

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl⁶

G01N 27/26

[12] 实用新型专利说明书

[21] ZL 专利号 96221723.9

[45]授权公告日 1999年9月1日

[11]授权公告号 CN 2336357Y

[22]申请日 96.8.30 [24]颁证日 99.7.23
 [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 池其金 张柏林 张敬东 汪尔康

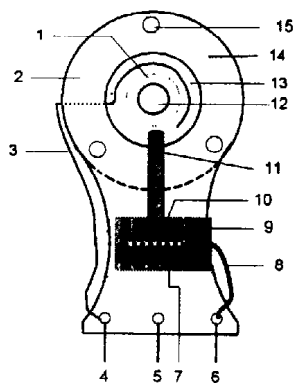
[21]申请号 96221723.9
 [74]专利代理机构 中国科学院长春专利事务所
 代理人 曹桂珍

权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图页数 1 页

[54]实用新型名称 现场电化学扫描隧道显微镜电解池

[57]摘要

本实用新型属于现场电化学扫描隧道显微镜电解池的结构设计,其工作电解槽形状依工作电极材料形状而定,槽内放置工作电极并配有 O 形垫圈,对极一端紧贴在电解槽壁上,另一端接对极、工作电极、参比电极的接线孔,参比电极室位于电解槽和接线孔之间,电解槽一端安装一段多孔陶瓷作为参比室与电解槽的隔膜,参比电极室右端配置一参比电极塞,固定工作电极底板上有固定工作电极的螺孔。



ISSN 1008-4274

权 利 要 求 书

1. 一种现场电化学扫描隧道显微镜电解池，其特征在于工作电极槽（1），其形状依工作电极材料形状而定，槽内放置工作电极并配有 O 型垫圈，用以防止电解液泄露；电解池本体（2），厚度为 5 毫米左右；对极（3），材料为铂丝，其一端绕成一个半圆圈或相应形状紧贴在电解槽（13）壁上，离工作电极仅 1 至 2 毫米，另一端接对极的接线孔（4）；工作电极接线孔（5）、参比电极接线孔（6），三电极的接线均用细螺丝固定；参比电极室（7），其形状为一倒 T 字型，位于电解槽（13）和电极接线孔（4）（5）及（6）之间，靠近电解槽（13）一端安装一段多孔陶瓷（11）与工作电极孔（12）相距 1 至 2 毫米，多孔陶瓷（11）作为参比室（7）与电解槽（13）的隔膜，电解槽（13）深度为 2 毫米左右，参比电极室（7）的右端配置一参比电极密封塞（9）；Ag/AgCl 参比电极（8），置于参比电极室（7）内，其一端穿过电极密封塞（9）与接线孔（6）相连；参比液（10），用饱和 KCl 溶液；工作电极孔（12），直径为 3-5 毫米；固定工作电极的底板（14）上有固定工作电极的螺孔（15）。

2. 如权利要求 1 所述的电解池，其特征在于所述电解池的本体（2）材料为半透明的聚三氟乙烯。

3. 如权利要求 1 所述的电解池，其特征在于所述电解池的固定工作电极底板（14）材料为不锈钢片，厚度为 1 至 1.4 毫米。

说明书

现场电化学扫描隧道显微镜电解池

本实用新型属于现场电化学扫描隧道显微镜电解池的结构设计。

电化学扫描隧道显微镜(以下简称ECSTM)是将普通扫描隧道显微镜(以下简称STM)和电化学系统相结合的产物。ECSTM电解池是电化学反应和STM观测固/液界面的场所,因而成为ECSTM实验能否成功的关键部分之一。

理想的ECSTM电解池应是,能与STM工作台结构匹配;电化学三电极系统布局合理;STM进针容易,使用操作方便;参比电极稳定可靠,可同时准确地控制工作电极和STM探针电位并不对溶液造成污染。以往有关ECSTM的研究报道中,电解池结构不尽合理,大多以金属丝如Ag丝、Au丝、Cu丝和Ni丝等作参比电极,电位控制不准确和缺乏可比性。如The User's Guide of Electrochemistry on the TMX2000, Chapter 3, p17-18公开的作为美国TopoMETRIX公司生产的STM仪的附件的ECSTM电解池。该电解池本体为长方形方块,在方块上挖一个直通式的圆槽兼作电解槽和安放工作电极,参比电极为普通金属丝。其缺点是圆槽太深太大,以致STM进针困难,同时需要大面积单晶材料为工作电极,难以满足;以普通的金属丝如Ag丝、Cu丝等作参比电极,电位控制不准确并可能因参比电极的溶解而造成溶液污染。文献J. Vac. Sci. Technol. A8, 515-519(1990)和J. Vac. Sci. Technol. A 9, 457-464(1991)给出一种T字形结构的电解池,其中T字形的竖直部分呈长方形作电解槽,底板用金片或铂片,工作电极通过点焊与底板相连,T字形的横部一端安装对极,参比电极通过盐桥与横部另一端相连。使用时将T字形的竖直部分推进STM工作台,其余部分留在外面,操作时临时组装参比电极,通常用氢标准电极。其缺点是,对极和参比电极远离工作电极,不符合电化学要求;需要临时组装参比电极操作极不便;电解槽偏深造成STM进针难度大。

本实用新型的目的是设计一种电化学三电极系统布局合理,STM进针容易,对极和参比电极与电解池集成一体,以标准Ag/AgCl作参比电极能同时准确控制STM探针和工作电极电位的ECSTM电解池。

本实用新型的具体实施方案结合附图说明如下。

说 明 书

附图 1 是 ECSTM 电解池的结构示意图。图中工作电极槽 (1), 其形状依工作电极材料形状而定, 槽内放置工作电极并配有 O 型垫圈, 用以防止电解液泄露; 电解池本体 (2), 厚度为 5 毫米左右; 材料为半透明的聚三氟乙烯, 对极 (3), 材料为铂丝, 其一端绕成一个半圆圈或相应形状紧贴在电解槽 (13) 壁上, 离工作电极仅 1 至 2 毫米, 另一端接对极的接线孔 (4); 工作电极接线孔 (5)、参比电极接线孔 (6), 三电极的接线均用细螺丝固定; 参比电极室 (7), 其形状为一倒 T 字型, 位于电解槽 (13) 和电极接线孔 (4) (5) 及 (6) 之间, 靠近电解槽 (13) 一端安装一段多孔陶瓷 (11) 与工作电极孔 (12) 相距 1 至 2 毫米, 多孔陶瓷 (11) 作为参比室 (7) 与电解槽 (13) 的隔膜, 电解槽 (13) 深度为 2 毫米左右, 参比电极室 (7) 的右端配置一参比电极密封塞 (9); Ag/AgCl 参比电极 (8), 置于参比电极室 (7) 内, 其一端穿过电极密封塞 (9) 与接线孔 (6) 相连; 参比液 (10), 用饱和 KCl 溶液; 工作电极孔 (12), 直径为 3-5 毫米; 固定工作电极的底板 (14) 材料为不锈钢片, 厚度为 1 至 1.4 毫米; 底板上固定工作电极的螺孔 (15)。

在具体使用过程中, 先在工作电极槽 (1) 放上 O 型垫圈然后安置工作电极, 接着通过螺丝将底板 (14) 与电解池本体 (2) 牢固密合, 往电解槽 (13) 注入电解液, 最后将电解池安装到 STM 工作台即可进行 ECSTM 实验。本实用新型所设计的电解池, 可应用于金属沉积、金属腐蚀、电聚合、表面吸附和生物大分子观测等现场 ECSTM 研究。其特点为: 1) 电解池本体 (2) 的厚度典型地为 5 毫米, 电解槽 (13) 的深度仅 2 毫米左右, 因而 STM 进针非常容易。2) 三电极布局合理, 完全满足电化学实验要求。3) 对极和参比电极与电解池集为一体, 不必临时组装, 使用方便。4) 由于使用标准的 Ag/AgCl 作参比电极, 工作电极和 STM 探针电位均能严格稳定地被控制, 准确可靠; 同时结果可与电化学文献报道的电位直接比较, 并且不会引入由参比电极溶解物如 Cu 丝作参比时的溶解之类的杂质离子, 减少不必要的污染。5) 由于选择较致密的多孔陶瓷作隔膜, 可控制参比室内的 KCl 渗漏在 $1\ \mu\text{l}/\text{月}$ 以内, 一次注入参比液可使用 10 个月到一年, 消除了因氯离子的泄漏所引起的背景电流和噪音信号增大或工作电极被污染。6) 工作电极为脱卸式, 可随时根据需要更换电极材料。

说 明 书

本实用新型所设计的电解池不但适用于ECSTM实验,亦可作为普通电化学小体积测量使用。扫描电镜和光谱表征通常要求工作电极为薄片式,因此可以用此电解池对工作电极进行微量样品的电化学修饰,然后进行所需的结构表征。

说明书附图

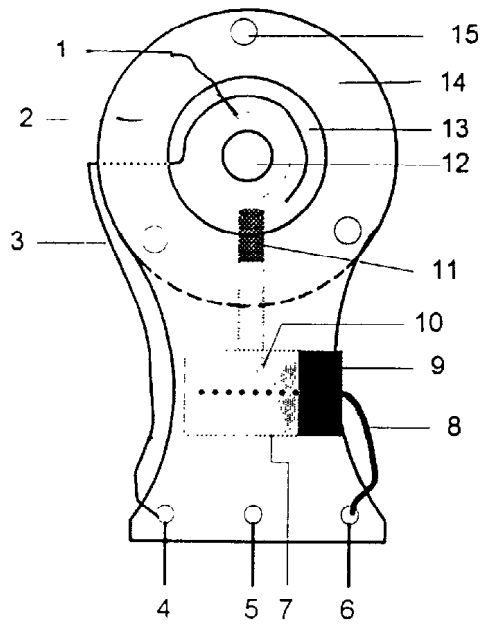


图 1