

原位 XRD 扣式电池操作指南：安装、对准与数据质量

XRD 原位扣式电池实用操作指南：Kapton 窗口的原理、单侧窗与双侧窗配置的选择、在衍射仪上的对准方法，以及如何在电化学循环过程中获得清晰的衍射数据。

最后更新: 2026-08-25 · 在线阅读: <https://labcorematerials.com/zh-hans/resources/xrd-in-situ-cell-guide>

什么是原位 XRD？为何重要？

传统（非原位）XRD 只能提供材料在某一荷电状态下的晶体结构快照：组装电芯、充放至目标电压、拆解、取出电极、再测量。这个流程在每个步骤都引入误差：拆解时电极氧化、电流停止后结构可能弛豫、样品制备可能机械扰动电极。

原位（operando）XRD 在电芯实际循环中同步测量衍射图，实时观察晶体结构随荷电状态连续演变的过程——相变、晶格参数变化、无序引起的峰宽化。对于具有可逆相变的材料（如 LiFePO_4 在 FePO_4 与 LiFePO_4 之间的转变，或 NMC 等层状氧化物），原位数据能揭示系列非原位快照无法获取的信息。

本产品使这种测量可以在多数电池研究实验室已有的设备上实现：标准扣式电池封口钳和实验室 X 射线衍射仪。

电池结构原理

电池壳体为改良型 CR2032 扣式电池外壳，在一侧或两侧壳面加工了窗口孔，以聚酰亚胺（Kapton）薄膜密封，Kapton 对 X 射线的衰减极低。

X 射线束透过 Kapton 窗口进入电池内部，在电极材料上产生衍射。衍射信号从同一侧窗口出射（反射模式）或从对侧窗口出射（透射模式）到达探测器。电芯组装方式与标准 CR2032 完全相同。

单侧窗 vs 双侧窗：如何选择？

正极开窗版（单侧窗，XRD-POS-1）

窗口位于正极壳（阴极侧），适用于**反射模式 XRD**（Bragg-Brentano 几何），即绝大多数实验室衍射仪采用的几何构型。

选此版本，若：衍射仪采用 Bragg-Brentano 几何；研究对象是**正极材料**；希望选择更经济的方案。

双极开窗版（XRD-DUAL-1）

正负极壳两侧均有窗口，支持**透射模式 XRD**，以及同步测量两个电极、在同步辐射装置上的测量。

对于采用标准 Bragg-Brentano 几何研究正极材料的高校实验室，**单侧窗版本是正确且更经济的选择**。

Kapton 窗口的 X 射线特性

- **X 射线透过率**：对 Cu-K α 辐射 ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$)，25 μm Kapton 膜透过率约 90–92%
- **无荧光峰**：Kapton 对 Cu-K α 辐射不产生荧光峰
- **化学稳定性**：对标准碳酸酯基和醚基电解液稳定

电池组装要点

电极必须完整覆盖整个窗口面积，以窗口为中心，平整且负载均匀。使用冲孔机切割直径略大于窗口的圆形电极。电解液用量与标准扣式电池相同（60–80 μL ）。封口后目视检查窗口：应平整无变形，否则废弃。

衍射仪安装

电池放置在衍射仪平板样品台，高度设定使电极表面与衍射仪旋转轴共面。以弹簧触头或鳄鱼夹连接电位仪，避免施加机械压力变形电池。调整入射光束尺寸完全在窗口范围内，避免照射到金属壳体产生不锈钢衍射峰（43.6° 和 50.8°）。

数据解读

现象	机制解读
衍射峰位置连续移动	固溶机制：锂嵌入/脱出改变晶格参数，无相变
新峰突然出现/消失	两相反应：材料在两种晶体结构间转变
衍射峰宽化	结构无序增加——晶粒尺寸减小、微应变积累或堆叠层错

常见背景特征：Kapton 在约 15–25° 的宽散射峰（所有图谱中恒定，容易排除）；若光束溢出窗口，壳体不锈钢峰在 43.6° 和 50.8°。

窗口操作注意事项

切勿触摸或擦拭窗口表面。有灰尘时以氮气轻吹去除。组装前对光源目视检查窗口：应均匀透光，无针孔或褶皱。

相关产品

- [CR2032 扣式电池套装](#) — 非原位 XRD 参考样品制备
- [泡沫镍](#) — 电沉积或水热合成活性物质的电极基材
- [18650 电池壳](#) — 全电芯性能验证用圆柱电池格式