



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103293094 B

(45) 授权公告日 2015. 08. 12

(21) 申请号 201310240502. 7

(22) 申请日 2013. 06. 18

(73) 专利权人 北京科技大学

地址 100083 北京市海淀区学院路 30 号

(72) 发明人 刘智勇 邢云颖 杜翠薇 李晓刚

郝文魁

(74) 专利代理机构 北京市广友专利事务所有限

责任公司 11237

代理人 张仲波

(51) Int. Cl.

G01N 17/02(2006. 01)

审查员 佟晓惠

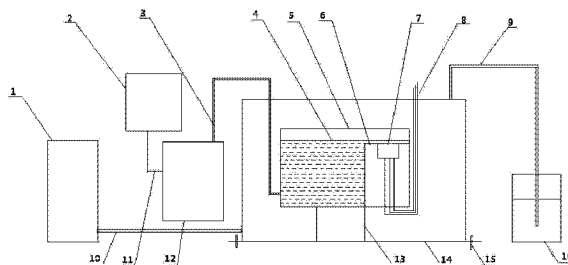
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 发明名称

一种可定量改变液膜厚度的电化学测量装置及其使用方法

(57) 摘要

一种可定量改变薄液膜厚度的模拟试验装置及其使用方法,属于电化学测试领域。由腐蚀气氛形成系统,液膜厚度变化控制系统以及电化学测试系统三部分构成。腐蚀气氛形成系统包括腐蚀气体发生器,气氛箱,进气管,出气管以及回收池;液膜厚度变化控制系统包括调平螺栓,蠕动泵,软管,数控装置以及信号线;电化学测试系统置于气氛箱内,包括电解池,样品台,电化学试样,电极导线,支架。本发明实现了对不同气氛环境下的模拟实验;三电极系统封装在一起,可以有效的降低溶液电阻,并且能够实现薄液下极化曲线、交流阻抗等电化学测试。采用蠕动泵和外部数控装置对液膜厚度实现定量的控制,可以以一定的周期、速率改变液膜厚度,实现对变化过程的电化学研究。



1. 一种可定量改变薄液膜厚度的模拟试验装置,其特征在于由腐蚀气氛形成系统,液膜厚度变化控制系统以及电化学测试系统三部分构成;腐蚀气氛形成系统包括腐蚀气体发生器(1),气氛箱(14),进气管(10),出气管(9)以及回收池(16);液膜厚度变化控制系统包括调平螺栓(15),蠕动泵(12),软管(3),数控装置(2)以及信号线(11);电化学测试系统置于气氛箱内,包括电解池(5),样品台(6),电化学试样(7),电极导线(8),支架(13);

其中,数控装置通过信号线与蠕动泵相连,腐蚀气体发生器通过进气管与气氛箱相连,进气管穿过气氛箱的侧壁,并用玻璃胶密封;蠕动泵的软管一端放入模拟溶液中,另一端穿过气氛箱的上盖与电解池的侧面相连,连接处均用玻璃胶密封,保持密闭性;整个气氛箱置于水平台上,在气氛箱的底面设有调平螺栓,调整电化学试样表面与水平面持平;电解池置于气氛箱内的支架上,电解池中一侧为样品台,样品台中间开槽,直径与电化学试样一致,高略大于试样,在槽中心处打孔一直打通到电解池底面,孔直径为槽直径一半;试样封在槽内,试样表面与样品台持平,电极导线经过孔穿过气氛箱上盖,连接处用硅胶密封;回收池通过出气管与气氛箱相连,出气管与气氛箱的上盖连接处用玻璃胶密封;

其中液膜厚度变化控制系统通过软管连接蠕动泵实现外置调节,数控装置通过信号线与蠕动泵相连能够在外控模式下通过程序输入脉冲信号控制蠕动泵的启动、停止及正反转;通过设置总液量、正反转时间、流量参数,使液面实现连续升高或者连续降低,实现对非稳态变化的定量控制。

2. 根据权利要求1所述一种可定量改变薄液膜厚度的模拟试验装置的使用方法,其特征在于电化学测试采用同心三电极体系,电极导线连接同心三电极,同心三电极体系由环氧树脂封装而成,从内到外依次是参比电极、工作电极和辅助电极,三者经打磨后在同一平面,当表面形成连续液膜时,三者之间就会导通,通过电化学工作站相连即可对液膜厚度的变化的电化学过程进行监控和测试。

3. 根据权利要求2所述一种可定量改变薄液膜厚度的模拟试验装置的使用方法,其特征在于试验前根据所做电解池的尺寸及所要研究的变化过程进行外控程序的设定,将蠕动泵和电解池通过软管相连,软管另一端连接所要研究的溶液,设置总液量、正反转时间、流量参数,使液面实现连续升高或者连续降低,实现对非稳态变化的定量控制;电解池按照精确尺寸制造,长 l ,宽 d ,样品台高 h' ,体积为 V' ,蠕动泵分配总液量为 V ,流量为 m ,时间为 t ,则液膜厚度 h 随时间的变化规律为:

$$h = \frac{V+V'-mt}{ld} - h' \quad (1)$$

$$h = \frac{V+mt}{ld} - h' \quad \left(\frac{V+mt}{ld} \geq h' \right) \quad (2)$$

公式(1)为蠕动泵从电解池中向外抽取液量条件下的规律,公式(2)为蠕动泵向电解池内注水条件下的规律;试验所用蠕动泵液量分配的范围为0.01mL~9.99L的,流量 m 的范围为0.02 μ L~500mL/min。

一种可定量改变液膜厚度的电化学测量装置及其使用方法

技术领域

[0001] 本发明属于电化学测试领域,涉及一种模拟环境下的电化学测试装置,尤其涉及一种用于模拟特定气氛下厚度变化的非稳态薄液膜电化学测试装置。

背景技术

[0002] 在实际生产和生活中,金属材料或装置暴露在使用环境中,当湿度大于一定的条件,所处环境能够形成腐蚀性介质时,会发生严重的金属腐蚀,对生产和生活带来危害。例如天然气采出气进入集输管道之前会预先进行脱水处理,其中的液态水及大部分水蒸气脱除,但是由于条件限制往往很难完全脱除。由于毛细管作用、吸附作用或化学凝聚作用,残余水汽可以在管壁凝成很薄的水膜,天然气中伴生的 CO_2 、 H_2S 等腐蚀性物质的存在,具备了进行电化学腐蚀的条件。除此之外,像潮湿大气环境下的电子器件、钢铁设备等也会发生严重的腐蚀。

[0003] 金属材料暴露于使用环境后,由于相对湿度会随环境因素发生变化,金属材料表面所形成的液膜厚度也会处在变化过程中,而液膜状态的变化会直接影响金属材料的腐蚀速率。金属材料所发生的腐蚀本质是一种发生在金属表面薄液膜下的复杂电化学反应,用电化学方法能够更加直接深入的研究其腐蚀机理。但是目前对金属材料在薄液膜下的电化学研究有以下不足:

[0004] 1. 电化学测试和研究集中在液膜厚度稳定不变的条件下,目前对于液膜厚度变化状态下的研究采用干湿交替试验,但是实验采用双电极体系,只能进行交流阻抗及电化学噪声的测量,不能实现极化曲线的测试。2. 对于液膜厚度变化状况下的电化学研究,还不能定量的研究其变化过程对腐蚀的影响,干湿周期及过渡过程中的液膜厚度、变化频率和速率等在以往的实验中都是非可控因素。

发明内容

[0005] 本发明针对现有技术当中不能实现极化曲线的测试和对于液膜厚度变化状况下的电化学研究,还不能定量的研究其变化过程对腐蚀的影响的问题,提供一种可定量改变液膜厚度的电化学测量装置。在准确、易于操作的基础上实现了对变化过程的定时定量控制。可进行原位电化学极化曲线、交流阻抗测量。

[0006] 一种可定量改变薄液膜厚度的模拟试验装置,其特征在于由腐蚀气氛形成系统,液膜厚度变化控制系统以及电化学测试系统三部分构成。腐蚀气氛形成系统包括腐蚀气体发生器,气氛箱,进气管,出气管以及回收池;液膜厚度变化控制系统包括调平螺栓,蠕动泵,软管,数控装置以及信号线;电化学测试系统置于气氛箱内,包括电解池,样品台,电化学试样,电极导线,支架。

[0007] 其中,数控装置通过信号线与蠕动泵相连,腐蚀气体发生器通过进气管与气氛箱相连,进气管穿过气氛箱侧壁,并用玻璃胶密封。蠕动泵的软管一端放入模拟溶液中,另一端穿过气氛箱的上盖与电解池的侧面相连,连接处均用玻璃胶密封,保持密闭性。整个气氛

箱置于水平台面上,在气氛箱的底面设有调平螺栓,调整电化学试样表面与水平面持平。电解池置于气氛箱内的支架上,电解池中一侧为样品台,样品台中间开槽,直径与电化学试样一致,高略大于试样,在槽中心处打孔一直打通到电解池底面,孔直径为槽直径一半。试样封在槽内,试样表面与样品台持平,电极导线经过孔穿过气氛箱上盖,连接处用硅胶密封。回收池通过出气管与气氛箱相连,出气管与气氛箱的上盖连接处用玻璃胶密封。

[0008] 整个气氛箱置于水平台上是为了电化学试样表面与水平面持平,从而保证电极表面薄液膜的均匀分布。腐蚀气体发生装置是为了控制通入气体的湿度及组分,达到所要模拟的腐蚀环境。

[0009] 液膜厚度变化控制系统通过软管连接蠕动泵实现外置调节,数控装置通过信号线与蠕动泵相连能够在外控模式下通过程序输入脉冲信号控制蠕动泵的启动、停止及正反转。通过设置总液量、正反转时间、流量等参数,使液面实现连续升高或者连续降低,实现对非稳态变化的定量控制。

[0010] 电化学测试采用同心三电极体系,电极导线连接同心三电极,同心三电极体系由环氧树脂封装而成,从内到外依次是参比电极、工作电极和辅助电极,三者经打磨后在同一平面,当表面形成连续液膜时,三者之间就会导通,通过电化学工作站相连即可对液膜厚度的变化的电化学过程进行监控和测试。

[0011] 本发明具有以下有益效果:

[0012] 1. 测试装置外加气氛箱,可以实现对不同气氛环境下的模拟实验;

[0013] 2. 三电极系统封装在一起,可以有效的降低溶液电阻,并且能够实现薄液下极化曲线、交流阻抗等电化学测试。

[0014] 3. 采用蠕动泵和外部数控装置对液膜厚度实现定量的控制,可以以一定的周期、速率改变液膜厚度,实现对变化过程的电化学研究。

附图说明

[0015] 图1是本发明的结构示意图。其中,腐蚀气体发生器1,数控装置2,进气管3,模拟溶液4,电解池5,样品台6,电化学试样7,电极导线8,出气管9,进气管10,信号线11,蠕动泵12,支架13,气氛箱14,调平螺栓15,回收池16。

[0016] 图2是本发明所用的三电极同心电极。其中,参比电极17,工作电极18,对电极19。

具体实施方式

[0017] 下面结合附图和实施例对本发明进一步说明。

[0018] 如图2所示,电化学测试采用同心三电极体系,参比电极17为Ag/AgCl电极,直径为3mm,将NaCl溶液和AgNO₃溶液以溶质物质的量1:\1混合,将同样物质的量的Ag单质加入到混合溶液中,放到磁力搅拌器半小时后过滤得到沉淀,烘干12小时得到Ag、AgCl混合粉末,在液压机上以10MPa压制得到。工作电极18为所研究金属材料,尺寸为5mm-7mm。对电极19选用纯钛,尺寸为9mm-11mm。三电极用PVC管及环氧树脂封装在一起,导线从底部引出,表面经金相砂纸逐级打磨到800#,封装在图1中的样品台6的槽中,表面与样品台端面齐平。三电极导线经由电解池5的底部及气氛箱14的顶部引出,引出口用硅胶密封。

[0019] 腐蚀气体发生装置 1 通过进气管 10 与气氛箱相连,出气管 9 与回收池 16 相连,试验时根据所要模拟的环境调节气体的比例和干湿度,将气氛箱顶部与外部相连处均用硅胶封严,保持环境的气密性。

[0020] 试验前根据所做电解池的尺寸及所要研究的变化过程进行外控程序的设定,将蠕动泵和电解池通过软管相连,软管另一端连接所要研究的溶液,设置总液量、正反转时间、流量等参数,使液面实现连续升高或者连续降低,实现对非稳态变化的定量控制。电解池按照精确尺寸制造,长 l ,宽 d ,样品台高 h' ,体积为 V' ,蠕动泵分配总液量为 V ,流量为 m ,时间为 t ,则液膜厚度 h 随时间的变化规律为:

$$[0021] \quad h = \frac{V+V'-mt}{ld} - h' \quad (1)$$

$$[0022] \quad h = \frac{V'+mt}{ld} - h' \quad \left(\frac{V'+mt}{ld} \geq h' \right) \quad (2)$$

[0023] 公式(1)为蠕动泵从电解池中向外抽取液量条件下的规律,公式(2)为蠕动泵向电解池内注水条件下的规律。试验所用蠕动泵液量分配的范围为 0.01mL ~ 9.99L 的,流量 m 的范围为 0.02 μ L ~ 500mL/min。

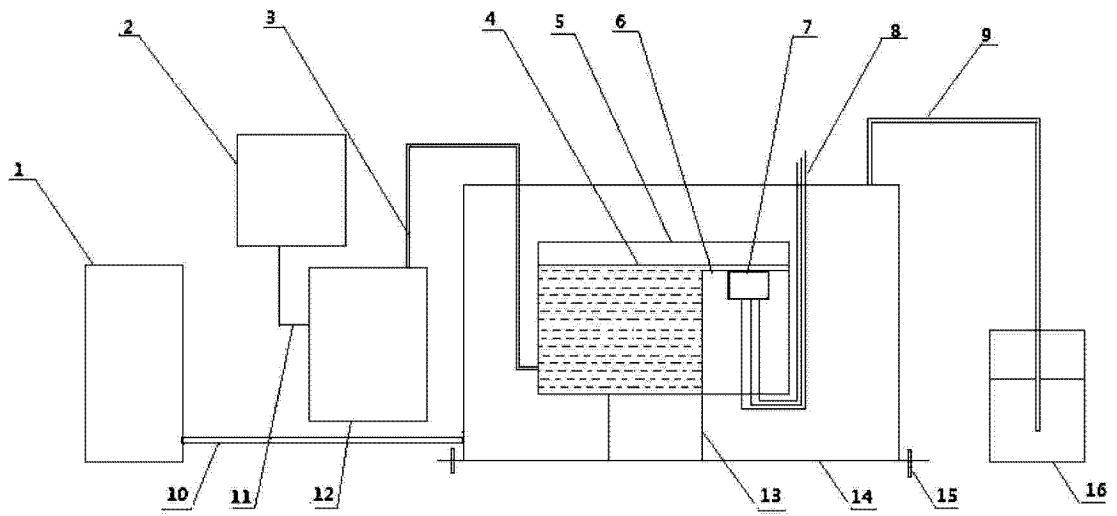


图 1

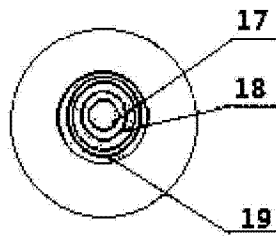


图 2