は、測定電流はファラディー電流だけになります。

パルステクニックの重要な変数は次の通りです。

a. パルス振幅はポテンシャルパルスの高さで、mV 表示です。
b. パルス幅はポテンシャルパルスの継続時間で、msec 表示です。
c. サンプル幅は電流が測定されるパルスの経過時間（msec）です。少なくともパルス幅より 3 msec 短くなければなりません（3 msec は容量性電流がゼロに減衰するために必要）。電流は msec 当たり 16 回サンプリングされ平均されます。サンプル時間のデフォルト値は 17 msec です。つまり、これは商用電源 (60 Hz) の 1 サイクルの時間です（従ってラインノイズは平均化してゼロになります）。
d. パルス間隔 / 滴下時間ーこれは 1 ポテンシャルサイクル（msec）に必要とされる時間であり、少なくともパルス幅の二倍でなければなりません。パルス間隔がボルタンメトリー実験に使われ、滴下時間はポーラログラフィー実験、ー ポテンシャルパルス、電流サンプリングと水銀滴の滴下は相互連関しています。

ポテンシャルパルス波形とサンプリング時間数が異なった 3 つのパルステクニックを紹介します。バックグラウンド電流を除去できれば、感度の向上と低い検出下限とあいまって（リニアースイープテクニックと比較して）これらの方法は濃度が定量できる理想的なテクニックです。

### 階段波ボルタンメトリー / ポラログラフィー (SCV/SCP)

直流ポーラログラフィー実験の改良版で、水銀滴の表面積の変化の効果を減少するように設計されています。ポテンシャル波形を図 4-10. に示します。ポテンシャルは一定のステップで変化します（滴下時間サイクルと完全に同期させます）。電流は各々の滴下の終了時にサンプリングされます。滴下時間とステップのサイズを種々の値に設定できます。 このポテンシャル波形は時には階段波形とも言います。

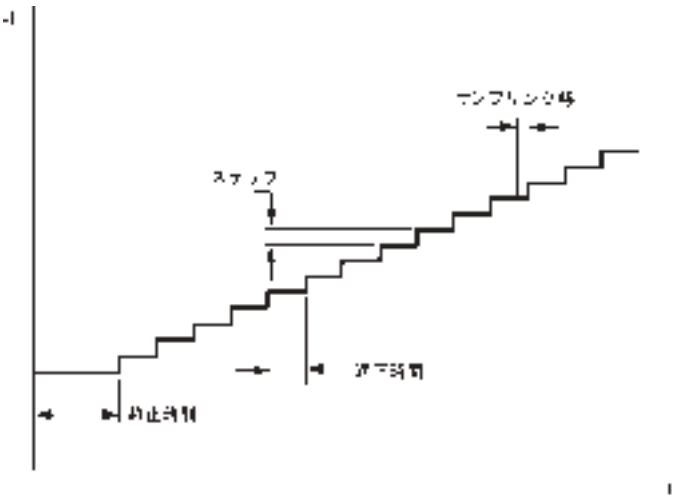


図 4-10. SCP のポテンシャル波形

電流応答は図 10-11. に示します。限界電流（$i_d$）は Ilkovic 式によって与えられます。

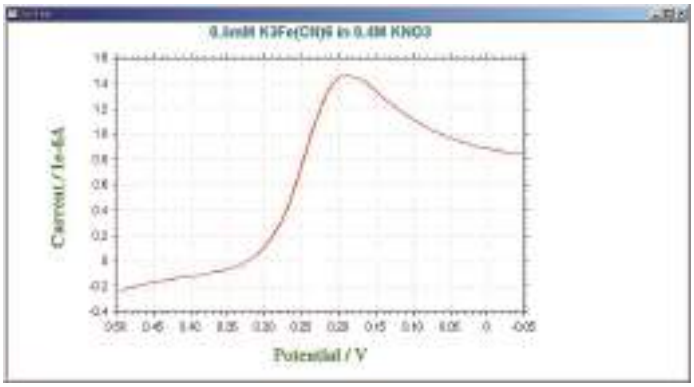



図 4-11. SCV の典型的な電流応答

$$i_d = 706nD^{1/2}Cm^{2/3}\ \tau^{1/6}$$

n = 電子移動数 / モル
D = 拡散係数 ( $cm^2/s$)
C = 濃度 ($mol/cm^3$ )
m = 水銀流速 (mg/s)
$\tau$ = サンプリング間隔

SCV の感度と検出限界は直流ポーラログラフィー（5 $\mu$ A /mM, $10^{-5}$ M）に類似しています。直流ポーラロに対する SCP の主要な利点はスムージングされた電流出力で、そのため半波電位と限界電流の測定が容易になります。

これは本質的にはポーラログラフィーテクニックですが、低スキャン速度ボルタンメトリーテクニックとして使えます。この改良版は階段状ボルタンメトリーと呼ばれます。

## 4.6 ノーマルパルスボルタンメトリー (NPV)

これらパルステクニックのポテンシャル波形は図 4-12 に示します。これはパルス間での初期値に戻る電位と振幅が増加する一連のパルスから構成されます。もし初期電位が酸化還元電位より十分正であるなら、小さい振幅パルスの印加ではファラディー反応を起こせず、電流応答がありません。パルスポテンシャルが酸化還元電位付近にくるくらい、パルス振幅が十分に大きい時、パルスに対応したファラディー 反応（適度に速い電子移動速度を仮定して）が起きます。そしてこのファラディー電流の大きさは拡散速度と電子移動速度の両方に依存します。パルスポテンシャルが酸化還元電位より十分負になり電子移動が速く起こるとき、ファラディー電流は拡散速度だけに依存するようになります。 即ち、限界電流に達します。この電流応答を図 4-13 に示します。シグモイド波形は古典的なポーラログラフィー実験で得られる波形曲線に類似しています。この方法に対してノーマルパルス法と呼ぶのはそのためです。NPV の限界電流は SCV より大きく、より高感度なテクニック（30 $\mu$ A/ mM）であり、低い検出下限（$10^{-6}$ M）が得られます。

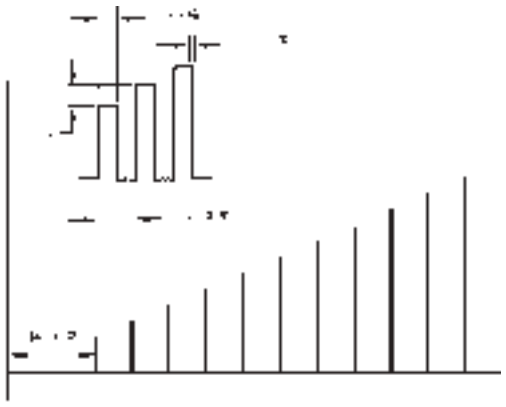


図 4-12. NPV / P のポテンシャル波形

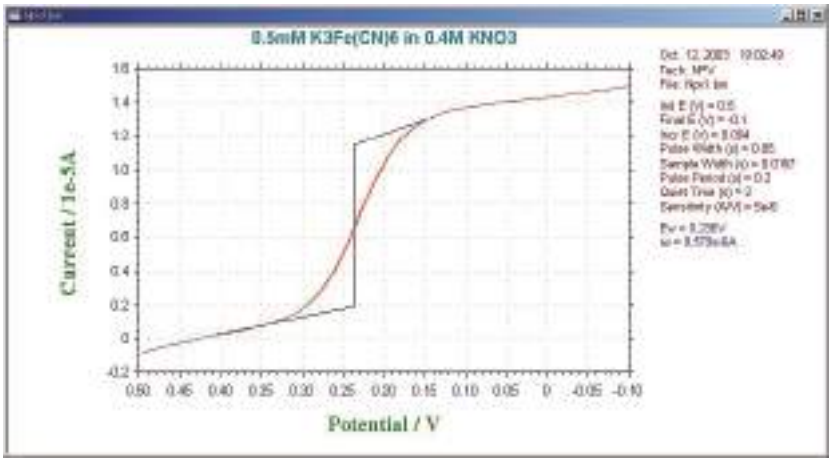



図 4-13. NPV / P の典型的な電流応答

NPV では、初期電位はファラディー反応が起こらない値に設定します。

## 微分パルスボルタンメトリー (DPV)

DPV テクニックは先の 2 つのテクニックと異なり、電流は各パルス間隔で二度サンプリングされます。ポテンシャル波形は図 4-14 に示します。パルス振幅は一定であり、ベースポテンシャルが小さなステップで増加します。即ち、階段状波形に小さい振幅パルスを重畳しています。

電流はパルス前（$i_1$）とパルスの終了時（$i_2$）でサンプリングされます。差（$i_2$-$i_1$）がベースポテンシャルの関数として記録されます。還元を例にしますと、レドックスポテンシャルより十分正の電位では電極反応は起こらず、電流差はゼロです。レドックスポテンシャル近傍では電流差は最大に達し、拡散律速になると再び電流差はゼロに減少します。ピーク形

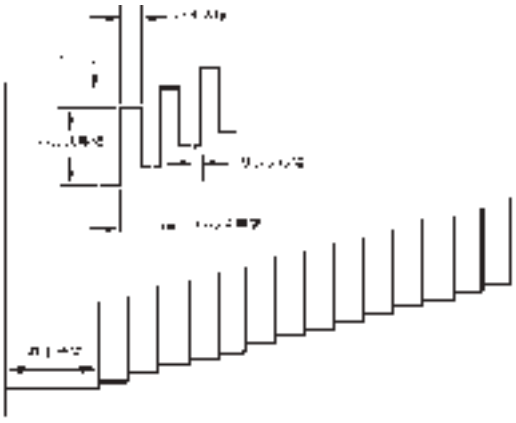


図 4-14. DPV のポテンシャル波形

状の出力が得られます（図 4-15 参照）。DPV の感度は NPV と SCV の中間です（20 $\mu$ A / mM）。しかし DPV の検出下限はバックグラウンド（容量性）は $10^{-7}$ M 以下になります。

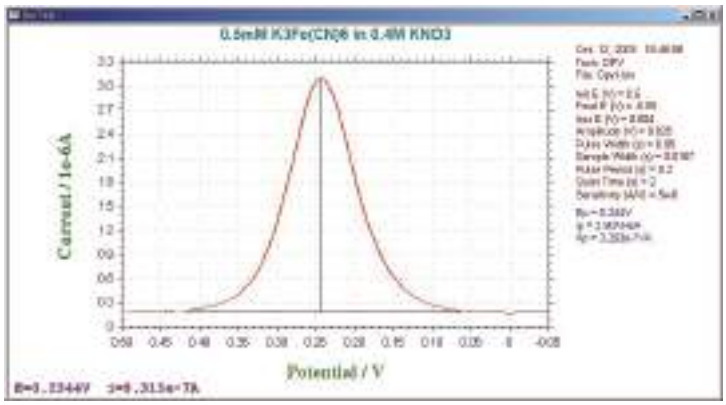
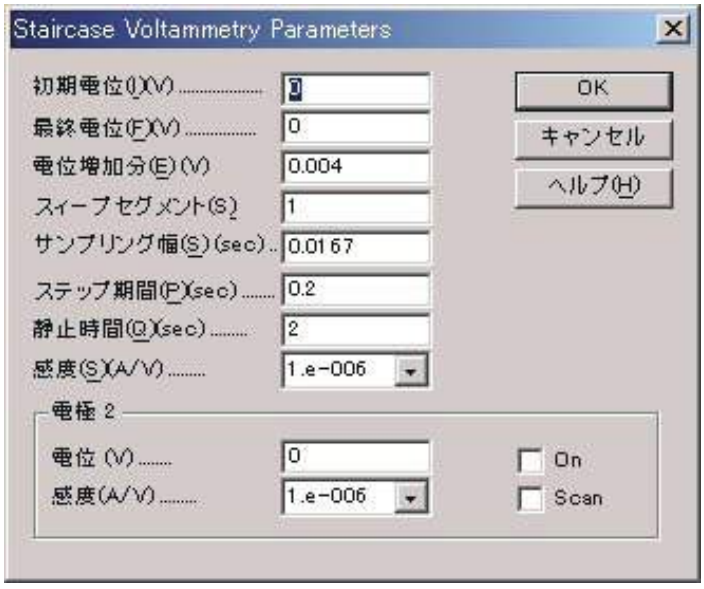



図 4-13. DPV の典型的な電流応答

## 4.6.1 階段波ボルタンメトリーパラメータ

階段波ボルタンメトリーパラメータのダイアログボックスを示します。




実験パラメータ、範囲、詳細は次の通り

| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| 初期電位 (V) | -10 ～ +10 | 初期電位 |
| 最終電位 (V) | -10 ～ +10 | 最終電位 |
| 電位増加分 (V) | $1 \times 10^{-3}$ ～ 0.05 | 各ステップの増加分電位 |
| セグメント | 1 ～ 10,000 | スキャンセグメントの数 |
| サンプリング幅 (Sec) | $1 \times 10^{-4}$ ～ 50 | 各ポイントのデータサンプリング幅 |
| ステップ期間 (Sec) | 0.001 ～ 50 | ポテンシャルステップ期間または滴下時間 |
| 静止時間 (Sec) | 0 ～ 100,000 | ポテンシャルスキャン開始前の静止時間 |
| 感度 (A/V) | $1 \times 10^{-12}$ ～ 0.1 | 感度スケール |
| 電極 2: | | |
| 電位 (V) | -10 ～ +10 | 第２作用電極の電位 |
| 感度 (A/V) | $1 \times 10^{-12}$ ～ 0.001 | 第２電極の感度スケール |
| ON | チェックまたは未チェック | セカンド作用電極を定電位にする |
| Scan | チェックまたは未チェック | 第二電極をスキャンする |

注：

1. 初期電位と最終電位は少なくとも 0.01 V 離して下さい。
2. サンプリング幅はステップ期間の 1/2 以下です、さもなければシステムは自動的にサンプリング幅を再調整します。
3. データサンプリングは各ステップの終了時に行います。
4. 第２電極をスキャンに設定した場合、電位は第一電極と同じになります。独立していません。

## 4.6.2 微分パルスボルタンメトリーパラメータ

微分パルスボルタンメトリーパラメータダイアログボックスを示します。

実験パラメータ、範囲、詳細は次の通り

| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| 初期電位 (V) | -10 ～ +10 | 初期電位 |
| 最終電位 (V) | -10 ～ +10 | 最終電位 |
| 電位増加分 (V) | ± 0.001 ～ ± 0.05 | 各ポイントの電位増加分 |
| 振幅 (V) | 0.001 ～ 0.5 | ポテンシャルパルス振幅 |
| パルス幅 (Sec) | 0.001 ～ 10 | ポテンシャルパルス幅 |
| サンプリング幅 (Sec) | $1 \times 10^{-4}$ ～ 10 | データサンプリング幅 |
| パルス期間 (Sec) | 0.01 ～ 50 | ポテンシャルパルス期間または滴下時間 |
| 静止時間 (Sec) | 0 ～ 100,000 | ポテンシャルスキャン開始絵の静止時間 |
| 感度 (A/V) | $1 \times 10^{-12}$ ～ 0.1 | 感度スケール |
| 電極 2: | | |
| 電位 (V) | -10 ～ +10 | スキャンしない場合、第２作用電極の電位 |
| 感度 (A/V) | $1 \times 10^{-12}$ ～ 0.001 | 第２電極の感度スケール |
| ON | チェックまたは未チェック | セカンド作用電極を定電位にする |
| Scan | チェックまたは未チェック | 第二電極をスキャンする |

注：

1. 初期電位と最終電位は少なくとも 0.01 V 離して下さい。
2. パルス幅はパルス期間の 1/2 以下にします。さもなければ、システムは自動的にパルス幅を再調整します。
3. サンプリング幅はパルス幅の 1/2 以下にします。さもなければ、システムは自動的にサンプリング幅を再調整します。
4. パルス方向が電位スキャン方向と異なった場合、振幅がマイナスになります。
5. 第２電極をスキャンに設定した場合、電位は第一電極と同じになります。独立していません。
6. チャンネル 1、2 は同時に電流サンプリングを行いません。電流 1 は最初のサンプリング幅の 1/2 をサンプリングし、電流 2 は後半のサンプリング幅の 1/2 をサンプリングします。

## 4.6.3 ノーマルパルスボルタンメトリーパラメータ

ノーマルパルスボルタンメトリーパラメータダイアログボックスを示します。

実験パラメータ、範囲、詳細は次の通り：

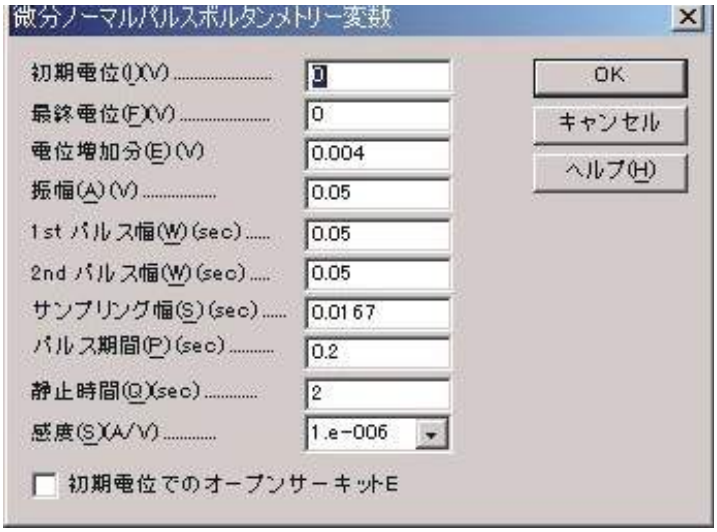
| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| 初期電位 (V) | -10 ～ +10 | 初期電位 |
| 最終電位 (V) | -10 ～ +10 | 最終電位 |
| 電位増加分 (V) | 0.001 ～ 0.05 | 各ポイントの電位増加分 |
| パルス幅 (Sec) | 0.001 ～ 10 | ポテンシャルパルス幅 |
| サンプリング幅 (Sec) | $1 \times 10^{-4}$ ～ 10 | データサンプリング幅 |
| パルス期間 (Sec) | 0.01 ～ 50 | ポテンシャルパルス期間または滴下時間 |
| 静止時間 (Sec) | 0 ～ 100,000 | ポテンシャルスキャン開始絵の静止時間 |
| 感度 (A/V) | $1 \times 10^{-12}$ ～ 0.1 | 感度スケール |
| 電極 2: | | |
| 電位 (V) | -10 ～ +10 | スキャンしない場合、第２作用電極の電位 |
| 感度 (A/V) | $1 \times 10^{-12}$ ～ 0.001 | 第２電極の感度スケール |
| ON | チェックまたは未チェック | セカンド作用電極を定電位にする |
| Scan | チェックまたは未チェック | 第二電極をスキャンする |

注：

1. 初期電位と最終電位は少なくとも 0.01 V 離して下さい。
2. パルス幅はパルス期間の 1/2 以下にします。さもなければ、システムは自動的にパルス幅を再調整します。
3. サンプリング幅はパルス幅の 1/2 以下にします。さもなければ、システムは自動的にサンプリング幅を再調整します。
4. 第２電極をスキャンに設定した場合、電位は第一電極と同じになります。独立していません。
5. チャンネル 1、2 は同時に電流サンプリングを行いません。電流 1 は最初のサンプリング幅の 1/2 をサンプリングし、電流 2 は後半のサンプリング幅の 1/2 をサンプリングします。

## 4.6.4 微分ノーマルパルスボルタンメトリーパラメータ

システムは微分ノーマルパルスボルタンメトリーパラメータを表示します。




実験パラメータ、範囲、詳細は次の通り：

| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| 初期電位 (V) | -10 ～ +10 | 初期電位 |
| 最終電位 (V) | -10 ～ +10 | 最終電位 |
| 電位増加分 (V) | 0.001 ～ 0.05 | 各ポイントの電位増加分 |
| 振幅 (V) | 0.001 ～ 0.5 | ポテンシャルパルス振幅 |
| 1 次 パルス幅 (Sec) | 0.001 ～ 0.02 | 第一次パルス幅 |
| 2 次 パルス幅 (Sec) | 0.001 ～ 0.02 | 第ニ次パルス幅 |
| サンプリング幅 (Sec) | 0.001 ～ 5 | データサンプリング幅 |
| パルス期間 (Sec) | 0.05 ～ 50 | ポテンシャルパルス期間または滴下時間 |
| 静止時間 (Sec) | 0 ～ 100,000 | ポテンシャルスキャン開始前の静止時間 |
| 感度 (A/V) | $1 \times 10^{-12}$ ～ 0.1 | 感度スケール |
| 初期電位でのオープン回路 | チェックまたは未チェック | ステップ 1 は一定電位または静止電位に保持 |

注 :

1. 初期電位と最終電位は少なくとも 0.01 V 離して下さい。
2. 微分ノーマルパルスボルタンメトリーの場合、第一次ステップのパルスは電気化学反応が起こらない、通常初期電位に保持します。第二次ステップがサイクル毎に増加されます。電流サンプルは期間の後半部分で行われます。三度目の電位が第二ステップのように増加されますが、一定強度 ( 振幅 ) による第二ポテンシャルよりさらにプラス ( プラススキャンの場合 ) またはマイナス ( マイナススキャンの場合 ) になります。第二サンプルは期間の後半部分で行われます。2 つの電流サンプルの差は第二ポテンシャル関数として報告されます。
3. パルス幅はパルス期間の 1/2 以下にします。さもなければ、システムは自動的にパルス幅を再調整します。
4. サンプリング幅はパルス幅の 1/2 以下にします。さもなければ、システムは自動的にサンプリング幅を再調整します。

## 4.7 矩形波テクニック (OSWV)

矩形波テクニックはパルステクニックと交流ボルタンメトリーテクニック両方に関係の深い方法です。それらは DPV/P に類似して、ピーク波形の電流応答曲線を与え、バックグラウンド容量性電流を効果的に除去します。主要な利点は高感度と迅速性です。

この波形を図 4-16 に示します。

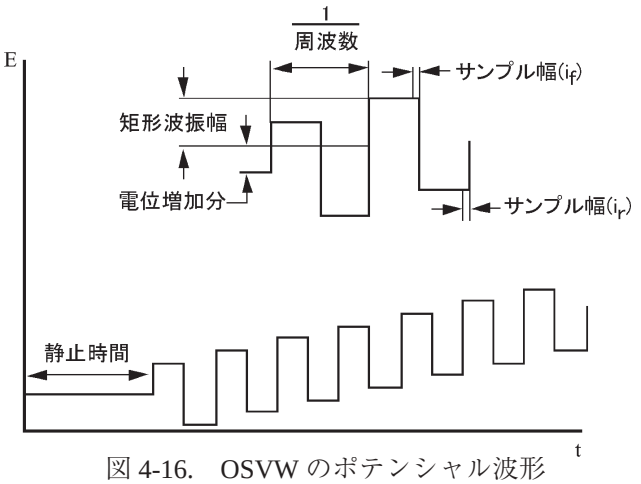



図 4-16.　OSVW のポテンシャル波形

OSWV のポテンシャル波形は階段波形に矩形波を重畳したものになります。 それは方向が交互に変わる一連のパルス（それ故、パルスと交流テクニックの両方に関係している）と見なすことができます。 電流は各パルスの終了点（或いは半サイクル毎に）でサンプリングされます。 デフォルト電流出力は差電流として与えられますが (図 10-18)、フォワード電流（$i_f$）とリバース電流（$i_r$）も同じく個別に求められます（図 10-19)。可逆系の場合、リバース電流も大きくなり、差電流はフォワード電流或いはリバース電流のどちらよりも大きくなります。これが DPV と較べて OSWV が高感度である 1 つの理由です。リバース電流の大きさは電子移動の可逆性を調べるのに使われます。

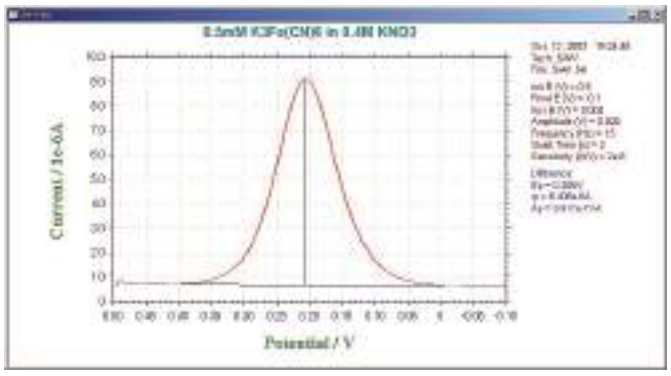



図 4-17. OSWV の差電流応答

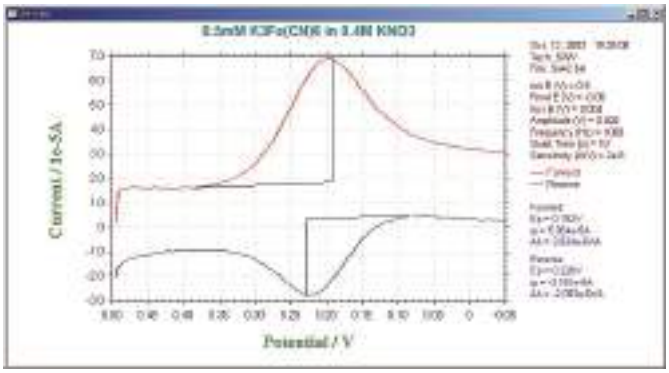


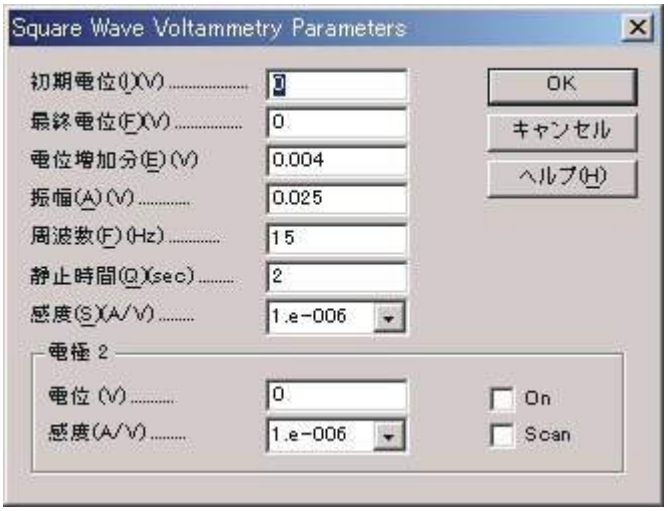

図 4-18. OSWV のフォワード電流とリバース電流応答

OSWV の他の利点は DPV/P に比較してそのスピードにあります。5,000 V/S までのスキャン速度が利用できますが、典型的には 100 mV/S ～数 V/S のスキャン速度が使われます（OSWV のスキャン速度は矩形波周波数に依存する)。これは DPV(10 ～ 20 mV/S)のスキャン速度より格段に速くなります。 更に、DPV と較べて感度は不可逆過程でさえスキャン速度の増加と共に向上します。

OSWV の高感度と高スピードは溶液中の電気化学活性種の定量分析法としての汎用性を増しました。 検出下限はセクション 10 章で論じられるストリッピング法を使うことにより更に下げられます。

## 4.7.1 矩形波ボルタンメトリーパラメータ

矩形波ボルタンメトリーパラメータのダイアログボックスを示す。




実験パラメータ、範囲、詳細は次の通り：

| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| 初期電位 (V) | -10 ～ +10 | 初期電位 |
| 最終電位 (V) | -10 ～ +10 | 最終電位 |
| 電位増加分 (V) | 0.001 ～ 0.05 | 各ポイントの電位増加分 |
| 振幅 (V) | 0.001 ～ 0.5 | 矩形波振幅 |
| 周波数 (Hz) | 1 ～ 100,000 | 矩形波周波数 |
| 静止時間 (Sec) | 0 ～ 100,000 | ポテンシャルスキャン開始絵の静止時間 |
| 感度 (A/V) | $1 \times 10^{-12}$ ～ 0.1 | 感度スケール |
| 電極 2: | | |
| 電位 (V) | -10 ～ +10 | スキャンしない場合、第２作用電極の電位 |
| 感度 (A/V) | $1 \times 10^{-12}$ ～ 0.001 | 第２電極の感度スケール |
| ON | チェックまたは未チェック | セカンド作用電極を定電位にする |
| Scan | チェックまたは未チェック | 第二電極をスキャンする |

注：

1. 初期電位と最終電位は少なくとも 0.01 V 離して下さい。
2. フォワード、リバースと電流の差は記録されます。データ表示を設定するためにグラフィックスメニューのグラフオプションコマンドを使用します。
3. 振幅は電位増加分（階段ポテンシャル波形のポテンシャルステップの高さ）より大きくなければなりません。
4. スキャン速度（mV/s）は周波数と電位増加分の積です。
5. 第２電極をスキャンに設定した場合、電位は第一電極と同じになります。独立していません。
6. チャンネル 1、2 は同時に電流サンプリングを行いません。電流 1 は最初のサンプリング幅の 1/2 をサンプリングし、電流 2 は後半のサンプリング幅の 1/2 をサンプリングする。

## 4.8 AC テクニック（ACV、SHACV）

正弦波の交流テクニックは本質的に２つに分類されます。交流インピーダンス法では、直流ポテンシャル ( 典型的にはレドックスポテンシャル ) は一定に保ち、小さい振幅の交流電位（ある範囲の可変周波数）が印加されます。

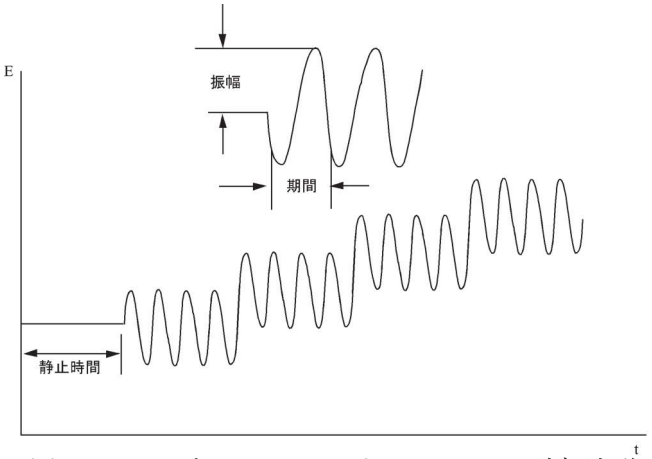


図 4-19. ACV と SHACV のポテンシャルの励起波形

交流ボルタンメトリー法は交流インピーダンス法のバリエーションの１つです。周波数を一定にして、直流ポテンシャルをゆっくりと変化させます（図 4-19）。作用電極の表面において酸化あるいは還元された種の濃度を変えるために直流ポテンシャルが使われます。そしてこれらの濃度に摂動を与えるために交流ポテンシャルが重畳されます。交流ポテンシャルの効果はレドックスポテンシャルにおいて最も大きくなります。従って、ACV における交流電流応答はピーク波形の曲線になります（図 4-20）。

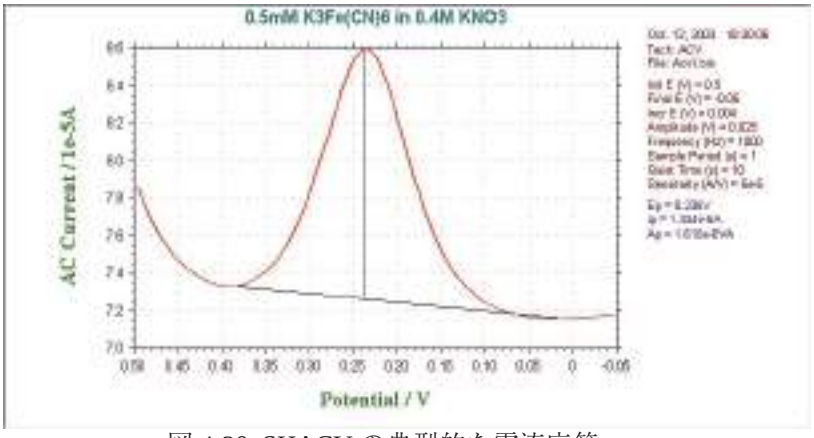


図 4-20. SHACV の典型的な電流応答

交流電流応答は電子移動速度に依存しますので、交流ボルタンメトリーは基本的に電極過程の反応速度を調べるために使われます。これらのテクニックは同じく電極反応生成種の継続して起こる均一系の化学反応を調べるために使われます。しかし他のテクニック（例えば、サイクリックボルタンメトリー、クロノクーロメトリー）は、この方法より優れています。

界面領域の等価的容量により、印加された交流ポテンシャルと交流電流応答間に位相差が生じます。異なった位相角で交流電流を測定するのがしばしば有用です。

理想的な可逆系の位相角 45° に対して凝可逆系（遅い電子移動の系）では、45° より大きくなります。可逆性は実験のタイムスケールに依存しますので、交流周波数の増加はしばしば可逆系から凝可逆系への変化を生じさせます。（周波数）$^{1/2}$ に対する位相角のコタンジェント (1/tans) のプロットは電子移動速度を算出するために使用されます。

可逆系のピーク電流 $i_p$ は次の式によって得られます。

$$i_p = \frac{n^2F^2\ \omega\ DC\ \triangle E}{4RT}$$

n = 電子移動数
F = ファラディー定数（96500 C /eq）
A = 電極表面積（$cm^2$）
$\omega = 2\ \pi\ x$（交流周波数）
D = 拡散係数（$cm^2/s$）
C = 濃度（$mol/cm^3$）
△E = 交流ポテンシャルの振幅

系が可逆系から凝可逆系（そして更に不可逆系）へと変化するにつれて、$i_p$ は大幅に減少し、もはや $\omega^{1/2}$ に比例しません（かつて不可逆過程は交流テクニックによって検出されないと言われていましたが、実際はそうではなく、ただそのような系ではピーク電流が小さくなります）。
交流ポテンシャルに対する交流電流応答は直線関係にありません。即ち、それは基本波とその高調波の和になります。セカンドハーモニック（第二高調波 SHACV/P）の周波数応答がしばしば使われます。このテクニックによって得られる情報は ACV/ P や PSACV/ P と同じです。加えるに、容量性電流の除去はより効果的であり、タイムスケールは短くなります。SHACV は電気分解された時、迅速に反応する種の酸化還元電位測定に使用されてきました（サイクリックボルタンメトリー等に比べて SHACV のタイムスケールが短いため、電荷移動後に起こる化学反応の影響が軽減されます）。図 4-21 に SHACV の典型例を示します。

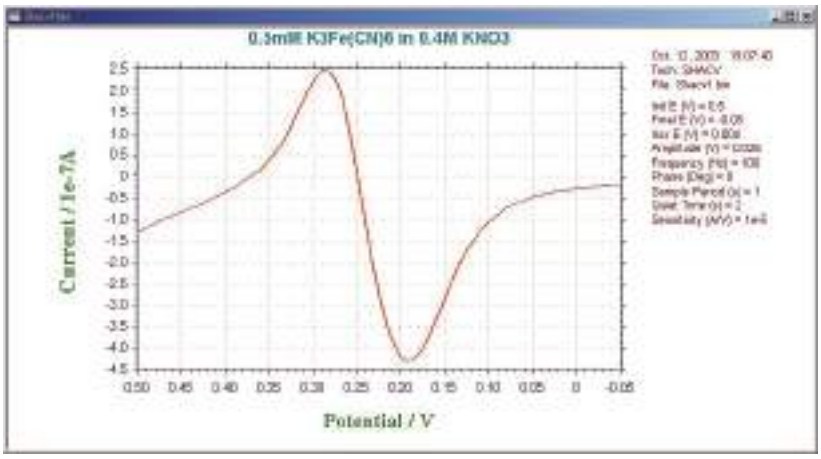



図 4-21. SHACV の典型的な電流応答

## 4.8.1 交流ボルタンメトリーパラメータ

交流ボルタンメトリーパラメータのダイアログボックスを示めします。

実験パラメータ、範囲、詳細は次の通り：

| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| 初期電位 (V) | -10 ～ +10 | 初期電位 |
| 最終電位 (V) | -10 ～ +10 | 最終電位 |
| 電位増加分 (V) | 0.001 ～ 0.05 | 各ポイントの電位増加分 |
| 振幅 (V) | 0.001 ～ 0.5 | 交流振幅 |
| 周波数 (Hz) | 0.1 ～ 10,000 | 交流周波数 |
| サンプル期間 (Sec) | 0.1 ～ 505 | データサンプリング期間または滴下時間 |
| 静止時間 (Sec) | 0 ～ 100,000 | ポテンシャルスキャン開始前の静止時間 |
| 感度 (A/V) | $1 \times 10^{-12}$ ～ 0.1 | 感度スケール |
| バイアス直流電流 | off ー range-on | 測定中の直流電流バイアスを有効にする |
| 自動感度 | チェックまたは未チェック | 測定中の切替えの自動感度 |

注：

1. 初期電位と最終電位は少なくとも 0.01 V 離して下さい。
2. 周波数範囲に依存しますので、正確な周波数は求めることができません。近似値の周波数が適用されます。
3. 周波数が 2 Hz またはそれ以下の場合、サンプル期間は少なくとも 2 秒にします。さもなければ、システムは自動的にサンプル期間を再調整します。
4. 直流電流が高く、交流電流が低い場合、直流電流のオーバーフローにより感度は増加しません。周波数が低い場合、問題は深刻です。直流電流バイアスを適用し、高交流信号増幅を行います。この目的のために 16 bit DAC が用いられます。直流電流が大きくなく、周波数が高い場合、バイアス直流電流を使用する必要はありません。
5. 絶対電流、位相選択電流が入手できます。グラフィックメニューのグラフオプションコマンドを用いてデータ表示オプションを選択できます。

## 4.8.2 第二高調波交流ボルタンメトリーパラメータ

第二高調波交流ボルタンメトリーパラメータダイアログボックスを示します

実験パラメータ、範囲、詳細は次の通り：

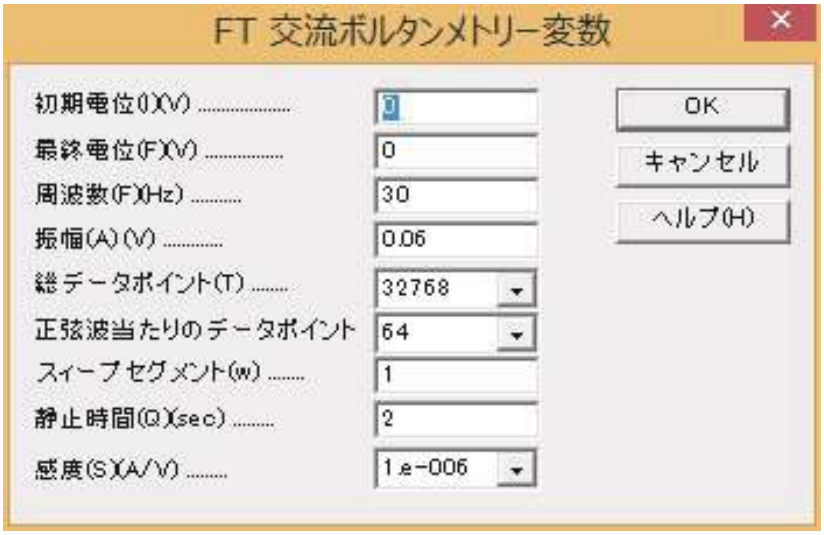
| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| 初期電位 (V) | -10 ～ +10 | 初期電位 |
| 最終電位 (V) | -10 ～ +10 | 最終電位 |
| 電位増加分 (V) | 0.001 ～ 0.05 | 各ポイントの電位増加分 |
| 振幅 (V) | 0.001 ～ 0.5 | 交流振幅 |
| 周波数 (Hz) | 0.1 ～ 5,000 | 交流周波数 |
| サンプル期間 (Sec) | 0.1 ～ 50 | データサンプリング期間または滴下時間 |
| 静止時間 (Sec) | 0 ～ 100,000 | ポテンシャルスキャン開始絵の静止時間 |
| 感度 (A/V) | $1 \times 10^{-12}$ ～ 0.1 | 感度スケール |
| バイアス直流電流 | off ー range-on | 測定中の直流電流バイアスを有効にする |
| 自動感度 | チェックまたは未チェック | 測定中の切替えの自動感度 |

注：

1. 初期電位と最終電位は少なくとも 0.01 V 離して下さい。
2. 周波数範囲に依存しますので、正確な周波数は求めることができません。近似値の周波数が適用されます。
3. 周波数が 2 Hz またはそれ以下の場合、サンプル期間は少なくとも 2 秒にします。さもなければ、システムは自動的にサンプル期間を再調整します。
4. 直流電流が高く、交流電流が低い場合、直流電流のオーバーフローにより感度は増加しません。周波数が低い場合、問題は深刻です。直流電流バイアスを適用し、高交流信号増幅を行います。この目的のために 16 bit DAC が用いられます。直流電流が大きくなく、周波数が高い場合、バイアス直流電流を使用する必要はありません。
5. 絶対電流、位相選択電流が入手できます。グラフィックメニューのグラフオプションコマンドを用いてデータ表示オプションを選択できます。

## 4.8.3 FT 交流ボルタンメトリーパラメータ

フーリエ変換交流ボルタンメトリーパラメータダイアログボックスを示します




実験パラメータ、範囲、詳細は次の通り：

| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| 初期電位 (V) | -10 ～ +10 | 初期電位 |
| 最終電位 (V) | -10 ～ +10 | 最終電位各ポイントの電位増加分 |
| 周波数 (Hz) | 0.1 ～ 50 | 交流周波数 |
| 振幅 (V) | 0.001 ～ 0.5 | 交流振幅 |
| データポイント | 8192 ～ 65535 | サンプリングデータポイントの総数 |
| ポイント数 / サイン波 | 4 ～ 256 | 交流波形期間あたりのデータポイント数 |
| スィープセグメント | 1 ～ 2 | シングル、サイクル直流電圧スキャン |
| 静止時間 (sec) | 0 ～ 100,000 | ポテンシャルスキャン開始前の静止時間 |
| 感度 (A/V) | 1 × 10-12 ～ 0.1 | 感度スケール |
| 自動感度 | チェックまたは未チェック | 測定中の切替えの自動感度 |

注 :

1. 初期電位と最終電位は少なくとも 0.01 V 離して下さい。

2. 任意の周波数の場合、正弦波当たりのデータポインドか多ければ、サンプリングレートは高速になりす。高速サンプリング･レートは､(多くの信号平均) ノイズが少ないことになります､データ密度は低下します。特定のサンプリングレートが 3KhZ を超えると、データは実験の最後に表示されます。

3. トータルの測定時間 ( 秒 ) はポイント数 / 正弦波当たりのポイント / 周波数に等しくなります。

4. 絶対交流､直流電流､一次､二次､三次､四次高調波成分とグラフィックメニューのグラフオプションコマンドを用いて応答スペクトルを求めることができます。

## 4.9 アンペロメトリーテクニック (i-t)

これらはクロノアンペロメトリックテクニックです。即ち、電流は時間の関数として測定されます。一般的に、このようなテクニックは電流滴定、アンペロメトリックセンサー、フローセル等に使われます。利用できる 3 種類のテクニック間の差は使われるポテンシャル波形です。即ち、ポテンシャル波形は選択性を改善するために工夫されています。
最もシンプルなポテンシャル波形は固定電位です。これは i-t の波形です。i-t の波形と典型的な電流応答をそれぞれ図 4-22 と 4-23 に示します。

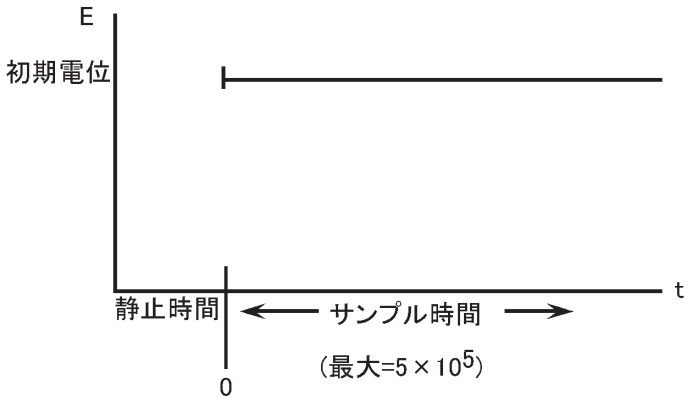



図 4-22. i-t のポテンシャル波形

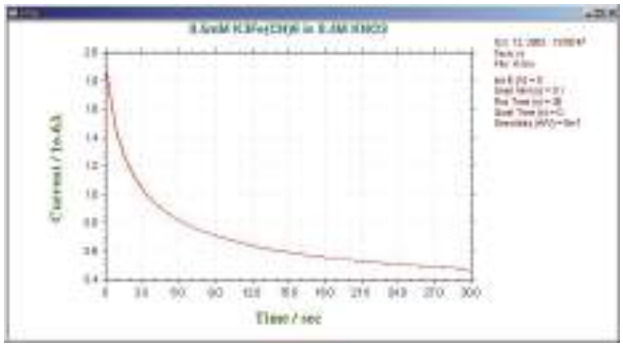


図 4-23. i-t の典型的な電流応答

アンペロメトリーポテンシャル波形の 1 つの変形は一定振幅の連続パルスを重畳します（図 4-24）。これは微分パルス（DPA）テクニックです。電流はパルスの直前とパルスの終了直前にサンプリングされます。バックグラウンド電流の効果的な消去を行なうことができます。差電流が表示されますので、この方法はポテンシャルウインドウをチェックすることができ、検出の選択性を向上するのに役立ちます。DPA の典型的な電流応答を図 4-25 に示します。

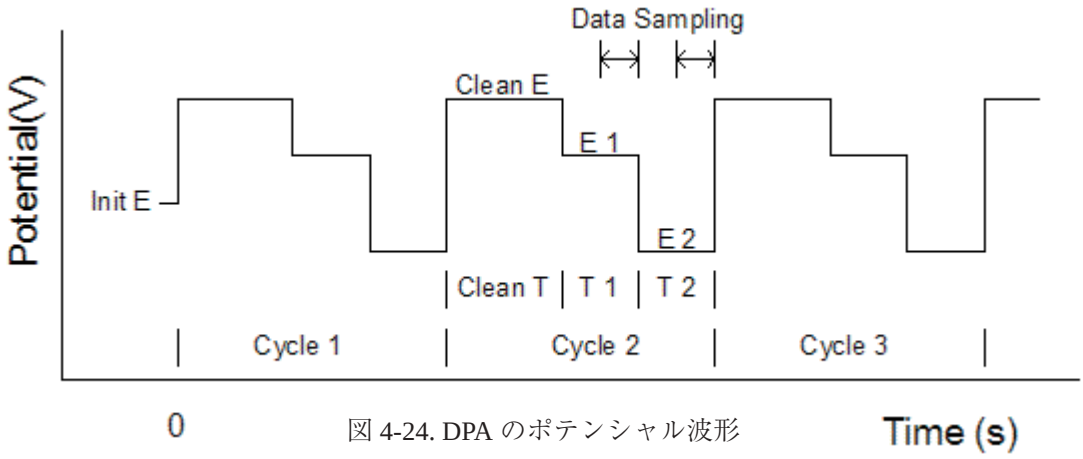



図 4-24. DPA のポテンシャル波形

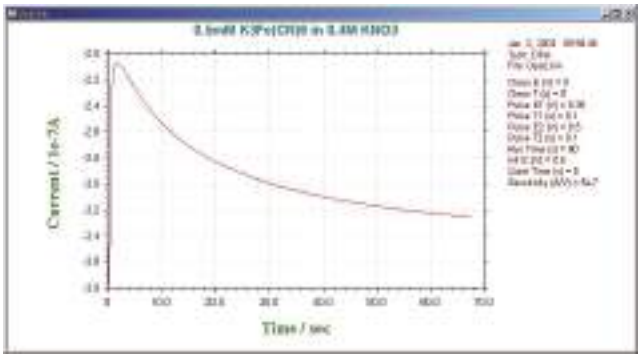
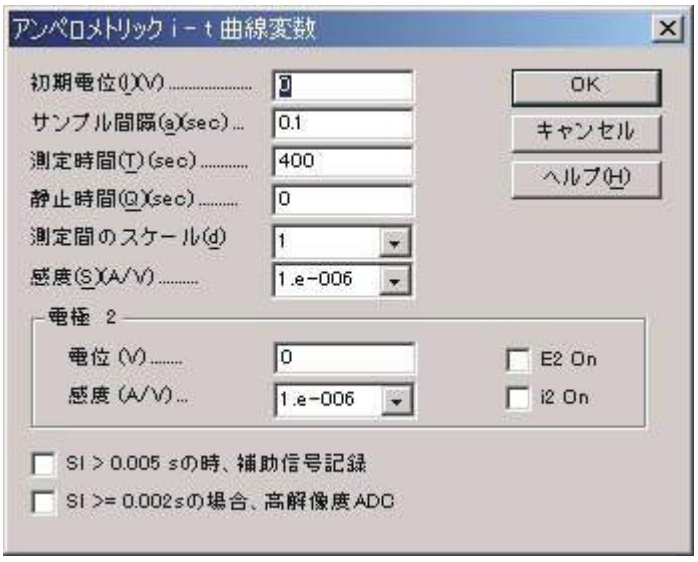


図 4-25. DPA の典型的な電流応答

## 4.9.1 アンペロメトリー i-t 曲線パラメータ

アンペロメトリー i-t 曲線パラメータダイアログボックスを示します。




実験パラメータ、範囲、詳細は次の通り

| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| 初期電位 (V) | -10 ～ +10 | 初期電位 |
| サンプル間隔 (Sec) | $1 \times 10^{-6}$ ～ 50 | データサンプル間隔 |
| 測定時間 (Sec) | 0.001 ～ 5 × 105 | トータルの測定時間 |
| 静止時間 (Sec) | 0 ～ 100,000 | データ採取開始前の静止時間 |
| 測定間のスケール | 1, 2, 3 | 電流表示スケール数 |
| 感度 (A/V) | $1 \times 10^{-12}$ ～ 0.1 | 感度スケール |
| 補助信号の記録 | チェックまたは未チェック | サンプリング間隔が 0.01 秒以上の場合、同時的に外部信号記録 |
| 電極 2: | | |
| 電位 (V) | -10 ～ +10 | スキャンしない場合、第２作用電極の電位 |
| 感度 (A/V) | $1 \times 10^{-12}$ ～ 0.1 | 第２電極の感度スケール |
| E2 ON | チェックまたは未チェック | 第２作用電極を ON にし、電流サンプリングはしない |
| i2 ON | チェックまたは未チェック | 第２作用電極を ON にし、電流サンプリングを行う |

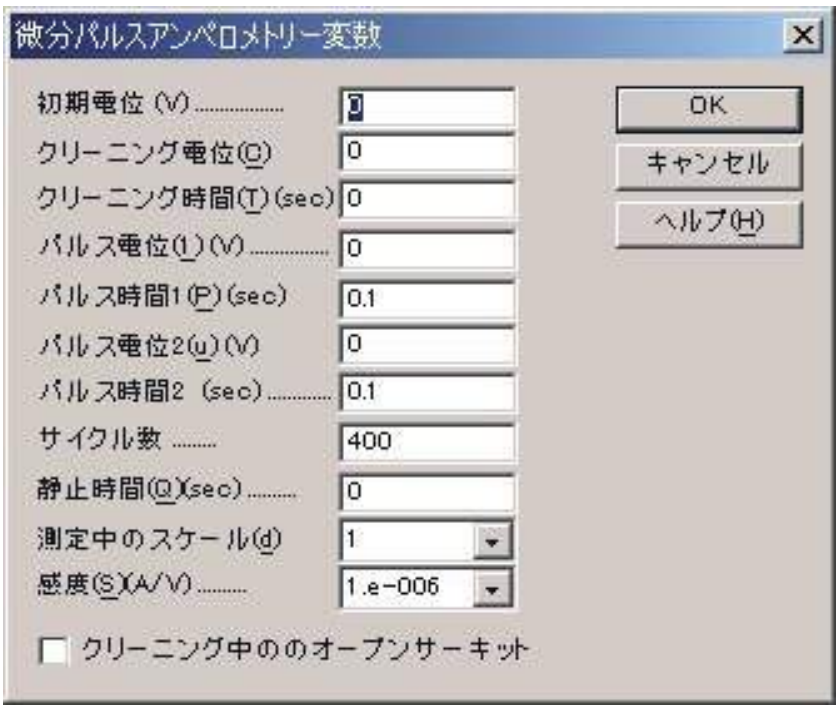
注 :

1. データサンプル間隔は計測時間により選択します。計測が長い場合、サンプル間隔を大きくし、長いサンプル間隔にするとシグナルの平均化が向上し、ノイズが低下します。
2. 測定中、データが最大データポイントを超えた時、データ保存間隔は自動的に 2 倍になります。そのためデータポイントは期待されない長い計測でもオーバーフローしません。
3. サンプル間隔が 0.005 Sec 以上の場合、アンペロメトリー応答と同時に外部電圧信号 ( 分光器信号のように ) を記録できます。信号入力用の背面の 9 ピン D コネクターを使用します。ユーザーマニュアルのピンアウトを参照してください。

4. サンプル間隔が 0.002 Sec 以上の場合、高解像度 ADC はデータサンプリングに用いられます。高解像度 ADC は良好な S/N を与えます。データの高解像度により感度設定の依存しなくなりました。
5. 電流 1 が測定中表示される時、自動的にデータにフィットします。電流 2 が測定中表示される時、フルスケールの 1/100、1/10 となります。電流 3 が測定中表示される時、フルスケールの 1/100、1/10、1/1 となります。
6. E2 ON は第 2 電極電位コントロールで ON にできますが、電流のサンプリングは行いません。第 2 電極をある種のジェネレーター電極として使用する場合、有効です。第２チャンネルの電流を測定する場合、i2 ON をチェックして下さい。

## 4.9.2 微分パルスアンペロメトリーパラメータ

微分パルスアンペロメトリーパラメータダイアログボックスを示します。




実験パラメータ、範囲、詳細は次の通りです。

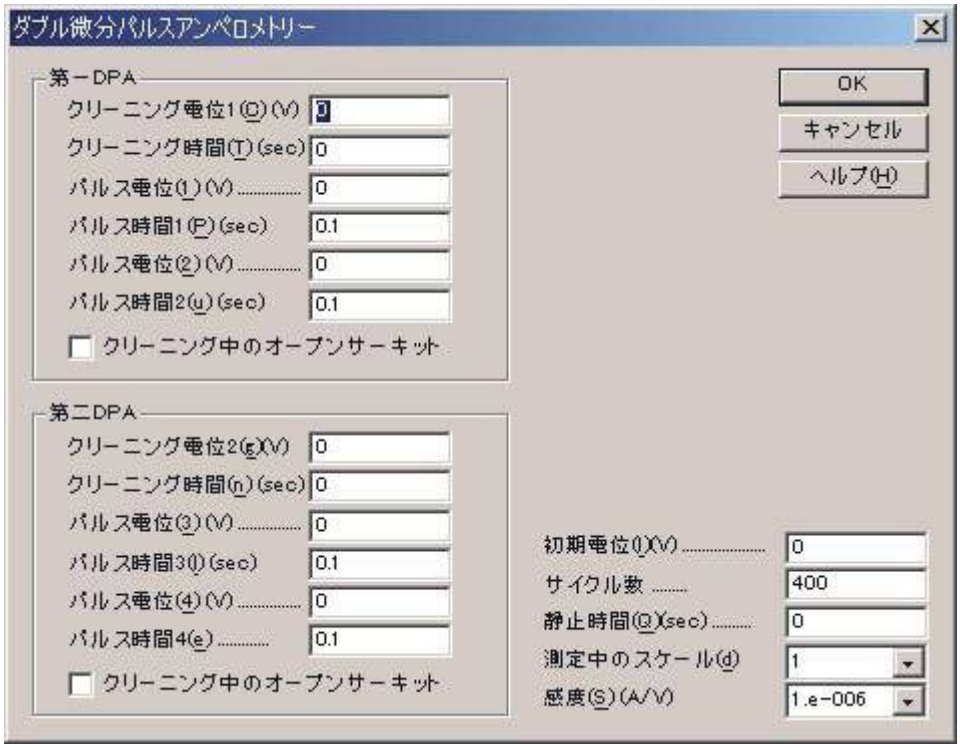
| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| 初期電位 (V) | -10 ～ +10 | 静止時間中の初期電位 |
| クリーニング電位 (V) | -10 ～ +10 | 電極クリーニング電位 |
| クリーニング時間 (Sec) | 0 ～ 32 | 電極クリーニング時間 |
| パルス電位 1 (V) | -10 ～ +10 | 第一パルス電位 |
| パルス時間 1 (Sec) | 0.01 ～ 32 | 第一パルス時間 |
| パルス電位 2 (V) | -10 ～ +10 | 第二パルス電位 |
| パルス時間 2 (Sec) | 0.01 ～ 32 | 第二パルス時間 |
| サイクル数 | 10 ～ 100,000 | 繰り返しサイクル数 |
| 静止時間 (Sec) | 0 ～ 100,000 | データ採取開始前の静止時間 |
| 測定間のスケール | 1, 2, 3 | 電流表示スケール数 |
| 感度 (A/V) | $1.0^{-12}$ ～ 0.1 | 感度スケール |
| クリーニング中のオープンサーキット | チェックまたは未チェック | クリーニングステップは一定電位またはオープン回路のどちらか一方で行える |

注 :

1. 測定順序はクリーニング、第一パルス、第二パルスからなります。この順序は総サイクル数に到着またはユーザーにより中止されるまで繰り返されます。クリーニングステップの間、データサンプリングは行われません。クリーニング時間がゼロの場合、このステップは無視されます。データは第一、第二パルス用にサンプリングされ、差が報告されます。
2. データはパルス 1 と 2 の後半の半期間でサンプリングされます。パルス幅が長くなりますと、サンプル間隔も長くなります。長いサンプル間隔は良好な平均信号となり、ノイズが少なくなります。
3. 測定中、データが最大データポイントを超えた時、データ保存間隔は自動的に 2 倍になります。そのためデータポイントは期待されない長い計測でもオーバーフローしません。
4. 電流 1 が測定中表示される時、自動的にデータにフィットします。電流 2 が測定中表示される時、フルスケールの 1/100、1/10 となります。電流 3 が測定中表示される時、フルスケールの 1/100、1/10、1/1 となります。

## 4.9.3 ダブル微分パルスアンペロメトリーパラメータ

ダブル微分パルスアンペロメトリーダイアログボックスを示します。




実験パラメータ、範囲、詳細は次の通りです。

| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| First DPA: | | |
| クリーニング電位 1 (V) | -10 ～ +10 | 電極クリーニング電位 |
| クリーニング時間 (Sec) | 0 ～ 32 | 電極クリーニング時間 |
| パルス電位 1 (V) | -10 ～ +10 | 第一パルス電位 |
| パルス時間 1 (Sec) | 0.01 ～ 32 | 第一パルス時間 |
| パルス電位 2 (V) | -10 ～ +10 | 第二パルス電位 |
| パルス時間 2 (Sec) | 0.01 ～ 32 | 第二パルス時間 |
| クリーニング中のオープンサーキット | チェックまたは未チェック | クリーニングステップ 1 は一定電位またはオープンサーキットのどちらか一方で保持する |
| Second DPA: | | |
| クリーニング電位 2 (V) | -10 ～ +10 | 電極クリーニング電位 |
| クリーニング時間 (Sec) | 0 ～ 32 | 電極クリーニング時間 |
| パルス電位 3 (V) | -10 ～ +10 | 第一パルス電位 |
| パルス時間 3 (Sec) | 0.01 ～ 32 | 第一パルス時間 |
| パルス電位 4 (V) | -10 ～ +10 | 第二パルス電位 |
| パルス時間 4 (Sec) | 0.01 ～ 32 | 第二パルス時間 |
| クリーニング中のオープンサーキット | チェックまたは未チェック | クリーニングステップ 2 は一定電位またはオープンサーキットのどちらか一方で保持する |
| 初期電位 (V) | -10 ～ +10 | 静止時間中の初期電位 |
| サイクル数 | 10 ～ 100,000 | 繰り返しサイクル数 |
| 静止時間 (Sec) | 0 ～ 100,000 | データ採取開始前の静止時間 |
| 測定間のスケール | 1, 2, 3 | 電流表示スケール数 |
| 感度 (A/V) | $1.0^{-12}$ ～ 0.1 | 感度スケール |

注 :

1. 測定順序は first DPA クリーニング、第一パルス、第二パルス、次に second DPA クリーニング、第一パルス、第二パルスからなります。この順序は総サイクル数に到着またはユーザーにより中止されるまで繰り返されます。クリーニングステップの間、データサンプリングは行われません。クリーニング時間がゼロの場合、このステップは無視されます。データは第一、第二パルス用にサンプリングされ、差が報告されます。
   2 組のデータが得られます。
2. データはパルス 1 と 2 の後半の半期間でサンプリングされます。パルス幅が長くなりますと、サンプル間隔も長くなります。長いサンプル間隔は良好な信号となり、ノイズが少なくなります。
3. 測定中、データが最大データポイントを超えた時、データ保存間隔は自動的に 2 倍になります。そのためデータポイントは期待されない長い計測でもオーバーフローしません。
4. 電流 1 が測定中表示される時、自動的にデータにフィットします。電流 2 が測定中表示される時、フルスケールの 1/100、1/10 となります。電流 3 が測定中表示される時、フルスケールの 1/100、1/10、1/1 となります。
5. 1 次か、2 次 DPA か、両方のデータを表示させる場合、グラフィックメニューのグラフオプションコマンドを用いてデータ表示オプションを選択します。

## 4.10 トリプルパルスアンペロメトリー (TPA)

単純なアンペロメトリーでは還元糖、第一級アミン、チオールの検出は高電位を必要としますので感度と選択性が低減します。トリプルパルスポテンシャル波形（TPA）は特にこれらの分子に適しています。

名前が示すように３つのポテンシャルパルスが遂次的に印加され、電流は E3 パルスの終了時にサンプリングされます。（図 4-25）この波形は必要なサイクル数繰り返され、そして電流サンプルの１が時間の関数として提示されます。（図 4-26）（他の２つは後の処理のために保存されます。）糖の検出の場合、パルス列は次の通り：１番目のパルスは電極表面をきれいにし、表面に酸化層を作ります。第２のパルスは電極に目的の分子を吸着させるポテンシャルです。そしてこれらの分子の検出は３番目のパルスで行なわれます。これは特殊な例の場合ですから、TPA は多くの電気化学センサーの応用に使用することができる一般的な目的の波形と考えるべきでしょう。

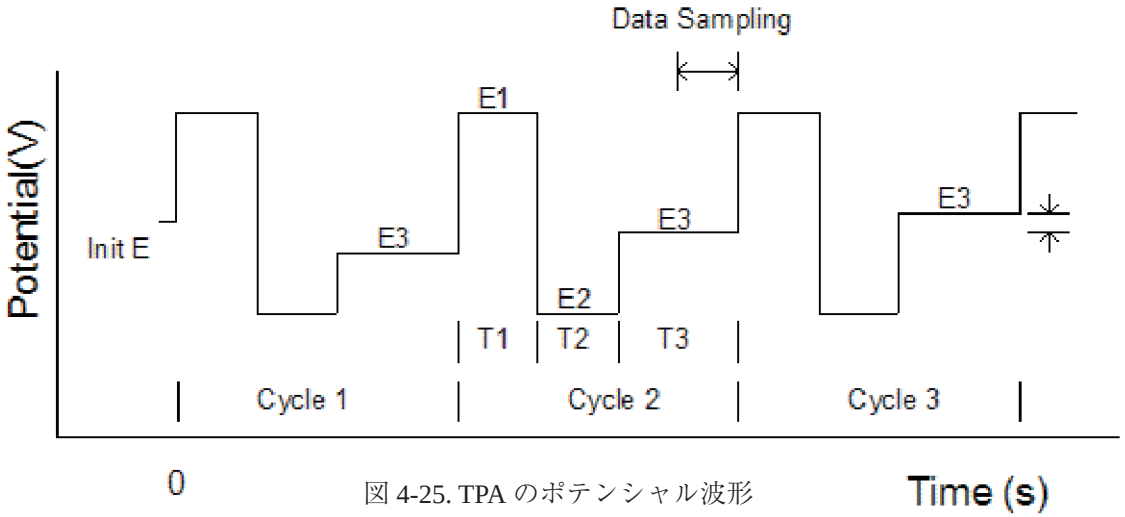



図 4-25. TPA のポテンシャル波形

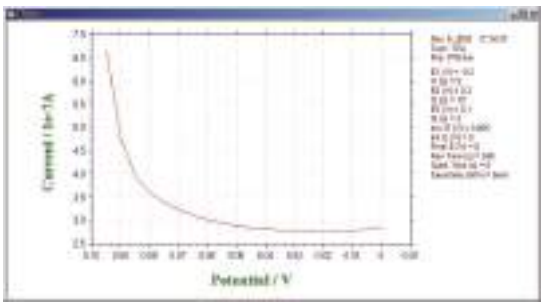
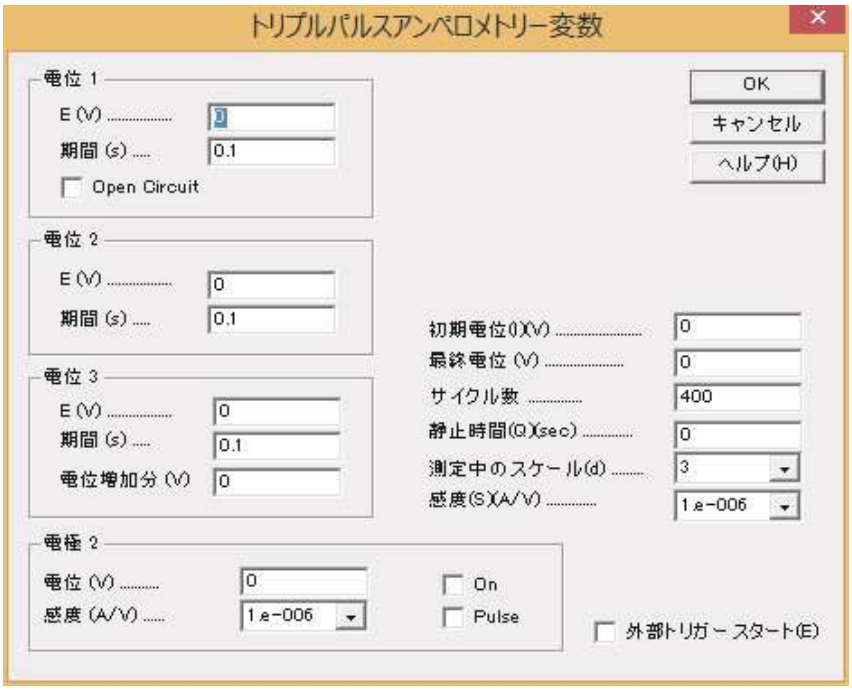


図 4-26. TPA の典型的な電流応答

## 4.10.1 トリプルパルスアンペロメトリーパラメータ

トリプルパルスアンペロメトリーダイアログボックスを示します。




実験パラメータ、範囲、詳細は次の通りです。

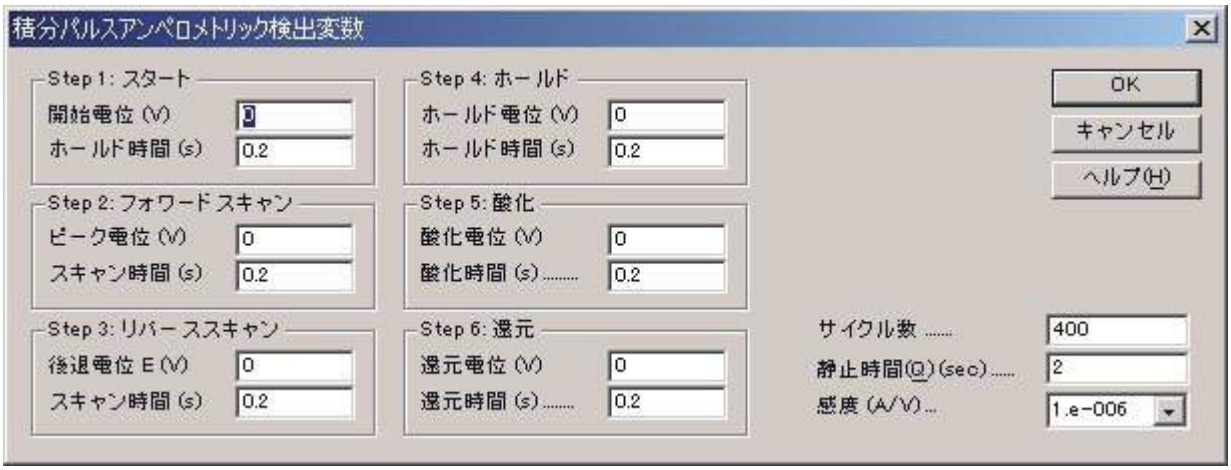
| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| 電位 1 (V) | -10 ～ 10 | 第一パルス電位 |
| 期間 1 (Sec) | 0 ～ 32 | 第一パルス期間 |
| オーブンサーキット | チェックまたは未チェック | ステップ 1 は一定電位またはオープン回路のどちらか一方で行える |
| 電位 2 (V) | -10 ～ 10 | 第ニパルス電位 |
| 期間 2 (Sec) | 0 ～ 32 | 第ニパルス期間 |
| | | |
| 電位 3 (V) | -10 ～ +10 | 第三パルス電位 |
| 期間 3 (Sec) | 0.01 ～ 32 | 第三パルス期間 |
| 増加分電位 (V) | 0 ～ 0.2 | 増加分電位 |
| | | |
| 初期電位 (V) | -10 ～ +10 | 静止時間中の初期電位 |
| 最終電位 (V) | -10 ～ +10 | スキャンの最終電位 |
| サイクル数 | 10 ～ 100,000 | 繰り返しサイクル数 |
| 静止時間 (Sec) | 0 ～ 100,000 | データ採取開始前の静止時間 |
| 測定間のスケール | 1, 2, 3 | 電流表示スケール数 |
| 感度 (A/V) | $10^{-12}$ ～ 0.1 | 感度スケール |
| 第二電極 | | |
| 電位 (V) | -10 ～ +10 | 第二電極電位 |
| 感度 (A/V) | $1.0^{-12}$ ～ 0.1 | 感度スケール |
| On | チェックまたは未チェック | 定電位での第二作用電極 |
| Pulse | チェックまたは未チェック | 第二電極電位のステップ |

注 :

1. 測定順序は first DPA クリーニング、第一パルス、第二パルス、次に second DPA クリーニング、第一パルス、第二パルスからなります。この順序は総サイクル数に到着またはユーザーにより中止されるまで繰り返されます。クリーニングステップの間、データサンプリングは行われません。クリーニング時間がゼロの場合、このステップは無視されます。データは第一、第二パルス用にサンプリングされ、差が報告されます。
   2 組のデータが得られます。
2. 増加分電位がゼロで無い場合、実験は E3 で開始し、最終電位で終了します。E3 と最終電位は少なくとも 0.01 V 離して下さい。サイクル数は効果がありません。
3. データはパルス 1 と 2 の後半の半期間でサンプリングされます。パルス幅が長くなりますと、サンプル間隔も長くなります。長いサンプル間隔は良好な信号となり、ノイズが少なくなります。
4. 測定中、データが最大データポイントを超えた時、データ保存間隔は自動的に二倍になります。そのためデータポイントは期待されない長い計測でもオーバーフローしません。
5. 電流 1 が測定中表示される時、自動的にデータにフィットします。電流 2 が測定中表示される時、フルスケールの 1/100、1/10 となります。電流 3 が測定中表示される時、フルスケールの 1/100、1/10、1/1 となります。

## 4.10.2 積分パルスアンペロメトリー検出パラメータ

積分パルスアンペロメトリーダイアログボックスを示します。




実験パラメータ、範囲、詳細は次の通りです :

| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| ステップ 1:　スタート | | |
| 開始電位 (V) | -3.276 ～ 3.276 | 開始電位 ( 一定 ) |
| 保持時間 (Sec) | 0 .05 ～ 1 | 印加電位期間の開始、電流積分はこのステップの終了前に 10 msec を開始する |
| ステップ 2:　フォワードスキャン | | |
| ピーク電位 (V) | -3.276 ～ 3.276 | 開始電位からピーク電位まで電位をスキャン |
| スキャン時間 (Sec) | 0.15 ～ 1 | 開始電位からピーク電位までのスキャン時間 |
| ステップ 3:　リバーススキャン | | |
| 戻る電位 (V) | -3.276 ～ 3.276 | ピーク電位から戻る電位まで電位をスキャン |
| スキャン時間 (Sec) | 0.15 ～ 1 | ピーク電位から戻る電位までのスキャン時間 |
| ステップ 4:　ホールド | | |
| ホールド電位 (V) | -3.276 ～ 3.276 | ホールド電位 |
| ホールド時間 (Sec) | 0.05 ～ 1 | ホールド電位期間時間、10 msec 間の電流積分と終了 |
| ステップ 5:　酸化 | | |
| 酸化電位 (V) | -3.276 ～ 3.276 | 電極処理用の酸化電位 |
| 酸化時間 (Sec) | 0.05 ～ 1 | 酸化時間 |
| ステップ 6:　還元 | | |
| 還元電位 (V) | -3.276 ～ 3.276 | 電極処理用の還元電位 |
| 酸化時間 (Sec) | 0.05 ～ 1 | 還元時間 |
| サイクル数 | 5 ～ 65,535 | 6 ステップを通じたサイクル数 |
| 静止時間 (Sec) | 0 ～ 100,000 | データサンプリング前の静止時間 |
| 感度 (V) | $1 \times 10^{-12}$ ～ 0.1 | 感度 |

注 :

1. 実験の手順は開始電位、フォワード電位スキャン、リバース電位スキャン、ホールド電位、酸化電位、還元電位と続きます。この手順はトータルのサイクル数、あるいはユーザーによる中断まで繰り返します。
2. 電流は開始電位、フォワードスキャン、リバーススキャンの後半 10 msec の間サンプリングされ、ホールド電位の最初の 10 msec の間サンプリングされます。
3. 測定中、データが最大データポイントを超えた時、データ保存間隔は自動的に 2 倍になります。そのためデータポイントは期待されない長い計測でもオーバーフローしません。

## 4.11 クロノクーロメトリーによるバルク電気分解（BE）

バルク電気分解法（BE）の原理は非常に単純です。もし酸化された種のみが最初に存在するなら、ポテンシャルを速やかに還元を起こすに十分な負の値に設定し、還元種のみが溶液に存在するまでこの値を維持します。BE 実験中に通った総電荷（Q）はファラデイー法則を通して最初に存在する酸化種のモル数（N）と分子当たりの電子移動数（n）と関連づけらます。

ここでＦはファラデイー定数(96,500C/ モル)です。従って、もし n 或いは N のどちらかが既知ならば、一方を算出できます。BE は分析と合成の両方に応用できます。

BE に必要なセルはボルタンメトリー実験に必要とされるセルとは異なります（ボルタンメトリーでは目的の電気化学活性分子のほんの一部が電解されるだけです)。大きい表面積（たとえば、白金金網或いは水銀プール）を持った作用電極と大きい表面積（例えば、白金コイル或いは金網）を持ったカウンター電極を使うことによって電解の速度は向上します。作用電極へ出入りの物質移動速度を増やすため溶液を撹拌します。 カウンター電極は作用電極と隔離し、カウンター電極の電解生成物と作用電極での電気分解種との干渉を防止します。作用電極とカウンター電極を隔離する材料の選択には注意を払わなければなりません。材料の電気抵抗が大きいと電解の効率に影響を及ぼす可能性があるためです。

BE 実験の前に、ポテンシャルを選択します。還元の場合、理想的なポテンシャルは酸化還元電位（例えばサイクリックボルタンメトリーにより測定）より約 200 mV 負にします。電解の速度は作用電極への物質移動速度によって支配されます。しかしながら他の電気化学活性物質（例えば、電解液、溶媒、溶液中の他の成分）の電解電位が近いと、酸化還元電位とあまり隔った電位を使用できない場合があります。

BE 実験中、PC モニターの時計は実験時間を表示します。各データ取り込み時間毎にその間に通った電流とそれまでの総電荷がモニターに表示されます。１番目のインターバルの平均電流と各インターバルの平均電流比も表示されます。この比率は電解の程度を判定するための重要な基準になります。即ち、この比率が１％（バックグラウンド電流である残余電流）に達した時一般的に電解は終了とみなします。最終電流比はユーザーによっても設定できます（１％はデフォルト値です)。数値データーに加えて（下記参照)、電荷 対 時間プロット（図 4-27）または電流 対 時間プロット（図 4-28）で結果が表示されます。

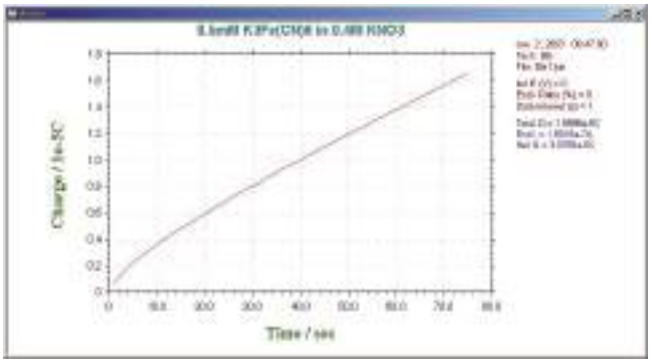


図 4-27. 典型的な BE の電荷 対 時間プロット

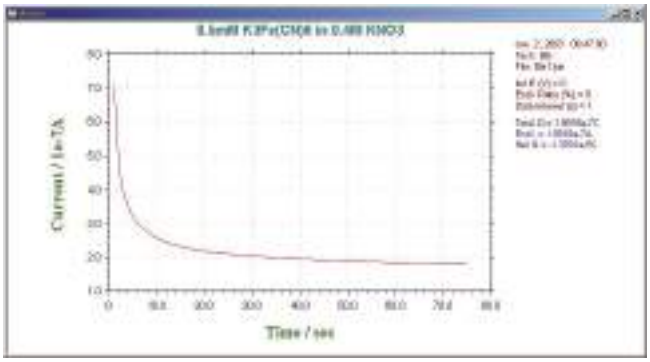
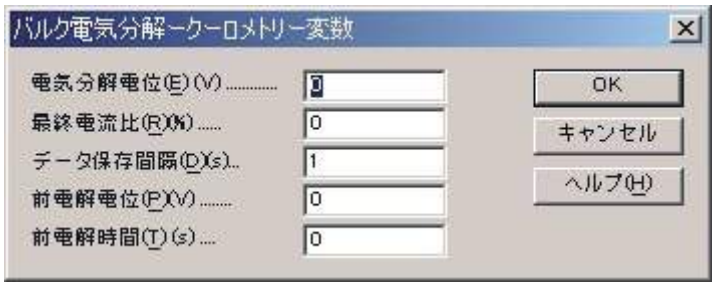


図 4-28. 典型的な BE の電流 対 時間プロット

## 4.11.1 バルク電気分解―クーロメトリーパラメータ

バルク電気分解―クーロメトリーパラメータダイアログボックスを示します。




実験パラメータ、範囲、詳細は次の通り

| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| 電気分解電位 (V) | -10 ～ +10 | 電気分解電位 |
| 最終電流比 (%) | 0 ～ 100 | この電流比で実験停止 |
| データ保存間隔 (Sec) | 0.01 ～ 100 | データ表示、保存間隔 |
| 前電解電位 (V) | -10 ～ +10 | 前電解電位 |
| 前電解時間 (Sec)) | 0 ～ 100,000 | 前電解時間 |

注 :

1. 通常の電気分解の前に前電解ステップが許可されます。これは残存電流を減少させるのに有効です。前電解終了時の電流は残存電流としてみなされ、トータルチャージから任意のネットチャージを差引きます。前電解時間がゼロの場合、このステップは無視されます。測定停止コマンドをいつでも押すことにより、前電解は停止します。 通常の電気分解はすぐ行えます。
2. 実験中感度スケールは自動的に切り替わります。
3. 電流比は初期電流に関係します。データ保存間隔が 1 秒の場合、初期電流は電気分解後の最初の 1 秒の平均電流です。
4. 最終電流比がゼロの場合、電気分解は永久に続きます。実験を停止する場合、停止コマンドを実行します。
5. 計測中、データはデータ保存間隔と同じ速度で更新されます。
6. データ保存間隔は計測時間に応じて選択されます。計測時間が長い場合、データ保存間隔は長くなります。長いデータ保存間隔は良いシグナルを持ち、ノイズが少なくなります。しかし、薄層セルの場合、短いデータ保存時間は電気分解プロセスの詳細を観察するために使用されます。
7. 電気分解中、データが最大データポイントを超えた時、データ保存間隔は自動的に 2 倍になります。そのためデータポイントは期待されない長い計測でもオーバーフローしません。

## 4.12 ハイドロダイナミックテクニック（HDM）

印加電位への電流応答は多くの因子によって決められます。そのうちでも重要な 2 点は電子移動速度とバルク溶液から作用電極表面へ向かう物質移動速度です。
物質移動が起こるには 3 つの方法があります。

1. 拡散ー濃度勾配による分子運動
2. 泳動ー電界勾配による分子運動
3. 対流ー撹拌等の外乱によって起こる分子運動

ボルタンメトリー実験から定量的データを得るためには、物質移動モードが数学的に解析しやすい形に定義されていることが重要です。十分解離した電解液の添加によってすべてのボルタンメトリー実験から泳動の効果が無視できるようにします。拡散と対流だけを考慮する系を選びます。

多数のボルタンメトリー実験で、溶液を撹拌せず、外部の振動を防止することにより対流が除去されます（このような条件は比較的短時間しか維持されません）。静止溶液状態を使用するボルタンメトリーはサイクリックボルタンメトリー（CV）、クロノクーロメトリー、パルス、矩形波テクニックを含みます。対流なしの条件を持続することの実験的難しさに加えて、拡散支配の実験は物質移動速度を変える方法がないことが限界となります。

ハイドロダイナミックテクニックでは、分子はよく定義された仕方で電極表面に運ばれます。すなわち溶液を撹拌するか、或いは液体クロマトグラフィー / 電気化学のようにポンプでフローセルに溶液を流します。最も広く採用されている方法は、回転ディスク電極を使って電極を回転することです。

ハイドロダイナミックテクニックは電極表面へ出入する物質移動速度の向上の結果、静止溶液テクニック以上に多くの利点を持っています。物質移動と電子移動が釣り合う結果、より速い物質移動速度は定常状態に早く達することができ、スキャン速度が十分に遅い場合にかぎり（典型的には約 20 mV/s 以下）定常状態が維持されます。定常状態ボルタンメトリーの 1 つの利点はある与えられた電位で電流がスキャン方向と時間の両方に依存しないことです。この場合、ボルタモグラムはシグモイド曲線になるのが特徴です。速い物質移動は定量分析の感度を向上させ、回転デイスク電極はストリッピング実験の析出ステップでよく使用されます。
可逆プロセスの限界電流（物質移動支配の電流）は Levich 式で与えられます

$$i=0.62nFACD^{2/3}\,\omega^{1/2}\,\nu$$

n = 電子移動数 /mole
F = ファラディー定数 (96,500C/mole)
A = 電極面積 ($cm^2$)
C = 濃度 ($mole/cm^3$)
D = 拡散係数 ($cm^2/s$)
$\omega$ =2 $\pi$ f (（回転数）/rps)
$\nu$ = 動的粘度

従って、可逆プロセスの $i_l$ 対 $\omega^{1/2}$ のプロットは直線（Levich プロット）になります。 この場合、可逆とは物質移動速度と比較して速い電子移動が必要なこと、即ち、回転速度を増すとレドックス反応は可逆から凝可逆に移行する可能性があります。これは Levich プロットで 直線性からのズレに表われます。電子移動速度は回転速度を無限に外挿した時の電流（kinetic current）から算出されます。

この kinetic current は逆 Levich プロット（ 1 / $i_l$ 対 1 /$\omega^{1/2}$）の切片から求められます。この方法は腐食とバッテリーの研究にしばしば使用されます。また電極表面上に被覆したポリマーフィルムを通る電子移動速度の測定にも使われます。

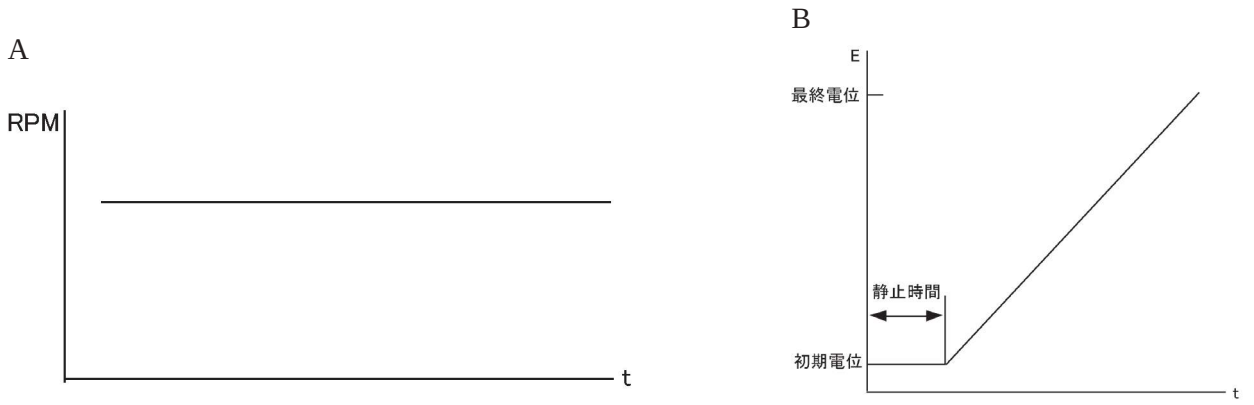



図 4-29. 典型的な回転速度 A と時間に対する電位波形 B

ハイドロダイナミックモジュレーション（HDM）は回転周波数を正弦波的に変化させる関連テクニックです。 $i_l$ は$\omega^{1/2}$ に比例する一方、$\omega^{1/2}$ 自身も変化します。交流電流は通常のデータ処理法で処理されます。即ち、フィルターを通した後、整流又は位相弁別検出後にデータ処理されます。

Levich 式によれば、$i_l$=K $\omega^{1/2}$ であり、ここで $\omega^{1/2}$= $\omega_0^{1/2}$+Δ $\omega^{1/2}$sin $\sigma$ t（$\omega_0$ は中心回転速度で周波数 $\sigma$, 振幅Δ $\omega^{1/2}$ のサイン波形で変調されます。図 4-30 参照）交流電流出力は図 4-31 で示され、Δ i は下記式によって与えられます。

$$\Delta i = \left(\frac{\Delta \omega}{\omega_0}\right) i\,\omega_0$$

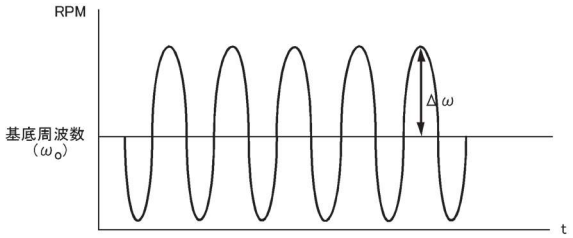



図 4-30. HDM テクニックを用いた回転速度の変調

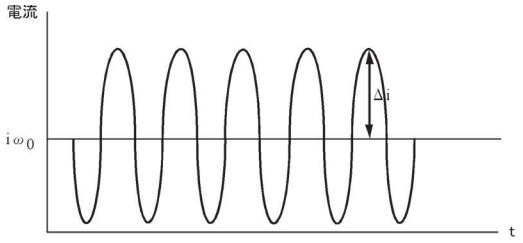



図 4-31. HDM の交流電流出力

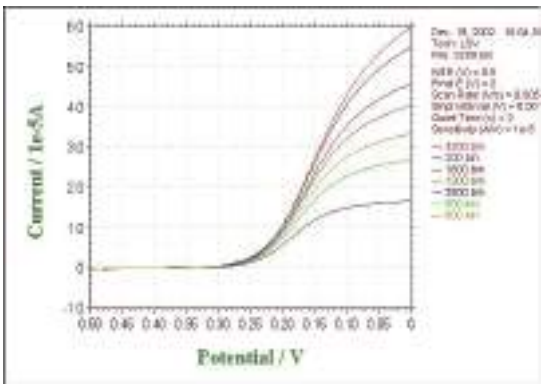
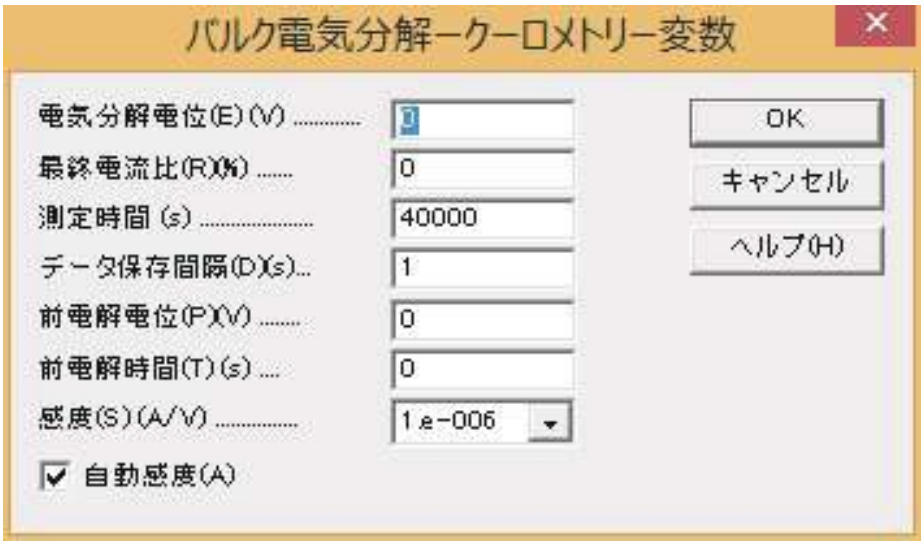



図 4-32. RDE の典型的な電流応答

## 4.12.1 ハイドロダイナミック変調ボルタンメトリーパラメータ

ハイドロダイナミック変調ボルタンメトリーパラメータダイアログボックスを示します。




実験パラメータ、範囲、詳細は次の通り

| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| 初期電位 (V) | -10 ～ +10 | 初期電位 |
| 最終電位 (V) | -10 ～ +10 | 最終電位 |
| 電位増加分 (V) | 0.001 ～ 0.02 | 各ステップの電位増加分 |
| 回転速度 (rpm) | 0 ～ 10,000 | 中心部の回転速度 |
| 変調周波数 (Hz) | 1 ～ 5 | 変調周波数 |
| 変調振幅 (rpm) | 0 ～ 3600 | 変調振幅注 2 参照 |
| 静止時間 (Sec) | 0 ～ 100,000 | ポテンシャルスキャン開始前の静止時間 |
| 感度 (A/V) | $1 \times 10^{-12}$ ～ 0.1 | 感度スケール |

注 :

1. 初期電位と最終電位は少なくとも 0.01 V 離して下さい。
2. ハイドロダイナミックモジュレーションの実際の回転速度は

$$w^{1/2} = w_0^{1/2} + \Delta w^{1/2} \sin(s\ t)$$

注意 : 変調ファンクションはサイン波ではなく、更に複雑ですが、周波数 $\sigma$ の定期的な波形です。回転速度 $\omega_0$ の近傍は変動しますが、変動の振幅は対称ではありません。入力パラメータ $\Delta\omega$ は実際の振幅ではありませんが、上記式での二乗です。

## 4.12.2 スィープ - ステップファンクションパラメータ

スィープ - ステップファンクションパラメータダイアログボックスを示します。

実験パラメータ、範囲、詳細は次の通り

| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| 順番 1, 3, 5, 7, 9, 11 | | |
| スィープ : | | |
| 初期電位 (V) | -10 ～ +10 | 初期電位 |
| 最終電位 (V) | -10 ～ +10 | 最終電位 |
| スキャン速度 (V/s) | $10^{-6}$ ～ 50 | ポテンシャルスキャン速度 |
| 順番 2, 4, 6, 8, 10, 12 | | |
| ステップ | | |
| ステップ 電位 (V) | -10 ～ +10 | ステップ電位 |
| ステップ時間 (Sec) | 0 ～ 10,000 | ステップ機関 |
| 初期電位 (V) | -10 ～ +10 | 初期電位 |
| スィープサンプル間隔 (V) | 0.001 ～ 0.05 | スィープファンクションサンプル間隔 |
| ステップサンプル間隔 ((Sec) | 0.0001 ～ 1 | ステップファンクションサンプル間隔 |
| 静止時間 (Sec) | 0 ～ 100,000 | ポテンシャルスキャン開始前の静止時間 |
| 感度 (A/V) | $10^{-12}$ ～ 0.1 | 感度スケール |

注 :

1. スィープファンクションの場合、初期電位と最終電位の差が 0.01 V 以下の場合、このセグメントは無視されます。
2. ステップファンクションの場合、ステップ時間が 0.001 秒以下か、ポイント数が 3 以下の場合、このセグメントは無視されます。ステップ時間を増やすか、サンプル間隔を減少する必要になります。
3. スィープファンクションのスキャン速度が 0.5 V/S 以下ならば、データはリアルタイムに転送され、表示されます。
4. ステップファンクションのサンプル間隔が 0.002 秒より大きい場合、データはリアルタイムに転送され、表示されます。
5. 初期電位、最終電位、ステップ電位の電位差は 13.1 V 以下にして下さい。

## 4.12.3 マルチ - ポテンシャルステップパラメータ

マルチ - ポテンシャルステップパラメータダイアログボックスを表示します。

実験パラメータ、範囲、詳細は次の通り :

| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| ステップ順番 1 - 12: | | |
| ステップ 電位 (V) | -10 ～ +10 | ステップ電位 |
| ステップ時間 (Sec) | 0 ～ 10,000 | ステップ期間 |
| 初期電位 (V) | -10 ～ +10 | 初期電位 |
| サイクル数 | 0 ～ 10,000 | サイクル数 |
| サンプル間隔 (Sec) | 0.0001 - 1 | サンプル間隔 |
| 静止時間 (Sec) | 0 ～ 100,000 | ポテンシャルスキャン開始前の静止時間 |
| 感度 (A/V) | $1 \times 10^{-12}$ ～ 0.1 | 感度スケール |
| E1 On | チェックまたは未チェック | 作用電極 1on/off コントロール |

注 :

1. ステップタイムが 0.01 V 以下であるならば、このステップはは無視できます。
2. ステップタイムはサンプル間隔より短くなる場合、このステップは無視されます。
3. ( ステップ時間 * サイクル / サンプル間隔 ) が 64 K を超える場合、または実験後、データ転送する場合、サンプル間隔は自動的に増えます
4. サンプル間隔が 0.002 秒より大きい場合、データは転送され、リアルタイムに表示されます。
5. 初期電位、最終電位、ステップ電位の電位差は 13.1 V 以下にしなければなりません。

## 4.13 インピーダンス（IMP）

ボルタンメトリックな方法では、ポテンシャルを特定な範囲内で変化させ、電流応答をモニターします。ボルタンメトリーの 1 回の測定では、タイムスケールを一定（例えば、スキャン速度）にします。IMP 実験では、ポテンシャルは特定な値（例えば、平衡電位）に固定され、小さい振幅の AC ポテンシャルが重畳されます。1 回の IMP 実験で、ある AC 周波数範囲が印加され、異なるタイムスケールを有する電気化学的および他の物理的過程が検出できます。

波形発生とデータ解析の両方にフーリェ変換法を使います。周波数領域で、1 つの周波数と次の周波数の比がほとんど同じで等しい振幅と不規則な位相をもった多数の周波数が選択されます（図 4-43）この結果周波数が互いに整数倍にならない相対的に等間隔な周波数の 1 組ができます。この周波数の 1 組は時間領域波形のデジタル表示へ変換され D/A 変換器とアナログフィルターを経由してセルに印加されます。この手順は S/N 比向上のために多数回繰り返されます。 高周波数範囲では、サイクル時間は相対的に短く、実験時間を増やすことなく多数回の積算が実行されます。

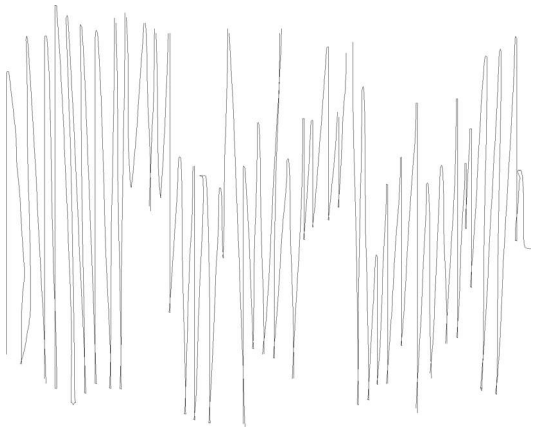


図 4-43. A.C インピーダン法で使用されるホワイトノイズ波形

それぞれの周波数範囲で感度が自動的に調節した電流応答がモニターされます。 各周波数範囲の測定が終了すると、データはフーリェ変換アルゴリズムによって解析されます。実験データの表現は印加ポテンシャルと電流応答間の位相差により複雑になります。結果はインピーダンス（Z = E /I）或いはアドミッタンス（Y =1/ Z）として表わされます。 Z（トータルインピーダンス）、Z '（印加電圧と同相インピーダンス）、Z"（印加電圧と 90゜位相のづれたインピダーンス）と θ（位相角）間の関係を図 4-44 に示します。これらの変数は周波数（ω）とともに変化することにご注意下さい。

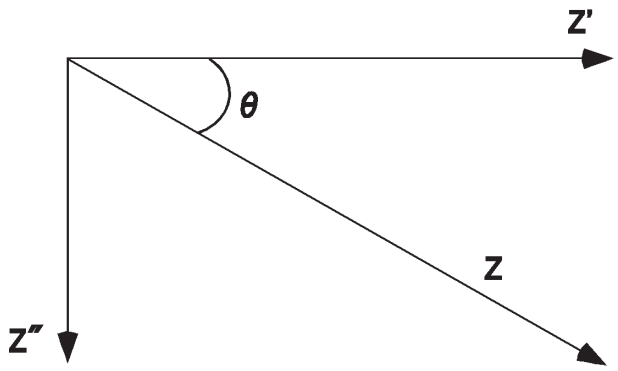



図 4-44. インピーダンス Z のベクトル図

プロットできるインピーダンスの種類

1. Nyquist: -Z"-Z'
2. Bode: LogZ & phase - Log(Freq)
3. LogZ - Log(Freq)
4 .phase - Log(Freq)
5. log(Z’ & Z”) - Log(Freq)
6. logY - log(Freq)
7. Admittance: Y” - Y’
8. Warburg: Z" & Z' - 1/sqrt(w)
9. Z’ - wZ”
10.Z' - Z"/w
11.Cot(phase)-Sqrt（w）
12. 1/wZ” - 1/wZ’
13. Y"/w-Y'/w

インピーダンス測定の最も難しい面の１つは実験データの解釈です。 基本的な考え方は電気化学セルを電子回路の等価回路でおきかえられるというところにあります。 例えば、界面領域は静電容量 $C_{dl}$ のコンデンサーに似ています。また作用電極と比較電極間の未補償溶液抵抗 $R_u$ があります。モデル化した電気化学セルの他の構成要素には電子移動（ファラディーインピーダンス）と拡散物質移動（Warburg インピーダンス）を含みます。

ファラディーインピーダンスの理論的裏づけは次のようになります。 もし印加電圧（A.C 振幅）が小さい（約 5/n mV, n は移動電子数）ならば、印加電圧と電流応答間は直線関係です。即ち、$I=E/R_f$ となり、$R_f$ はファラディーインピーダンスです。$R_f$ は電子移動速度の逆数に比例します。の小さい方の切片は $Z'=R_u$ 、大きい方の切片は $Z'= R_u +R_f$ になります。半円形の最大 -Z'' 値に対応する周波数は $1/R_uC_{dl}$ に等しくなります。従って、この簡単な RC 回路の３つの構成要素はインピーダンス測定から算出されます。右図のモデルは電気化学の挙動が電子移動速度によって支配される（即ち、電子移動速度が遅い）場合に対応します。電気化学反応が拡散支配されているもう一方の極端な場合、Nyquist プロットは勾配 1 の直線になります。中間の場合は Nyquist プロット高周波数で半円（反応速度支配）に、低周波数において直線（拡散支配）に変化します。即ち、異なる支配過程が 1 回の実験で検出されます。

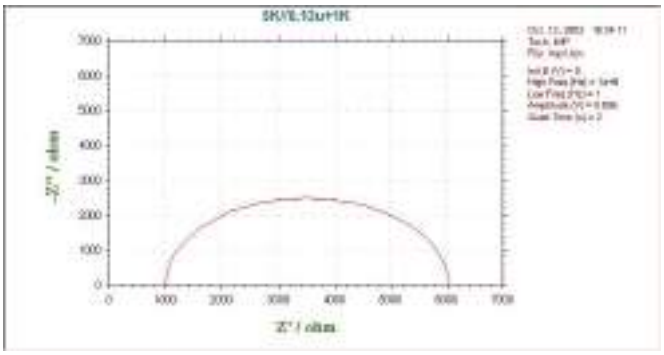


図 4-45. 典型的な Nyquist プロット

Nyquist プロットは一般的に最も多くのデータ表示に使われる方法です。Bode プロットは Nyquist プロットより分解能が良いので、もし系を支配する過程が 1 つ以上ならば、有用です。インピーダンスプロットは多くの情報が得られますが、非常に複雑であり、説明するのが難しいことがあります。例えば、Nyquist プロットでは、１つ以上の半円が存在することがありますし、正の象限にないことが多いのです。インピーダンス測定は広く電子移動速度の研究、例えば、腐食やバッテリーの研究に使用されてきました。また、電極表面上の電気化学活性ポリマーフィルムを流れる電子の移動速度を測定するために使用されています。

## 4.13.1 交流インピーダンスパラメータ

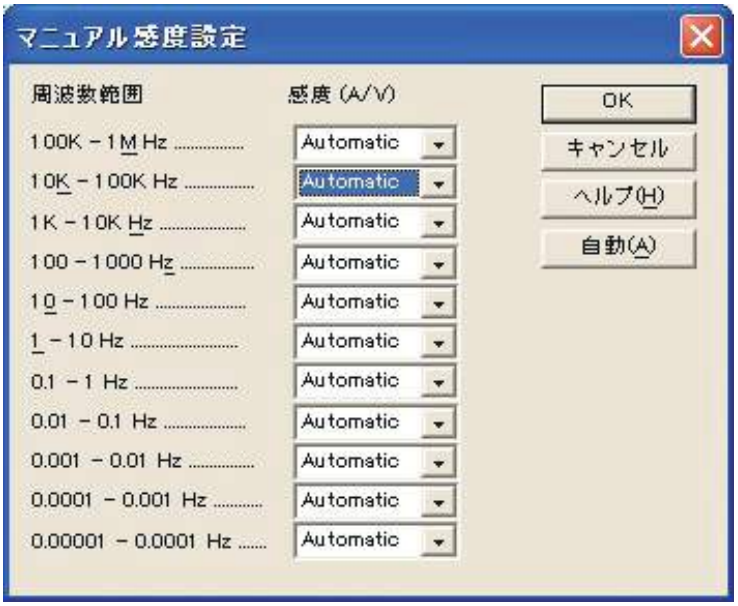
交流インピーダンスパラメータダイアログボックスを示します。

実験パラメータ、範囲、詳細は次の通り

| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| 初期電位 (V) | -10 ～ +10 | 初期ポテンシャル |
| 高周波数 (Hz) | 0.001 ～ 100,000 | 高周波数リミット |
| 低周波数 (Hz) | 0.0001 ～ 10,000 | 低周波数リミット |
| 振幅 (V) | 0.00001 ～ 0.7 | 交流振幅 |
| 静止時間 (Sec) | 0 ～ 100,000 | ポテンシャルスキャン開始前の静止時間 |
| 自動感度スケール設定 | Select | 自動またはマニュアル |
| 測定モード | FT-Single-Galv | 100 Hz 以上での測定モードの選択 |
| Avrg( 1K ～ 1 MHz) | 0.1 ～ 4 | 平均ファクター |
| Avrg( 1 ～ 999 Hz) | 1 ～ 256 | 平均ファクター |
| サイクル (0.1 ～ 1 Hz) | 1 ～ 25 | 各周波数でのサイクル数 |
| サイクル (0.01 ～ 0.1 Hz) | 1 ～ 25 | 各周波数でのサイクル数 |
| サイクル (0.001 ～ 0.01 Hz) | 1 ～ 25 | 各周波数でのサイクル数 |
| サイクル (0.001 ～ 0.01 Hz) | 1 ～ 25 | 各周波数でのサイクル数 |
| サイクル (0.0001 ～ 0.001 Hz) | 1 ～ 4 | 各周波数でのサイクル数 |
| ポイント ( 全周波数 ) | 2 ～ 100 | 周波数 10 倍範囲当たりのポイント数 |
| 測定中のバイアス直流電流 | off ー range-on | 測定中の直流電流バイアスを有効にする |

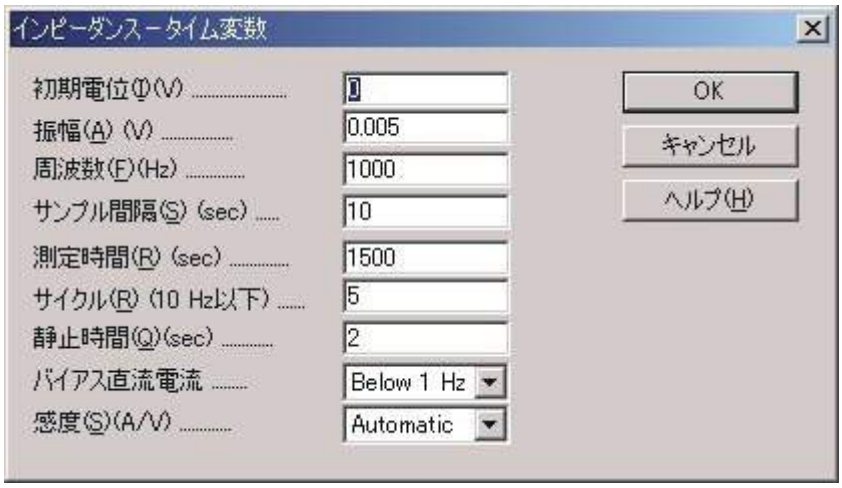
注 :

1. 100 Hz 以上の場合 , 電流と電圧はインピーダンスを計算するために測定します。10 倍単位当りの 12 周波数成分を測定します。フーリェ変換の場合、各測定は周波数範囲の 10 倍をカバーします。100 Hz 以下の場合、電流のみ測定されます。印加電圧は予備の位相シフトはなく、正確と考えられます。
2. 直流電流が高く、交流電流が低い場合、直流電流のオーバーフローにより感度は増加しません。周波数が低い場合、問題は深刻です。直流電流バイアスを適用し、高交流信号増幅を行います。この目的のために 16 bit DAC が用いられます。直流電流が大きくなく、周波数が高い場合、バイアス直流電流を使用する必要はありません。
3. 電源周波数は測定に干渉します。1 ～ 100 Hz 間で長い測定を行う場合、任意の周波数範囲のデータ品質を向上します。
4. 感度スケールのデフォルト設定は自動になります。計測中、システムは電流サイズを試験し、最適な感度スケールを調べます。それは通常良く働きます。感度スケール設定はマニュアルに設定できます。特定の状況で、良い結果を与えることがあります。この場合、感度スケールは各 10 倍数の周波数範囲においてセットできます。システムはマニュアル感度設定ダイアログボックスを表示し、マニュアルで感度スケールを設定できます。



## 4.13.2 インピーダンスータイムパラメータ

インピーダンスータイムパラメータダイアログボックスを示します。




実験パラメータ、範囲、詳細は次の通り

| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| 初期電位 (V) | -10 ～ +10 | 初期電位 |
| 振幅 (V) | 0.0001 ～ 1.5 | 交流振幅 |
| 周波数 (Hz) | $10^{-4}$ ～ $10^{6}$ | 交流周波数 |
| サンプル間隔 (Sec) | 1 ～ 20,000 | データサンプリング間隔 |
| 測定時間 (Sec) | 1 ～ 500,000 | 総測定時間 |
| サイクル (10 Hz 以下 ) | 1 ～ 100 | 各周波数での繰り返しサイクル数 |
| 静止時間 (Sec) | 0 ～ 100,000 | データサンプリング前の静止時間 |
| 測定中のバイアス直流電流 | off ー range-on | 測定中の直流電流バイアスを有効にする |
| 感度 (A/V) | $1 \times 10^{-12}$ ～ 0.1 | 感度スケール |

注 :

1. サンプル間隔がサンプリングに必要な実際の時間より小さい場合、サンプリング間隔を自動的に調整します
2. サイクル数が多くなれば、S/N 比は向上しますが、測定時間も長くなります。
3. 直流電流が高く、交流電流が低い場合、直流電流のオーバーフローにより感度は増加しません。周波数が低い場合、問題は深刻です。直流電流バイアスを適用し、高交流信号増幅を行います。この目的のために 16 bit DAC が用いられます。直流電流が大きくなく、周波数が高い場合、バイアス直流電流を使用する必要はありません。
4. 感度スケール設定はデフォルトで自動になります。測定中、システムは電流サイズを試験し、最適な感度スケールを調べます。通常上手く作動します。感度スケール設定はマニュアル設定に変更できます。

## 4.13.3 インピーダンスー電位パラメータ

インピーダンスー電位パラメータダイアログボックスを示します。

実験パラメータ、範囲、詳細は次の通り

| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| 初期電位 (V) | -10 ～ +10 | 初期電位 |
| 最終電位 (V) | -10 ～ +10 | 最終電位 |
| 電位増加分 (V) | 0.001 ～ 0.25 | 電位増加分 |
| 振幅 (V) | 0.001 ～ 1.5 | 交流振幅 |
| 周波数 (Hz) | 0.0001 ～ 100,000 | 交流周波数 |
| サイクル (10 Hz 以下 ) | 1 ～ 100 | 各周波数での繰り返しサイクル数 |
| 静止時間 (Sec) | 0 ～ 100,000 | データサンプリング前の静止時間 |
| 測定中のバイアス直流電流 | off ー range-on | 測定中の直流電流バイアスを有効にする |
| 感度 (A/V) | $1 \times 10^{-12}$ ～ 0.1 | 感度スケール |

注 :

1. 直流電流が高く、交流電流が低い場合、直流電流のオーバーフローにより感度は増加しません。周波数が低い場合、問題は深刻です。直流電流バイアスを適用し、高交流信号増幅を行います。この目的のために 16 bit DAC が用いられます。直流電流が大きくなく、周波数が高い場合、バイアス直流電流を使用する必要はありません。
2.. 感度スケール設定はデフォルトで自動になります。測定中、システムは電流サイズを試験し、最適な感度スケールを調べます。通常上手く作動します。感度スケール設定はマニュアル設定に変更できます。

## 4.14 クロノポテンショメトリーパラメータ

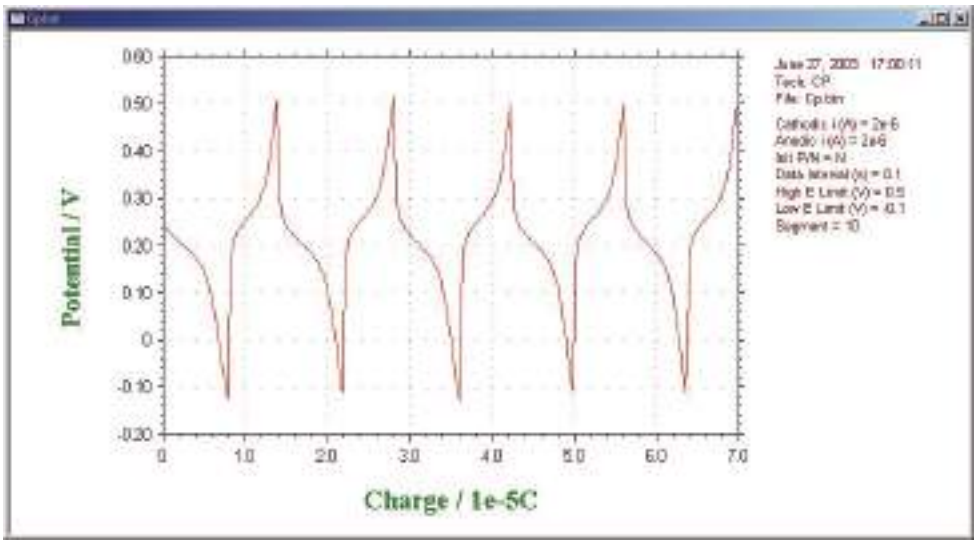
クロノポテンショメトリーパラメータダイアログボックスを示します。

実験パラメータ、範囲、詳細は次の通り

| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| 負電流 (A) | -2 ～ +2 | 負電流の制御 |
| 正電流 (A) | -2 ～ +2 | 正電流の制御 |
| 高電位リミット (V) | -10 ～ +10 | 高電位リミット値 |
| 高電位保持時間 (S) | 0 ～ 100,000 | 高電位保持時間 |
| 低電位リミット (V) | -10 ～ +10 | 低電位リミット値 |
| 低電位保持時間 (S) | 0 ～ 100,000 | 低電位保持時間 |
| 陰極時間 (Sec) | 0.005 ～ 100,000 | 陰極計測時間 |
| 陽極時間 (Sec) | 0.005 ～ 100,000 | 陽極計測時間 |
| 初期極性 | Cathodic または Anodic | 最初のセグメントの極性 |
| データ保存間隔 (Sec) | 0.0001 ～ 500 | データ保存間隔 |
| セグメント数 | 1 ～ 1,000,000 | 半サイクル数 |
| 電流切替え極性 | 電位または時間 | 電流極性切替制御 |
| 補助電極信号記録 | チェックまたは未チェック | サンプル間隔が 0.0005 秒以上の時、同時に外部信号を記録する |

注 :

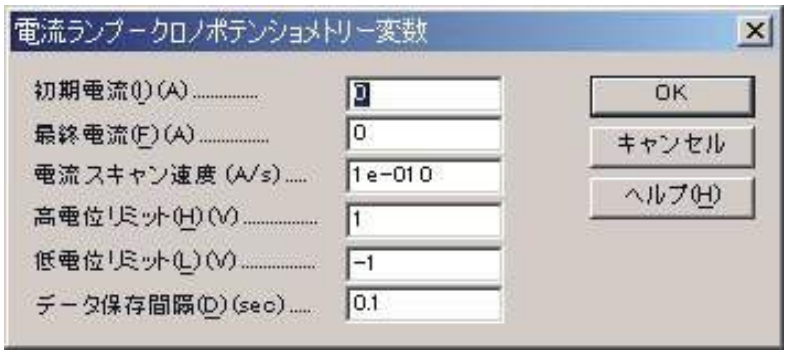
1. 負電流は還元、正電流は酸化に用います。還元の間、低電位リミットに到着した場合、電流極性は自動的に正側に切り替ります。同様に酸化プロセスの間に高電位リミットに到達した場合、電流極性は自動的に負側に切り替ります。電流極性切替えの数はセグメント数に依存します。設定セグメント数に到着した場合、実験は停止します。
2. 初期電流極性は初期極性パラメータにより決められます。
3. 測定中のデータはデータ保存間隔と同じ速度で更新されます。
4. 一般的には、データ保存間隔は実験の長さに応じて選択されます。測定が長くなりますと、データ保存間隔も大きくなります。データが最大ポイントを超えますと、データ保存間隔は自動的に 2 倍になります。故に、データポイントは期待しない長い計測を超えることはありません。
5. セグメント数を大きくすることは可能ですが、データは最初の 400 セグメントのみが保存されます。測定中に広範のセグメントが表示されますが、保存はされません。
6. 電流極性は特定の電位または指定時間の一方で切り替ります。陰極または陽極時間設定は異なります。他方、時間優先が選択されていても、リミット電位に到達した場合、電流極性は電極を守るために逆転します。




クロノポテンショメトリーによる充放電データ

## 4.14.1 電流ランプ - クロノポテンショメトリーパラメータ

電流ランプ　ー クロノポテンショメトリー　パラメータダイアログボックスを示します。




実験パラメータ、範囲、詳細は次の通り

| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| 初期電流 (A) | -2 ～ +2 | 初期電流 |
| 最終電流 (A) | -2 ～ +2 | 最終電流 |
| スキャン速度 (A/Sec) | $1 \times 10^{-10}$ ～ 0.1 | 電流のスキャン速度 |
| 高電位リミット (V) | -10 ～ +10 | 高電位リミット値 |
| 低電位リミット (V) | -10 ～ +10 | 低電位リミット値 |
| データ保存間隔 | 0.0001 ～ 32 | データ保存間隔 |

注 :

1. 初期電流と最終電流は少なくとも $1 \times 10^{-9}$ A 離します。
2. 負電流は還元、正電流は酸化に用います。還元の間、高電位リミットまたは低電位リミットに到着した場合、測定は停止します。
3. 少なくとも 10 ポイントは測定を行う上で必要です。さもなければ、電流スキャン速度を減少させるか、サンプリング間隔を減らします。
4. 測定中、データはデータ保存間隔と同じ速度で更新されます。
5. 一般的には、データ保存間隔は実験の長さに応じて選択されます。測定が長くなりますと、データ保存間隔も大きくなります。データが最大ポイントを超えますと、データ保存間隔は自動的に 2 倍になります。故に、データポイントは期待しない長い計測を超えることはありません。

## 4.14.2 マルチ電流ステップパラメータ

マルチ電流ステップパラメータダイアログボックスを示します。

実験パラメータ、範囲、詳細は次の通り

| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| ステップ手順 : 1 − 12: | | |
| ステップ電位 (A) | -2 ～ +2 | ステップ電位 |
| ステップ時間 (Sec) | 0 ～ 10,000 | ステップ期間 * |
| | | |
| 高電位リミット (V) | -10 ～ +10 | 高電位リミット値 |
| 低電位リミット (V) | -10 ～ +10 | 低電位リミット値 |
| サイクル数 | 1 ～ 10,000 | サイクル数 |
| サンプル間隔 (Sec) | 0.00005 ～ 1 | サンプリング間隔 |

注 :

1. ステップ時間が 0.001 秒以下の場合、このステップは無視されます。
2. ステップ時間がサンプル間隔より短い場合、このステップは無視されます。
3. ステップ時間 *( サイクル / サンプル間隔 ) が 64 K を超える場合、または実験後、データ転送する場合、サンプル間隔は自動的に増えます。
4. サンプル間隔が 0.002 秒以上の場合、データは転送され、リアルタイム表示されます。
5. 電位が高電位リミット、低電位リミットに達しますと、測定は停止します。

## 4.15 ポテンショメトリックストリッピング分析パラメータ

ポテンショメトリックストリッピング分析パラメータダイアログボックスを示します。

実験パラメータ、範囲、詳細は次の通り

| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| 析出電位 (V) | -10 ～ +10 | 析出電位 |
| 析出時間 (Sec) | 0 ～ 100,000 | 析出時間 |
| 最終電位 (V) | -10 ～ +10 | 最終電位注 2 参照 |
| ストリッピング電流 (A) | 0 ～ 2 | ストリッピング電流の制御 |
| サンプル間隔 (Sec) | 0.0001 ～ 50 | サンプリング間隔 |
| 静止時間 (Sec) | 0 ～ 100,000 | データ採取前の静止時間 |

注 :

1. サンプル間隔が 0.002 秒以下の場合、64 K データポイントが許可されています。データ密度は測定時間 /64,000 に等しくなります。
2. 最終電位に到着した場合、計測は自動的に停止します。
3. 制御ストリッピング電流をゼロに設定した場合、カウンター電極は実際には接続されません。
4. 制御ストリッピング電流が $1.0 \times 10^{-10}$ A 以下の場合、計測中、電流は流れません。
5. 電流極性を心配する必要はありません。システムは自動的に析出電位と最終電位に応じて、電流極性を割当てます。還元の場合、電流は正となり、酸化の場合、電流は負となります。
6. 一般的には、データ保存間隔は実験の長さに応じて選択されます。測定が長くなりますと、データ保存間隔も大きくなります。

## 4.16 電気化学ノイズ測定 パラメータ

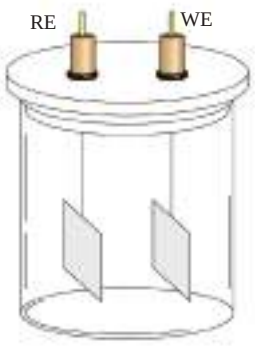
電気化学ノイズ測定 パラメータダイアログボックスを示します。

電気化学ノイズ測定(ECN)の場合、電位波形をセルには印加しません。作用電極はゼロ抵抗電流計です。電位はバーチャルグラウンドを利用します ( グラウンドに近いのですが、本当のグラウンドには接続していません )。電気化学ノイズを測定する場合、作用電極は機器のグラウンド (GND と記載されている背面の黒のバナナジャック ) に接続します。2 つの電極を同じ溶液に浸漬します。2 つの電極を流れる電気化学ノイズ電流は測定されます。電位ノイズを測定する必要がある場合、参照電極は測定溶液内に入れ、参照クリップで接続します。カウンター電極は使用しません。

実験パラメータ、範囲、詳細は次の通り：

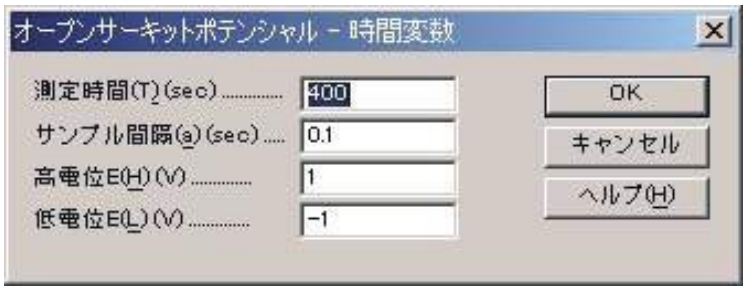
| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| サンプル間隔 (Sec) | 0.1 ～ 10 | サンプリング間隔 |
| 測定時間 (Sec) | 10 ～ 100000 | 測定時間 |
| 静止時間 (Sec) | 0 ～ 100000 | データサンプリング前の静止時間 |
| 感度 (A/V) | $10^{-9}$ ～ 0.1 | 低電位リミット |
| 電位ゲイン | 1, 10, 100, 1000 | ポテンシャルノイズ測定のゲイン設定 |
| 測定モード | I, E または両方 | 測定モード |

ノイズ測定を行う場合、右図に示すセルの作用電極 (WE), 参照電極 ( RE) にリード線を接続して下さい。



## 4.17 オープンサーキットポテンシャル - (OCPT) 時間 パラメータ

オープン回路ポテンシャル - 時間 パラメータダイアログボックスを示します。

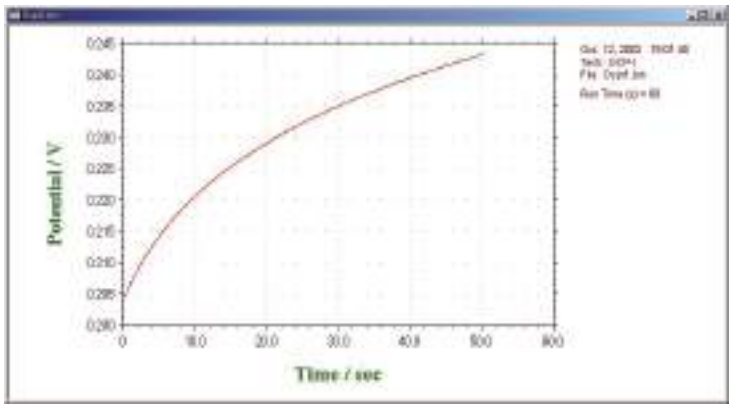



実験パラメータ、範囲、詳細は次の通り：

| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| 測定時間 (Sec) | 1 ～ 500,000 | 測定時間 |
| サンプル間隔 | 0.0025 ～ 50 | サンプリング間隔 |
| 高電位リミット (V) | -10 ～ 10 | 高電位リミット |
| 定電位リミット (V) | -10 ～ 10 | 低電位リミット |

注：

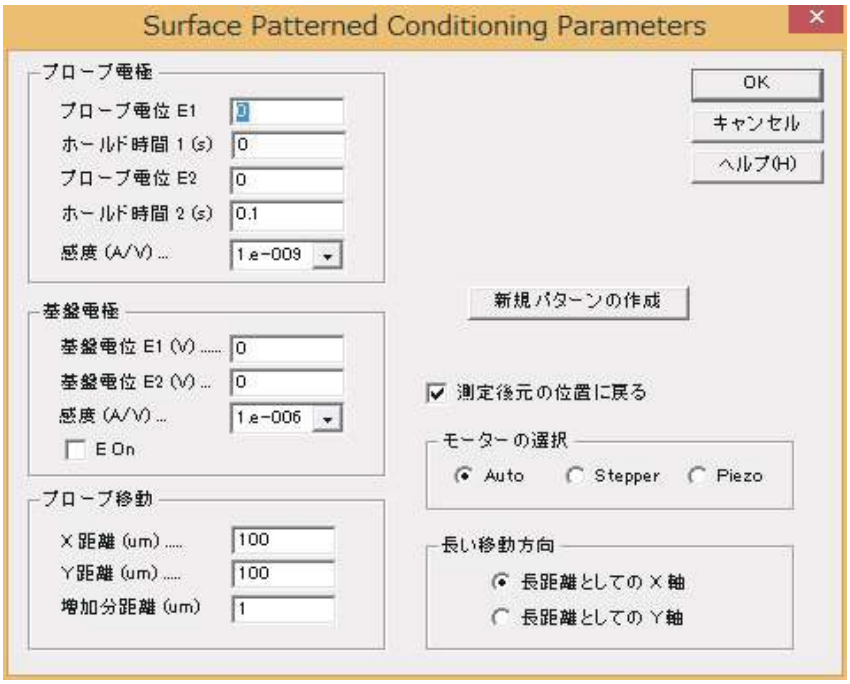
1. 高または低電位リミットに到着した時、警告が表れます。
2. 一般的には、データ保存間隔は実験の長さに応じて選択されます。測定が長くなりますと、データ保存間隔も大きくなります。




OCPT により測定したデータ

## 4.18　表面パターン処理 パラメータ

表面パターン処理パラメータダイアログボックスを示します。




実験パラメータ、範囲、詳細は次の通り：

| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| プローブ E1 (V) | -10 ～ +10 | 第 1 プローブ電位 |
| 保持時間 1(s) | 0 ～ 40,000 | 第 1 プローブ電位の保持時間 |
| プローブ E2 (V) | -10 ～ +10 | 第 2 プローブ電位 |
| 保持時間 2(s) | 0 ～ 40,000 | 第 2 プローブ電位の保持時間 |
| 基盤電位 (V) | -10 ～ +10 | 基盤電位 |
| 感度 (A/V) | 1e-12 ～ 0.1 | プローブ感度スケール |
| | | |
| 基盤 E1(V) | -10 ～ +10 | 第 1 基盤電位 |
| 基盤 E2(V) | -10 ～ +10 | 第 2 基盤電位 |
| 感度 (A/V) | 1e-12 ～ 0.1 | 基盤感度スケール |
| E On | チェックまたは未チェック | 基盤電位の on/off コントロール |
| | | |
| X 距離 (um) | -50000 ～ +50000 | X 方向のプローブ移動距離 |
| Y 距離 (um) | -50000 ～ +50000 | Y 方向のプローブ移動距離 |
| 増加分距離 (um) | 0.001 ～ 100 | スキャン中のプローブ増加分距離 |
| | | |
| 新パターンの作成 | ボタン | 新パターン作成を行うためにクリック |
| 元に戻る | チェックまたは未チェック | 処理後、プローブは元の位置に戻る |
| モーター選択 | 選択 | 自動、ステッパー、ピエゾ |
| 長距離移動方向 | X または Y | 長距離移動方向を選択 |
| | | |
| モーター選択 | 選択 | 自動、ステッパー、ピエゾ |
| X/Y 軸長距離移動 | 選択 | 長距離移動方向を指定 |

注 :

1. このテクニックでは、新規パターンボタンは新規パターン作成により作成します。パターンサイズ、ピクセルサイズは X/Y 距離、プローブ移動セクションの増分距離により調べられます。新規パターン作成ボタンは現存するパターンを消去するのに使用されます。

2. 新規パターンが作成された場合。ダークピクセルです。ブライトピクセルパターンのトレースを作成する場合、マウスの左ボタンホクリック / ドラッグします。ブライトピクセルを取り消す場合、マウスの右ボタンホクリック / ドラッグします。表面処理のバットマップパターンを作成できます。

3. ダークピクセルは”0”を表します。保持時間 1 の第 1 電位のプローブと基盤になります。

4. ダークピクセルは”0”を表します。保持時間 2 の第 2 電位のプローブと基盤になります。

5. 感度を十分に高く選択しますと、は各ピクセルの電流が測定中正しく表示されます。感度が高すぎるとオーバーフローを起こします。オーバーフローは電位コントロールの精度に影響します。相対的に低い感度に設定するのが安全です。感度設定が低すぎますと、電流値は正確でなくなります。表面パターン処理結果に影響しません。

6. X､Y 距離が X､Y ピエゾ範囲内であれば自動モーター選択を自動にしますとピエゾボジショナーが選択されます。さもなければ、ステッパーモーターが使用されます。

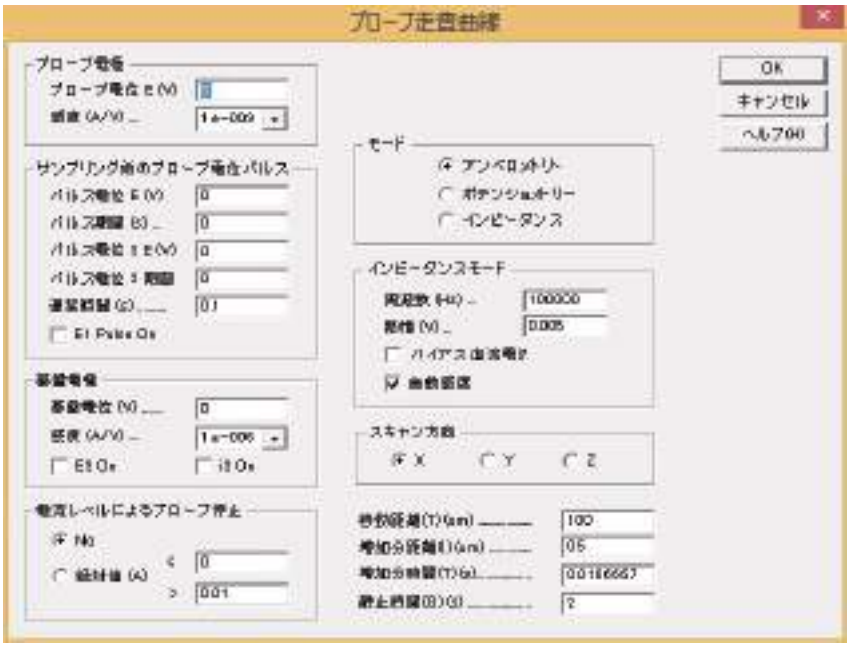
7. X または、Y 距離が X、Y ピエゾ範囲を超え、ピエゾボジショナーが選択され場合、ステッパーモーターが代わりに使用されます。

8. 最大 512 × 512 pixel/image が許可されます。一次元のデータポイント数が 512 を超える場合、増分距離は自動的に調整されます。

9. X/Y 移動はゼロにできません。少なくとも２点は各方向に必要です。

## 4.19　プローブスキャン曲線 パラメータ

表面パターン処理パラメータダイアログボックスを示します。




実験パラメータ、範囲、詳細は次の通り：

| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| プローブ電位 (V) | -10 ～ +10 | 第一電極電位 |
| 感度 (A/V) | 1 × 10-12 ～ 0.1 | プローブ感度スケール |
| バルス電位 (V) | -10 ～ +10 | プローブパルス電位 |
| パルス期間 (s) | 0 ～ 10 | パルス期間 |
| 遅延時間 (s) | 0.1 ～ 50 | サンプリング前のパルス後の遅延時間 |
| E1 パルス On | チェックまたは未チェック | プローブパルス電位 on/off |
| 基盤電位 (V) | -10 ～ +10 | 基盤電位 |
| 感度 (A/V) | 1 × 10-12 ～ 0.1 | 基盤感度スケール |
| E2 On | チェックまたは未チェック | 基盤電位 on/off |
| i2 On | チェックまたは未チェック | 基盤電流電位 on/offf |
| 電流レベルでプローブ停止 | | |
| No | 選択または未選択 | マニュアルでプローブ移動を停止 |
| 絶対電流 (A) | 0 ～ 0.01 | 特定の電流スレッシュホールドでプローブ停止 |
| モード | 選択 | アンペロメトリー、ポテンショメトリー、低電流またはインピーダンス |
| 周波数 (Hz) | 1 ～ 1000000 | 交流周波数 |
| 振幅 (V) | 1 × 10-5 ～ 0.7 | 交流振幅 |
| バイアス直流電流 | チェックまたは未チェック | 測定中バイアス直流電流有効 |
| 自動感度 | チェックまたは未チェック | 自動感度スケール有効 ( インピーダンスのみ ) |
| スキャン方向 | 選択 | X, Y, または Z 方向のスキャン |
| 低電流 (A) | 5 × 10-12 ～ 1e-8 | 定電流コントロール値 |
| 電流許容範囲 | 0.01% ～ 5% | 定電流コントロールの電流許容範囲 |
| 最大 Z 増加分 (um) | 0.0001 ～ 10 | Z 方向の最大増加分 |
| モーター選択 | 選択 | 自動、ステッパー、ピエゾ |

| | | |
|---|---|---|
| 移動距離 (um) | -50000 ～ +50000 | プローブ移動 |
| 増加分距離 (um) | 0.001 ～ 100 | スキャン中のプローブ増加分距離 |
| 増加分時間 (s) | 0.002 ～ 60 | 増加分またはサンプリング時間 |
| 静止時間 (s) | 0 ～ 100000 | プローブ接近前の静止時間 |

注 :

1. E2 On をチェックし、基盤電位もオンになりますが、電流は測定されません。i2 On をチェックし、基盤電位もオンになり、電流が測定されます。

2. フロープは電流レベルエリアでのプローブ停止、マニュアルまたは絶対電流レベルのどちらかの選択に依存します。.

3. 移動距離はゼロに設定できません。

4. サンプリングエリア前にプローブ E パルスのオプションは実験中電極のクリーニング目的に使用されます。E1 Pulse On が未チェックの場合、この特長は無効です。

5. X、Y 距離が X、Y ピエゾ範囲内であれば自動モーター選択を自動にしますとピエゾボジショナーが選択されます。さもなければ、ステッパーモーターが使用されます。

6. X または、Y 距離が X、Y ピエゾ範囲を超え、ピエゾボジショナーが選択され場合、ステッパーモーターが代わりに使用されます。

7. 電源から取りこまれるノイズを減少させます。例えば、ライン周波数が 60 Hz の場合、推薦できる増加分時間は 0.1667,0.3333, 0.05, 0.06667,08333, 0.1, となります。ライン周波数が 50 Hz の場合、推薦できる増加分時間は 0.02 となります。

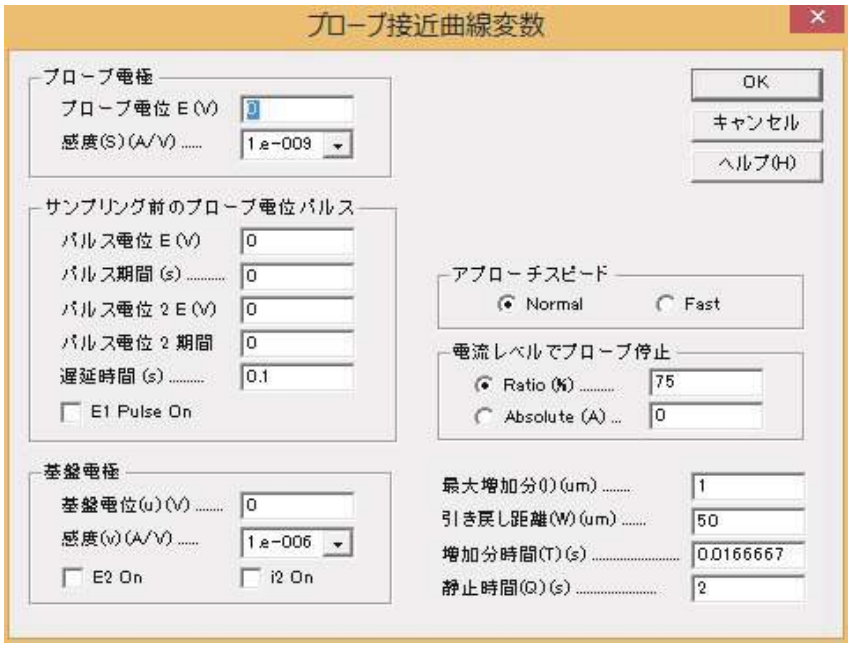
8. 定電流モードの場合、負 ( 正 ) 高さはチップが上方向 ( 下方向 ) に移動を示します。測定前、Z ピエゾは真中の位置にセットされ、ステッパーモーターとピエゾ動作の組み合わせにより、特定の定電流レベルになります。スキャンがスタートされると、Z ピエゾのみが約 80 $\mu$ m の最大範囲を有します。スタート位置は真中になり、最大調整範囲は ±40 $\mu$ m です。Z が ±40 $\mu$ m を越えて移動する場合、警告が表れ、スキャンは停止します。

9. 定電流モードにてスキャンの終わりで、Z ピエゾはゼロ位置に戻って設定されます。

10. 定電流モードは Z プローブスキャン曲線では利用できません。

## 4.20　プローブ接近曲線パラメータ

プローブ接近曲線パラメータダイアログボックスを示します。




実験パラメータ、範囲、詳細は次の通り：

| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| プローブ電位 (V) | -10 ～ +10 | 第一電極電位 |
| 感度 (A/V) | 1e-12 ～ 0.1 | プローブ感度スケール |
| | | |
| バルス電位 (V) | -10 ～ +10 | プローブパルス電位 |
| パルス期間 (s) | 0 ～ 10 | パルス期間 |
| 遅延時間 (s) | 0.1 ～ 50 | サンプリング前のパルス後の遅延時間 |
| E1 パルス On | チェックまたは未チェック | プローブパルス電位 on/off |
| | | |
| 基盤電位 (V) | -10 ～ +10 | 基盤電位 |
| 感度 (A/V) | 1e-12 ～ 0.1 | 基盤感度スケール |
| E2 On | チェックまたは未チェック | 基盤電位 on/off |
| i2 On | チェックまたは未チェック | 基盤電流測定 on/off |
| | | |
| モーターの選択 | 選択 | 自動、ステッパー、ピエゾ選択 |
| 接近速度 | 選択 | ノーマルまたは高速 |
| 比率 (%) | 1 ～ 1000 | 電流比スレッシュホールド |
| 絶対 (A) | 0 ～ 0.01 | 電流レベルスレッシュホールド |
| | | |
| 最大増加分距離 (um) | 0.0001 ～ 1 | 表面接近時、プローブの最大増加分 |
| 引戻し距離 (um) | 0 ～ 10000 | 表面接近前のプローブの引き戻し距離 |
| 増加分時間 (s) | 0.001 ～ 0.2 | 増加分またはサンプリング時間 |
| 静止時間 (s) | 0 ～ 100000 | プローブ接近前の静止時間 |

注 :

1. E2 On をチェックし、基盤電位もオンになりますが、電流は測定されません。i2 On をチェックし、基盤電位もオンになり、電流が測定されます。

2. フロープは電流レベルエリアでのプローブ停止、マニュアルまたは絶対電流レベルのどちらかの選択に依存します。

3. 電流比パラメータが 100% 以下、プローブが表面に接近するに従い電流が増加する場合、125% のテフォルト値が代わりに使用されます。電流比パラメータが 100% 以上、プローブが表面に接近するに従い電流が減少する場合、75% のテフォルト値が代わりに使用されます。

4. PID 制御 (Proportional-Integral-Derivative) はプローブ接近に使用されます。チップが高速に移動 ( 例えば、大きな増加分にて移動 ) チップが表面から遠く離れた時、低速になります ( 例えば、小さな増加分にて移動 ) チップが表面に近くになり、システムはチップの電流を感知します。PID 制御はチップのオーバーシュート ( サンプルの衝突 ) のリスクを減少させます。結果的にサンプル、チップの何れかが損傷します。プローブサイズに従って。最大増加分はセットされます。プローブ径が小さくなりますと、増加分も小さくなります。

5. プローブが表面方向に移動する前、引き戻し距離に後方移動します。

6. サンプリングエリア前にプローブ E パルスのオプションは実験中電極のクリーニング目的に使用されます。E1 Pulse On が未チェックの場合、この特長は無効です。

7. プローブ接近曲線がデータ解析目的用として記録される場合、プローブが既に表面近傍にある場合、ノーマル接近スピードが使用されます。プローブが表面に接触せずに、高速プローブ接近スピードは迅速なプローブ接近に使用されます。プローブが表面から離れている場合、有効な方法です。

8. 自動モーター選択が選択されている場合、増加分が 0.1 $\mu$ m 以上ですと、ステッパーモーターが使用されます。さもなければピエゾが使用されます。

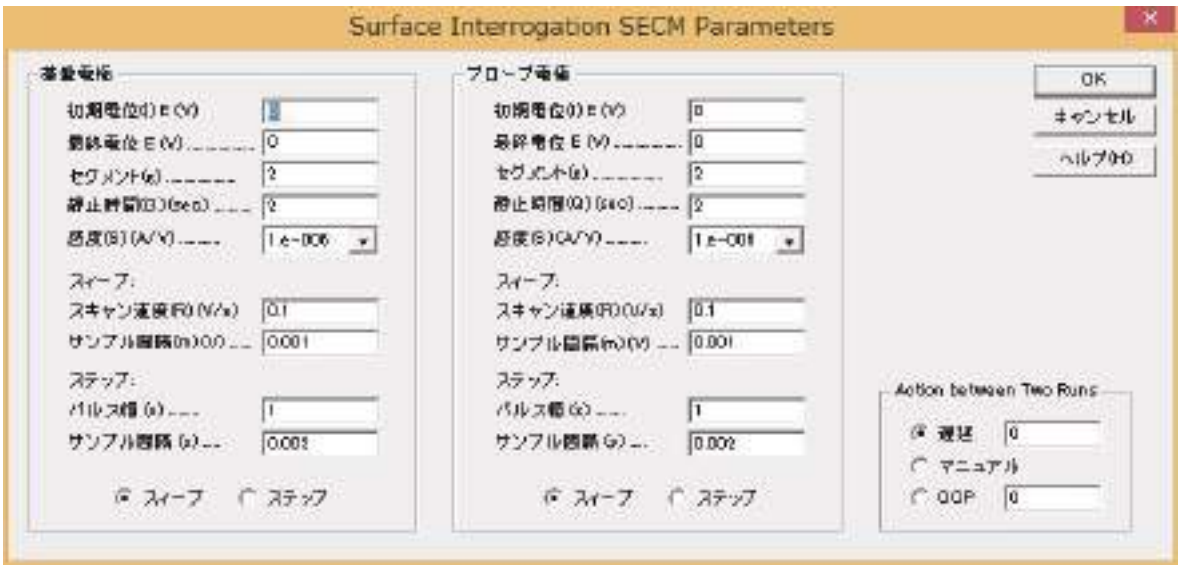
9. ピエゾボジショナーが選択されていますが、移動距離がピエゾ範囲を超えると、警告が表れ、接近は停止します。

10. 増加時間の間ライン周波数の倍数期間を使用することを薦めます。環境から取りこまれるノイズを減少させます。例えば、ライン周波数が 60 Hz の場合、推薦できる増加分時間は 0.1667,0.3333, 0.05, 0.06667, 0.08333, 0.1, となります。ライン周波数が 50 Hz の場合、推薦できる増加分時間は 0.02 となります。

## 4.21　Surface Interrogation SECM パラメータ

Surface Interrogation SECM パラメータダイアログボックスを示します。

この技術は、基板電極の電位は同一サイズ、プローブに近接して配置します。電位を掃引又はステップし、オープンサーキットポテンシャルに固定したプローブ電極で電気化学的に目的の種を生成又は吸着させます。次いで、基板電極は、（オープンサーキットで）切断され、プローブ電極電位を掃引又はステップし、電気化学的に 滴定剤から可逆的な酸化還元メディエーターを発生します。この滴定剤は最初のステップで吸着物が完全に消費されるまでの過渡期のフィードバックループで生じる種とその場で反応する電流応答が記録されます。




実験パラメータ、範囲、詳細は次の通り：

| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| 基盤電極 e: | | |
| 初期　E (V) | -10 - +10 | 初期基盤電極電位 |
| 最終 E (V) | -10 - +10 | 最終基盤電極電位 |
| セグメント | 1 - 320 | 半サイクル数 |
| 静止時間 (s) | 0 - 50000 | 測定前の静止時間 |
| 感度 (A/V) | 1e-12 - 0.1 | 基盤電極の測定感度 |
| スイープ / ステップ | 選択 | 電位制御 : リニアースィープまたはパルスステップ |
| スキャン速度 (V/s) | 1e-6 - 3 | 電位スキャン速度 (Sweep only) |
| サンプリング間隔 . (V) | 0.001 - 0.02 | データサンプリング間隔 (Sweep only) |
| パルス幅 (s) | 0.01 - 1000 | 電位ステップの期間 (Step only) |
| サンプリング間隔　(s) | 0.0005 - 10 | データサンプリング間隔 (Step only) |

| プローブ電極 : | | |
|---|---|---|
| 初期 E (V) | -10 - +10 | I 初期プローブ電極電位 |
| 最終 E (V) | -10 - +10 | 初期プローブ電極電位 |
| セグメント | 1 - 100 | 半サイクル数 |
| 静止時間 (s) | -10 - +10 | 測定前の静止時間 |
| 感度 (A/V) | 1e-12 - 0.1 | プローブの測定感度 |
| スイープ / ステップ | 選択 | 電位制御 : リニアースィープまたはパルスステップ |
| スキャン速度 (V/s) | 1e-6 - 3 | 電位スキャン速度 (Sweep only) |
| サンプリング間隔 . (V) | 0.001 - 0.02 | データサンプリング間隔 (Sweep only) |
| パルス幅 (s) | 0.01 - 1000 | 電位ステップの期間 (Step only) |
| サンプリング間隔 . (s) | 0.0005 - 10 | データサンプリング間隔 (Step only) |
| Action b/w Two Runs | 選択 | |
| 遅延 | 0 - 10000 | 遅延 (sec) |
| OCP | -10 - 10 | オープンサーキット電位での第二測定の開始 |

## 4.22　SECM パラメータ

SECM パラメータダイアログボックスを示します。

実験パラメータ、範囲、詳細は次の通り：

| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| プローブ電位 (V) | -10 ～ +10 | 第一弾極電位 |
| 静止時間 | 0 ～ 100,000 | データサンプリング前の静止時間 |
| 感度 (A/V) | 1 × 10-12 ～ 0.1 | プローブ感度スケール |
| 基盤電位 (V) | -10 ～ +10 | 基盤電位 |
| 感度 (A/V) | 1 × 10-12 ～ 0.1 | 基盤感度スケール |
| E2 On | チェックまたは未チェック | 基盤電位 on/off |
| i2 On | チェックまたは未チェック | 基盤電流測定 on/off |
| X 距離 (um) | -50000 ～ +50000 | X 方向のプローブ移動距離 |
| Y 距離 (um) | -50000 ～ +50000 | Y 方向のプローブ移動距離 |
| 増加分距離 (um) | 0.001 ～ 100 | スキャン中のプローブ増加分距離 |
| 増加分時間 (s) | 0.002 ～ 60 | 増加分またはサンプリング時間 |
| SECM モード | 選択 | アンペロメトリー、ポテンショメトリー、インピーダンス |
| 定電流 (A) | 5 × 10-12 ～ 1 × 10-8 | 定電流コントロール値 |
| 電流許容範囲 | 0.01% ～ 5% | 定電流コントロールの電流許容範囲 |
| 最大 Z 増加分 (um) | 0.0001 ～ 10 | Z 方向の最大増加分 |
| インピーダンスモード | | |
| 周波数 (Hz) | 1 ～ 1,000,000 | 交流周波数 |
| 振幅 (V) | 1 × 10-4 ～ 0.7 | 交流振幅 |
| バイアス直流電流 | チェックまたは未チェック | 測定中バイアス直流電流有効 |
| 自動感度 | チェックまたは未チェック | 自動感度スケール有効 ( インピーダンスのみ ) |
| モータ選択 | 選択 | Auto, stepper, or piezo |
| X/Y 軸長距離移動 | 選択 | 移動距離が長い方向を指定 |
| 元に戻る | チェックまたは未チェック | イメージングのちプローブは元の位置に戻る |

注 :

1. 最大 512 × 512 pixel/image が許可されます。一次元のデータポイント数が 512 を超える場合、増分距離は自動的に調整されます。

2. E2 On をチェックし、基盤電位もオンになりますが、電流は測定されません。i2 On をチェックし、基盤電位もオンになり、電流が測定されます。

3. 移動距離はゼロに設定できません。

4. サンプリングエリア前にプローブ E パルスのオプションは実験中電極のクリーニング目的に使用されます。E1 Pulse On が未チェックの場合、この特長は無効です。

5. X、Y 距離が X、Y ピエゾ範囲内であれば自動モーター選択を自動にしますとピエゾボジショナーが選択されます。さもなければ、ステッパーモーターが使用されます。

6. X または、Y 距離が X、Y ピエゾ範囲を超え、ピエゾボジショナーが選択され場合、ステッパーモーターが代わりに使用されます。

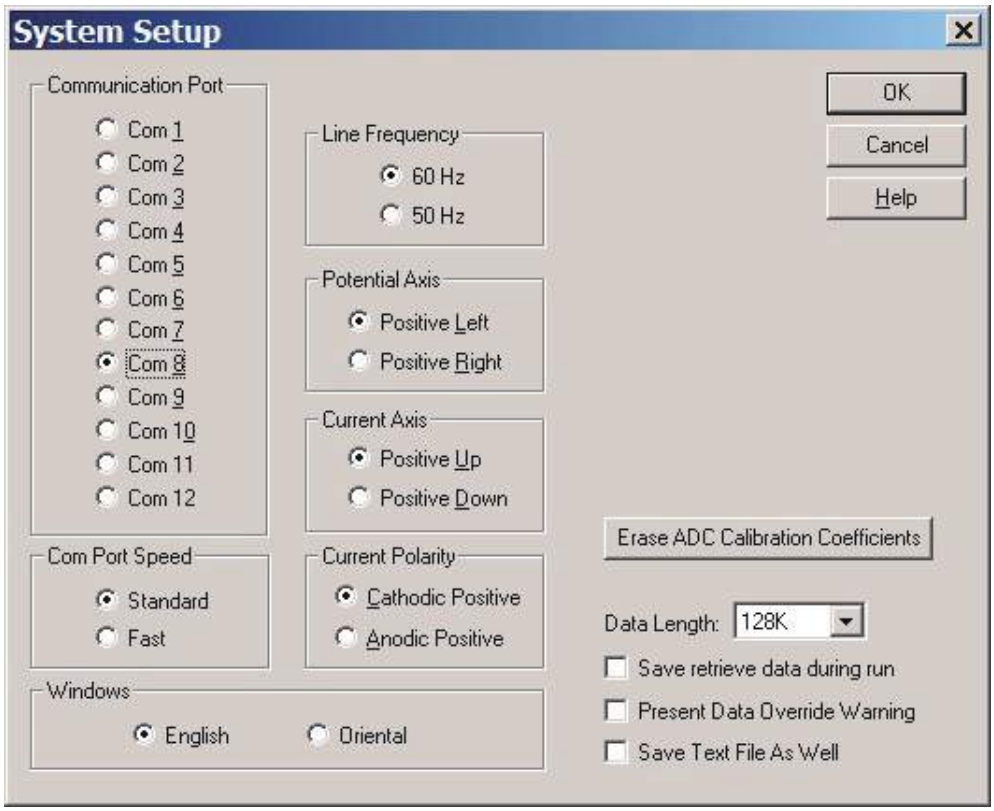
7. 電源周波数から取りこまれるノイズを減少させます。例えば、ライン周波数が 60 Hz の場合、推薦できる増加分時間は 0.1667,0.3333, 0.05, 0.06667,08333, 0.1, となります。ライン周波数が 50 Hz の場合、推薦できる増加分時間は 0.02 となります。

8. 定電流モードの場合、負 ( 正 ) 高さはチップが上方向 ( 下方向 ) に移動を示します。測定前、Z ピエゾは真中の位置にセットされ、ステッパーモーターとピエゾ動作の組み合わせにより、特定の定電流レベルになります。スキャンがスタートされると、Z ピエゾのみが約 80 $\mu$ m の最大範囲を有します。スタート位置は真中になり、最大調整範囲は ±40 $\mu$ m です。Z が ±40 $\mu$ m を越えて移動する場合、警告が表れ、スキャンは停止します。

9. 定電流モードでスキャン終了時、Z ピエゾはゼロ一に戻ります。

## 4.23 システムコマンド

このコマンドを使用しますと、通信ポート、電流極性、電位軸、電流軸を設定できます。システムセットアップダイアログボックスを示します。




次のオプションはシステムのセットアップを行います。

**通信ポート**

PC と機器を接続するための通信ポート選択を行います。COM 1 はマウスで使用されている場合、データリンクには COM 2 を接続して下さい。

**電流極性**

正電流としてカソード電流またはアノード電流を選択します。測定前にこれを設定しませんと、実験結果 ( ピーク、波形 ) は報告されません。

**ポテンシャル軸**

正のポテンシャル軸を左または右に選択できます。これはボルタンメトリーまたはポーラログラフィーモードでは意味があります。

**電流軸**

上下のどちらかを正の電流軸に設定できます。

**電源周波数**

電源周波数を設定します。電源周波数の影響を受ける測定法の場合、電源周波数からの干渉を少なくするために有効です。

**ウインドウズ**

英語のウインドウズを使用する場合、英語を選択して下さい。中国語、日本語、韓国語を使用する場合、オリエンタルをチェックして下さい。オリエンタルウインドウは英語版に比べて文字が大きくなります。英語ウインドウズを選択しますと、テクニック選択フィールドが切詰められる事があります。オリエンタルウインドウズは英語のシステムフォントをサポートしておりません。例えば英語の $\mu$ 表示は u として表示されます。

### データ長

デフォルトのデータ長は 128 K です。データ長を長くしますと、コンピューターのリソースか消費されます。必要ない場合、データ長は長くしないことをお勧めします。長いデータ長を使用しますと、1 GB 以上 の大きな RAM を必要とします。また、システムは遅くなり、測定中に他のプログラムが動作しなくなる恐れがあります。

システムセットアップコマンドでデータ長を変更した場合、プロクラムを終了し、プログラムを再スタートしてください。この操作を行いませんと、プログラムが壊れる恐れがあります。

長いデータ長でデータを取り込み、保存する場合、短いデータ長の設定で読込んだ場合、プログラムは壊れることがあります。一旦データ長の設定を行った場合、データ長の変更は行わないで下さい。データ長の変更を行う場合、熟慮の上変更して下さい。

### 測定中のデータ修復

このオプションをチェックしておきますと、測定中のハードディスクに保存してあるデータを元に戻します。実験が外部干渉または中断、通信エラーにより終了しない場合、部分的なデータは回復できます。これはスキャン速度が遅い実験の場合、有効です。何時間も掛かる測定データを修復できます。

このコマンドはデフォルトでは有効ではありません。遅いスキャン走査実験を行わない場合、または事故により実験が中断した場合、再度測定して下さい。

最後の測定データを修復したい場合、セットアップメニュー下のシステム コマンドの中の " 測定中のデータ修復保存 " オプションをチェックして下さい。

### 現在のデータ無視の警告

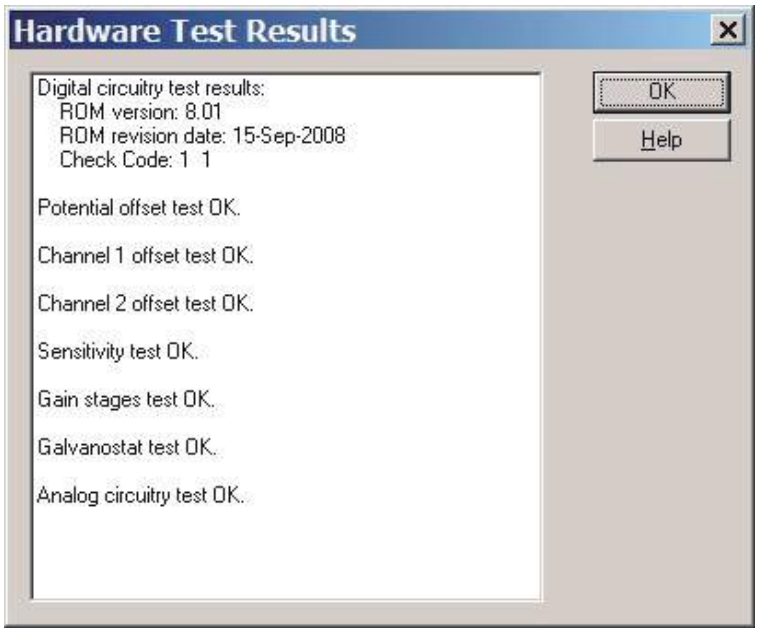
新たな測定を行うまたはディスクに存在するファイルを開く前、実験データが保存されていない場合、未保存のデータは無視されます。このオプションはデータが失われる前にシステムが警告を発します。

### テキストファイルで保存

通常バイナリーデータファイルで保存されます。バイナリファイルには多くの情報 ( 実験のコントロール情報 ) を含み､サイズも小さくなります。このオプションはバイナリーデータを保存する時、テキストファイルとして保存します。テキストファイルは他のスプレッドシート、データベース等の市販ソフトを用いて読むことができ有用です。

## 4.24 ハードウェアーテストコマンド

このコマンドを使用すると、システムハードウェアーをテストします。システムはROM、RAM、アナログ回路試験を行います。テスト後、システムはハードウェアーセルフテストダイアログボックスを表示します。




デジタル回路試験結果 :

装置のソフトウェアーバージョンを示します。

ROM テスト結果が示されます。

RAM テスト結果が示されます。

アナログ回路未キャリブレーション試験結果 :

オフセット未キャリブレーション結果が示されます。測定中これらの結果は補償されています。故に、ここに示されるオフセットは実験の測定エラーまたはコントロールに反映されません。

E オフセットはポテンシャルオフセットです。

レンジ # オフセットは特定の電流測定範囲オフセットです。

これらのオフセットが10 mV以上の場合、エラーメッセージ "Out of range" が表れます。測定中オフセットは補償されます。実際のデータに理由もなく大きなオフセットを使用しない限り、問題にはならないでしょう。

感度スケール

電流—電圧コンバータの感度スケールには 9 つの範囲があります。ダミーセル抵抗の固定値により、試験は非常に低く、高範囲で相対的に大きくなるようでしょう。レンジ 5、6 test の結果はエラーがあるレベルを超えた場合のみ報告されます。これは必ずしも実際の測定エラーに関係しません。この試験は主にアンプと感度スイッチングをチェックします。測定エラーに関係する場合、正確な抵抗でサイクリックボルタンメトリーを行いチェックしてください。

ゲイン

シグナルゲイン設定には 3 レンジあります。エラーが 1% を超えると、警告メッセージが表れます。

### ガルバノスタットテスト

ガルバノスタット / ポテンショスタットの切替えが試験されます。ガルバノスタットの電流制御もまた試験されます。何か問題が検出されますと、エラーメッセージが表れます。

### アナログ試験概要

アナログ回路の試験結果は要約されます。アナログ回路試験のメッセージが OK ならば、エラーは検出されません。さもなければ、エラーメッセージが表れます。アナログ / デジタルコンバーターによるエラーが表れる場合、その結果も報告されます。

アナログ試験エラーがあると、何回かテストを繰返し、エラー内容が同一であるかどうか確認して下さい。エラー内容を記録し、販売代理店にご連絡下さい。

## 5.1 測定コマンド

このコマンドにより計測を行います

このコマンドは静止時間、析出時間、前処理を省略する場合も使用されます。このコマンドを使用し、静止時間、析出時間、前処理時間中に次のステップに行くことが出来ます。

測定前、システムはデータリンクをチェックします。リンクに失敗すとコマンドは終了し、エラーメッセージが表れます。

ソフトは実験パラメータの組み合せをチェックします。組み合せが適切でない場合、コマンドは終了し、エラーメッセージが表れます。

ほとんどの場合、リアルタイム表示が可能です。しかし、データ取込み速度がデータ転送速度より早い場合、データは計測後、直に表示されます。測定停止コマンドを押して測定を中止できます。測定中のグラフィックをクリップボードにコピーできます。

このコマンドはツールバーボタンがあります :

## 5.2 待機 / 再開コマンド

測定の一時中止、再開を行うためのコマンドです。

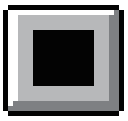
このコマンドはタイムベースの計測、例えば CA, CC, BE, i-t, DPA, DDPA, TPA, IMP, IMP-t, CP, PSA 等には使用できません。

このコマンドはツールバーボタンがあります :

## 5.3 測定停止コマンド

測定を停止するために使用するコマンドです。
測定中、繰返し測定、マクロコマンドを停止するために使用できます。

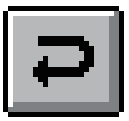
このコマンドはツールバーボタンがあります :



## 5.4 スキャン反転コマンド

サイクリックボルタンメトリー実験中にポテンシャルのスキャンを反転するためのコマンドです。
このコマンドを押しますと、毎回スィープセグメントは反転します。
このコマンドを測定中に使用しますと、データ解析の幾つか、例えばピーク検索等は働きません。
このコマンドは他のテクニックでは機能しません。

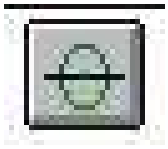
このコマンドはツールバーボタンがあります :



## 5.5 ゼロ電流コマンド

アンペロメトリック i-t 測定中、ゼロ電流コマンドは、ベースラインが安定した後、電流値を利用するために電流をゼロにします。これは電気化学的検出のために特に有用です。
アンペロメトリック i-t 測定実験が進行している間、このコマンドを使用することができ、このコマンドは他のテクニックでは機能しません。

このコマンドはツールバーボタンがあります :



## 5.6 ゼロタイムコマンド

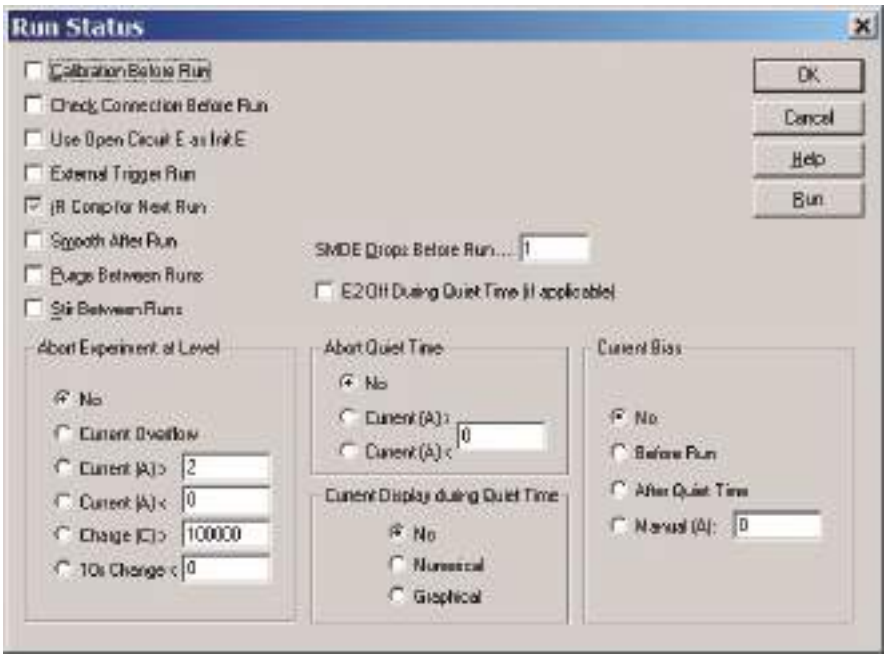
アンペロメトリック i-t 測定中、ゼロタイムコマンドは、今までのすべてのデータポイントを破棄し、ゼロに時刻を設定します。このコマンドは、時刻の読み取りを容易にし、使用不能データポイントの数を減らし、電気化学的検出に特に有用です。

アンペロメトリック i-t 測定実験が進行している間、このコマンドを使用することができ、このコマンドは他のテクニックでは機能しません。

## 5.7 測定状況コマンド

このコマンドは計測に関連する設定、例えば iR 補償、スムージング、パージ、攪拌、水銀の前滴下、各計測後自動スムージングを有効、無効を変更、をチェックするために使用します。

下記図は測定状況コマンドのダイアログボックスです :




このオプションは計測に関連する状況を変更するオプションです。:

### 測定前のキャリブレーション

このボックスをチェックしますと、ポテンシャル電流オフセットは測定、補償されます。このオプションを使用不可にしますと、各測定前の時間遅延が減少します。

### 測定前の接続チェック

このボックスをチェックしますと、カウンター、参照電極の接続がチェックされます。電極の一つが接続されていないと、警告メッセージが表れます。このことはポテンショスタットのオープンループによる作用電極の損傷を防ぎます。警告が表れたら、接続のチェックを行って下さい。このオプションを使用不可にしますと、実際の計測前の時間遅延が減少します。

### オープンサーキットに初期電位を使用

このボックスをチェックしますと、システムは測定前にオープンサーキットポテンシャルをテストし、オープンサーキットポテンシャルを初期電位として使用します。

### 外部トリガー測定

このボックスがチェックされますと、機器の背面パネルのセルコントロールポートの外部トリガー信号によりスタートします。ピン配列については付録を参照して下さい。

### 次の測定のための iR 補償

このボックスをチェックしますと、次の測定の iR 補償が使用可になります。自動補償が設定され、iR 補償試験が行われない、または感度スケールが変更された場合、iR 補償は使用できません。 TAFEL, BE, IMP, CP, PSA のようなテクニックでは iR 補償はできません。コントロールメニューの iR 補償から ON、OFF します。

### 測定後のスムージング

このボックスをチェックしますと、測定後自動スムージングが使用可能です。TAFEL, BE, IMP のようなテクニックはスムージングができません。このオプションはデータ処理メニューのスムージングコマンドから ON、OFF できます。

2 種類のデジタルスムージングが利用できます。: 最小二乗方、フーリェ変換スムージングです。スムージングのモードを設定する場合、データ処理メニューのスムージングコマンドを使用します。

### 測定の間のパージ

この項目をチェックしますと測定の間のパージが行えます。この項目はコントロールメニューのパージコマンドから ON、OFF できます。

### 測定の間の攪拌

この項目をチェックしますと､測定の間の攪拌が行えます。この項目はコントロールメニューの攪拌コマンドから ON、OFF できます。

### 析出中の回転

この項目をチェックすると、ストリッピング分析での析出中回転します。この項目はコントロールメニューの回転ディスク電極コマンドから ON、OFF できます。

### 静止時間中の回転

この項目をチェックしますと、静止時間中回転します。この項目はコントロールメニューの回転ディスク電極コマンドから ON、OFF できます。

### 測定中の回転

この項目をチェックしますと、測定中回転します。この項目はコントロールメニューの回転ディスク電極コマンドから ON、OFF できます。

### 測定の間の回転

この項目をチェックしますと、測定の間に回転します。この項目はコントロールメニューの回転ディスク電極コマンドから ON、OFF できます。

### 回転速度 (rpm)

このパラメータは回転ディスク電極の速度を設定します。パラメータ範囲は 0 ～ 10,000 です。

### 測定前の SMDE 滴下

パラメータのデフォルト値は 1 です。通常システムは静止水銀滴下電極 (SMDE) が使用される時、測定前に新しい滴を形成するために滴下 / ノックを組み合せます。このデフォルト条件を変更できます。パラメータ範囲は 0 ～ 20 です。前滴下は 0 に設定されている場合 、次の測定には前の測定に使用された滴下条件が使用されます。SMDE の場合、キャピラリーに気泡が付着し、接触不良が起ることがあるで、前滴下は 1 滴以上が有効です。

このオプションはコントロールメニューのセルコマンドで変更できます。

### レベルでの測定中断

電流または電荷が特定の値に達しますと、実験は自動的に停止します。電極は過電流から保護されます。これを選択しないと、測定は最後まで行われます。

### 静止時間中の電流表示

静止時間中の電流を数値またはグラフにて表示します。感度スケールは電流を読込むために自動的に切替わります。これを選択していませんと、電流は表示されず、感度は実験に使用した値と同じになります。

### 静止時間中断

電流または電荷が特定の値に達しますと、データサンプリングが自動的に停止する前に静止時間を中断します。これを選択しませんと、測定は最後まで行われます。

## 5.8 静止時間 - 電流値制御機能の操作

### 静止時間中の電流表示

数値またはグラフ表示にて静止時間の間の電流を表示します。感度スケールは電流を最適に読込むために自動的に切替られます。NO を選択しますと、電流は表示されず、感度は測定中同じです。

この機能は静止時間中に任意の電流値に達した時に測定が開始される機能です。

### 操作手順

コントロールメニューの測定状況を開きます。

画面中央下の「静止時間中の電流表示」を「グラフ」にします。

画面右下「静止時間中止」の設定

「No」: 変数設定のところで指定した静止時間が終了すると測定が開始されます。

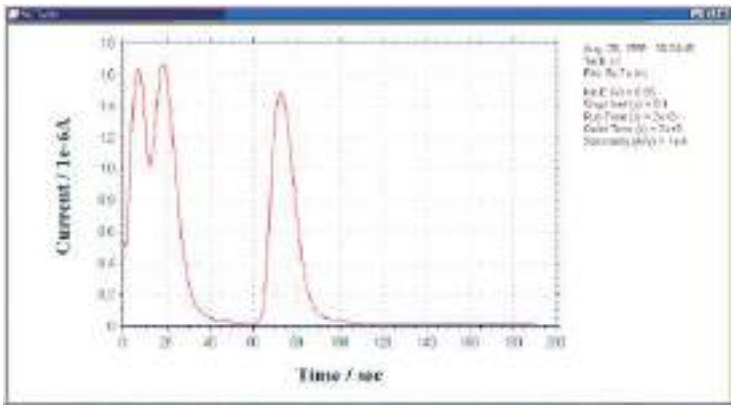
「電流＞」: 入力 Box で指定した電流値を超えると測定が開始されます。

「電流＜」: 入力 Box で指定した電流値以下になると測定が開始されます。

ＯＫをクリックします。この機能に関します設定は以上です。

### 測定変数での静止時間との優先順位について

測定変数で決定される静止時間と本機能によって制限される時間とではより短い方が優先されます。本機能を使用する場合は測定変数での静止時間を長めに入力するようにしてください。



## 5.9 繰返し測定コマンド

一連の計測を行うためのコマンドです。

繰返し測定の間、システムはデータリンクをチェックします。リンクが失敗すると、コマンドは終了し、エラーメッセージが表れます。

ソフトは実験パラメータの組み合せをチェックします。組み合せが適切でない場合、コマンドは終了し、エラーメッセージが表れます。

下記図は繰り返し測定コマンドのダイアログボックスです :

次のオプションは繰返し測定のパラメータを定義します。:

### 測定数

測定数を入力する。パラメータ範囲 : 1 〜 999.

### ベースファイル名

ベースファイル名を入力します。最大 5 文字まで入力できます。測定後、データは保存されます。測定数はベースファイル名に添付されます。例えば、ファイル名 N、N は 1 〜 999 測定数です。ベースファイル名が指定されていない場合、警告が表れます。システムはデータを保存せずに測定します。

### 測定間隔

このパラメータは連続した測定間の遅延時間です。パラメータ範囲は 0 〜 32,767 です。各測定が利用できる前にプロンプトする場合、このパラメータは有効ではありません。

### 各測定前のプロンプト

マニュアルがチェックされると、プロンプトは各測定 ( 一回目の測定を除く ) 前に表れます。システムは応答するまで待機します。

外部トリガーが選択されますと、機器は外部信号の待機状態になります。外部トリガーが active low で、機器の背面パネルのピン 13 に接続します。

マニュアルまたは外部トリガーが選択されますと、測定間の時間間隔には効果がありません。.

### 実行時のデータ平均

この項目がチェックされますと、繰返し測定のデータは平均化され、ファイル名 0 として保存されます。

## 5.10 繰返し測定の機能

繰返し測定を行う場合のデータを一連のテキストデータとして表示して欲しいとの要望により、ソフトウェアーの変更を行ないました

ソフトウェアーを立ち上げコントロールファイルをマウスでクリックしますと、下記のメニューが表示されます。

この時、繰返し測定を選択しますと、下記のダイアログが開きます。

測定数、測定の時間間隔、外部トリガー、マニュアルにて測定を行うかを選択します。結果レポートファイルとしてピーク波形、データ形式を選択します。そして、データの保存場所を設定します。

結果レポートファイルを作成する場合、有効をマウスでクリックして下さい。

ピーク波形の選択としては、デフォルト、ガウス波形、拡散波形、シグモイド波形の選択が行なえます。CV, LSV の場合 Diffuse, または DPV,SWV, ACV, LSSV の場合、ガウス波形、微小電極を用いた CV, NPV の場合等はシグモイド波形を選択します。

データ形式の選択にはオリジナルデータ、半微分、微分データの選択が行なえます。通常オリジナルを選択して下さい。定量性を向上させるためには微分、半微分処理を行ないますと正確なピーク電位が検索できます。

データの保存場所を設定するために、ブラウズボタンをクリックし、データを保存するディレトリーを指定します。

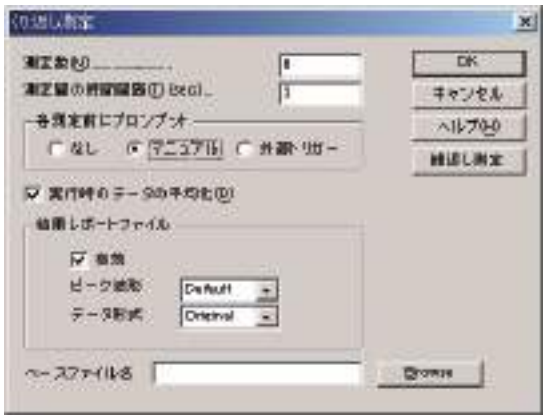
下記のようなデータが得られます。

| ディレクトリー | 日付 | 時刻 | 電位 | 電流 | 面積 | 電位 | 電流 | 面積 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| C:\My Documents\wu\wc0.bin | June 12, 2002 | 11:24:00 | Ep = 0.284V | ip = -5.684e-007A | Ah = -4.938e-007C | Ep = 0.137V | ip = 1.009e-006A | Ah = 9.807e-007C |
| C:\My Documents\wu\wc1.bin | June 12, 2002 | 11:24:24 | Ep = 0.284V | ip = -6.233e-007A | Ah = -5.158e-007C | Ep = 0.135V | ip = 9.909e-007A | Ah = 9.919e-007C |
| C:\My Documents\wu\wc2.bin | June 12, 2002 | 11:24:48 | Ep = 0.290V | ip = -6.153e-007A | Ah = -5.615e-007C | Ep = 0.129V | ip = 9.823e-007A | Ah = 1.051e-006C |
| C:\My Documents\wu\wc3.bin | June 12, 2002 | 11:25:11 | Ep = 0.290V | ip = -6.185e-007A | Ah = -5.633e-007C | Ep = 0.132V | ip = 9.986e-007A | Ah = 1.040e-006C |
| C:\My Documents\wu\wc4.bin | June 12, 2002 | 11:25:35 | Ep = 0.287V | ip = -6.399e-007A | Ah = -5.587e-007C | Ep = 0.129V | ip = 9.810e-007A | Ah = 1.048e-006C |
| C:\My Documents\wu\wc5.bin | June 12, 2002 | 11:25:59 | Ep = 0.292V | ip = -6.119e-007A | Ah = -5.677e-007C | Ep = 0.129V | ip = 9.822e-007A | Ah = 1.055e-006C |

## 注意点

マニュアルを選択し、ブラウズにて保存するディレクトリーを指定します。そして、６回の測定を行なうようスタートしますと、繰返し測定は１回のみ行ないます。

マニュアルを選択し、ブラウズにて保存するディレクトリーを指定しない場合、６回の測定を行なうようスタートします。繰返し測定は６回測定を行いますが、最後のデータのみ保存します。




外部トリガーを選択し、ブラウズにて保存するディレクトリーを指定します。そして、６回の測定を行なうようスタートしますと、繰返し測定は１回のみ行ないます。

外部トリガーを選択し、ブラウズにて保存するディレクトリーを指定しない場合、６回の測定を行なうようスタートします。繰返し測定は６回測定を行いますが、最後のデータのみ保存します。

## 5.11 マルチプレクサーコマンド

マルチプレクサーを用いて一連の計測を行うためのコマンドです。必要なハードウェアーはモデル 684 マルチプレクサーです。モデル 684 の最低チャンネルは 8 です。チャンネル数は 8 の倍数、x16, 24,　x32・・・となり、最大 64 チャンネルまで用意しています。

マルチプレクサーの 1 電極当たりのケーブルは 4 本 ( 作用、センス、参照、カウンター電極 ) から構成されています。最大 64 セルまで接続でき、自動計測が行えます。

下記図は繰り返し測定コマンドのダイアログボックスです :

次のオプションは繰返し測定のパラメータを定義します。:

### チャンネルの選択

必要なチャンネルをクリックします。クリックされていないチャンネルは働きません。モデル 684 のチャンネル数を超える場合、入力パラメータは無視されます。

### 各測定前にプロンプット

マニュアルがチェックされると、プロンプットは各測定 ( 一回目の測定を除く ) 前に表れます。システムは応答するまで待機します。

外部トリガーが選択されますと、機器は外部信号の待機状態になります。外部トリガーが active low で、機器の背面パネルのピン 13 に接続します。

### ベースファイル名

ベースファイル名を入力します。最大 5 文字まで入力できます。測定後、データは保存されます。測定数はベースファイル名に添付されます。例えば、ファイル名 N、N は 1 ～ 99999 測定数です。ベースファイル名が指定されていない場合、警告が表れます。システムはデータを保存せずに測定します。

### チャンネル設定

任意のチャンネルを設定できます。ダイアログボックスを終了し、特定のチャンネルの測定を実行して下さい。

### 実行

このボタンを押しますと、選択したチャンネルの測定を開始します。ベースファイル名を決めておけば、ファイルは自動的にベースファイル名 + チャンネル .bin として保存されます。例えば、ベースファイル名を TEST とし、モデル 684 のチャンネルを 3、8、23、58 を選択し、測定を行います。保存ファイルは TEST3,bin, TEST8.bin, TEST23.bin, TEST58.bin として保存されいます。ベースファイル名と同じ名前が存在する場合、書込み禁止が表示されます。測定し条件はコマンド実行前に設定して下さい。

マルチプレクサー関連マクロコマンド

マルチプレクサーには 2 つのマクロコマンドがあります。

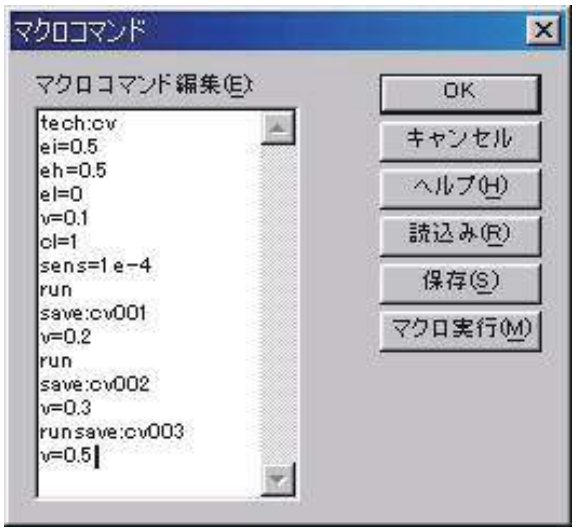
1 つは ”mch:##”各チャンネルを設定できます。

他のマクロコマンドは“mchn”は For.....Next loop で使用されます。For.....Next loop を使用することにより、”mchn”で特定のチャンネルをスキップして測定します。

モデル 684 を用いた測定

## 5.12 マクロコマンド

指定した順序で一連のコマンドを実行するコマンドです。測定を自動的に行う場合、大変有効です。
下記図はマクロコマンドのダイアログボックスです:




次のオプションはマクロコマンドを編集、読込み、保存、実行できます:

### 読込み

以前マクロコマンドでディスクに保存したファイルを読み込むことができます。
システムで開くダイアログボックスを表示し、ファイルを選択します。

### 保存

マクロコマンドで編集したディスクファイルを読み込むことができます。後で元に戻せます。

システムは名前を付けて保存ダイアログボックスを表示し、ファイルに名前を付けることができます。

### マクロ実行

このボタンを押すと、マクロコマンドを実行します。実行する前に、システムはコマンドとパラメータの有効性をチェックします。エラーが検出された場合、システムはマクロコマンドを終了し、警告メッセージが発せられます。

### マクロコマンド編集

編集ボックスのコマンドを入力します。各コマンドは1行とします。このコマンドが有効でない場合、スペースは無視されます。コマンドの次にパラメータが必要とする場合、コマンドとパラメータを分離するためにコロン ":" または等号 "=" はコンマとパラメータを分けるために使用されます。

コマンド機能の説明:

| コマンド | パラメータ | 説明 |
|---|---|---|
| tech | string | 電気化学テクニックの選択 |
| folder | string | ファイルを保存する場所　c:\chi\test |
| save | string | データをディスクファイルに保存; Next.....loop の場合、ファイル名は５文字の入力のみとなります。ループ番号 (1-999) がファイル名に付加されます。 |

| | | |
|---|---|---|
| tsave | string | テキスト形式でデータをセーブする |
| fileoverride | | 通常、新規作成するファイル名が既存のファイル名と同じ場合、メッセージボックスが現れてマクロの開始が出来なくなるが、このコマンドを save コマンドの前に入れると同一ファイル名のファイルがファイルが上書きされる |
| macrotest | | マクロの内容を実行せずチェックのみ行う。 |
| end | | マクロの最後。　以降の行にコマンドが入力されていても実行されない |
| beep | | 使用している PC からビープ音を発する |
| for | 1 - 999 | for.....next ループの始点 （ループを重層させることはできない） |
| next | | for.....next ループの終点 |
| delay | 1 - 32000 | 各コマンド間に遅延時間を設定するときに使用する |
| purge | 1 - 32000 | 指定した期間分だけ、外部装置でパージを行う |
| stir | 1 - 32000 | 指定した期間分だけ、外部装置で攪拌する |
| trigon | | run コマンドの前に入力すると、マクロ開始後にトリガー信号の待機状態に入る |
| trigoff | | trigon コマンドが取り消される |
| trigmode | 0 または　1 | 静止時間前後のトリガーの選択 （0 = 静止時間の前にトリガー待機状態、1 = 静止時間の後にトリガー待機状態 |
| knockon | | ドロップノッカー設定を有効にする 測定開始前に外部装置にトリガーパルスを送るときにも使用する |
| knockoff | | ドロップノッカー設定を無効にする |
| qcmon | | QCM モードを有効にする |
| qcmoff | | QCM モードを無効にする |
| auxon | | 外部入力信号を記録するチャンネルを有効にする |
| auxoff | | 外部入力信号を記録するチャンネルを無効にする |
| cellon | | 次の測定が開始されるまで測定終了時の電位印加の状態を保つ |
| celloff | | 測定の合間に電位印加を行わない |
| rdeon | | （rpm コマンドなどで指定した回転数で）回転電極装置（RRDE-3A）を回転させる |
| rdeoff | | 回転電極装置（RRDE-3A）の回転を停止する |
| rdedepositionon | | ストリッピング法で使用する場合、析出期間中に回転電極装置を回転させる |
| rdedepositionoff | | ストリッピング法で使用する場合、析出期間中の回転電極装置の回転を停止する |
| rdequieton | | 静止時間中に回転電極装置を回転させる |
| rdequietoff | | 静止時間中の回転電極装置の回転を停止する |
| rderunon | | 測定中に回転電極装置を回転させる |
| rderunoff | | 測定中に回転電極装置を停止させる |
| rdebetweenrunon | | 測定間に回転電極装置を回転させる |
| rdebetweenrunoff | | 測定間に回転電極装置を停止させる |
| rpm | 0 - 10,000 | 回転速度 (rpm) を指定する |
| rpmincr | 0 - 1,000 | 回転速度 (rpm) の増分を指定する for.....next ループの中に組み込んで使用する |
| rpmsqrt | 0 - 100 | 回転速度 (rpm) の平方根を指定する　例　rpmsqrt:20 のとき 400rpm で回転 |
| rpmsqrtincr | 0 - 10 | 回転速度 (rpm) の平方根の増分を指定する　for.....next ループの中に組み込んで使用する |
| aflt | | 自動フィルター設定 （全てのフィルターの設定が "automatic" になる） |
| flt1 | 0 - 8 | ポテンシャルフィルターの設定 : 0=Automatic, 1=none, 2=150KHz, 3=15KHz, 4=1500Hz, 5=150Hz, 6=15Hz, 7=1.5Hz, 8=0.15Hz |
| flt2 | 0 - 8 | I/E 変換フィルターの設定 : 0=Automatic, 1=none, 2=32KHz, 3=3200Hz, 4=320Hz, 5=32Hz, 6=3.2Hz, 7=0.32Hz, 8=0.032Hz |
| flt3 | 0 - 8 | シグナルフィルターの設定 : 0=Automatic, 1=none, 2=150KHz, 3=15KHz, 4=1500Hz, 5=150Hz, 6=15Hz, 7=1.5Hz, 8=0.15Hz |

| | | |
|---|---|---|
| flt3 | 0 - 8 | シグナルフィルターの設定 : 0=Automatic, 1=none, 2=150KHz, 3=15KHz, 4=1500Hz, 5=150Hz, 6=15Hz, 7=1.5Hz, 8=0.15Hz |
| flt4 | 0 - 8 | 第２チャンネル用 I/E 変換フィルターの設定 : 0=Automatic, 1=none, 2=32KHz, 3=3200Hz, 4=320Hz, 5=32Hz, 6=3.2Hz, 7=0.32Hz, 8=0.032Hz |
| flt5 | 0 - 8 | 第２チャンネル用シグナルフィルターの設定 : 0=Automatic, 1=none, 2=150KHz, 3=15KHz, 4=1500Hz, 5=150Hz, 6=15Hz, 7=1.5Hz, 8=0.15Hz |
| mch | 1 - 64 | for.....next ループを使用した場合のマルチプレクサーのチャンネルの選択 |
| mchn | | マルチプレクサーのチャンネルの選択 |
| ei | -10 - +10 | 初期電位の設定 |
| eh | -10 - +10 | CV, CA, CP の高電位リミットの設定 |
| el | -10 - +10 | CV, CA, CP の低電位リミットの設定 |
| ef | -10 - +10 | スィープテクニックと PSA の最終電位の設定 |
| eio | | オープンサーキットポテンシャルを初期電位として使用する　初期電位が入力されると、このコマンドは無効になる |
| eho | | オープンサーキットポテンシャルを高電位として使用する　高電位リミットが入力されると、このコマンドは無効になる |
| elo | | オープンサーキットポテンシャルを低電位として使用する　低電位リミットが入力されると、このコマンドは無効になる |
| efo | | オープンサーキットポテンシャルを最終電位として使用する　最終電位リミットが入力されると、このコマンドは無効になる |
| eioei | -10 - +10 | オープンサーキットポテンシャルを基準に指定量の電位を印加したものを初期電位として使用する　初期電位が入力されると、このコマンドは無効になる |
| eioef | -10 - +10 | オープンサーキットポテンシャルを基準に指定量の電位を印加したものを最終電位として使用する　初期電位が入力されると、このコマンドは無効になる |
| eiocenter | | オープンサーキットポテンシャルが設定した高電位 - 低電位の電位範囲の中心になるように設定する |
| eiincr | -1 - +1 | for...next ループ中の初期電位の増分　ループ終了後はゼロにリセットする必要がある |
| efincr | -1 - +1 | for...next ループ中の最終電位の増分　ループ終了後はゼロにリセットする必要がある |
| ehincr | -1 - +1 | for...next ループ中の高電位の増分　ループ終了後はゼロにリセットする必要がある |
| elincr | -1 - +1 | for...next ループ中の低電位の増分　ループ終了後はゼロにリセットする必要がある |
| fullcycleon | | CV フルサイクル（スキャンサイクル終了）を有効にする |
| fullcycleoff | | CV フルサイクル（スキャンサイクル終了）を無効にする |
| efon | | 最終電位を有効にする |
| efoff | | 最終電位を無効にする |
| sens | 1e-12 - .1 | 感度の設定 |
| sens2 | 1e-12 - .1 | 第 2 チャンネルの感度 （第 2 チャンネルを使用する場合） |
| autosens | | 自動感度 （CV,LSV など掃引速度が <=0.01 Ｖ /s の場合のみ使用可 ) |
| qt | 0 - 100,000 | 測定開始前の静止時間 |
| ht | 0 - 100,000 | TAFEL の最終電位保持時間 |
| smodeon | | ストリッピングモードを有効にする |
| smodeoff | | ストリッピングモードを無効にする |
| depeon | | ストリッピングモードでの析出電位を有効にする |
| depeoff | | ストリッピングモードでの析出電位を無効にする |
| depe | -10 - +10 | 析出電位の設定 |
| dept | 1 - 100,000 | 析出時間の設定 |
| quieteon | | ストリッピングモード中の静止電位を有効にする |

| | | |
|---|---|---|
| quieteoff | | ストリッピングモード中の静止電位を無効にする |
| quiete | -10 - +10 | ストリッピングモード中の静止電位の設定 |
| pcon | | 第 1 チャンネルの前処理を有効にする |
| pcoff | | 第 1 チャンネルの前処理を無効にする |
| pcon2 | | 第 2 チャンネルの前処理を有効にする |
| pcoff2 | | 第 2 チャンネルの前処理を無効にする |
| initeon | | 測定後初期電位に戻る |
| initeoff | | 測定後最終電位を保つ |
| pce1 | -10 - +10 | 前処理の第一ステージの電位の設定 |
| pce2 | -10 - +10 | 前処理の第二ステージの電位の設定 |
| pce3 | -10 - +10 | 前処理の第三ステージの電位の設定 |
| pct1 | 0 - 6,400 | 前処理の第一ステージの時間の設定 |
| pct2 | 0 - 6,400 | 前処理の第二ステージの時間の設定 |
| pct3 | 0 - 6,400 | 前処理の第三ステージの時間の設定 |
| noabort | | 測定中止のコマンドを解除する |
| abortov | | 電流がオーバーフローすると測定を中止する |
| abortigt | 0 - 2 | 電流が指定した値を上回ると測定を中止する |
| abortilt | 0 - 2 | 電流が指定した値を下回ると測定を中止する |
| abortq | 0 - 100,000 | 電荷量が指定した値を上回ると測定を中止する |
| abort10s | 0 - 1 | 10 秒間のシグナル変化量が指定した値（0 ～ 100%）を下回る場合、測定を中止する |
| abortchgt | 1 - 3,600 | abort10s コマンドを指定した後、10 秒から任意の期間に時間間隔を変更する際に使用する |
| bce1a | -10 - +10 | ベースライン補正 : ベースラインフィッティング＆減算の第 1 ピークの "from" 電位の設定 |
| bce1b | -10 - +10 | ベースライン補正 : ベースラインフィッティング＆減算の第 1 ピークの "to" 電位の設定 |
| bce2a | -10 - +10 | ベースライン補正 : ベースラインフィッティング＆減算の第 2 ピークの "from" 電位の設定 |
| bce2b | -10 - +10 | ベースライン補正 : ベースラインフィッティング＆減算の第 2 ピークの "to" 電位の設定 |
| bce3a | -10 - +10 | ベースライン補正 : ベースラインフィッティング＆減算の第 3 ピークの "from" 電位の設定 |
| bce3b | -10 - +10 | ベースライン補正 : ベースラインフィッティング＆減算の第 3 ピークの "to" 電位の設定 |
| bce4a | -10 - +10 | ベースライン補正 : ベースラインフィッティング＆減算の第 4 ピークの "from" 電位の設定 |
| bce4b | -10 - +10 | ベースライン補正 : ベースラインフィッティング＆減算の第 4 ピークの "to" 電位の設定 |
| bce5a | -10 - +10 | ベースライン補正 : ベースラインフィッティング＆減算の第 5 ピークの "from" 電位の設定 |
| bce5b | -10 - +10 | ベースライン補正 : ベースラインフィッティング＆減算の第 5 ピークの "to" 電位の設定 |
| bcorder | 1 - 19 | ベースラインフィッティング次数 |
| bcalgor | 0 - 1 | ベースラインアルゴリズム : 0= 直交系多項式（直交最小二乗法）, 1= 最小二乗法 |
| note | string | 注釈欄に文字を記入する |
| header | string | ヘッダ欄に文字を記入する |
| forcequit | yesiamsure | プログラム終了 |

## バイポテンショスタット用コマンド

| コマンド | パラメータ | 説明 |
|---|---|---|
| e2on | | 第2チャンネルを有効にする　e2コマンドで印加電位を設定する |
| e2off | | 第2チャンネルを無効にする |
| i2on | | 第2チャンネルを有効にして、作用電極として電流を記録する　e2コマンドで印加電位を設定する |
| i2off | | 第2チャンネルを無効にして、作用電極として電流を記録しない |
| e2 | -10 - +10 | 第2チャンネルに印加する一定電位の設定 |
| e2scan | | 第２チャンネルのスキャン、あるいはステップを有効にする （印加電位は第１チャンネルと同じ） |
| e2d | -0.2 - 0.2 | e2dscanコマンドでかける第1チャンネルと第2チャンネルとの差分電位の設定 |
| e2dscan | | 第１チャンネルに対してe2dコマンドで指定した電位だけ第２チャンネル電位をずらしながら印加してスキャン、あるいはステップを行う |

## マルチポテンショスタット用コマンド

| コマンド | パラメータ | 説明 |
|---|---|---|
| ei | -10 - +10 | 第1チャンネルの初期電位の設定 |
| e2 | -10 - +10 | 第2チャンネルの初期電位の設定 |
| e3 | -10 - +10 | 第3チャンネルの初期電位の設定 |
| e4 | -10 - +10 | 第4チャンネルの初期電位の設定 |
| e5 | -10 - +10 | 第5チャンネルの初期電位の設定 |
| e6 | -10 - +10 | 第6チャンネルの初期電位の設定 |
| e7 | -10 - +10 | 第7チャンネルの初期電位の設定 |
| e8 | -10 - +10 | 第8チャンネルの初期電位の設定 |
| sens | 1e-9 - 1e-3 | 第1チャンネルの感度の設定 |
| sens2 | 1e-9 - 1e-3 | 第2チャンネルの感度の設定 |
| sens3 | 1e-9 - 1e-3 | 第3チャンネルの感度の設定 |
| sens4 | 1e-9 - 1e-3 | 第4チャンネルの感度の設定 |
| sens5 | 1e-9 - 1e-3 | 第5チャンネルの感度の設定 |
| sens6 | 1e-9 - 1e-3 | 第6チャンネルの感度の設定 |
| sens7 | 1e-9 - 1e-3 | 第7チャンネルの感度の設定 |
| sens8 | 1e-9 - 1e-3 | 第8チャンネルの感度の設定 |
| e1on | | 第1チャンネルを有効にする |
| e2on | | 第2チャンネルを有効にする |
| e3on | | 第3チャンネルを有効にする |
| e4on | | 第4チャンネルを有効にする |
| e5on | | 第5チャンネルを有効にする |
| e6on | | 第6チャンネルを有効にする |
| e7on | | 第7チャンネルを有効にする |
| e8on | | 第8チャンネルを有効にする |
| e1off | | 第1チャンネルを無効にする |
| e2off | | 第2チャンネルを無効にする |
| e3off | | 第3チャンネルを無効にする |
| e4off | | 第4チャンネルを無効にする |
| e5off | | 第5チャンネルを無効にする |
| e6off | | 第6チャンネルを無効にする |
| e7off | | 第7チャンネルを無効にする |
| e8off | | 第8チャンネルを無効にする |
| e2scan | | 第2チャンネルのスキャンあるいはステップを有効にする　(第１チャンネルと同期) |

| | | |
|---|---|---|
| e3scan | | 第3チャンネルのスキャンあるいはステップを有効にする (第1チャンネルと同期) |
| e4scan | | 第4チャンネルのスキャンあるいはステップを有効にする (第1チャンネルと同期) |
| e5scan | | 第5チャンネルのスキャンあるいはステップを有効にする (第1チャンネルと同期) |
| e6scan | | 第6チャンネルのスキャンあるいはステップを有効にする (第1チャンネルと同期) |
| e7scan | | 第7チャンネルのスキャンあるいはステップを有効にする (第1チャンネルと同期) |
| e8scan | | 第8チャンネルのスキャンあるいはステップを有効にする (第1チャンネルと同期) |
| eiincr | -1 - +1 | for...next ループ中の第1チャンネルの電位の増分; ループの後は0にリセットする必要がある |
| e2incr | -1 - +1 | for...next ループ中の第2チャンネルの電位の増分; ループの後は0にリセットする必要がある |
| e3incr | -1 - +1 | for...next ループ中の第3チャンネルの電位の増分; ループの後は0にリセットする必要がある |
| e4incr | -1 - +1 | for...next ループ中の第4チャンネルの電位の増分; ループの後は0にリセットする必要がある |
| e5incr | -1 - +1 | for...next ループ中の第5チャンネルの電位の増分; ループの後は0にリセットする必要がある |
| e6incr | -1 - +1 | for...next ループ中の第6チャンネルの電位の増分; ループの後は0にリセットする必要がある |
| e7incr | -1 - +1 | for...next ループ中の第7チャンネルの電位の増分; ループの後は0にリセットする必要がある |
| e8incr | -1 - +1 | for...next ループ中の第8チャンネルの電位の増分; ループの後は0にリセットする必要がある |
| sequential | | 連続測定モードの適用 |
| simultaneous | | 同時測定モードの適用 |
| indcell | | 独立セルによる測定 |
| onecell | | 共通の参照電極、対極による単独セル測定 |

### 特定コマンドの使用法

下記のリストはモデル 600E シリーズ用である。コマンド、パラメータ範囲はモデルにより異なりますので、それぞれのモデルのマクロコマンドに関する詳細についてはユーザーマニュアルまたはヘルプを参照すること。
コマンドが認識されない、またはパラメータが範囲外にある場合、プログラムは警告用のダイアログボックスを表示する。下記のリストを参考にすること。

### CV コマンドとパラメータ

| コマンド | パラメータ | 説明 |
|---|---|---|
| tech | cv | サイクリックボルタンメトリーの選択 |
| ei | -10 - +10 | 初期電位 (V) |
| eh | -10 - +10 | 高電位 (V) |
| el | -10 - +10 | 低電位 (V) |
| ef | -10 - +10 | 最終電位 (V) |
| pn | 'p' or 'n' | 初期電位方向切り替え 例 : pn=p |
| v | 1e-6 - 2e4 | スキャン速度 (V/s) |
| cl | 1 - 10,000 | セグメント数 |
| si | .001 - .064 | サンプル間隔 (V) |
| qt | 0 - 100,000 | 測定前の静止時間 (s) |
| sens | 1e-12 - .1 | 感度 (A/V) |
| autosens | | 0.01V/s 以下のスキャン速度の場合、自動感度 |

LSV で使用するコマンドは以下の通り

| コマンド | パラメータ | 説明 |
|---|---|---|
| Tech | lsv/lssv | リニアースィープボルタンメトリーの選択 |
| ei | -10 ～ +10 | 初期電位 (V) |
| ef | -10 ～ +10 | 最終電位 (V) |
| v | 1e-6 ～ 2e4 | スキャン速度 (V/s) |
| si | 0.001 ～ 0.064 | サンプル間隔またはデータ保存間隔 |
| qt | 0 ～ 100,000 | 測定前の静止時間 |
| sens | 1e-12 ～ 0.1 | 感度 (A/V) |
| autosens | | 0.01V/s 以下のスキャン速度の場合、自動感度 |

SCV で使用するコマンドは以下の通り

| コマンド | パラメータ | 説明 |
|---|---|---|
| Tech | scv/scp/scsv | 階段状ボルタンメトリーの選択 |
| ei | -10 ～ +10 | 初期電位 (V) |
| ef | -10 ～ +10 | 最終電位 (V) |
| incre | 0.001 ～ 0.05 | 電位増加分 (V) |
| sw | 0.0001 ～ 50 | サンプリング幅 (V) |
| prod | 0.01 ～ 50 | ステップ期間 |
| qt | 0 ～ 100,000 | 測定前の静止時間 (s) |
| sens | 1e-12 ～ 0.1 | 感度 (A/V) |
| autosens | | 0.01V/s 以下のスキャン速度の場合、自動感度 |

Tafel で使用するコマンドは以下の通り

| コマンド | パラメータ | 説明 |
|---|---|---|
| Tech | tafel | ターフェルプロットの選択 |
| ei | -10 ～ +10 | 初期電位 (V) |
| ef | -10 ～ +10 | 最終電位 (V) |
| cl | 1 ～ 2 | セグメント数 |
| ht | 0 ～ 100,000 | TAFEL の最終電位保持時間 (s) |
| v | 1e-6 ～ 0.1 | スキャン速度 (V/s) |
| qt | 0 ～ 100,000 | 測定前の静止時間 (s) |
| sens | 1e-12 ～ 0.1 | 感度 (A/V) |
| autosens | | 0.01V/s 以下のスキャン速度の場合、自動感度 |

CA で使用するコマンドは以下の通り

| コマンド | パラメータ | 説明 |
|---|---|---|
| Tech | ca | クロノアンペロメトリーの選択 |
| ei | -10 ～ +10 | 初期電位 (V) |
| eh | -10 ～ +10 | 高電位リミット (V) |
| el | -10 ～ +10 | 低電位リミット (V) |
| pn | p または n | 初期電位方向切り替え |
| cl | 1 ～ 320 | ステップ数 |
| pw | 0.0001 ～ 1,000 | パルス幅 |
| si | 2e-6 ～ 10 | サンプル間隔 (V) |
| qt | 0 ～ 100,000 | 測定前の静止時間 (s) |
| sens | 1e-12 ～ 0.1 | 感度 (A/V) |

CC で使用するコマンドは以下の通り

| コマンド | パラメータ | 説明 |
|---|---|---|
| Tech | cc | クロノクーロメトリーの選択 |
| ei | -10 ～ +10 | 初期電位 (V) |
| ef | -10 ～ +10 | 最終電位 (V) |
| cl | 1 ～ 320 | ステップ数 |
| pw | 0.0001 ～ 1,000 | パルス幅 |
| si | 2e-6 ～ 10 | サンプル間隔 (V) |
| qt | 0 ～ 100,000 | 測定前の静止時間 (s) |
| sens | 1e-12 ～ 0.1 | 感度 (A/V) |

DPV で使用するコマンドは以下の通り

| コマンド | パラメータ | 説明 |
|---|---|---|
| Tech | dpv/dpp/dpsv | 微分パルスボルタンメトリーの選択 |
| ei | -10 ～ +10 | 初期電位 (V) |
| ef | -10 ～ +10 | 最終電位 (V) |
| incre | 0.001 ～ 0.05 | 電位増加分 (V) |
| amp | 0.001 ～ 0.5 | パルス振幅 (V) |
| pw | 0.001 ～ 10 | パルス幅 (s) |
| sw | 0.0001 ～ 10 | サンプリング幅 (V) |
| prod | 0.01 ～ 50 | ステップ期間 |
| qt | 0 ～ 100,000 | 測定前の静止時間 (s) |
| sens | 1e-12 ～ 0.1 | 感度 (A/V) |

NPV で使用するコマンドは以下の通り

| コマンド | パラメータ | 説明 |
|---|---|---|
| Tech | npv/npp/npsv | ノーマルパルスボルタンメトリーの選択 |
| ei | -10 ～ +10 | 初期電位 (V) |
| ef | -10 ～ +10 | 最終電位 (V) |
| incre | 0.001 ～ 0.05 | 電位増加分 (V) |
| pw | 0.001 ～ 10 | パルス幅 (s) |
| sw | 0.0001 ～ 10 | サンプリング幅 (V) |
| prod | 0.01 ～ 50 | ステップ期間 |
| qt | 0 ～ 100,000 | 測定前の静止時間 (s) |
| sens | 1e-12 ～ 0.1 | 感度 (A/V) |

DNPV で使用するコマンドは以下の通り

| コマンド | パラメータ | 説明 |
|---|---|---|
| Tech | dnpv/dnpp/dnpsv | 微分ノーマルパルスボルタンメトリーの選択 |
| ei | -10 ～ +10 | 初期電位 (V) |
| ef | -10 ～ +10 | 最終電位 (V) |
| incre | 0.001 ～ 0.05 | 電位増加分 (V) |
| amp | 0.001 ～ 0.5 | パルス振幅 (V) |
| pw1 | 0.001 ～ 10 | 一次パルス幅 (s) |
| pw2 | 0.001 ～ 10 | 二次パルス幅 (s) |
| sw | 0.001 ～ 5 | サンプリング幅 (V) |
| prod | 0.05 ～ 50 | ステップ期間 (s) |
| qt | 0 ～ 100,000 | 測定前の静止時間 (s) |
| sens | 1e-12 ～ 0.1 | 感度 (A/V) |

SWV で使用するコマンドは以下の通り

| コマンド | パラメータ | 説明 |
|---|---|---|
| Tech | SWV | 矩形波ボルタンメトリーの選択 |
| ei | -10 ～ +10 | 初期電位 (V) |
| ef | -10 ～ +10 | 最終電位 (V) |
| incre | 0.001 ～ 0.05 | 電位増加分 (V) |
| amp | 0.001 ～ 0.5 | 矩形波振幅 (V) |
| pw1 | 0.001 ～ 10 | 一次パルス幅 (s) |
| pw2 | 0.001 ～ 10 | 二次パルス幅 (s) |
| sw | 0.001 ～ 5 | サンプリング幅 (V) |
| freq | 1 ～ 100,000 | 矩形波周波数 (Hz) |
| qt | 0 ～ 100,000 | 測定前の静止時間 (s) |
| sens | 1e-12 ～ 0.1 | 感度 (A/V) |

ACV で使用するコマンドは以下の通り

| コマンド | パラメータ | 説明 |
|---|---|---|
| Tech | acv/acp/acsv | 交流ボルタンメトリーの選択 |
| ei | -10 ～ +10 | 初期電位 (V) |
| ef | -10 ～ +10 | 最終電位 (V) |
| incre | 0.001 ～ 0.05 | 電位増加分 (V) |
| amp | 0.001 ～ 0.4 | 交流波振幅 (V) |
| freq | 1 ～ 100,000 | 交流波周波数 (Hz) |
| prod | 1 ～ 65 | ステップ期間 (s) |
| qt | 0 ～ 100,000 | 測定前の静止時間 (s) |
| sens | 1e-12 ～ 0.1 | 感度 (A/V) |
| autosens | | 自動感度 |

SHACV で使用するコマンドは以下の通り

| コマンド | パラメータ | 説明 |
|---|---|---|
| Tech | shacv/shacp | 第二高調波交流ボルタンメトリーの選択 |
| ei | -10 ～ +10 | 初期電位 (V) |
| ef | -10 ～ +10 | 最終電位 (V) |
| incre | 0.001 ～ 0.05 | 電位増加分 (V) |
| amp | 0.001 ～ 0.4 | 交流波振幅 (V) |
| freq | 1 ～ 100,000 | 交流波周波数 (Hz) |
| prod | 1 ～ 65 | ステップ期間 (s) |
| qt | 0 ～ 100,000 | 測定前の静止時間 (s) |
| sens | 1e-12 ～ 0.1 | 感度 (A/V) |

i-t で使用するコマンドは以下の通り

| コマンド | パラメータ | 説明 |
|---|---|---|
| Tech | i-t | アンペロメトリー i-t 曲線の選択 |
| ei | -10 ～ +10 | 初期電位 (V) |
| si | 2e-6 ～ 50 | サンプル間隔またはデータ保存間隔 |
| st | 0.001 ～ 5e5 | i-t 曲線のトータルサンプル時間 |
| qt | 0 ～ 100,000 | 測定前の静止時間 |
| sens | 1e-12 ～ 0.1 | 感度 (A/V) |

BE で使用するコマンドは以下の通り

| コマンド | パラメータ | 説明 |
|---|---|---|
| Tech | be | バルク電気分解の選択 |
| ei | -10 ～ +10 | 初期電位 (V) |
| iratio | 0 ～ 100 | BE の最終電流比 (%) |
| si | 2e-6 ～ 50 | データ表示とデータ保存間隔 (s) |
| bepe | -10 ～ +10 | BE の前電解電位 |
| bept | 0 ～ 100,000 | BE の前電解時間 |

HMV で使用するコマンドは以下の通り

| コマンド | パラメータ | 説明 |
|---|---|---|
| Tech | hmv | ハイドロダイナミック変調ボルタンメトリーの選択 |
| ei | -10 ～ +10 | 初期電位 (V) |
| ef | -10 ～ +10 | 最終電位 (V) |
| incre | 0.001 ～ 0.05 | 電位増加分 (V) |
| rpm | 0 ～ 10,000 | 回転速度 (rpm) |
| freq | 1 ～ 5 | 変調周波数 (Hz) |
| modamp | 1 ～ 3,600 | 変調振幅 |
| cl | 1 ～ 10 | ステップ数 |
| qt | 0 ～ 100,000 | 測定前の静止時間 (s) |
| sens | 1e-12 ～ 0.1 | 感度 (A/V) |

SSF コマンドとパラメータ

| コマンド | パラメータ | 説明 |
|---|---|---|
| tech | ssf | スィープステップ機能の選択 |
| ei | -10 - +10 | 初期電位 (V) |
| si | .001 - 0.05 | スィープサンプル間隔 (V) |
| st | .0001 - 1 | ステップサンプル間隔 (s) |
| qt | 0 - 100,000 | 測定前の静止時間 (s) |
| sens | 1e-12 - .1 | 感度 (A/V) |
| ei1 | -10 - +10 | 初期電位 (V) 順番 1: スィープ |
| ef1 | -10 - +10 | 最終電位 (V) 順番 1: スィープ |
| v1 | 1e-4 - 10 | スキャン速度 V) 順番 1: スィープ |
| es1 | -10 - +10 | ステップ電位 (V) 順番 2: ステップ |
| st1 | 0 - 10,000 | ステップ時間 (s) 順番 2: ステップ |
| ei2 | -10 - +10 | 初期電位 (V) 順番 3: スィープ |
| ef2 | -10 - +10 | 最終電位 (V) 順番 3: スィープ |
| v2 | 1e-4 - 10 | スキャン速度 V) 順番 3: スィープ |
| es2 | -10 - +10 | ステップ電位 (V) 順番 4: ステップ |
| st2 | 0 - 10,000 | ステップ時間 (s) 順番 4: ステップ |
| ei3 | -10 - +10 | 初期電位 (V) 順番 5: スィープ |
| ef3 | -10 - +10 | 最終電位 (V) 順番 5: スィープ |
| v3 | 1e-4 - 10 | スキャン速度 V) 順番 5: スィープ |
| es3 | -10 - +10 | ステップ電位 (V) 順番 6: ステップ |
| st3 | 0 - 10,000 | ステップ時間 (s) 順番 6: ステップ |
| ei4 | -10 - +10 | 初期電位 (V) 順番 7: スィープ |
| ef4 | -10 - +10 | 最終電位 (V) 順番 7: スィープ |

| | | |
|---|---|---|
| v4 | 1e-4 - 10 | スキャン速度 V) 順番 7: スィープ |
| es4 | -10 - +10 | ステップ電位 (V) 順番 8: ステップ |
| st4 | 0 - 10,000 | ステップ時間 (s) 順番 8: ステップ |
| ei5 | -10 - +10 | 初期電位 (V) 順番 9: スィープ |
| ef5 | -10 - +10 | 最終電位 (V) 順番 9: スィープ |
| v5 | 1e-4 - 10 | スキャン速度 V) 順番 9: スィープ |
| es5 | -10 - +10 | ステップ電位 (V) 順番 10: ステップ |
| st5 | 0 - 10,000 | ステップ時間 (s) 順番 10: ステップ |
| ei6 | -10 - +10 | 初期電位 (V) 順番 11: スィープ |
| ef6 | -10 - +10 | 最終電位 (V) 順番 11: スィープ |
| v6 | 1e-4 - 10 | スキャン速度 V) 順番 11: スィープ |
| es6 | -10 - +10 | ステップ電位 (V) 順番 12: ステップ |
| st6 | 0 - 10,000 | ステップ時間 (s) 順番 12: ステップ |

## STEP コマンドとパラメータ

| コマンド | パラメータ | 説明 |
|---|---|---|
| tech | step | マルチポテンシャルステップを選択 |
| ei | -10 - +10 | 初期電位 (V) |
| cl | 1 - 10,000 | サイクル数 |
| si | .0001 - 1 | サンプル間隔 (s) |
| qt | 0 - 100,000 | 測定前の開始時間 (s) |
| sens | 1e-12 - .1 | 感度 (A/V) |
| es1 | -10 - +10 | ステップ 1 のステップ電位 (V) |
| st1 | 0 - 10,000 | ステップ 1 のステップ時間 (s) |
| es2 | -10 - +10 | ステップ 2 のステップ電位 (V) |
| st2 | 0 - 10,000 | ステップ 2 のステップ時間 (s) |
| es3 | -10 - +10 | ステップ 3 のステップ電位 (V) |
| st3 | 0 - 10,000 | ステップ 3 のステップ時間 (s) |
| es4 | -10 - +10 | ステップ 4 のステップ電位 (V) |
| st4 | 0 - 10,000 | ステップ 4 のステップ時間 (s) |
| es5 | -10 - +10 | ステップ 5 のステップ電位 (V) |
| st5 | 0 - 10,000 | ステップ 5 のステップ時間 (s) |
| es6 | -10 - +10 | ステップ 6 のステップ電位 (V) |
| st6 | 0 - 10,000 | ステップ 6 のステップ時間 (s) |
| es7 | -10 - +10 | ステップ 7 のステップ電位 (V) |
| st7 | 0 - 10,000 | ステップ 7 のステップ時間 (s) |
| es8 | -10 - +10 | ステップ 8 のステップ電位 (V) |
| st8 | 0 - 10,000 | ステップ 8 のステップ時間 (s) |
| es9 | -10 - +10 | ステップ 9 のステップ電位 (V) |
| st9 | 0 - 10,000 | ステップ 9 のステップ時間 (s) |
| es10 | -10 - +10 | ステップ 10 のステップ電位 (V) |
| st10 | 0 - 10,000 | ステップ 10 のステップ時間 (s) |
| es11 | -10 - +10 | ステップ 11 のステップ電位 (V) |
| st11 | 0 - 10,000 | ステップ 11 のステップ時間 (s) |
| es12 | -10 - +10 | ステップ 12 のステップ電位 (V) |
| st12 | 0 - 10,000 | ステップ 12 のステップ時間 (s) |

## IMP コマンドとパラメータ

| コマンド | パラメータ | 説明 |
|---|---|---|
| tech | imp | インピーダンスの選択 |
| ei | -10 - +10 | 初期電位 (V) |
| fl | .0001 - 10,000 | 低周波数 (Hz) |
| fh | .001 - 100,000 | 高周波数 (Hz) |
| amp | 0.001 - 0.4 | 振幅幅 (V) |
| qt | 0 - 100,000 | 測定前の静止時間 (s) |
| impautosens | | 自動感度選択 （各周波数域の感度設定がすべて "Automatic" になる） |
| impsens0 | 1e-12 - .1 | 10K-100K Hz の手動感度設定 |
| impsens1 | 1e-12 - .1 | 10K-100K Hz の手動感度設定 |
| impsens2 | 1e-12 - .1 | 1K-10K Hz の手動感度設定 |
| impsens3 | 1e-12 - .1 | 100-1K Hz の手動感度設定 |
| impsens4 | 1e-12 - .1 | 10-100 Hz の手動感度設定 |
| impsens5 | 1e-12 - .1 | 1-10 Hz の手動感度設定 |
| impsens6 | 1e-12 - .1 | 0.1-1 Hz の手動感度設定 |
| impsens7 | 1e-12 - .1 | 0.01-0.1 Hz の手動感度設定 |
| impsens8 | 1e-12 - .1 | 0.001-0.01 Hz の手動感度設定 |
| impsens9 | 1e-12 - .1 | 0.0001-0.001 Hz の手動感度設定 |
| impsens10 | 1e-12 - .1 | 0.00001-0.0001 Hz の手動感度設定 |
| impft | | フーリエ変換測定モード |
| impsf | | 単一周波数（single frequency）測定モード |
| ibias | 0 - 4 | 測定中のバイアス直流電流 |
| cl1 | 1 - 4096 | 周波数 1-10 Hz 時のサイクル数を測定 |
| cl2 | 1 - 4096 | 周波数 0.1-1 Hz 時のサイクル数を測定 |
| cl3 | 1 - 256 | 周波数 0.01-0.1Hz 時のサイクル数を測定 |
| cl4 | 1 - 256 | 周波数 0.001-0.01Hz 時のサイクル数を測定 |
| cl5 | 1 - 16 | 周波数 0.0001-0.001Hz 時のサイクル数を測定 |

## IMPT コマンドとパラメータ

| コマンド | パラメータ | 説明 |
|---|---|---|
| tech | impt | インピーダンス - タイムを選択 |
| ei | -10 - +10 | 初期電位 (V) |
| amp | 0.001 - 0.25 | 振幅幅 (V) |
| freq | .0001 - 100,000 | 周波数 (Hz) |
| si | 5 - 20,000 | サンプル間隔 (s) |
| st | 100 - 500,000 | 測定時間 (s) |
| cl1 | 1 - 100 | 周波数 10 Hz 以下の場合、繰り返しサイクル |
| qt | 0 - 100,000 | 測定前の静止時間 (s) |
| impautosens | | 感度の自動設定（"sens" コマンドの内容が打ち消される） |
| sens | 1e-12 - .1 | 感度 (A/V) のマニュアル選択設定 |

## IMPE コマンドとパラメータ

| コマンド | パラメータ | 説明 |
|---|---|---|
| tech | impe | インピーダンス - 電位を選択 |
| ei | -10 - +10 | 初期電位 (V) |
| ef | -10 - +10 | 最終電位 (V) |
| incre | .001 - .25 | 増加電位 (V) |
| amp | 0.001 - 0.25 | 振幅幅 (V) |
| freq | .0001 - 100,000 | 周波数 (Hz) |
| cl1 | 1 - 100 | 周波数 10 Hz 以下の場合、繰り返しサイクル |
| qt | 0 - 100,000 | 測定前の静止時間 (s) |
| impautosens | | 感度の自動設定（"sens" コマンドの内容が打ち消される） |
| sens | 1e-12 - .1 | 感度 (A/V) のマニュアル選択設定 |

## CP コマンドとパラメータ

| コマンド | パラメータ | 説明 |
|---|---|---|
| tech | cp | クロノポテンショメトリーを選択 |
| ic | 0 - 0.25 | 負電流 (A) |
| ia | 0 - 0.25 | 正電流 (A) |
| eh | -10 - +10 | 高電位リミット値 (V) |
| heht | 0 - 100000 | 高電位保持時間 (s) |
| el | -10 - +10 | 低電位リミット値 (V) |
| leht | 0 - 100000 | 低電位保持時間 (s) |
| tc | 0.05 - 100,000 | 陰極計測時間 (s) |
| ta | 0.05 - 100,000 | 陽極計測時間 (s) |
| pn | "p" or "n" | 第一ステップ電流極性 |
| si | 0.0025 - 32 | データ保存間隔 (s) |
| cl | 1 - 1,000,000 | セグメント数 |
| priot | | 時間優先 |
| prioe | | 電位優先 |

## CPCR コマンドとパラメータ

| コマンド | パラメータ | 説明 |
|---|---|---|
| tech | cpcr | クロノポテンショメトリー - 電流ランプを選択 |
| ic | 0 - 0.25 | 初期電流 (A) |
| ia | 0 - 0.25 | 最終電流 (A) |
| v | 1e-6 - .01 | 電流のスキャン速度 (A/s) |
| eh | -10 - +10 | 高電位リミット (V) |
| el | -10 - +10 | 低電位リミット (V) |
| si | 0.0025 - 32 | データ保存間隔 (s) |

## ISTEP コマンドとパラメータ

| コマンド | パラメータ | 説明 |
|---|---|---|
| tech | istep | マルチ電流ステップを選択 |
| is1 | -2 - +2 | ステップ 1 のステップ電流 (A) |
| st1 | 0 - 10,000 | ステップ 1 のステップ時間 (s) |
| is2 | -2 - +2 | ステップ 2 のステップ電流 (A) |
| st2 | 0 - 10,000 | ステップ 2 のステップ時間 (s) |
| is3 | -2 - +2 | ステップ 3 のステップ電流 (A) |
| st3 | 0 - 10,000 | ステップ 3 のステップ時間 (s) |
| is4 | -2 - +2 | ステップ 4 のステップ電流 (A) |
| st4 | 0 - 10,000 | ステップ 4 のステップ時間 (s) |
| is5 | -2 - +2 | ステップ 5 のステップ電流 (A) |
| st5 | 0 - 10,000 | ステップ 5 のステップ時間 (s) |
| is6 | -2 - +2 | ステップ 6 のステップ電流 (A) |
| st6 | 0 - 10,000 | ステップ 6 のステップ時間 (s) |
| is7 | -2 - +2 | ステップ 7 のステップ電流 (A) |
| st7 | 0 - 10,000 | ステップ 7 のステップ時間 (s) |
| is8 | -2 - +2 | ステップ 8 のステップ電流 (A) |
| st8 | 0 - 10,000 | ステップ 8 のステップ時間 (s) |
| is9 | -2 - +2 | ステップ 9 のステップ電流 (A) |
| st9 | 0 - 10,000 | ステップ 9 のステップ時間 (s) |
| is10 | -2 - +2 | ステップ 10 のステップ電流 (A) |
| st10 | 0 - 10,000 | ステップ 10 のステップ時間 (s) |
| is11 | -2 - +2 | ステップ 11 のステップ電流 (A) |
| st11 | 0 - 10,000 | ステップ 11 のステップ時間 (s) |
| is12 | -2 - +2 | ステップ 12 のステップ電流 (A) |
| st12 | 0 - 10,000 | ステップ 12 のステップ時間 (s) |
| eh | -10 - +10 | 高電位リミット値 (V) |
| el | -10 - +10 | 低電位リミット値 (V) |
| si | 1e-5 - 1 | データ保存間隔 (s) |
| cl | 1 - 10,000 | セグメント数 |

## PSA コマンドとパラメータ

| コマンド | パラメータ | 説明 |
|---|---|---|
| tech | psa | ポテンショメトリックストリッピング分析 |
| depe | -10 - +10 | 析出電位 (V) |
| dept | 0 - 100,000 | 析出時間 (sec) |
| ef | -10 - +10 | 最終電位 (V) |
| i | 0 - 0.25 | PSA で制御した電流 (A) |
| qt | 0 - 100,000 | 測定前の静止時間 (s) |

## OCPT コマンドとパラメータ

| コマンド | パラメータ | 説明 |
|---|---|---|
| tech | ocpt | オープンサーキットポテンシャル - タイムを選択 |
| st | .1 - 500,000 | 測定時間 (s) |
| eh | -10 - +10 | 高電位リミット (V) |
| el | -10 - +10 | 定電位リミット (V) |

## PSC コマンドとパラメータ　(900B、920C のみ）

| コマンド | パラメータ | 説明 |
|---|---|---|
| tech | psc | プローブスキャン曲線の選択 |
| ei | -10 - +10 | プローブ電位 (V) |
| sens | 1e-12 - 0.001 | プローブ感度 (A/V) |
| ep | -10 - +10 | プローブパルス電位 (V) |
| tp | 0 - 10 | パルス期間 (s) |
| td | 0.1 - 50 | サンプリング前のパルス後、遅延時間 (s) |
| epon | | プローブパルス電位 on |
| epoff | | プローブパルス電位 off |
| e2 | -10 - +10 | 試料電極電位 (V) |
| sens2 | 1e-12 - 0.001 | 試料電極側の感度設定 (A/V) |
| e2on | | 試料電極 on |
| e2on | | 試料電極 off |
| i2on | | 試料電極測定 on |
| i2off | | 試料電極測定 off |
| ilimiton | | 設定した電流レベルになるとプローブ動作停止 |
| ilimitoff | | 電流レベルまでプローブ動作停止しない |
| imin | 0 - 0.01 | この電流レベル以下になるとプローブ動作停止 |
| imax | 0 - 0.01 | この電流レベル以上になるとプローブ動作停止 |
| dist | - 50,000 - + 50,000 | プローブ移動距離 (um) |
| incrdist | 0.0001 - 100 | プローブ増加分距離 (um) |
| incrtime | 0.002 - 0.2 | 増加分時間 (s) |
| qt | 1 - 100,000 | プローブ動作前の静止時間 (s) |
| dir | x, y or z | スキャン方向の選択 |

## PAC コマンドとパラメータ　(900B、920C のみ）

| コマンド | パラメータ | 説明 |
|---|---|---|
| tech | pac | プローブアプローチ曲線の選択 |
| ei | -10 - +10 | プローブ電位 (V) |
| sens | 1e-12 - 0.001 | プローブ感度 (A/V) |
| ep | -10 - +10 | プローブパルス電位 (V) |
| tp | 0 - 10 | パルス期間 (s) |
| td | 0.1 - 50 | サンプリング前のパルス後、遅延時間 (s) |
| epon | | プローブパルス電位 on |
| epoff | | プローブパルス電位 off |
| e2 | -10 - +10 | 試料電極 (V) |
| sens2 | 1e-12 - 0.001 | 試料電極側の感度設定 (A/V) |
| e2on | | 試料電極 on |
| e2off | | 試料電極 off |
| i2on | | 試料電極電流測定 on |

| | | |
|---|---|---|
| i2off | | 試料電極電流測定 off |
| iratio | 1 - 400 | 表面に近接した場合の電流比 |
| iratioon | | プローブ停止基準として電流比を使用 |
| iabs | 0 - 0.01 | 表面に近接した場合の電流レベル (A) |
| iabson | | プローブ停止基準として絶対電流を使用 (A) |
| maxincr | 0.0001 - 1 | 表面に近接した場合のプローブの最大増加分 |
| withdraw | 0 - 10,000 | 表面に近接する前にプローブの引き戻し距離 (um) |

## surface interrogation SECM (SISECM) コマンドとパラメータ　(900B、920C のみ）

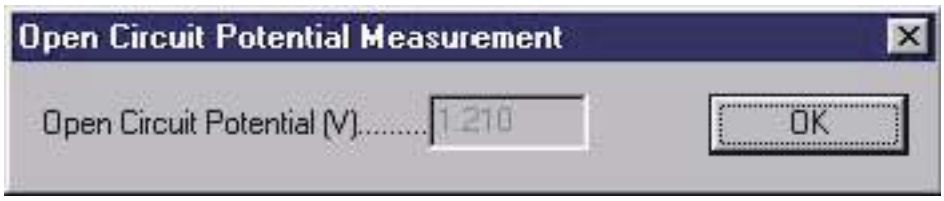
| コマンド | パラメータ | 説明 |
|---|---|---|
| tech | sisecm | SISECM を選択 |
| siei | -10 - +10 | 試料電極の初期電位 (V) |
| sief | -10 - +10 | 試料電極の最終電位 (V) |
| siseg | 1 - 100 | 試料電極のセグメント数 |
| siqt | 0 - 50,000 | 試料電極の静止時間 (s) |
| sens | 1e-12 - 0.001 | 試料電極の感度の設定 |
| siv | 1e-6 - 3 | 試料電極のスキャン速度 (V/s ) |
| siswpsi | 0.001 - 0.02 | 試料電極の掃引サンプル間隔 |
| sipw | 0.01 - 1,000 | 試料電極のパルス幅 |
| sistpsi | 0.0005 - 10 | 試料電極のステップサンプル間隔 |
| siswpstp | 0 - 1 | 試料電極の掃引 (0) と　ステップ (1) の選択 |
| | | |
| siei2 | -10 - +10 | プローブ電極の初期電位 (V) |
| sief2 | -10 - +10 | プローブ電極の最終電位 (V) |
| siseg2 | 1 - 100 | プローブ電極のセグメント数 |
| siqt2 | 0 - 50,000 | プローブ電極の静止時間 (s) |
| sens2 | 1e-12 - 0.001 | プローブ電極の感度の設定 |
| siv2 | 1e-6 - 3 | プローブ電極のスキャン速度 (V/s ) |
| siswpsi2 | 0.001 - 0.02 | プローブ電極の掃引サンプル間隔 (V) |
| sipw2 | 0.01 - 1,000 | プローブ電極のパルス幅 (s) |
| sistpsi2 | 0.0005 - 10 | プローブ電極のステップサンプル間隔 (s) |
| siswpstp2 | 0 - 1 | プローブ電極の掃引 (0) と　ステップ (1) の選択 |
| | | |
| sidelay | 0 - 10,000 | 測定間の遅延時間の設定 (s) |
| simanual | | 測定間のマニュアルプロンプトによる制御 |
| siocp | -10 - +10 | 次の測定の前にオープンサーキットポテンシャルが設定電位になるまで待機する |
| | | |
| sieiincr | -0.2 - +0.2 | 試料電極の初期電位の増分 (V) |
| siefincr | -0.2 - +0.2 | 試料電極の最終電位の増分 (V) |
| siei2incr | -0.2 - +0.2 | プローブ電極の初期電位の増分 (V) |
| sief2incr | -0.2 - +0.2 | プローブ電極の最終電位の増分 (V) |

## 5.13 オープンサーキットポテンシャルコマンド

このコマンドを使用すると開回路ポテンシャルを測定します。

オープンサーキットポテンシャルはセルに電流が流れない作用電極と参照電極の電位です。これは重要なパラメータです。測定を開始する前の初期状態を知らせます。研究中の化合物が酸化または還元性であるかを見分けることができます。

測定後、システムはオープンサーキットポテンシャルダイアログボックスによりオープンサーキットポテンシャルを表示します。その値を読み込んだ後、OK をクリックするとダイアログボックスを閉じます。



## 5.14 iR 補償コマンド

このコマンドを使用すると溶液抵抗とセル時間定数、同様に自動またはマニュアルによる iR 補償の使用または使用しない設定を行います。

システムは iR 補償ダイアログボックスを表示し、iR 補償条件を設定できます。

次のオプションは iR 補償パラメータ設定できます。

### iR 補償試験結果

iR テストボタンをクリックすると、システムは溶液抵抗とセル時間定数試験を行います。結果はここで報告されます。

システムは必要な補償レベルに到着するまで徐々に補償レベルを上げるか、またはシステムを不安定になるまで安定性をテストします。実際の許容補償レベルと未補償抵抗が表示されます。未補償抵抗は算出された抵抗と許容補償レベルから算出されます。

最大許容抵抗補償は i/E コンバーターのフィードバック抵抗に制限されることに注意してください。

### iR 補償試験

iR 補償試験を開始する前に、テストパラメータをチェックします。

テスト電位は電気化学反応が起こらないテストポテンシャルです。システムが試験を行う時、テストポテンシャルの周りにポテンシャルステップを印加します。試験結果は電気化学セルが一連の二重層キャパシターの溶液抵抗と同一ならば良好です。テスト電位の範囲は -10 V ～ +10 V です。

ポテンシャルステップ振幅を調整します。振幅を大きくすると、S/N 比は良くなります。しかし、振幅を大きくしすぎるとファラディー電流が流れます。 0.05 V ステップ振幅が推奨されます。ステップ振幅の範囲は 0.01 ～ 0.25 V です。

補償レベルは溶液抵抗を測定に基づいて補償したい抵抗の割合です。パラメータの範囲は 0 ～ 200% です。デフォルト値は 100% です。

オーバーシュートレベルは安定性試験の基準です。ポジティブフィードバック量を増加しますと、システムは不安定になります。ポテンショスタットが共振開始する前に、ポテンシャルに応答する電流のオーバーシュートが表れます。許容のオーバーシュートより高く、可能な補償レベルも高くなりますが、システムの安定性は悪化します。パラメータの範囲は 0 ～ 100%

です。デフォルトレベルは 2% です。

iR テストボタンをクリックすると、システムは溶液抵抗と安定性を試験します。結果は iR 補償試験結果ボックスに報告されます。

iR 補償の詳細については下記の文献を参照して下さい。Intelligent, Automatic Compensation of Solution Resistance. P. He, and L. R. Faulkner, Anal. Chem., 58, 517-523 (1986).

次の測定の iR 補償

このボックスがチェックされますと、次の測定の iR 補償は使用可能です。自動補償が設定され、iR 補償試験が行われないか、または感度スケールが変更されているならば、iR 補償は使用できません。このオプションはコントロールメニューの測定条件コマンドから ON、OFF できます。

iR 補償使用可

オプション " 一回 " が選択された場合、iR 補償は次の測定にのみ適応され、次に使用不可になります。連続測定に適応される同じ補償条件が必要ならば、" 常時 " オプションを選択します。オプションを選択するために最適なラジオボタンをクリックします。

iR 補償モード

自動 iR 補償またはマニュアル iR 補償を選択できます。自動 iR 補償は iR 補償試験結果に基づいています。補償したい抵抗を入力することによりマニュアル iR 補償を選択できます。 オプションを選択するために最適なラジオボタンをクリックします。

マニュアル補償抵抗

マニュアル iR 補償を選択する場合、システムに補償させる抵抗値を入力します。補償レベルに注意して下さい。補償レベルが実際の溶液抵抗に近寄るか、または超えている場合、ポテンショスタットは共振します。最大許容抵抗補償は i/E コンバーターのフィードバック抵抗に制限されます。

このパラメータは自動 iR 補償が選択された場合、有効ではありません。

このコマンドはツールバーボタンがあります :

## 5.15 iR 補償

ポテンショメトリックな実験では、作用電極と比較電極の界面領域を横切る電位降下の合計はこれら 2 電極間の印加電位と同じと仮定しています。溶液抵抗による 2 電極間の iR 降下があるからです。この抵抗は支持電解質を添加することにより下げられますが、多くの場合、考慮する必要はありません。このような場合、電気的に補償できます。

1. 未補償抵抗の測定
2. 補償と回路安定性試験

未補償抵抗の測定

この測定では、電気化学セルは電子工学的に RC 回路と等価と考えます。即ち未補償抵抗 Ru は、二重層容量 Cdl と直列です（図 5-1）。 ファラディーインピーダンスをこのモデルでは考えに入れないので、テストポテンシャル（テスト E）はファラディー過程が起こらない値にしなければなりません。ポテンシャルステップ（Δ E）は､このポテンシャル付近で印加します（即ち、テスト E -25 mV からテスト E +25 mV）。

電流はステップが印加された後、54 μ s と 72 μ s においてサンプリングします。 電流は指数関数的に減衰するので（図 5-2 参照）､初期電流 $i_0$ はゼロ時間に外挿することにより算出されます。Δ E =$i_0R_u$ なので , $R_u$ はこの測定から算出されます。

表 5-1 は指数関数の外挿によるいくつかのダミーセルの抵抗測定の結果を示します。時定数が 200 μ s より大きい場合、非常に良く一致します。しかし、時定数が 100 μ s 以下では、誤差は大きくなります。従って、自動 iR 補償は、未補償抵抗が低いか、時定数が小さいときには有効に働きません。この誤差は理論通りにいかない電流応答の急激な立ち上がりによるとみられます。

表 5-1. 指数関数の外挿による測定抵抗と時定数 [a]

| Ru/ Ω | 測定 RC 時定数 / μ s[b] | 測定 Ru/Ω | Ru 測定の誤差（%） |
|---|---|---|---|
| 50.3 | 38 | 29 | -42 |
| 100.4 | 94 | 92 | -8.4 |
| 150 | 146 | 145 | -3.3 |
| 200 | 198 | 198 | -1.0 |
| 250 | 250 | 249 | -0.4 |
| 300 | 302 | 301 | +0.3 |
| 347 | 350 | 349 | +0.6 |
| 401 | 406 | 404 | +0.7 |
| 452 | 360 | 449 | -0.7 |

a: P. He, L.R. Faulkner, Anal. Chem. 58（1986）523
b: 10 μ F の容量を使用

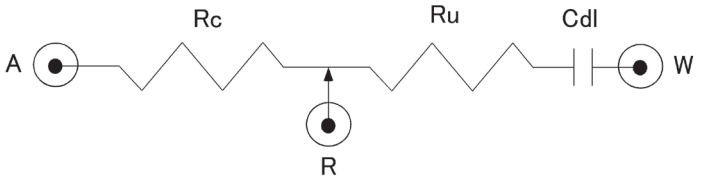



図 5-1. 抵抗算出に使用する RC 回路

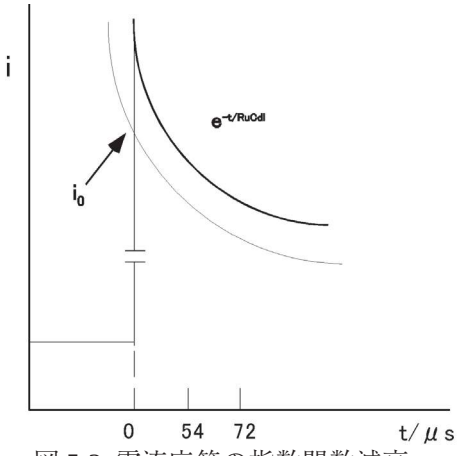



図 5-2. 電流応答の指数関数減衰

## 補償と回路安定性試験

補償はポテンショスタットのポジティブフィードバックによって行なわれます。しかし、補償が 100% よりかなり小さくても回路が不安定になるという問題が起こることがあります。それゆえに、ポジティブフィードバックは算出した未補償抵抗の一定割合を段階的に付加していきます。

即ち、8 0% まで 5 % づつ、80 % から 90 % まで 2% づつ、その後 1 % づつ増加します。

回路の安定性は増加後ごとにテストします。補償の程度はユーザーが定義できます（デフォルト値 =100% とする）。

安定性試験では、テスト E を挟んで 50 mV ステップが印加されます。 ベースラインはポテンシャルステップを印加する直前のデータを集めることによって測定されます。そして、このベースライン値をステップデータから減算し、正味電流値とします。

補償量を増やすに従い、最初の電流応答は指数関数的減衰後、リンギング効果を示し（図 5-3 参照）、振動します。前振動リンギングの程度はオーバーシュートとして定義する量で数量化します。オーバーシュートは極小（ネットネガティブ）電流値（I 最小）と極大電流値（I 最大）との比率で定義し、パーセントで表示します。即ち、オーバーシュート =（I 最小 /I 最大 ）x 100 です。最大許容オーバーシュート値はユーザーが定義できます（デフォルト値 =10 % です）。

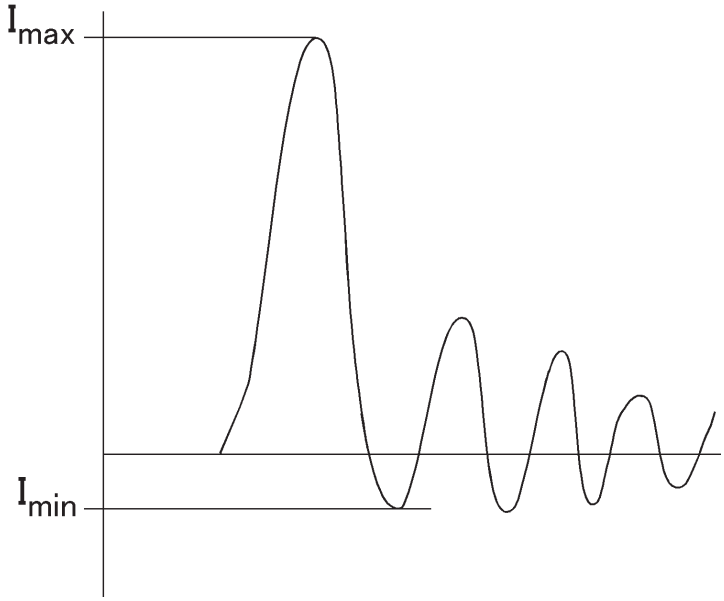



図 5-3. iR 補償によるリンギング効果

もし測定オーバーシュート値が最大許容値以下ならば、補償は続けられます。もし許容値より大きく、補償の希望するレベルにまだ達していないなら、回路を安定させるために比較電極とカウンター電極の間にコンデンサーを挿入します。そして補償が必要なレベルに達するか、オーバーシュート値が越えられるまで（もしこれが起こるならば、実験で使う補償量をわずかにこの値から減少します）テストを続けます。

補償レベルを増やす 1 つの方法はオーバーシュートパーセンテージを増やすことです。 40 % までは通常、安全です。

## 5.16 フィルター設定コマンド

このコマンドは電位と電流フィルターを設定するために使用します。

ポテンシャルフィルターはポテンシャル波形をフィルターするために使用され、二次 Bessel ローパスフィルターです。トランジェント成分を取り除くために使用できます。応用は階段波ランプをリニアースィープに変換することです。

キャパシターはローパス RC フィルターを形成するために i/E コンバーターのフィードバック抵抗に接続されます。最初に高周波数ノイズを除きます。

ゲインステージの前に、シグナルフィルターが使用され、二次 Bessel ローパスフィルターです。

フィルターは測定中のノイズを低減するのに有効です。

システムはフィルター選択ダイアログボックスを表示し、フィルターパラメータを設定できます。

次のオプションはフィルターパラメータを設定できます。

フィルターの概念、パラメータについて詳しくなければ、自動設定を選択して下さい。

### ポテンシャルフィルター

このボックスは実際のポテンシャルフィルター設定を表示します。

### 選択

ポテンシャルフィルターカットオフ周波数を選択します。これは二次 Bessel フィルターです。このフィルターの設定は実験のタイプ、実験のタイムスケールに依存します。自動を選択しますと､デフォルト設定になります｡このフィルターは波形を適合するために使用します｡インピーダンス測定の場合、偽信号化を避けるために高周波成分をカットします。リニアースィープボルタンメトリーの場合、階段状波形を実際のポテンシャルスィープに変換します。

### i/E 変換フィルター

このボックスは実際の電流 - 電圧コンバーターフィルター設定を表示します。

### 選択

i/E コンバーターフィルターカットオフ周波数を選択します。これは電流 - 電圧 (i/E) コンバーターと組み合わせた RC フィルターです。フィルターの設定は測定のタイムスケールと実験のタイプに依存します。自動を選択すると、デフォルト設定になります。

あるカットオフ周波数が時々選択されません。つまり任意の感度スケールの場合、i/E コンバーターのフィードバック抵抗が調べられ、RC の組み合わせは選択したカットオフ周波数を構成できません。これは相対的に低カットオフ周波数を選択しますが、低感度スケールを使用するか、またはこれは相対的に高カットオフ周波数を選択するが、高感度スケールを使用すると起きます。感度スケールを変更することにより最適なカットオフ周波数を設定できます。

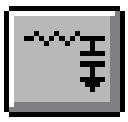
### シグナルフィルター

このボックスは実際のシグナルフィルター設定を表示します。

### 選択

シグナルフィルターカットオフ周波数を選択します。これは二次 Bessel フィルターです。フィルターの設定は実験のタイプ、タイムスケールに依存します。自動を選択しますと、デフォルト設定になります。

このコマンドはツールバーボタンがあります :



## 5.17 セルコマンド

このコマンドはパージ、攪拌、電気化学洗浄を制御します。攪拌、水銀滴下採取、前滴下、安定化キャパシターを設定できます。

システムはセルコントロールダイアログボックスを表示し、セルコントロールを設定できます。

次のオプションはセルコントロールを設定できます。

### 攪拌ラインのコントロールレベル

攪拌ラインコントロールシグナルは高低のどちらか一方です。BAS 社は高コントロールシグナルを使用しています。また、PAR 社は低シグナルを使用しています。最適なコントロールレベルを選択するためにラジオボタンをクリックします。

### 迅速攪拌

迅速攪拌時間を入力できます。パラメータ範囲は 1 ～ 32,767 です。攪拌ボタンを押しますと迅速攪拌が開始されます。

### 迅速パージ

迅速パージ時間を入力できます。パラメータ範囲は 1 ～ 32,767 です。パージボタンを押しますと迅速パージが開始されます。

### 迅速セル ON

セルポテンシャル (-10 ～ +10 の範囲 )、セル ON タイム (1 ～ 32,767 の範囲 ) を入力します。セル ON ボタンを押しますと、任意の時間の任意のポテンシャルで電極を安定させます

### 水銀滴下採取

これは水銀滴を秤量し、採取するための有効なオプションです。採取したい滴数 (1 ～ 1,000 の範囲 )、滴間のタイムインターバル (0.5 ～ 10) を入力します。採取プッシュボタンを押しますと、採取を開始します。

### 測定の間の攪拌

この項目をチェックしますと測定中の攪拌が行えます。この項目はコントロールメニューの測定状況コマンドから ON、OFF できます。

### 測定の間のパージ

この項目をチェックしますと測定中のパージが行えます。この項目はコントロールメニューの測定状況コマンドから ON、OFF できます。

### 測定前の SMDE 滴下

パラメータのデフォルト値は 1 です。通常システムは静止水銀滴下電極 (SMDE) が使用される時、測定前に新しい滴を形成するために滴下 / ノックを組み合せます。このデフォルト条件を変更できます。パラメータ範囲は 0 ～ 20 です。前滴下は 0 に設定されている場合 、次の測定には前の測定に使用された滴下条件が使用されます。SMDE の場合、キャピラリーに気泡が付着し、接触不良が起ることがあります。前滴下は 1 滴以上が有効です。

このオプションはコントロールメニューの測定状況コマンドで変更できます。

### 安定化キャパシター

カウンター電極と参照電極の間には 0.1 F 安定化キャパシターが接続されています。キャパシターはポテンショスタットを安定化しますが、いくらかシステムを減速させます。これは作用電極の二重層キャパシタンスが大きい時、つまり、バルク電気分解または大きな iR 補償が必要の場合、特に有効です。

この安定化キャパシターのデフォルトは自動設定です。ラジオボタンの一つをクリックすることにより、自動設定を使用不可にできます。

### 4 電極

ポテンショスタットを 4 電極にセットします。4 電極は電極クリップ、コネクター、リレー、基板の接触抵抗による電位降下を探知するために使用します。接触抵抗は約 0.2 ～ 0.3 Ω です。電流が 250 mA の場合、50 ～ 75 mV の降下に相当します。バッテリー等の低インピーダンス測定には使用できません。4 電極を用いますと、接触抵抗の影響は無視でき、低インピーダンス測定を行うことができます。

相対的に大きなインピーダンス (10 Ω以上 ) の場合、4 電極はオフにします。

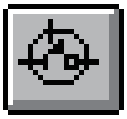
### 測定中セル ON

デフォルトでは、測定の間セル ON になります、測定後、セル OFF になります。この項目をチェックしますと、注意が始ります。セル ON 時、不適切にセルを接続または不接続する場合、電極にダメージを与えます。最初に参照電極とカウンター電極を接続して下さい。取外す場合、作用電極を最初にします。

### 測定後初期電位に戻る

これをチェックしておきますと、測定後、初期電位に戻ります。さもなければ、電位は前の測定の最終値になります。測定中セル ON をチェックしている場合のみ意味があります。

このコマンドはツールバーボタンです。:

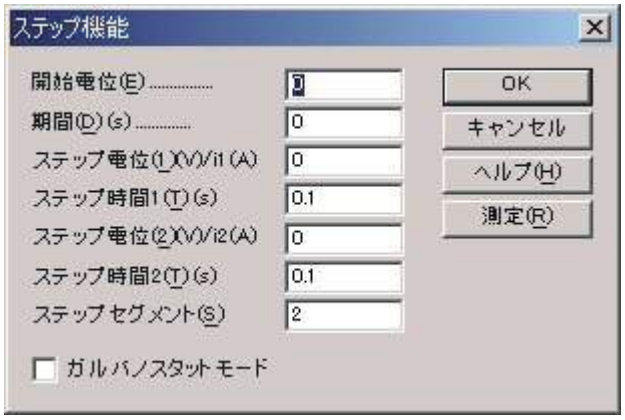


## 5.18 ステップファンクションコマンド

連続矩形波を発生するためのコマンドです。このコマンドは電極処理 ( または洗浄 ) または他の目的に使用できます。

データは採取、表示されません。

システムはステップファンクションダイアログボックスを表示し、ステップ条件設定でき、ステップファンクションジェネレーターを開始します。




次のオプションはステップポテンシャル、期間、セグメントを設定することができます。

| パラメータ | 範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| 開始電位 (V) | -10 ～ +10 | 開始電位 |
| 期間 (s) | 0 ～ 100,000 | 開始電位の期間 |
| ステップ電位 1 (V) | -10 ～ +10 | 第一ステップ電位 |
| ステップ時間 1 (Sec) | 0.0001 ～ 100,000 | 各ステップの期間 |
| ステップ電位 2 (V) | -10 ～ +10 | 第二ステップ電位 |
| ステップ時間 2 (Sec) | 0.0001 ～ 100,000 | 各ステップの期間 |
| ステップセグメント | 1 ～ 2,000,000 | ステップセグメント、半サイクルが一セグメント |
| ガルバノスタットモード | チェックまたは未チェック | ポテンショスタットまたはガルバノスタットモードの選択 |

注 :

1. 開始電位、ステップ電位 1、ステップ電位 2 のポテンシャル範囲は 13.1 V 以下です。
2. 開始電位期間は 0.001 sec 以下の場合、開始電位は無視されます。
3. ステップはステップ電位 1、ステップ電位 2、ステップ電位 1、ステップ電位 2 ... の連続です。終了ポテンシャルは奇数セグメントの場合、ステップ 1 電位となり、偶数セグメントの場合、ステップ電位 2 となります。

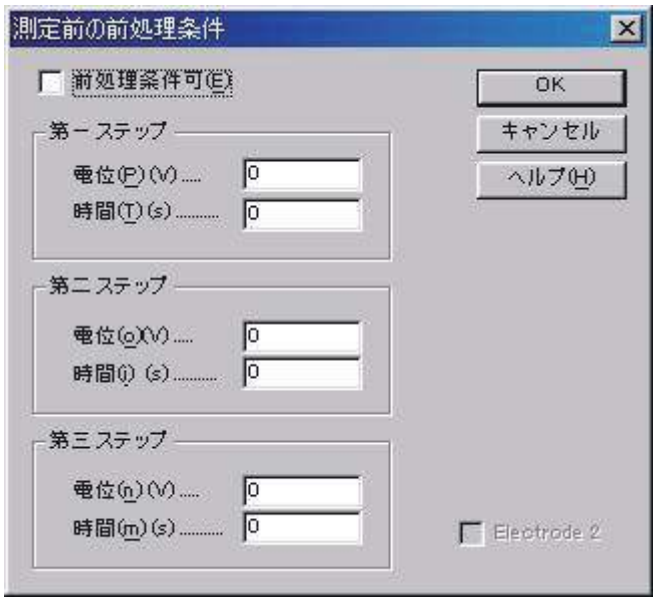
測定

測定ボタンを押しますと、ステップファンクションジェネレーターが動きます。ステータスボックスはステップ数、残りのステップ、時間を示しながら表示します。停止プッシュボタンを押しますと、この機能はキャンセルできます。データは採取、表示されません。

## 5.19 前処理コマンド

測定する前に作用電極を処理するためのコマンドです。これは電極洗浄または他の使用に有効です。前処理は析出または静止時間の前に起こります。

下記図は測定前の前処理ダイアログボックスです。




3 ステップの条件でプログラムできます。次のオプションは前処理を設定できます。:

### 前処理使用可能

前処理は析出または静止時間の前に設定します。このボックスを未チェックにすると前処理ステップを回避します。

### ポテンシャル

パラメータ範囲は -10 ～ 10 V です。

### 時間

パラメータ範囲は 0 ～ 6,400 です。特定のステップの前処理時間がゼロの場合、このステップを回避します。時間設定は 1 msec 以下の場合、時間のコントロールは正確でないかもしれません。

## 5.20 回転ディスク電極コマンド

回転ディスク電極の回転速度を設定するためのコマンドです。いろいろなケースで回転を ON、OFF できます。

下記図は回転ディスク電極制御ダイアログボックスです。

次のオプションは回転ディスク電極制御を設定できます。:

### 回転速度 (rpm)

このパラメータは回転ディスク電極の速度を設定できます。回転速度範囲は 0 ～ 10,000 rpm です。機器の背面にバナナジャック口があり、0 ～ 10,000rpm は 0 ～ 10 V に相当します。

### 析出中の回転

この項をチェックしますと、ストリッピングモードでの析出中回転します。この項目はコントロールメニューの測定状況コマンドを ON、OFF します。

### 静止時間中の回転

この項をチェックしますと、静止時間中回転します。この項目はコントロールメニューの測定状況コマンドを ON、OFF します。

### 測定中の回転

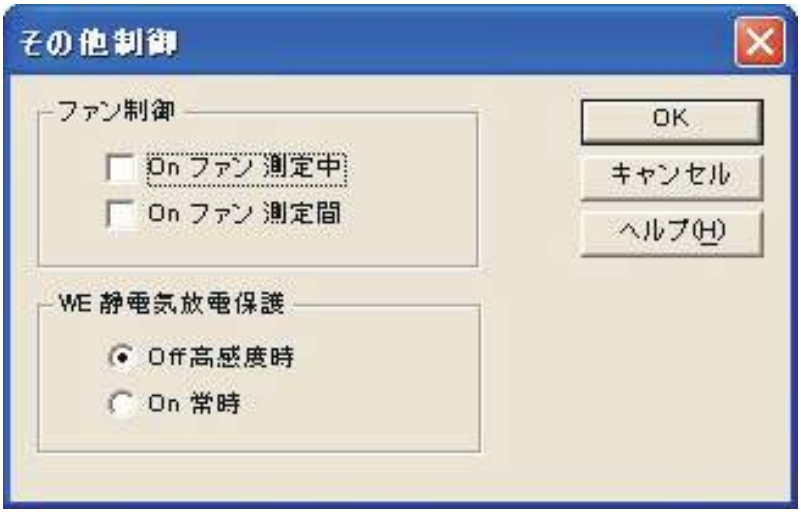
この項をチェックしますと、測定中回転します。この項目はコントロールメニューの測定状況コマンドを ON、OFF します。

### 測定の間の回転

この項をチェックしますと、測定の間回転します。この項目はコントロールメニューの測定状況コマンドを ON、OFF します。

## 5.21 その他コントロールコマンド

このコマンドは冷却ファンと作用電極の静電気放電保護を ON、OFF コントロールします。下図はその他コントロールダイアログボックスです。




次のオプションはファンをコントロール設定できます。:

### ファンコントロール

機器は熱を放散します。殆どの部品は最小電力を消費します。セルに流れる電流が高い場合、バッファーアンプと電圧レギュレーター、その他アンプは暖かくなります。ファンを ON にし、熱を放散し、機器を冷却します。しかしながら、一般的にはメカニカルノイズと同様に電気的な干渉があります。電流感度 $10^{-12}$A/V 以下の時、または自動感度設定が選択されている場合、ファンは自動的に ON になります。選択ボックスをチェックしますと、ファンを測定の間または測定間 ON にできます。

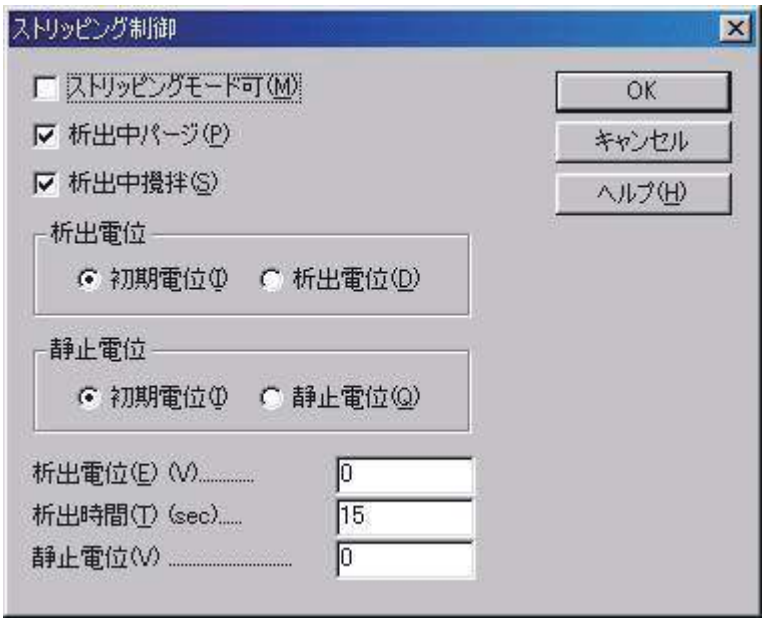
### WE 静電気放電保護

作用電極入力の静電気放電保護回路があります。アンプの入力への静電気放電ダメージを低減するのに有効です。しかしながら、保護回路は入力ステージで漏れ電流を生じます。保護回路による漏れ電流は通常 50 pA 以下です。電流がナノレベルまたはそれ以上ならば大きな問題にはなりません。感度が高い場合、放電保護回路を OFF にするかもしれまぜんが、電気泳動の電気化学検出を行う場合、高電圧フィードスルーを防ぐために常に保護回路は接続する必要があります。

## 5.22 ストリッピングモードコマンド

このコマンドはストリッピングモードの使用可能、使用不可、析出条件を設定できます。ストリッピングモードコマンドは LSV, SCV, DPV, NPV, SWV, ACV, SHACV のテクニックにしか利用できません。ポーラログラフィーモードが選択されていると、利用できません。

下記図はストリッピング制御ダイアログボックスです。




次のオプションはストリッピングモード制御を設定できます。:

### ストリッピングモード使用可能

この項目をチェックすると、ストリッピングモードは使用可能です。可能にする場合、析出ステップが測定中の静止時間ステップ前に挿入されます。析出電位､時間はこのダイアログボックスから選択できます。

析出期間後、静止時間前、ポテンシャルは初期電位に戻ります。ストリッピングステップ中電位走査は初期電位から開始されます。

### 析出中のパージ

この項目をチェックすると、システムは析出期間中パージします。

### 析出中の攪拌

この項目をチェックすると、システムは析出期間中攪拌します。

### 析出電位

ラジオボタンの一つをクリックすることで、析出電位として初期電位または他の電位を選択できます。析出電位として初期電位を選択しない場合、下記に示す析出電位を入力します。

### 析出電位

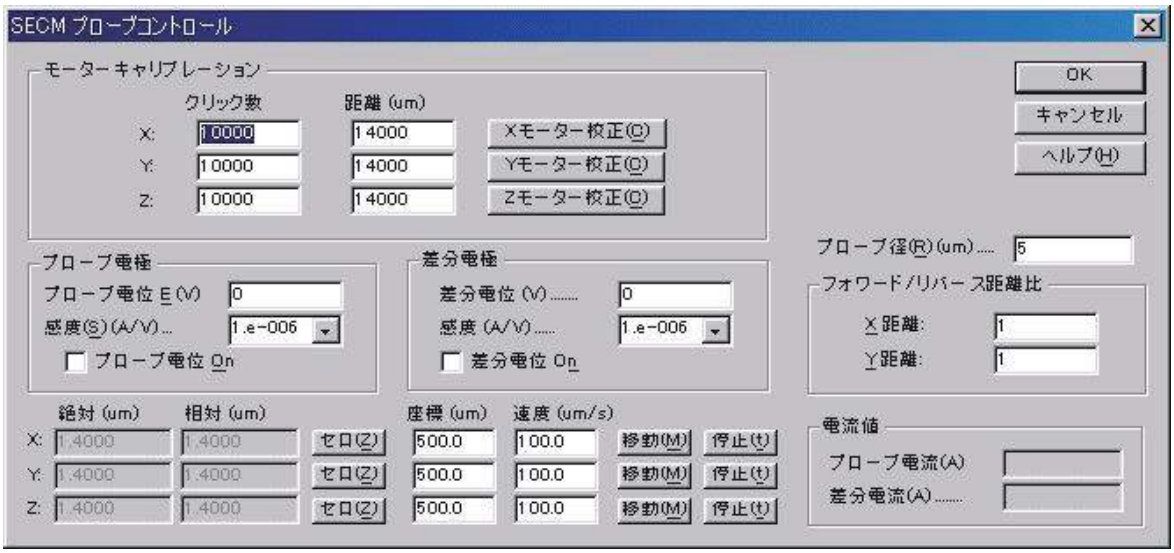
初期電位と異なる析出電位を入力します。この値は初期電位が析出電位として選択されると効果がありません。

### 析出時間

析出時間を入力します。パラメータ範囲は 0 ～ 100,000 です。

## 5.22 SECM プローブコントロールダイアログボックス

下記図は SECM プローブコントロールダイアログボックスです。:




ステージリセット

機器を最初に使用する時、またはステッパーステージ位置が失われた場合、ステージをリセットして下さい。

リセットしますとステージはホームポジョンに移動し、ホームポジョンを記憶します。センターポジョンに移動します。本操作を行う前にチップがチップホルダーに無いことを確認して下さい。さもなければ、モーターはチップを破損します。リセットボタンを押して、センター位置に戻るまでお待ち下さい。 モーターコントローラーを OFF にしても、ステージ位置は記憶されます。

ステッパーステージ移動スピード

移動スピードが 32 um/sec 以下の場合、設定解像度は 1nm です。移動スピードが早すぎる場合、設定解像度と精度は悪くなります。スピードと設定解像度の妥協が必要になります。最大スピードにチッェクしてある場合、モーターは相対的に低い設定解像度で、最大スピードで移動します。移動スピードが速い場合、ステージは僅かながら振動するかもしれません。早い移動を行う場合、ステージの振動によりチップがサンプル表面に接触を避けるためチップを持ち上げることをお奨めします。

ステージ位置の設定と再配置

迅速な再配置用に 4 つの位置があります。それらはユーザーが定義できます。"Set" ボタンを押しますと、このボタンは将来の使用のために記憶します。 "Goto" ボタンを押せば、ステッパーステージはプレセットポイントに移動します。

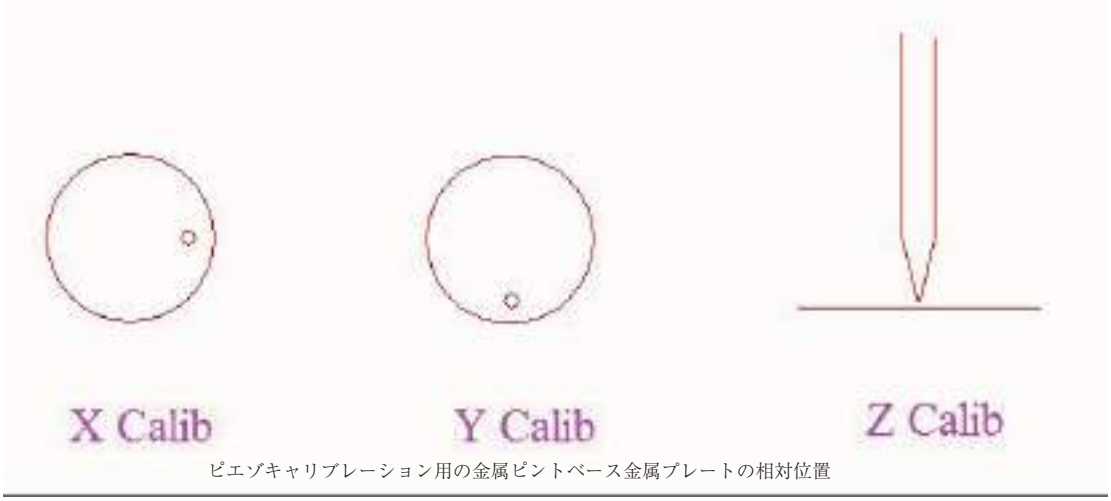
ステッパーステージ位置

ダイアログボックスが開かれますと、ステッパーモーター位置は更新されます。対応軸の "Zero" ボタンをクリックしますと、相対位置の再ゼロができます。対応軸の "Move" ボタンをクリックしますと、ステッパーモーターを移動できます。ステッパー移動をゼロまたは、フルレンジリミットにヒットしますと、警告が発生します。 位置を移動するためにスクロールバーを使用できます。スクロールバーの左矢印または右矢印をクリックしますと、フルスケールの 1/100 移動します。左矢印または右矢印を押し続けますと、最終まで移動します。マウスボタンをリリースするまで、移動します。位置を確認しながらのステージ移動に有効です。

ピエゾステージキャリブレーション

測定前にモデル CHI920D に使用されるピエゾブロックはモーターをキャリブレーションする必要があります。ステッパーモーターの移動距離が既知なので、キャリブレーションはステッパーモーターにより行われます。

キャリブレーション前にセル / サンプルホルダー用四角のステンレスプレートに 4 つのプラスチックワッシャーを置きます。四角のステンレスプレートを留めるために 4 つのナイロンネジを使用します。キャリブレーションの間、金属プレート ( カウンターと参照電極のチップを通じて ) に電圧が印加されます。機器出荷時には四角のプレートは設置されているポジションベースと分離されています。キャリブレーション後、今後使用するためにこれらを保存して下さい、場合によってキャリブレーションが必要になります。




ピエゾキャリブレーション用の金属ピントベース金属プレートの相対位置

キャリブレーションする場合、プローブホルダーに 10KΩ 抵抗を持つステンレスピン ( 機器の付属品 ) を挿入します。金属ピンの位置はセル / サンプルホルダーのベース金属プレートの近傍です。下記図のピンの位置を参照して下さい。ベース金属プレートの上に円で示されています。X、Y キャリブレーションの場合、鋭利なピン先端は金属プレート表面に下げます。X キャリブレーションの場合、ピンは右に移動し、電気的なコンタクトをするために孔の壁を使用します。Y キャリブレーションの場合、ピンは前面に移動し、電気的なコンタクトをするために孔の壁を使用します。Z キャリブレーションの場合、ピンはベース金属プレートの僅か上に置きます。ピンは下に移動し、電気的なコンタクトをするためにベース金属プレートを使用します。作用電極クリップ ( 緑 ) は金属ピンに接続された抵抗に繋ぎます。カウンター電極 ( 赤 ) と参照電極 ( 白 ) はベース金属プレートに繋ぎます。ピンがベース金属プレートに接触し、ピンが金属プレートに接触しているとき、電流が流れる設定です。キャリブレーションの間、モーターは最初マイナス方向に移動します。X、Y、Z 方向はそれぞれタイト、前面、ダウンであることを覚えて下さい。ピエゾは十分に拡張されます。ステッパーモーターはピンがベース金属プレートに接触するまで、+ 方向に移動します。ステッパーモーター位置 1 として保存します。ピエゾは十分に撤回されます。ステッパーモーターはチップがベース金属プレートに接触するまで + 方向に移動します。ステッパーモーター位置 2 が読み込まれます。ステッパーモーター 1 と 2 の差は移動できるピエゾの距離です。

キャリブレーションには数パーセントの偏差があります。数回のキャリブレーションを行うことをお奨めします。左側の編集ボックスに平均キャリブレーション値を入力して下さい。将来のキャリブレーション用に金属ピンを保存して下さい。ピエゾ行動が時間 ( 数ヶ月後 ) と共に変化するかチェックして下さい。

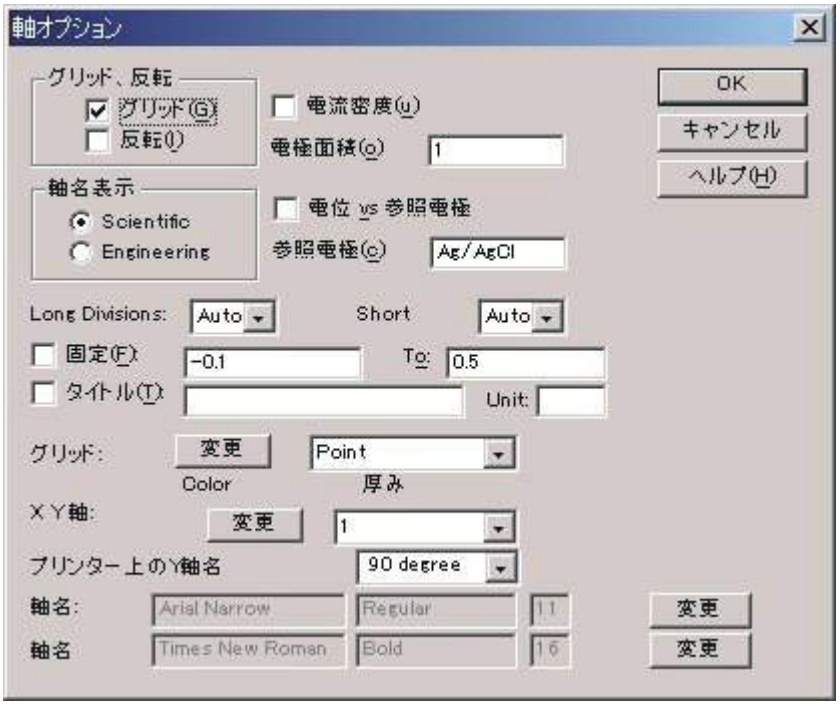
### ピエゾステージ位置

ダイアログボックスを開きますと、プローブ位置は更新されます。対応軸の "Zero" ボタンをクリックしますと、相対位置の再ゼロができます。対応軸の "Move" ボタンをクリックしますと、ステッパーモーターを移動できます。ステッパー移動をゼロまたは、フルレンジリミットにヒットします。

ピエゾを移動するためにスクロールバーを使用できます。スクロールバーの左矢印または右矢印をクリックしますと、フルスケールの 1/100 移動します。

## 6.1 現在のデータプロットコマンド

現在のデータをプロットするためのコマンドです。プロットをズームするために使用するコマンドです。マウスカーソルを X 軸、Y 軸にてクリックすることにより、軸オプションコマンドが表示されます。軸の再スケールならびに軸の名称変更を簡単に行うことができます。感度を同一に設定することにより、データの重ね書き、比較等を行う上で便利な機能です。




軸の設定はグラフオプションの項でも行えますが、ここでの特徴は軸の表示の選択が行えます。また、軸名表示を Scientific としますと、1$\mu$ アンペアーを 1e-6A と表示できます。また、Engineering の場合、1 $\mu$ A と表示します。
データフィルードにマウスを移動し、ダブルクリックしますとテキスト挿入ダイアログボックスが表示されます。

テキストフィールドに表示したいテキストを入力できます。取り消しボタンを用いてテキストフィールドを消去できます。テキストの X 軸、Y 軸の位置も変更できます。挿入したい位置にマウスを移動し、マウスをダブルクリックすると X,Y の座標位置が表示されます。また、文字は 1 度単位で任意の角度に回転できます。
入力したテキストはデータと一緒に保存できます。

テクニックによりデータは各種形式で表示できます。

| テクニック | データ表示形式 |
|---|---|
| CV | スィープセグメント |
| TAFEL | log 電流～電位 |
| | 電流～電位 |
| | 電流密度～電位 |
| CA | i ~ t |
| | $i \sim t^{-1/2}$ |
| CC | Q ~ t |
| | $Q \sim t^{1/2}$ |
| SWV | フォワード電流 |
| | リバース電流 |
| | フォワード、リバース電流 |
| | フォワード、リバース差分電流 |
| | フォワード、リバース電流の合計 |
| | フォワード、リバース電流、総計電流 |
| | フォワード、リバース電流、差分電流 |
| ACV | 絶対電流 |
| | 位相選択電流 |
| | 抵抗 |
| | キャパシタンス |
| PSACV | 絶対電流 |
| | 位相選択電流 |
| | 抵抗 |
| | キャパシタンス |
| BE | チャージ 対 時間 |
| | 電流 対 時間 |
| | 電流 対 log ( 時間 ) |
| IMP | Bode: log Z ~ log (freq) |
| | Bode: phase ~ log (freq) |
| | Bode: log Z"& Z'~ log (freq) |
| | Bode: log Y ~ log (freq) |
| | Nyquist: Z"~ Z' |
| | Admittance: Y"~ Y' |
| | ワールブルグ： Z"& Z'~ $w^{-1/2}$ |
| | Z'~ w Z" |
| | Z'~ Z"w |
| | cot (phase) ~ $w^{1/2}$ |
| IMP-t or IMP-E | log Z ~ t or E |
| | phase ~ t or E |
| | Z ~ t or E |

| | |
|---|---|
| | Z'~ t or E |
| | Z"~ t or E |
| | Z'& Z"~ t or E |
| | log (Z'& Z"~ t ) or E |
| | log Y ~ t or E |
| | Y ~ t or E |
| | Y'~ t or E |
| | Y"~ t or E |
| | Y'& Y"~ t or E |
| | log (Y'& Y" ~ t) or E |
| IMP-E | Rs ~ E |
| | Cs ~ E |
| | Rp ~ E |
| | Cp ~ E |
| | 1 / (Cs × Cs) ~ E (Mott-Schottky) |
| | 1 / (Cp × Cp) ~ E (Mott-Schottky) |
| CP, PSA | 電位 〜 時間 |
| | dE/dt 〜 時間 |
| | dt/dE 〜 電位 |
| | 電位 ~ チャージ |

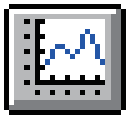
データ表示フォーマットを選択する場合、グラフオプションコマンドを起動します。

データがディスクに保存された時、表示フォーマットもまた保存されます。データが読込まれた時、保存される前と同じように表示されます。これはまた上書きプロット、パラレルプロット、多数ファイル印刷にて有効です。

グラフオプション、色と説明、フォントコマンドによってデータプロットをカスタマイズできます。

このコマンドデータがないと使用できません。

このコマンドはツールバーボタンがあります :



## 6.2 データ重ね書き表示コマンド

このコマンドを使用すると、シングルプロットに多数のデータをプロットします。これは特にデータ比較に有効です。色と説明は対応するファイル名と一緒に表示されます。プロットしたい必要なデータを選択できます。
多数のファイルを選択できます。多数のファイルを選択する場合、選択したいファイル名にマウスカーソルをポイントし、Ctrl キーを押しながら、一度に左マウスボタンでクリックします。

このコマンドは同じディレクトリーの多数のファイルを選択できます。異なるディレクトリーまたはディスクでデータを多重にする場合、データを多重に追加コマンドを使用して下さい。

下図は多重プロットのダイアログボックスです：

プロットのスケールは現在の電流データに応じて決ります。このコマンドはデータのタイプをチェックしません。両 X, Y 値がプロットスケールの中にあるのであれば、データポイントはプロットされます。

グラフオプション色、説明フォントコマンドによってデータプロットをカスタマイズできます。特に、各トレースの色、説明は色と説明コマンドにて指定できます。

データ重ね書き表示コマンドはデータがないと使用できません。

## 6.3 データを重ね書きに追加コマンド

このコマンドは上書きプロットコマンドの補足的なものです。それは全てのデータを再選択することをせずに、更にデータを上書きプロットに追加します。異なるディレクトリー、ディスクのデータを多重できます。多数のファイルが選択できます。多数のファイルを選択する場合、選択したいファイル名にマウスカーソルをポイントし、Ctrl キーを押しながら、一度に左マウスボタンでクリックします。

下記図はデータ多重の追加ダイアログボックスです：

プロットのスケールは現在の電流データに応じて決まります。このコマンドはデータのタイプをチェックしません。両 X, Y 値がプロットスケールの中にあるのであれば、データポイントはプロットされます。

グラフオプション色、説明、フォントコマンドによってデータプロットをカスタマイズできます。特に、各トレースの色、説明は色と説明コマンドにて指定できます。

データ重ね書きに追加コマンドはデータがないと使用できません。このコマンドは現在のプロット状況が上書きプロットでない場合、使用できません。

## 6.4 パラレルデータ表示コマンド

このコマンドはパラレルモードで多数のデータセットをプロットします。これは異なるテクニック、データ比較したいデータを観察するのに有効です。すでに選択したデータと一緒にプロットしたいデータファイルを選択できます。多数のファイルが選択できます。多数のファイルを選択する場合、選択したいファイル名にマウスカーソルをポイントし、Ctrl キーを押しながら、一度に左マウスボタンでクリックします。

このコマンドは同じディレクトリーで多数のファイルを選択できます。異なるディレクトリー、またはディスクのデータをパラレルにする場合、データをパラレルに追加コマンドを使用して下さい。

下記図はパラレルデータプロットのダイアログボックスです：

スケール固定が使用されていない場合、各プロットのスケールは自動的にディスクから読込まれた各データセットに応じて決ります。スケールを固定する場合、全てのプロットは同じ固定スケールによって表示されます。スケールを固定するにはグラフオプションコマンドを使用して下さい。

グラフオプション色、説明フォントコマンドによって、データプロットをカスタマイズできます。

パラレル表示コマンドはデータが無い時、無効です。

## 6.5 データをパラレルに追加コマンド

このコマンドはパラレルプロットコマンドの補足的なものです。それは全てのデータを再選択することをせずに、更にデータをパラレルプロットに追加します。異なるディレクトリー、ディスケットのデータをパラレルプロットに追加とプロット順番を整理します。多数のファイルが選択できます。多数のファイルを選択する場合、選択したいファイル名にマウスカーソルをポイントし、Ctrl キーを押しながら、一度に左マウスボタンでクリックします。

下記図はデータをパラレルに追加ダイアログボックスです：

プロットスケールは現在のデータに応じてプロットされます。このコマンドはデータの種類をチェックしません。両 X,Y 値がプロットスケールに入るならば、データポイントはプロットされます。

グラフオプション色、説明フォントコマンドによってデータプロットをカスタマイズできます。

このコマンドはデータがないと使用できません。このコマンドは現在のプロット状況がパラレルプロットでないと使用できません。

## 6.6 ズームコマンド

このコマンドはデータプロットを拡大します。

これはトグルスイッチです。ズーム機能が使用できる時、チェックマークがメニュー項目の下に表れます。ツールバーのズームを押しますと、データプロットエリアにマウスカーソルを移動させると上向き矢印のカーソルが現れます。

拡大する場合、一つの角でマウスボタンを押し、観察したエリアの対角線上にドラッグし、マウスボタンを放します。

元に戻したい場合、ズームコマンドを再度クリックします。この操作はズーム機能を無効にします。

このコマンドのツールバーボタンは下図の通り：

## 6.7 マニュアル結果コマンド

このコマンドはピークまたは波形ポテンシャル、電流、面積をマニュアルで結果を表示することができます。ピークまたは波形のベースラインを視覚的に調べることができます。

これはトグルスイッチです。マニュアル結果コマンドを有効にした時、チェックマークがメニュー項目の下に表れます。マニュアル結果ツールバーボタンが押された状態にあります。データプロットエリアにマウスカーソルを移動させると上向き矢印のカーソルが現れます。

ピークまたは波形を正確にレポートするために、ピーク定義コマンドによりピーク波形を定義しなければなりません。ピーク波形はガウス､拡散またはシグモイダルになります。ピーク ( または波形 ) ポテンシャル、半値ピーク ( または波形 ) ポテンシャル、ピーク ( または波形 ) 電流、ピーク面積を知りたい場合、調べることができます。

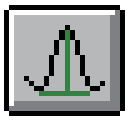
ガウスピークの場合、ベースラインはピークの 2 つのサイドの 2 ポイントにより調べられます。1 ポイントでマウスボタンを押し、それをドラッグし、他のポイントでマウスボタンを放します。ピークを接続する垂線がベースラインとして表れます。数値レポートはプロットの右側に示されます。

拡散ピークの場合、ベースラインはピークの底部を拡張して調べます。ベースラインを調べるために、ベースラインの底部でマウスボタンを押し、ドラッグしピークポテンシャルを通した後、マウスボタンを放します。ピークを接続する垂線がベースラインとして表れます。数値レポートはプロットの右側に示されます。注意 : ピーク面積がレポートされた時、それは半値ピーク面積です。

シグモイド波形の場合、2 つのベースラインが必要です。一つは波形の底部にします。もう一つは波形のプラトー部分です。ベースラインを調べるために、マウスボタンを押し、ドラッグし、放します。2 っのベースラインを繋ぐ垂線、波形の中間を通る線が表れます。数値データはプロットの右側に示されます。

次のコマンドでマニュアルでピーク検索を行えます。

このコマンドのツールバーボタンは下図の通り：

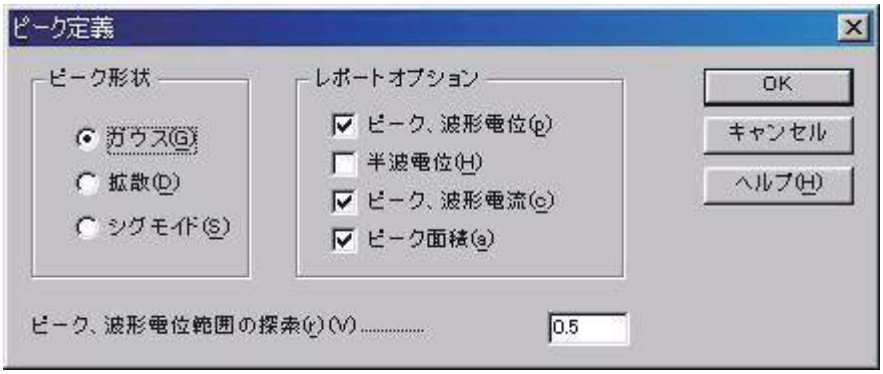


## 6.8 ピーク定義コマンド

このコマンドを使用すると、ガウス、拡散またはシグモイダルのピーク波形を定義します。ピーク ( または波形 ) ポテンシャル、半値ピーク ( または波形 ) ポテンシャル、ピーク ( または波形 ) 電流、ピーク面積を報告したい場合、設定することができます。

ピーク定義は自動、マニュアル結果レポートが使用されます。

下記図はピーク定義ダイアログボックスです：




次のオプションはピーク波形を定義でき、報告に必要なパラメータも設定できます。:

ピーク波形

データの性質に応じて、ピーク波形を選択できます。ピーク波形はガウス、拡散またはシグモイドです。ピーク波形は電気化学テクニックに応じて決まります。テクニックを変える毎にデフォルト値はピーク波形を割り当てます。しかし、設定は変更できます。

レポートオプション

ピーク ( または波形 ) ポテンシャル、半値ピーク ( または波形 ) ポテンシャル、ピーク ( または波形 ) 電流、ピーク面積を報告したい場合、設定することができます。

ピークまたは波形検索ポテンシャル範囲

ピーク波形により、ピーク検索ポテンシャル範囲は調整されます。幅の広いピークまたは波形の場合､検索ポテンシャル範囲は大きくなり､逆もまた同様です｡検索ポテンシャル範囲はピークまたは波形の両サイドを含みます。

このパラメータは自動結果レポートだけに意味があります。

サイクリックボルタンメトリーデータの場合、グラフメニューのグラフオプションコマンドでセグメントを選択できます。

このコマンドのツールバーボタンは下図の通り：

## 6.9 XY プロットコマンド

このコマンドを使用すると、X-Y データを作成できます。データに直線フィッティングもできます。

データ編集後、OK ボタンをクリックします。 X-Y プロットは一時的なものです。他のデータ表示コマンドが実行されますと、それは消えます。しかし、データプロットをカスタマイズするためにグラフオプション、色、説明、フォントコマンドが使用できます。

下記図はＸＹプロットのダイアログボックスです：

次のオプションはデータの編集、プロットオプションの入力が行えます：

XY データ配列編集

ＸＹデータポイントを入力します。セパレーターとしてコンマまたはスペースを使用します。データの各対は一行となります。：

x1, y1
x2, y2
x3, y3
.....

読み込み

このコマンドは保存データを読み込むために使用します。

保存

このコマンドはデータを保存するために使用します。XY タイトル、単位、ヘッダー、注意はデータと一緒に保存されます。

多重プロット

このコマンドを使用すると幾つかのデータプロットを多重するために使用します。記号と記号に繋ぐライン両方が必要ならば、2 つの異なる名前でデータ保存、色と説明コマンドを使用

して、最適な説明の選択をします。スケールを固定する場合、グラフオプションコマンドを使用してください。

システムは多重データ表示ダイアログボックスを表示し、XY データ配列編集でデータと一緒にプロットしたいデータファイルを選択できます。多数のファイルが選択できます。

プロットのスケールは XY データ配列編集でのデータに応じて決まります。両 X、Y 値がプロットスケールの中にある場合、データポイントはプロットされます。

### パラレルプロット

このコマンドを使用すると、パラレルモードで多数のデータセットをプロットします。

システムはパラレルデータを表示し、XY データ配列編集でデータと一緒にプロットしたいデータファイルを選択できます。多数のファイルが選択できます。

スケールが固定されていない場合、各プロットはディスクから読み込まれる各データセットに応じてスケールが決まります。後者の場合、すべてのプロットは同じ固定スケールを持ちます。スケールを固定する場合、グラフオプションコマンドを使用して下さい。

### プロット

このコマンドを使用すると XY データ配列編集をプロットします。

プロットのスケールはデータ範囲に応じて自動的に決まります。スケールを固定する場合、グラフオプションコマンドを使用して下さい。

### XY タイトル

X Y タイトルを入力します。

### 単位

カスタマイズした XY 軸タイトルの単位または次元を入力

### ヘッダー

これはヘッダーテキスト編集ボックスです。ヘッダーをここに入力しますと、プロットのトップにヘッダーを表示します。グラフオプションコマンドを使用してヘッダーチェックボックスをチェックします。

### 注

これは注テキスト編集ボックスです。注をここに入力します。注はプロットに表示できませんが、データファイルに保存できます。データのコメント、後で目的、データの条件を思い出すために使用します。

### 直線フィッティング

このボックスをチェックしますと、データは最小二乗法により直線的にフィットします。最適なフィットラインはプロット上に表れます。

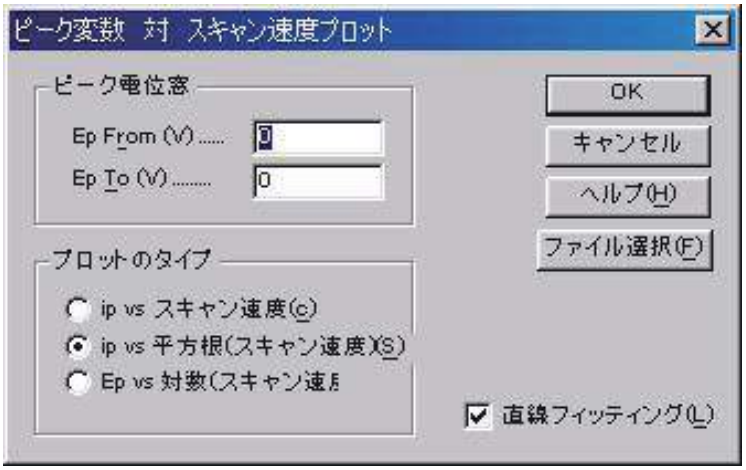
## 6.10 ピーク変数　対　スキャン速度プロットコマンド

このコマンドはピーク電流 対 スキャン速度、ピーク電流 対 スキャン速度の平方根、ピークポテンシャル 対 スキャン速度の対数をプロットするために使用します。可逆表面反応の場合、ピーク電流はスキャン速度に比例します。可逆拡散系の場合、ピーク電流はスキャン速度の平方根に比例します。ピークポテンシャルは可逆系の場合、独立しています。スキャン速度の関数としてピークポテンシャルのシフトは遅い反応速度または化学的な複雑さのどちらかを示します。

データを直線フィッティングできます。このコマンドはサイクリックボルタンメトリーまたはリニアースィープボルタンメトリーデータにのみ働きます。CV データの場合、システムは最近使用されたデータセグメントのみ検索します。

ピークの電位窓を設定し、最適なファイルを選択した後、OK ボタンをクリックし、プロットします。 X-Y プロットは一時的です。他のデータ表示コマンドが実行されますと、それは消えます。しかし、プロットをカスタマイズするためにグラフオプション、色、説明、フォントコマンドは使用できます。

システムはピークパラメータ 対 スキャン速度プロットダイアログボックスを表示します：




次のオプションはピークの電位窓の設定、データファイルの選択ができます：

### ピーク電位窓

可能なピークポテンシャル範囲を入力します。システムは指定電位範囲を検索します。このポテンシャル範囲で最初のピークが検出されると、プロットに使用されます。

### プロットのタイプ

ピーク電流 対 スキャン速度またはピーク電流 対 スキャン速度の平方根またはピークポテンシャル 対 スキャン速度の対数をプロットできます。

### 直線フィッティング

このボックスをチェックしますと、データは最小二乗法により直線的にフィットします。最適なフィットラインはプロット上に表れます。

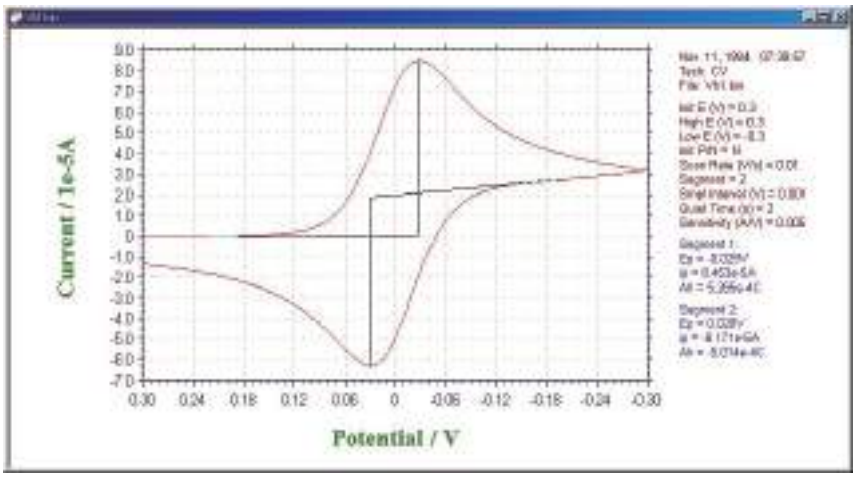
### ファイル選択

データをプロットする場合、ファイルを選択しなければなりません。CV または LSV データのみが読込まれます。他のテクニックで得られたデータは無視されます。少なくとも異なるスキャン速度で得られた 3 つのデータファイルを選択します。

### 6.10.1 ピーク変数プロットコマンドの操作法

グラフィックツール内にあるこのコマンドはピーク電流 対 スキャン速度、ピーク電流 対 スキャン速度の平方根、ピークポテンシャル 対 スキャン速度の対数をプロットを自動的に行う際に使用します。

このコマンドはサイクリックボルタンメトリーまたはリニアースィープボルタンメトリーデータにのみ働きます。CV データの場合、システムは最初のデータセグメントのみ検索します。



ピーク変数プロットコマンドをクリックし、ピークの電位窓等の諸条件を設定します。

#### ピーク電位窓

ピークポテンシャル範囲を入力します。システムは指定電位範囲を検索します。このポテンシャル範囲で最初のピークが検出されると、プロットに使用されます。

#### プロットのタイプ

ピーク電流 対 スキャン速度またはピーク電流 対 スキャン速度の平方根またはピークポテンシャル 対 スキャン速度の対数をプロットできます。

#### 直線フィッティング

このボックスをチェックしますと、データは最小二乗法により直線的にフィットします。最適なフィットラインはプロット上に表れます。

可逆表面反応の場合、ピーク電流はスキャン速度に比例します。

薄層セルの場合

可逆系 :
$$i_p = \frac{n^2 F^2 v V C_O^*}{4RT}$$

不可逆系 :
$$i_p = \frac{n a\ n_a F^2 V v C_O^*}{2.718RT}$$

表面反応

可逆系 :
$$i_p = \frac{n^2 F^2 v A \Gamma_O^*}{4RT}$$

不可逆系 :
$$i_p = \frac{n a\ n_a F^2 A v \Gamma_O^*}{2.718RT}$$

可逆拡散系の場合、ピーク電流はスキャン速度の平方根に比例します。

可逆系 : $$i_p = (2.69 \times 10^5) n^{3/2} A D_O^{1/2} v^{1/2} C_O^*$$

不可逆系 : $$i_p = (2.99 \times 10^5) n(a\ n_a)^{1/2} A D_O^{1/2} v^{1/2} C_O^*$$

ピークポテンシャルは可逆系の場合、独立しています。スキャン速度の関数としてピークポテンシャルのシフトは遅い反応速度または化学的な複雑さのどちらかを示します。

先行反応 ($C_rE_r$)

$$E_{p/2} = E^o - \frac{0.007}{n} - \frac{0.029}{n} \log k_b + \frac{0.029}{n} log\ v$$

$k_b$ は先行反応の逆反応速度定数です。

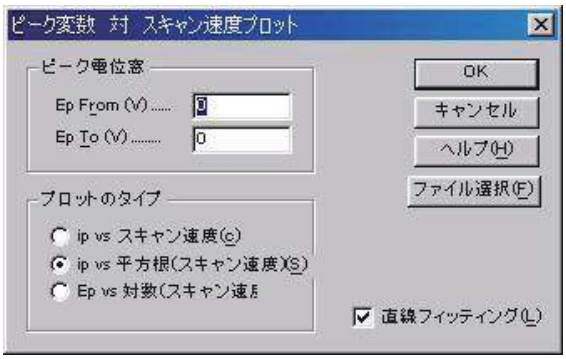
後続反応

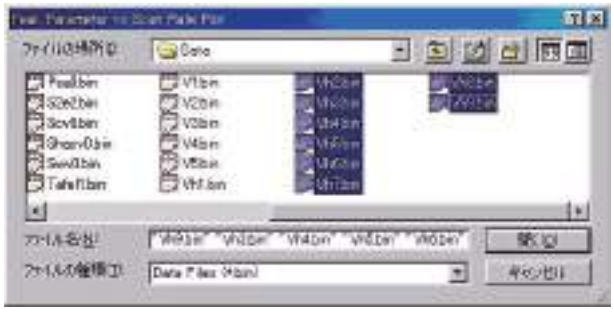
$$E_p = E^O + \frac{RT}{nF} \ln \frac{D_O^{1/2}}{D_R^{1/2}} - 0.78 \frac{RT}{nF} + \frac{RT}{2nF} \ln \frac{kRT}{nFv}$$

k は化学反応速度定数です。

ファイル選択

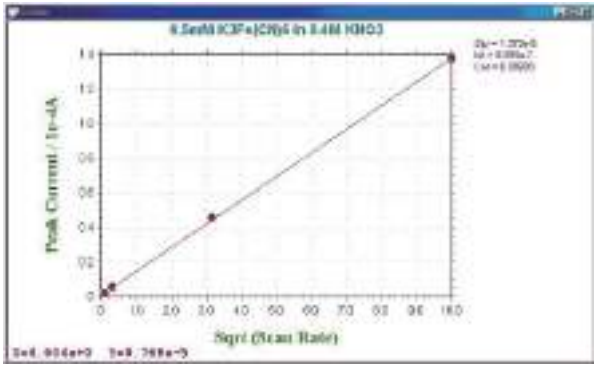
必要なファイルを選択した後、開くボタンをクリックし、目的のデータを取り込みまれます。CV または LSV データのみが読込まれます。他のテクニックで得られたデータは無視されます。少なくとも異なるスキャン速度で得られた 3 つのデータファイルを選択します。



プロット

取り込みが終了後、OK をクリックするとプロットがおこなわれます。プロットは一時的なもので、他のデータ表示コマンドが実行されますとグラフは消えますが、プロットをカスタマイズするためのグラフオプション、色、説明、フォントコマンドは使用できます。



## 6.11 電流ー電位半対数プロットコマンド

このコマンドを使用しますと、電流ー電圧半対数プロットを作成します。このプロットは定常状態応答のデータ解析には有効です。半積分または積分による拡散またはピーク波形の応答をシグモイダル曲線に変換でき、データ解析を行います。可逆反応の場合、ポテンシャル軸の切片は半波電位で勾配 0.059/n mV です。予想した勾配からのずれは遅い反応速度または電極反応の複雑さを示します。

データの直線フィッテングを行うこともできます。

プロットのオプションを設定した後、OK ボタンをクリックし、プロットします。 X-Y プロットは一時的です。他のデータ表示コマンドが実行されますと、それは消えます。しかし、データプロットをカスタマイズするためにグラフオプション、色、説明、フォントコマンドは使用できます。

システムは電流 - 電圧半対数プロットダイアログボックスを表示します :

次のオプションはプロットパラメータを設定できます :

### 電位窓

プロットしたいデータの電位窓を入力します。電位窓は 0.059/n V 以内の半波電位周辺です。データポイントは指定電位窓を超えるデータポイントは無視されます。

### 直線フィッティング

このボックスをチェックしますと、データは最小二乗法により直線的にフィットします。最適なフィットラインはプロット上に表れます。

## 6.12 スペシャルプロットコマンド

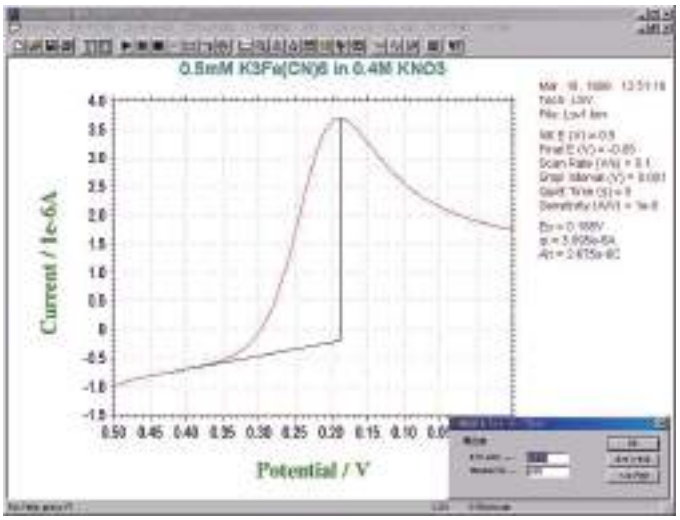
このコマンドは腐食領域で用いられる分極抵抗を算出します。

リニアスィープボルタンメトリーの場合、測定したデータをスペシャルプロットでデータ解析することにより分極抵抗が得られます。分極抵抗プロットのメニューを下記に示します。

中心電位と電位範囲を入力し、OK をクリックしますと、分極抵抗プロットが表示されます。そしてデータの中に分極抵抗と相関係数が算出されます。分極抵抗プロットは一時的な計算なので、データ表示コマンドを立ち上げますと、画面は消えてしまいます。また、データを分り易い形式で表示させる場合、グラフオプションの色、説明コマンドを用いてデータポイントを見やすい形式に変換して下さい。

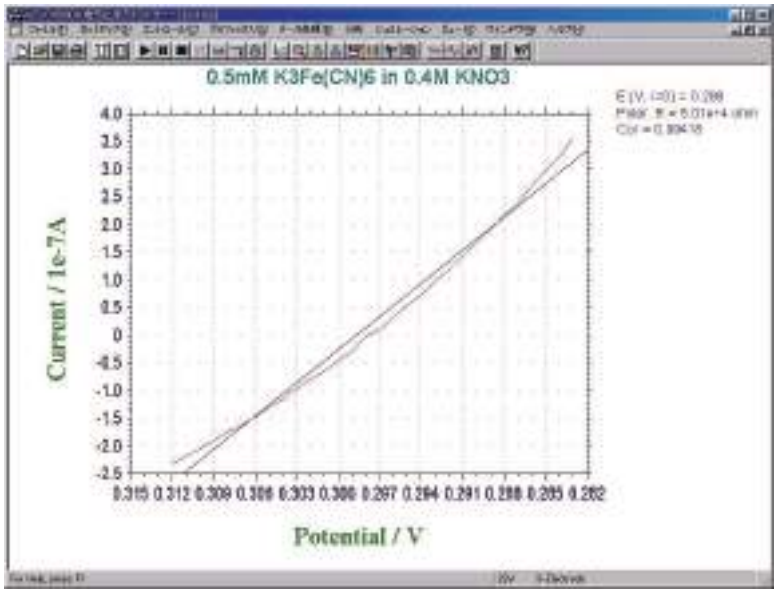
### スペシャルプロットの操作法

このコマンドでは、LSV における分極抵抗のプロットが行えます。LSV で測定したグラフを表示後、グラフィックツール内のスペシャルプロットをクリックします。




コマンドをクリックすると、電流値が０A となる電位をプログラムが自動的にチェックし下記のように表示します。Window(V) により表示する電位範囲を指定します。もし、０A の測定点が見つからない場合にはエラーメッセージが表示されます。

OK をクリックするとプロットがおこなわれます。プロットは一時的なもので、他のデータ表示コマンドが実行されますとグラフは消えますが、プロットをカスタマイズするためのグラフオプション、色、説明、フォントコマンドは使用できます。



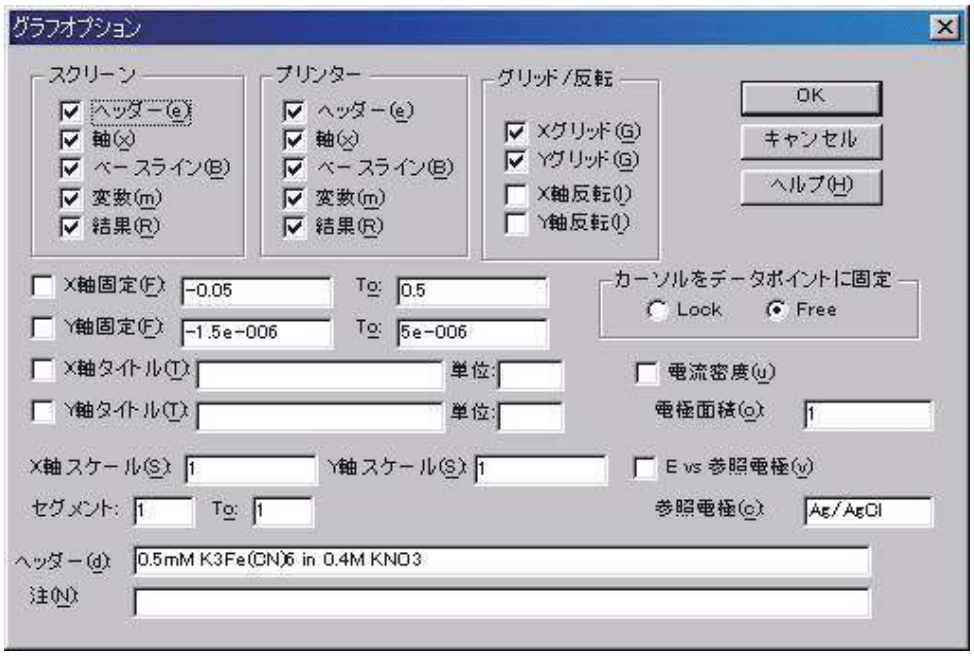
## 6.13 グラフオプションコマンド

このコマンドを使用すると、グラフプロットオプションを選択できます。

グラフオプションは選択的にプロット見出し、XY グリッド、XY 軸反転を ON、OFF できます。XY 軸の固定、XY 軸タイトルのカスタマイズ、データが一緒に保存できるメモを書くことができます。

プログラムを終了した時、ほとんどのパラメータは保存されます。プログラムを再スタートした時、再読込みします。

下記図はグラフオプションダイアログボックスです：




次のオプションはグラフオプションを選択できます。:

### スクリーン

ヘッダー、軸、ベースライン、パラメータ、結果をスクリーン上で選択的に ON、OFF できます。

ヘッダーはプロットのトップの見出しです。ヘッダーテキストはヘッダーテキストエリアに入力できます。

ベースラインは視覚的にピークまたは波形を定義するために引かれます。

スクリーンオプションはプリンターオプションとは無関係です。

### プリンター

ヘッダー、軸、ベースライン、パラメータ、結果をスクリーン上で選択的に ON、OFF できます。

プリンターオプションはスクリーンオプションとは無関係です。

### 軸、反転

選択的に X Y グリッド、X Y 反転の ON、OFF ができます。

X Y 反転は X Y 軸の極性を変更できます。これは一時的な変更に使用します。 X Y 軸極性をデフォルトに変更したい場合、セットアップメニューのシステムコマンドを使用します。

### XY 軸固定

項目をチェックすることにより X Y 軸を固定で、固定スケールを入力できます。X、Y 軸は別々に制御できます。

X Y 軸固定がチェックされませんと、X Y スケールは現在使用された値を示します。

XY 軸の整数値の印を付けるために、X Y 軸は入力した正確なスケールで固定できないことがあります。

### XY タイトル

各電気化学テクニックの場合、システムはデフォルトの XY 軸タイトルを与えます。それをカスタマイズする場合、項目をチェックし、タイトルを入力します。

### 単位

カスタマイズした X Y 軸タイトルの単位または次元を入力できます。

### XY スケール

XY スケールの変更によりプロットサイズを変更できます。デフォルト XY スケールはサイズで 1 です。

これはパブリケーションのために必要なサイズにプロットしたい時、またはワープロに図をペーストする時、有効です。

### データ

プロットしたいデータを選択します。テクニックにより、選択は変ります。現在のデータプロットコマンドを参照して下さい。

### 電流密度

この項目がチェックされた時、電流密度が表示されます。

### 電極面積

電極面積は電流密度を計算するために使用されます。

### 電圧 対 参照電極

デフォルトにより、電位軸タイトルは Potential / V です。この項目がチェックされている場合、実験に使用される参照電極のタイプが電位軸タイトルに添付されます。例えば、電位軸は Potential / V vs SCE となります。参照電極 : プロンプットした後、編集ボックスの参照電極を入力します。

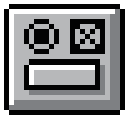
### ヘッダー

これはヘッダーテキスト編集ボックスです。ヘッダーをここに入力します。プロットのトップにヘッダーを表示する場合、スクリーンまたはプリンターオプションのヘッダーチェックボックスをチェックします。

### 注

これは注テキスト編集ボックスです。注をここに入力します。注はプロットに表示できませんが、データ情報として表示され、データファイルに保存されます。実験のコメント、実験の条件、目的を後で思い出すために利用します。

このコマンドはツールバーボタンがあります :



## 6.14 色、説明コマンド

このコマンドを使用すると、グラフプロットの色、説明が選択できます。

バックグラウンド、軸、グリッド、データ曲線の色の変更ができます。データ曲線、グリッドの説明もまた変更できます。

色、説明はプログラムの終了時に保存され、プログラムを起動する時に読込みます。

テキストの色を変更する場合、フォントコマンドを使用して下さい。

下記図は色、説明コマンドのダイアログボックスです：

次のオプションはプロットの色、説明を選択できます。:

### 曲線 #

曲線 0 は最近のデータを表します。曲線 1 ～ 9 は多重プロット用です。多重された曲線はここで定義された順番の色が使用されます。

### 色

データ曲線、グリッド、軸、バックグラウンドの色を選択できます。色を変更する場合、変更プッシュボタンを押します。システムは色ダイアログボックスを表示し、色が選択できます。色ダイアログボックスについての詳細を知りたい場合、ウィンドウズユーザーズマニュアルを参照して下さい。

テキストの色を変更する場合、フォントコマンドを使用して下さい。

### 説明

データ曲線、グリッド説明を選択できます。説明はライン、ポイント、○、他のパターンになります。

曲線またはグリッドの説明用にポイントが選択された時、あるプリンターまたはプロッターでは表示されないかもしれません。例えば、HP 社レザージェット IV は HPGL モードでドットを印字しませんが、ラスターモードではドットを印字します。プリンターの最適な組み合せについてはプリンターのマニュアルを参照して下さい。

### サイズ

説明のサイズまたはラインの厚みを指定できます。

### 間隔

プロットのデータ密度を変更できます。オリジナルデータ密度は 1 です。大きな間隔はデータポイント密度を低下します。これは多重プロットと異なる説明を使用した時、有効です。

### デフォルト

このプッシュボタンを押しますと、全ての色、説明をシステムのデフォルトにリセットします。

このコマンドはツールバーボタンがあります：

## 6.15 フォントコマンド

このコマンドを使用すると、プロットで使用されたテキストのフォント ( スタイル、サイズ、色 ) を選択できます。

プリンターの Y 軸タイトル回転角度を選択できます。

フォントはプログラムを終了した時、保存されます。プログラムを再スタートした時、再読込みされます。

下記図はフォント選択ダイアログボックスです：

フォント、スタイル、サイズ、テキストの色を変更する場合、変更プッシュボタンを押します。

Y 軸は下からトップまで移動できますが、プリンターにより文字の回転角度を定義できます。例えば、HP 社レーザージェット IV は希望の回転を 90° として定義できますが、IBM、Lexmark 4039 12R は 270° として定義されます。 Y 軸タイトルが上から下に変わった場合、選択を変更します。

システムはフォントダイアログボックスを表示し、フォントを選択できます。フォントについて更に詳細を知りたい場合、ウィンドウズユーザーマニュアルを参照して下さい。

デフォルトプッシュボタンを押しますと、全てのフォントはシステムのデフォルトにリセットされます。

このコマンドはツールバーボタンがあります：

## 6.16 クリップボードへのコピーコマンド

　このコマンドを使用しますと、プロットをクリップボードにコピーできます。そのデータをワープロ等にペーストできます。
　このコマンドは測定またはデジタルシュミレーションを実行中にも働きます。

このコマンドはツールバーボタンがあります：

## 7.1 スムージングコマンド

このコマンドを使用すると、現在のデータのスムージングを行います。
スムージングのダイアログボックスを示します。:

スムージングを行う場合、OK プッシュボタンをクリックします。
次のオプションはスムージングのパラメータとモードを選択できます。:

### モードの選択

スムージングモードの選択 : 最小二乗法またはフーリェ変換スムージング

### 最小二乗法

Savitzky、Golay アルゴリズムはこのテクニックで使用されます。5 ～ 49 までの奇数ポイントはスムージングで使用されます。ポイント数が多いと、スムージング効果は良くなりますが、歪みも大きくなります。

Savitzky、Golay アルゴリズムの詳細については、"Smoothing and Differentiation of Data by Simplified Least Squares Procedures", Anal. Chem., 36, 1627-1639 (1964) を参照して下さい。

### FT カットオフ (1/s or 1/V)

フィルターカットオフ周波数を指定します。タイムベース実験の場合、CA, CC, TB..., を含み、1/s または Hz は単位です。ボルタンメトリーの場合、単位は 1/V、物理的な意味は 1 ボルトのポテンシャル範囲でシグナルサイクルが何回許容されるかです。カットオフが低いと、スムージング効果は良好ですが、歪みを生じます。

フーリェ変換スムージングは D.E. Smith 等により提案された方法によって行われます。アルゴリズムの詳細については "Some Observations on Digital Smoothing of Electroanalytical Data Based on the Fourier Transformation", Anal. Chem., 45, 277-284 (1973) を参照して下さい。

一般的に、フーリェ変換スムージングは非常に効果的です。シグナルバンドはノイズバンドと分離される場合、歪みも小さくなります。一方この方法は相対的に時間がかかります。

### 測定後のスムージング

このボックスがチェックされると、測定後、自動的にスムージングされます。TAFEL, BE, IMP のようなテクニックではスムージングはできません。 このオプションはコントロールメニュー測定状況コマンドから ON、OFF できます。

### 現在のデータの無効

このボックスをチェックしますと、現在のデータはスムージングされたデータに交換されます。さもなければ、スムージングデータは表示されますが、現在のデータを無効にしません。この場合、グラフィックメニューから現在のデータのプロットコマンドを実行した時、オリジナルデータは再度現れます。

このコマンドはツールバーボタンがあります：

## 7.2 微分コマンド

このコマンドを使用すると、現在のデータを微分します。

一次微分すると Y 軸は Y 単位 /X 単位となります。例えば、ボルタンメトリーの場合、Y 軸は A/V となり、i-t の場合、Y 軸は A/S となります。新しい単位は明確に表示されませんので、注意してください。

システムは微分ダイアログボックスを表示します。

微分を行う場合、OK プッシュボタンをクリックします。

次のオプションは微分の次数、パラメータを選択できます :

### 次数の選択

微分の次数、一次、二次、三次、四次、または五次を選択します。

### 最小二乗法

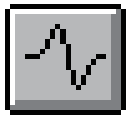
Savitzky、Golay アルゴリズムで微分を行う時に使用されます。5 〜 49 までのポイントの奇数が使用されます。微分は高周波数ノイズを増幅する傾向がありますので、相対的に大きな値が考慮されます。ポイント数が多いと、微分データのノイズは少なくなりますが、歪みは大きくなります。

Savitzky、Golay アルゴリズムの詳細については "Smoothing and Differentiation of Data by Simplified Least Squares Procedures", Anal. Chem., 36, 1627-1639 (1964) を参照して下さい。

### 現在のデータの無効

このボックスをチェックしますと、現在のデータはスムージングされたデータに交換されます。さもなければ、スムージングデータは表示されますが、現在のデータを無効にしません。この場合、グラフィックメニューから現在のデータのプロットコマンドを実行した時、オリジナルデータは再度現れます。

このコマンドはツールバーボタンがあります :



## 7.3 積分コマンド

このコマンドを使用すると、現在のデータを積分します。

積分すると Y 軸は Y 単位 x X 単位となります。例えば、ボルタンメトリーの場合、Y 軸は AV となり、i-t の場合、Y 軸は AS( クーロン ) となります。新しい単位は明確に表示されませんので、注意してください。

システムは積分ダイアログボックスを表示します。

積分を行う場合、OK プッシュボタンをクリックします。

次のオプションは積分のパラメータの選択を行います。:

### 現在のデータの無効

このボックスをチェックしますと、現在のデータはスムージングされたデータに交換されます。さもなければ、スムージングデータは表示されますが、現在のデータを無効にしません。この場合、グラフィックメニューから現在のデータのプロットコマンドを実行した時、オリジナルデータは再度現れます。

## 7.4 半積分、半微分コマンド

このコマンドを使用すると、現在のデータを半積分または半微分できます。

半微分、半積分は有効です。半微分を使用すると拡散のピークをガウスピークに変換でき、解像度の向上と測定が容易になります。拡散ピークをシクモイド波形に変換し、時間—独立した定常状態がプラトーになります。電流—電圧半対数分析を含むポーラログラフィック理論データ解釈に使用できます。

システムは半積分、半微分ダイアログボックスを表示します。

半積分または半微分を行う場合、OK プッシュボタンをクリックします。

次のオプションは畳み込みのパラメータを選択できます。:

### 次数の選択

半積分または半微分の一方を選択します。

### 現在のデータを無効

このボックスをチェックすると、現在のデータは畳み込みされたデータに交換されます。さもなければ、畳み込みされたデータは表示されますが、現在のデータを無効にしません。この場合、グラフィックメニューの現在のデータプロットコマンドが実行され、オリジナルデータが再度現れます。

このコマンドはツールバーボタンがあります：

## 7.5 書き込みコマンド

このコマンドを使用すると、現在のデータに更にデータポイントを挿入できます。
システムは書き込みダイアログボックスを表示します：

書き込みを行う場合、OK プッシュボタンをクリックします。

次のオプションは書き込みパラメータを選択できます：

データ挿入密度

数値を大きくすると、最終データ密度は高くなります。データポイント数がメモリーサイズを超えた時､警告が表れ､コマンドは終了します。データ挿入密度は 2 の指数のみです。フーリェ変換はこの場合、使用されます。

現在のデータ無効

このボックスをチェックされますと、現在のデータは書き込みデータに交換されます。さもなければ、書き込みデータは表示されますが、現在のデータを無効にしません。この場合、グラフィックメニューの現在のデータプロットコマンドを実行した時、オリジナルデータが再度現れます。

## 7.6 ベースラインフィッティング & 減算コマンド

このコマンドを使用しますと、ベースラインフィッティングと現在のデータからフィッティング曲線を差し引きます。

ベースラインフィッティング & 減算を行う場合、2 つのピークの足もとの電位を特定する必要があります。また、アルゴリズムとフィッティング次数を指定する必要があります。ベースラインフィッティング & 減算は限定したピークのみに働きます。全てのテクニックには働きません。

ベースラインフィッティング & 減算ダイアログボックスを表示します :

CV データのようにデータセグメントが多数ある場合、グラフィックスメニューのグラフオプションコマンドを用いて操作できるデータ組を選択できます。

次のオプションはフィッティングパラメータを選択でき、データの各種条件も保存できます。

**ピーク範囲**

ベースラインをフィットする時、ピークのデータポイントは避けなければなりません。2 つのピーク範囲を指定する必要があります。ベースラインフィッテングが理想的でない場合、ピーク範囲の調整または多項式の次数の調整が必要かもしれません。

ピークが幾つかある場合、ピークの数に応じてピーク範囲を設定します。ベースラインフィッティングに使用しない全体の電位または時間範囲を指定します。最大 5 ピーク範囲まで設定できます。

**ベースラインフィッティングアルゴリズム次数**

フィッティングのアルゴリズムと次数を指定する必要があります。フィッティングには 2 つのアルゴリズムがあります。直交最小二乗法と最小二乗法があります。2 つとも多項式フィッティングに基づいています。多項式の次数はベースラインの波形に関係します。直線の場合は 1 次次数 , aX + b です。二次次数フィッティングでは $aX^2 + bX + c$ となります。最適なフィッティングを行いたい場合、フィッティングアルゴリズムを調整し、ピーク電位範囲の調整が必要です。

**オリジナルデータを無視するための保存**

OK ボタンをクリックする時、何もせずに選択した場合、スクリーンにはオリジナルデータとフィットしたベースラインが表示されます。オリジナルデータは変更されません。差分を選択した場合、オリジナルデータは差分データに交換されます。差分データはオリジナルデータ

からベースラインデータを引き算して得られます。ベースラインを選択した場合、フィットしたベースラインデータが保存されます。

### ベースライン参照

このボタンを押しますと、フィッテング結果を評価するためにオリジナルデータとフィットしたベースラインを参照できます。フィッティングの結果を確認する上で重要な操作です。ピークの定義ラインが視覚を妨げるようであれば、グラフィックスメニューのグラフオプションのスクリーンベースラインを OFF にします。

オリジナルデータは変更されません。グラフィックスメニューから現在のデータのプロットを呼び出せば、オリジナルデータが表れます。

### 差分参照

このボタンを押しますと、フィッテング結果を評価するためにオリジナルデータとフィットしたベースラインを表示します。これはフィッティングの結果を評価する上で役に立ちます。

オリジナルデータは変更されません。グラフィックスメニューから現在のデータのプロットを呼び出せば、オリジナルデータが表れます。

このコマンドはツールバーボタンがあります：

## 7.7 ベースライン補正コマンド

このコマンドを使用しますと、現在のデータを視覚的にベースラインを補正します。ベースラインの勾配の補償、曲線の dc レベルのシフトができます。

ベースラインの補正コマンドは一度のみ使用できます。一回以上ベースラインを補償、シフトさせる場合、繰返しこのコマンドを実行します。

システムはベースライン補正ダイアログボックスを表示します：

ベースライン補正する場合、最初に OK プッシュボタンをクリックします。マウスカーソルは上矢印に変わります。

ベースライン勾配を補償する場合、開始点でマウスボタンを押し、マウスをドラッグし、ベースラインを形成するポイントに広げます。マウスボタンを離しますと、このラインはデータから差し引かれます。X 軸の補償範囲はラインが引かれる範囲です。

dc レベルをシフトする場合、水平ラインを引くためにマウスを使用します。このラインが曲線のゼロラインとなります。dc レベルのシフトは全体の曲線に適用されます。X 軸範囲をカバーするラインを引く必要はありません。

CV データのように一つ以上のセグメントのデータが得られる場合、グラフィックメニューのグラフオプションコマンドを使用して、操作できるデータセットを選択できます。

ベースライン補正コマンドは一度だけ起動できます。一回以上ベースラインシフトまたは補償を行う場合、繰返しこのコマンドを使用します。

次のオプションは現在のデータがベースライン補正データに交換されたかどうかを調べることができます。

**現在のデータを無効**

このボックスをチェックすると、現在のデータはベースライン補正データに交換されます。さもなければ、ベースライン補正データは表示されますが、現在のデータを無効にしません。この場合、グラフィックメニューの現在のデータプロットコマンドが起動された時、オリジナルデータが再表示されます。

## 7.8 データポイント除去コマンド

このコマンドを使用すると、現在のデータの中で必要ないデータポイントを除去できます。最初または最後にデータポイントを除去できます。

システムはデータポイント除去ダイアログボックスを表示します：

必要のないデータポイントを除去する場合、OK プッシュボタンをクリックします。

次のオプションはデータポイント除去のパラメータの選択ができます。:

最初のデータポイントの除去

最初にデータのポイントを除去する場合、チェックボックスはチェックしなければなりません。編集ボックスで除去するデータポイント数を入力します。チェックボックスが未チェックの場合、または除去するデータポイントの数がゼロの場合、本項目は起動しません。

最終データポイントの除去

データの最終点でのポイントを除去する場合、編集ボックスで、チェックボックスはチェックしなければなりません。編集ボックスで除去するデータポイント数を入力します。チェックボックスが未チェックの場合、または除去するデータポイントの数がゼロの場合、本項目は起動しません。

現在のデータを無効

このボックスをチェックすると、現在のデータはデータポイント除去後、新しいデータに交換されます。さもなければ新しいデータは表示されますが、現在のデータを無効にしません。この場合、グラフィックメニューの現在のデータプロットコマンドが起動された時、オリジナルデータが再表示されます。

## 7.9 データポイント修正コマンド

このコマンドは、現在アクティブデータのデータポイントを画像的に変更するコマンドです。不正な水銀滴等のためにデータポイントの修正が行えます。

システムはデータポイント修正ダイアログボックスを表示します：

データポイントを修正する場合、最初に OK プッシュボタンをクリックします。マウスカーソルは上矢印カーソルに変わります。

データ表示範囲内でマウスカーソルを移動する時、十字カーソルはマウスカーソルの X 軸部分に相当するデータポイントに表れます。変更したいデータポイントを選択するために水平にマウスを移動します。十字カーソールが選択したポイントに表れた時、マウスボタンを押します。データポイントを移動したい方向に上下にマウスをドラッグします。十字カーソルはそれに相当して上下に移動します。十字カーソルが変更したいデータポイントの位置に来た時、マウスボタンを離します。古いポイントは消去され、新しいポイントが新しい位置に表れます。

次のオプションは修正したいデータセットの選択、現在アクティブデータを修正したデータで上書きが行えます。

### データセット

変更したいデータセットを選択します。使用する電気化学テクニックによって選択します。

### 現在のデータを無効

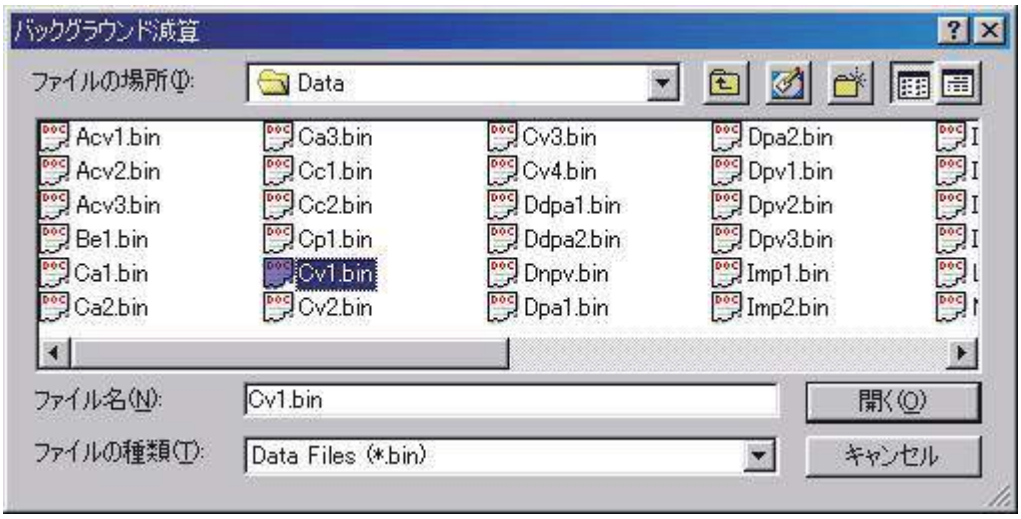
このボックスをチェックすると、現在のデータはデータポイント修正後、新しいデータに交換されます。さもなければ新しいデータは表示されますが、現在のデータを無効にしません。この場合、グラフィックメニューの現在のデータプロットコマンドが起動された時、オリジナルデータが再表示されます。

## 7.10 バックグラウンド減算コマンド

このコマンドはデータセット 2 組の差をとります。最初にブランクの溶液を測定し、データファイルを保存します。次に、サンプルを測定します。バックグラウンド減算を行うためにこのコマンドを使用します。

バックグラウンド減算を行う場合、バックグラウンドデータは同じ実験タイプ、同じ X データ配列にしなければなりません。さもなければ、エラーメッセージが発生し、コマンドが終了します。

システムはバックグラウンド減算ダイアログボックスを表示し、現在のデータから引算をするバックグラウンドデータファイルを選択できます。




次のオプションは選択したいファイルを指定できます。:

ファイル名

ファイル名を選択します。拡張子を入力する必要はありません。システムは自動的にファイル名に拡張子を付けます。

ファイルタイプの一覧

ファイルタイプを選択します。 "bin"( バイナリーデータファイル ) が利用できます。

ドライブ

ファイルを保存するドライブを選択します。

ディレクトリー

ファイルを保存するディレクトリーを選択します。

## 7.11 シグナル平均コマンド

このコマンドを使用すると現在のデータ、ディスクデータファイルをシグナル平均します。現在のデータは常に加わります。いくつかのデータセットは一緒に加わり、データセットの数で分割されます。データセットが現在のデータと X 配列が異なる場合、エラーメッセージが発生し、このデータセットは無視されます。

システムはシグナル平均ダイアログボックスを表示し、シグナル平均用データファイルを選択できます。

次のオプションは選択したいファイルを指定できます。:

ファイル名

ファイル名を選択します。拡張子を入力する必要はありません。システムは自動的にファイル名に拡張子を付けます。多数のファイルを選択する場合、選択したいファイル名にマウスを移動し、Ctrl キーを押しながらマウスの左ボタンをクリックします。

ファイルタイプの一覧

ファイルタイプを選択します。 "bin"( バイナリーデータファイル ) が利用できます。

ドライブ

ファイルを保存するドライブを選択します。

ディレクトリー

ファイルを保存するディレクトリーを選択します。

## 7.12 数学操作コマンド

このコマンドを使用すると､現在のデータを数学処理できます。X 、Y 配列上で作業できます。許容された操作は加算、減算、乗算、除算、自然対数、対数、二乗、平方根、逆数です。

システムは数学操作ダイアログボックスを表示します：

数学操作を行なう場合、OK プッシュボタンをクリックします。

次のオプションは操作のタイプ、データ配列を選択できます。:

### 操作の選択

データを適用したい操作の選択を行ないます。加算、減算、乗算、除算が選択された場合、操作方法を決めなければなりません。

### データの選択

操作するために X データまたは Y データ配列のどちらかを選択できます。

### 現在のデータを無効

このボックスをチェックすると、現在のデータは数学操作されたデータに交換されます。さもなければ、数学操作されたデータは表示されますが、現在のデータを無効にしません。この場合、グラフィックメニューの現在のデータプロットコマンドが起動された時、オリジナルデータが再表示されます。

## 7.13 フーリェスペクトルコマンド

このコマンドを使用して、現在のデータのフーリェスペクトルを得ることができます。システムはフーリェスペクトルダイアログボックスを表示します：

フーリェスペクトルを作る場合、OK プッシュボタンをクリックします。

次のオプションはフーリェスペクトルを作るためにパラメータの選択ができます。:

### X スケール

フーリェスペクトルの X データ配列は n 成分、1/s スケールまたは 1/V スケールになります。n 成分は汎用のケースです。全てのテクニックにて利用できます。その物理的な意味は実験パラメータに応じて見出されます。1/s、1/V は明らかに物理的な意味があります。タイムベース実験の場合、1/s が使用されます、そして 1/V は有効ではありません 。ボルタンメトリー実験の場合、1/V が使用されます。1/s は有効ではありません。サイクリックボルタンメトリー、リニアスィープボルタンメトリーでは 1/s、1/V 両方が使用できます。

### Y スケール

Y データ配列はフーリェ係数です。リニアスケールまたは対数スケールのどちらかを選択します。

### 現在のデータの無効

このボックスをチェックすると、現在のデータはフーリェスペクトルデータに交換されます。さもなければ、フーリェスペクトルは表示されますが、現在のデータを無効にしません。この場合、グラフィックメニューの現在のデータプロットコマンドが起動された時、オリジナルデータが再表示されます。

## 8.1 キャリブレーション曲線コマンド

このコマンドはキャリブレーション曲線を作成するコマンドです。システムはキャリブレーション曲線ダイアログボックス を表示します。

次のオプションはキャリブレーション曲線計算またはプロット用のデータ入力が行えます。

### スタンダード #

スタンダード溶液から得られるピーク高さ / 電流、濃度を入力します。

### 未知物質

未知物質濃度計算するために未知物質のピーク高さを入力します。

### X 軸タイトル

プロットする X 軸タイトル ( 濃度 ) を入力します。

### X 軸単位

プロットする X 軸単位または次元 (ppm, または M) を入力する

### Y 軸タイトル

プロットする Y 軸タイトル ( ピーク電流 ) を入力します。

### Y 軸単位

プロットする信号単位または次元 (A) を入力する。

### ヘッダー

これはヘッダーテキスト編集ボックスです。ここにヘッダーを入力します。プロットの上部にヘッダーを表示させる場合、グラフオプション コマンドを使用して、ヘッダーチェックボックスをチェックして下さい。

### 注意

これは注意テキスト編集ボックスです。ここに注意を入力します。注意はプロットに表示されませんが、データファイルに保存されます。データに関するコメントを記入し、後でデータの条件、目的について参照できます。

### 読込み

保存したデータを読み込むためのコマンドです。

### 保存

データ保存するためのコマンドです。XY タイトル、単位、ヘッダー、注意がデータと一緒に保存されます。

### 計算

キャリブレーション曲線のスロープ、切片、係数を計算するためのコマンドです。未知物質のピーク高さを入力すると、未知物質濃度も算出されます。

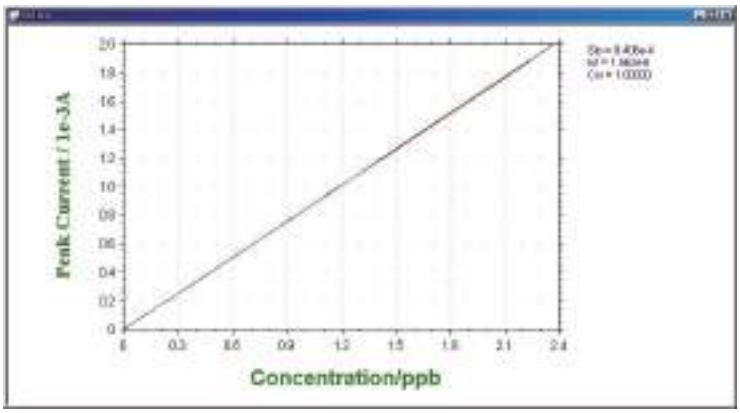
### プロット

キャリブレーション曲線をプロットするためのコマンドです。
プロットはデータ範囲に応じて自動的にスケーリングされます。スケールを固定する場合、グラフオプション コマンドを使用して下さい。

## 操作法

このコマンドを用いると、キャリブレーション曲線（検量線）を作成することができます。各濃度で測定した際のピーク電流値をダイアログボックス内に入力してください。入力後計算をクリックし未知濃度のピーク高さを入力すると、濃度が自動的に計算されます。

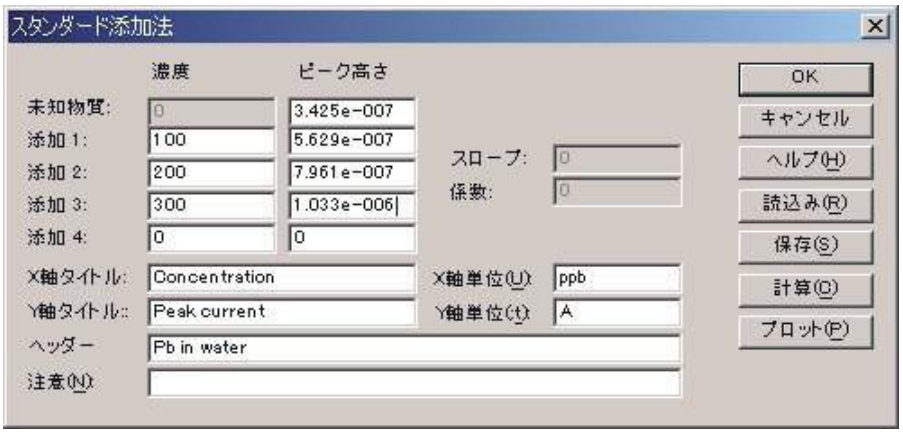
プロットをクリックすると検量線を作成することができます。検量線の傾き、切片、相関係数、未知濃度のサンプル濃度が右上に表示されます。検量線で得られた傾きと切片は他のコマンドでも使用しますので必要な場合は記録してください。




検量線

## 8.2 スタンダード添加コマンド

このコマンドを用いてスタンダード添加法による未知物質濃度を算出するためのコマンドです。システムはスタンダード添加ダイアログボックス を表示します。




スタンダード添加法の場合、最初に未知物質を測定し、ピーク高さを記録します。次にスタンダード溶液を添加します。添加を行いながら、ピーク高さを再度測定します。通常、添加量はサンプル組成を維持するために総容量以下にしなければなりません。増加濃度は未知物質と比較します。

次のオプションは未知物質のキャリブレーション曲線計算またはプロット用のデータ入力が行えます。

### 未知濃度

未知物質濃度計算用のピーク高さを入力します。

### 添加 #

スタンダード溶液を添加した後、濃度とピーク高さ / 電流を入力します。

### X 軸タイトル

プロットする X 軸タイトル ( 濃度 ) を入力します。

### X 軸単位

プロットする X 軸単位または次元 (ppm, または M) を入力します。

### Y 軸タイトル

プロットする Y 軸タイトル ( ピーク電流 ) を入力します。

### Y 軸単位

プロットする信号単位または次元 (A) を入力します。

### ヘッダー

これはヘッダーテキスト編集ボックスです。ここにヘッダーを入力します。プロットする上部にヘッダーを表示させる場合、グラフオプション コマンドを使用して、ヘッダーチェックボックスをチェックして下さい。

### 注意

これは注意テキスト編集ボックスです。ここに注意を入力します。注意はプロットに表示ざれませんが、データファイルに保存されます。データに関するコメントを記入し、後でデータの条件、目的について参照できます。

### 読込み

保存したデータを読み込むためのコマンドです。

### 保存

データ保存するためのコマンドです。XY タイトル、単位、ヘッダー、注意がデータと一緒に保存されます。

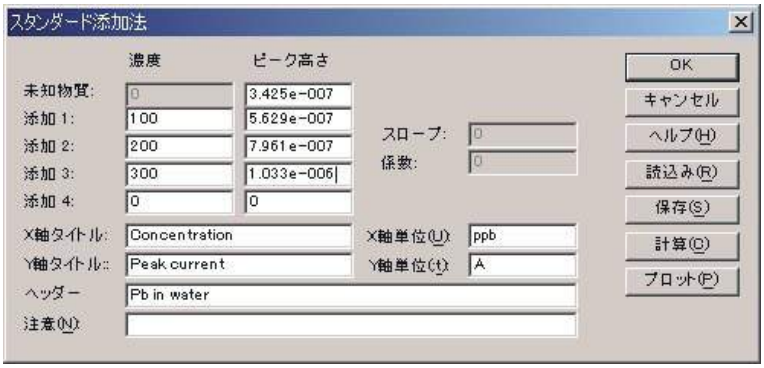
### 計算

キャリブレーション曲線のスロープ、切片、係数を計算するためのコマンドです。未知物質のピーク高さが得られた場合、未知物質濃度も算出されます。

### プロット

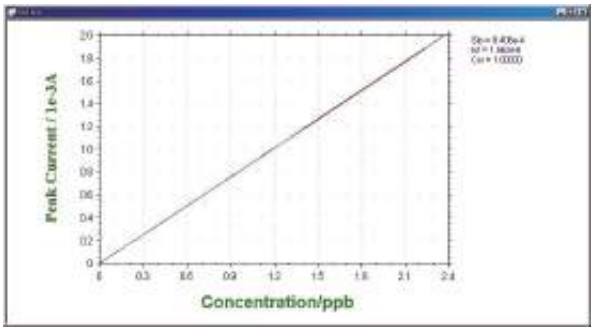
キャリブレーション曲線をプロットするためのコマンドです。
プロットはデータ範囲に応じて自動的にスケーリングされます。スケールを固定する場合、グラフオプション コマンドを使用して下さい。

## 操作法




このコマンドを用いるとスタンダード添加法により、未知濃度のサンプル濃度を計算できます。
まずはじめに未知濃度サンプルのピーク高さを記録してください。その後、標準溶液を数回添加し、その際のピーク高さを記録してください。添加する標準溶液の量はマトリックス効果などを避けるためできるだけ少量にして下さい。
未知濃度のサンプルのピーク高さと、添加後のピーク高さを入力後、計算をクリックすると自動的に未知濃度が計算されます。プロットをクリックすると、標準添加曲線を描くことができます。

プロットをクリックすると、標準添加曲線を描くことができます。スロープ、相関係数および濃度が右上に表示されます。



## 8.3 データファイルレポートコマンド

このコマンドを用いて保存したデータファイル用のレポートを作成します。
システムはデータファイルレポートダイアログボックス を表示します。

次のオプションはキャリブレーション曲線のピークポテンシャル窓、スロープ、切片を入力し、レポート用のデータファイルを選択できます。

### 成分

調べる成分名を入力します。最大 4 成分探索、レポートできます。

### Ep From and Ep To

Ep From 、Ep To のピークポテンシャル範囲を入力します。プログラムはピークを探索する時、特定範囲の第一のピークが選択されます。異なる成分の場合、別の値を入力しなければなりません。

### 勾配

成分のキャリブレーション曲線の勾配を入力します。成分濃度を算出するのに使用されます。各成分の独自の勾配を有します。濃度レポートが選択され、勾配がゼロの場合、警告が表れます。

### 切片

成分のキャリブレーション曲線の切片を入力します。成分濃度を算出するのに使用されます。各成分の独自の切片を有します。

### ピーク波形

データの特性に応じてピーク波形を選択できます。ピーク波形はガウス、拡散またはシグモイド波形です。

### データ形式

濃度をレポートするためにオリジナルデータ、半微分、一次微分を選択できます。

### 種の数

データファイルレポート用に種の数を入力します。

### 濃度単位

濃度単位、または次元 (ppm または M) を入力します。

### レポートファイル名

レポートテキストファイルを保存する場合、レポートファイル名を入力します。ファイル名が存在する場合、無効の警告が表れます。ファイル名が入力されませんと、レポートは保存されません。

### レポートデータ形式

濃度またはピーク電流をレポートにします。

### ヘッダー

これはヘッダーテキスト編集ボックスです。ここにヘッダーを入力します。プロットする上部にヘッダーを表示させる場合、グラフオプション コマンドを使用して、ヘッダーチェックボックスをチェックして下さい。

### 注意

これは注意テキスト編集ボックスです。ここに注意を入力します。注意はプロットに表示ざれませんが、データファイルに保存されます。データに関するコメントを記入し、後でデータの条件、目的について参照できます。

### 読込み

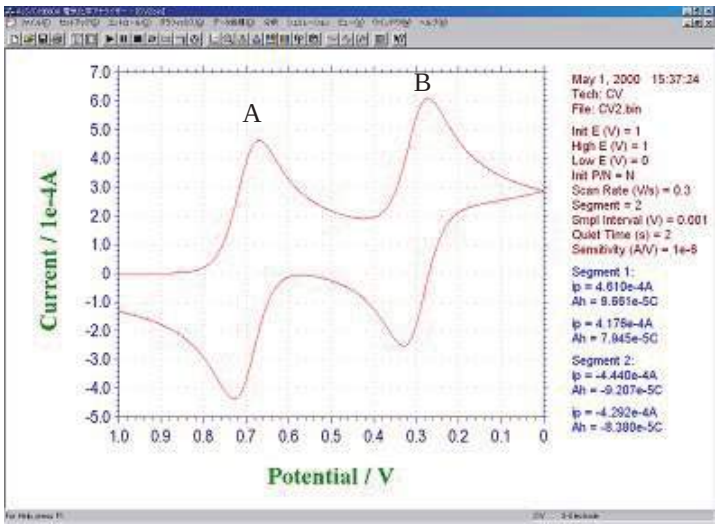
保存したデータを読み込むためのコマンドです。

### 保存

データ保存するためのコマンドです。XY タイトル、単位、ヘッダー、注意がデータと一緒に保存されます。

### レポート

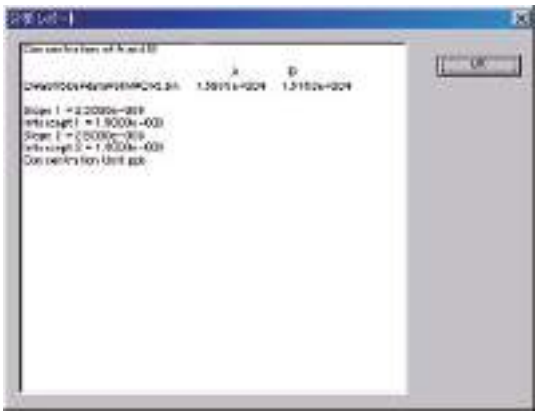
このコマンドを用いてデータファイルレポートを作成します。




### 操作法

このコマンドを用いると、ボルタモグラムの指定した電位範囲内にあるサンプルピークを自動的に検出し、それらのピーク高さ(濃度)を表示します。レポートを行う前に、検量線からスロープと切片を出しておく必要があります。

ピークがある電位範囲を指定して下さい。異なった物質についてそれぞれレポートを行う場合には、それぞれの電位範囲と、傾きおよび切片（検量線から）を入力して下さい。
A と B の電位範囲を下記のように入力します。
ピーク形状は通常 Diffusive を、データは Original を選択してください。微小電極の場合、ピーク形状は Sygmoidal、容量電流の大きな電極は Gausian を選択して下さい。
レポートをクリックしレポートを行いたいデータを選択してください。分析レポートとして下図のように各ピークの濃度（電流値）が自動的に計算されます。



## 8.4 時間依存コマンド

このコマンドを用いますと、保存データファイルからピークの時間依存または濃度のレポートまたはプロットを作成します。

このコマンドは保存データファイルからデータを読込み、ピークを探索します。ピーク高さまたは濃度は時間依存レポート用に使用されます。全ての有効データファイル ( 特定のピークを含む ) は実験測定時間に応じて保存されます。最初に開始時間が割当てられ、残りの実験時間は開始時間を差し引いて得られます。

システムは時間依存ダイアログボックス を表示します。:

次のオプションはキャリブレーション曲線のピークポテンシャル窓、スロープ、切片を入力し、時間依存レポートまたはプロット用のデータファイルを選択できます。

### 成分

調べる成分名を入力します。最大 4 成分探索、レポートできます。

### Ep From and Ep To

Ep From 、Ep To のピークポテンシャル範囲を入力します。プログラムはピークを探索する時、特定の範囲の第一のピークが選択されます。異なる成分の場合、別の値を入力しなければなりません。

### 勾配

成分のキャリブレーション曲線の勾配を入力します。成分濃度を算出するのに使用されます。各成分の独自の勾配を有します。濃度レポートが選択され、勾配がゼロの場合、警告が表れます。

### 切片

成分のキャリブレーション曲線の切片を入力します。成分濃度を算出するのに使用されます。各成分の独自の切片を有します。

### ピーク波形

データの特性に応じてピーク波形を選択できます。ピーク波形はガウス、拡散またはジクモイド波形です。

### データ形式

濃度をレポートするためにオリジナルデータ、半微分、一次微分を選択できます。

### Y Axis Title

プロットする Y 軸タイトル ( 濃度またはピーク電流 ) を入力します。

### 濃度単位

濃度単位、または次元 (ppm または M) を入力します。

### レポート名

レポートテキストファイルを保存する場合、レポートファイル名を入力します。ファイル名が存在する場合、無効の警告が表れます。ファイル名が入力されませんと、レポートは保存されません。

### レポートデータ形式

濃度またはピーク電流をレポートにします。

### ヘッダー

これはヘッダーテキスト編集ボックスです。ここにヘッダーを入力します。プロットする上部にヘッダーを表示させる場合、グラフオプション コマンドを使用して、ヘッダーチェックボックスをチェックして下さい。

### 注意

これは注意テキスト編集ボックスです。ここに注意を入力します。注意はプロットに表示ざれませんが、データファイルに保存されます。データに関するコメントを記入し、後でデータの条件、目的について参照できます。

### 読込み

保存したデータを読込むためのコマンドです。

### 保存

データ保存するためのコマンドです。XY タイトル、単位、ヘッダー、注意がデータと一緒に保存されます。

### レポート

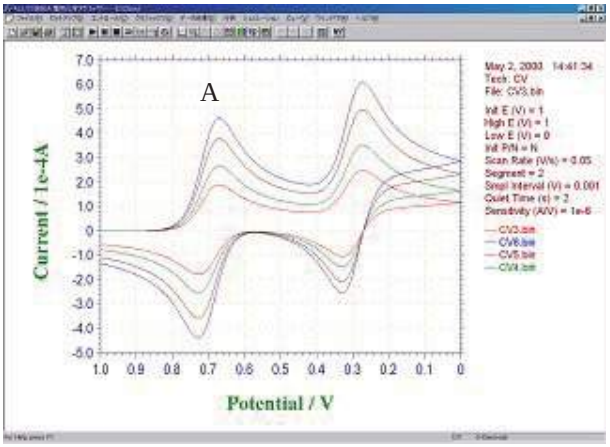
このコマンドを用いてデータファイルレポートを作成します。

### プロット

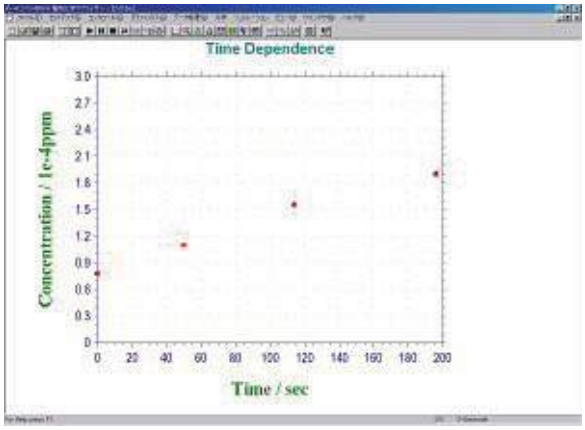
このコマンドを用いますと、時間依存プロットを作成します。

### 操作法

このコマンドを用いると指定した電位範囲内にあるピークの経時的な濃度変化をプロットすることができます。右記のような 4 つのボルタモグラム A のピークの経時変化を見たい場合は、まずピークのある電位範囲を指定し、検量線から得られた傾きと切片をダイアログボックスに入力します。プロットをクリックすると自動的に濃度計算を行いグラフを描きます。X 軸の時間は最初に測定を行った時間（ボルタモグラムの右上に示される）を 0 とし、それからの経過時間で示されます。



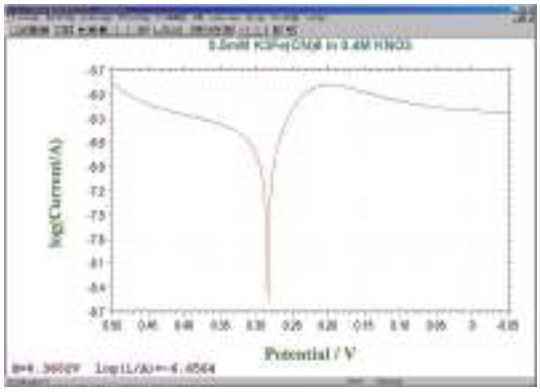
時間依存レポート
Ep From (V):
-0.2
Ep To (V):
-0.35
スロープ:
2.279e-9
切片:
1.652e-8
ピーク形状:
Gausian
データタイプ
Original
レポート名:
ww16t
Y軸タイトル:
Concentration
Y軸単位(t):
ppb
ヘッダー
Water Water Batch #16
注意(N):
レポート形式
濃度
電流
OK
キャンセル
ヘルプ(H)
読込み(R)
保存(S)
レポート(e)
プロット


Time Dependence
Concentration / 1e-4ppm
Time / sec
0
20
40
60
80
100
120
140
160
180
200
0.3
0.6
0.9
1.2
1.5
1.8
2.1
2.4
2.7
3.0

## 8.5 スペシャルプロットについて

スペシャルプロットはターフェルプロットを解析します。特に、腐食電流、分極抵抗を算出できます。ターフェルプロットは腐食速度の電気化学計測法として利用されています。ターフェルプロットは分極曲線 (logI vs E) の直線部を腐食電位に外挿して腐食電流を求めることができます。最初に、ターフェル測定したデータを読込みます。

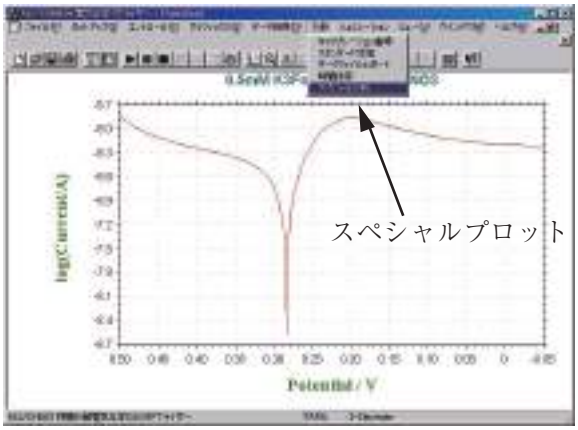
そしてデータ選択しますと、ターフェルプロットが表示されます。



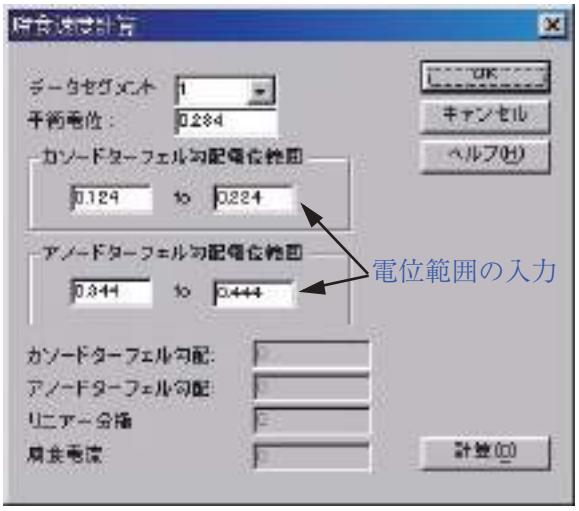

ターフェル式　　$$\eta = \frac{RT}{\alpha nF}\ln i_0 - \frac{RT}{\alpha nF}\ln i$$

( $\eta$ : 腐食電位 )

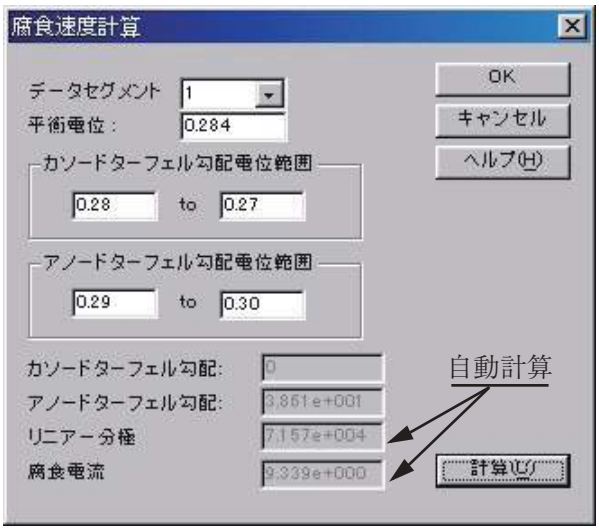
次にターフェルプロットを解析するために、メニューコマンドの分析をクリックしますと、スペシャルプロットコマンドが表れます。それを選択します。



本コマンドを選択しますと、腐食速度計算画面が現れ、平衡電位、各カソード、アノードの電位範囲も自動的に表示されます。そして、ターフェルプロットを参照しながら、アノード、カソードの腐食電位の直線範囲を入力します。




そして、計算ボタンをクリックしますと、分極抵抗、腐食電流は自動的に算出します。

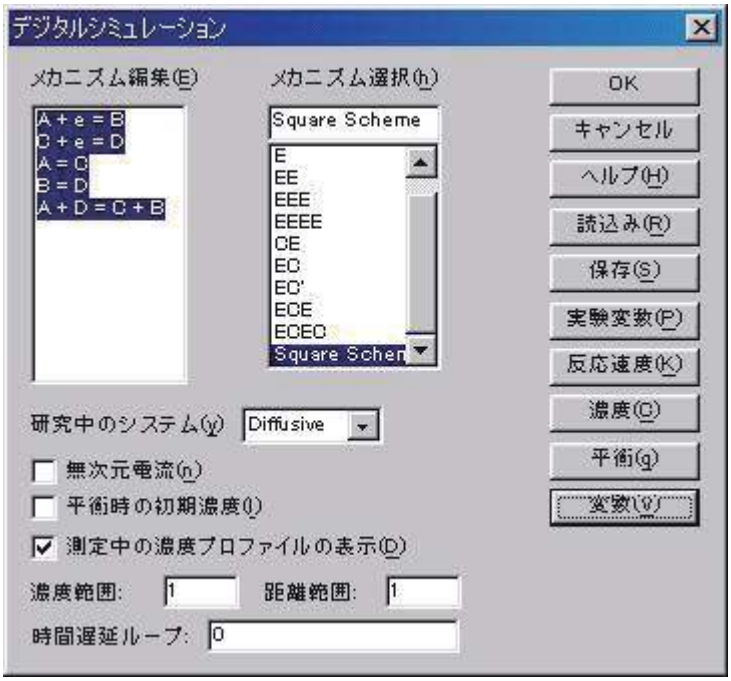



このように簡単に必要なパラメータを求めることができます。

## 9.1 メカニズムコマンド

シミュレーションを行う前、反応メカニズム、各種の濃度、反応速度パラメータ、実験パラメータ、他の変数を使用します。ディスクにシミュレーションに必要な全てのパラメータの保存またはディスクからの読込みができます。平衡濃度のチェックもできます。

システムはデジタルシミュレーションダイアログボックスを表示します：




次のオプションは各種の反応メカニズム、各種の濃度、反応速度パラメータ、実験パラメータ、他の変数を設定できます。ディスクにシミュレーションに必要な全てのパラメータの保存またはディスクからの読込みができます。平衡濃度のチェックもできます。

### メカニズム編集

この編集ボックスでは反応メカニズムを編集できます。研究したいメカニズムが前もって定義されているかどうかを見るためにメカニズム選択ボックスをチェックします。メカニズム選択ボックスのメカニズムをクリックしますと、メカニズムが編集ボックスに表れます。メカニズムが前もって定義されたものと同じでも、630D、650D と 660D 以外のモデルでは編集反応メカニズムは働きません。この編集ボックスに入力した時、メカニズム選択ボックスは“ユーザー入力”選択を変更します。

ユーザー入力の場合、各化学種を表すために A ～ Z の文字を使用します。文字 "e" は電子移動過程を表します。上下の文字は交換可能です。スペースは無視されます。ソフトウェアーは電子移動、一次、二次化学反応の組合せをシミュレーションできます。最大 11 ステップ、9 化学種を受入れできます。次の反応は合法的なフォーマットです。

A + e = B　　( 還元 )
A - e = B　　( 酸化 )
A = B　　( 化学反応 )
A = B + C　　( 化学反応 )
A + B = C　　( 化学反応 )
A + B = C + D　( 化学反応 )

### 距離範囲

濃度プロフィール表示の距離スケールを入力します。範囲は 0.001 ～ 10 です。デフォルトは 1 です。

### 時間遅延ループ

デジタルシミュレーションのスピードは研究課題、使用するコンピューターの種類に依存します。スピードが速い場合、進行状況または濃度プロフィールのはっきりした変化を見ることができないかもしれません。システムがスローダウンするための二点を計算している間の時間遅延ループを挿入できます。パラメータの範囲は 0 ～ $1 \times 10^6$ です。ベストな遅延ループ数は研究課題、コンピューターのスピードで決ります。

### 読込みコマンド

ディスクに保存した *.sim ファイルを読込みできます。これらのファイルはシミュレーションに必要な全てのファイルを含みます。

システムは開くダイアログボックスを表示し、ファイルを選択します。

### 保存コマンド

このコマンドを起動するとシミュレーションに必要な全てのコマンドを保存できます。ファイルの拡張子は .sim です。

システムは名前を付けて保存ダイアログボックスを表示し、ファイル名を付けます。

### 実験変数コマンド

シミュレーション用の実験パラメータを設定するためにこのプッシュボタンを押します。

セットアップメニューのパラメータコマンドを通じて実験パラメータを変更できます。

システムはサイクリックボルタンメトリーパラメータダイアログボックスを表示し、使用したいパラメータを選択できます。

### 反応速度コマンド

このコマンドは、標準不均一系速度定数、標準レドックス電位、チャージ移動係数のような電子移動反応速度パラメータを入力できます。化学反応のフォワード、バックワード速度定数を入力できます。

システムはポテンシャル、速度定数ダイアログボックスを表示し、反応速度パラメータを入力できます。

### 濃度コマンド

このコマンドは、各化学種の濃度、拡散係数を入力できます。

システムは拡散系の濃度、拡散係数ダイアログボックスまたは吸着系の表面濃度ダイアログボックスを表示し、濃度、拡散係数を指定できます。

### 平衡コマンド

このコマンドにより、任意の反応速度条件の各化学種濃度を観察できます。

システムは平衡時の濃度ダイアログボックスを表示し、平衡状態を観察できます。

### 変数コマンド

このコマンドにより、温度、電極面積などの変数を入力できます。

システムはシミュレーション変数ダイアログボックスを表示し、変数を入力できます。

このメカニズムを使用しませんと、他の操作を行う前にエラーメッセージが表れます。

### メカニズム選択

前もって定義された反応メカニズムが 10 種類あります。これらは一般的な反応メカニズムです。最初の項目 "User Input" で、モデル 630E、660E、750E、760E のみでユーザが定義したメカニズムを入力できます。

定義したメカニズムから他のメカニズムを得ることができます。例えば、EEC(electrotransfer-electrotransfer-chemical reaction), ECC, CEC のメカニズムはいくつかの反応速度パラメータをゼロに定義することで ECEC メカニズムを得ることができます。不均一系の電子移動速度 $k_o$ をゼロに定義しますと、相当する電子移動ステップには影響がありません。化学反応のフォワード、リバース反応速度定数をゼロに定義しますと、相当する化学反応には影響がありません。

前定義した反応メカニズムをクリックしますと、メカニズムはメカニズム編集ボックスに表れます。"User Input" をクリックしますと、メカニズム編集ボックスは空になります。

### 研究中のシステム

ソフトウェアーは拡散または吸着系の一方をシミュレーションします。拡散系はプレーナー拡散と仮定します。吸着系はラングミュアー等温線に従い、両酸化、還元物は強く吸着されると仮定します。

### 無次元電流

このボックスをチェックしますと、システムは無次元電流を算出します。これは他の理論結果と比較する際に有益です。このボックスが未チェックですと、電流は濃度、電極面積、実験のタイムスケールに応じて算出されます。

### 平衡時の初期濃度

このボックスをチェックしますと、システムはシミュレーションが開始した時、平衡時の濃度を算出し、使用します。平衡状態は反応速度パラメータ、入力濃度に応じて算出されます。このボックスが未チェックですと、シミュレーションは初期条件として入力濃度を使用します。

### 測定中の濃度プロフィールの表示

このボックスをチェックしますと、シミュレーション中ボルタモグラムに沿って濃度プロファイルを表示します。これは反応メカニズムを理解する上で大変良い助けになりますし、学生教育に有益です。

ボルタモグラムの場合、電流の表示スケールはパラメータコマンドにより選択された感度スケールで調べられます。電流軸が高すぎる場合、ボルタモグラムはフラットラインとして表れます。電流軸スケールが低すぎますと、データポイントはあらゆる場所に表示できます。しかしながら、ポスト測定データはボルタモグラムを自動スケールで読めるようにします。ポスト測定データ表示に応じて、次の測定で感度を変更できます。

濃度プロファイルの場合、相対濃度と距離が使用されます。全ての種のトータル濃度はまとめてセットされます。シミュレーション中の各種の濃度はこの値を参照します。まとめた距離は 6*sqrt(Dt) にセットされます。また、D は拡散係数、t は任意の実験のトータル時間です。濃度と距離のスケールを変更する場合、下記の 2 項目を参照して下さい。

### 濃度範囲

濃度プロフィール表示のスケールを入力します。範囲は 0.001 ～ 100,000 です。デフォルトは 1 です。

## 9.2 ポテンシャル、反応速度定数ダイアログボックス

このダイアログボックスに反応速度パラメータを入力できます。

左に、反応メカニズムが一覧されます。左側に反応メカニズムを一覧します。これは各ステップの反応です。右側には反応のタイプに依存し、2 または 3 パラメータの一方を利用できます。編集ボックスに最適な値を入力します。

反応が電子移動を含む場合、不均一反応速度 $k_o$、標準酸化還元電位 $E_o$、チャージ移動係数 $\alpha$ を入力できます。

化学反応を含む場合、この化学反応のフォワード、バックワード速度定数を入力します。

いくつかの反応速度パラメータは既に調べられていることが分るかもしれません。これは n 種の濃度は n-1 反応プラス (+) 初期濃度により調べられます。種の数以上の式に出会うことがあります。式のいくつかは直線に関連していることがはっきりします。いくつかの反応の平衡定数は調べられ、任意に割り当てされていません。さもなければ、システムは平衡に到着できません。ソフトウェアーはこの状態を検索し、最適な反応速度定数パラメータを割当てます。一番上に、良く知られる反応速度パラメータを入れ、下に、より知られていないパラメータを入れ、ソフトウェアーに反応速度パラメータを調べさせます。調べられた平衡定数は化学反応が関わる場合、システムはバックワード速度定数を調べます。その場合もフォワード速度定数を入力しなければなりません。電子移動過程が関わる場合、システムはスタンダード酸化還元電位を調べます。更に不均一系の速度定数、$\alpha$ を入力します。

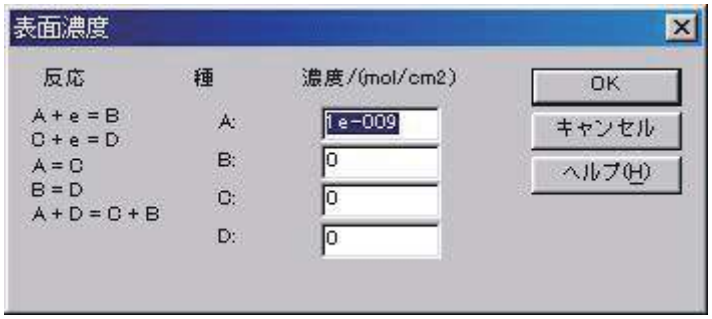
## 9.3 濃度、拡散係数ダイアログボックス

このダイアログボックスを使用すると、濃度、拡散係数の入力が行なえます。

左に反応メカニズムが一覧されています。これは反応の各ステップを思い出させます。また、反応に使用される種も一覧されます。右側には各種に相当する濃度、拡散係数を入力できます。

## 9.4 表面濃度ダイアログボックス

このダイアログボックスを使用すると、表面濃度が入力できます。




左に反応メカニズムが一覧されています。これは反応の各ステップを思い出させます。また、反応に使用される種も一覧されます。右側には各種に相当する表面濃度を入力できます。

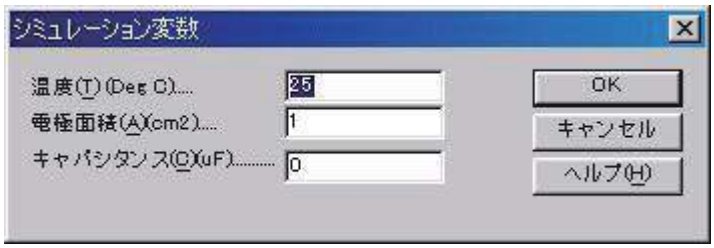
## 9.5 平衡時の濃度ダイアログボックス

このダイアログボックスを使用すると、平衡時の濃度が観察できます。

上に反応メカニズムを一覧しています。これは反応の各ステップを思い出させます。また、反応に使用される種も一覧されます。右側には各種に相当する平衡時の濃度が表示されます。

## 9.6 シミュレーション変数ダイアログボックス

このダイアログボックスを使用すると、シミュレーションの変数を変更できます:




### 温度

ここには温度を入力します。熱力学、反応速度パラメータは温度の関数です。

### 電極面積

平方センチメートル当りの電極面積を入力します。電流はプレーナー拡散または表面反応の電極面積に比例します。

### キャパシタンス

電極二重層のキャパシタンスを入力します。充電電流はシミュレーションでトータルの電流応答に加算されます。

## 9.7 CV シミュレーションコマンド

このコマンドを使用しますと、デジタルシミュレーションが行えます。

シミュレーションを行う前に、メカニズム、濃度、反応速度パラメータ、実験パラメータを設定します。

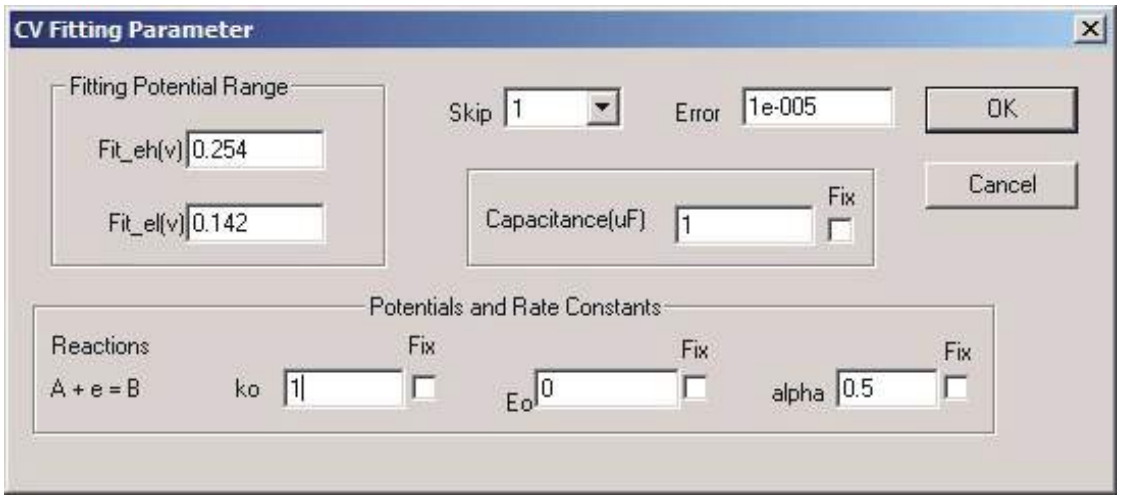
シミュレーションを行う場合、装置とコンピューターを接続し、装置の電源を入れます。プログラムを起動する時、ハードウェアーの確認を行います。

シミュレーション中、スクリーングラフィックスをクリップボードにコピーできます。

ユーザー入力メカニズムは高機種のみで利用できます。

## 9.7.1 CV フィッティングコマンド

フィットコマンドを評価するために本 CV シミュレータを活用し、既存の CV のデータにパラメータにフィットします。
もしフィッティングプログラムを実行する前に、計器が正しくお使いの PC、などに接続されていることを確認し、セルフテストコマンドを実行して下さい。プログラムは測定器のタイプを確認します。
このチェックは、プログラムが開始された後に一度だけ実行する必要があります。フィッティングする CV のデータファイルを開きます。実験またはシミュレートしたデータのいずれかです。CV フィッティングのコマンドを使用すると、前のセクションで説明した CV の反応機構のダイアログボックスを開きます。メカニズムの賢明な選択はここに重要です - 数値フィッティングアルゴリズムは、意味のない結果をもたらすような誤ったメカニズムにもフィットを行います。システムは、拡散または表面反応として指定する必要がありますが、反応速度パラメーターを入力する必要はありません。
CV フィッティングパラメータのダイアログボックスを表示するデジタルシミュレーションダイアログボックスで [OK] をクリックします。
このダイアログボックスでは、CV のフィッティングプログラムのパラメーターを指定できます



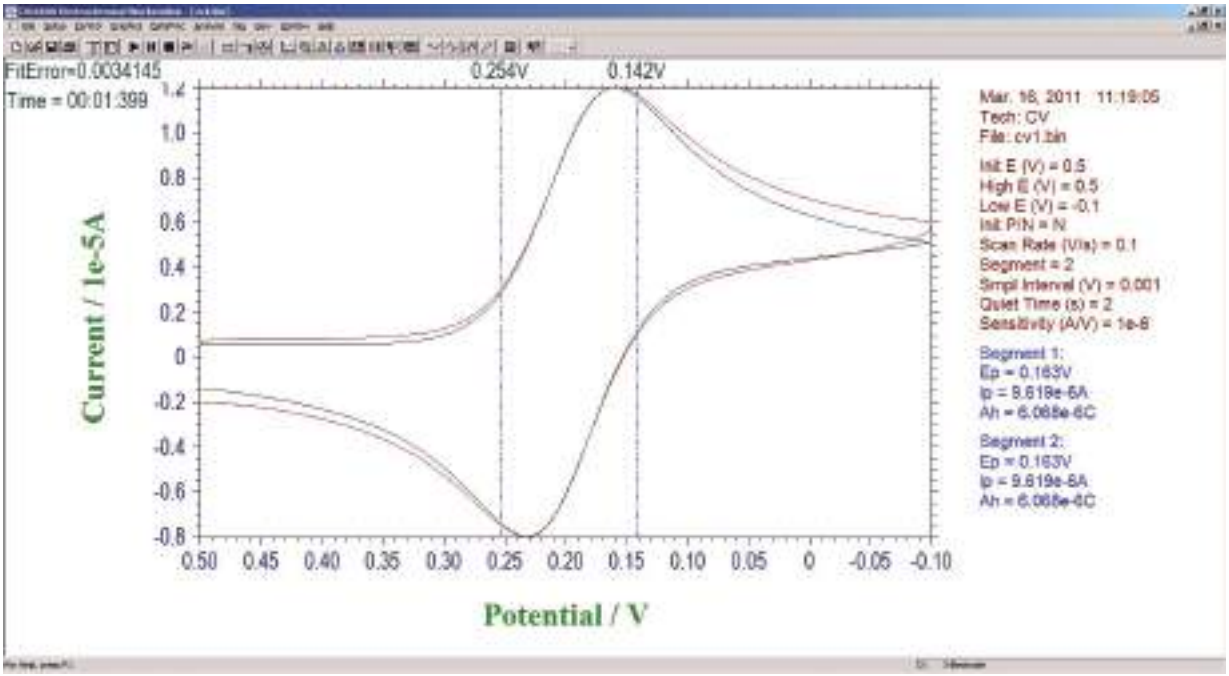

以前選択した反応機構およびその関連電位と速度定数が表示されます。動力学的パラメーターを入力する必要はありません。これは必須ではありませんが、デフォルト値を使用しますと、フィッティングに必要な時間を短縮できる場合があります。また割り当てると、その正しい値があらかじめわかっている任意の反応速度パラメータを修正することができます。任意の変数の修正をチェックすると、フィッティングプロセス中に変更されてからその値を防ぐことが未知の変数の総数を減らすため、時間はフィッティングのために必要となります。
フィッティング電位範囲の初期値は、ピーク電位から自動的に決定されますが、正と負の限界はそれぞれ、Fit_eh（$v$）と Fit_el（$v$）のフィールドにマニュアルで指定できます。
フィッティング手順では、全体の潜在的な範囲で近似曲線を生成しますが、適合度は、フィッティング電位範囲の区間で測定されます。これは、動力学的パラメーターの変化に影響されないと正確にフィットするのが困難な残余またはバックグラウンド電流の重要寄与がある傾向がより極端な電位に向かいます。ピーク電流の近くに潜在的な区間は、動力学的パラメーターに敏感になる傾向があります。
チャージング電流は CV のデータに大きく寄与しますので、二重層キャパシタンスは変数または定数として利用されています。

使用しているアルゴリズムは絶対エラーを最小にするため下記の式を用いています。

$$\mathrm{sqrt}\left[\ \Sigma\ _{I}(Fi - Ei)\hat{}2\ \right] / N,$$

Fi はフィットしたデータポイン、Ei は入力データポイントです。そして、N はデータポイントの合計です。相対誤差の代わりに絶対誤差は電流がほぼ消滅する重要なポイントを避けるために使用します。
スキップのパラメータはフィッティング手順からデータ点を省略でき、大幅にフィッティング時間を減らすことができます。エラーパラメータはフィッティング手順が終了する目的のエラーのしきい値です。

フィッティング手順のスタートの OK をクリックします。




フィッティング電位範囲は、グラフィカルに記録されます。フィットデータが緑でプロットして、入力データが赤色です。フィティングエラーと経過時間は左上に表示されます。
指定されたエラーに達したときにフィッティングプロセスは終了します。一方、Stop ボタンをクリックするか Esc キーを押すことによっていつでも終了することができます。結果としてフィット反応速度パラメーターが表示されます。

## 9.8.1. 概要

電気化学アナライザー専用ソフトウェアには、交流インピーダンスシミュレータという解析ソフトが統合されています。
これを使うことで交流インピーダンス測定（A.C. impedance）の結果と、シミュレータ内で構築した等価回路モデルを照らし合わせながら、等価回路の回路素子のパラメータについて求めたり、作成した等価回路から模擬的に交流インピーダンス測定したりすることができます。

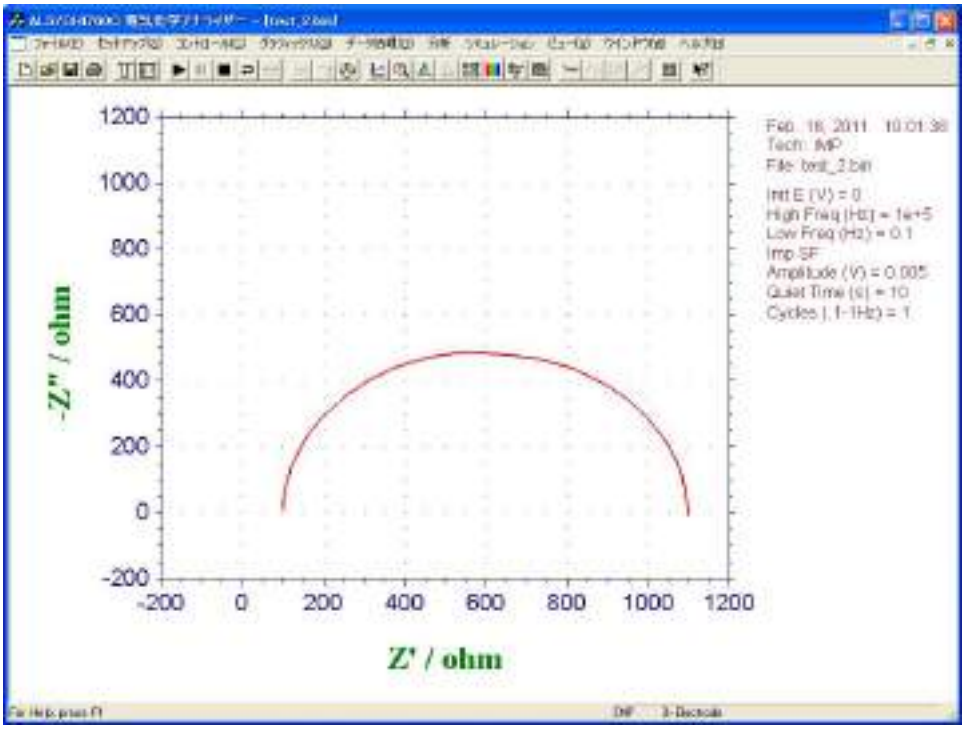



図　9.81.1.　交流インピーダンス測定　（ナイキストプロット）

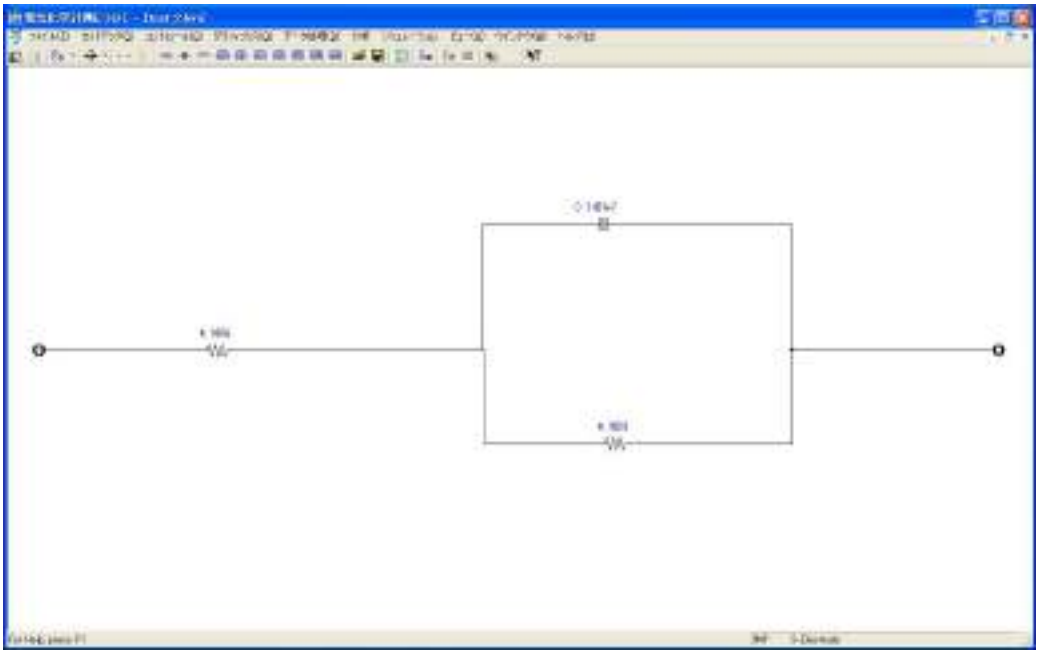


図 9.81.2.　等価回路の例　（簡単な randles 回路）

## 9.8.2. プログラムの開始手順

このプログラムを使用するにはまず電気化学アナライザーとソフトウェアが接続している状態である必要があります。
そしてセットアップ/テクニックから”A.C. impedance”を選択し、“OK”ボタンを押すか、”A.C. impedance”をダブルクリックすると電気化学測定法ダイアログボックスが閉じられます。

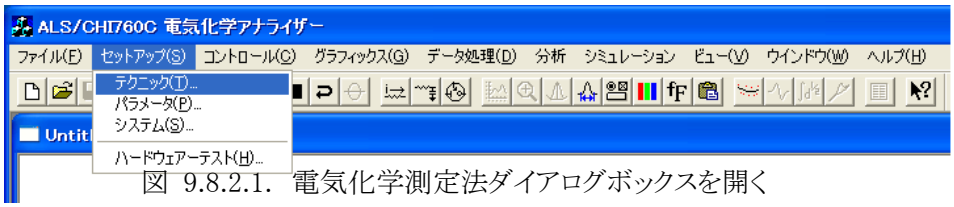



図 9.8.2.1. 電気化学測定法ダイアログボックスを開く

図 9.8.2.2. A.C.インピーダンスを選

図 9.8.2.3. 交流インピーダンス変数画

このとき、別の電気化学テクニックから“A.C. impedance”に変更すると、交流インピーダンス変数ダイアログボックスが現れます。解析のみを行いたい場合は、“OK”ボタンまたは“キャンセル”ボタンを押して、このダイアログボックスを閉じます。

続いて、シミュレーション/メカニズムを選択すると、等価回路入力用のメカニズム編集画面が現れます。

図 9.8.2.4. メカニズム編集画面を開く

図 9.8.2.5. メカニズム編集画面

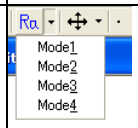
メカニズムモードに入ると、ツールバーはインピーダンスシミュレーション用のツールバーに切り替わります。このツールバーには、等価回路に使用する抵抗器やコンデンサーなどの回路素子用と、各種コマンド用のボタンが並んでいます。

図 9.8.2.6. インピーダンスシミュレーション用ツール

## 9.8.3. ツールバーボタンの説明

各ボタンの用途は以下のとおりです。

表 9.8.3.1. ツールバーボタンの一覧

| アイコン | 名称 | 説明 |
|---|---|---|
| | “元に戻す”ボタン | ボタンを押した回数分だけ描いた回路が以前の状態に戻る。 |
| | “やり直し”ボタン | “元に戻す”で以前の状態に戻された回路が、ボタンを押した回数分だけ復元される(“元に戻す”前の状態になる)。 |
| | “再配列”ボタン |  回路素子や結線の配置を変更できます。配列は 4 種類あり、右側の三角のプルダウン用ボタンを押すと、“mode 1”から“mode 4”まで選択できるようになっています。<br>注意)この 4 つの配列は必ずしも理想的な回路を描くというわけではありません。再配列された等価回路を希望しない場合は、お手数ですがドラッグして手動で好みの状態に配列しなおしてください。 |
| | “移動” ボタン | 編集画面上に配置された回路素子がボタンを押した回数分移動します。移動する方向は右側のプルダウン用ボタンを押すとメニューが現れるので、”Right”“Left”“Up”“Down”の 4 方向から予め選択します。 |
|  | “全消去”ボタン | 各回路素子と両端の黒丸が配線されているときに、編集画面上に表示された全ての回路素子、配線を消去します。 |
| | “切り取り”ボタン | 選択した回路素子、配線を消去するときに使います。 |
| | “抵抗器”ボタン | 抵抗器を加えたいときにこのボタンを左クリックします。 |
| | “コンデンサー”ボタン | コンデンサー(キャパシター)を加えたいときにこのボタンを左クリックします。 |
| | “コイル”ボタン | コイル(インダクタ)を加えたいときにこのボタンを左クリックします。 |
| | “ワールブルグ<br>インピーダンス”ボタン | 半無限拡散のワールブルグ(Warburg)インピーダンスを加えたいときにこのボタンを左クリックします。 |
| | “constant phase element<br>(CPE)”ボタン | constant phase element(CPE)を加えたいときにこのボタンを左クリックします。 |
| | “Cole-Cole<br>インピーダンス”ボタン | インピーダンスプロットがつぶれた円をなしているときに便宜的に使用できます。 |
| | “Cole-Davidson<br>インピーダンス”ボタン | インピーダンスプロットが高周波数側に直線部分を持つ、つぶれた円を描く場合に、便宜的に使用できます。 |
| | “Finite Length Diffusion<br>インピーダンス”ボタン | 一定の厚みを持つ薄層中のような系の、拡散インピーダンスを現すのに使用します。 |
| | “Open Finite Length Diffusion<br>インピーダンス”ボタン | Nernst 拡散のように、電解液中に拡散層を形成するような系の、拡散インピーダンスを現すのに使用します。 |
| | “Gerischer<br>インピーダンス”ボタン | ポーラス電極を用いた系の、電荷移動過程インピーダンスなどを現すのに使用されます。 |
| | “開く”ボタン | 作成済みの等価回路ファイル(*.imp)を読み込みます。 |
| | “保存”ボタン | 作成した等価回路ファイル(*.imp)を保存します。 |
| | “シミュレーション<br>パラメーター”ボタン | インピーダンスシミュレーションのパラメーター(周波数範囲、各桁のポイント数)を入力するボックスが現れる。 |
| | “シミュレーション”<br>ボタン | 作成済みの等価回路を利用したインピーダンスシミュレーション<br>(交流インピーダンス測定を模擬的に行う)の開始ボタン。 |
| | “フィッティング”<br>ボタン | 交流インピーダンス測定の測定結果に基づき新たに構築した等価回路のフィッティングをするときの開始ボタン。 |
| | “中断”ボタン | インピーダンスフィッティングを中断するボタン。<br>フィッティング中のみ使用可能。 |
| | “戻る”ボタン | メカニズム編集モードから交流インピーダンス測定の<br>結果表示画面に戻るボタン。 |
| | “Help”ボタン | このボタンを一度クリックした後に、メニューバーやツールバー内の項目を選択すると、その項目のヘルプが現れます。 |

### 9.8.4. 等価回路モデルの描き方

簡単な等価回路モデルの作成方法について説明します。

**① メカニズム編集画面上部のツールバーから、加えたい回路素子のボタンを左クリックします。**
**（追加できる回路素子は最大17個まで）**

図 9.8.4.1. 抵抗器ボタンをクリックしている様子

② ドラッグしないで（左ボタンから指を離して）マウスを任意の位置まで移動させます。
ポインタは手の形になり、回路素子をつかんでいます。

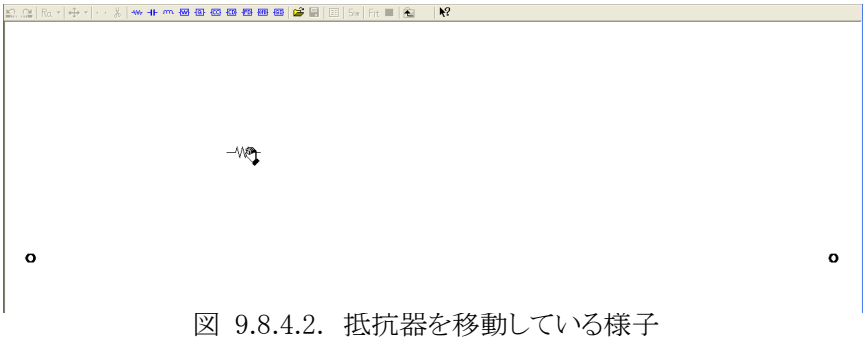


図 9.8.4.2. 抵抗器を移動している様子

③ 回路素子を配置したいところで左ボタンクリック。回路素子が赤く変わります。
回路素子は赤いときに選択されており、切り取りボタンによる消去などができます。
また回路素子は赤い状態から再度左クリックすると選択解除となります。

図 9.8.4.3. 抵抗器を配置している様子

④ 次に編集画面両端の黒い輪（電極に相当）にポインタを近づけると黒丸が現れる。この黒丸が現れるところが電極や回路素子を結ぶ導線の始点、終点、分岐点となります。

図 9.8.4.4. 黒丸が現れたところの図

⑤ 黒丸が現れた状態から左ボタンを押して、ドラッグすると導線が引かれます。

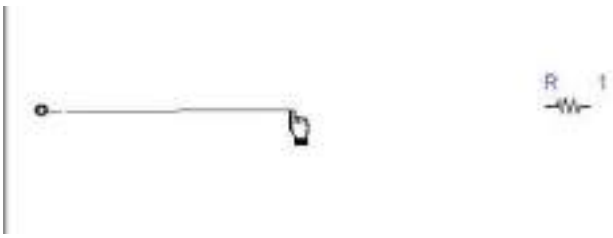


図 9.8.4.5. 導線を引いている様子

⑥ ドラッグしたままポインタを回路素子の端点に近づけると黒丸が現れます。現れたところでドラッグをやめると、導線が引かれます。

図 9.8.4.6. 抵抗器の短点に黒丸が現れたところ

⑦ 各回路素子は結線された状態で編集画面上を移動することができます。
これにより配置位置の修正を行うことができます。

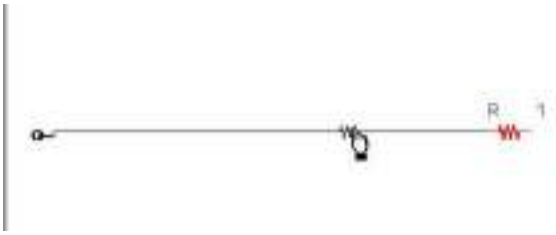



図 9.8.4.7. 抵抗器を選択してドラッグしている様子

⑧ ドラッグしたボタンを離すとその位置に回路素子が再配置されます。

図 9.8.4.8. 抵抗器を再配置している様子

⑨ 続いて①～③の要領で新たな回路素子を配置します。

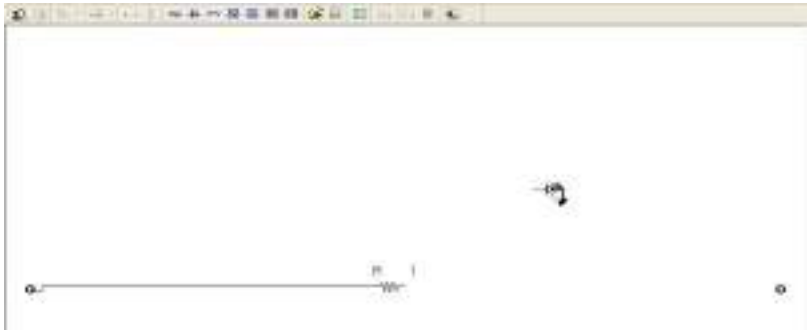


図 9.8.4.9. 新たにコンデンサを配置している様子

⑩ ④～⑥の要領で回路素子の間を導線でつなぎます。

図 9.8.4.10. コンデンサを電極につないでいる様子

⑪ 並列回路を作成したい場合は分岐させたいところにポインタを移動し、黒丸が現れたらドラッグします。

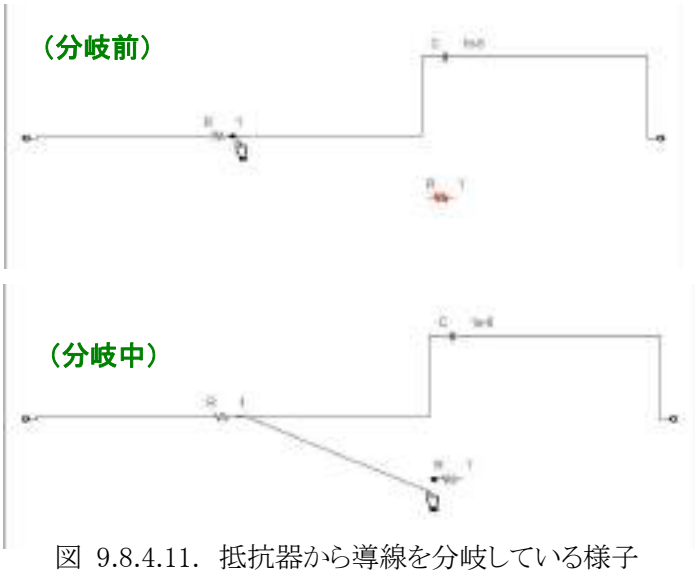



図 9.8.4.11. 抵抗器から導線を分岐している様子

⑫ 回路素子の配置、結線が完成したら、各回路素子の上でダブルクリックするとパラメータ入力用のダイアログボックスが現れるので、変更したい数値の入力や回路素子の名前の変更ができます。

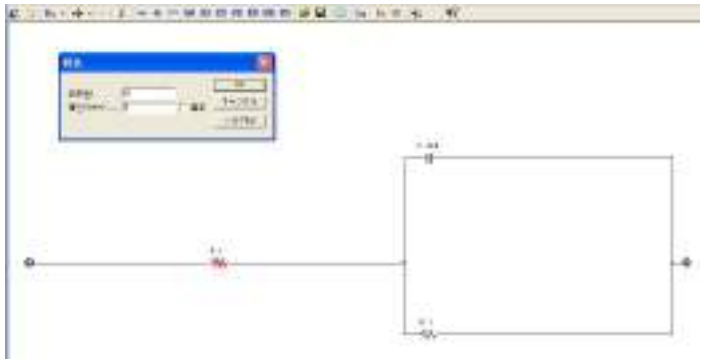


図 9.8.4.12. 抵抗器のパラメータ変更の様子

⑬ ダイアログボックスの OK ボタンを押すと変更が反映されます。

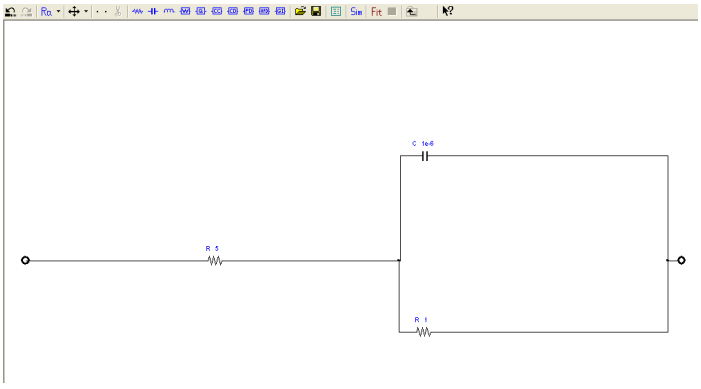


図 9.8.4.13. 抵抗器のパラメーター変更後の様子

## 9.8.5 回路素子のパラメータ-

各回路素子のインピーダンスの定義式、パラメータダイアログボックスの様子および、編集画面上の表示を示します。

### 9.8.5.1. 理想的な回路素子

#### 9.8.5.1.1. 抵抗器

a. 定義式

$$Z_R = R$$

ただし、R ： 抵抗器の抵抗

抵抗のインピーダンス $Z_R$ は周波数 f 及び 角周波数 ω (=2πf) の変化と無関係に一定となる。

b. パラメータダイアログボックス

図 9.8.5.1.1. 抵抗器のパラメータ ダイアログボックス

表 9.8.5.1.1. 抵抗器のパラメータ ダイアログボックスの概

| パラメーター | 入力可能範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| 名前(N) | 半角 9 文字まで | 任意の名前を入力し、抵抗器が複数ある場合に区別できる。 |
| 値(V)(ohm) | 0.001 ～ $10^{12}$ | 定義式のRに相当。単位はオーム(Ω)で入力。 |

固定ボックスにチェックを入れるとフィッティング操作時に値が固定されます。

c. 編集画面上の表示

編集画面には以下のように入力した“名前”と“抵抗値”が現れます。
値を固定した場合、編集画面の表示は青から茶色になります。

図 9.8.5.1.1.2. 抵抗器の編集画面上の表示 (左)数値固定なし (右)数値

### 9.8..5.1.2. コンデンサー

a. 定義式

$$Z_C = \frac{1}{j\omega C}$$

ただし、j ： 虚数単位、 ω ： 角周波数、 C ： 静電容量

コンデンサーのインピーダンス $Z_C$ は周波数 f 及び角周波数 ω (=2πf) の関数であり、入力した電流に対して出力する電位は 90 度位相が遅れます。

b. パラメータダイアログボックス

図 9.8.5.1.2.1. コンデンサーのパラメータ ダイアログボッ

表 9.8.5.1.2.1 コンデンサーのパラメータ ダイアログボックスの概要

| パラメーター | 入力可能範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| 名前(N) | 半角 9 文字まで | 任意の名前を入力し、コンデンサが複数ある場合に区別できる。 |
| 値(V)(Farad) | $10^{-12}$～1 | 定義式のCに相当。単位はファラッド(F)で入力。 |

固定ボックスにチェックを入れるとフィッティング操作時に値が固定されます。

c. 編集画面上の表示

編集画面には入力した“名前”と“静電容量値”が現れます。
値を固定した場合、編集画面の表示は青から茶色になります。

図 9.8.5.1.2.2. コンデンサの編集画面上の表示 (左)数値固定なし (右)数値固定

### 9.8.5.1.3 コイル（インダクター）

a. 定義式

$$Z_L = j\omega L$$

ただし、j ： 虚数単位、 ω ： 角周波数、 L ： インダクタンス

インダクターのインピーダンス $Z_L$ は角周波数 ωの関数であり、入力した電流に対して出力する電位は 90 度位相が進みます。

b. パラメータダイアログボックス

図 9.8.5.1.3.1. インダクターのパラメータ ダイアログボックス

表 9.8.5.1.3.1. インダクターのパラメータ ダイアログボックスの概要

| パラメーター | 入力可能範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| 名前(N) | 半角 9 文字まで | 任意の名前を入力し、コイルが複数ある場合に区別できる。 |
| 値(V)(Hunry) | $10^{-12}$～1 | 定義式のLに相当。単位はヘンリー（H）で入力。 |

また固定ボックスにチェックを入れるとフィッティング操作時に値が固定されます。

c. 編集画面上の表示

編集画面には入力した“名前”と“インダクタンス”が現れます。
値を固定した場合、編集画面の表示は青から茶色になります。

図 9.8.5.1.3.21 インダクターの編集画面上の表示 （左）数値固定なし （右）数値固定

## 9.8.5.2. 分布回路素子(素子の集合体)

### 9.8.5.2.1. ワールブルグ インピーダンス(無限拡散時)

a. 定義式

$$Zw = \frac{1}{Y_0(j\omega)^{1/2}}$$

ただし、$Y_0$ : 角周波数が 1 のときのアドミタンス、 j : 虚数単位、 ω : 角周波数

電荷移動律速と拡散律速の混合系ではナイキストプロットにおいて低周波数領域で
実数軸に対して約 45° の傾きを持った直線が現れることがあります。
これがワールブルグインピーダンスと呼ばれる拡散過程に特有のインピーダンスです。
ワールブルグインピーダンス Zw は角周波数 ω の平方根の関数です。

b. パラメータダイアログボックス

図 9.8.5.2.1. ワールブルグ インピーダンスのパラメータ ダイアログボックス

表 9.8.5.2.1. ワールブルグ インピーダンスのパラメータ ダイアログボックスの概要

| パラメーター | 入力可能範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| Name | 半角 9 文字まで | 任意の名前を入力し、複数ある場合に区別できる。 |
| Y0 | $10^{-6}$～1 | 定義式の角周波数ωが 1rad/sのときのアドミタンスの大きさを表す。 |

固定ボックスにチェックを入れるとフィッティング操作時に値が固定されます。

c. 編集画面上の表示

編集画面に入力した“Name”と“Y0”が現れます。
値を固定した場合、編集画面の表示は青から茶色になります。

図 9.8.5.2.2. ワールブルグ インピーダンスの編集画面上の表示
(左)数値固定なし (右)数値固定

9.8.5.2.2. constant phase element (CPE)

a. 定義式

$$Z_Q = \frac{1}{Y_0(j\omega)^n}$$

ただし、$Y_0$ ： 角周波数が 1 のときのアドミタンス、 j ： 虚数単位、 ω ： 角周波数、
n ： ひずみを表すパラメーター

抵抗器とコンデンサの並列回路のナイキストプロットは理想的には半円を描くが、実際の交流インピーダンス測定結果においてこの半円が虚軸方向につぶれていることが多い。
そこで交流インピーダンス測定において特に電気二重層容量を表すコンデンサの変わりに抵抗成分を持つ不完全なキャパシター(コンデンサ)として、constant phase element (CPE)を使用することがあります。CPEのインピーダンス$Z_Q$ は角周波数 ω の n 乗の関数です。

b. パラメータダイアログボックス

図 9.8.5.2.2.1. CPEのパラメータ ダイアログボックス

表 9.8.5.2.2..CPEのパラメータ ダイアログボックスの概要

| パラメーター | 入力可能範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| 名前 | 半角 9 文字まで | 任意の名前を入力し、複数ある場合に区別できる。 |
| n Value | 0～1 | n=1 のとき CPE は理想的なキャパシターとして、n=0 のとき CPE は純粋な抵抗としてふるまいます。 |
| Y0 (1/ohm) | $10^{-12}$～1000 | 角周波数ωが 1rad/sのときのアドミタンスの大きさを表す。 |

固定ボックスにチェックを入れるとフィッティング操作時に値が固定されます。

c. 編集画面上の表示

編集画面に入力した“名前”と“Y0”と“n Value”が現れます。
値を固定した場合、編集画面の表示は青から茶色になります。

図 9.8.5.2.2..2. CPEの編集画面上の表示 (左)数値固定なし (右)数値固定

### 9.8.5.2.3.Cole-Cole インピーダンス

a. 定義式

$$Z_{CC} = \frac{R}{1 + (j\omega\tau)^{\alpha}}$$

ただし、$R_M$ :Cole-Cole インピーダンスの抵抗 、 j : 虚数単位、 $\omega$ : 角周波数、
$\tau$ : 緩和時間、 $\alpha$ : ひずみを表すパラメーター

インピーダンスプロットが虚軸側につぶれた円をなしているときに便宜的に使用できます。

b. パラメータダイアログボックス

図 9.8.5.2.3.1. Cole-Cole インピーダンスのパラメータ ダイアログボックス

表 9.8.5.2.3. Cole-Cole インピーダンスのパラメータ ダイアログボックスの概要

| パラメーター | 入力可能範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| Name | 半角 9 文字まで | 任意の名前を入力し、複数ある場合に区別できる。 |
| R(ohm) | 0.001 ～ $10^{12}$ | Cole-Cole インピーダンスの抵抗。 |
| Arfa | 0～1 | $\alpha$=1 のとき.半円になる。 |
| Tao | 0.0001～10 | 緩和時間(時定数)。 |

固定ボックスにチェックを入れるとフィッティング操作時に値が固定されます。

c. 編集画面上の表示

**編集画面に入力した“Name”と“R”と“Alpha” と“Tau”が現れます。**
値を固定した場合、編集画面の表示は青から茶色になります。

図 9.8.5.2.3.2. Cole-Cole インピーダンスの編集画面上の表示
(左)数値固定なし (右)数値固定

### 9.8.5.2.4.Cole-Davidson インピーダンス

a. 定義式

$$Z_{CD} = \frac{R}{(1 + j\omega\tau)^{\alpha}}$$

ただし、$R_M$ :Cole-Davidson インピーダンスの抵抗 、 j : 虚数単位、 $\omega$ : 角周波数、 $\tau$ : 緩和時間、 $\alpha$ : ひずみを表すパラメーター

インピーダンスプロットが高周波数側に直線部分を持つつぶれた円を描く場合に、便宜的に使用できます。

b. パラメータダイアログボックス

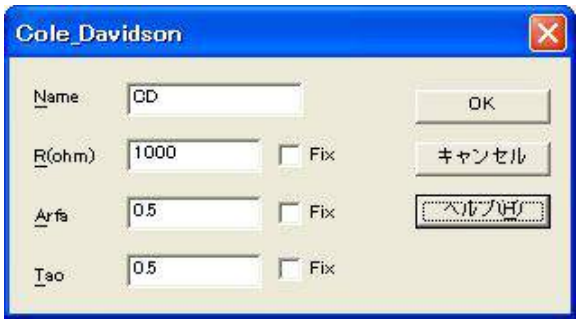



図 9.8.5.2.4.1. Cole-Davidson インピーダンスのパラメータ ダイアログボックス

表 9.8.5.2.4. Cole-Davidson インピーダンスのパラメータ ダイアログボックスの概要

| パラメーター | 入力可能範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| Name | 半角 9 文字まで | 任意の名前を入力し、複数ある場合に区別できる。 |
| R(ohm) | 0.001 ～ $10^{12}$ | Cole-Davidson インピーダンスの抵抗。 |
| Arfa | 0～1 | $\alpha$=0.5 のとき高周波数側の傾きが 45 度になる。 |
| Tao | 0.0001～10 | 緩和時間(時定数)。 |

固定ボックスにチェックを入れるとフィッティング操作時に値が固定されます。

c. 編集画面上の表示

編集画面に入力した“Name”と“R”と“Arfa” と“Tao”が現れます。

値を固定した場合、編集画面の表示は青から茶色になります。

図 9.8.5.2.4.2. Cole-Davidson インピーダンスの編集画面上の表示
(左)数値固定なし (右)数値固定

### 9.8.5.2.5.Finite Length Diffusion　インピーダンス

a. 定義式

$$Z_{FD} = \frac{\coth\left((j\omega)^{1/2}\delta / D^{1/2}\right)}{Y_0(j\omega)^{1/2}}$$

ただし、$Y_0$ :角周波数が 1 のときのアドミタンス 、 j ： 虚数単位、 ω ： 角周波数、
δ ： 拡散層の厚み、 D ： 拡散係数

一定の厚みを持つ薄層中のような系の、拡散インピーダンスを現すのに使用します。

b. パラメーターダイアログボックス

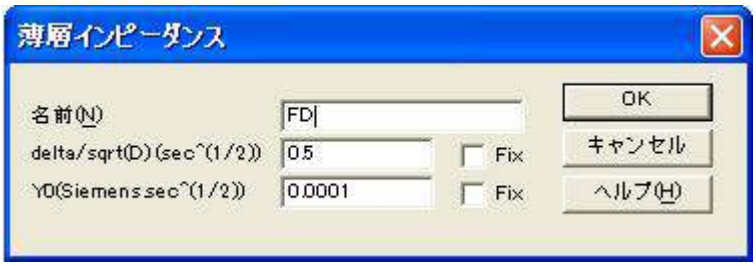



図 9.8.5.2.5.1. Finite Length Diffusion インピーダンスのパラメーター ダイアログボックス

表 9.8.5.2.5. Finite Length Diffusion インピーダンスのパラメーター ダイアログボックスの概要

| パラメーター | 入力可能範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| Name | 半角 9 文字まで | 任意の名前を入力し、複数ある場合に区別できる。 |
| Delta/sqrt(D) (sec^(1/2)) | $10^{-6}$ ～ $10^{3}$ | 拡散層の厚み( δ )と拡散係数(D)の平方根からなる値。次元は時間の平方根。 |
| Y0 (Siemens, sec^(1/2)) | $10^{-12}$ ～ $10^{12}$ | 定義式の角周波数ωが 1rad/sのときのアドミタンスの大きさを表す。 |

固定ボックスにチェックを入れるとフィッティング操作時に値が固定されます。

c. 編集画面上の表示

編集画面に入力した“Name”と“Delta/sqrt(D)”と“Y0”が現れます。
値を固定した場合、編集画面の表示は青から茶色になります。

図 9.8.5.2.5.2. Cole-Davidson インピーダンスの編集画面上の表示
(左)数値固定なし (右)数値固定

### 9.8.5.2.6.Open Finite Length Diffusion インピーダンス

a. 定義式

$$Z_{OFD} = \frac{\tanh\left((j\omega)^{1/2}\delta / D^{1/2}\right)}{Y_0(j\omega)^{1/2}}$$

ただし、$Y_0$ :角周波数が 1 のときのアドミタンス 、 j : 虚数単位、 ω : 角周波数、
δ : 拡散層の厚み、 D : 拡散係数

Nernst 拡散のように、電解液中に拡散層を形成するような系の、拡散インピーダンスを現すのに使用します。

b. パラメーターダイアログボックス

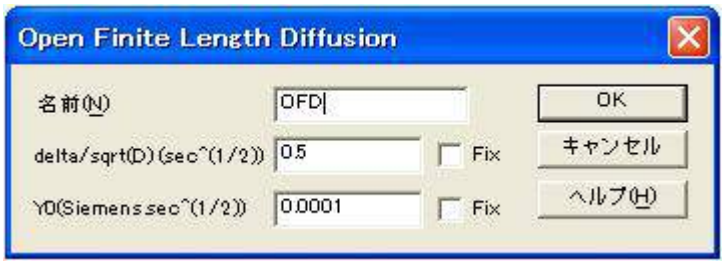



図 9.8.5.2.6.1. Open Finite Length Diffusion インピーダンスのパラメーター ダイアログボックス

表 9.8.5.2.6. Open Finite Length Diffusion インピーダンスのパラメーター ダイアログボックスの概要

| パラメーター | 入力可能範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| Name | 半角 9 文字まで | 任意の名前を入力し、複数ある場合に区別できる。 |
| Delta/sqrt(D) (sec^(1/2)) | $10^{-6}$ ～ $10^{3}$ | 拡散層の厚み(δ)と拡散係数(D)の平方根からなる値。次元は時間の平方根。 |
| Y0 (Siemens, sec^(1/2)) | $10^{-12}$ ～ $10^{12}$ | 定義式の角周波数ωが 1rad/sのときのアドミタンスの大きさを表す。 |

固定ボックスにチェックを入れるとフィッティング操作時に値が固定されます。

c. 編集画面上の表示

編集画面に入力した“Name”と“Delta/sqrt(D)”と“Y0”が現れます。
値を固定した場合、編集画面の表示は青から茶色になります。

図 9.8.5.2.6.2. Open Finite Length Diffusion インピーダンスの編集画面上の表示
(左)数値固定なし (右)数値固定

### 9.8.5.2.7.Gerischer インピーダンス

a. 定義式

$$Z_{GI} = \frac{1}{Y_0 (k + j\omega)^{\alpha}}$$

ただし、$Y_0$ :角周波数が 1 のときのアドミタンス 、 j : 虚数単位、 ω : 角周波数、
k : 緩和時間の逆数

ポーラス電極を用いた系の、電荷移動過程インピーダンスなどを現すのに使用されます。

b. パラメーターダイアログボックス

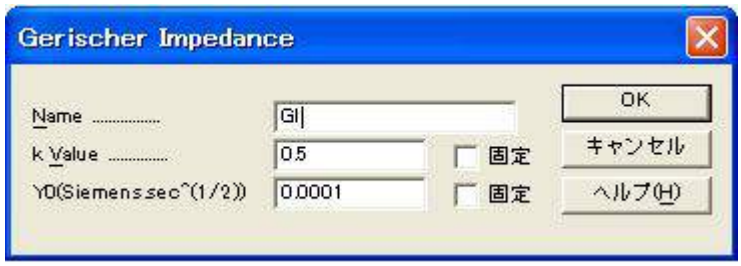



図 9.8.5.2.7.1. Gerischer インピーダンスのパラメーター ダイアログボックス

表 9.8.5.2.7. Gerischer インピーダンスのパラメーター ダイアログボックスの概要

| パラメーター | 入力可能範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| Name | 半角 9 文字まで | 任意の名前を入力し、複数ある場合に区別できる。 |
| K Value | $10^{-12}$ ～ $10^{12}$ | 緩和時間の逆数。 |
| Y0 (Siemens, sec^(1/2)) | $10^{-12}$ ～ $10^{12}$ | 定義式の角周波数ωが 1rad/sのときのアドミタンスの大きさを表す。 |

固定ボックスにチェックを入れるとフィッティング操作時に値が固定されます。

c. 編集画面上の表示

編集画面に入力した“Name”と“Y0”と“k”が現れます。
値を固定した場合、編集画面の表示は青から茶色になります。

図 5-2-7-2. Gerischer インピーダンスの編集画面上の表示
(左)数値固定なし (右)数値固定

### 9.8.6.インピーダンスシミュレーションの手順

作成した等価回路を使って模擬的に交流インピーダンス測定を行い、新たなインピーダンススペクトルを作成、表示させることができます。

① **2. シミュレーターの開始**に従って、メカニズム編集画面を開きます。

② **4. 等価回路モデルの描き方**に従い等価回路を作成するか、“開く”ボタンをクリックし、作成済みの等価回路ファイルを読み出します。

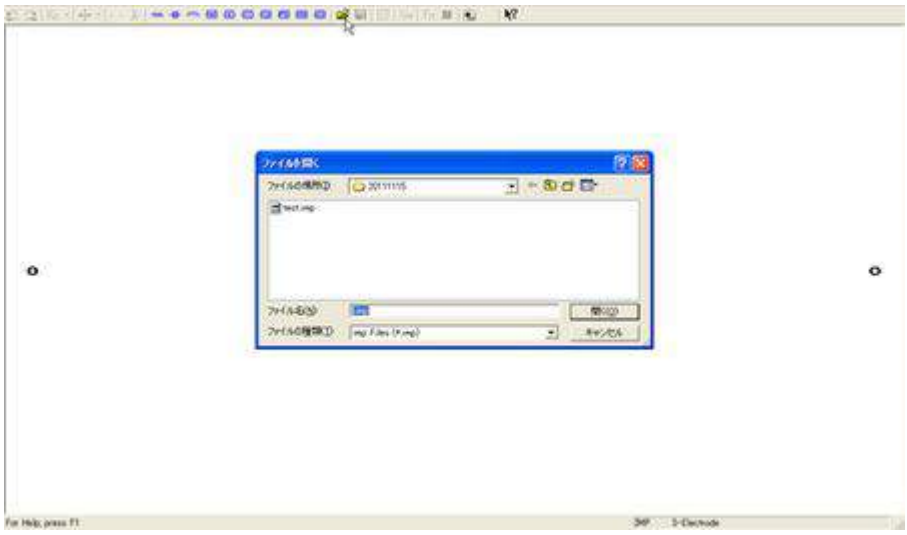


図 9.8.6.1. 作成済みの等価回路ファイルを読み出している様子

③ 続いて“シミュレーションパラメーター”ボタンをクリックします。

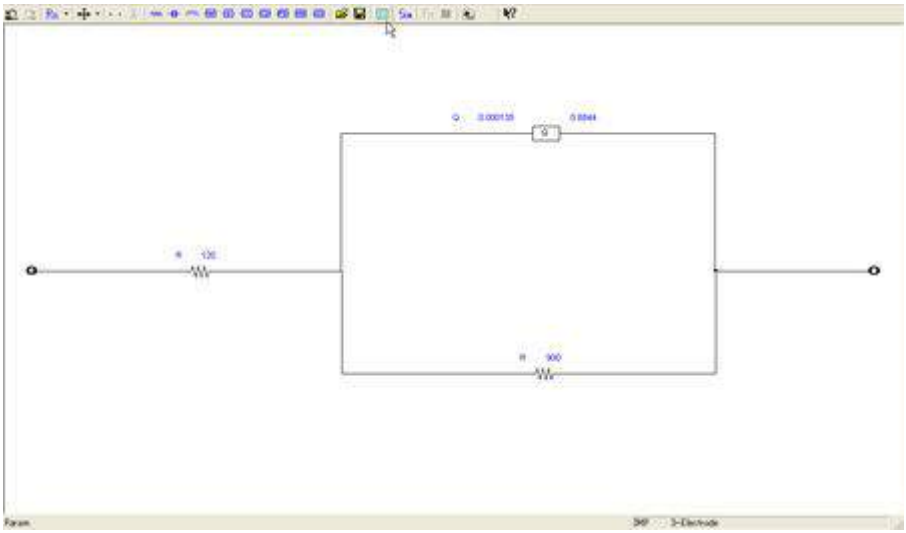


図 9.8.6.2. シミュレーションパラメーターを読み出している様子

④ “インピーダンスシミュレーションパラメーター”ダイアログボックスに数値を入力し、“OK”をクリックします。

図 9.8.6.3. シミュレーションパラメーター ダイアログボックス

表 9.8.6.1.　シミュレーションパラメーター　ダイアログボックスの概要

| | 入力可能範囲 | 内容 |
|---|---|---|
| 高周波数(H)(Hz) | 1e-5 ～ 1e+8 | 作成するインピーダンススペクトルの最大周波数 |
| 低周波数(H)(Hz) | 1e-5 ～ 1e+8 | 作成するインピーダンススペクトルの最小周波数。 |
| Point per Decade Freq | 2 ～ 200 | 各桁の周波数範囲内でとるポイント数 |

⑤ Sim”ボタンをクリックすると、交流インピーダンス測定のシミュレーションが開始されます。

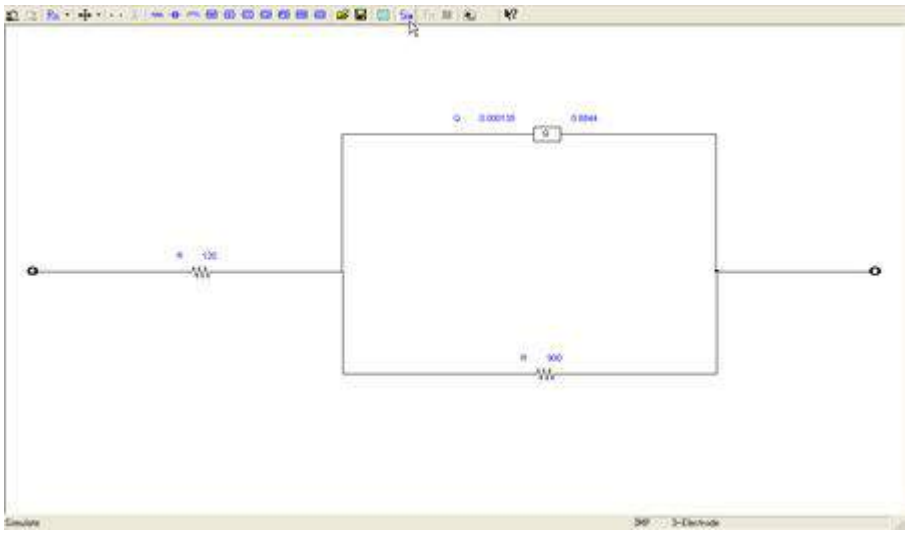


図 9.8.6.4.　シミュレーション開始の様子

⑥ シミュレーションの終了後、自動的に結果が表示されます。

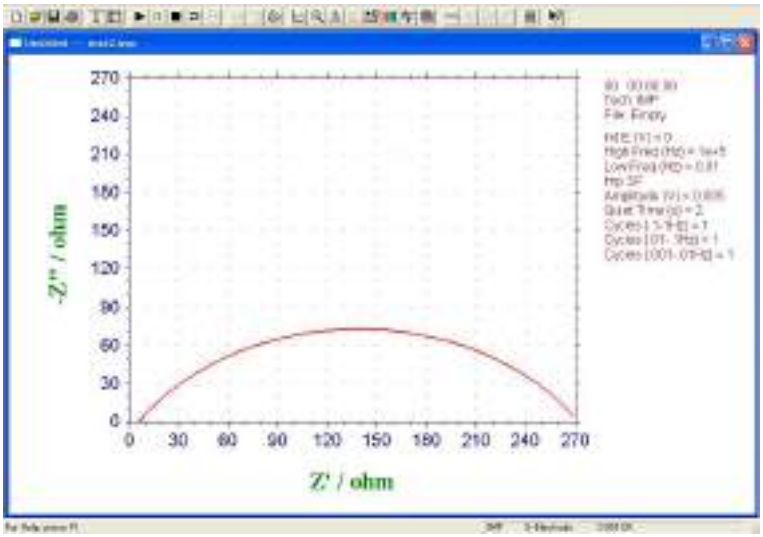



図 9.8.6.5.　シミュレーション結果表示の様子

## 9.8.7.等価回路フィッティングの手順

実際に測定された交流インピーダンスの結果を基に、予測して組んだ等価回路モデルの回路素子やインピーダンス成分のパラメーターを最適化する機能です。

例えば、下図の様な交流インピーダンス測定結果が得られた場合を例に説明します。

このナイキストプロットで、横軸の 100Ω以下は電荷移動律速の容量性半円を、100Ω以上は拡散過程による 45 度の直線を表していると思われます。

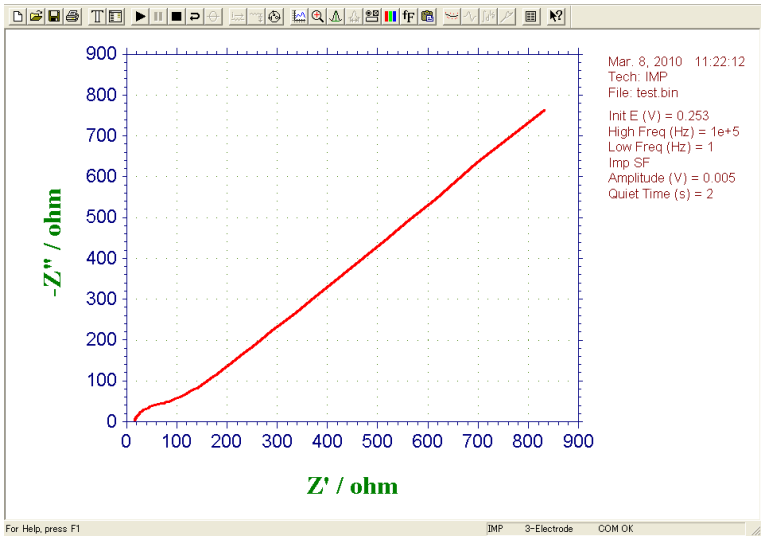



図 9.8.7.1. 測定した交流インピーダンスデータ

① 測定結果を開いた状態から **2. シミュレーターの開始**に従って、メカニズム編集画面を開きます。

② Randles 型等価回路を作図します。

拡散律速の 45 度の直線があることから、ワールブルグインピーダンスWを電荷移動抵抗 R ct と直列に配置します。また、容量性半円は虚軸側につぶれているため、ここではコンデンサーではなく、CPE Q cpe を使用しています。

このとき溶液抵抗 R sol を測定時のナイキストプロットの結果からおよそ 15Ω と予測できるので、R sol の抵抗値に仮の数値として 15 を入力し、固定しておくと初回のフィッティングの精度が増します。

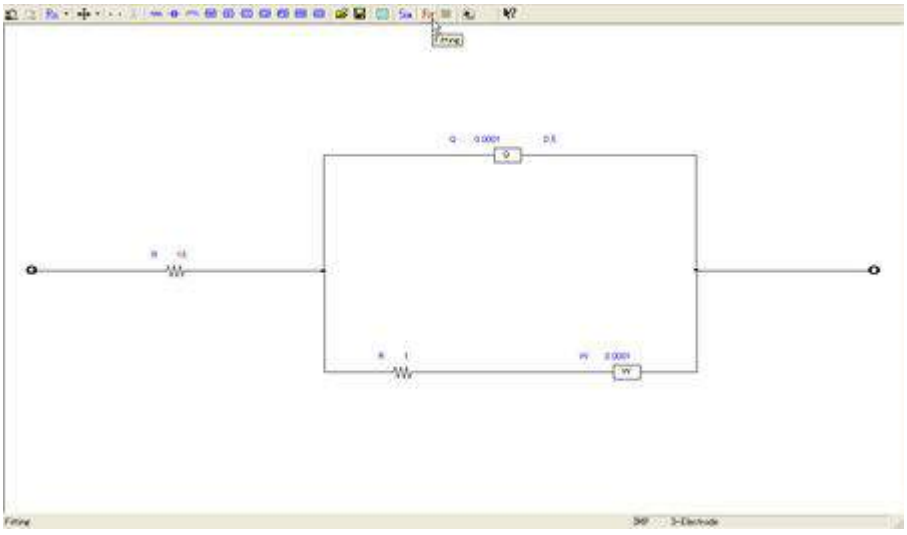


図 9.8.7.2. 組み立てた等価回路とフィッティングの開始

③ 上部の“Fit”ボタンを押します。

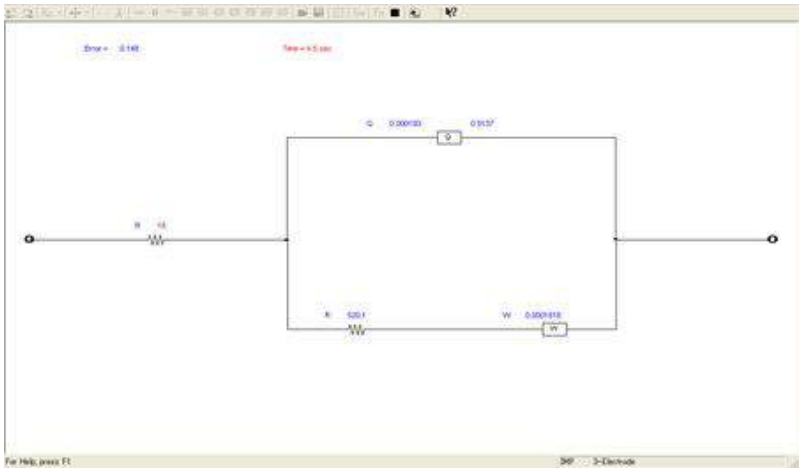


図 9.8.7.3. フィッティング中の様子

④ 更に溶液抵抗 R sol の固定を外して、電荷移動抵抗 R ct やワールブルグインピーダンス W などを固定し、再度フィッティングします。終了後、“戻る”ボタンでフィッティングの結果を確認します。

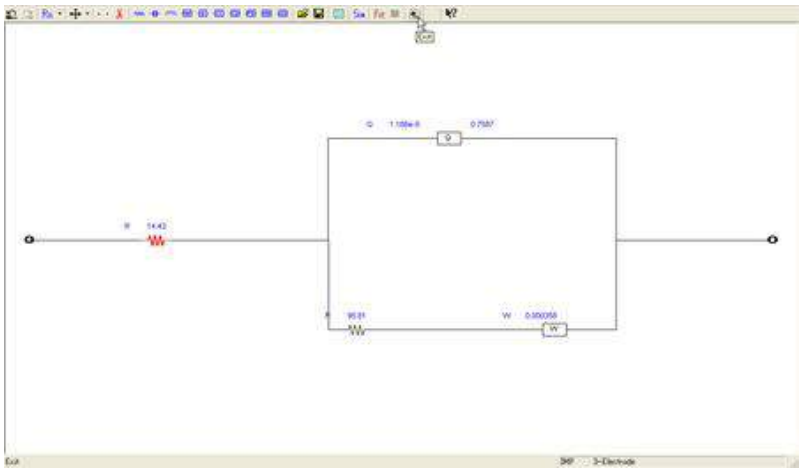


図 9.8.7.4. フィッティング結果の確認画面へ

⑤ 元となる測定結果(赤線)とフィッティング結果(青線)を比較し、更に修正が必要な場合は、シミュレーション/メカニズムを選択して、再フィッティングや等価回路の修正を行います。

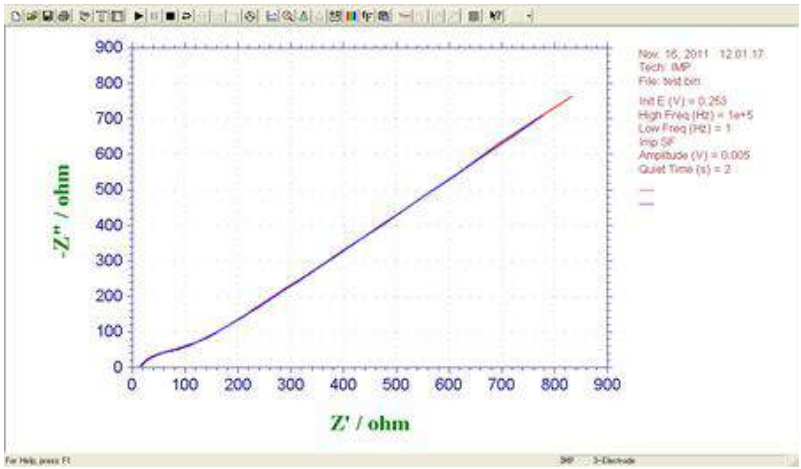



図 9.8.7.5. 元のデータとの重ねがきの様子

## 10.1 データ情報コマンド

このコマンドを使用すると、現在のデータ情報を観察できます。
システムはデータ情報ダイアログボックスを表示します：

次の項目は現在のデータの情報を観察できます。:

**ファイル名**
　この編集ボックスは現在のデータのファイル名を表示します。それが保存されていない場合、ファイル名は適当な名前を入力してください。

**データソース**
　このボックスは測定またはシミュレーションのどちらかを表示します。

**モデル**
　このボックスはデータが取得された時に使用されたモデルを表示します。

**日付**
　このボックスはデータが取得された日付を表示します。

**時間**
　このボックスはデータが取得された時間を表示します。

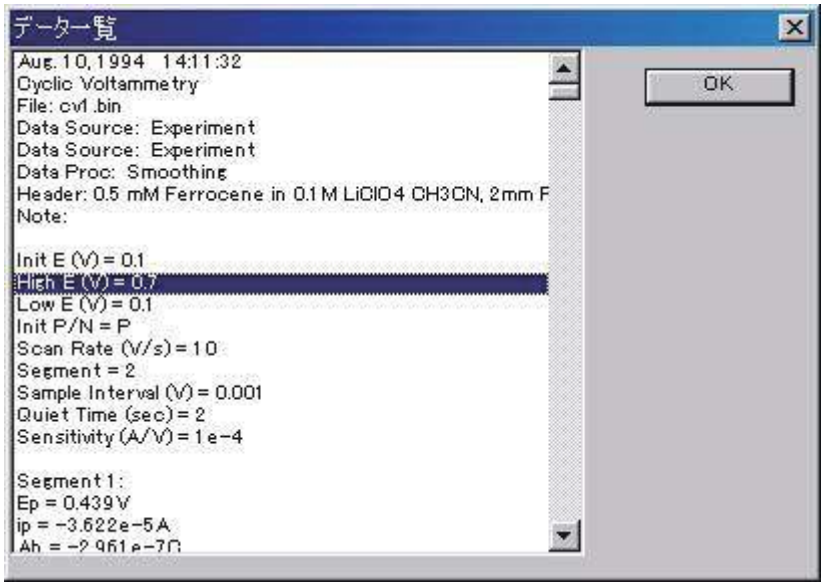
**データ処理実行**
　このリストボックスはデータ処理のタイプが行われたことを表示します。データ処理のいくつかのタイプが実行された場合、多数の項目がチェックされます。これは以前このデータセットを行なっていることを知ることができます。

**ヘッダー**
　このボックスはヘッダーを表示し、データプロットに表れます。

**注**
　このボックスは実験についての注を表示します。注は実験の目的、条件を知らせます。

## 10.2 データ一覧コマンド

このコマンドを使用すると、実験条件、結果、データの数値を一覧します。
一覧のフォーマットはファイルメニューのテキストファイルフォーマットにより変更できます。
システムはデータ一覧ダイアログボックスを表示し、数値データを観察できます。必要ならば、スクロールバーまたは一覧を使用できます。一覧が長すぎる場合、データの後半部分は切りつめられます。



## 10.3 理論式コマンド

このコマンドを使用すると、電気化学テクニックに関連する理論式を観察できます。次の式の一覧が利用できます。理論式の詳細ならびに使用方法について "Electrochemical Methods" A.J. Bard and L.R. Faulkner, Wiley, New York, 1980 を参照して下さい。

### 理論式

一般式
記号と単位
リニアースィープボルタンメトリー
サイクリックボルタンメトリー
階段波ボルタンメトリー
ターフェルプロット
クロノアンペロメトリー
クロノクーロメトリー
微分パルスボルタンメトリー
ノーマルパルスボルタンメトリー
矩形波ボルタンメトリー
交流ボルタンメトリー
第二高調波交流ボルタンメトリー
i-t 曲線
バルク電気分解
ハイドロダイナミック変調ボルタンメトリー
交流インピーダンス
クロノポテンショメトリー
ポテンショメトリックストリッピング分析

## 10.4 クロックコマンド

　このコマンドを使用すると、現在の年月日、時間を観察できます。
　システムはクロックダイアログボックスを表示し、日時を観察できます。時間は定期的に更新できます。

## 10.5 ツールバーコマンド

ファイルを開けるなどのシステムで頻繁に使われるいくつかのコマンドをツールバーに表示したり、隠したりするためのコマンドです。ツールバーが表示される場合、メニューアイテムの横にチェックマークが表示されます。

ツールバーはメニューバーの下に位置し、アプリケーションウィンドウの上に表れます。ツールバーはプログラムで使用される多くのツールに簡単にアクセスできます。
アプリケーションに応じて、ビューメニューからツールバーを追加または削除します。

## 10.6 ステータスバーコマンド

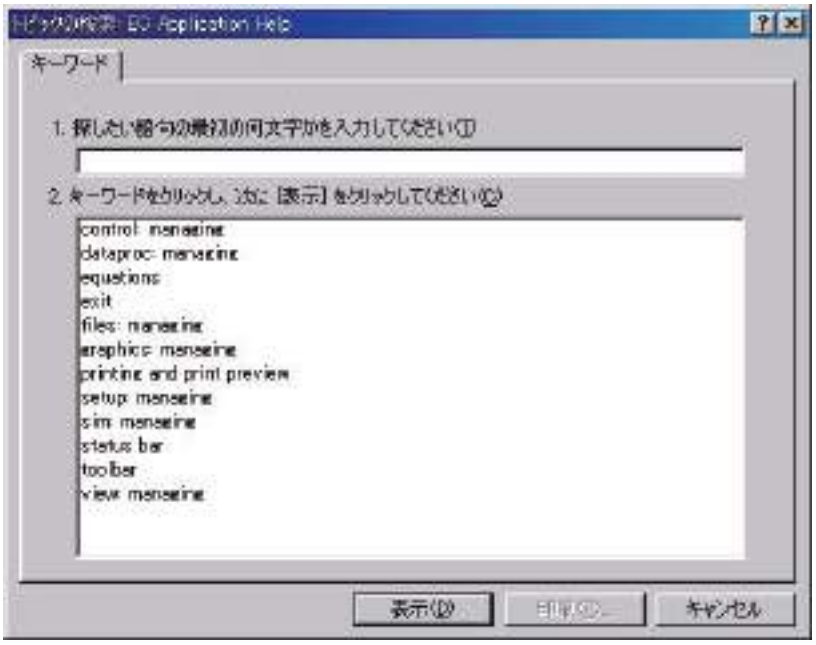
選択メニュー項目またはツールバーボタンを押したり、ファイル状況、現在のアクティブテクニックを実行したステータスバーを表示したり、隠したりするために使用します。ステータスバーが表示された時、チェックマークがメニュー項目の次に表れます。

ステータスバーはアプリケーションウインドウの下に表れます。ステータスバーを表示したり、隠したりする場合、ビューメニューのステータスバーコマンドを用います。

スーテタスバーの左エリアはメニュー項目の動きを描写し、メニューを通じて矢印キーでナビゲートできます。このエリアはツールボタンを放す前に、押してツールバーの動きを描写するメッセージを示します。実行したくないツールバーコマンドの内容を見て、ポインターをツールバーから離し、マウスボタンを放します。
ステータスバーの右エリアはファイル状況と現在のアクティブテクニックを示します。

## 11.1 ヘルプトピックスコマンド

ヘルプのスクリーンを開くための表示コマンドです。スクリーンを開いて、使用するプログラム、各種リファレンス情報のステップ毎の取扱いにジャンプできます。




プログラムのある部分のヘルプを知りたい場合､状況ヘルプコマンドを用います。ツールバーの状況ヘルプボタンを選択すると、マウスポインターは矢印、疑問符に変更します。別のツールバーボタンのようにアプリケーションウィンドウのある部分でクリックしますと、クリックした項目のヘルプトピックが表れます。

# A-1. 電気化学テクニックの略称

| | |
|---|---|
| ACV: | AC Voltammetry (Phase Selective AC Voltammetry を含む )<br>交流ボルタンメトリー ( 位相選択交流ボルタンメトリー ) |
| BE: | Bulk Electrolysis with Coulometry<br>バルク電気分解―クーロメトリー |
| CA: | Chronoamperometry<br>クロノアンペロメトリー |
| CC: | Chronocoulometry<br>クロノクーロメトリー |
| CP: | Chronopotentiometry<br>クロノポテンショメトリー |
| CPCR: | Chronopotentiometry with Current Ramp<br>クロノポテンショメトリー－電流ランプ |
| CV: | Cyclic Voltammetry<br>サイクリックボルタンメトリー |
| DDPA: | Double Differential Pulse Amperometry<br>ダブル微分パルスアンペロメトリー |
| DNPV: | Differential Normal Pulse Voltammetry<br>微分ノーマルパルスボルタンメトリー |
| DPA: | Differential Pulse Amperometry<br>微分パルスアンペロメトリー |
| DPV: | Differential Pulse Voltammetry<br>微分パルスボルタンメトリー |
| ECN: | Electrochemical Noise Measurement<br>電気化学ノイズ測定 |
| HMV: | Hydrodynamic Modulation Voltammetry<br>ハイドロダイナミック変調ボルタンメトリー |
| IMP: | Impedance Spectroscopy<br>インピーダンススペクトロスコピィー |
| IMP-t: | Impedance・Time<br>インピーダンス－時間 |
| IMP-E: | Impedance・Potential<br>インピーダンス－電位 |
| IPAD: | Integrated Pulse Amperometric Detection<br>積分パルスアンペロメトリー検出 |
| ISTEP | Multi Current Steps<br>マルチ電流ステップ |
| i-t: | i-t Curve<br>アンペロメトリー i-t 曲線 |
| LSV: | Linear Sweep Voltammetry<br>リニアースィープボルタンメトリー |
| NPV: | Normal Pulse Voltammetry<br>ノーマルパルスボルタンメトリー |
| OCPT: | Open Circuit Potential・Time<br>オープンサーキットポテンシャル－時間 |
| PSA: | Potentiometric Stripping Analysis<br>ポテンショメトリックストリッピング分析 |

QCM: Quartz Crystal Microbalance
水晶振動子微量天秤

SCV: Staircase Voltammetry
階段波ボルタンメトリー

SHACSV: Second Harmonic AC Stripping Voltammetry (Second Harmonic Phase Selective AC Stripping Voltammetry)
第二高調波交流ストリッピングボルタンメトリー ( 第二高調波位相選択交流ストリッピングボルタンメトリーを含む )

SSF: Sweep-Step Functions
スィープ－ステップファンクション

STEP: Multi-Potential Steps
マルチ－ポテンシャルステップ

SWV: Square Wave Voltammetry
矩形波ボルタンメトリー

TAFEL: Tafel Plot
ターフェルプロット

TPA: Triple Pulse Amperometry
トリプルパルスアンペロメトリー

# A-2. 電気化学モデル 400C 高速水晶振動子微量天秤測定

## Model 400C Time-Resolved Electrochemical Quartz Crystal Microbalance

水晶振動子微量天秤 (QCM) は超高感度質量測定機能を持った音波マイクロセンサーの一種です。例として、基本周波数 7.995 MHz の水晶振動子を使用する場合（当社の装置仕様)、1 Hz の正変化は表面積 0.196 $cm^2$ の水晶に吸着された 1.34 ng の試料に相当します。

QCM とその電気化学との組み合わせ (EQCM) は結晶に沈積した金属の検出、ポリマーフィルム中のイオン移動過程の観測、バイオセンサー開発と、吸着物質の吸着力学の研究に広く利用されています。EQCM の実験では作用電極における電位、電流、電荷や、周波数変化に相当する取り込み等、様々な電気化学パラメータの測定は同時に行います。次のページの図－1 に示す測定設定を使用すると、同時測定を行えます。モデル 400C シリーズの全てのモデルでは特定電位波形（例：サイクリックボルタンメトリー測定用の三角電位波）の応用、電流の連続測定と、周波数カウンターはパソコン制御のポテンショスタット／周波数カウンターを利用して行います。

モデル 400C シリーズは水晶振動子、周波数カウンター、高速デジタル信号発生器、高感度高分解能データ取り込み回路、ポテンショスタットと、ガルバノスタット（モデル 440C のみ）から構成されます。QCM とポテンショスタット、ガルバノスタットを統合させて、EQCM の測定が簡単に、便利になります。周波数直接測定を含み、モデル 400C シリーズは高速で測定が行えます。QCM の周波数信号は標準参照周波数から計算されます。このテクニックが QCM 信号のサンプリングに必要な時間を大いに減少し、QCM 信号を高速に処理します。直接計算法を使用しますと、1 Hz の QCM 分解能は 1 秒のサンプリング時間が必要、0.1 Hz の分解能は 10 秒のサンプリング時間が必要です。本モードは 1/1000 秒単位で QCM 信号をより良い分解能で測定することを可能にします。スキャン速度が 1 V/s の時に、QCM データは記録されます。

EQCM セルに 3 つの丸いテフロンが含まれています（次ページ、図 -1 参照)。全体の高さは 37 mm で、直径 35 mm です。上部は参照電極と対電極を固定するためのセルのふたです。マニュアルパージ用の 2 mm の穴が 2 つあります。真中の部分は溶液用のセルボディです。下部は組み立て用です。ねじ 4 本を使用し、セルボディの下部、間中部を同時に固定します。水晶振動子はセルボディの下部、真中の間に置きます。シールは上記の 4 つのねじによって圧着させた 2 つの O リングを通します。水晶振動子の直径は 13.7 mm です。金電極の直径は 5.1 mm です。

## 仕様

| ポテンショスタット | | ローパス信号フィルター | 自動とマニュアル設定 |
|---|---|---|---|
| ガルバノスタット ( モデル 440C) | | CV と LSV スキャン速度 | 0.000001 ～ 2,000 V/s |
| 電位範囲 | -10 ～ 10V | スキャン中の電位上昇 | 0.1 mV @ 100 V/s |
| 立ち上がり時間 | < 2 μ s | CA と CC パルス幅 | 0.0001 ～ 1,000 sec |
| 出力電圧 | ± 12 V | CA と CC ステップ | 320 |
| 3- または 4- 電極配置 | | DPV と NPV パルス幅 | 0.0001 ～ 10 sec |
| 電流範囲 | 250 mA | SWV 周波数 | 1 ～ 100 kHz |
| 参照電極入力インピーダンス | 1 × $10^{-12}$ Ω | ACV 周波数 | 1 ～ 10 kHz |
| 感度スケール | 1 × $10^{-12}$ ～ 0.1 A/V、34 レンジ | SHACV 周波数 | 1 ～ 5 kHz |
| 入力バイアス電流 | < 50 pA | 自動電位電流ゼロ化 | |
| 電流測定分解能 | < 1 pA | RDE 回転制御出力 | 0 ～ 10 V (430A 以上 ) |
| CV の最低電位増加 | 100 μ V | 電位と電流 | アナログ出力 |
| 電位更新速度 | 1 MHz | セル制御 | パージ、撹拌、ノック |
| データ取込み | 16 bit @ 200 kHz | データ長 | 128 K ～ 4096 K の選択 |
| 周波数分解能 | < 0.1 Hz | シャーシ寸法 | 31 (W) × 28(D) × 12(H) cm |
| QCM 最高サンプリング速度 | 500 Hz | 発信器ボックス | 6.6 (W) × 12(D) × 3.9 (H) cm |
| iR 補償 | 自動、マニュアル | 重量 | 6.8 kg |

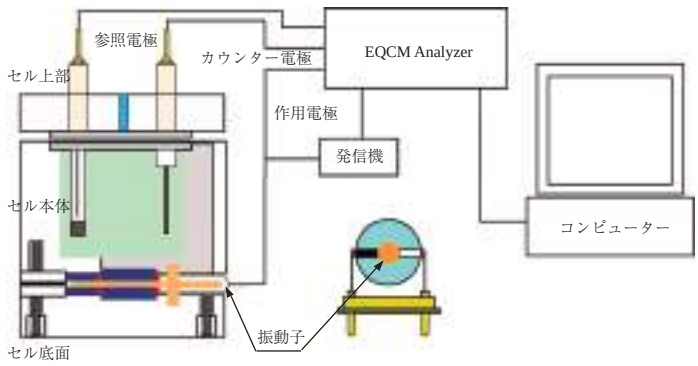
# モデル 400C シリーズのテクニック

| 機能 | 400C | 410C | 420C | 430C | 440C |
|---|---|---|---|---|---|
| サイクリックボルタンメトリー (CV) | ● | ● | ● | ● | ● |
| リニアスイープボルタンメトリー (LSV) [&] | ● | ● | ● | ● | ● |
| 階段波ボルタンメトリー (SCV) [#,&] | | | | ● | ● |
| ターフェルプロット (TAFEL) | | | | ● | ● |
| クロノアンペロメトリー (CA) | ● | | ● | ● | ● |
| クロノクーロメトリー (CC) | ● | | ● | ● | ● |
| 微分パルスボルタンメトリー (DPV) [#,&] | | ● | ● | ● | ● |
| ノーマルパルスボルタンメトリー (NPV) [#,&] | | ● | ● | ● | ● |
| 微分ノーマルパルスボルタンメトリー (DPNV) [#,&] | | | | | ● |
| 矩形波ボルタンメトリー (SWV) [&] | | | ● | ● | ● |
| 交流ボルタンメトリー (ACV) [#,&,$] | | | | ● | ● |
| 第 2 高調波ボルタンメトリー (SHACV) [#,&,$] | | | | ● | ● |
| アンペロメトリー I-t 曲線 (I-t) | | | | ● | ● |
| 微分パルスアンペロメトリー (DPA) | | | | | ● |
| ダブル微分パルスアンペロメトリー (DDPA) | | | | | ● |
| トリプルパルスアンペロメトリー (TPA) | | | | | ● |
| クーロメトリーによる電気分解 (BE) | ● | | ● | ● | ● |
| ハイドロダイナミック変調ボルタンメトリー (HMV | | | | | ● |
| スィープ - ステップファンクション (SSF) | | | | | ● |
| マルチ - ポテンシャルステップ (STEP | | | | | ● |
| クロノポテンショメトリー (CP) | | | | | ● |
| 電流ランプによるクロノポテンショメトリー CPCR) | | | | | ● |
| ポテンショメトリックストリッピング分析 (PSA) | | | | | ● |
| オープン回路電位 – 時間 (OCPT) | ● | ● | ● | ● | ● |
| 水晶振動子微量天秤 (QCM) | ● | ● | ● | ● | ● |
| ガルバノスタット | | | | | ● |
| RDE 制御 (0 ～ 10 V 出力 ) | | | | ● | ● |
| フルバージョン CV シミュレーター | | | | ● | ● |
| 限定バージョン CV シミュレーター | ● | ● | ● | | |
| IR 補償 | ● | ● | ● | ● | ● |

#: 関連するポーラログラフィックモードは行えます。
&: 関連するストリッピングモードは行えます。
$: 位相選択データは位相を利用できます。

水晶振動子は 7.995 MHz の周波数を有し、両面に金を蒸着してあります。金を蒸着した水晶振動子面は電解質溶液と接触し、作用電極として使用します。金の表面写真は下図を参照して下さい。

図 - 1. EQCM の組み立て図



# A-3. モデル 600E シリーズのテクニック

| テクニック | 600E | 602E | 604E | 606E | 608E | 610E | 620E | 630E | 650E | 660E |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| CV | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● |
| LSV [&] | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● |
| SCV [#,&] | | | | | | | | ● | ● | ● |
| TAFEL | | ● | ● | ● | ● | | | ● | ● | ● |
| CA | ● | ● | ● | ● | ● | | ● | ● | ● | ● |
| CC | ● | ● | ● | ● | ● | | ● | ● | ● | ● |
| DPV [#,&] | | | | | | ● | ● | ● | ● | ● |
| NPV [#,&] | | | | | | ● | ● | ● | ● | ● |
| DNPV [#,&] | | | | | | | | | | ● |
| SWV [&] | | | | | | | ● | ● | ● | ● |
| ACV [#,&,$] | | | | | | | | ● | ● | ● |
| SHACV [#,&,$] | | | | | | | | ● | ● | ● |
| i-t | | | | | | | | ● | ● | ● |
| DPA | | | | | | | | | | ● |
| DDPA | | | | | | | | | | ● |
| TPA | | | | | | | | | | ● |
| IPAD | | | | | | | | | | ● |
| BE | ● | ● | ● | ● | ● | | ● | ● | ● | ● |
| HMV | | | | | | | | | ● | ● |
| SSF | | | | | | | | | ● | ● |
| STEP | | | | | | | | | ● | ● |
| IMP | | | ● | | ● | | | | ● | ● |
| IMP-t | | | ● | | ● | | | | ● | ● |
| IMP-E | | | ● | | ● | | | | ● | ● |
| CP | | | | ● | ● | | | | | ● |
| CPCR | | | | ● | ● | | | | | ● |
| ISTEP | | | | ● | ● | | | | | ● |
| ECN | | | | | | | | | | ● |
| PSA | | | | ● | ● | | | | | ● |
| OCPT | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● |

#: ポーラログラフィーモードを実行できる
&: ストリッピングモードを実行できる。
$: 位相選択データ利用可能

## 測定パラメータのダイナミックレンジ

| パラメータ | モデル 6xxE | テクニック |
|---|---|---|
| 電位 (V) | 10 ～ +10 | |
| 電流 (A) | 0 ～ ± 0.25 | |
| 感度 (A/V) | $1 \times 10^{-12}$ ～ 0.1 | |
| スキャン速度 (V/s) | 0.000001 ～ 20,000 | CV, LSV |
| パルス幅 (sec) | 0.0001 ～ 1000 | CA, CA |
| パルス幅 (sec) | 0.001 ～ 10 | DPV, NPV |
| サンプリング幅 (sec) | 0.0001 ～ 10 | DPV, NPV |
| 周波数 (Hz) | 1 ～ 100,000 | SWV |
| 周波数 (Hz) | 1 ～ 10,000 | ACV |
| 周波数 (Hz) | 1 ～ 5,000 | SHACV |
| 周波数 (Hz) | 0.0001 ～ 100,000 | IMP |

## A-4. モデル 700E シリーズバイポテンショスタットのテクニック

| テクニック | 700E | 702E | 704E | 706E | 708E | 710E | 720E | 730E | 750E | 760E |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| CV | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● |
| LSV [&] | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● |
| SCV [#,&] | | | | | | | | ● | ● | ● |
| TAFEL | | ● | ● | ● | ● | | | ● | ● | ● |
| CA | ● | ● | ● | ● | ● | | ● | ● | ● | ● |
| CC | ● | ● | ● | ● | ● | | ● | ● | ● | ● |
| DPV [#,&] | | | | | | ● | ● | ● | ● | ● |
| NPV [#,&] | | | | | | ● | ● | ● | ● | ● |
| DNPV [#,&] | | | | | | | | | | ● |
| SWV [&] | | | | | | | ● | ● | ● | ● |
| ACV [#,&,$] | | | | | | | | ● | ● | ● |
| SHACV [#,&,$] | | | | | | | | ● | ● | ● |
| i-t | | | | | | | | ● | ● | ● |
| DPA | | | | | | | | | | ● |
| DDPA | | | | | | | | | | ● |
| TPA | | | | | | | | | | ● |
| IPAD | | | | | | | | | | ● |
| BE | ● | ● | ● | ● | ● | | ● | ● | ● | ● |
| HMV | | | | | | | | | ● | ● |
| SSF | | | | | | | | | ● | ● |
| STEP | | | | | | | | | ● | ● |
| IMP | | | ● | | ● | | | | ● | ● |
| IMP-t | | | ● | | ● | | | | ● | ● |
| IMP-E | | | ● | | ● | | | | ● | ● |
| CP | | | | ● | ● | | | | | ● |
| CPCR | | | | ● | ● | | | | | ● |
| ISTEP | | | | ● | ● | | | | | ● |
| PSA | | | | ● | ● | | | | | ● |
| ECN | | | | | | | | | | ● |
| OCPT | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● | ● |

#: ポーラログラフィーモードを実行できる
&: ストリッピングモードを実行できる。
$: 位相選択データ利用可能

デュアルチャンネル測定が利用できるテクニックは
CV,LSV,SCV,CA,DPV,NPV,DNPV,SWV,i-t です。

### 測定パラメータのダイナミックレンジ

| パラメータ | モデル 7xxE | テクニック |
|---|---|---|
| 電位 (V) | 10 ～ +10 | |
| 電流 (A) | 0 ～ ± 0.25 | (1Ch only) |
| 電流 (A) | 0 ～ ± 0.125 | (Dual Ch only) |
| 感度 (A/V) | $1 \times 10^{-12}$ ～ 0.1 | (Both Ch) |
| スキャン速度 (V/s) | 0.000001 ～ 20,000 | CV, LSV |
| パルス幅 (sec) | 0.0001 ～ 1000 | CA, CA |
| パルス幅 (sec) | 0.001 ～ 10 | DPV, NPV |
| サンプリング幅 (sec) | 0.0001 ～ 10 | DPV, NPV |
| 周波数 (Hz) | 1 ～ 100,000 | SWV |
| 周波数 (Hz) | 1 ～ 10,000 | ACV |
| 周波数 (Hz) | 1 ～ 5,000 | SHACV |
| 周波数 (Hz) | 0.0001 ～ 100,000 | IMP |

## A-5. モデル 800D シリーズのテクニック

| テクニック | 810D/812D | 820D/822D | 830D/832D | 840D/842D | 850D/852D |
|---|---|---|---|---|---|
| サイクリックボルタンメトリー | ● | ● | ● | ● | ● |
| リニアースィープボルタンメトリー | ● | ● | ● | ● | ● |
| 階段状ボルタンメトリー | - | - | - | - | ● |
| ターフェルプロット | - | - | - | - | ● |
| クロノアンペロメトリー | - | - | ● | ● | ● |
| クロノクーロメトリー | - | - | ● | ● | ● |
| 微分パルスボルタンメトリー | - | ● | ● | ● | ● |
| ノーマルパルスボルタンメトリー | - | ● | ● | ● | ● |
| 矩形波ボルタンメトリー | - | ● | ● | ● | ● |
| アンペロメトリー | ● | - | ● | ● | ● |
| 交流ボルタンメトリー | - | - | - | - | ● |
| 第二高調波ボルタンメトリー | - | - | - | - | ● |
| 微分パルスアンペロメトリー | ● | - | ● | ● | ● |
| ダブル微分パルスアンペロメトリー | ● | - | ● | ● | ● |
| トリブルパルスアンペロメトリー | ● | - | ● | ● | ● |
| 積分バルスアンペロメトリー検出 | - | - | - | - | ● |
| バルク電気分解ークーロメトリー | - | ● | ● | ● | ● |
| ハイドロダイナミックモジュレーション | - | - | - | - | ● |
| ポテンショメトリックストリッピング分析 | - | - | ● | ● | ● |
| クロノポテンショメトリー | - | - | - | ● | ● |
| クロノポテンショメトリー / 電流ランプ | - | - | - | ● | ● |
| Open Circuit Potential-Time | ● | ● | ● | ● | ● |
| Sweep-Step-function | - | - | - | ● | ● |
| Multi-potential step | - | - | - | ● | ● |
| Multi-current-step | - | - | ● | ● | ● |
| 電気化学ノイズ測定 | - | - | - | - | ● |
| CV シミュレーション ( 機能限定版 ) | ● | ● | - | - | - |
| CV シミュレーション | - | - | ● | ● | ● |

#: ポーラログラフィーモードを実行できる
&: ストリッピングモードを実行できる。

## 測定パラメータのダイナミックレンジ

| パラメータ | レンジ | テクニック |
|---|---|---|
| 電位 (V) | -10 ～ +10 | |
| 電流 (A) | 0 ～ ± 0.010 | |
| 感度 (A/V) | $1 \times 10^{-12}$ ～ 0.001 | |
| スキャン速度 (V/s) | 0.000001 ～ 500 | CV, LSV |
| パルス幅 (sec) | 0. 001 - 1,000 | CA, CA |
| パルス幅 (sec) | 0.001 ～ 10 | DPV, NPV |
| サンプリング間隔 (sec) | 0.00005 ～ 10 | i-t |
| 周波数 (Hz) | 1 ～ 100000 | SWV |

モデル 8xxC：シングル (8x0D) またはデュアル (8x2D) チャンネル電気化学センシング。高感度、低ノイズ 16-bit A/D コンバーター (1 MHz)。バイポテンショスタットなので RRDE に使用できる

# A-6. モデル 920D 走査型電気化学顕微鏡

1989 年に紹介された走査型電気化学顕微鏡 (SECM) は界面近傍の化学的な変化を高解像度で観察するための装置です。サンプル表面近傍をスキャンして微小探針で起こる反応を画像化します。SECM は表面の化学物質の反応像、反応速度の定量を行うために使用します。多くの SECM の研究成果は世界中の研究室から報告されています。応用分野としては腐食研究、細胞膜の研究、液液界面の研究に用いられており、更に用途が広がっています。SECM を用いたシングルセルから酸素等の測定も報告されています。モデル 920C SECM はテキサス大学のグループと共同開発しました。

モデル 920C 走査型電気化学顕微鏡はファンクションジェネレーター、バイポテンショスタット、高解像度データ処理、三次元マイクロポジショナーから構成されています。

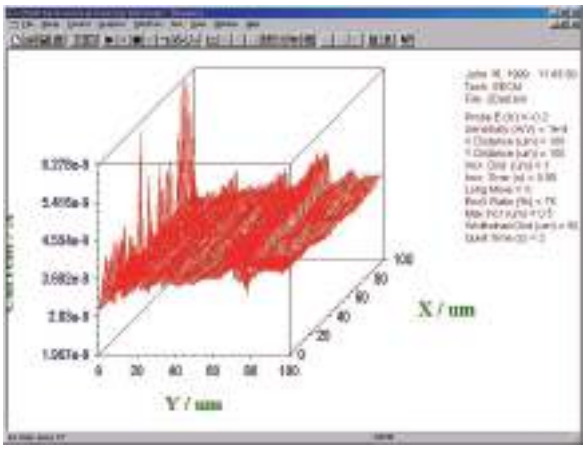
1. A. J. Bard, F.-R. F. Fan, J. Kwak, and O. Lev, Anal. Chem. 61, 132 (1989); U.S. Patent No. 5,202,004 (April 13, 1993).
2. A. J. Bard, F.-R. Fan, M. V. Mirkin, in Electroanalytical Chemistry, A. J . Bard, Ed., Marcel Dekker, New York, 1994, Vol. 18, pp 243-373.

## モデル 900D/920D 仕様

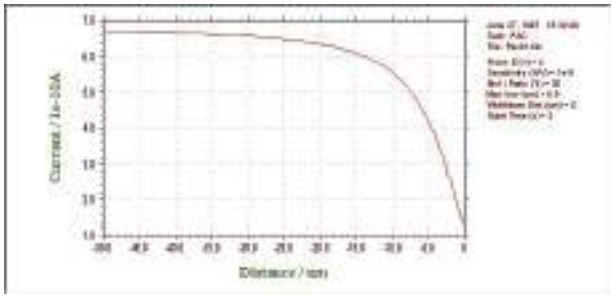
| 機能 | 詳細 | |
|---|---|---|
| マイクロポジショナー | X,Y,Y 解像度 | 8 nm ( ステッパーモータ ) |
| | X,Y,Z 移動距離 | 50 mm |
| | Closed Loop Piezo (920D) | 1.6 nm |
| バイポテンショスタット | プローブポテンシャル | ± 10 V |
| | 差分電位 | ± 10 V |
| | 出力電位 | ± 12 V |
| | 電流感度 | $10^{-12}$ ～ $10^{-1}$ A/V |
| | 最大電流 | ± 250 mA |
| | ADC 解像度 | 20 bit/1 kHz, 24 bit/10 Hz |
| テクニック | 走査プローブテクニック | |
| | プローブ走査曲線 , プローブ接近曲線 | |
| | SECM イメージ , Surface Patterned Conditioning | |
| | CV, LSV, SCV, Tafel, CA, CC, DPV, NPV, DNPV, SWV, ACV, SHACV, i-t, DPA, DDPA, TPA, BE, HMV, SSF, STEP, IMP, IMPT, IMPE, CP, CPCR, ISTEP, PSA, ECN, OCPT | |

| 機能 | 詳細 |
|---|---|
| その他 | ウインドウズソフト |
| | アンペロメトリーとポテンショメトリー |
| | 一定の高さと一定電流モード |
| | リアルタイムで絶対と相対距離表示 |
| | リアルタイムでプローブとサンプル電流表示 |
| | 電流 vs.X プロット |
| | 電流 vs.Y プロット |
| | 電流 vs.Z プロット |
| 応用 | 電極表面観察 |
| | 腐食 |
| | 生物学サンプル |
| | 固体の分解 |
| | 液体／液体の海面 |
| | 薄膜 |

SECM イメージ




プローブ接近カーブ



# A-7. Model 1000C マルチポテンショスタット

Mode 1000C シリーズエレクトロケミカル検出器はウインドウズ上でパソコンで制御する電気化学測定器であり、高い信頼性・応用性を有する測定装置です。ポテンショスタットとファンクションジェネレーターがドッキングし、アンペロメトリック、CV 測定を 8 チャンネルで実行できます。操作は簡単で測定モードを選択し、パラメータを入力すると、自動的に測定を開始します。第一チャンネルの印加電圧範囲は± 10 V、その他 7 チャンネルの印加電圧範囲は ± 10 V です。測定電流範囲は± 10mA です。各チャンネルは ON/OFF 制御、電位、感度を独立して設定できます。各チャンネルデータは別々に表示、重ね書き等も行えます。

## 電気化学測定テクニック

| テクニック | 1000C | 1010C | 1020C | 1030C |
|---|---|---|---|---|
| CV | ○ | ○ | ○ | ○ |
| LSV | ○ | ○ | ○ | ○ |
| CA | - | - | - | ○ |
| CC | - | - | - | ○ |
| DPV | - | - | ○ | ○ |
| NPV | - | - | ○ | ○ |
| SWV | - | - | ○ | ○ |
| i-t | ○ | ○ | - | ○ |
| DPA | - | ○ | - | ○ |
| TPA | - | ○ | - | ○ |
| SSF | - | - | ○ | ○ |
| STEP | - | - | - | ○ |
| OCPT | ○ | ○ | ○ | ○ |

○は標準、- はオプションとなります

## 電気化学的な仕様

| パラメータ | モデル 1000C シリーズ |
|---|---|
| ポテンシャル範囲 | ± 10 V |
| 電流範囲 | ± 10 mA |
| 感度 | $1 \times 10^{-9}$ ～ 0.001 A/V |
| 入力インピーダンス | $1 \times 10^{12}$ Ω |
| 電流測定分解能 | < 0.3 pA |
| 最大電位速度 | 500 Hz |
| 最大サンプリング速度 Hz | 1000 |
| データサンプリング | 16 bit@1 MHz max |
| ADC 分解能 @10Hz | 24bit |
| スキャン速度 (V/sec) CV | $10^{-6}$ ～ 5000 |
| パルス幅 CA, CC | 0.0001 ～ 1000 sec |
| パルス幅 DPV, NPV | 0.001 ～ 10 sec |
| 周波数 SWV | 1 ～ 100 kHz |

# A-8. モデル 1100C シリーズパワーポテンショスタット / ガルバノスタット

モデル 1100C シリーズはバッテリー、腐食、電気分解、鍍金等のような大きな電流を必要とする用途に開発しました。電流範囲は± 2.0 A です。コンプライアンス電圧も ±25 V あります。機器の構成はデジタル関数発生器、データサンプリングシステム、電流信号のフィルター、iR 補償機能、ポテンショスタット、ガルバノスタット ( モデル 1140C) です。電位の制御範囲は± 10 V です。同様なシステム構成はモデル 600E とモデル 680C との組み合わせとなります。モデル 1100C シリーズはコンパクトで、モデル 600E シリーズの構成に比べて価格的に安価です。電流も 10pA までの計測も可能です。CV によるスキャン速度も 5000 V/sec までの速度でスキャンできます。

## 仕様

| | | | |
|---|---|---|---|
| ポテンショスタット | | CV と LSV スキャン速度 | 0.000001 ～ 5000 V/s |
| ガルバノスタット ( モデル 1140C) | | スキャン中の電位増加分 | 0.1 mV |
| 電位範囲 | -10 ～ 10 V | CA と CC パルス幅 | 0.0001 ～ 1,000 sec |
| 立ち上がり時間 | < 2 μ s | CA と CC ステップ | 320 |
| 出力電圧 | ± 25 V | DPV と NPV パルス幅 | 0.001 ～ 10 sec |
| 3- または 4- 電極配置 | | SWV 周波数 | 1 ～ 100 kHz |
| 電流範囲 | ± 2 A | 自動電位電流ゼロ化 | |
| 参照電極入力インピーダンス | $1 \times 10^{-12}$ Ω | ローパス信号フィルター | 自動とマニュアル設定 |
| 感度スケール | $1 \times 10^{-12}$ ～ 0.1 A/V、12 レンジ | セル制御 | パージ、撹拌、ノック |
| 入力バイアス電流 | < 50 pA | iR 補償 | 自動、マニュアル |
| 電流測定分解能 | < 1 pA | データの長さ | 128K ～ 4096 K |
| 電位更新速度 | 10 MHz | 寸法 | 31 (W) × 28(D) × 12(H) cm |
| データ取込み | 16 bit @ 1MHz | 重量 | 6.8 Kg |

## モデル 1100C シリーズパワーポテンショスタットの種類

| テクニック | 1100C | 1110C | 1120C | 1130C | 1140C |
|---|---|---|---|---|---|
| サイクリックボルタンメトリー (CV) | ● | ● | ● | ● | ● |
| リニアスイープボルタンメトリー (LSV) [&] | ● | ● | ● | ● | ● |
| 階段波ボルタンメトリー (SCV) [#,&] | | | | ● | ● |
| ターフェルプロット (TAFEL) | | | | ● | ● |
| クロノアンペロメトリー (CA) | ● | | ● | ● | ● |
| クロノクーロメトリー (CC) | ● | | ● | ● | ● |
| 微分パルスボルタンメトリー (DPV) [#,&] | | ● | ● | ● | ● |
| ノーマルパルスボルタンメトリー (NPV) [#,&] | | ● | ● | ● | ● |
| 微分ノーマルパルスボルタンメトリー (DPNV) [#,&] | | | | | ● |
| 矩形波ボルタンメトリー (SWV) [&] | | | ● | ● | ● |
| アンペロメトリー I-t 曲線 (I-t) | | | | ● | ● |
| 交流ボルタンメトリー (ACV) | | | | ● | ● |
| 第二高調波ボルタンメトリー (SHACV) | | | | ● | ● |
| 微分パルスアンペロメトリー (DPA) | | | | | ● |
| ダブル微分パルスアンペロメトリー (DDPA) | | | | | ● |
| トリプルパルスアンペロメトリー (TPA) | | | | | ● |
| クーロメトリーによる電気分解 (BE) | ● | | ● | ● | ● |
| スィープ - ステップファンクション (SSF) | | | | | ● |
| マルチ - ポテンシャルステップ (STEP) | | | | | ● |
| クロノポテンショメトリー (CP) | | | | | ● |
| 電流ランプによるクロノポテンショメトリー (CPCR) | | | | | ● |
| ポテンショメトリックストリッピング分析 (PSA) | | | | | ● |
| オープンサーキットポテンシャル (OCPT) | ● | ● | ● | ● | ● |
| CV シミュレーター (Limited version) | ● | ● | ● | | |
| CV シミュレーター (Full version) | | | | ● | ● |

# A-9. モデル 1200B シリーズ電気化学アナライザー

モデル 1200B シリーズ電気化学アナライザーはバッテリー駆動で、場所を選ばずに何処でも計測できるポテンショスタットです。操作は測定モードを選択し、パラメータを入力すると、自動的に測定を開始します。

**応用**

高感度ポテンショスタット機能
pA レベルの電流が測定が可能
フィールドでの電気化学測定に最適
どこでも計測できるコンパクト設計

## USB 接続

モデル 1200B シリーズは手のひらサイズのハンディーなポテンショスタットです。背面のパネルには電極ケーブル端子、USB ケーブル端子があります。

## 電気化学的な仕様

| パラメータ | モデル 1200B シリーズ |
|---|---|
| ポテンシャル範囲 | ± 2.4 V |
| 出力電圧 | ± 7.5 V |
| 電流範囲 | ± 2 mA |
| 感度 | $1 \times 10^{-9}$ ～ 0.001 A/V |
| 入力インピーダンス | $1 \times 10^{12}$ Ω |
| 最小電位分解能 | 100 μ V |
| 最大データ長 | 128K ～ 4096K |
| 電流測定解像度 | < 1 pA |
| データ取り込み | 16 bit/1 MHz |
| スキャン速度 (V/sec) CV | $10^{-6}$ ～ 10 |
| パルスステップ CA, CC | 1 ～ 320 |
| パルス幅 DPV, NPV | 0.001 ～ 10 sec |
| 周波数 SWV | 1 ～ 5,000 Hz |
| 大きさ | 22(W) × 11(D) × 2.5(H) cm |

## 電気化学測定テクニック

| テクニック | 1200B1202B | 1205B/1206B | 1210B/1212B | 1220B/1222B | 1230B/1232B | 1240B/1242B |
|---|---|---|---|---|---|---|
| サイクリックボルタンメトリー | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ |
| リニアースィープボルタンメトリー | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ |
| 階段波ボルタンメトリー | - | - | - | - | - | ○ |
| クロノアンペロメトリー | ○ | - | - | ○ | ○ | ○ |
| クロノクーロメトリー | ○ | - | - | ○ | ○ | ○ |
| 微分パルスボルタンメトリー | - | - | ○ | ○ | ○ | ○ |
| ノーマルパルスボルタンメトリー | - | - | ○ | ○ | ○ | ○ |
| 微分ノーマルパルスボルタンメトリー | - | - | - | - | - | ○ |
| 矩形波ボルタンメトリー | - | - | - | - | ○ | ○ |
| 交流ボルタンメトリー | - | - | - | - | - | ○ |
| 第二高調波ボルタンメトリー | - | - | - | - | - | ○ |
| アンペロメトリー | - | ○ | - | ○ | ○ | ○ |
| 微分パルスアンペロメトリー | - | - | - | - | ○ | ○ |
| ダブル微分パルスアンペロメトリー | - | - | - | - | ○ | ○ |
| スィープ - ステップファンクション | - | - | - | - | - | ○ |
| マルチ - ポテンシャルステップ | - | - | - | - | - | ○ |
| トリプルパルスアンペロメトリー | - | - | - | - | ○ | ○ |
| オープンサーキットポテンシャル | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ |
| CV シミュレーター (Limited version) | ○ | ○ | ○ | ○ | - | - |
| CV シミュレーター (Full version) | - | - | - | - | ○ | ○ |

## A-10. モデル 200(B) ピコアンペアブースター

モデル 200(B) ピコアンペアブースター (PAFC) を用いますと、数ピコアンペアの微少電流を容易に測定できます。 モデル 200 はモデル 600/A、700/A シリーズの機器に利用できます。また、200B は 600B/C/D/E、700B/C/D/E と 800B/C に利用できます。バイポテンショスタット 700/A/B/C/D/E と 800B/C は第一チャンネルのみ有効となります。

ピコアンペアブースターを接続する前、装置の電源をオフにします。ピコアンペアブースターを装置の 裏面パネルの Electrodes コネクターに接続します。装置の裏面パネルの Cell Control コネクターにピコアンペアブースターの DB-25 ケーブルを用いて接続します。電源をオンにして下さい。

DB-25 コネクターは電源を供給し、ラインを制御します ( 付録のケーブル、接続を参照して下さい )。DB-25 コネクターが接続されていない場合、ピコアンペアブースターを使用不可にしても、測定は行えます。この場合、ファラデーケージは効果的です。

ガスパージを行う場合、セルスタンドの背面にあるガスパージのコネクターにガス栓を接続します。

ピコアンペアブースターを接続し、感度スケールを $1\times10^{-8}$A/V 以下にしますと、ピコアンペアブースターは使用可能になります。さもなければ、使用できません。ピコアンペアブースターは自動的にスィッチを切り替えます。

ピコアンペアブースターはターフェル、バルク電気分解、インピーダンスのような自動感度を使用するテクニックでは使用できません。これらのテクニックでは接続を外す必要はありません。しかし、クロノポテンショメトリー、ポテンショメトリックストリッピング分析のようなガルバノスタットテクニックでは、ピコアンペアブースターは外しておいて下さい。

モデル 600 シリーズは $1 \times 10^{-8}$ ～以下の感度にてピコアンペアブースターが必要になります。

## A-12. モデル 684 マルチプレクサーコマンド

モデル 684 マルチプレクサーはモデル 400/A/B/C、600A/B/C/D/E、700A/B/C/D/E、800B/C/D、900B/C/D、1100A/B/C シリーズと一緒に使用できます。マルチプレクサーを用いて一連の計測を行うためのコマンドです。必要なハードウェアーはモデル 684 マルチプレクサーです。モデル 684 の最低チャンネルは 8 です。チャンネル数は 8 の倍数、x16, 24,　x32・・・となり、最大 64 チャンネルまで用意しています。

マルチプレクサーの 1 電極当たりのケーブルは 4 本 ( 作用、センス、参照、カウンター電極 ) から構成されています。最大 64 セルまで接続でき、自動計測が行えます。

マルチプレクサーには 2 つのマクロコマンドがあります。

1 つは　”mch:##”各チャンネルを設定できます。

他のマクロコマンドは“mchn”は For.....Next　loop で使用されます。For.....Next　loop を使用することにより、”mchn”で特定のチャンネルをスキップして測定します。

## A-13. モデル 680C アンペアブースター

モデル 680C アンペアブースターを使用すると、電流は 2 A まで測定できます。モデル 680C は機器モデル 600E に互換性を持っています。

アンペアブースターを接続する前に、装置の電源をオフにします。モデル 680 の 4- ピン din コネクターをモデル 600E の裏面パネルの electrodes コネクターに接続します。両装置のセルコントロールポートも直接 3-ft DB-25 ケーブル（モデル 680 附属ケーブル）で接続します。モデル 6xxE とモデル 680 の両装置の電源をオンにします。一般的にモデル 6xxE を先にオンにしてからモデル 680C をオンにするのは最適です。電源をオフにする場合、逆の順番で行ってください。

セルコネクターは 5- ピンコネクターで、4 つのセルリードがあります。緑色のクリップは作用電極、白いクリップは参照電極、赤色のクリップは対電極、黒いクリップは 4- 電極構成のセンシング電極用です。4- 電極構成の使用不使用はコントロールメニュー下のセルコマンドの 4-electrodes ボックスをチェックする、しない、ことによって設定します。4- 電極オプションを ON にすると、黒いリード線を作用電極に接続させます ( 緑色と黒いリード線をショートさせます )。4- 電極構成は電流が比較的高い場合に有効です。コネクターや、リレーや、回路基板の抵抗を減少させます（(0.2 ～ 0.3 オームぐらい )。

アンペアブースターが接続される場合、パージ、ノック、撹拌等のセルコントロール信号は不能になります。

アンペアブースターは低電流測定にも可能です。10　pA までの低電流も測定できます。スキャン速度が 50　mV/s 以上の時、ライン周波数ノイズを削減するためにファラデーケージが必要になります。

アンペアブースターの周波数応答はモデル 6xxD 装置より少し低くなります。高速測定の場合、アンペアブースターを切り離さなければなりません。

ハードウエアに問題が起きたら、アンペアブースターを接続されない状態で、ハードウエアのテストを行ってください。モデル 6xxE がテストが終わってから、アンペアブースターを接続して基準抵抗でアンペアブースターをテストしてください。CV を使用すると、電位／抵抗の傾きを持った直線を見ることができます。

## A-14. モデル 682 液 / 液界面アダプター

モデル 682 は電化移動、ケミカルセンサー、薬物放出、溶媒抽出などの液 / 液界面研究には重要です。液 / 液界面研究は通常 2 本の参照電極、2 本のカウンター電極を使用します。改造したポテンショスタットは二相中の二つの参照電極の電位差をコントロールします。一方、二つのカウンター電極を通過する電流を測定します。モデル 682 液 / 液界面インターフェースアダプターはモデル 700E に互換性があります。この機種はユーザーにとっては完全自動の測定器です。殆どの電気化学手法が使用できますが、ガルバノスタット、バイポテンショスタット機能を持っていません。

モデル 400A/B/C、600A/B/C/D/E、700B/C/D/E、800B/C、900B/C、1100/A/B/C シリーズならびに 4 電極システムはモデル 682 液 / 液界面インターフェースアダプターを使用しなくとも直接液 / 液界面測定が行えます。

# A-14.CV 電極 & アクセサリー

●特注タイプの電極も製作いたしますのでご遠慮なくお問い合わせ下さい。

| カタログ No | 品名及び規格 | 仕様 |
|---|---|---|
| 002013 | PTE 白金電極 | OD:6mm, ID:1.6mm |
| 002420 | PTE 白金電極 | OD:10mm, ID:5.0mm |
| 002422 | PTE 白金電極 | OD:6mm, ID:3.0mm |
| 002012 | GCE グラッシーカーボン電極 | OD:6mm, ID:3.0mm |
| 002411 | GCE グラッシーカーボン電極 | OD:6mm, ID:1.0mm |
| 002417 | GCE グラッシーカーボン電極 | OD:10mm, ID:5.0mm |
| 002014 | AUE 金電極 | OD:6mm, ID:1.6mm |
| 002418 | AUE 金電極 | OD:10mm, ID:5.0mm |
| 002421 | AUE 金電極 | OD:6mm, ID:3.0mm |
| 002011 | AGE 銀電極 | OD:6mm, ID:1.6mm |
| 002416 | AGE 銀電極 | OD:10mm, ID:5.0mm |
| 002419 | AGE 銀電極 | OD:6mm, ID:3.0mm |
| 002408 | PFCE 3 カーボン電極 | OD:6mm, ID:3.0mm |
| 002409 | PFCE 1 カーボン電極 | OD:6mm, ID:1.0mm |
| 002016 | NIE ニッケル電極 | OD:6mm, ID:5.0mm |
| 002017 | CUE 銅電極 | OD:6mm, ID:1.6mm |
| 002018 | FEE 鉄電極 | OD:6mm, ID:5.0mm |
| 002252 | Pyrolytic Graphite 電極 (Basal Plane) | OD:6mm, ID:3.0mm |
| 002253 | Pyrolytic Graphite 電極 (Edge Plane) | OD:6mm, ID:3.0mm |
| 002210 | CPE カーボンペースト電極 | OD:6mm, ID:3.0mm |
| 002223 | MCPE マイクロカーボンペースト電極 | OD:3mm, ID:1.6mm |
| 002007 | MCE 微小カーボンファイバー電極 | OD:4mm, ID:7 μ m |
| 002002 | MCE 微小カーボンファイバー電極 | OD:4mm, ID:33 μ m |
| 002005 | MPTE 微小白金電極 | OD:4mm, ID:10 μ m |
| 002015 | MPTE 微小白金電極 | OD:4mm, ID:15 μ m |
| 002003 | MPTE 微小白金電極 | OD:4mm, ID:25 μ m |
| 002009 | MPTE 微小白金電極 | OD:4mm, ID:100 μ m |
| 002006 | MAUE 微小金電極 | OD:4mm, ID:10 μ m |
| 002004 | MAUE 微小金電極 | OD:4mm, ID:25 μ m |
| 002271 | MCUE 微小銅電極 | OD:4mm, ID:25 μ m |
| 002272 | MWE 微小タングステン電極 | OD:4mm, ID:10 μ m |
| 002273 | MNIE 微小ニッケル電極 | OD:4mm, ID:100 μ m |
| 002313 | SPTE 白金電極 | OD:3mm, ID:1.6mm |
| 002314 | SAUE 金電極 | OD:3mm, ID:1.6mm |
| 002319 | SPDE パラジュウム電極 | OD:3mm, ID:1.6mm |
| 002412 | SGCE グラッシーカーボン電極 | OD:3mm, ID:1.0mm |
| 002250 | 白金メッシュ電極 | 80mesh, 25 × 35mm |
| 002251 | 金メッシュ電極 | 100mesh, 25 × 35mm |

*PFCE(Plastic Formed Carbon 電極 ) は三菱鉛筆 ( 株 ) と独立行政法人産業技術総合研究所との共同研究により開発されたものです。
* 使用の際には、添付の注意事項をお読みください。作用電極は常温、常圧にて使用して頂くためのものです。

# A-15. ケーブルと接続

1. 通信ポート接続 (DB-25 コネクター )

| ピン | 機能 |
|---|---|
| 2 | 受信 |
| 3 | 発信 |
| 7 | デジタルグラウンド |

2. セルコントロール接続 (DB-25 コネクター )

| ピン | 機能 | |
|---|---|---|
| 1 | | |
| 2 | | |
| 3 | | |
| 4 | アナロググラウンド | |
| 5 | -15V | (<20 mA 負荷 ) |
| 6 | +5V | (<100 mA 負荷 ) |
| 7 | デジタルグラウンド | |
| 8 | 撹拌 | ( アクティブレベルはセルコントロールにて設定 ) |
| 9 | ノック | ( アクティブ ローパルス ) |
| 10 | 外部デバイスセンス 1 | |
| 11 | 外部デバイスセンス 2 | |
| 12 | 外部デバイス制御 1 | |
| 13 | 外部デバイスセンス 3 ( 外部トリガー入力、TTL 信号、アクティブロー ) | |
| 14 | 予備 | |
| 15 | 予備 | |
| 16 | | |
| 17 | +15V | (<20 mA 負荷 ) |
| 18 | | |
| 19 | 外部デバイス制御 2 | |
| 20 | 外部デバイス制御 3 | |
| 21 | パージ | ( アクティブローレベル ) |
| 22 | | |
| 23 | 外部デバイス制御 4 | |
| 24 | 外部デバイス制御 5 | |
| 25 | 予備 | |

セルコントロールポートは撹拌、パージ、ノックの制御に使用します。互換性についてはお持ちのセルスタンドのマニュアルをご参照下さい。ジャンパー、ケーブルによる接続が必要になる場合もあります。

| ピン | 機能 |
|---|---|
| 1 | 作用電極 ( 緑 ) |
| 2 | 参照電極 ( 白 ) |
| 3 | カウンター電極 ( 赤 ) |
| 4 | アナロググラウンド |
| 5 | 第二作用電極 ( 黄 ) |
| 6 | センス電極 ( 黒 )* |

*: この電極は 4 電極構成に使用します。液 / 液界面測定が行えます。この場合、赤クリップはフェーズ 1 のカウンター電極に接続します。白のクリップは同じフェーズの参照電極に接続します。緑のクリップはフェーズ 2 のカウンターに接続します。黒クリップはフェーズ 2 の参照電極に接続します。

4 電極構成は接触抵抗（クリップ、コネクター、リレーの開閉）と回路抵抗を削減します。大電流測定 (>100 mA) と低インピーダンスセル (<1 Ω ) に重要です。しかし、小電流測定（<100 mA）と高インピーダンスセルには好ましくありません。

4 電極構成を使用する場合、コントロールメニューのセルコマンドを使用し、“4 electrode“オプションをチェックします。センシング電極を作用電極と一緒に接続します。

4 電極構成を使用しない場合、セルコントロールダイアログボックスの“4 electrode“オプションが未チェックであることを確認して下さい。さもなければ、ノイズや他の問題が発生する可能性があります。

3 電極構成を使用する場合、センシング電極を接続しないで下さい。

## 4. RDE コントロール接続 ( バナナジャック )

| | |
|---|---|
| 赤 | 信号 |
| 黒 | アナロググラウンド |

## 5. 前面パネルの信号出力 (9- ピン D コネクター )

| | |
|---|---|
| 1 | 電流出力 * |
| 2 | 電流 2 出力 ( バイポテンショスタット ) |
| 3 | 電位出力 |
| 4 | 外部信号入力 ** |
| 5 | 外部電位入力 *** |
| 6 | グラウンド |
| 7 | グラウンド |
| 8 | グラウンド |
| 9 | グラウンド |

*: 電流は電流出力表示値 (V)* 感度 (A/V) により算出されます。

**: 入力電位の範囲は ± 10 V です。入力ステージの入力インピーダンスは 10 KΩ です。高電位の信号にはディバイダー抵抗を使用しなければなりません。小さい電圧範囲 (<0.1 V) での信号の場合、信号にファクター 10 または 100 を乗じて増幅することができます。増幅が必要な場合、お問い合わせ下さい。

***: 外部電位入力は無効です。有効にする場合、機器の内部でジャンパーを行う必要があります。詳細についてはお問い合わせ下さい。

## A-16. ソフトウェアーの更新

機器のコントロールソフトは２つの部分から構成されています。1 つは PC サイドのソフトウェアーです。機器の内部にもソフトウェアーがあります。ソフトウェアーの更新は PC サイドが中心となります。しかし、機器内部のソフトウェアーも更新することがあります。機器内部のソフトウェアーはフラッシュメモリーに記録されます。機器のソフトウェアーを更新する場合、PC 用のソフトと機器用のソフトがメーカーから提供されることがあります。PC サイドのソフトのインストール方法については２章に記載されています。機器内部のソフトはヘキサデシマルファイルとなります (CHI7xx.HEX これは 7xxB モデル番号となります )。機器内部のソフトウェアーを更新する場合、測定器のプログラムを更新コマンドを使用します。

Browse ボタンを選択し、ヘキサデシマルファイルを選択します。次に、アップロードボタンをクリックし、プログラムをフラッシュメモリーにダウンロードします。

ソフトの更新を失敗した場合、エラーメッセージが表示されます。もう一度同じ操作を行って下さい。

ダウンロードが成功しましたら、確認のメッセージが表れます。これで、機器を使用することができます。

## A-17. トラブルシューティング

| 症状 | 原因 | 対処 |
|---|---|---|
| 通信の失敗 | 電源が入っていない | 装置の電源を入れる |
| | ケーブルが接続されていない | ケーブルを接続する |
| | ケーブル不良 | ケーブルの確認や交換 |
| | 通信ポートの設定にミスがある | セットアップメニューのシステムコマンドを使用してポートの設定を行う |
| | パソコンの問題 | システムにネットワークカードやファックス／モデムカードがないことを確認します。使用した場合、カードを外し、再度行って下さい。問題が解決されない場合、他のパソコンで試してみて下さい |
| | 静電気 | 装置の電源を切り、再度入れます。パソコンもリセットします。 |
| プログラムがマウスに応答しない | 計算時間が長い場合 | お待ち下さい |
| | 通信の失敗 | 装置、コンピューターをリセットする。 |
| ウインドウズアプリケーションエラー | | プログラムの再スタート、またはコンピューターのリセット |
| ハードウェアーテストエラー | | ハードウェアーテストを繰り返します。エラーメッセージを記録し、販売店に連絡して下さい。 |
| 電流応答がない | 電極ケーブルが接続されていないかまたはケーブルの損傷 | 電極ケーブルのチェック |
| ノイズのひどいデータ | 信頼性の低いデータ転送 | データの読みが 10 x 感度スケールを超えている場合、原因は通信ポートによります。ネットワークを解除して下さい。別のコンピューターを使用して下さい。 |
| | 参照電極のインピーダンスが高い | 気泡が参照電極の液絡部にトラップされているかをチェックして下さい ; vycor 先端の参照電極に交換します。 |
| | 電気的にノイズのある環境 | ファラデーケージを使用して下さい ; 第 2 章の役に立つヒントを参照してください。 |
| | 大きな二重層キャパシタンスによる | コントロールメニューのセルコマンドを使用してマニュアル的に安定化コンデンサーをオンにする |
| | 信号が弱すぎる | 使用できる最高感度スケールを使用、フィルターを設定する |
| | パソコンの問題 | システムにネットワークカードやファックス／モデムカードがないことを確認します。使用した場合、カードを外し、再度行って下さい。問題が解決されない場合、他のパソコンで試してみて下さい |
| 記録されたデータがレンジ外 | 感度スケールが高すぎる | 感度スケールを低くする |
| | ハードウェアーの問題 | ハードウェアーをテストするためにセットアップメニューのハードウェアーテストコマンドを使用 |
| 測定中のオーバーフロー警告 Y 軸タイトルを誤った方向に回転 | 感度スケールが高すぎる | 感度スケールを低くする |
| | プリンタードライバーに互換性がない | Y 軸タイトルの回転を行う場合、グラフィックメニューのフォントコマンドを使用 |
| 無理なデフォルト状況 | ソフトのバージョン、設定ファイルが違う | 古い *.cfg file を削除すると、自動的に新しい設定ファイルが作成されます |
| シミュレーションプログラムが走らない | ハードウェアーが接続されていない | 装置を接続し、電源を入れる |
| | モデルにより user input メカニズムを利用できない | 前もって定義されたメカニズムを使用して下さい。 |

## A-18. メンテナンス、サービス

15 ～ 28℃範囲の室温で使用して下さい。

装置は非常にデリケートな電子機器ですので、ご自分で修理はしないで下さい。装置が最適に機能しない場合、販売店までご相談下さい。

## A-19. 保証について

この度は当社製品をお買い上げ頂き有難うございました。本製品は当社の厳密な製品検査に合格したものです。お客様の正常なご使用状態の下で故障した場合、購入日より一年間無償で修理させて頂きます。添付の製品保証書をご提示の上、弊社代理店にお申しで下さい。
但し、保証期間内においても次の事項に起因する場合は有償修理となります。

1. 誤ってご使用になった場合の故障
2. 当社に無断で改造された場合の故障
3. 据付後、移動あるいは輸送にって生じた故障
4. 地震、火災などの天災等による原因が本器以外の事由によるもの

その他これに準ずるもの、及び製品保証書の提示がない場合

# A-20. ソフトウエアの保証について

BAS ではお客様に納品する前、当社にて事前にソフトウェアー、ハードウェアーのチェックを行なった後、御届けするようにシステムを取っています。万が一検収時にソフトとハードが動作をしない場合、責任をもって製品の交換又は無償で修理を行ないます。

また、ソフトウエアは買い取り商品ではなく、使用権の販売になります。お客様は、買ったソフトを転売することはできません。また、基本的にバグがあった場合でも、開発側では、そのバグに対してすぐに修正することは出来ませんし、そのバグによって起きた損失に対価をはらう義務もないことになっています。もし、バグのがある場合、次のバージョンで対応させて頂きます。

BAS では、基本的にコンピュータ関連のメンテナンスはセンドバック方式をとります。お客様のコンピュータをおあずかりする方法です。但し、他社のハードウエアの故障の場合、メーカー側の保証期間内の場合はそのメーカーの保証にしたがってユーザであるお客様が修理依頼を行って頂くことになります。メーカー保証の製品の修理が、BAS に来た場合、メーカーに対する対応などで多少修理に時間を必要となります。これは、ユーザの管理をメーカー側で行っているためです。メーカーの保証登録は納品時点でお客様に実施して下さい。そうしないと、メーカーのサポートが受けられません。

OS のバージョンアップ又は変更について

ウィンドウズ Xp をウィンドウズ 7 に変更する。又は、ウィンドウズ 7 の英語バージョンを日本語バージョンに変更する。

### 1. お客さまが行った場合

保証期間内であっても、それに起因する修理（調整）は有償となります。 また、変更や調整する手助けを行うことはできません。変更する方法は、マイクロソフトのインフォメーションに聞いていただくことになります。

### 2.BAS で行った場合

保証は BAS が行います。ただし、自社のソフトの動作確認までで、他メーカーのソフトの動作保証はできません。

お客様が準備したコンピュータに BAS のソフトをインストール場合

### 1. お客さまがインストールする場合

インストールに起因する不具合については、有償となります。インストールの手順については添付のマニュアルをご参照下さい。ただし、一度 BAS でインストールしたコンピュータが故障した場合などの特殊な場合は除きます。

その他、装置全体の動作確認などに時間をとられることが考えられますので注意が必要です。（最近のウィンドウズのプレインストールモデルのコンピュータは、購入しただけでは動作しません。かならずウィンドウズのインストール作業が必要となります。機種により 15 から 60 分程度かかります）

### 2.BAS でインストールする場合

インストールは基本的に有償となります。ユーザー先で行う場合は、別途費用となります。また、モデムがインストールされている機種では、USB ポートが使用できない機種がありますが、必要に応じてハードウェアーの調整も行い、動作確認まで行ないます。機種によって異なります。

### ソフトウエア動作不良

### 1. お客様が設定を変更した場合

出荷時点と異なる環境の場合、保証期間内であっても有償となります。他の会社のソフト／ハードをインストールして動作しなくなった場合、問題になるプログラム／ハードを削除することがあります。

### 2.BIOS の設定などの設定不良

基本的に保証期間内であれば無償です。ただし、出張作業の場合は有償となります。BIOS の設定は機種によって異なります。

### 3. ウイルス

ウイルスが内部に検出された場合、ハードディスク、BIOS などを全て初期化する必要がありますので、セットアップに時間がかかります。この修理の場合、修理後３ヵ月の無償期間は適用されません。

### 操作説明

BAS のソフトウエアを動作させるための操作説明を中心に行ないます。ウィンドウズの説明、他社ソフトの操作説明は行うことはできません。最近のソフトウェアーは高度な知識が必要なため完全な説明を行なうためには別途専門家の派遣が必要となりますので、有償となります。