

# ケースレー製品による電気化学テストとアプリケーション

アプリケーション・ノート



ケースレーインストルメンツは、計測分野で60年以上の実績がある、最先端の電子計測機器の世界的リーダ企業です。お客様は、電気化学テストを含む、さまざまな研究分野、業界アプリケーションの科学者、エンジニアです。ケースレーは、電流、電圧の正確な印加、測定が行える計測器を製造しています。

ケースレー製品が適用可能な電気化学分野には、バッテリー/エネルギー貯蔵、腐食科学、電気化学析出、材料研究、センサ、半導体材料/デバイスなどがあります。ケースレー製品が対応可能なテスト方法とアプリケーションを、表1に示します。

表1. 電気化学のテスト方法とアプリケーション

測定方法/機能	アプリケーション
サイクリック・ボルタンメトリ	電気化学センサ
リニア・スイープ・ボルタンメトリ	電着、電気めっき
オープン回路電圧	pH測定
ポテンショメトリ	太陽電池セル
抵抗率	イオン選択電極
電流/電圧の方形波と測定	バッテリーの充放電
パルスI-V	半導体デバイスの特性評価
C-V (容量-電圧)	電気化学エッチング
電流/電圧の印加/シンク	腐食科学
DC電流/電圧の測定	ナノデバイスの特性評価

## サイクリック・ボルタンメトリ

サイクリック・ボルタンメトリ (Cyclic Voltammetry, CV) はポテンシャル・スイープ手法の一つであり、電気化学測定で一般的な測定技術であり、通常は3つの電極セルを使用します。図1に、電気化学セル、調整可能な電圧ソース ( $V_s$ )、電流計 ( $A_M$ )、電圧計 ( $V_M$ ) による代表的な電気化学測定回路を示します。電気化学セルには、作用電極 (WE)、参照電極 (RE)、対極 (CE) の3つの電極があります。電位スキャンのための電圧ソース ( $V_s$ ) は、WEとCE間に印加されます。REとWE間の電位 ( $E$ ) は電圧計で測定し、REに対してWEの電位が保たれるように全体の電圧 ( $V_s$ ) を調整します。WEを流れる電流 ( $i$ ) は、電流計 ( $A_M$ ) で測定します。

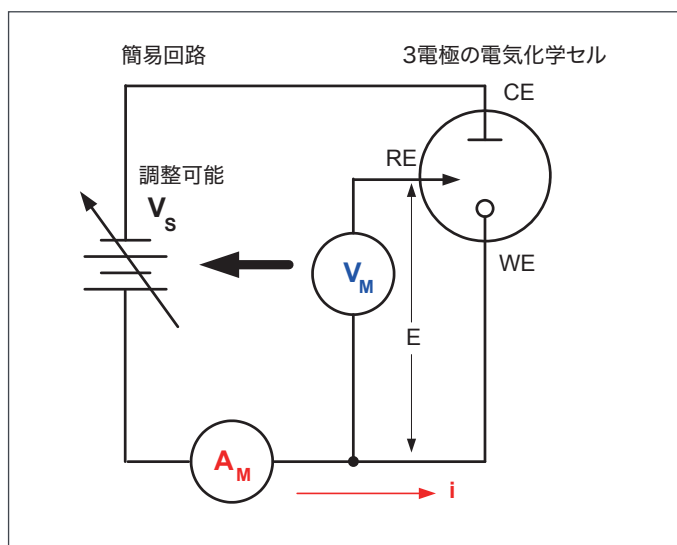


図1. サイクリック・ボルタンメトリのための簡易測定回路

ケースレーのソースメータ (SMU) は電圧を印加して電流を測定できるため、サイクリック・ボルタンメトリのアプリケーションに最適です。ソースメータの4つの端子と3電極の電気化学セルを接続の例を図2に示します。

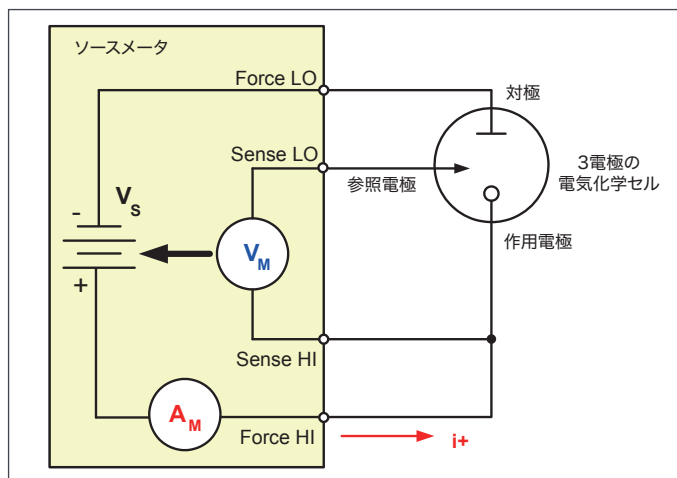


図2. サイクリック・ボルタンメトリのための電気化学測定システムと電気化学セルの接続例

ソースメータを、リモート・センス (4線式) で電圧を印加するようにプログラムすると、測定電圧はフィードバックされ、プログラムされたレベルと比較されます。電圧ソースは、フィードバック電圧がプログラムされた電圧レベルと等しくなるまで調整されます。リモート・センスにより、テスト・リードと検体における電圧降下は補正されるため、プログラムされた電圧レベルは確実に作用電極に供給されます。

## ケースレー製品による電気化学テストとアプリケーション

2450-EC型、2460-EC型電気化学測定システムはディスプレイを内蔵しており、サイクリック・ボルタンメトリのテスト・スクリプトにより、ボルタモグラムの自動的にプロットすることができます。図3に、生成されたボルタモグラムの例を示します。2450型、2460型には、コンピュータなしでサイクリック・ボルタンメトリを実行するためのテスト・スクリプトが含まれています。

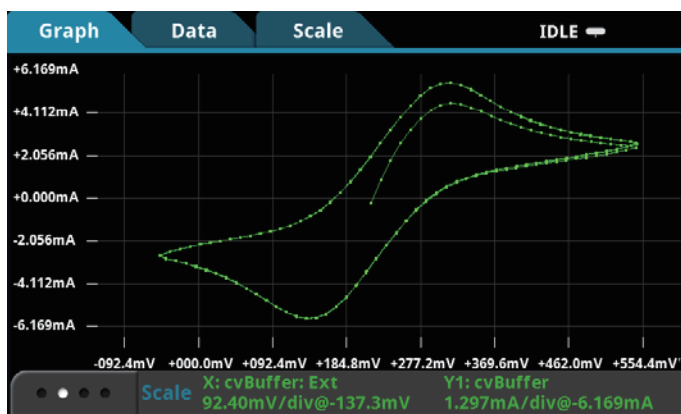


図3. 2450型のグラフィカル・ディスプレイに表示されたボルタモグラムの例

2450-EC型、2460-EC型にはその他にも、サイクリック・ボルタンメトリ、オープン・サーキット・ポテンシャル測定、電流測定による電位パルスと方形波、電位測定による電流パルスと方形波、クロノアンペロメトリ、クロノポテンシオメトリのためのテスト・スクリプトが含まれています。さらに、電気化学測定ケーブルも付属しており、計測器と電気化学セルがワニ口クリップで簡単に接続できます。

## オープン・サーキット・ポテンシャル

電気化学セルにおけるオープン・サーキット・ポテンシャル (OCP) は、参照電極と作用電極間の測定電圧です。オープン・サーキット・ポテンシャルの測定にはハイ・インピーダンスの電位計が必要であり、セルに電流または電圧を印加せずに電圧を測定します。入力インピーダンスが高いため、図4に示すように、ソースメータは4線式接続によるOCP測定に適しています。このセットアップでは、0A電流印加で電圧を測定するように設定します。計測器内部で自動的に機能を変更できるため、サイクリック・ボルタンメトリ実行前にOCPが測定できたならば、測定のために手作業でテスト・リードをつなぎかえる必要はありません。2450-EC型、2460-EC型には、オープン・サーキット・ポテンシャル測定のためのテスト・スクリプトが含まれています。

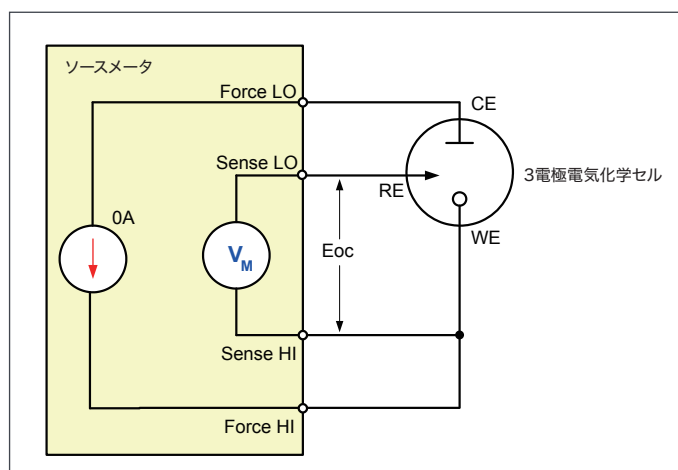


図4. 電気化学測定システムによる電気化学セルのオープン・サーキット・ポテンシャルの測定例

## 抵抗率

抵抗率は、電流に対する材料の抵抗性を定量化する、基本的な材料特性です。材料の抵抗率を正確に求める方法は、材料の種類、抵抗の大きさ、サンプルの形状などによっても大きく異なります。

## 導体と半導体 — 電流印加と電圧測定

導体または半導体の抵抗率は、通常4線で接続した試料に電流を印加し、試料で発生する電圧を測定することで求めます。4線で接続することにより、リードと接触の抵抗を抑え、測定精度に影響する効果を低減させます。この例（図5）では、2本のリードで電流を印加し、もう2本のリードを使用して導体試料で生ずる電圧降下を測定します。試料で発生する電圧降下は非常に小さいため、ケースレーの2182A型ナノボルトメータで測定します。

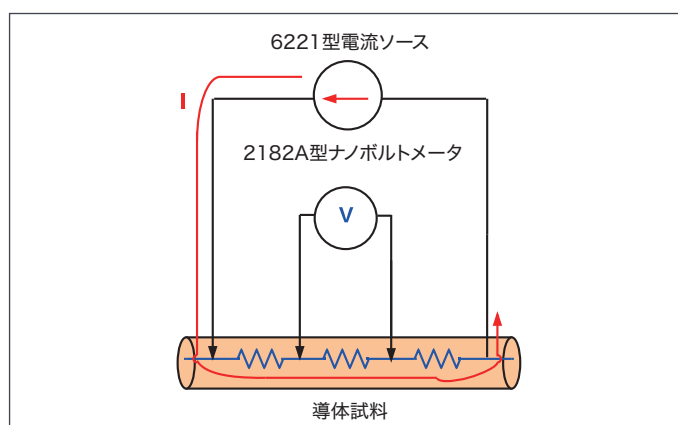


図5. 電流ソースとナノボルトメータを使用した導体試料の測定例

## 絶縁体 — 電圧を印加してリーク電流を測定する

絶縁体の抵抗率は、通常未知の抵抗に電圧を印加し、リーク電流を測定して求めます。これは2端子テストです。体積抵抗率は、試料を直接流れるリーク電流を測定して求めます。表面抵抗率は、絶縁体の表面における電気抵抗と定義されています。図6に、体積抵抗率と表面抵抗率の測定のための回路図を示します。

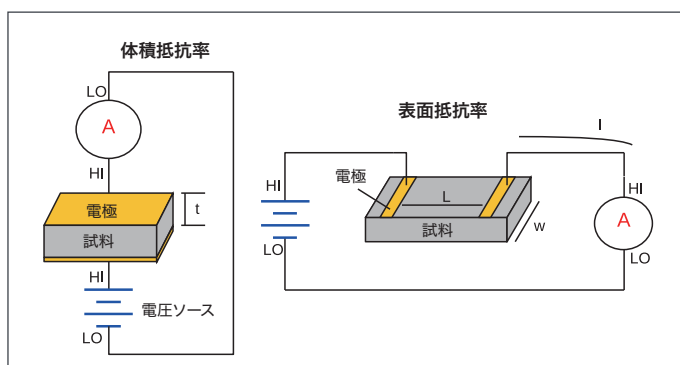


図6. 体積抵抗率と表面抵抗率の測定回路図の例

このような高抵抗を測定するには、非常に小さな電流を測定し、電圧が印加できる計測器が必要になります。6517B型エレクトロメータ／絶縁抵抗計と6487型ピコアンメータ／電圧源は、高抵抗の材料の抵抗率測定に使用できます。この計測器は、数十または数百fAの電流が測定でき、電圧源を内蔵しています。非常に大きな抵抗の測定では、デバイスとすべてのケーブルをシールドし、静電気干渉の影響を適切に回避することが重要になります。

## ポテンシオメトリ

ポテンシオメトリは、通常、作用電極と参照電極の2つの電極間の電位差を測定します。電位差はハイ・インピーダンスの電位計またはエレクトロメータで測定されるため、流れる電流は無視できます ( $i=0$ )。ポテンシオメトリは、pH測定や電圧測定などのアプリケーションで、選択電極を使用して行います。通常、このような電位測定には、2つの電極と6517B型または6514型エレクトロメータなどのハイ・インピーダンスの電位計を使用します。

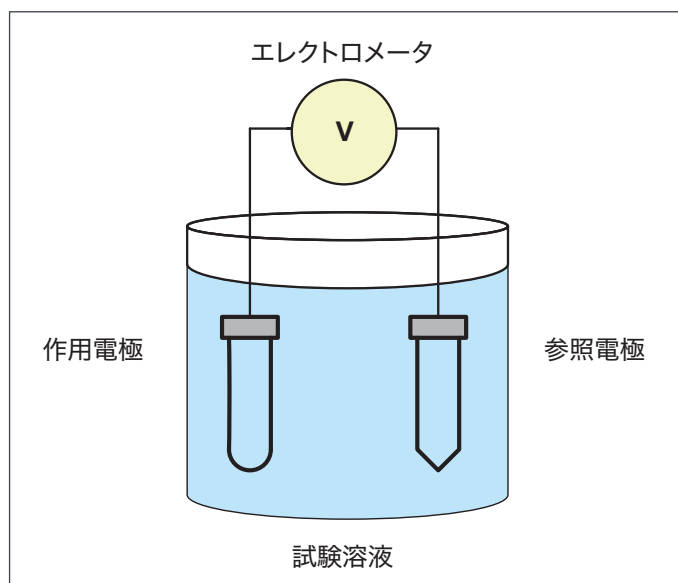


図7. エレクトロメータによる2つの電極間の電位差測定の例

## 電気化学センサ

電気化学センサは、環境／ガス・モニタリング、グルコース濃度などの医療アプリケーション、自動車、農業など、さまざまな産業分野で使用されています。さまざまな設計に組み込まれており、2つまたは3つの電極を持ち、ポテンシオメトリ、アンペロメトリまたはボルタンメトリです。センサによっては、有機電子デバイスまたはナノ構造のものもあります。

電気化学センサの研究／開発では、最適なテスト機器を選択することが重要です。例えば、ポテンシオメトリック・センサの出力測定では、非常に大きなインピーダンスを持ったエレクトロメータが必要であり、ケースレーのエレクトロメータは非常に大きな入力インピーダンス ( $10^{14}\Omega$ 以上) があります。アンペロメトリック・ガス・センサでは、ピコアンメータ、エレクトロメータ、またはソースメータなどの非常に感度の高い電流計が必要になります。

図8に、シンプルなアンペロメトリック・ガス・センサを示します。作用電極 (WE) にガスが触れると、センサによって異なりますが、酸化または還元 of 化学反応が起こります。アンペロメトリック・センサでは、対極 (CE) と作用電極 (WE) 間に電流が流れます。出力電流はガス濃度と関係しており、感度の高い電流計で測定します。必要に応じ、3つ目の電極 (参照電極) をセンサに追加して電位を印加します。

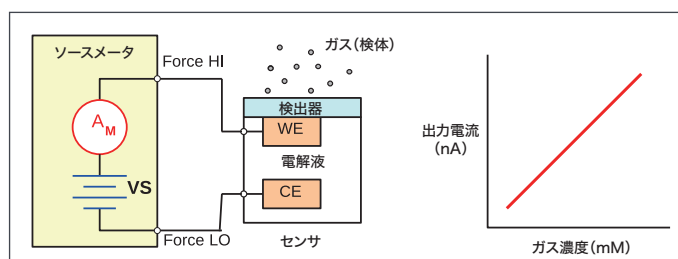


図8. ソースメータによる2電極アンペロメトリック・ガス・センサの出力電流測定例

## 太陽電池

増え続けるクリーン・エネルギーの需要に応えるため、太陽電池の研究者は電池効率の改善とコスト低減に取り組んでいます。最新の技術としては、色素増感電池、有機電池、ペロブスカイト電池、3D太陽電池などがあります。太陽電池の電気特性は、最小の損失でできる限り効率の良い電池を製造する上で重要です。

太陽電池で通常実行される電気テストには、印加されるDC電圧に対する電流と容量の測定があります。容量は、周波数またはAC電圧に対して測定されます。テスト項目によっては、パルスC-V(電流-電圧)測定が必要になります。通常、このような測定はさまざまな光量、温度で実行します。この測定から、出力電流、変換効率、最大電力出力、ドーピング密度、抵抗率などの重要なデバイス・パラメータが求められます。図9に示す太陽電池の代表的な順バイアスI-V曲線から、最大電流 ( $I_{max}$ )、短絡回路電流 ( $I_{sc}$ )、最大電力 ( $P_{max}$ )、最大電圧 ( $V_{max}$ )、オープン回路電圧 ( $V_{oc}$ ) が求められます。

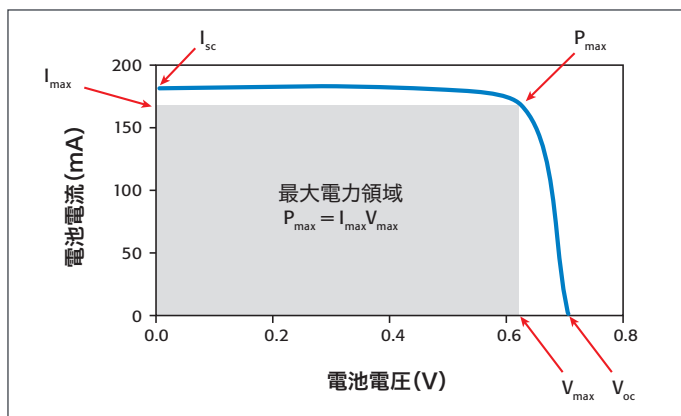


図9. 太陽電池の代表的な順バイアスI-V曲線

4200-SCS型パラメータ・アナライザなどの計測器は、このような電気測定のテスト／解析が簡単に実行できます。4200-SCS型は統合されたシステムであり、DC、超速I-V、C-Vが測定できる計測器、制御ソフトウェア、グラフィカル・ディスプレイ、演算解析機能が統合されています。太陽電池の測定機能としては、DCおよびパルスC-V、C-V、C-F、DLCP (Drive Level Capacitance Profiling)、4探針プローブ抵抗率など、豊富な測定機能があります。

図10は、太陽電池と4200-SCS型を接続したI-V測定の例を示しています。4線式接続により、測定回路からリード抵抗を除去します。太陽電池を出力端子に接続すると、4200-SCS型のソフトウェアにより電圧スイープが簡単にセットアップされ、図11に示すような太陽電池の順バイアスI-V曲線のようなI-V曲線が自動的に生成されます。

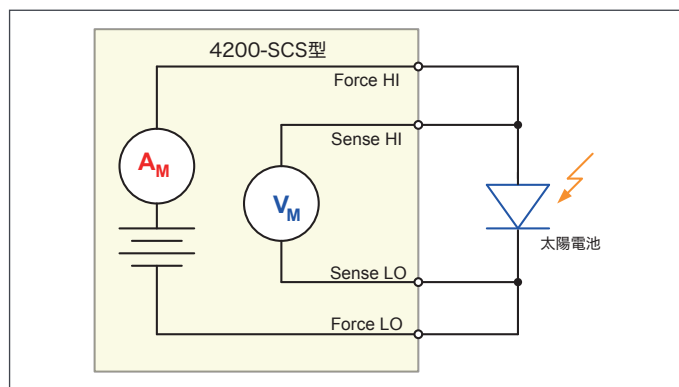


図10. 太陽電池と4200-SCS型パラメータ・アナライザの接続例

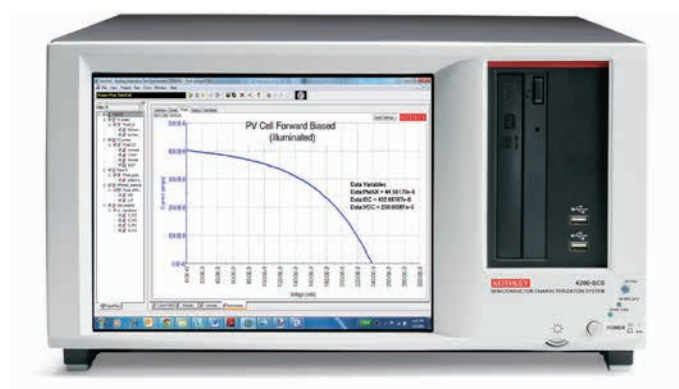


図11. 4200-SCS型パラメータ・アナライザで測定した太陽電池の順バイアスI-V特性の例

## バッテリーの充放電

ケースレーのソースメータは電流と電圧の両方の印加と測定が行えるため、バッテリーが簡単にテストできます。印加／シンクだけでなく、測定も行えるため、充放電サイクルに最適なソリューションです。

このテストでは、ソースメータの端子と電池を4線で接続し(図12)、リード抵抗の影響を除去します。

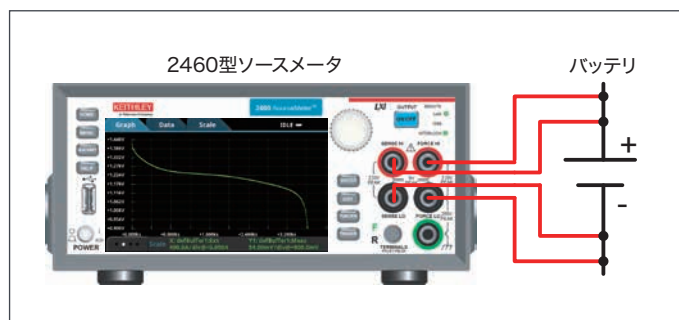


図12. 2460型ソースメータのグラフィカル・ディスプレイに表示された放電の様子



充電、放電の両方のサイクルにおいて、ソースメータは電圧を印加し、電流を測定するように設定します。電圧を印加するように設定した場合でも、定電流モードで動作します。図13は、充放電サイクルの簡略回路を示しています。

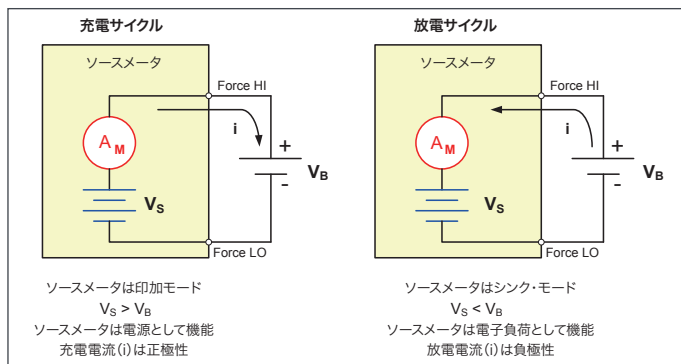


図13. 充放電の回路例

通常、バッテリーは一定の電流で充電するため、ソースメータの印加電圧をバッテリーの定格電圧に、印加リミット電流を所定の充電電流に設定します。テスト開始時、バッテリーの電圧はソースメータで設定した電圧出力以下の値になります。この電位差のために、電流値はユーザ設定の電流リミットにただちに制限されます。電流リミットが働いている間、ソースメータは設定された電圧レベルになるまで定電流源として機能します。

バッテリーの放電では、ソースメータは電力を供給するのではなく、消費するため、シンクとして機能します。ソースメータの電圧源はバッテリー電圧よりも低く設定し、電流リミットは放電レートに設定します。出力をオンにすると、バッテリーからの電流はソースメータのHI端子に流れ込みます。このため、電流の読み値は負の極性になります。このように測定した2500mAhのバッテリーの放電特性を、図14に示します。

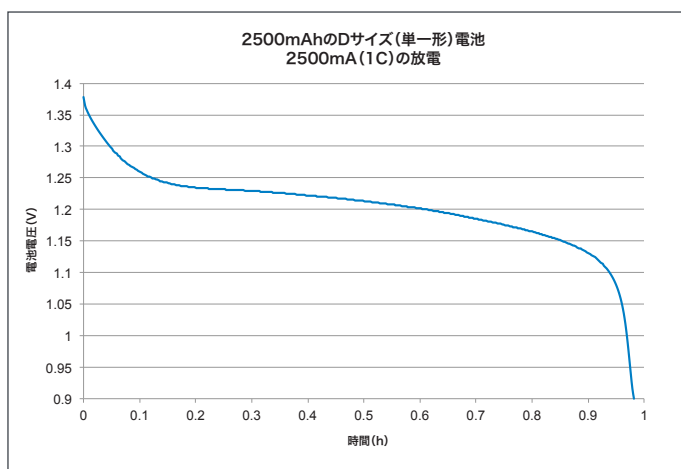


図14. 2460型による2500mAh Dサイズ電池の放電特性

## 電気デバイスの特性評価

ソースメータや4200-SCS型パラメータ・アナライザは電流と電圧の印加と測定が行えるため、電気デバイスの特性評価に最適です。パラメータ・アナライザは、複数のソースメータだけでなく、C-Vユニットまたはパルス測定ユニットも含んでいます。対象のコンポーネントとしては、カーボン・ナノチューブとデバイス、センサ、太陽電池、有機半導体デバイスなどがあります。

特定のアプリケーションで必要になるソースメータの数は、デバイスの端子の数と測定項目によって異なります。図15のような有機FET (OFET) では、デバイスの特性評価のためには2台のソースメータが必要になります。この場合、一台 (SMU 1) はデバイスのゲート端子に、もう一台 (SMU 2) はドレイン端子に接続します。OFETのソース端子は、コモンに接続します。OFETの伝達特性は、SMU 1でゲート電圧をステップ印加し、SMU 2でドレイン電圧をスイープしてドレイン電流を測定することによって求めます。

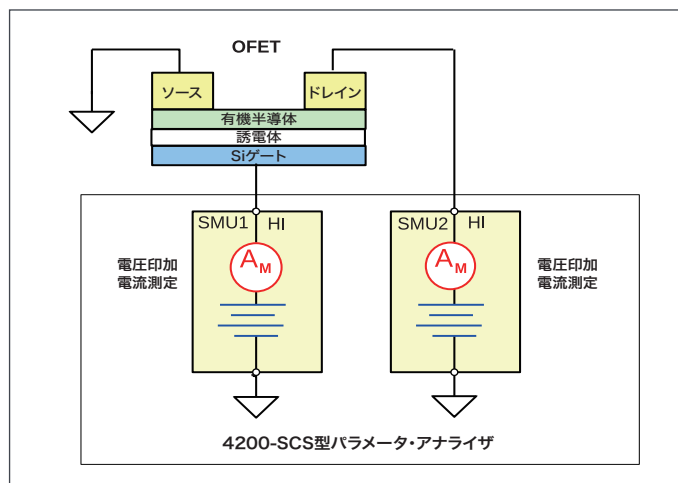


図15. 4200-SCS型による有機FETのI-V特性

4200-SCS型パラメータ・アナライザで測定し、表示されたOFETの伝達特性の例を図16に示します。

## ケースレー製品による電気化学テストとアプリケーション

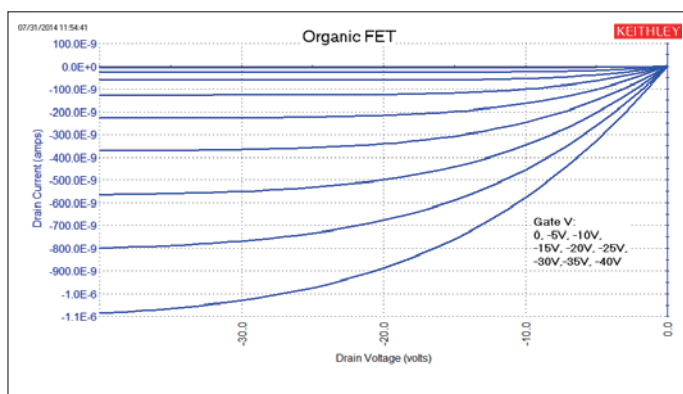


図16. 4200-SCS型パラメータ・アナライザで測定したOFETの伝達特性の例。  
注：出典 - Kent State University

4200-SCS型パラメータ・アナライザには、デバイスの電気特性に適した、数多くの特長があります。さまざまに構成可能なシステムは、複数の計測器が統合でき、対話形式のソフトウェア、グラフィック、解析機能が含まれおり、感度の高い電気測定を簡素化できます。

## 電着、電気めっき

電着は、導体表面に薄い金属フィルムを付着させるプロセスです。このプロセスには、化粧塗料、腐食防止、さらにはナノワイヤ、ナノ製造製作など、さまざまなアプリケーションがあります。従来、このプロセスには、アノード、カソードの2つの電極間を接続した電流源が含まれていました。電流によってアノードから金属イオンが発生し、カソードに付着します（図17を参照）。このシンプルな例では、6220型DC精密電流源によりアノードからAg<sup>+</sup>イオンが発生し、カソードに付着します。

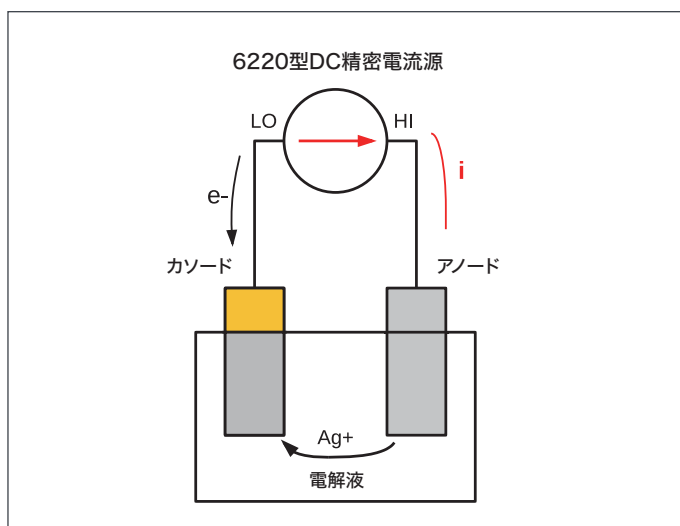


図17. 定電流源を使用した電着回路の例

電着には、一定のDC電流または電圧が必要であり、場合によっては制御された堆積時間によるパルスまたはステップ信号が必要になります。電流または電圧の印加の他に、アプリケーションによっては電流または電圧のモニタリング機能が必要になる場合もあります。2400シリーズまたは2600Bシリーズ・ソースメータは、印加のパラメータを自動的に制御したり、出力電流または電圧をモニタしたりすることができます。2電極構成で4線制御することにより、リード抵抗の影響を除去できます。

## まとめ

ケースレーインストルメンツは、電流／電圧の印加／測定、優れた確度による容量測定などを含む、ボルタンメトリ、低／高抵抗測定、バッテリー・テスト、ポテンショメトリ、電着、電気デバイスの特性評価など、さまざまな電気化学アプリケーションに適した高感度計測器を製造しています。ケースレーの計測器は、自動テスト、同期、タイミング制御などのためにリモートで制御できます。

## 電気化学テストとアプリケーションのためのケースレー製品

型名	製品名	概要	テスト方法／アプリケーション
2450-EC型 2460-EC型	電気化学測定システム	2450型または2460型ソースメータ、テスト・スクリプトを内蔵し、電気化学用ケーブル、サイクリック・ボルタンメトリ用のLabViewコード（USBメモリに保存）を装備	サイクリック・ボルタンメトリ、オープン・サーキット・ポテンシャル、電位のパルスと方形波（電流測定）、電流のパルスと方形波（電位測定）、クロノアンペロメトリ、クロノポテンシオメトリ、バッテリーの充放電、デバイスの特性評価、ポテンシオメトリ、センサ、電着、ナノテクノロジー、電気化学エッチング、太陽電池、腐食、抵抗率
2400／2600Bシリーズ	ソースメータ (SMU)	ソースメータは、電流または電圧を印加し、同時に電流、電圧、抵抗を高速に、正確に測定する精密ソリューション	オープン・サーキット・ポテンシャル、バッテリーの充放電、デバイスの特性評価、ポテンシオメトリ、センサ、電着、ナノテクノロジー、電気化学エッチング、太陽電池、腐食、抵抗率
4200-SCS型	パラメータ・アナライザ	材料とデバイスの電気特性を評価するための、モジュラ・タイプ、統合パラメータ・アナライザ。直感的に操作できるソフトウェアにより、パラメータの抽出、テスト設定、解析が容易に実行できる。モジュールは、ミディアム／ハイパワーDC、超速パルスDC、容量／インピーダンスに対応	有機半導体デバイスの特性評価、カーボンベースのデバイスの特性評価、リーク電流、センサ、太陽電池、ナノテクノロジー、抵抗率、ポテンシオメトリ
6517B型、6514型	エレクトロメータ	高い入力インピーダンス、低電流（1pA未満）、電荷、高抵抗測定など、従来のデジタル・マルチメータ以上の機能を装備した、マルチ機能計測器	ポテンシオメトリ、絶縁材料の抵抗率、センサ、pH測定、イオン選択電極
6485型、6487型	ピコアンメータ (アンペロメトリック)	微小電流を正確な測定に適した電流計。高抵抗測定でも使用	高抵抗率、リーク電流、センサ
6220型、6221型	電流源 (ガルバノスタティック)	被測定デバイスに特定の電流を出力するように設計された計測器であり、その電流のために必要となる電圧を印加する	抵抗率（電位計）、電着、センサ、ホール効果
2182A型	ナノボルトメータ	ナノボルト感度に最適な電位計。小さなソース抵抗から理論値限界近くの電圧を測定	抵抗率（電流源）、非常に小さな電圧出力の特性評価、センサ、ホール効果
DMM7510型、 2000シリーズ、 2750シリーズ、 2010シリーズ	デジタル・マルチメータ	マルチファンクション計測器：DC／AC電圧／電流、抵抗、温度	抵抗率、センサ、腐食



jp.tek.com

テクトロニクス／ケースレーインストルメンツ  
お客様コールセンター

TEL: 0120-441-046 ヨク！良い オシロ 電話受付時間／9:00～12:00・13:00～18:00  
(土・日・祝・弊社休業日を除く)

〒108-6106 東京都港区港南2-15-2 品川インターシティB棟6階

記載内容は予告なく変更することがありますので、あらかじめご了承ください。

Copyright © 2016, Tektronix. All rights reserved. TEKTRONIX およびTEKはTektronix, Inc. の登録商標です。記載された製品名はすべて各社の商標あるいは登録商標です。

2016年4月 1KZ-60158-0