

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl⁷

C03C 27/02

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 98125652.X

[43]公开日 2000年6月28日

[11]公开号 CN 1257843A

[22]申请日 1998.12.24 [21]申请号 98125652.X
[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159号
[72]发明人 刘殿骏 王振新 董绍俊

[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0页

[54]发明名称 用普通玻璃封接金属金制备金电极

[57]摘要

本发明属于用普通玻璃真空法制备金电极。采用普通玻璃,在氢氧火焰中熔融玻璃,玻璃管内部真空减压,由于大气压作用使玻璃紧密包裹住金丝。金丝封接好后,玻璃管内留出的金丝用导电胶与金属导线连接,包壁玻璃管端头通过研磨露出盘状金电极。该电极外观具有很好的金属光泽,说明玻璃与金丝密封良好。经电化学性能测试,比没有采用真空技术制作的玻璃包壁金电极,可减小充电电流一个数量级以上。

ISSN 1008-4274

知识产权出版社出版

权 利 要 求 书

1、一种采用普通玻璃真空法制备金电极的方法，其特征在于将普通玻璃管清洗、烘干、截段；将玻璃管的一端用火焰热封，另一端放入表面处理好的金丝并连接到真空系统，减压至 $\leq 10^{-2}$ 托；在氢氧火焰中徐徐加热放入金丝一端玻璃管，同时不断转动玻璃管；使玻璃管收缩紧紧包裹住金丝；慢慢将玻璃管退火至室温，制得玻璃管包壁完好金电极。

说明书

用普通玻璃封接金属金制备金电极

本发明属于用普通玻璃真空法制备金电极。

金电极的制备对电化学研究工作者是经常性的和非常实用的技术。金电极的应用范围非常广泛，特别近年来在自组装膜体系、膜修饰电极和生物电化学传感器等研究方面更经常用到金电极。制备一个好的金电极并不是一件容易的事。一个好的金电极金属与包壁应该严密封接，防止溶液中离子的渗漏，即充电电流很小等条件。目前大部分是使用进口的聚三氟乙烯材料制造的金电极，每只售价近百美元，价格昂贵。玻璃材料由于价格便宜易于得到，耐酸碱和有机溶剂腐蚀等优点得到人们的重视。但由于金具有很高的热膨胀系数 ($\Delta L/L=142 \times 10^{-7} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$)，需要高热膨胀系数的玻璃，即软质玻璃 (大于 $60 \times 10^{-7} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$) 与之匹配。1992 年在美国电化学会志 J. Electrochem. Soc., Vol. 139, L65 上，Frank Malem 和 Deniel Mandler 利用热膨胀系数为 120×10^{-7} 的玻璃粉填料，采用程序升温 and 程序退火的方法制作金电极。软质玻璃不但加工，退火等工艺复杂难于操作，成品率低，而且软质玻璃的热稳定性较差，这样制作的金电极长时间使用很容易发生渗漏。所以目前在国际上利用玻璃材料制作金电极仍是一个没有解决的难题。

本发明的目的是利用普通玻璃管，采用真空封接技术制作电化学性能良好的金电极。

本发明采用了真空封接技术。取材于市场上能买到的普通玻璃管，管壁经清洗烘干，裁成大约 20cm 长。先将玻璃管的一端在氢氧火焰中热封，玻璃管另一端放入表面处理好的、长度约一厘米的金丝，连接到真空系统，减压至 $\leq 10^{-2}$ 托。在氢氧火焰中徐徐加热已放进金线的玻璃管一端使其溶化变软，由于玻璃管内部的真空，外部大气压力使玻璃管收缩紧密包裹住金丝，然后慢慢退火至室温。金丝封接好后，玻璃管内留出的金丝用导电胶与金属导线连接，包壁玻璃管端头通过研磨露出盘状金电极。

本发明制作的金电极外观具有很好的金属光泽，说明玻璃与金丝密封良好。在 $1\text{M}\text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液中，电化学循环伏安扫描，得到良好的循环伏安图。还原峰电位位于 0.927V，氧化还原过程基线非常平滑，氧化峰与基线近似呈 90° 夹角。而没有采用本发明，用玻璃封接的金电极，在同样体系的溶液中，电化学循环伏安扫描，氧化还原过程基线倾斜严重。经测得本发明方法制作的金电极，可减少充电电

流一个数量级以上。

本发明提供的实施实例如下：

实例 1：选用沈阳玻璃研究院生产的 11 号硬质玻璃管，热膨胀系数约为 $40 \pm 5 \times 10^{-7} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ ，先将玻璃管洗净烘干，裁成 20cm 长，将玻璃管一端在氢氧火焰中热封。然后从玻璃管另一端放入表面处理好的金丝，连接到真空泵系统，减压至 10^{-2} 托。在氢氧火焰中徐徐加热放入金丝一端玻璃管，使玻璃管熔化紧紧包裹住金丝，退火至室温。用这种方法制作的金电极，在 $1\text{M}\text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液中，电化学循环伏安扫描，扫描速度 100mV/S 下，电极面积约 0.78cm^2 ，测得充电电流为 $4 \times 10^{-7} \mu\text{A}$ 。没有采用真空技术制作的金电极，在同样体系条件下，测得充电电流为 $5.0 \times 10^{-6} \mu\text{A}$ 。

实例 2：选用陕西宝鸡玻璃厂生产的 DB405 号玻璃管，热膨胀系数约为 $89 \pm 2 \times 10^{-7} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ ，先将玻璃管洗净烘干，裁成 20cm 长，将玻璃管一端在氢氧火焰中热封。然后从玻璃管另一端放入表面处理好的金丝，连接到真空泵系统，减压至 10^{-2} 托。在氢氧火焰中徐徐加热放入金丝一端玻璃管，使玻璃管熔化紧紧包裹住金丝，退火至室温。用这种方法制作的金电极，在 $1\text{M}\text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液中，电化学伏安扫描，扫描速度 100mV/s ，电极面积 0.78cm^2 ，测得充电电流为 $3.5 \times 10^{-7} \mu\text{A}$ 。