

# 透射电子显微镜样品杆流体输送中的 真空压力和流量精密控制解决方案

## Precise Control Solution of Vacuum Pressure and Flow Rate in Fluid Transportation of Transmission Electron Microscope Sample Holder

摘要：针对环境扫描/透射电子显微镜对样品杆中的真空压力气氛环境和流体流量精密控制控制要求，本文提出了更简单高效和准确的国产化解决方案。解决方案的关键是采用动态平衡法控制真空压力，真空压力控制范围为 $1E-03Pa\sim 0.7MPa$ ；采用压差法控制微小流量，解决了以往采用质量流量控制器较难对混合气体和微小流量准确控制的难题，可实现气体和液体在 $0.005sccm\sim 10slm$ 范围内的流量的高精度控制。

### 1. 问题的提出

在环境扫描/透射电子显微镜（ESEM/ETEM）技术应用中，常会在研究对象附近创造出一个气氛环境，以研究固体和气体在原子尺度上相互作用过程中发生的现象。这种气氛环境通常为负压低真空或高于一个大气压的正压压力，由一个称之为环境样品杆“environmental sample holder”的密封形式的特殊气体样品架来提供。典型的环境样品杆结构如图1所示，其具有两个进出端口，用于气体或液体流入和流出位于样品架尖端的空腔。

一般电子显微镜样品杆及其进气控制装置需具有以下功能：

(1) 样品杆具有独立的气氛环境和很好的密封性，极低的漏率使得电子显微镜能正常工作在超高真空条件下。

(2) 进入样品杆的一种或多种气体，采用一个或多个质量流量控制器（MFC）来控制流量，且每个MFC需要根据进气气体进行独立校准。

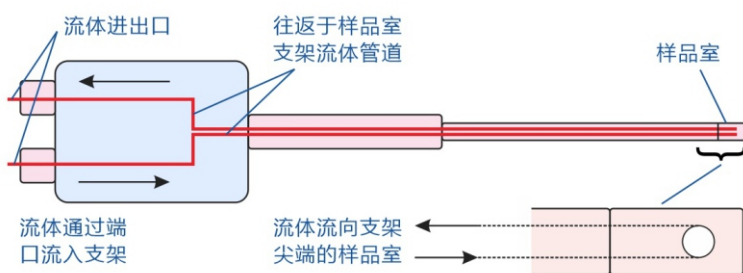


图1 典型的电子显微镜样品杆

在实际研究过程中，上述功能的电子显微镜样品杆进气控制装置还存在以下几方面的问题需要解决：

(1) 无法实现真空压力的精密控制，即无法为被测样品提供稳定的真空压力环境，且随着反应过程的进行以及温度变化和反应气体的挥发，无法使真空压力不受影响并保持稳定。

(2) 对于原子尺度上的研究，通常会涉及到纳米粒子的气体反应，这就要求进出样品杆的气体流速低至 $0.005\text{ SCCM}$ 或更低，且始终保持稳定，这是采用MFC无法控制实现的。此外，由于MFC是针对特定的气体种类来进行校准，所以复杂的气体混合物或未知的混合物不能被精确地计量。

因此，考虑到上述现有技术的问题，本文提出一种能准确控制样品杆内部真空压力环境以及全量程控制通过样品杆的气体流速的解决方案，且流速的控制与气体种类无关。

## 2. 解决方案

针对电子显微镜气体样品杆内的真空压力控制，解决方案的基本原理是动态平衡法，使得样品杆的进气流量与排气流量达到不同的平衡状态，实现不同真空压力的精密控制。

针对电子显微镜气体样品杆内的混合气体流量控制，解决方案的基本原理是压差法，使得样品杆的进出气口两端形成恒定压差，调节出气口开度大小来实现不同微小流量的精密控制。

### 2.1 真空压力控制

气体样品杆的真空压力控制装置如图2所示，整个装置主要由电控针阀、真空计、真空压力控制器和真空泵组成。装置中配置了两个电控针阀，分别用来调节进气流量和排气流量。真空计用来测量样品杆内的真空度，控制器采集真空计信号与设定值对比，驱动针阀来进行恒定控制。

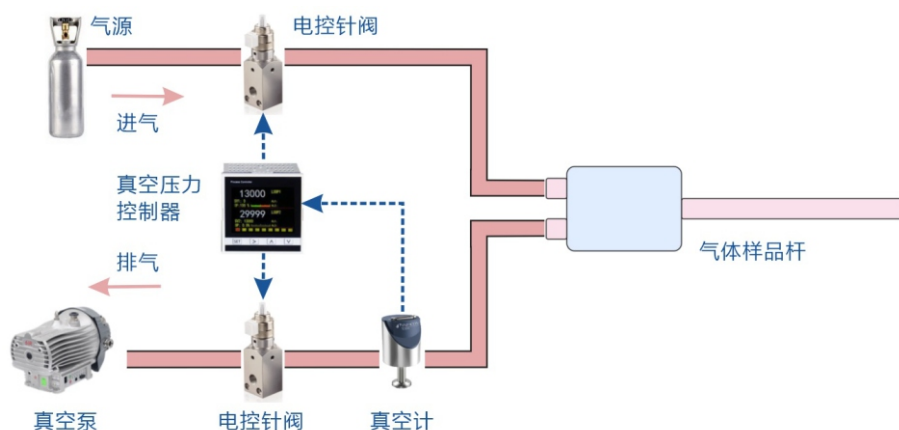


图2 气体样品杆真空压力控制装置

在此真空压力控制装置的具体使用过程中，需注意以下几点：

(1) 此控制装置可实现宽泛范围内的真空度控制，如从1Pa~0.1MPa（绝对压力），且可以轻松达到±1%的控制精度。但需要注意的是需要至少采用两只电容真空计来覆盖整个范围，如果控制精度要求不高，可直接使用一只测量精度较差的皮拉尼等真空计来覆盖全真空度范围。

(2) 此控制装置也可实现正压压力的精密控制，如从0.1MPa~0.7MPa（绝对压力），可以轻松达到±0.5%的控制精度。具体应用时，可以将真空计处增加一个正压压力传感器。

(3) 控制装置中的真空压力控制器需要是两通道的高精度控制器，控制器可连接两只真空度传感器并驱动两个电控针阀，并可在两只真空计之间进行自动切换。在具体控制过程中，低真空（1000Pa~0.1MPa）范围内，具体控制方式是恒定进气针阀开度而自动调节排气针阀开度；在高真空（1Pa~1000Pa）范围内，控制方式是100%排气针阀开度而自动调节进气针阀开度。

(4) 如果需要对气体样品杆内进行更高真空度（1E-04Pa~1Pa）范围的控制，则需更换真空计和进气针阀并增加分子泵等，关键是需将进气针阀更换为阀门开度更小（微米量级）和进气流量更低的可变泄漏阀。

(5) 如果采用非电容式真空计作为真空度传感器来进行真空度控制，要求真空压力控制器需具有输入信号线性处理功能，这是因为除了电容式真空计外，其他形式的真空计输出的都是非线性信号，要实现准确的真空度控制，就要求真空压力控制器具有多点拟合线性化处理功能。

## 2.2 微小流量控制

气体样品杆的微小流量控制装置结构如图3所示，整个装置主要由电控针阀、流量计、PID调节器、压力控制器和上下游气罐组成。装置中配置了两个气罐分别来恒定气体样品杆进出口两端的压力以形成压差，然后PID调节器根据设定值来调节电控针阀实现流量的精密控制。

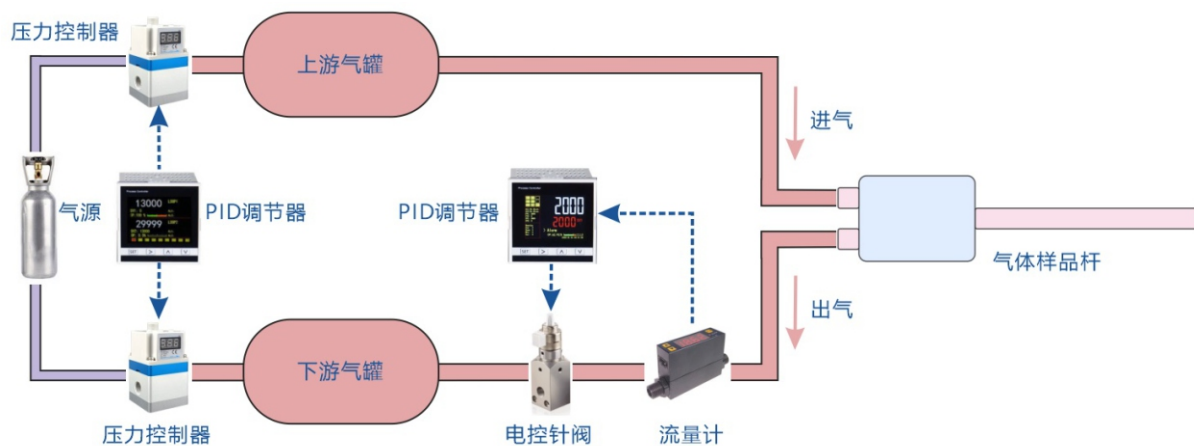


图3 气体样品杆精密流量控制装置

在此微小流量精密控制装置的具体使用中，需注意以下几方面的内容：

(1) 因为流量控制是基于压差法，所以只需能提供稳定的压力差，且调节电控针阀的开度就可实现流量控制。压力差精密可控，且针阀的开度也可自动调节，这是保证微小流量精密控制的关键。

(2) 另外决定微小流量精密控制的因素是流量计和PID调节器的精度，因此在采用满足流量测量范围要求的高精度流量计的同时，还需采用高精度的PID调节器，如24位AD和16位DA。

(3) 同样，为了实现稳定的高精度的压差供给，需要对上下游气罐的压力进行精密控制。简单的方法是通过双通道的PID调节直接设定两个压力控制器为不同的压力控制值，采集压力控制器内部自带的压力传感器信号进行控制。如果要求实现更高精度的压差控制，则需在上下游气罐上增加更高精度的压力传感器并分别与PID调节器连接。

(4) 图3所示的气体样品杆流量控制装置同样适用于液体的流量控制，同样可以实现液体微小流量的高精度控制。

## 3. 总结

综上所述，采用本文解决方案中真空、压力和流量控制装置，可实现以下功能：

(1) 真空压力控制范围为 $1\text{E}-03\text{Pa}\sim 0.7\text{MPa}$ （绝对压力）， $1\text{E}-03\text{Pa}\sim 1\text{Pa}$ 真空度范围内的控制精度可达 $\pm 15\%$ ， $1\text{Pa}\sim 0.1\text{MPa}$ 真空度范围内的控制精度可达 $\pm 1\%$ ， $0.1\text{MPa}\sim 0.7\text{MPa}$ 范围内正压压力控制精度可达 $0.5\%$ 。上述控制精度主要由真空计和压力传感器的测量精度决定。

(2) 流量控制范围为 $0.005\text{sccm}\sim 10\text{slm}$ ，控制精度可达 $\pm 1\%$ ，主要由流量计测量精度决定。流量控制装置可适应于气体和液体。