

空气敏感样品的惰性气氛转移保护装置

万鹏¹, 蔡蕊¹, 王旭日², 高晓霞¹, 徐强¹

(1.大连理工大学分析测试中心, 辽宁 大连 116024; 2.大连理工大学 化工学院, 辽宁 大连 116024)

摘要: 锂、钠等极其容易在空气中氧化的样品在进行分析表征时, 普遍存在从手套箱中转移后氧化变质的问题。市面上虽然已有商品化的真空/惰性气氛转移装置, 但存在不同设备间通用性差, 需要接口改造, 价格昂贵等问题。自主研发了一种惰性气氛转移保护装置, 通过自驱动设计, 使密封于装置内的样品舱时间可控地缓慢弹出, 可应用于扫描电镜, 聚焦离子束显微镜等真空设备, 为样品在转移和设备抽真空等待过程中提供全流程的惰性气氛保护。该装置设计巧妙, 简便可靠, 适用性强, 无需设备改造, 可实现同类型进口装置的功能替代, 应用前景广泛。

关键词: 转移保护装置; 空气敏感样品; 扫描电镜; 惰性气氛

1 案例装置的研发背景与应用场景

空气敏感样品指一类极易在空气中发生氧化或吸潮的样品, 其在进行大型仪器表征时, 受样品暴露于空气中极易变质的影响, 必须在转移过程中对其进行保护。例如, 利用扫描电镜分析锂离子电池电极材料时, 样品在从手套箱中取出转移至扫描电镜, 等待电镜抽真空达到一定真空值这一过程中, 均要求样品不能与空气接触, 否则, 仅数秒钟的暴露就将严重影响样品表面形貌和成分的分析结果。针对这一问题, 市面上纷纷推出一系列真空/惰性气氛转移装置, 用以实现样品在转移过程中的保护^[1,2]。但这些装置往往存在适用设备单一、难以应用于不同厂牌电镜, 需对手套箱及相关设备进行接口改造, 价格高昂课题组难以负担的问题^[3]。因此, 用户和市场都亟需一款通用性强, 简便稳定, 成本较低的保护装置。

2 案例装置的设计理念与技术路线

2.1 装置设计核心创新点

为实现保护功能, 其核心思路就是将样品在手套箱中的保护状态延长至整个转移过程中, 并需要一个驱动力, 驱动样品从密封环境中暴露于所转移设备的真空环境中。基于这个设计理念, 设计了一种惰性气氛的样品转移保护装置, 其**核心创新点**为: 1、摒弃传统“揭盖子”式的样品暴露方式, 采用“拉抽屉”的样品弹出方式, 简便易实施; 2、赋予样品舱密封圈密封惰性气氛与阻尼器的双重功能, 实现样品舱时间可控地弹出; 3、装置内设置自驱动装置,

无需外力驱动，大大提高了装置的易操作性与普适性，可适用于扫描电镜、聚焦离子束显微镜等多类型真空设备。

2.2 装置设计技术路线与使用方法

2.2.1 样品的保护方式

市面上一般采用真空保护或惰性气氛保护两种路线。真空保护对装置密封性的要求更高，考虑到装置在手套箱中进行组装，可以直接利用手套箱中的惰性气氛，且装置的样品舱容积小，其内气体在释放时对设备真空值影响不大，故本装置采用惰性气氛保护方式。

2.2.2 转移装置的主要组成部分

装置主要由套筒，样品舱，样品台，自驱动装置，扣盖以及阻止件组成。套筒上设计有观察窗口用于暴露样品。采用“躺卧式”样品舱设计，使样品舱在套筒内横向滑动，实现从密封位置向暴露窗口的自由滑动。样品舱两端设置有密封圈。密封圈同时兼具密封惰性气氛，以及为样品舱提供运动阻尼的功能。通过调整密封圈参数调节运动阻尼大小，实现样品舱在保护套筒内的速度可控滑动。采用自驱动装置为样品舱提供驱动力，驱动力大小可轻松调节。装置示意图如图 1 所示。

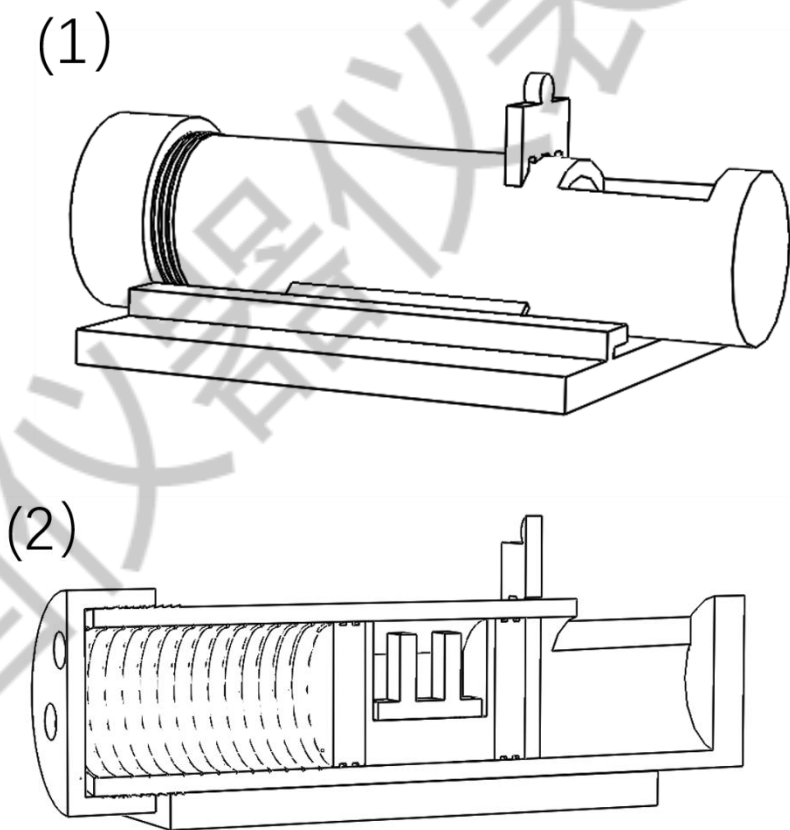


图 1 转移装置的侧视图（1）与剖面图（2）

2.2.3 转移装置的使用方法

以下装置使用方法以在扫描电镜中的应用为例。

装置在手套箱内完成组装。样品台通过紧定螺丝固定于样品舱内。根据所需推出时间选择合适的密封圈。将装载有样品的样品舱推入套筒内。通过放置于观察窗口前的阻止件将样品舱固定于预定的密封位。装入自驱动装置，扣紧扣盖。此时装置完成组装。

将组装好的转移装置从手套箱中取出。装置下端设计有矩形支脚，用导电胶带将支脚粘在电镜马达台上实现装置的固定。在抽真空前抽出套筒内的阻止件，随即对电镜样品室抽真空。样品舱将缓慢向观察窗口移动，待样品完全暴露于窗口下方，即可进行电镜表征工作。

3 案例装置的实际展示与应用效果

3.1 装置弹出过程的考察

在日立热场发射扫描电镜 SU5000 上实地考察装置的弹出情况。经记录，整个弹出过程匀速稳定，样品舱最终停止于套筒的观察窗口下并稳定不动，弹出时长约为 2 分 40 秒。在样品舱弹出瞬间，电镜真空值处于 $6.0\text{e}^{-2}\text{Pa}$ 左右，由于样品舱内惰性气体的释放，真空值出现 2-3 秒的平台期，随后继续下降，但并未观察到真空值因气体释放明显升高的现象。

3.2 装置保护效果的展示

在单质锂保护效果的实验中，可以看到经过转移装置的保护，金属锂呈现出光滑的表面形貌（如图 2-(1)所示），将样品取出后在空气中暴露 2 分钟再重新进行观测，发现锂表面覆盖了一层粗糙的氧化产物颗粒（如图 2-(2)所示），两者形貌差异对比十分明显，显示出转移装置出色的保护能力。

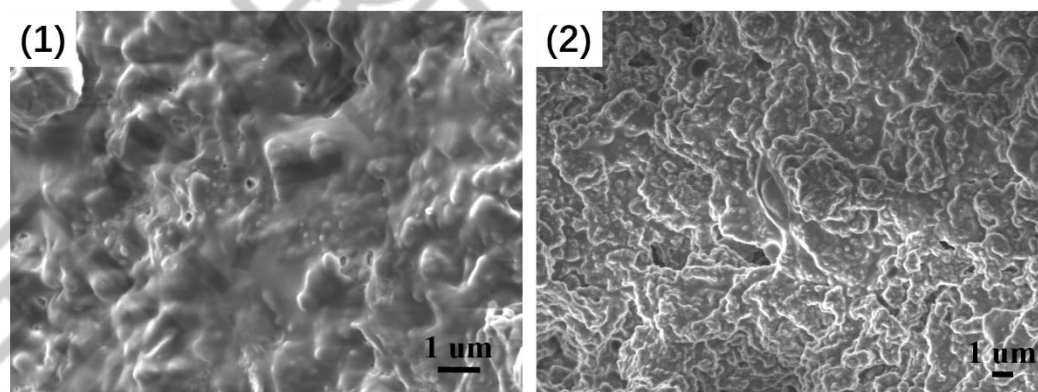


图 2 经装置保护的金属锂表面形貌(1)与同一样品在空气中暴露 2 分钟后的表面形貌(2)

3.3 装置机械稳定性以及导电性的考察

扫描电镜对样品台的稳定性和导电性有很高要求。稳定性主要体现在电子束在样品表面扫描时，样品台有很高的机械稳定性，不会发生抖动，偏移等现象。导电性表现为样品台与

电镜样品台接触良好，自身不会由于零部件导电性不佳而产生样品电荷累积问题。从图 1 中展示的清晰，立体感强，无漂移、畸变的扫描电镜图片可以看出，装置具有良好的机械稳定性与导电性，可得到高质量、高分辨的扫描电镜结果。

4 案例装置的优越性与意义

该装置相比于市面上其他真空/惰性气氛转移装置其优越性如下：1. 采用延时弹出的创新思路，结合“拉抽屉”式的样品舱弹出方式，极大增加了装置使用的灵活性，可应用于任意一款扫描电镜，以及其他类型真空设备；2. 简易小巧，相较于其他同类型产品简便易用，无需对手套箱、真空设备进行接口改造，成本较低，适用于配备手套箱的用户自备。

综上所述，该装置具有广阔的应用前景和商业价值，可实现进口同类型产品功能的替代，十分适合在锂离子、钠离子电池等涉及空气敏感材料的产业或研究领域中广泛推广。

参考文献：

[1]袁震，章小余，赵志娟. 一种样品转移装置及转移方法: CN112345572B. 2022-03-01

[2]赵鑫，张传杰，樊丽丽. 一种适用于小型化扫描电镜的样品真空转移装置: CN212459471U. 2021-02-02

[3]赛默飞电镜惰性气体/真空保护样品传输系统 CleanConnect™， [2022-08-08].

<https://www.instrument.com.cn/news/20220808/626943.shtml>