

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl⁷

G01N 27/28

[12] 实用新型专利说明书

[21] ZL 专利号 00262063.4

[45]授权公告日 2001年11月7日

[11]授权公告号 CN 2458625Y

[22]申请日 2000.11.16

[73]专利权人 中国科学院长春应用化学研究所
地址 130022 吉林省长春市人民大街159号

[72]设计人 蒋俊光 林祥钦 董绍俊

[21]申请号 00262063.4

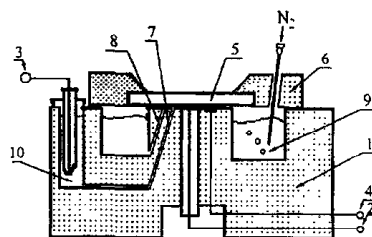
[74]专利代理机构 长春科宇专利代理有限公司
代理人 曹桂珍

权利要求书1页 说明书2页 附图页数1页

[54]实用新型名称 反射式显微红外光谱电化学池

[57]摘要

本实用新型涉及一种在红外显微镜上应用的,利用毛细管效应设计的进行现场红外采谱的光谱电化学池。本实用新型分别用两个毛细管通道来连通三电极电解薄层与贮液池和参比腔,克服了电极的工作面必须向上安置所带来的一系列困难,保证了研究溶液总能浸润电极表面,同时该溶液又能比较容易地用鼓泡法除氧和通氮气保护,使得实验操作简单而且可靠,具有稳定重现的采谱特性和良好的电化学性能。



ISSN 1008-4274

知识产权出版社出版

权 利 要 求 书

1. 一种反射式显微红外光谱电化学池，其特征在于池体(1)为一聚四氟乙烯的圆柱体，在圆柱体的一端开有一个环形空腔(9)作为贮液池，空腔(10)作为参比腔，工作电极(2)是将 $50\ \mu\text{m}$ 的铂丝熔封于直径 $2\sim 3\ \text{mm}$ 的厚壁细玻璃管内，挤入池体正中竖直的电极孔中，上端面磨平并仔细抛光后成为铂微盘电极，参比电极(3)、铂对电极(4)与工作电极构成三电极共平面单元，上面加盖红外光窗(5)，并以聚四氟乙烯盖(6)加压密合，形成 $1\sim 5$ 微米厚度的电解薄层；毛细通道(8)连通三电极电解薄层与贮液池(9)；毛细管微通道(7)连通三电极电解薄层与参比腔(10)，使其开口位于工作电极的近旁 $1.5\ \text{mm}$ 左右。

说明书

反射式显微红外光谱电化学池

本实用新型涉及一种在红外显微镜上应用的，利用毛细管效应设计的进行现场红外采谱的光谱电化学池。

中国专利 CN1080996A 公开了题为“现场显微红外光谱电化学分析方法(MFTIRS)”的现场红外光谱研究方法，已经在微电极电化学、空间分布和微区分辨研究、高聚物固态电解质研究、电极表界面电化学、化学修饰电极等一系列问题上进行了应用。针对不同研究目的需要设计各种类型的 MFTIRS 池，以使得现场显微红外光谱电化学的实验研究能方便可行，而且能够同时得到重现和可靠的电化学和光谱数据。

本实用新型的目的是设计一种反射式显微红外光谱电化学池，该化学池为圆柱体，带有环形空腔作为贮液池，用两个毛细管通道分别连通三电极电解薄层与贮液池和参比腔，可以方便的除氧和通氮气保护。

本实用新型设计的适合在液态溶剂中使用的现场 MFTIRS 池，在设计上首先要克服电极的工作面必须向上安置所带来的一系列困难。本实用新型设计的贮液液面虽然在光窗下低于三电极平面，但是靠毛细管作用就总能保持三电极平面浸润而能持续工作。并能比较容易地用鼓泡法除氧和通氮气保护，电位参比点靠工作电极很近，能使电极电位能准确控制，保证了它具有稳定重现的光谱特性和良好的电化学性能。

本实用新型的实施方案结合附图描述如下：

图一是本反射式显微红外光谱电化学池的纵剖面示意图。

图中：(1) 池体 (6) 密封盖
(2) 工作电极 (7) 毛细管微通道
(3) 参比电极 (8) 毛细管微通道
(4) 铂对电极 (9) 贮液池
(5) 红外光窗 (10) 参比腔

本实用新型的池体(1)为一聚四氟乙烯的圆柱体，在圆柱体的一端开有一个环形空腔作为贮液池(9)，另一空腔作为参比腔(10)，工作电极(2)是将 $50\mu\text{m}$ 的铂丝熔封于直径 $2\sim 3\text{mm}$ 的厚壁细玻璃管内，挤入池体正中竖直的电极孔中，上端面磨平并仔细抛光后成为铂微盘电极，参比电极(3)、铂对电极(4)与工作电极构成三电极共平面单元，上面加盖红外光窗(5)，并以聚四氟乙烯密封盖(6)加压密合，形成 $1\sim 5$ 微米厚度的电解薄层；毛细通道(8)连通三电极电解薄层与贮液池(9)；毛细管微通道(7)连通三电极电解薄层与参比腔(10)，使其开口位于工作电极的近旁

1.5 mm 左右。

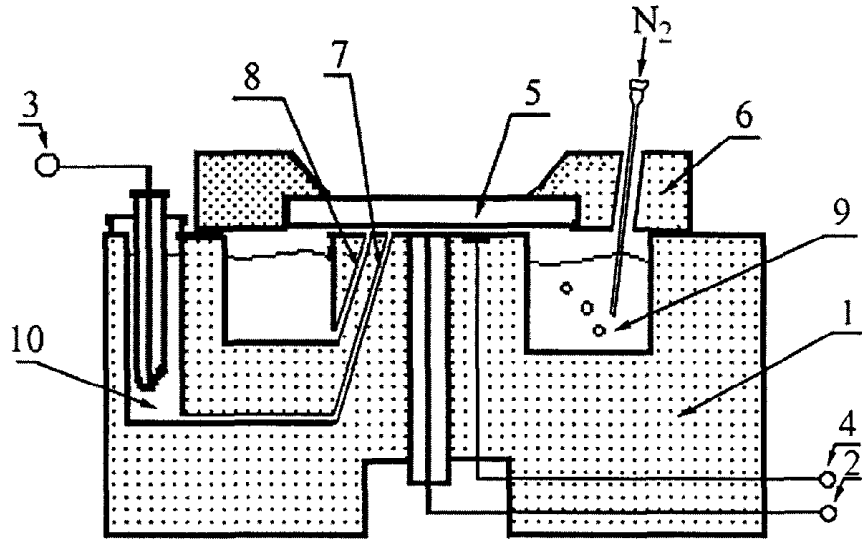
本实用新型设计的本反射式显微红外光谱电化学池，由于采用了玻璃管熔封工作电极和聚四氟乙烯挤封技术，避免了溶液污染，密闭性能较好，特别适用于需用惰性气体保护的有机溶剂中氧化还原体系的现场显微红外光谱电化学采谱因不用任何粘结剂，避免了溶液污染，不仅适用于水溶液中的研究，也适用于非水体系中的研究；密闭性能较好，溶液不容易溢出，也减小了溶剂的挥发速度；贮液腔的容积为 1~2 ml，可以供给较长时间实验中的挥发消耗；工作电极可以先固定好然后再抛平和抛光，所以盖上光窗后，溶液薄层厚度比较均匀而且稳定，重现性较好。

分别用二茂铁/ CH_2Cl_2 +TBAP 体系和 $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ 水溶液体系在不同光窗下对本实用新型进行了光谱电化学表征。显现出有比较强烈的柱面边缘扩散电流，是比较典型的微盘薄层池特性。这种增强的边缘扩散效应，将有利于减小由于背景电流或伴随的不可逆化学反应的产物在电解薄层中的积累，有利于获得稳定和重现的光谱基线。仅需 50 次扫描平均即得到了较高信噪比的现场显微红外光谱。

电化学性能首先取决于铂/玻璃电极的良好制作。而电位参比点靠近工作电极是保证电化学性能良好的关键。

铂工作电极表面的严格水平和光亮洁净可以保证有较大的反射光通量和较高的信噪比，同时电解薄层厚度均匀且足够薄，才能保证差谱的良好质量。本池的上端面可以用机床精密加工，使池面严格水平，铂电极表面也容易磨平和抛光，光学性能良好。

说明书附图



附图 1