(19)中华人民共和国国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104764780 B
(45)授权公告日 2018.02.06

(21)申请号 201510198573.4

(22)申请日 2015.04.23

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 104764780 A

(43)申请公布日 2015.07.08

(73)专利权人 合肥工业大学
地址 230009 安徽省合肥市包河区屯溪路193号

(72)发明人 辛森 杜雪丽 从怀萍 孔祥华

(74)专利代理机构 安徽省合肥新安专利代理有限责任公司 34101
代理人 何梅生

(51)Int.Cl.
G01N 27/28(2006.01)
G01N 21/35(2014.01)
G01N 21/65(2006.01)
G01N 23/20(2006.01)

(56)对比文件
CN 102706935 A,2012.10.03,
CN 104597064 A,2015.05.06,
CN 2751297 Y,2006.01.11,
CN 103149192 A,2013.06.12,
CN 101650329 A,2010.02.17,
CN 103196963 A,2013.07.10,
CN 1080996 A,1994.01.19,
US 8344323 B1,2013.01.01,
CN 201359591 Y,2009.12.09,

审查员 吴爱坪

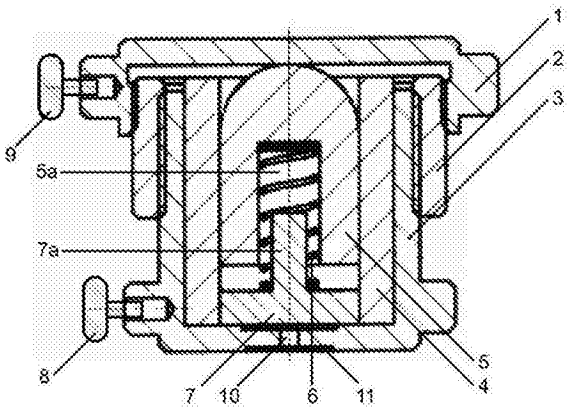
权利要求书2页 说明书8页 附图3页

(54)发明名称

一种原位光谱分析用电池及其使用方法和应用

(57)摘要

本发明涉及电池领域，具体涉及一种原位光谱分析用电池及其使用方法和应用，电池包括顶盖、密封套管、壳体、壳体内衬管、导电压柱、导电弹簧、导电压片、工作和参比电极极柱，其组装步骤为：将壳体内衬管插入至壳体底部；将工作电极、电池隔膜、参比电极依次放入内衬管中，使工作电极位于壳体底部观察窗口对侧；将导电压片、导电弹簧和导电压柱依次放入内衬管中，并使导电压片紧压于参比电极上；将壳体外侧与密封套管内侧，以及密封套管外侧与顶盖内侧均通过螺纹相接；旋紧全部螺纹连接件完成电池的密封；通过螺纹使工作和参比电极极柱分别与壳体和顶盖相接。借助本发明，可方便地在充放电过程中对电极表面进行各类原位光谱学分析研究。



CN 104764780 B

1.一种原位光谱分析用电池，其特征在于：所述电池是在一壳体(3)内安装有壳体内衬管(4)，在所述壳体内衬管(4)内安装有导电压紧结构，在壳体(3)上安装有顶盖(1)，所述壳体(3)和所述顶盖(1)之间通过密封套管(2)密封；

在所述壳体(3)和所述顶盖(1)上分别固定有工作电极极柱(8)和参比电极极柱(9)；

在所述壳体(3)底部开有一通孔(10)，在所述通孔(10)上、位于所述壳体(3)的外侧覆盖有透明密封材料(11)，所述通孔(10)和所述透明密封材料(11)形成观察窗口；

所述导电压紧结构是由导电压片(7)、导电弹簧(6)及导电压柱(5)依次套接构成；

在所述导电压柱(5)底部设有一圆柱形凹槽(5a)，在所述导电压片(7)顶部设有一圆柱形凸台(7a)，所述圆柱形凸台(7a)的高度不大于所述圆柱形凹槽(5a)的深度；所述导电弹簧(6)的长度大于所述圆柱形凹槽(5a)的深度，所述导电弹簧(6)的外径小于所述圆柱形凹槽(5a)的内径，且内径大于所述圆柱形凸台(7a)的外径；所述导电压片(7)、导电弹簧(6)及导电压柱(5)依次套接构成所述导电压紧结构；

所述顶盖(1)、所述密封套管(2)及所述壳体(3)之间均通过螺纹配合；

所述透明密封材料的选择根据所使用的光谱学表征仪器来确定；所述透明密封材料选自超薄石英片、超薄刚玉片、超薄玻璃片、超薄铍片、ITO导电玻璃或聚酰亚胺薄膜；通过更换观察窗口的透明密封材料，使所述原位光谱分析用电池搭配不同的光谱学仪器开展各种原位光谱学测试。

2.根据权利要求1所述的原位光谱分析用电池，其特征在于：所述密封套管(2)和所述壳体内衬管(4)由绝缘材料制成；所述顶盖(1)、所述壳体(3)、所述导电压柱(5)、所述导电弹簧(6)、所述导电压片(7)、所述工作电极极柱(8)和所述参比电极极柱(9)均由导电材料制成。

3.根据权利要求1所述的原位光谱分析用电池，其特征在于：所述顶盖(1)内径与所述密封套管(2)外径相等，所述密封套管(2)内径与所述壳体(3)外径相等，所述壳体(3)内径与所述壳体内衬管(4)外径相等，所述壳体内衬管(4)内径与所述导电压柱(5)外径相等。

4.根据权利要求1或2所述的原位光谱分析用电池，其特征在于：在所述顶盖(1)和所述壳体(3)上分别设置有用于通过螺纹配合固定参比电极极柱(9)和工作电极极柱(8)的螺纹孔。

5.一种权利要求1～4中任意一项所述原位光谱分析用电池的使用方法，其特征在于包括以下步骤：

a、将壳体内衬管(4)插入至壳体(3)底部；

b、将工作电极(12)与电池隔膜(13)依次放入壳体内衬管(4)中，且使工作电极与通孔(10)相对；

c、将透明密封材料(11)从壳体(3)的外侧覆盖于通孔(10)上，并以密封剂将密封材料(11)的周缘与壳体(3)底部外表面紧密粘接，形成观察窗口；

d、向壳体内衬管(4)中注入电解液(15)，使其充分浸润电池隔膜(13)并润湿工作电极(12)表面；

e、将参比电极(14)放入壳体内衬管(4)中，使其覆于电池隔膜(13)上，并使电解液(13)润湿参比电极表面；

f、将导电压片(7)、导电弹簧(6)和导电压柱(5)依次放入壳体内衬管(4)中，形成导电

压紧机构，并使导电压片(7)紧压于参比电极(14)上；

g、将壳体(3)外侧通过螺纹与密封套管(2)内侧相接，并旋紧密封；

h、将密封套管(2)外侧通过螺纹与顶盖(1)内侧相接，并旋紧密封；

i、将工作电极极柱(8)和参比电极极柱(9)分别通过螺纹与壳体(3)和顶盖(1)上的螺纹孔连接；

j、将连接完成的电池平放于光谱学表征仪器的样品台上，使光源对准观察窗口上的通孔(10)，通过调节光源焦距，使光线穿过观察窗口聚焦到工作电极表面；

k、将工作电极极柱(8)和参比电极极柱(9)分别与电化学测试装置的对应电极引线相接，设置好相关参数后，进行电化学和光谱信号的采集；

所述光谱学表征仪器选自拉曼光谱仪、红外光谱仪、紫外-可见光谱仪、荧光光谱仪、X射线衍射光谱仪或X射线光电子能谱仪；所述电化学测试装置选自电化学工作站、恒电位仪或电池充放电测试系统。

6.根据权利要求5所述的使用方法，其特征在于：所述电解液的加入量V’根据壳体内衬管中电池隔膜的体积V确定，V’＝0.5～2V。

7.一种权利要求1～4中任意一项所述的原位光谱分析用电池在原位光谱学分析中的应用，其特征在于：所述原位光谱学分析包括原位拉曼光谱分析、原位红外光谱分析、原位紫外-可见光谱分析、原位荧光光谱分析、原位X射线衍射光谱分析以及原位X射线光电子能谱分析。

一种原位光谱分析用电池及其使用方法和应用

技术领域

[0001] 本发明涉及电池领域，具体涉及一种原位光谱分析用电池。

背景技术

[0002] 随着现代工业对能源需求的不断提高，以锂离子电池、锂-硫电池、钠离子电池为代表的先进电化学储能器件，因其在能量密度和经济成本方面的显著优势，已成为数码电子、电动汽车、智能电网等领域内的关键核心技术。尽管这些电化学储能体系已在初步应用中展现出良好的前景，但对这些电池的电化学反应过程，目前研究仍处于起步阶段。为深入了解电池的电化学反应过程，解明电池的充放电反应机制，揭示影响电极过程的各类动力学和热力学因素，需要在电池充放电过程中对其进行原位分析。包括原位拉曼光谱、原位红外光谱、原位紫外-可见光谱、原位X射线衍射光谱及原位X射线光电子能谱等在内的各类原位光谱学分析方法，可实时表征电池充放电过程中电极材料的元素、结构及物相变化，避免静态和准静态测量对实验结果造成的偏差，并为电化学反应过程的研究提供可靠的理论与实验依据。然而，对电池的电化学反应过程开展原位光谱学研究，需要具有特殊结构的电池装置，而目前已有的专利技术大多存在装置结构复杂，造价昂贵等缺点，对其应用推广形成障碍。同时，现有专利技术大部分为针对某一特定种类光谱分析(比如X射线衍射光谱)时所用的原位电池装置，这些装置一般无法适用于其他类型的原位光谱分析检测，因而缺乏通用性。

[0003] 中国专利(CN100373168C、CN102435625A、CN203434214U)中公开的电池装置尽管可以进行原位X射线衍射光谱的测量，但是电极部分未设置压紧装置，因此压密性存在缺陷，继而可能影响电极材料在充放电过程中与集流体表面的电接触，不利于电池的长期稳定循环。中国专利CN104393223A中公开了一种X射线衍射仪原位电池附件，可对锂离子电池进行原位X射线衍射光谱表征，为增强电池的密封性，该装置采用多个密封圈进行密封，但这也增加了装置结构和电池装配工艺的复杂性，不利于其实际应用。中国专利CN103399000A中公开了一种可用于拉曼光谱原位表征的电解池装置，其工作和参比电极均伸出电极装置外，从而使装置仅能与特定型号的拉曼光谱配合使用，同时组成部件过多，增加了结构和装配过程的复杂性。最后，上述电池装置均只能用于单一种类的光谱学检测分析，缺乏通用性。因此，发明一款结构与装配简单，成本低廉，密封性好的通用原位光谱分析用电池装置，具有重要的意义。

发明内容

[0004] 为解决现有技术中存在的问题，本发明的目的是提供一种结构简单、成本低廉、密封性好且通用性强的原位光谱分析用电池，用于电池充放电过程中的各类原位光谱检测。

[0005] 为实现上述目的，本发明采用以下技术方案：

[0006] 本发明原位光谱分析用电池，其特点在于：所述电池是在一壳体内安装有壳体内衬管，在所述壳体内衬管内安装有导电压紧结构，在壳体上安装有顶盖，所述壳体和所述顶

盖之间通过密封套管密封；

[0007] 在所述壳体和所述顶盖上分别固定有工作电极极柱和参比电极极柱；

[0008] 在所述壳体底端开有一通孔，在所述通孔上、位于所述壳体的外侧覆盖有透明密封材料，所述通孔和所述透明密封材料形成观察窗口；所述通孔直径为0.5～5mm，并优选1～3mm；所述透明密封材料可选自超薄石英片、超薄刚玉片、超薄玻璃片、超薄铍片、ITO导电玻璃或聚酰亚胺薄膜；所述透明密封材料可以为任意形状，但优选正方形或圆形，其尺寸大小应足以覆盖通孔，其厚度为50～2000μm，并优选100～500μm。

[0009] 所述导电压紧结构是由导电压片、导电弹簧及导电压柱依次套接构成。

[0010] 本发明原位光谱分析用电池，其特点也在于：在所述导电压柱底部设有一圆柱形凹槽，在所述导电压片顶部设有一圆柱形凸台，所述圆柱形凸台的高度不大于所述圆柱形凹槽的深度；所述导电弹簧的长度大于所述圆柱形凹槽的深度，所述导电弹簧的外径小于所述圆柱形凹槽的内径，且内径大于所述圆柱形凸台的外径；以所述导电压片、导电弹簧及导电压柱依次套接构成所述导电压紧结构。

[0011] 所述密封套管和所述壳体内衬管由绝缘材料制成；所述绝缘材料为高分子材料。所述高分子材料可选自聚四氟乙烯、酚醛树脂、环氧树脂、聚甲醛、聚乙烯、聚氯乙烯、聚丙烯、聚醚醚酮、聚砜、聚酰亚胺、聚偏二氟乙烯、聚对苯二甲酸乙二酯、聚苯醚、聚苯硫醚、氯化聚氯乙烯、聚丙烯腈、聚对苯二甲酸丁二醇酯、聚碳酸酯、聚酰胺酰亚胺、聚氨酯、聚对苯二酰对苯二胺中的一种或其组合物，并优选聚四氟乙烯、酚醛树脂、环氧树脂、聚丙烯腈、聚酰亚胺中的一种或其组合物。

[0012] 所述顶盖、所述壳体、所述导电压柱、所述导电弹簧、所述导电压片、所述工作电极极柱和所述参比电极极柱由导电材料制成。所述导电材料可选自不锈钢、铁、铜、铝、钛、镍等金属材料或由这些金属材料形成的合金，并优选不锈钢、钛、镍。

[0013] 所述顶盖、所述密封套管及所述壳体之间通过螺纹配合。顶盖内侧、密封套管内侧和外侧，以及壳体外侧上均设有螺纹，这样就可以通过螺纹接合的方式彼此连接。

[0014] 所述顶盖内径与所述密封套管外径相等，所述密封套管内径与所述壳体外径相等，所述壳体内径与所述壳体内衬管外径相等，所述壳体内衬管内径与所述导电压柱外径相等。

[0015] 在所述顶盖和所述壳体上分别设置有用于通过螺纹配合固定参比电极极柱和工作电极极柱的螺纹孔。

[0016] 本发明的另一个目的是提供上述原位光谱分析用电池的使用方法，其特征在于，该方法包括以下步骤：

[0017] a、将壳体内衬管插入至壳体底部；

[0018] b、将工作电极与电池隔膜依次放入壳体内衬管中，且使工作电极与通孔相对；

[0019] c、将透明密封材料从壳体的外侧覆盖于通孔上，并以密封剂将密封材料的周缘与壳体外表面紧密粘接，形成观察窗口；

[0020] d、向壳体内衬管中注入电解液，电解液的加入量根据壳体内衬管内径和电池隔膜厚度确定，以使其充分浸润隔膜并润湿工作电极表面；

[0021] e、将参比电极放入壳体内衬管中，使其覆于电池隔膜上，并使电解液润湿参比电极表面；

[0022] f、将导电压片、导电弹簧和导电压柱依次放入壳体内衬管中，形成导电压紧机构，并使导电压片紧压于参比电极上；

[0023] g、将壳体外侧通过螺纹与密封套管内侧相接，并旋紧密封；

[0024] h、将密封套管外侧通过螺纹与顶盖内侧相接，并旋紧密封；

[0025] i、将工作电极极柱和参比电极极柱分别通过螺纹与壳体和顶盖上的螺纹孔连接；

[0026] j、将连接完成的电池平放于光谱学表征仪器的样品台上，使光源对准观察窗口上的通孔，通过调节光源焦距，使光线穿过观察窗口聚焦到工作电极表面；

[0027] k、将工作电极极柱和参比电极极柱分别与电化学测试装置的对应电极引线相接，设置好相关参数后，进行电化学和光谱信号的采集。

[0028] 所述工作电极、隔膜和参比电极的外径优选与壳体内衬管内径相等。

[0029] 所述工作电极和参比电极可选自铅酸电池、镍镉电池、镍氢电池、全钒氧化还原液流电池、金属锂二次电池(如锂-空气电池，锂-硫电池，锂-硒电池等)、锂离子电池、钠离子电池、金属钠二次电池(如钠-硫电池，钠-硒电池等)、镁离子电池、金属镁二次电池(如镁-硫电池等)、金属锌二次电池、二次锌锰电池等二次电池体系的正极或负极，以及锌-空气电池、碱性锌锰电池、锌银电池、锂锰电池等一次电池体系的正极或负极。

[0030] 所述电池隔膜可以是聚合物微孔隔膜，如聚乙烯微孔隔膜、聚丙烯微孔隔膜、聚酰亚胺微孔隔膜，或其复合物(如聚丙烯/聚乙烯微孔隔膜)，也可以是无纺布隔膜，如玻璃纤维无纺布隔膜、合成纤维无纺布隔膜、陶瓷纤维纸隔膜、或其复合物隔膜；所述电池隔膜优选聚乙烯微孔隔膜、聚丙烯微孔隔膜、聚丙烯/聚乙烯微孔隔膜和玻璃纤维无纺布隔膜。

[0031] 所述密封剂可选自真空硅脂、凡士林或密封胶，优选真空硅脂。

[0032] 所述透明密封材料的选择根据所使用的光谱学表征仪器来确定。

[0033] 所述电解液可选自铅酸电池、镍镉电池、镍氢电池、全钒氧化还原液流电池、金属锂二次电池(如锂-空气电池，锂-硫电池，锂-硒电池等)、锂离子电池、钠离子电池、金属钠二次电池(如钠-硫电池，钠-硒电池等)、镁离子电池、金属镁二次电池(如镁-硫电池等)、金属锌二次电池、二次锌锰电池等二次电池体系，以及锌-空气电池、碱性锌锰电池、锌银电池、锂锰电池等一次电池体系的常用电解液。

[0034] 所述电解液的加入量V’根据壳体内衬管中电池隔膜的体积V确定，并优选V’＝0.5～2V。

[0035] 所述光谱学表征仪器可选自拉曼光谱仪、红外光谱仪、紫外-可见光谱仪、荧光光谱仪、X射线衍射光谱仪或X射线光电子能谱仪。

[0036] 所述电化学测试装置可选自电化学工作站、恒电位仪或电池充放电测试系统。

[0037] 本发明的又一个目的是提供原位光谱分析用电池在原位光谱学分析中的应用，其特点在于：所述原位光谱学分析包括原位拉曼光谱分析、原位红外光谱分析、原位紫外-可见光谱分析、原位荧光光谱分析、原位X射线衍射光谱分析以及原位X射线光电子能谱分析。

[0038] 与现有技术相比，本发明提供的原位光谱分析用电池具有以下有益效果：

[0039] 1、结构和装配简单，成本低廉：与现有技术相比，本发明原位光谱分析用电池组成部件较少，关键组成部件成本低廉，便于生产加工；电池部件装配时主要采用螺纹连接，装配过程简单，便于技术推广应用；

[0040] 2、密封性能优异，稳定性好：与现有技术相比，本发明原位光谱分析用电池巧妙地

利用兼具内外螺纹的密封套管，实现壳体和顶盖的一次性整体密封，操作简单，密封性能优异；电池具有导电压紧机构，有利于电极材料在充放电过程中与集流体表面保持紧密接触，从而可保障后续原位电化学测试和光谱学表征的稳定性；

[0041] 3、通用性强：与现有技术相比，本发明原位光谱分析用电池不再局限于某一类光谱学测试技术，通过简单地更换观察窗口的透明密封材料，其便可以搭配不同的光谱学仪器开展各种原位光谱学测试。凭借本发明电池通用性强的优点，可方便地对电化学反应过程中，电极活性材料的元素组成、结构及物相变化开展各类原位光谱学分析研究，为解明电池充放电机制，揭示影响电极过程的各类动力学和热力学因素，提供可靠的理论和实验依据。

附图说明

[0042] 图1为本发明原位光谱分析用电池的立体图；

[0043] 图2为本发明原位光谱分析用电池在另一个方向的立体图；

[0044] 图3为本发明原位光谱分析用电池的俯视图；

[0045] 图4为本发明原位光谱分析用电池的侧视图；

[0046] 图5为图4沿A-A方向切开的剖视图；

[0047] 图6为本发明原位光谱分析用电池在加入了工作电极、电池隔膜、参比电极及电解液后的工作状态示意图，其中右侧小图为电池隔膜与工作电极、参比电极相接部位的局部放大图；

[0048] 图中标记：1顶盖；2密封套管；3壳体；4壳体内衬管；5导电压柱；5a圆柱形凹槽；6导电弹簧；7导电压片；7a圆柱形凸台；8工作电极极柱；9参比电极极柱；10通孔；11透明密封材料；12工作电极、13电池隔膜、14参比电极；15电解液。

具体实施方式

[0049] 下面结合实施例及附图对本发明的技术方案作进一步阐述。

[0050] 实施例1

[0051] 参考图1至图5，本实施例提供了一种原位光谱分析用电池，该电池包括顶盖1、密封套管2、壳体3、壳体内衬管4、导电压柱5、导电弹簧6、导电压片7、工作电极极柱8以及参比电极极柱9。

[0052] 壳体3底部开有一直径为1mm的通孔10，通孔10在壳体3外侧的部分以真空硅脂粘接一块边长为3mm、厚度为200μm的方形超薄石英片作为透明密封材料11，方形超薄石英片与通孔10一同形成观察窗口。

[0053] 密封套管2和壳体内衬管4材质均为聚四氟乙烯，其余组件材质均为不锈钢。

[0054] 顶盖1内径与密封套管2外径均为24mm，密封套管2内径与壳体3外径均为20mm，壳体3内径与壳体内衬管4外径均为16mm，壳体内衬管4内径与导电压柱5外径均为12mm。

[0055] 顶盖1内侧、密封套管2内外侧，以及壳体3外侧上均设有螺纹，这样就可以通过螺纹接合的方式彼此连接。

[0056] 导电压柱5设有一深度为6mm，内径为6mm的圆柱形凹槽5a；导电弹簧6的长度为7mm，外径为5.5mm，内径为5mm；导电压片7设有一长度为6mm，直径为4mm的圆柱形凸台7a，在

将导电弹簧6放入圆柱形凹槽5a后，其可与导电压片7的圆柱形凸台7a套接共同形成导电压紧机构。

[0057] 顶盖1和壳体3上各设有一个螺纹孔，可通过螺纹接合的方式连接参比电极极柱9和工作电极极柱8。

[0058] 如图6所示，使用上述电池装置，以单质硫正极为工作电极12，玻璃纤维无纺布隔膜为电池隔膜13，金属锂负极为参比电极14，锂-硫电池电解液为电解液15，组装锂-硫电池，并对工作电极进行原位拉曼光谱分析的步骤如下：

[0059] a、将壳体内衬管4插入至壳体3底部；

[0060] b、将单质硫正极与玻璃纤维无纺布隔膜依次放入壳体内衬管4中，使单质硫正极与通孔10相对，单质硫正极与玻璃纤维无纺布隔膜的直径均为12mm，隔膜厚度为0.5mm。

[0061] c、将超薄石英片作为透明密封材料11覆盖于通孔10另一侧，并用真空硅脂将超薄石英片的周缘与壳体3底部外表面紧密粘接，形成观察窗口；

[0062] d、向壳体内衬管4中注入锂-硫电池电解液，本实施例中玻璃纤维无纺布隔膜的直径为12mm，厚度为0.5mm，因此电池隔膜的体积$V=\pi*(12mm/2)^2*0.5mm=56.5\mu L$，优选电解液15加入量:$V'=1.0*V=56.5\mu L$，以使其充分浸润电池隔膜13并润湿单质硫正极表面；

[0063] e、将金属锂负极放入壳体内衬管4中，使其覆于电池隔膜13上，并使电解液15润湿金属锂负极表面，本例中金属锂负极的直径为12mm。

[0064] f、将导电压片7、导电弹簧6和导电压柱5依次放入内衬管4中，形成导电压紧机构，并使导电压片7紧压于金属锂负极上；

[0065] g、将壳体3外侧通过螺纹与密封套管2内侧相接，并旋紧密封；

[0066] h、将密封套管2外侧通过螺纹与顶盖1内侧相接，并旋紧密封；

[0067] i、将工作电极极柱8和参比电极极柱9通过螺纹与壳体3和顶盖1上的螺纹孔分别连接；

[0068] j、将连接完成的电池平放于拉曼光谱仪的样品台上，使光源对准观察窗口上的通孔，通过调节光源焦距，使光线穿过观察窗聚焦到工作电极表面；

[0069] k、将工作电极极柱8和参比电极极柱9分别与电化学测试装置的对应电极引线分别相接，设置好相关参数后，进行电化学和原位拉曼光谱信号的采集。

[0070] 实施例2

[0071] 参考图1至图5，本实施例提供了一种原位光谱分析用电池，该电池包括顶盖1、密封套管2、壳体3、壳体内衬管4、导电压柱5、导电弹簧6、导电压片7、工作电极极柱8以及参比电极极柱9。

[0072] 壳体3底部开有一直径为2mm的通孔10，通孔10在壳体3外侧的部分以凡士林粘接一块直径为5mm，厚度为100μm的圆形超薄刚玉片11，圆形超薄刚玉片11与通孔10一同形成观察窗口。

[0073] 密封套管2和壳体内衬管4材质均为酚醛树脂，其余组件材质均为金属钛。

[0074] 顶盖1内径与密封套管2外径均为20mm，密封套管2内径与壳体3外径均为17mm，壳体3内径与壳体内衬管4外径均为15mm，壳体内衬管4内径与导电压柱5外径均为10mm。

[0075] 顶盖1内侧、密封套管2内外侧，以及壳体3外侧上均设有螺纹，这样就可以通过螺纹接合的方式彼此连接。

[0076] 导电压柱5设有一深度为10mm，内径为5mm的圆柱形凹槽5a；导电弹簧6的长度为13mm，外径为4mm，内径为3.2mm；导电压片7设有一长度为8mm，直径为3mm的圆柱形凸台7a，在导电弹簧6放入圆柱形凹槽5a后，其可与导电压片7的圆柱形凸台7a套接共同形成导电压紧机构。

[0077] 顶盖1和壳体3上各设有一个螺纹孔，可通过螺纹接合的方式连接参比电极极柱9和工作电极极柱8。

[0078] 如图6所示，使用上述电池装置，以钠离子电池多孔碳电极为工作电极12，聚乙烯/聚丙烯微孔隔膜为电池隔膜13，金属钠负极为参比电极14，钠离子电池电解液为电解液15，组装半电池，并对工作电极进行原位红外光谱分析的步骤如下：

[0079] a、将壳体内衬管4插入至壳体3底部；

[0080] b、将多孔碳电极与聚乙烯/聚丙烯微孔隔膜依次放入壳体内衬管4中，使多孔碳电极与通孔10相对；多孔碳电极与聚乙烯/聚丙烯微孔隔膜的直径均为10mm，隔膜厚度为0.2mm。

[0081] c、将圆形超薄刚玉片作为透明密封材料11覆盖于通孔10另一侧，并用凡士林将圆形超薄刚玉片的周缘与壳体3底部外表面紧密粘接，形成观察窗口；

[0082] d、向壳体内衬管4中注入钠离子电池电解液，本实施例中聚乙烯/聚丙烯微孔隔膜的直径为10mm，厚度为0.2mm，因此电池隔膜的体积$V=\pi*(10mm/2)^2*0.2mm=15.7\mu L$，优选电解液15的加入量：$V'=1.8*V=28.3\mu L$，以使其充分浸润电池隔膜13并润湿多孔碳电极表面；

[0083] e、将金属钠负极放入壳体内衬管4中，使其覆于电池隔膜13上，并使电解液15润湿金属钠负极表面，本例中金属钠负极的直径为10mm。

[0084] f、将导电压片7、导电弹簧6和导电压柱5依次放入内衬管4中，形成导电压紧机构，并使导电压片7紧压于金属钠负极上；

[0085] g、将壳体3外侧通过螺纹与密封套管2内侧相接，并旋紧密封；

[0086] h、将密封套管2外侧通过螺纹与顶盖1内侧相接，并旋紧密封；

[0087] i、将工作电极极柱8和参比电极极柱9通过螺纹与壳体3和顶盖1上的螺纹孔分别连接；

[0088] j、将连接完成的电池装置平放于红外光谱仪的样品台上，使光源对准观察窗口上的通孔，通过调节光源焦距，使光线穿过观察窗聚焦到工作电极表面；

[0089] k、将工作电极极柱8和参比电极极柱9分别与电化学测试装置的对应电极引线分别相接，设置好相关参数后，进行电化学和原位红外光谱信号的采集。

[0090] 实施例3

[0091] 参考图1至图5，本实施例提供了一种原位光谱分析用电池，该电池包括顶盖1、密封套管2、壳体3、壳体内衬管4、导电压柱5、导电弹簧6、导电压片7、工作电极极柱8以及参比电极极柱9。

[0092] 壳体3底部开有一直径为2.8mm的通孔10，通孔10在壳体3外侧的部分以密封胶粘接一块边长为4mm、厚度为400μm的正六边形超薄铍片作为透明密封材料11，正六边形超薄铍片与通孔10一同形成观察窗口。

[0093] 密封套管2材质为聚四氟乙烯，壳体内衬管4材质为聚酰亚胺，其余组件材质均为

金属镍。

[0094] 顶盖1内径与密封套管2外径均为18mm，密封套管2内径与壳体3外径均为15mm，壳体3内径与壳体内衬管4外径均为14mm，壳体内衬管4内径与导电压柱5外径均为13mm。

[0095] 顶盖1内侧、密封套管2内外侧，以及壳体3外侧上均设有螺纹，这样就可以通过螺纹接合的方式彼此连接。

[0096] 导电压柱5设有一深度为8mm，内径为8mm的圆柱形凹槽5a；导电弹簧6的长度为10mm，外径为7.5mm，内径为6mm；导电压片7设有一长度为7mm，直径为5.5mm的圆柱形凸台7a，在将导电弹簧6放入圆柱形凹槽5a后，其可与导电压片7的圆柱形凸台7a套接共同形成导电压紧机构。

[0097] 顶盖1和壳体3上各设有一个螺纹孔，可通过螺纹接合的方式连接参比电极极柱9和工作电极极柱8。

[0098] 如图6所示，使用上述电池装置，以钴酸锂正极为工作电极12，聚乙烯微孔隔膜为隔膜13，石墨负极为参比电极14，锂离子电池电解液为电解液15，组装锂离子电池，并对工作电极进行原位X射线衍射光谱分析的步骤如下：

[0099] a、将壳体内衬管4插入至壳体3底部；

[0100] b、将钴酸锂正极与聚乙烯微孔隔膜依次放入壳体内衬管4中，使钴酸锂正极与通孔10相对；钴酸锂正极与聚乙烯微孔隔膜的直径均为13mm，隔膜厚度为0.5mm。

[0101] c、将正六边形超薄铍片作为透明密封材料11覆盖于通孔10另一侧，并用密封胶将正六边形超薄铍片的周缘与壳体3底部外表面紧密粘接，形成观察窗口；

[0102] d、向壳体内衬管4中注入锂离子电池电解液，本实施例中聚乙烯微孔隔膜的直径为13mm，厚度为0.5mm，因此电池隔膜的体积$V=\pi*(13mm/2)^2*0.5mm=66.3\mu L$，优选电解液15的加入量：$V'=0.7*V=46.4\mu L$，以使其充分浸润电池隔膜13并润湿钴酸锂正极表面；

[0103] e、将石墨负极放入壳体内衬管4中，使其覆于电池隔膜13上，并使电解液15润湿石墨负极表面，本例中石墨负极的直径为13mm。

[0104] f、将导电压片7、导电弹簧6和导电压柱5依次放入内衬管4中，形成导电压紧机构，并使导电压片7紧压于石墨负极上；

[0105] g、将壳体3外侧通过螺纹与密封套管2内侧相接，并旋紧密封；

[0106] h、将密封套管2外侧通过螺纹与顶盖1内侧相接，并旋紧密封；

[0107] i、将工作电极极柱8和参比电极极柱9通过螺纹与壳体3和顶盖1上的螺纹孔分别连接；

[0108] j、将连接完成的电池装置平放于X射线衍射光谱仪的样品台上，使光源对准观察窗上的通孔，通过调节光源焦距，使光线穿过观察窗聚焦到工作电极表面；

[0109] k、将工作电极极柱8和参比电极极柱9分别与电化学测试装置的对应电极引线分别相接，设置好相关参数后，进行电化学和原位X射线衍射光谱信号的采集。

[0110] 以上实施例的先后顺序仅为便于描述，不代表实施例的优劣。

[0111] 最后应说明的是：以上实施例仅用于说明本发明的技术方案，而非对其限制；尽管参照前述实施例对本发明进行了详细的说明，本领域的普通技术人员应当理解，其依然可对前述各实施例所记载的技术方案进行修改，或者对其中部分技术特征进行等同替换，而这些修改或者替换，并不使相应技术方案的本质脱离本发明各实施例技术方案的精神和范

围。

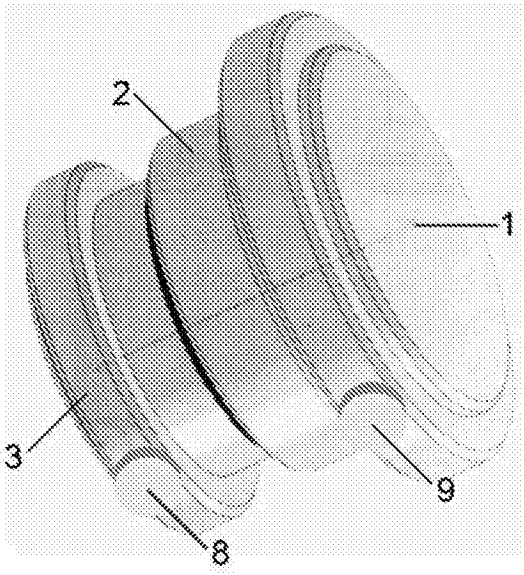


图1

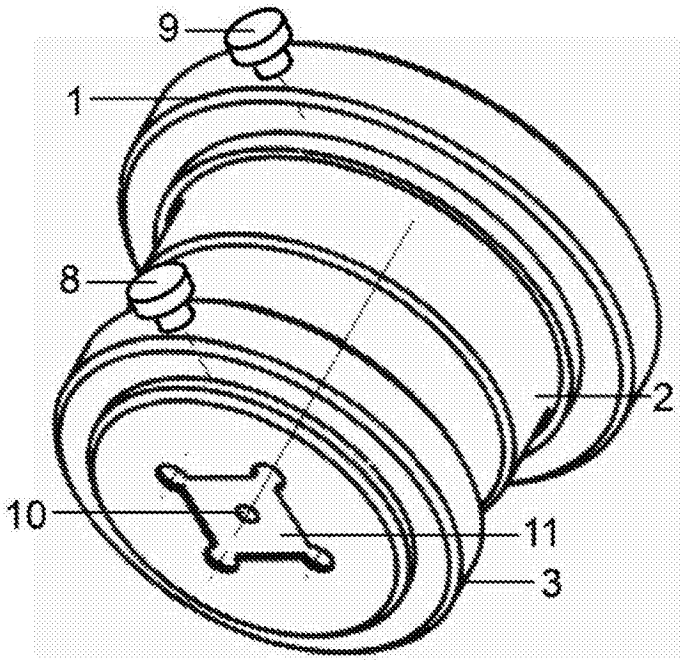


图2

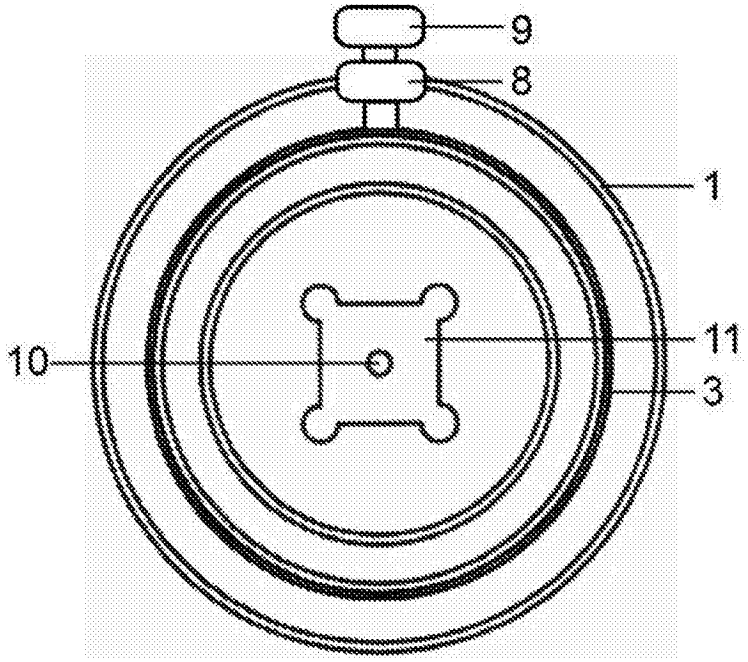


图3

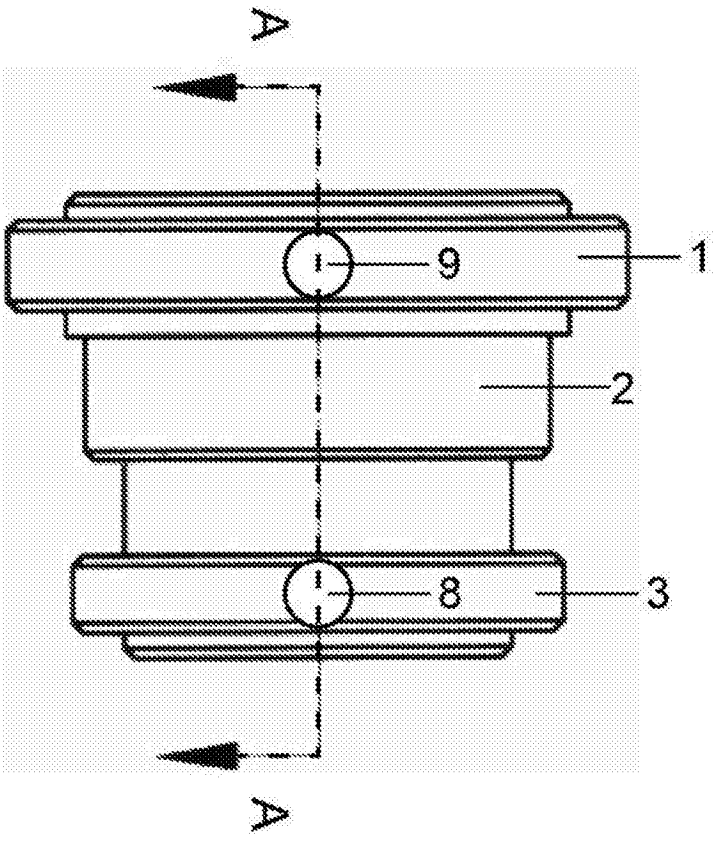


图4

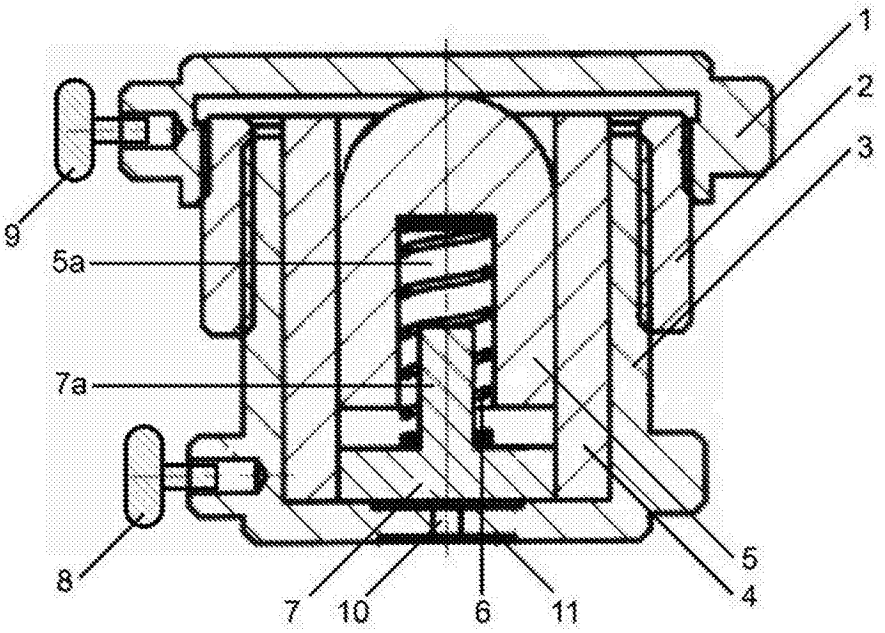


图5

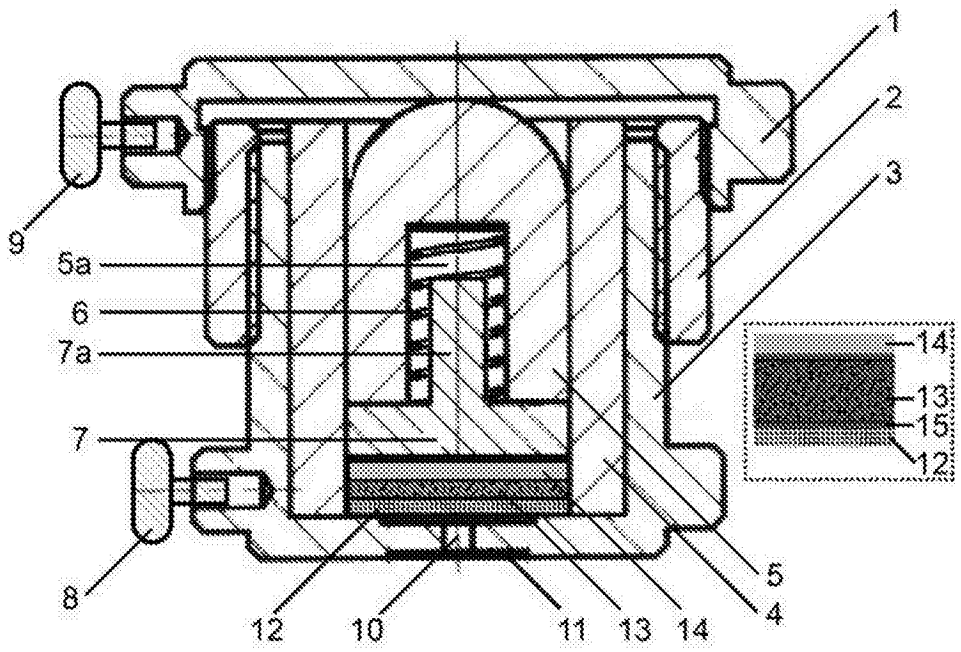


图6