

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl⁶

G01N 27/28

G01N 23/20

[12] 实用新型专利说明书

[21] ZL 专利号 97219922.5

[45]授权公告日 1999年4月7日

[11]授权公告号 CN 2313225Y

[22]申请日 97.7.25 [24]颁证日 99.1.23

[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 马树华 景遐斌 王佛松

[21]申请号 97219922.5

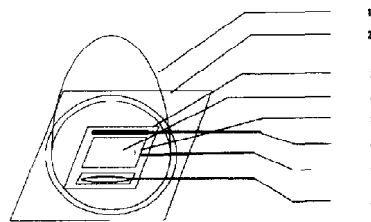
[74]专利代理机构 中国科学院长春专利事务所
代理人 曹桂珍

权利要求书 1 页 说明书 2 页 附图页数 1 页

[54]实用新型名称 现场 X 射线衍射电解槽

[57]摘要

本实用新型属于现场 X 射线衍射电解槽的设计。本实用新型采用一半球状玻璃薄膜作为 X 射线衍射窗口及密闭材料,置放于玻璃样品托片上,玻璃托片上腐蚀有深 0.2cm 的长方形凹槽,凹槽内以半浸没式依次排列放置着参比电极,工作电极及辅助电极,以注射器注入电解液,用石蜡或环氧树脂等密封。本实用新型设计的实验装置,对入射 X 射线的吸收小;窗口采用半球状,任何方向的人射线都位于法线方向,对入射 X 射线的散射小;基底背景噪音小;测定的谱线强度较大,分辨率较高,是一种比较理想的实验装置。



ISSN 1008-4274

专利文献出版社出版

权 利 要 求 书

1. 一种现场 X 射线衍射电解槽, 其特征在于玻璃膜 (1) 是半球状薄层膜, 置放于玻璃样品托片 (2) 上, 其接触部位用石蜡或环氧树脂等密封, 玻璃托片 (2) 上腐蚀有深 0. 2cm 的长方形凹槽 (3), 凹槽内以半浸没式依次排列放置着参比电极 (6), 以电极活性物质 (4) 或金属锂紧压在金属集流网 (5) 上而制得的工作电极 (7) 及辅助电极 (8) 。

说 明 书

现场X射线衍射电解槽

本实用新型属于现场X射线衍射电解槽的设计。

将电化学方法与X射线衍射、红外光谱等一些表征技术结合起来,用于电化学反应过程的实时观测与研究是本世纪六十年代发展起来的一种技术,通常被称为现场电化学技术。将X射线衍射技术与电化学方法结合起来可以用于实时地研究具有晶质结构的物种的电化学反应过程,称为现场X射线衍射电化学。

室温、大气环境下的电极体系的现场X射线衍射电化学比较容易实施,只需要设计一种特殊的能够接收全角度的X射线的电解槽即可进行实验。而对大气、环境敏感的电极体系,则需要保持体系的密闭。通常采用聚酯薄膜等非晶材料作为窗口材料,平展地盖在待测体系上以制造所要求的空气隔绝体系。如[G. Nazri and R. H. Muller, *J. Electrochem. Soc.*, 132(6), 1985, 1385]中所使用的现场X射线衍射电化学池就是一种典型的代表。这种实验装置由于采用非晶材料平铺式放置,X射线被散射、吸收较大,使得所测定的响应谱线峰较弱、分辨率不高;窗口材料采用聚乙烯膜、聚酯树脂膜(Mylar)等,在特定的 2θ 角区域内的非晶峰较强,易对被测量的电极的X射线衍射响应造成掩盖;电解槽由槽体样品盒,电解液进样、移出注射器,O形密封环,加固板等组成,结构复杂、精密、造价较高,不具有通用性;并且电解池的装配繁难、复杂,不易操作,而且需要调节工作电极样品靶的高度及水平性,保持X光源,样品靶,检测器三者之间在一定的距离及角度上,以得到最强的衍射响应信号。上述这些缺陷使得现场X射线衍射电化学方法这一有效的实验技术目前还没有成为电化学实验室中所普遍采用的一种常规研究手段。

本实用新型的目的是克服上述方法所存在的问题,设计一种窗口为一薄而均匀的半球壳状玻璃膜的电解槽,用于密闭、隔绝空气体系的现场X射线衍射电化学研究。

本实用新型所设计的现场X射线衍射研究用的电解槽(电解池)是基于具有固定靶的粉末X射线衍射仪的,即装有工作电极样品靶的电解槽固定不动,而以入射X射线光源和衍射X光线检测器的扫描运动来进行实验的装置。

电解池的具体构造如图1所示。附图1是现场X射线衍射电解槽示意图。

(1) 玻璃膜 (2) 样品托片 (3) 长方形凹槽 (4) 电极活性物质 (5) 集流网 (6) 参比电极 (7) 工作电极 (8) 辅助电极

本实用新型的实施方案结合附图描述如下:

图中玻璃膜(1)是半球状薄层膜,置放于玻璃样品托片(2)上,其接触部位用石蜡或环氧树脂等密封,玻璃托片(2)上腐蚀有深0.2cm的长方形凹槽(3),凹槽内以半浸没式依次排列放置着参比电极(6),以电极活性物质(4)或金属锂紧压在金属集流网(5)上而制得的工作电极(7)及辅助电极(8)。电解液以注射器注入,用石蜡或环氧树脂等密封后即可进行实验。

本实用新型设计的窗口半球膜可制得非常薄,对入射X射线的吸收小;窗口采用半球状,任何方向的入射线都位于法线方向,对入射X射线的散射小;基底背景噪音小,几乎不会对任何 2θ 角度区域的电极响应峰造成掩盖;测定的谱线强度较大,分辨率较高,不失为一种理想的实验装置。

本实用新型设计的实验装置可以满足对电极体系进行高分辨率的、实时的现场X射线衍射电化学测量的需要,而且结构简单、容易制备,解决了以往的进行现场X射线衍射实验费时、费力,而且实验结果的分辨率不高、谱线峰衰减较大的缺点。

说明书附图

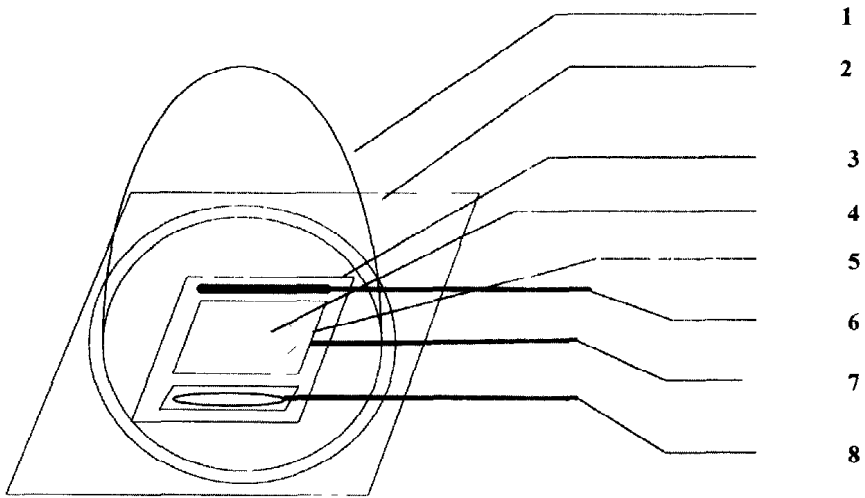


图 1