



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 111855784 A

(43) 申请公布日 2020.10.30

(21) 申请号 202010883064.6

(22) 申请日 2020.08.28

(71) 申请人 中国科学院地球化学研究所
地址 550081 贵州省贵阳市观山湖区林城西路99号

(72) 发明人 林森 李和平 崔灿 刘庆友
刘礼宇

(74) 专利代理机构 贵阳中新专利商标事务所
52100

代理人 张行超

(51) Int.Cl.
G01N 27/416 (2006.01)

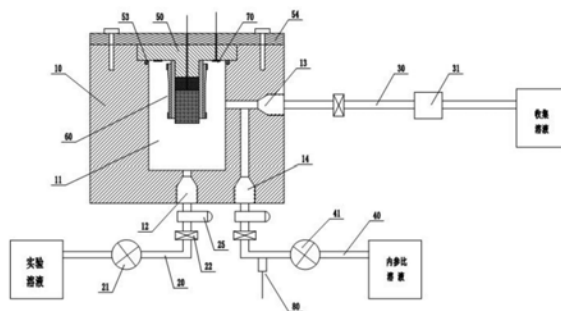
权利要求书2页 说明书7页 附图3页

(54) 发明名称

一种流通式高压水热三电极电化学测量系统

(57) 摘要

本发明公开了一种流通式高压水热三电极电化学测量系统,包括反应容器、进样管路、流出管路、参比管路、电极基座、工作电极组件、辅助电极组件和参比电极组件,工作电极组件包括工作电极、第一引线和预封组件,预封组件包括绝缘套和紧箍件,绝缘套套在第二基体和矿物电极上,紧箍件套设于绝缘套的外表面,工作状态下,工作电极的测试端与流体接触,并藉由紧箍件产生的微小应力形成初始密封,并依靠水流体自身压力挤压绝缘套,从而达到高压下的密封效果,使被测电极处于准等静压状态。本发明可以解决现有流通式高压水热三电极电化学测量系统在高压水热体系中实验成功率低,准确性差及使用场合受限等问题。



1. 一种流通式高压水热三电极电化学测量系统,包括反应容器(10)、进样管路(20)、流出管路(30)和参比管路(40),所述反应容器(10)具有一反应腔体(11),所述进样管路(20)和所述流出管路(30)均与所述反应腔体(11)相连,所述参比管路(40)与所述流出管路(30)相连,工作状态下,所述进样管路(20)用于将实验溶液输送到所述反应腔体(11)内,所述参比管路(40)用于将参比溶液输送到所述流出管路(30)上,流出所述反应腔体(11)的溶液和所述参比溶液混合后由所述流出管路(30)流出;其特征在于,所述测量系统还包括:

电极基座(50),安装在所述反应容器(10)上,包括第一基体(51)和第二基体(52),所述第二基体(52)连接在所述第一基体(51)上;

工作电极组件(60),包括:

工作电极(62),设置在所述第二基体(52)的端部,所述端部为与所述第二基体(52)与所述第一基体(51)连接端的另一相对端,并且,所述工作电极(62)具有测试端(63),所述测试端(63)为所述工作电极(62)与所述第二基体(52)相近一端的另一相对端;

第一引线(64),所述第一引线(64)的一端与所述工作电极(62)相连,另一端穿过所述电极基座(50)后向外延伸;

预封组件(65),包括绝缘套(651)和紧箍件(653),所述绝缘套(651)套在所述第二基体(52)和所述工作电极(62)的外环面上,所述紧箍件(653)套设于所述绝缘套(651)的外表面上;

辅助电极组件(70),包括:

辅助电极(71),设置在所述第一基体(51)的表面,并环绕在所述工作电极(62)的外围;

第二引线(72),所述第二引线(72)的一端与所述辅助电极(71)相连,另一端穿过所述第一基体(51)后向外延伸;

参比电极组件(80),包括:

参比电极(81),设置在所述参比管路(40)上;

第三引线(82),所述第三引线(82)的一端与所述参比电极(81)相连,另一端向外延伸;

其中,工作状态下,所述工作电极(62)和所述第二基体(52)延伸到所述反应腔体(11)内的流体中,所述工作电极(62)的测试端(63)与流体接触,并藉由所述紧箍件(653)产生的微小应力形成初始密封,并依靠水流体自身压力挤压所述绝缘套(651),从而达到高压下的密封效果,使被测电极处于准等静压状态;所述辅助电极(71)与所述反应腔体(11)内的流体接触;所述参比电极(81)与所述参比管路(40)上的流体接触;由所述第一引线(64)、所述第二引线(72)和所述第三引线(82)将测试信号引出。

2. 根据权利要求1所述的流通式高压水热三电极电化学测量系统,其中,所述工作电极(62)和所述第二基体(52)为外径相同的圆柱状,所述绝缘套(651)为筒状。

3. 根据权利要求1所述的流通式高压水热三电极电化学测量系统,其中,所述预压组件还包括保护套(652),所述保护套(652)套设在所述绝缘套(651)外,并且,所述紧箍件(653)套设在所述保护套(652)外;所述紧箍件(653)为紧箍环,所述紧箍环与所述保护套(652)为过盈连接。

4. 根据权利要求1所述的流通式高压水热三电极电化学测量系统,其中,

所述参比管路(40)上设有三通接头,所述三通接头包括三通管体(83)和插接头(84),所述插接头(84)固设与所述三通管体(83)的一个进出口上;

所述插接头(84)的内孔中安装有双锥形绝缘密封件(86),所述参比电极(81)安装在所述双锥形绝缘密封件(86)上。

5.根据权利要求1所述的流通式高压水热三电极电化学测量系统,其特征在于,在所述工作电极(62)和所述第二基体(52)之间设有绝缘件(61),所述电极引线依次穿过所述绝缘件(61)和所述电极基座(50)后向外延伸。

6.根据权利要求1所述的流通式高压水热三电极电化学测量系统,其特征在于,所述反应容器(10)还包括:

进样通道(12),所述进样通道(12)的里端与所述反应腔体(11)相连,所述进样通道(12)的外端与所述进样管路(20)相连;

流出通道(13),所述流出通道(13)的里端与所述反应腔体(11)相连,所述流出通道(13)的外端与所述流出管路(30)相连;

参比通道(14),所述参比通道(14)的里端与所述流出通道(13)相连,所述参比通道(14)的外端与所述参比管路(40)相连。

7.根据权利要求6所述的流通式高压水热三电极电化学测量系统,其特征在于,所述进样管路(20)与所述进样通道(12)采用锥形密封结构连接,所述流出管路(30)与所述流出通道(13)采用锥形密封结构连接,所述参比管路(40)与所述参比通道(14)采用锥形密封结构连接。

8.根据权利要求6所述的流通式高压水热三电极电化学测量系统,其特征在于,所述反应腔体(11)的开口处设有第一台阶孔,所述第一基体(51)安装在所述第一台阶孔内,并且,在所述第一基体(51)的外端面设有法兰盘(54),所述法兰盘(54)通过紧固件固设于所述反应容器(10)上。

9.根据权利要求8所述的流通式高压水热三电极电化学测量系统,其特征在于,在所述反应腔体(11)的开口处设有第二台阶孔,所述第二台阶孔位于所述第一台阶孔的下方,所述第二台阶孔内安装有密封装置,以使所述第一基体(51)与所述反应腔体(11)在安装后处于密封状态。

10.根据权利要求1所述的流通式高压水热三电极电化学测量系统,其特征在于,所述进样管路(20)上设有第一抽液泵(21),所述第一抽液泵(21)用于将实验溶液泵送到所述反应腔体(11)中;

所述参比管路(40)上设有第二抽液泵(41),所述第二抽液泵(41)用于将参比溶液泵送到所述流出管路(30)中;

所述流出管路(30)上设有背压调节器(31);

所述进样管路(20)、所述参比管路(40)和所述流出管路(30)上均设有阀门(22);

所述进样管路(20)和所述参比管路(40)上还设有换热器(25)。

一种流通式高压水热三电极电化学测量系统

技术领域

[0001] 本发明涉及一种流通式高压水热三电极电化学测量系统,属于三电极电化学测量技术领域。

背景技术

[0002] 材料在高压水热体系中腐蚀动力学、热力学过程以及高压水热体系本身物理、化学性质是高压水热科学领域的重点研究目标。而三电极电化学测量技术是了解材料在流体中腐蚀行为以及流体本身物理、化学性质的一种重要方法,因此建立一种可满足现有要求的高压水热体系三电极电化学测量系统具有重要的意义。

[0003] 目前已有的高压水热体系三电极电化学测量系统,就其流体运动状态而言,可分为静止式和流通式。静止式系统中,由于电极材料以及高压釜壁持续与水流体发生反应,导致水流体组分发生改变,尤其是决定水流体腐蚀性的重要参数如氧逸度、pH值等偏离初始值,从而给实验数据带来误差。流通式系统中,通过高压恒流泵不断泵入新鲜的实验流体,并同时排出反应后的流体,使实验流体不断更新,从而保证了流体组分的稳定,提高了实验测量结果的可靠性。而在已有的流通式高压水热体系三电极电化学测量系统中,往往存在着以下几点问题:1, 结构复杂,需要多处电极密封机构,导致系统发生泄漏风险较高,实验成功率低;2,以冷密封方式进行电极密封的系统中存在着高温高压容腔体内的温度梯度过高,热对流严重的问题,而以热密封方式进行电极密封的系统往往无法在水超临界点以上的温度条件下长期工作;3,现有的系统中,电极密封机构往往会对电极施加较大的应力,一方面使电极处于较大的差异应力作用状态下,改变了电极的热力学状态,从而使实验结果产生偏差,另一方面,对于一些强度较差的电极材料,较大的应力会导致电极破碎,使实验无法进行。

发明内容

[0004] 基于上述,本发明提供一种流通式高压水热三电极电化学测量系统,以解决现有三电极电化学测量系统在高压水热体系中存在的实验成功率低,准确性差及使用场合受限的技术问题。

[0005] 本发明的技术方案是:一种流通式高压水热三电极电化学测量系统,包括反应器、进样管路、流出管路和参比管路,所述反应容器具有一反应腔体,所述进样管路和所述流出管路均与所述反应腔体相连,所述参比管路与所述流出管路相连,工作状态下,所述进样管路用于将实验溶液输送到所述反应腔体内,所述参比管路用于将参比溶液输送到所述流出管路上,流出所述反应腔体的溶液和所述参比溶液混合后由所述流出管路流出;所述测量系统还包括:

电极基座,安装在所述反应容器上,包括第一基体和第二基体,所述第二基体连接在所述第一基体上;

工作电极组件,包括:

工作电极,设置在所述第二基体的端部,所述端部为与所述第二基体与所述第一基体连接端的另一相对端,并且,所述工作电极具有测试端,所述测试端为所述工作电极与所述第二基体相近一端的另一相对端;

第一引线,所述第一引线的一端与所述工作电极相连,另一端穿过所述电极基座后向外延伸;

预封组件,包括绝缘套和紧箍件,所述绝缘套套在所述第二基体和所述工作电极的外环面上,所述紧箍件套设于所述绝缘套的外表面上;

辅助电极组件,包括:

辅助电极,设置在所述第一基体的表面,并环绕在所述工作电极的外围;

第二引线,所述第二引线的一端与所述辅助电极相连,另一端穿过所述第一基体后向外延伸;

参比电极组件,包括:

参比电极,设置在所述参比管路上;

第三引线,所述第三引线的一端与所述参比电极相连,另一端向外延伸;

其中,工作状态下,所述工作电极和所述第二基体延伸到所述反应腔体内的流体中,所述工作电极的测试端与流体接触,并藉由所述紧箍件和所述反应腔体中流体自身压力共同挤压所述绝缘套,从而达到密封作用;所述辅助电极与所述反应腔体内的流体接触;所述参比电极与所述参比管路上的流体接触;由所述第一引线、所述第二引线和所述第三引线将测试信号引出。

[0006] 在其中一个示例中,所述工作电极和所述第二基体为外径相同的圆柱状,所述绝缘套为筒状。

[0007] 在其中一个示例中,所述预压组件还包括保护套,所述保护套套设在所述绝缘套外,并且,所述紧箍件套设在所述保护套外,所述紧箍件为紧箍环,所述紧箍环与所述绝缘套为过盈连接。

[0008] 在其中一个示例中,所述参比管路上设有三通接头,所述三通接头包括三通管体和插接头,所述插接头固设与所述三通管体的一个进出口上;

所述插接头的内孔中安装有双锥形绝缘密封件,所述参比电极安装在所述双锥形绝缘密封件上。

[0009] 在其中一个示例中,在所述工作电极和所述第二基体之间设有绝缘件,所述电极引线依次穿过所述绝缘件和所述电极基座后向外延伸。

[0010] 在其中一个示例中,所述反应容器还包括:

进样通道,所述进样通道的里端与所述反应腔体相连,所述进样通道的外端与所述进样管路相连;

流出通道,所述流出通道的里端与所述反应腔体相连,所述流出通道的外端与所述流出管路相连;

参比通道,所述参比通道的里端与所述流出通道相连,所述参比通道的外端与所述参比管路相连。

[0011] 在其中一个示例中,所述进样管路与所述进样通道采用锥形密封结构连接,所述流出管路与所述流出通道采用锥形密封结构连接,所述参比管路与所述参比通道采用锥形

密封结构连接。

[0012] 在其中一个示例中,所述反应腔体的开口处设有第一台阶孔,所述第一基体安装在所述第一台阶孔内,并且,在所述第一基体的外端面设有法兰盘,所述法兰盘通过紧固件固设于所述反应容器上。

[0013] 在其中一个示例中,在所述反应腔体的开口处设有第二台阶孔,所述第二台阶孔位于所述第一台阶孔的下方,所述第二台阶孔内安装有密封装置,以使所述第一基体与所述反应腔体在安装后处于密封状态。

[0014] 在其中一个示例中,所述进样管路上设有第一抽液泵,所述第一抽液泵用于将实验溶液泵送到所述反应腔体中;

所述参比管路上设有第二抽液泵,所述第二抽液泵用于将参比溶液泵送到所述流出管路中;

所述流出管路上设有背压调节器;

所述进样管路、所述参比管路和所述流出管路上均设有阀门;

所述进样管路和所述参比管路上还设有换热器。

[0015] 本发明的有益效果是:1,结构简单可靠,系统发生泄漏风险较低,实验成功率高;2,以热密封方式进行电极密封,高温高压容腔体内的温度梯度小,且可通过选择合适的密封绝缘材料使系统可在水超临界点以上的温度条件下长期工作;3,被测电极处于准等静压状态,避免了常规密封机构对被测电极造成较大差异应力导致被测电极的电化学行为偏离正常状态,从而提高了电化学测试的准确性,且该系统可用于开展易破碎脆性材料的研究,拓展了研究对象。

附图说明

[0016] 图1为流通式高压水热三电极电化学测量系统的结构示意图;

图2为电极基座、工作电极组件和辅助电极组件的结构示意图;

图3为图2的纵向剖视图;

图4为进样管路的端部结构图;

图5为参比电极组件的结构示意图;

附图标记说明:

10反应容器

11反应腔体,12进样通道,13流出通道,14参比通道;

20进样管路

21第一抽液泵,22阀门,23连接圆筒,24锥形体,25换热器;

30流出管路

31背压调节器;

40参比管路

41第二抽液泵;

50电极基座

51第一基体,52第二基体,53密封圈,54法兰盘;

60工作电极组件

61绝缘件,62工作电极,63测试端,64第一引线,65预封组件;
651绝缘套,652保护套,653紧箍件;
70辅助电极组件
71辅助电极,72第二引线;
80参比电极组件
81参比电极,82第三引线,83三通管体,84插接头,85套筒,86锥形绝缘密封件。

具体实施方式

[0017] 为使本发明的上述目的、特征和优点能够更加明显易懂,下面结合附图对本发明的具体实施方式做详细的说明。在下面的描述中阐述了很多具体细节以便于充分理解本发明。但是本发明能够以很多不同于在此描述的其它方式来实施,本领域技术人员可以在不违背本发明内涵的情况下做类似改进,因此本发明不受下面公开的具体实施的限制。

[0018] 除非另有定义,本文所使用的所有的技术和科学术语与属于本发明的技术领域的技术人员通常理解的含义相同。本文中在本发明的说明书中所使用的术语只是为了描述具体的实施例的目的,不是旨在于限制本发明。本文所使用的术语“及/或”包括一个或多个相关的所列项目的任意的和所有的组合。

[0019] 请参阅图1至图5,本发明实施例一种流通式高压水热三电极电化学测量系统,包括反应容器10、进样管路20、流出管路30、参比管路40、电极基座50、工作电极组件60、辅助电极组件70和参比电极组件80。

[0020] 反应容器10,是水热体系反应的主要场所。反应容器10包括反应腔体11、进样通道12、流出通道13和参比通道14,反应腔体11具有开口端,进样通道12的里端与反应腔体11相连,流出通道13的里端与反应腔体11相连,参比通道14的里端与流出通道13的中部相连。反应容器10可以采用钛材制作成型。

[0021] 进样管路20,主要用于将实验溶液输送到反应腔体11中。进样管路20的一端与进样通道12连通。在进样管路20上安装有第一抽液泵21,第一抽液泵21用于将实验溶液泵送到反应腔体11中。工作状态下,第一抽液泵21不断将实验用溶液抽送到反应腔体11中,形成流动式反应体系。

[0022] 在进样管路20上还安装有阀门22,可以实现物料输送的控制。在进样管路20上还安装有换热器25,可以实现对实验溶液的预加热。

[0023] 流出管路30,主要用于将反应腔体11中的溶液输送出去。流出管路30的一端与流出通道13连通。在流出管路30上安装有背压调节器31,背压调节器31用于调节反应腔体11内的溶液压力。工作状态下,反应腔体11内的溶液不断从流出管路30排出,并可用背压调节器31调节溶液压力。在流出管路30上还安装有阀门22,可以实现物料输送的控制。

[0024] 参比管路40,主要用于将参比溶液输送到流出管路30中。参比管路40的一端与参比通道14连通。在参比管路40上安装有第二抽液泵41,第二抽液泵41用于将内参比溶液泵送到流出管路30中。工作状态下,第二抽液泵41不断将参比溶液抽送到流出管路30中,并与反应腔体11流出的溶液混合。

[0025] 在参比管路40上还安装有阀门22,可以实现物料输送的控制。在参比管路40上还安装有换热器25,可以实现对参比溶液的预加热。

[0026] 在一个示例中,进样管路20与进样通道12、流出管路30与流出通道13,以及参比管路40与参比通道14的连接均采用锥形密封结构连接。例如,进样通道12的外端具有连接圆孔和锥形孔,连接圆孔位于反应容器10的端面,锥形孔与连接圆孔相通,连接圆孔设有内螺纹,进样管路20的连接端具有连接圆筒23和锥形体24,连接圆筒23和锥形体24相通,连接圆筒23设有外螺纹,锥形体24与锥形孔匹配,由连接圆筒23与连接圆孔螺纹连接,以将进样管路20连接固定在反应容器10上。流出管路30与流出通道13、参比管路40与参比通道14的连接结构均同进样管路20与进样通道12的一样。该种结构连接牢靠,密封效果较好。

[0027] 电极基座50,安装在反应容器10上。电极基座50包括第一基体51和第二基体52,第二基体52连接在第一基体51上。在一个示例中,第二基体52垂直连接在第一基体51上,第二基体52和第一基体51可以一体制作成型,第一基体51用于安装在反应容器10上,而第二基体52用于伸入到反应腔体11内。在电极基座50上设有通孔,该通孔贯穿第一基体51和第二基体52。电极基座50的材料可以选用氧化铝陶瓷。

[0028] 在反应腔体11的开口处设有第一台阶孔,第一基体51安装在第一台阶孔内,并且,在第一基体51的外端面设有法兰盘54,法兰盘54通过紧固件固设于反应容器10上,紧固件可以是螺栓。

[0029] 为了提高电极基座50与反应容器10的密封效果,在反应腔体11的开口处设有第二台阶孔,第二台阶孔位于第一台阶孔的下方,在第二台阶孔内安装有密封装置,以使第一基体51与反应腔体11在安装后处于密封状态。密封装置可以为空心金属密封圈53。固定时,第二台阶孔的直角两面均抵靠在密封圈53上,进而实现可靠的密封连接。

[0030] 工作电极组件60,用于获取反应腔体11内溶液的第一信号。工作电极组件60包括绝缘件61、工作电极62、第一引线64和预封组件65。

[0031] 绝缘件61叠放在第二基体52的端部,该端部为与第二基体52与第一基体51连接端的另一相对端。在绝缘件61上设有通孔,该通孔与电极基座50上的通孔对齐。绝缘件61的材料可以为云母或者叶蜡石或者氮化硼。绝缘件61起到隔绝电极基座50和工作电极62的作用。

[0032] 工作电极62安装在绝缘件61的另一端部,该端部为绝缘件61与第二基体52连接端的另一相对端。工作电极62具有测试端63,该测试端63为工作电极62与绝缘件61相近一端的另一相对端,测试端63可以是端面,也可以是预定长度的部分工作电极62。工作状态下,测试端63位于反应釜内的水热体系中,并与流体接触,从而获取测试信号。工作电极62的材质可以为天然的单晶或块状导电性矿物,例如黄铁矿。工作电极62起到电化学测试的作用。

[0033] 第一引线64,用于引出测试信号。第一引线64的一端与工作电极62接触相连,另一端依次穿过绝缘件61和电极基座50上的通孔后向外延伸。第一引线64可以为0.5mm的金丝。第一引线64上也可以套设绝缘陶瓷管,以起到绝缘保护的作用,避免与电极基座50直接接触,从而影响到测试的准确性。

[0034] 预封组件65,起到初步密封固定工作电极62的作用。预封组件65包括绝缘套651、保护套652和紧箍环。绝缘套651套在第二基体52、绝缘件61和工作电极62的外环面上,使第二基体52、绝缘件61和工作电极62的外环面与外界隔离。绝缘套651的形状为筒状。工作状态时,绝缘套651包裹在第二基体52、绝缘件61和工作电极62的外环面上,使第二基体52、绝缘件61和工作电极62整体形成为一个完整的电极。绝缘套651的材质可以为聚四氟乙烯或

者滑石或者氮化硼或者叶蜡石。

[0035] 保护套652套在绝缘套651的绝缘套651外,起到保护绝缘套651的作用。保护套652的材质可以为金属材质,例如铜。紧箍件653紧箍件653653紧箍件653653653套设于保护套652的外表面上。紧箍件653紧箍件653653紧箍件653653653可以为紧箍环,紧箍环与绝缘套651为过盈连接,以给保护套652和绝缘套651预压力,进而使保护套652、绝缘套651、第二基体52、绝缘件61和工作电极62形成为固定整体。紧箍环可以是整体的环状结构,也可以是条状结构,可将其捆扎在保护套652外。紧箍环的材质可以为铝材。也可以为其他的金属材料。紧箍环的数量也可以为多个,例如2个、3个,分别紧箍在保护套652的不同部位。

[0036] 保护套652靠近第一基体51端的外壁厚度大于靠近工作电极62端的外壁厚度,并且从工作电极62端向第一基体51端逐渐过渡,紧箍件653紧箍件653653紧箍件653653653为两个,分别套设在保护套652的两端。测试时,可以将一个内径稍大的紧箍环从工作电极62端穿入并逐渐向第一基体51端移动,并使紧箍环最终固定在保护套652上靠近第一基体51的端部,再将另一个内径稍小的紧箍环从工作电极62端穿入,并固定于工作电极62端外的保护套652外。该种结构可以避免紧箍环在穿设过程中挤压被工作电极62,从而导致电极测试不准确的问题。此外,由于保护套652的两端各安装一个紧箍环,也能有效保证被工作电极62的密封性。

[0037] 工作电极62、绝缘件61和第二基体52均为外径相同的圆柱状,绝缘套651为筒状,该种结构能够提高水热体系中流体的挤压密封效果。

[0038] 辅助电极组件70,用于获取反应腔体11内溶液的第二信号。包括辅助电极71和第二引线72。

[0039] 辅助电极71安装在第一基体51的表面,并环绕在工作电极62的外围;在第一基体51上设有通孔,该通孔与安装第一引线64的通孔不同。第二引线72的一端与辅助电极71相连,另一端穿过从该通孔穿过第一基体51后向外延伸。第二引线72上也可以套设绝缘陶瓷管,以起到绝缘保护的作用,避免与电极基座50直接接触,从而影响到测试的准确性。辅助电极71可以为铂电极,其由电极基座50第二基体52表面上涂覆的环状铂浆烧结而成,并通过电极基座50第一基体51内部烧结的铂丝与第二引线72相连。

[0040] 参比电极组件80,主要用于获取反应溶液的参比信号。包括参比电极81和第三引线82。

[0041] 参比电极81安装在参比管路40上,第三引线82的一端与参比电极81相连,另一端向外延伸。参比电极81为常规外置式参比电极81。

[0042] 具体的,在参比管路40上设有三通接头,三通接头的两个进出口分别与两侧参比管路40连接,而第三个进出口用于安装参比电极81,三通接头包括三通管体83和插接头84,插接头84具有贯通的内孔,插接头84固设在三通管体83的进出口上,例如在进出口上设有内螺纹,在插接头84上设有外螺纹,可将插接头84通过螺纹连接固定在三通管体83上。

[0043] 在插接头84的内孔中安装有套筒85和双锥形绝缘密封件86,套筒85安装在插接头84的内孔中,套筒85靠近进出口的内端为锥形孔,在锥形孔内安装有双锥形绝缘密封件86,双锥形绝缘密封件86的材料可以为聚四氟乙烯。参比电极81固设在双锥形绝缘密封件86内,并且其延伸到三通管体83的内部,以跟参比溶液接触,参比电极81的材质可以为银/氯化银电极丝。第三引线82的内端与参比电极81连接,第三引线82可以是银丝。

[0044] 上述流通式高压水热三电极电化学测量系统的使用方法包括：

一、安装工作电极62和辅助电极71

1、将第一引线64穿过电极基座50和绝缘件61后与工作电极62的一端相连；2、将绝缘套651套设在第二基体52、绝缘件61和工作电极62的外环面上；3、将保护套652套在绝缘套651外；4、将紧箍件653紧箍件653653紧箍件653653653套设于绝缘套651的外表面上，预压使保护套652、绝缘套651、第二基体52、绝缘件61和工作电极62初步固定达成初始密封；5、将第二引线72穿过电极基座50后与对电极相连；6、电极基座50固定安装在反应釜上，并使第二基体52、工作电极62、对电极、保护套652等延伸到反应腔体11的流体中，使工作电极62的测试端63与流体接触，使对电极与流体接触；7、测试时由第一引线64和第二引线72将测试信号引出测量。

[0045] 二、安装参比电极81

将参比电极81安装在参比管路40上，测试时由第三引线82将测试信号引出测量

工作时，由进样管路20将实验溶液输送到反应容器10中，由参比管路40将参比溶液输送到流出管路30上，流出反应腔体11的溶液和参比溶液混合后由流出管路30流出。在此过程中，第一引线64、第二引线72和第三引线82分别将测试信号引出，并接入电化学工作站上相应接头进行测试即可。

[0046] 上述流通式三电极测量系统的优点在于：本测量系统在测试前先通过紧箍件653紧箍件653653紧箍件653653653的预紧，使保护套652、绝缘套651、第二基体52、绝缘件61和工作电极62达成初始密封；在电化学测试过程中，藉由反应釜水热体系的流体压力作用，尤其是流体与保护套652的外表面接触并挤压保护套652，使得保护套652、绝缘套651更加紧密的包裹第二基体52、绝缘件61和工作电极62，进而实现水压密封。该种结构与现有技术相比主要有优点：1，结构简单可靠，系统发生泄漏风险较低，实验成功率高；2，以热密封方式进行电极密封，高温高压容腔体内的温度梯度小，且可通过选择合适的密封绝缘材料使系统可在水超临界点以上的高压条件下长期工作；3，被测电极处于准等静压状态，避免了常规密封机构对被测电极造成较大差异应力导致被测电极的电化学行为偏离正常状态，从而提高了电化学测试的准确性，且该系统可用于开展易破碎脆性材料的研究，拓展了研究对象。

[0047] 以上所述实施例仅表达了本发明的几种实施方式，其描述较为具体和详细，但并不能因此而理解为对本发明专利范围的限制。应当指出的是，对于本领域的普通技术人员来说，在不脱离本发明构思的前提下，还可以做出若干变形和改进，这些都属于本发明的保护范围。因此，本发明的保护范围应以所附权利要求为准。

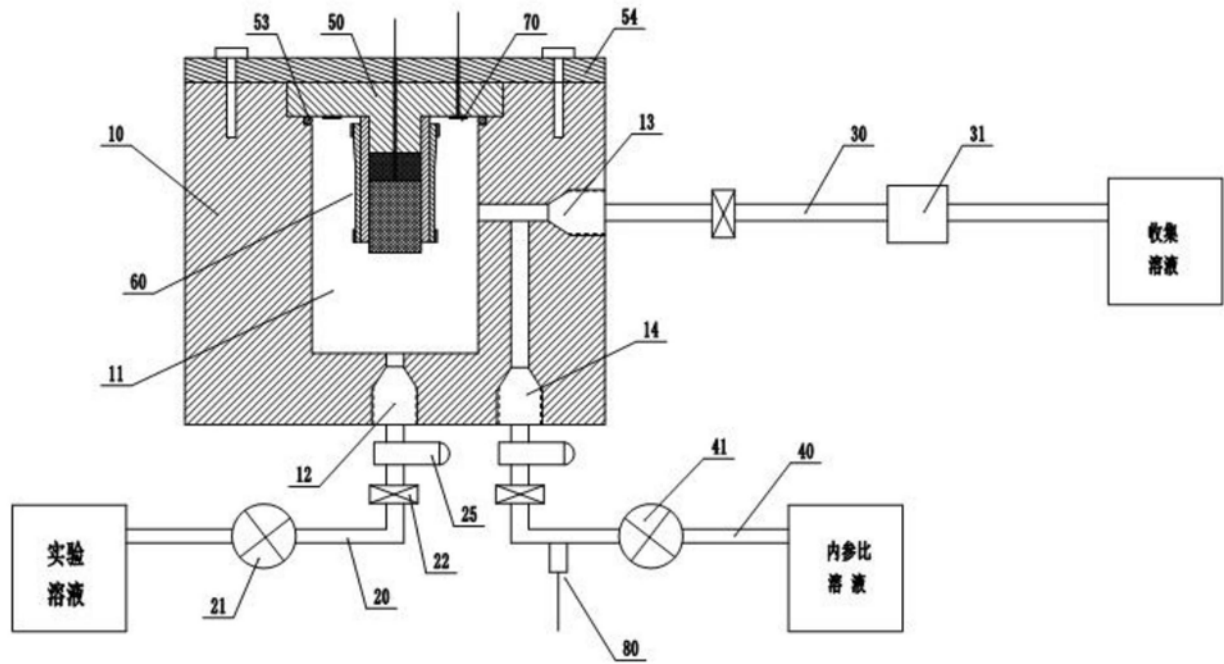


图1

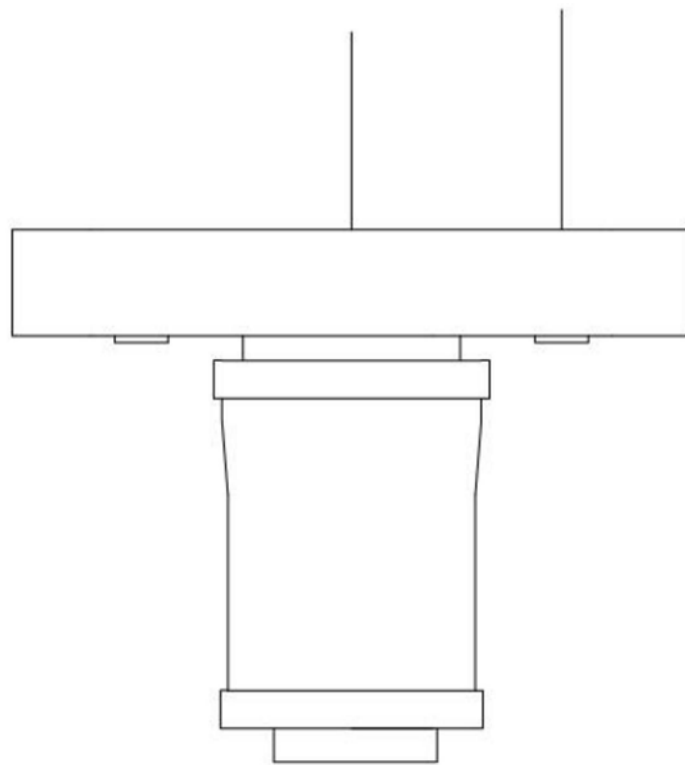


图2

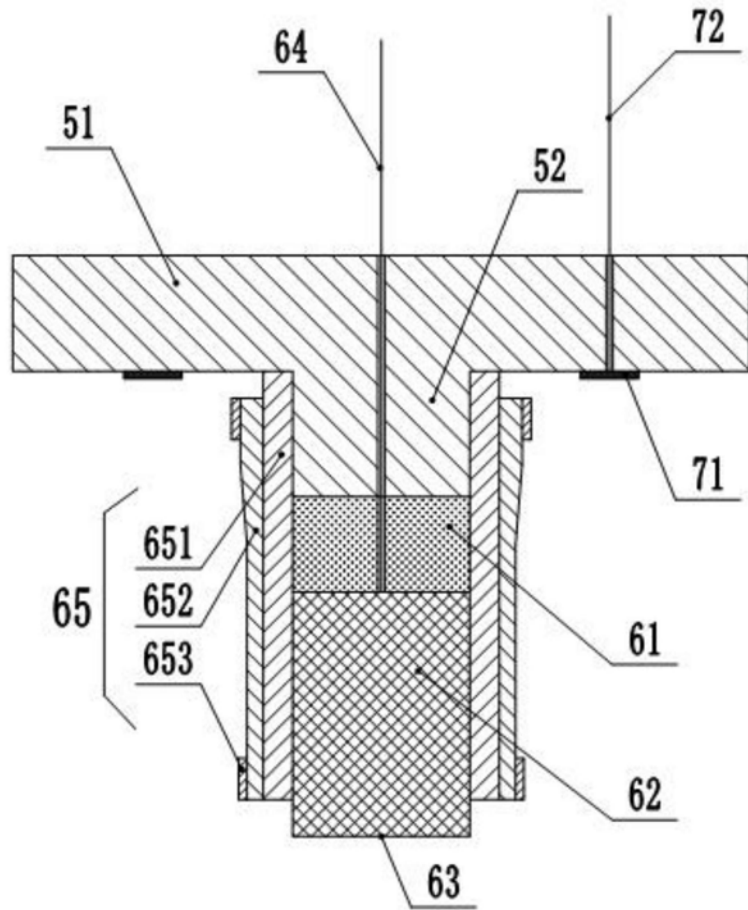


图3

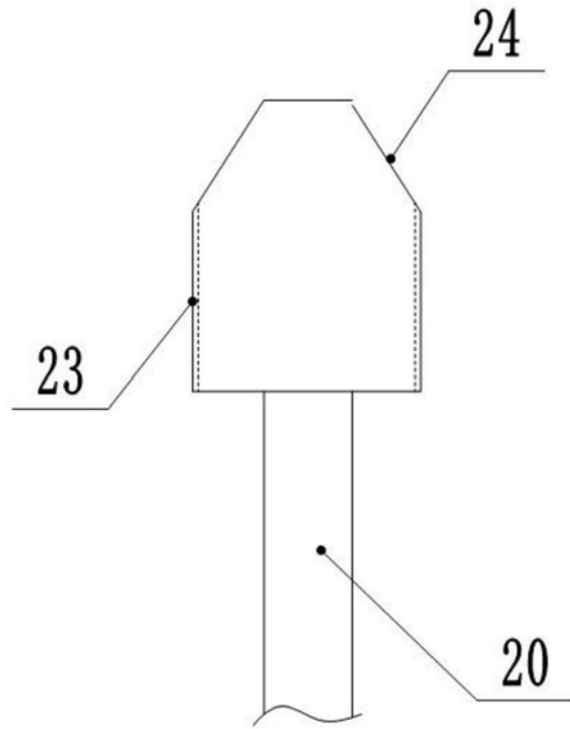


图4

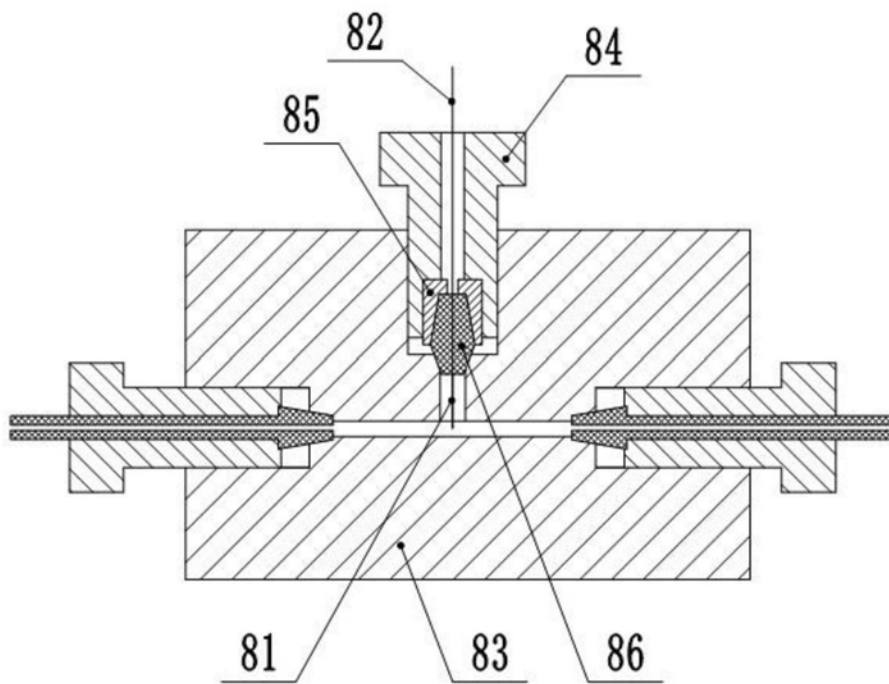


图5