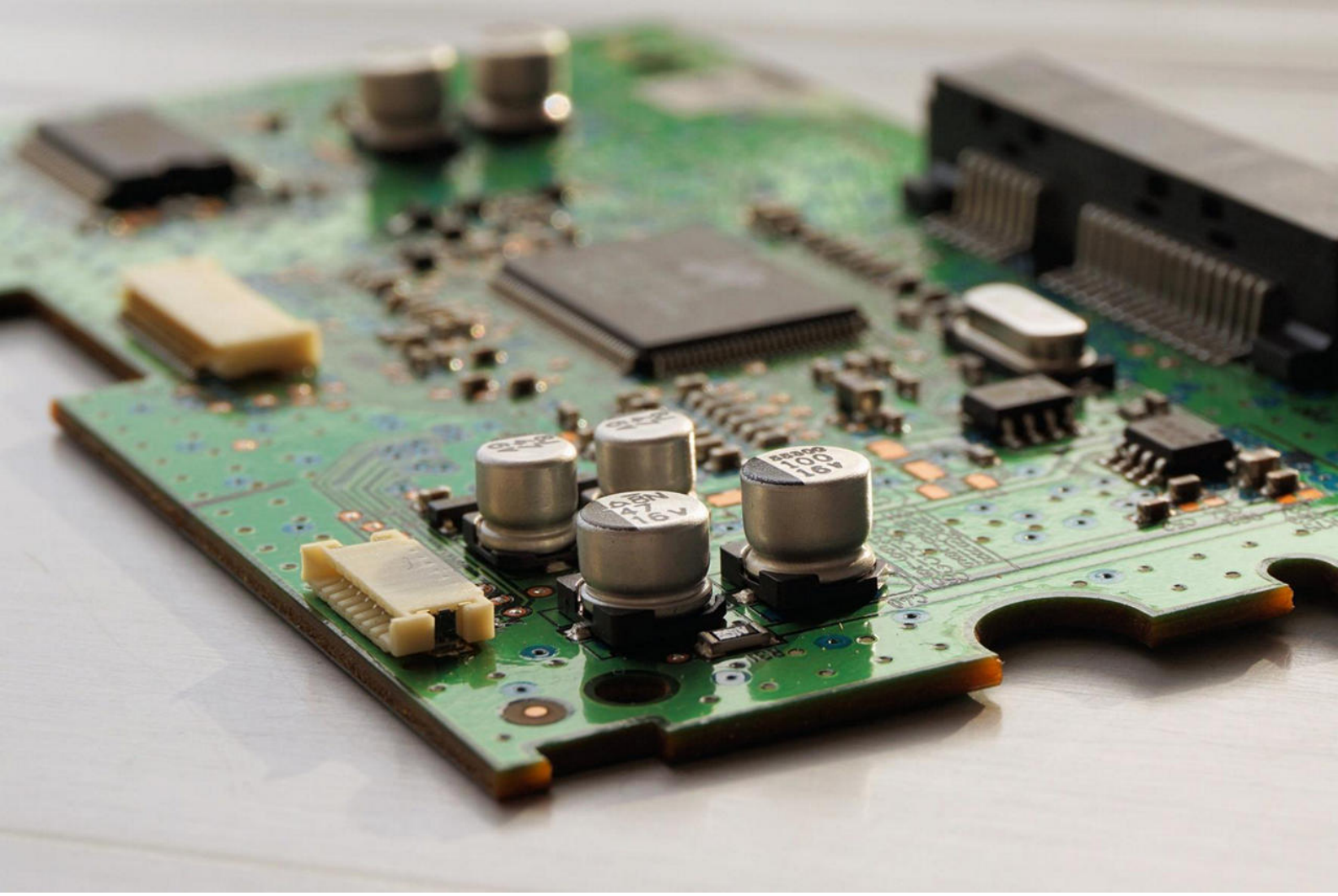


Application Note AN-EC-026

Vergleich zwischen linearer Cyclovoltammetrie und Staircase-Cyclovoltammetrie an einem kommerziellen Kondensator

Nutzung der linearen Scan-Funktion für die elektrochemische Charakterisierung

Kondensatoren sind elektronische Bauteile, die für den Erfolg der Elektronikindustrie eine wichtige Rolle spielen. Sie sind inzwischen auch wesentliche Bestandteile von Elektro- und Hybridfahrzeugen.
Elektrochemische Tests, wie z. B. die potentiostatische Cyclovoltammetrie (CV, zyklische Voltammetrie), werden zur Überprüfung der Leistung von Kondensatoren eingesetzt.

Das VIONIC-Messsystem beherrscht sowohl die Staircase-Cyclovoltammetrie (treppenförmige Potentialstufen) als auch die lineare (analoge) Cyclovoltammetrie. Diese Application Note vergleicht die beiden Cyclovoltammetrie-Varianten und verdeutlicht, weshalb die lineare Cyclovoltammetrie verwendet werden muss, um die Leistung von Kondensatoren optimal zu untersuchen.

VERSUCHSAUFBAU

Die Experimente wurden mit einem Metrohm Autolab VIONIC-Messsystem durchgeführt, gesteuert mittels der Software INTELLO (Abbildung 1).
Das VIONIC-Messgerät ist standardmäßig mit einem linearen Scan-Generator ausgestattet, der dem Benutzer die Möglichkeit bietet, lineare Sweeps und lineare zyklische Voltammetrie durchzuführen.
Die INTELLO-Prozedur wurde sowohl aus linearen CVs als auch aus Staircase-CVs zusammengestellt. Für beide Varianten wurden je fünf Scans durchgeführt, wobei die Scanraten linear von 1 V/s bis 5 V/s ansteigen.
Das Abtastintervall (sampling interval) der linearen CVs wurde auf 30 ms festgelegt. Die Höhe der Potentialstufe (step height) der Staircase-CVs wurde so gewählt, dass eine Schrittdauer (step duration) von 30 ms erreicht wurde. Auf diese Weise waren das Abtastintervall der linearen CV und die Schrittdauer der Staircase-CV identisch.
Bei allen CV-Experimenten wurde das Potenzial von 0 V auf 10 V und wieder zurück auf 0 V gescannt.

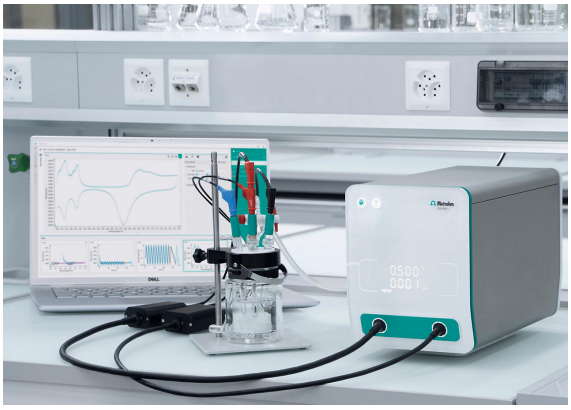


Abbildung 1. VIONIC powered by INTELLO.

Für die Experimente wurde ein 1 µF-Kondensator verwendet und an das VIONIC-System unter Verwendung der Zwei-Elektroden-Anordnung angeschlossen. Ein Anschluss des Kondensators war mit den Leitungen CE + RE (Gegenelektrode und Referenzelektrode) und der andere Anschluss mit dem Leitungen WE + S (Arbeitselektrode und Sense-Leitung) verbunden.

ERGEBNISSE UND ERLÄUTERUNG

In Abbildung 2 sind die Cyclovoltammogramme, resultierend aus den Staircase-CVs am Kondensator dargestellt.

In Abbildung 2 ist deutlich zu erkennen, dass die resultierenden Daten in Linien angeordnet sind, die einer Hysterese ähneln, wobei die Stromwerte weit unter den erwarteten Werten liegen.

Bei der Staircase-CV wird das gemessene Signal am Ende der Potentialstufe abgetastet, so dass nur der faradaysche Strom aufgezeichnet wird und der Strom, der durch die Aufladung der Doppelschicht entsteht, dagegen vernachlässig wird.

Der Strom, der durch einen Kondensator ausgetauscht wird, entspricht jedoch keinem Faraday-Strom. Daher ist es nicht möglich, das Stromsignal eines Kondensators mittels Staircase-Cyclovoltammetrie zu messen.

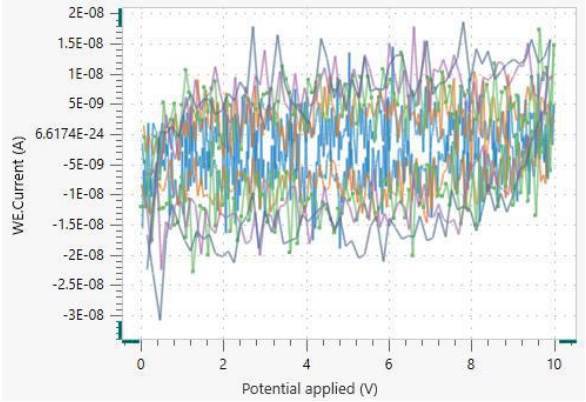


Abbildung 2. Cyclovoltammogramm aus der Staircase-CV. Hellblau entspricht den Messdaten der CV bei 1 V/s, orange: 2 V/s, grün: 3 V/s, violett: 4 V/s, und dunkelblau: 5 V/s.

In Abbildung 3 sind die Cyclovoltammogramme resultierend aus den linearen CVs am Kondensator dargestellt.

Alle Cyclovoltammogramme ähneln der erwarteten Form des Cyclovoltammogramms des Kondensators. Auch der Stromwert entspricht dem erwarteten Wert für jede Scanrate.

In einem Kondensator ist der Strom *i* (A) direkt proportional zur Scanrate dV/dt (V/s), gemäß Gleichung 1.

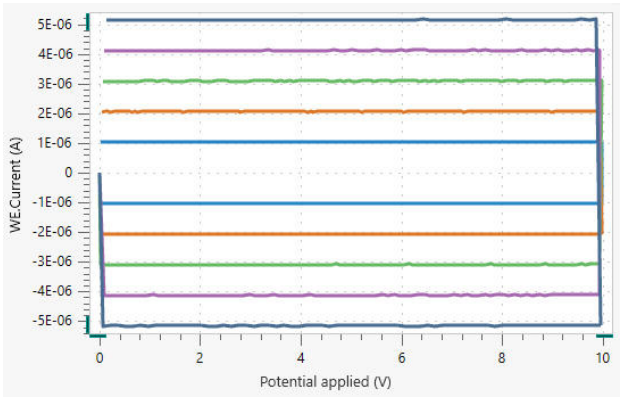


Abbildung 3. Cyclovoltammogramm aus der linearen CV. Hellblau entspricht den Messdaten der CV bei 1 V/s, orange: 2 V/s, grün: 3 V/s, violett: 4 V/s, und dunkelblau: 5 V/s.

$$i = C\frac{dV}{dt} \qquad 1$$

Der Proportionalitätskoeffizient ist die Kapazität C (F). Dies ist in Abbildung 4 dargestellt, in welcher der Grenzstrom jedes linearen Scans aus Abbildung 3 gegen die Scanrate aufgetragen ist.
Eine lineare Regression der Daten ergibt eine Kapazität von 1,03 µF. Das Diagramm und die Regressionsanalyse wurden mittels NOVA-Software erstellt, unter Verwendung der INTELLO IN2NOVA-Schaltfläche innerhalb der INTELLO-Software.

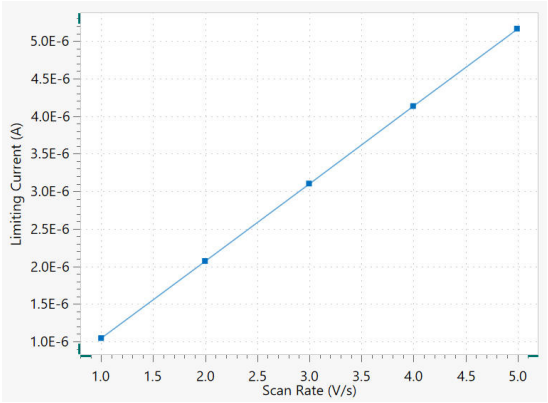


Abbildung 4. Grenzstrom vs. Scanrate für jeden Scan aus Abbildung 3.

FAZIT

Es wurde ein Vergleich zwischen linearer Cyclovoltammetrie und Staircase-Cyclovoltammetrie an einem Kondensator durchgeführt, wobei die Ergebnisse eindeutig zeigen, dass die lineare Cyclovoltammetrie zuverlässige Ergebnisse liefert, wenn sie zur Untersuchung der Leistung von Kondensatoren eingesetzt wird.

FÜR WEITERE INFORMATIONEN

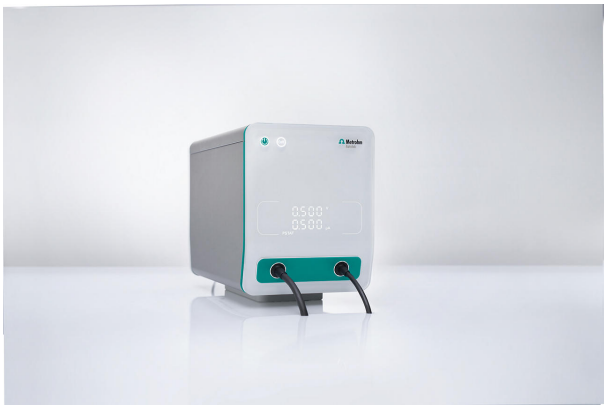
Weitere Informationen zu dieser Application Note und der zugehörigen INTELLO-Softwareprozedur erhalten Sie von Ihrer lokalen Metrohm-Vertretung.

Weitere Informationen zu den Gerätespezifikationen finden Sie hier:
VIONIC powered by INTELLO

CONTACT

Metrohm Inula
Shuttleworthstraße 25
1210 Wien
office@metrohm.at

KONFIGURATION



VIONIC

VIONIC ist unser Potentiostat/Galvanostat der neuesten Generation, der mit der neuen Software INTELLO von Autolab ausgestattet ist.

VIONIC bietet die **am vielseitigsten kombinierten Spezifikationen aller Einzelgeräte**, die derzeit auf dem Markt sind.

- Ausgangsspannung: ±50 V
- Standardstrom: ±6 A
- EIS-Frequenz: bis zu 10 MHz
- Probennahmeintervall: bis zu 1 µs

Im Preis für den VIONIC sind auch Funktionen enthalten, die bei den meisten anderen Geräten normalerweise mit zusätzlichen Kosten verbunden sind:

- Elektrochemische Impedanzspektroskopie (EIS)
- 4 Floating Modi (bei geerdeten Proben oder Messzellen)
- Zweite Messelektrode (S2)
- Analoger Scan