

原位 XRD 扣式電池操作指南：安裝、對準與數據品質

XRD 原位扣式電池實用操作指南：Kapton 窗口的原理、單側窗與雙側窗配置的選擇、在衍射儀上的對準方法，以及如何在電化學循環過程中獲得乾淨的衍射數據。

最後更新: 2026-08-25 · 線上閱讀: <https://labcorematerials.com/zh-hant/resources/xrd-in-situ-cell-guide>

什麼是原位 XRD？為何重要？

傳統（非原位）XRD 只能提供材料在某一荷電狀態下的晶體結構快照：組裝電芯、充放至目標電壓、拆解、取出電極、再測量。這個流程在每個步驟都引入誤差：拆解時電極氧化、電流停止後結構可能弛豫、樣品準備可能機械擾動電極。

原位（operando）XRD 在電芯實際循環中同步測量衍射圖，實時觀察晶體結構隨荷電狀態連續演變的過程——相變、晶格參數變化、無序引起的峰寬化。對於具有可逆相變的材料（如 LiFePO_4 在 FePO_4 與 LiFePO_4 之間的轉變，或 NMC 等層狀氧化物），原位數據能揭示系列非原位快照無法獲取的資訊。

本產品讓這種測量可以在多數電池研究實驗室已有的設備上實現：標準扣式電池封口機和實驗室 X 射線衍射儀。

電池結構原理

電池殼體為改良型 CR2032 扣式電池外殼，在一側或兩側殼面加工了窗口孔，以聚酰亞胺（Kapton）薄膜密封，Kapton 對 X 射線的衰減極低。

X 射線束透過 Kapton 窗口進入電池內部，在電極材料上產生衍射。衍射信號從同一側窗口出射（反射模式）或從對側窗口出射（透射模式）到達探測器。

電芯組裝方式與標準 CR2032 完全相同：電極堆疊、隔膜、電解質、彈片，裝入 20 mm 直徑外殼。電化學性能與密封扣式電池基本一致。

單側窗 vs 雙側窗：如何選擇？

正極開窗版（單側窗，XRD-POS-1）

窗口位於正極殼（陰極側），適用於**反射模式 XRD**（入射束與探測器在樣品同側），即絕大多數實驗室衍射儀採用的 Bragg-Brentano 幾何。

選此版本，若：

- 您的衍射儀採用 Bragg-Brentano 幾何（大多數粉末衍射儀均如此）
- 研究對象是**正極材料**（正極面對窗口）
- 希望選擇更經濟的方案

雙極開窗版 (XRD-DUAL-1)

正負極殼兩側均有窗口，支援**透射模式 XRD**，以及同步測量兩個電極、在同步輻射裝置上的測量。

選此版本，若：

- 測量需要透射幾何
- 需要在不拆解電池的情況下研究正負兩個電極
- 在同步輻射站測量

對於採用標準 Bragg-Brentano 幾何研究正極材料的大學實驗室，**單側窗版本是正確且更經濟的選擇。**

Kapton 窗口的 X 射線特性

- **X 射線透過率**：對 Cu-K α 輻射 ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$)，25 μm Kapton 膜透過率約 90–92%，在 10–80° 2 θ 範圍內衰減最小
- **無螢光峰**：Kapton 對 Cu-K α 輻射不產生螢光峰，不會污染電極衍射圖
- **化學穩定性**：對標準碳酸酯基和醚基電解質穩定

電池組裝要點

電極定位

電極必須：完整覆蓋整個窗口面積（典型窗口直徑 4–6 mm）；以窗口為中心；平整且負載均勻。使用沖孔機切割直徑略大於窗口的圓形電極，確保活性物質均勻分布在窗口區域。

電解質用量

與標準扣式電池相同（60–80 μL ）。過多電解質會增加液體對 X 射線束的路徑長度，提高背景散射。

封口後檢查

封口後目視窗口：應平整無變形。若窗口出現褶皺或凹痕，廢棄該電芯——窗口幾何必須平整以保證光束路徑一致。

衍射儀安裝

樣品台高度

電池放置在衍射儀平板樣品台上，高度設定應使電極表面（窗口後方的電極面）與衍射儀旋轉軸共面，與粉末樣品的安裝方式相同。

電氣連接

以彈簧觸頭或鱷魚夾連接電位器或充放電測試儀，避免施加可能使電池變形的機械壓力。確認電纜在整個 2 θ 掃描範圍內不遮擋光束或探測器。

光束尺寸

調整入射光束尺寸使其完全在窗口範圍內。光束覆蓋窗口以外的金屬殼體，會在 43.6° 和 50.8° 處產生奧氏體不鏽鋼的強衍射峰，污染圖譜。

數據解讀

現象	機制解讀
衍射峰位置連續移動	固溶機制：鋰嵌入/脫出改變晶格參數，無相變
新峰突然出現/消失	兩相反應：材料在兩種晶體結構間轉變
衍射峰寬化	結構無序增加——晶粒尺寸減小、微應變積累或堆疊層錯

常見背景特徵：Kapton 在約 15–25° 的寬散射峰（所有圖譜中恆定，容易識別排除）；若光束溢出窗口，殼體不鏽鋼峰在 43.6° 和 50.8°。

窗口操作注意事項

- 切勿觸摸窗口表面
- 切勿擦拭窗口——任何摩擦都會造成散射
- 若有灰塵，以氮氣輕吹去除，不接觸清潔
- 組裝前對光源目視檢查窗口：應均勻透光，無針孔或褶皺

相關產品

- [CR2032 扣式電池套組](#) — 非原位 XRD 參考樣品製備
- [泡沫鎳](#) — 電沉積或水熱合成活性物質的電極基材
- [18650 電池殼](#) — 全電芯性能驗證用圓柱電池格式

詢價聯絡: business@labcorematerials.com · labcorematerials.com

本指南僅供科研參考。實際操作前請結合自有設備條件與安全規程核對全部參數。