

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
G01N 27/30 (2006.01)



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200810050480.7

[43] 公开日 2008年8月13日

[11] 公开号 CN 101241098A

[22] 申请日 2008.3.14

[21] 申请号 200810050480.7

[71] 申请人 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 5625 号

[72] 发明人 牛 莉 张齐贤 王晓丹 王 伟

[74] 专利代理机构 长春科宇专利代理有限责任公司

代理人 马守忠

权利要求书 2 页 说明书 9 页 附图 1 页

[54] 发明名称

带屏蔽外层的双层电化学工作电极的制备方法

[57] 摘要

本发明属于一种带屏蔽外层的双层电化学工作电极结构的制备方法。在其内层以制备工作电极的基础上在其外层以环氧作为基材，以碳纳米管作为导电填料加工成一性能优良的电磁波屏蔽层。这种工作电极具有特殊的结构和介电性质，表现出较强的电磁屏蔽性能，同时它还具有质量轻、导电性可调变、高温抗氧化性能强和稳定性好等特点。另外，这是一种具有电磁屏蔽技术的工作电极，也方便了电化学实验的操作，是一种有前途的电磁屏蔽技术，在电化学领域具有广泛的实用价值和应用前景。

1、一种电化学工作电极的制备方法，首先将电极圆孔（2）中涂附硅油脱模剂，将模具主体（1）通过螺丝（3）使其紧密接合，（1）及底架（4）通过螺丝（6）紧密接合，将嵌入电极基体材料（7）的导电的铜质金属杆（9）置于模具上已抛光的电极圆孔（2）中，并使0.5毫米的电极基体材料底端置于底架（4）上的定位圆孔（5）中，以使金属杆（9）在浇铸成形过程中始终保持与电极基体材料（7）外缘同心，其特征在于封装时，制备步骤和条件如下：

内层的制备：封装时，使用二氨基苯醚酮做交联剂固化环氧树脂作为电极封装材料制备工作电极；交联剂二氨基苯醚酮与环氧树脂摩尔比为1:（2-20），环氧树脂分子量300-1500；先将环氧树脂与模具分别置于80~100℃的恒温环境中，将交联剂加入环氧树脂，并充分搅拌，待混合均匀后，浇铸入预置恒温的模具电极圆孔中，升温至30-80℃，以使反应缓和均匀，并将在反应过程中可能包夹的气泡释放出来，由于是在加热情况下混合，因此混合物粘度低，不易产生气泡，恒温80-150℃固化10-20小时，使固化反应完全，冷却后，取出电极，抛光；

外层的制备：封装时，先将环氧树脂与固定好的模具置于80-100℃的恒温环境中；

按配比称取物料：（1）环氧树脂DIS：固化剂LB-308的质量比为2:1；（2）按碳纳米管与环氧树脂质量比为1:200-300配比称取碳纳米管，加入到50-150ml的丙酮溶液中，混合均匀后，然后超声处理约15分钟；

(3) 取配比量的环氧树脂 DIS 于 80-100°C 加热 1-2 小时, 将上述 (2) 中含有碳纳米离子的丙酮溶液倒入环氧树脂中, 并不停搅拌, 澄清后超声处理 20 分钟, 真空干燥脱除溶剂, 升温至 100-200°C 后, 反应 1-2 小时;

(4) 称取配比量的固化剂 LB-308, 加入到恒温的掺杂碳纳米管的环氧树脂中, 充分搅拌, 浇铸入预置恒温的模具中, 缓慢升温, 最后恒温 100-120°C 反应 1-2 小时冷却后, 将模具拆卸, 取出电极, 抛光, 并加装电极帽。

带屏蔽外层的双层电化学工作电极的制备方法

技术领域

本发明属于一种带屏蔽外层的双层电化学工作电极的制备方法。

背景技术

随着科学技术的迅速发展,电化学领域对电磁屏蔽技术要求也在不断增加。早期的电磁屏蔽技术主要使用金属及其复合材料,虽然这类材料具有良好的屏蔽效能,其弹性大,易腐蚀并且价格昂贵、难于调节屏蔽效应。在传统的电化学实验中,为了抑制测量中噪音的影响,通常采用法拉第箱来进行低电流测量和环境噪音下的测量。虽然法拉第箱具有很好的屏蔽作用,但是已经不能适应电化学实验的发展要求,而且连接电化学反应装置的同时再与法拉第箱联用,也会对实验操作带来不便¹。(参考文献 电磁屏蔽聚合物材料的研究进展[J]中国塑料 2006, 20(3):14-19.)

发明内容

本发明是提供带屏蔽外层的双层电化学工作电极的制备方法。在制备工作电极的基础上在其外层以环氧作为基材,以碳纳米管作为导电填料加工成性能优良的电磁波屏蔽层。

制备步骤和条件如下:

内层的制备:封装时,使用二氨基苯醚酮做交联剂固化环氧树脂作为电极封装材料制备工作电极;交联剂二氨基苯醚酮与环氧树脂摩尔比为 1:(2-20),环氧树脂分子量 300-1500;先将环氧树脂与模具

分别置于 80~100℃ 的恒温环境中，将交联剂加入环氧树脂，并充分搅拌，待混合均匀后，浇铸入预置恒温的模具电极圆孔中，30-80℃，1-2 小时，再在 80-150℃ 恒温固化 10-20 小时，冷却后，取出电极，抛光；

外层的制备：封装时，先将环氧树脂与固定好的模具置于 80-100℃ 的恒温环境中；

按配比称取物料：（1）环氧树脂 DIS：固化剂 LB-308 的质量比为 2:1；（2）按碳纳米管与环氧树脂质量比为 1:200-300 配比称取碳纳米管，将其加入到 30-150ml 的丙酮溶液中，混合均匀后，然后超声处理 15 分钟；（3）取配比量的环氧树脂 DIS 于 80-100℃ 加热 1-2 小时，将上述（2）中含有碳纳米离子的丙酮溶液倒入环氧树脂中，并不停搅拌，澄清后超声处理 20 分钟，真空干燥脱除溶剂，升温至 100-200℃ 后，反应 1-2 小时；（4）称取配比量的固化剂 LB-308，加入到恒温的掺杂碳纳米管的环氧树脂中，充分搅拌，浇铸入预置恒温的模具中，恒温 100-120℃ 反应 1-2 小时，冷却后，取出电极，抛光，并加装电极帽。

有益效果：一种适应电化学发展要求的屏蔽技术——带屏蔽外层的双层电化学工作电极。本发明是在制备工作电极的基础上在其外层以环氧作为基材，以碳纳米管作为导电填料加工成一性能优良的电磁波屏蔽层。这种工作电极具有特殊的结构和介电性质，表现出较强的电磁屏蔽性能，同时它还具有质量轻、导电性可调变、高温抗氧化性能强和稳定性好等特点。另外，这是一种具有电磁屏蔽技术的工作电极，也方便了电化学实验的操作，是一种有前途的电磁屏蔽技术，在

电化学领域具有广泛的实用价值和应用前景。

附图说明

图1是本发明使用的固化成形模具的构造及装配示意图。图中：1是模具主体部分，2是模具主体电极圆孔，孔1-4的孔径分别为0.5mm、0.6mm、0.8mm、0.9mm，3是模具主体固定螺丝，4是模具底架，5是底架上定位圆孔，6是底架上固定螺丝。

附图2是熔铸加工后的工作电极纵剖面构造示意图。图中：7是电极基体，8是封装材料主体，9是金属连接杆，10是电极帽。

具体实施方式

实施例 1

按图 1 所示，首先将电极圆孔 2 中涂附硅油脱模剂，将模具主体 1 通过螺丝 3 使其紧密接合，模具主体 1 及底架 4 通过螺丝 6 紧密接合，将嵌入电极基体材料 7 的导电的铜质金属杆 9 置于模具上已抛光的电极圆孔 2 中，并使电极基体材料底端置于底架 4 上的定位圆孔 5 中，以使金属杆 9 在浇铸成形过程中始终与电极基体材料 7 外缘同心，浇铸，完成了内层封装；然后将电极内层置于模具上已抛光的电极圆孔 2 中，并使电极内层基体材料底端置于底架 4 上的定位圆孔 5 中，以使电极内层材料在浇铸成形过程中始终与电极基体材料 7 外缘同心；

内层的制备：

封装时，使用二氨基苯醚酮做交联剂固化环氧树脂作为电极封装材料，制备的工作电极；交联剂二氨基苯醚酮与环氧树脂摩尔比为

1:2, 环氧树脂分子量 300-1500; 先将一定量的环氧树脂与模具分别置于 80℃的恒温环境中, 将交联剂加入环氧树脂, 并充分搅拌, 待混合均匀后, 浇铸入预置恒温的模具电极圆孔中, 升温至 30℃, 1 小时以使反应缓和均匀, 并将在反应过程中可能包夹的气泡释放出来, 由于是在加热情况下混合, 因此混合物粘度低, 不易产生气泡, 恒温 80℃固化 10 小时, 使固化反应完全, 冷却后, 取出电极, 抛光;

外层的制备:

封装时, 先将环氧树脂与固定好的模具置于 80℃的恒温环境中;

按配比称取物料: (1) 环氧树脂 DIS: 固化剂 LB-308 的质量比为 2:1; (2) 碳纳米管与环氧树脂质量比为 1:200。称取一定量的碳纳米管, 加入到 30ml 的丙酮溶液中, 混合均匀后, 然后超声处理约 15 分钟; (3) 取配比量的环氧树脂 DIS 于 80℃加热 1 小时, 将上述 (2) 中含有碳纳米离子的丙酮溶液倒入环氧树脂中, 并不停搅拌, 澄清后超声处理 20 分钟, 真空干燥脱除溶剂, 升温至 100℃后, 反应 1 小时; (4) 称取配比量的固化剂 LB-308, 加入到恒温的掺杂碳纳米管的环氧树脂中, 充分搅拌, 浇铸入预置恒温的模具中, 缓慢升温, 最后恒温 100℃反应 1 小时冷却后, 将模具拆卸, 取出电极, 抛光, 并加装电极帽。

实施例 2

模具固定如实施例 1。

内层的制备:

封装时, 使用二氨基苯醚酮做交联剂固化环氧树脂作为电极封装材料, 制备的工作电极; 交联剂二氨基苯醚酮与环氧树脂摩尔比为

1:10, 环氧树脂分子量 300-1500; 先将一定量的环氧树脂与模具分别置于 90℃的恒温环境中, 将交联剂加入环氧树脂, 并充分搅拌, 待混合均匀后, 浇铸入预置恒温的模具电极圆孔中, 升温至 40℃, 1.5 小时, 以使反应缓和均匀, 并将在反应过程中可能包夹的气泡释放出来, 由于是在加热情况下混合, 因此混合物粘度低, 不易产生气泡, 恒温 90℃固化 10 小时, 使固化反应完全, 冷却后, 取出电极, 抛光;

外层的制备:

封装时, 先将环氧树脂与固定好的模具置于 90℃的恒温环境中;

按配比称取物料: (1) 环氧树脂 DIS: 固化剂 LB-308 的质量比为 2:1; (2) 碳纳米管与环氧树脂质量比为 1:250。称取一定量的碳纳米管, 加入到 50ml 的丙酮溶液中, 混合均匀后, 然后超声处理约 15 分钟; (3) 取配比量的环氧树脂 DIS 于 90℃加热 1 小时, 将上述 (2) 中含有碳纳米离子的丙酮溶液倒入环氧树脂中, 并不停搅拌, 澄清后超声处理 20 分钟, 真空干燥脱除溶剂, 升温至 120℃后, 反应 1 小时; (4) 称取配比量的固化剂 LB-308, 加入到恒温的掺杂碳纳米管的环氧树脂中, 充分搅拌, 浇铸入预置恒温的模具中, 120℃反应 1 小时冷却后, 将模具拆卸, 取出电极, 抛光, 并加装电极帽。

实施例 3

模具固定如实施例 1。

内层的制备:

封装时, 使用二氨基苯醚酮做交联剂固化环氧树脂作为电极封装

材料，制备的工作电极；交联剂二氨基苯醚酮与环氧树脂摩尔比为 1:15，环氧树脂分子量 300-1500；先将一定量的环氧树脂与模具分别置于 100℃ 的恒温环境中，将交联剂加入环氧树脂，并充分搅拌，待混合均匀后，浇铸入预置恒温的模具电极圆孔中，升温至 60℃，1 小时以使反应缓和均匀，并将在反应过程中可能包夹的气泡释放出来，由于是在加热情况下混合，因此混合物粘度低，不易产生气泡，恒温 100℃ 固化 15 小时，使固化反应完全，冷却后，取出电极，抛光：

外层的制备：

封装时，先将环氧树脂与固定好的模具置于 100℃ 的恒温环境中；

按配比称取物料：(1) 环氧树脂 DIS：固化剂 LB-308 的质量比为 2：1；(2) 碳纳米管与环氧树脂质量比为 1:280。称取一定量的碳纳米管，加入到 80ml 的丙酮溶液中，混合均匀后，然后超声处理约 15 分钟；(3) 取配比量的环氧树脂 DIS 于 100℃ 加热 2 小时，将上述 (2) 中含有碳纳米离子的丙酮溶液倒入环氧树脂中，并不停搅拌，澄清后超声处理 20 分钟，真空干燥脱除溶剂，升温至 150℃ 后，反应 2 小时；(4) 称取配比量的固化剂 LB-308，加入到恒温的掺杂碳纳米管的环氧树脂中，充分搅拌，浇铸入预置恒温的模具中，缓慢升温，最后恒温 120℃ 反应 1.5 小时冷却后，将模具拆卸，取出电极，抛光，并加装电极帽。

实施例 4

模具固定如实施例 1。

内层的制备：

封装时,使用二氨基苯醚酮做交联剂固化环氧树脂作为电极封装材料,制备的工作电极:交联剂二氨基苯醚酮与环氧树脂摩尔比为1:20,环氧树脂分子量300-1500;先将一定量的环氧树脂与模具分别置于100℃的恒温环境中,将交联剂加入环氧树脂,并充分搅拌,待混合均匀后,浇铸入预置恒温的模具电极圆孔中,升温至70℃,以使反应缓和均匀,并将在反应过程中可能包夹的气泡释放出来,由于是在加热情况下混合,因此混合物粘度低,不易产生气泡,恒温120℃固化15小时,使固化反应完全,冷却后,取出电极,抛光;

外层的制备:

封装时,先将环氧树脂与固定好的模具置于100℃的恒温环境中;

按配比称取物料:(1)环氧树脂DIS:固化剂LB-308的质量比为2:1;(2)碳纳米管与环氧树脂质量比为1:300。称取一定量的碳纳米管,加入到100ml的丙酮溶液中,混合均匀后,然后超声处理约15分钟;(3)取配比量的环氧树脂DIS于100℃加热2小时,将上述(2)中含有碳纳米离子的丙酮溶液倒入环氧树脂中,并不停搅拌,澄清后超声处理20分钟,真空干燥脱除溶剂,升温至150℃后,反应2小时;(4)称取配比量的固化剂LB-308,加入到恒温的掺杂碳纳米管的环氧树脂中,充分搅拌,浇铸入预置恒温的模具中,缓慢升温,最后恒温120℃反应2小时冷却后,将模具拆卸,取出电极,抛光,并加装电极帽。

实施例5

模具固定如实施例1。

内层的制备:

封装时，使用二氨基苯醚酮做交联剂固化环氧树脂作为电极封装材料，制备的工作电极；交联剂二氨基苯醚酮与环氧树脂摩尔比为1:20，环氧树脂分子量 300-1500；先将一定量的环氧树脂与模具分别置于 100℃的恒温环境中，将交联剂加入环氧树脂，并充分搅拌，待混合均匀后，浇铸入预置恒温的模具电极圆孔中，升温至 80℃，1.5 小时以使反应缓和均匀，并将在反应过程中可能包夹的气泡释放出来，由于是在加热情况下混合，因此混合物粘度低，不易产生气泡，恒温 150℃固化 15 小时，使固化反应完全，冷却后，取出电极，抛光；

外层的制备：

封装时，先将环氧树脂与固定好的模具置于 100℃的恒温环境中；

按配比称取物料：（1）环氧树脂 DIS：固化剂 LB-308 的质量比为 2：1；（2）碳纳米管与环氧树脂质量比为 1:300。称取一定量的碳纳米管，加入到 120ml 的丙酮溶液中，混合均匀后，然后超声处理约 15 分钟；（3）取配比量的环氧树脂 DIS 于 100℃加热 2 小时，将上述（2）中含有碳纳米离子的丙酮溶液倒入环氧树脂中，并不停搅拌，澄清后超声处理 20 分钟，真空干燥脱除溶剂，升温至 200℃后，反应 2 小时；（4）称取配比量的固化剂 LB-308，加入到恒温的掺杂碳纳米管的环氧树脂中，充分搅拌，浇铸入预置恒温的模具中，缓慢升温，最后恒温 120℃反应 2 小时冷却后，将模具拆卸，取出电极，抛光，并加装电极帽。

实施例 6

模具固定如实施例 1。

内层的制备:

封装时,使用二氨基苯醚酮做交联剂固化环氧树脂作为电极封装材料,制备的工作电极;交联剂二氨基苯醚酮与环氧树脂摩尔比为1:20,环氧树脂分子量 300-1500;先将一定量的环氧树脂与模具分别置于 100℃的恒温环境中,将交联剂加入环氧树脂,并充分搅拌,待混合均匀后,浇铸入预置恒温的模具电极圆孔中,升温至 100℃,1.5 小时以使反应缓和均匀,并将在反应过程中可能包夹的气泡释放出来,由于是在加热情况下混合,因此混合物粘度低,不易产生气泡,恒温 150℃固化 20 小时,使固化反应完全,冷却后,取出电极,抛光;

外层的制备:

封装时,先将环氧树脂与固定好的模具置于 100℃的恒温环境中;

按配比称取物料:(1)环氧树脂 DIS:固化剂 LB-308 的质量比为 2:1;(2)碳纳米管与环氧树脂质量比为 1:300。称取一定量的碳纳米管,加入到 150ml 的丙酮溶液中,混合均匀后,然后超声处理约 15 分钟;(3)取配比量的环氧树脂 DIS 于 100℃加热 2 小时,将上述(2)中含有碳纳米离子的丙酮溶液倒入环氧树脂中,并不停搅拌,澄清后超声处理 20 分钟,真空干燥脱除溶剂,升温至 200℃后,反应 2 小时;(4)称取配比量的固化剂 LB-308,加入到恒温的掺杂碳纳米管的环氧树脂中,充分搅拌,浇铸入预置恒温的模具中,缓慢升温,最后恒温 120℃反应 2 小时冷却后,将模具拆卸,取出电极,抛光,并加装电极帽。

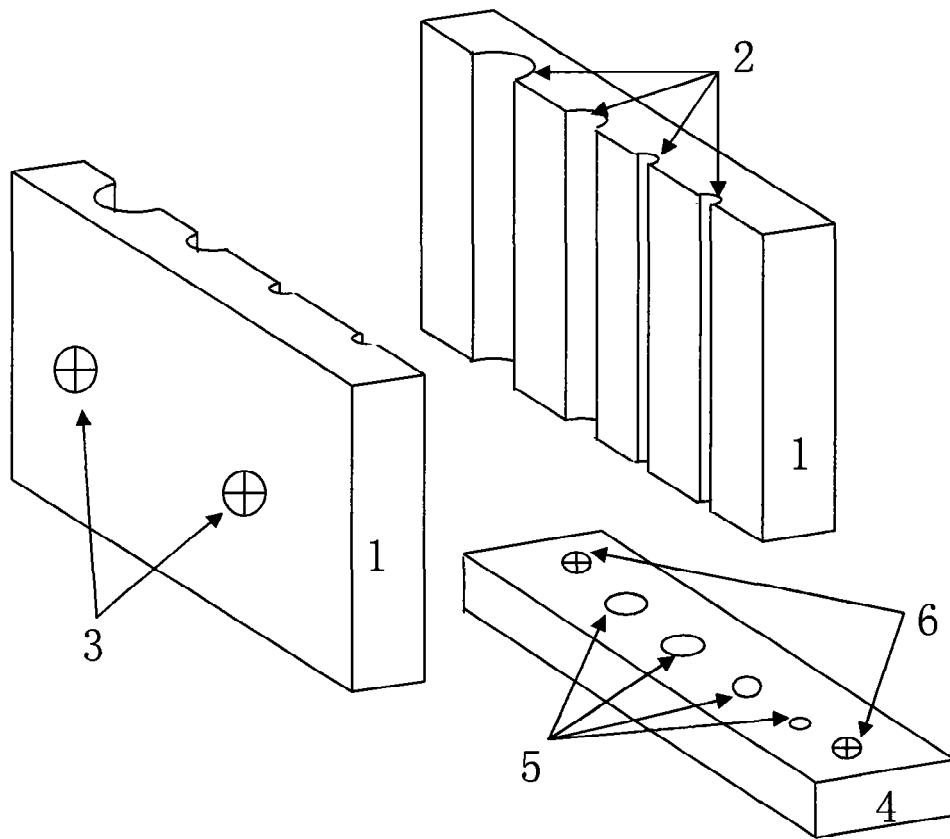


图 1

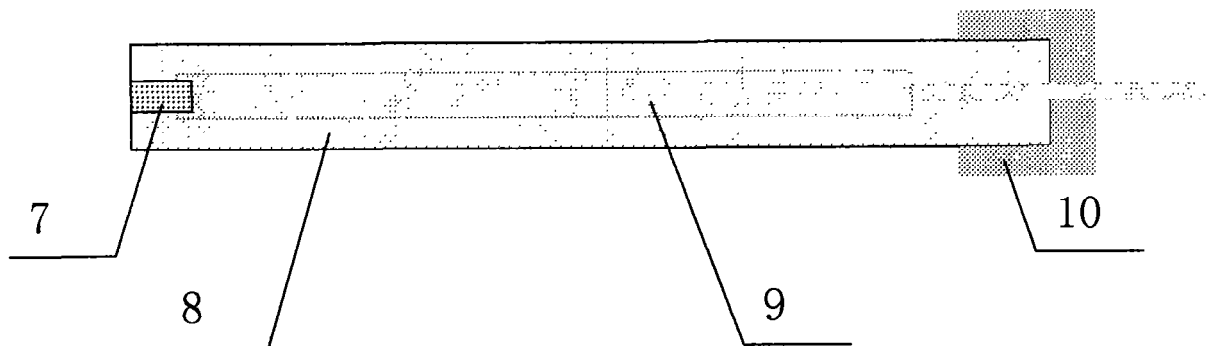


图 2