

## 一种新型 XPS 空气敏感样品正负压一体转移装置的研制

► 章小余 袁震 赵志娟

(光电子能谱组 Tel: 010-62553516 Email: xyiuzhang@iccas.ac.cn)

在传统X射线光电子能谱（XPS）分析测试领域，有时候会遇到一些特殊样品的测试问题，如磁性样品，空气敏感样品等，对于前者，通过改变测试方法即可以解决，而对于后者，则需要借助新的技术才能获得有效的测试数据。随着XPS在新能源新材料领域的普及应用，针对表面比较敏感（如易氧化、易潮解）或者要求比较苛刻（如UPS样品）的特殊样品，本组自2015年先后研制并改进了3代半原位样品转移装置（具体的研制与改进见图1），它能够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。半原位样品转移装置研制至今已投入使用四年多，为所内课题组及周边院校提供了高质量的数据支撑，应用效果良好。



图1、半原位XPS样品转移装置的研制与改进

近几年我们一直使用的半原位XPS样品转移装置，相比于以前的装置，它的结构设计更优化，使用效果也不错，但仍存在一些不足之处。首先，该装置样品罩设计较为复杂，如果实验人员操作不当，可能导致装置存在细微的漏率，对测

试结果造成影响，特别是在长途运输情况下；其次，该装置需要配备真空抽气系统，成本较高，不利于推广使用；此外，该装置采用燕尾夹将密封罩与样品台固定在一起，在转移与拆卸过程中容易出现两侧受力不均的情况，导致样品暴露大气。针对装置存在的以上缺点，我们进行了深入改进，提出了正负压一体的设计概念并研制了第四代产品，即新型XPS空气敏感样品正负压一体样品转移装置，该装置成本较低、结构精巧、操作便捷，具有正负压转移的特点，适用于不同的场合。

具体来说，空气敏感类特殊样品通常需要放在手套箱（通常为正压）内制备样品，将该装置通过传递舱放入手套箱并将样品粘到样品台上，利用紧固挡板和螺钉将样品台和密封罩固定在一起（见装置实物图2），此时我们有两种方式可选。第一种是负压模式，逆时针旋动螺帽至螺帽限位沟槽顶部，将装置放入手套箱配备的传递舱，将样品罩与样品台之间抽成真空环境（约5 MPa），待样品转移至XPS实验室后，卸掉紧固挡板与螺钉，将装置整体送入能谱仪进样室超高真空环境中进行传接，从而实现样品在转移过程中与环境的隔绝，该模式适合较短时间或一般性空气敏感样品的转移。第二种是正压模式，顺时针旋动螺帽至螺帽限位沟槽底部，此时样品所在区域密封为正压惰性气氛（压力、环境气氛与手套箱内相同），直至样品转移至XPS实验室，再利用能谱仪实验室专用的真空系统将样品所在区域迅速抽成真空（约5 MPa），卸掉紧固挡板与螺钉，即可将装置整体送入能谱仪进样室超高真空环境中进行传接，此模式适合较长时间（异地转移样品）或极度空气敏感样品的转移。

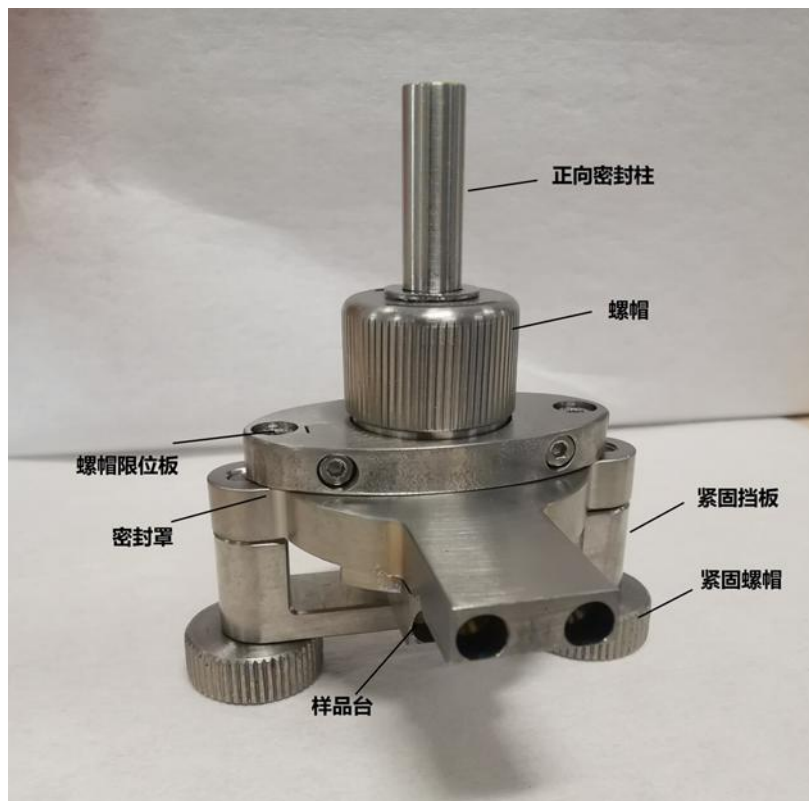


图2、新型XPS空气敏感样品正负压一体样品转移装置实物图

目前，我们研制的新型XPS空气敏感样品正负压一体样品转移装置已经在化学所内投入使用，并已应用于国内一些科研院所以及高校相关科研团队的研究项目中。但是对于国内大多数研究锂电材料、金属催化剂及钙钛矿材料等涉及空气敏感类材料的课题组来说，受一些因素所限，在使用XPS仪器对材料进行测试时仍然只能采取常规方式（制样过程不可避免的需要暴露大气）进样，因此我们希望能够将本组研制的转移装置推广应用到更多的科研单位，为能源、环境、催化等领域的科研工作提供重要的技术支撑。

综上所述，我们研制的新型XPS空气敏感样品正负压一体样品转移装置具有四个突出的创新点。第一，新装置兼具正负压转移模式，适用不同的样品转移要求；第二，采用负压模式转移时，无需单独配备一套含机械泵、真空计、抽气管路与阀门的真空系统，成本降低近90%；第三、转移失败率大大降低，新的装置使用紧固螺钉和挡板固定，转移过程更安全；使用球形压头作用在样品台（圆形）的轴线上，使密封受力均匀，避免了拆卸紧固装置（将样品台与密封罩紧固在一起的装置）时受力不均匀导致的转移失败。第四、装置整体均使用钛合金材料，

兼顾了零件强度与轻量化的要求。相比之前所研制的装置，其操作的便捷性、安全性及有效性有进一步提升，在能源、环境、催化等领域有很好的推广应用前景。

版权为中国科学院化学研究所分析测试中心所有