

一种新型普适半原位 XPS 样品转移装置的研制与应用

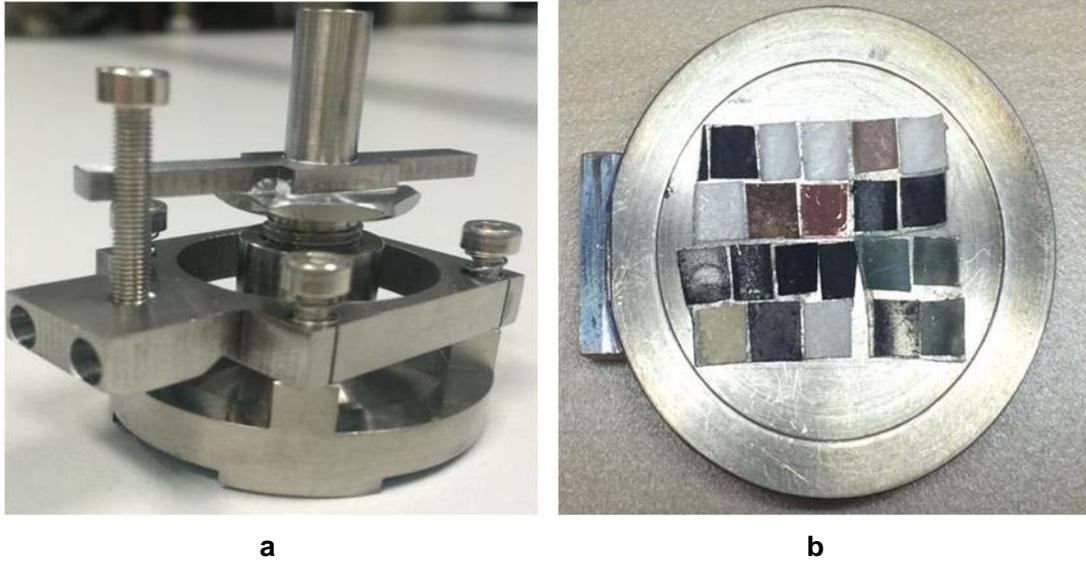
► 赵志娟 章小余 袁震

(分析测试中心光电子能谱组 [Tel: 010-62553516](tel:010-62553516) Email: xyiuzhang@iccas.ac.cn)

~~~~~

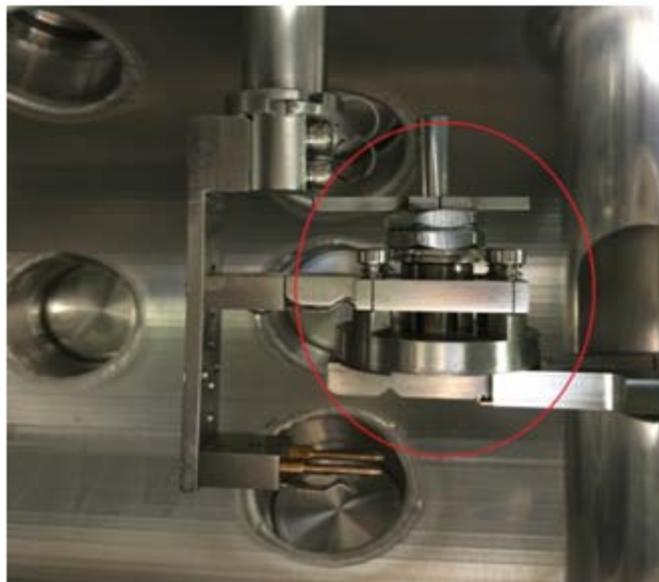
半原位 XPS 样品转移装置是针对一些表面比较敏感（如易氧化、易潮解）或者要求比较苛刻（如 UPS 样品）的特殊样品所研制的，目的是保护样品从手套箱中制备完成到进入能谱仪的整个过程不接触大气，避免在样品转移过程中外界环境对样品表面状态造成影响，保证科研数据测试的准确性和有效性。

本组自主研发的第一代半原位 XPS 样品转移装置(专利号:201620925237.5)于 16 年初投入使用，初期应用效果良好，但经过一段时间的实际使用后，我们发现半原位 XPS 样品转移装置存在一些不足：比如样品托放置样品区域较小，单次只能进样 4-6 个；其次样品罩配备的旋塞阀较重，不仅增加了整体装置的重量且使重心偏移，而且将其悬挂在仪器进样室的样品停放台时，若操作不当易造成脱离样品托的风险，因此我们对第一代装置进行了升级改进。新一代的半原位 XPS 样品转移装置最大的创新点是在样品罩上做了全新设计，特别研制了可连接真空气路的内部抽气开关（见图 1a），完全取代之之前使用的较为笨重的旋塞阀，在保证样品区域维持真空密封的同时很大程度上减轻了整体装置的重量，而且操作起来更简便易行。此外，在保留与能谱仪进样杆相匹配的特征外，进一步扩展了样品托可承载样品的区域面积（单次可放置样品数 20 个左右，见图 1b），大大提高了进样及测试效率。由于新设计的样品托相较于第一阶段在尺寸上扩大了将近两倍，考虑到仪器用样品托实际可利用的空间以及重量上的局限，我们对装置的各部件材质也进行了改进，由常规的不锈钢材质改为钛合金材质，保证了整体装置的重量均在能谱仪停放台及样品传送杆承重限度的范围内。



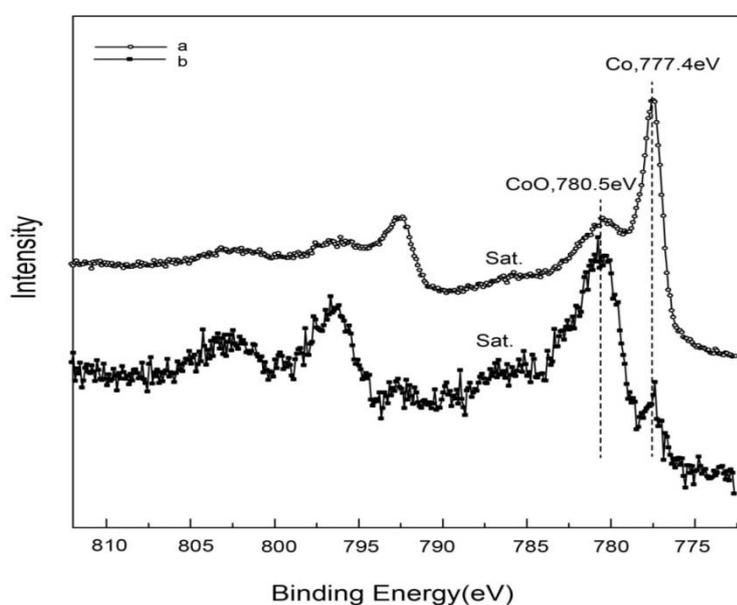
● 图 1 改进后的新型半原位 XPS 样品转移装置实物图（a 图为样品罩，b 图为样品托）

经过升级改进后的第二代半原位 XPS 样品转移装置整体结构更小巧轻便，易于操作，在放入谱仪进样室时，利用样品罩的独特设计，配合样品停放台与进样杆的同时双向对接，可以很好的固定半原位装置，如图 2 所示。待仪器腔室预抽至一定真空时，将样品停放台上旋适当的距离即可实现样品罩与样品托的分离，保证了样品后续的真空中传递与半原位测试。



● 图 2 新型普适半原位 XPS 样品转移装置送入能谱仪进样室的示意图

为了验证新型装置的有效性，我们选取了石墨炔上负载钴纳米催化剂的样品来进行 XPS 测试。图 3 是石墨炔上负载钴纳米粒子样品的钴的 XPS 谱图，其中 a 线代表采用半原位装置进样测得的 Co2p 谱图，b 线代表采用标准样品托常规进样测得的 Co2p 谱图。通过对比分析发现，采用常规进样方式测试，合成催化剂表面 Co 元素结合能为 780.5eV，对应  $\text{Co}^{2+}$ ，表明 Co 元素基本全部被氧化，这归咎于在常规转移过程中样品不可避免接触大气环境，由于样品表面敏感极易与空气（主要是氧气）发生作用从而改变表面的真实状态；而采用半原位装置重新进行测试，保证从样品制备出来到送入仪器测试的整个过程都不接触空气，XPS 结果显示催化剂表面的 Co 元素主要为 0 价的金属 Co（结合能为 777.5eV），还有少量的  $\text{Co}^{2+}$ ，这反映了样品更真实的接近原位的表面化学状态，与学生的预期结果吻合。



● 图 3 石墨炔上负载的钴纳米粒子样品的钴的 XPS 谱图

上述实验有力证明了我们新型半原位装置的有效性。该套装置已于 16 年 9 月底投入使用，目前已取得很好的应用效果。该装置已申请了实用新型专利，可普遍适用于其它 250 型号的电子能谱仪器上。

考虑到所内科研项目对于敏感材料（如锂电池、金属负载型催化剂等）原位测试的需求，我们自主研发的新型普适半原位 XPS 样品转移装置对于此类样品的

原位 XPS 测试有重要的应用意义,可以帮助课题组获得敏感样品更准确有效的实验数据。该装置的设计不仅能扩展 X 射线光电子能谱技术的应用范围,更好地为科研提供服务,而且对其它真空系统仪器原位测试也有着借鉴意义。