

# 显微镜探针冷热台的真空压力 和气氛精密控制解决方案

## Solution of Vacuum Pressure Precision Control for Microscope Probe Hot and Cold Stages

摘要：针对目前国内外显微镜探针冷热台普遍缺乏真空压力和气氛环境精密控制装置这一问题，本文提出了解决方案。解决方案采用了电动针阀快速调节进气和排气流量的动态平衡法实现0.1~1000Torr范围的真空压力精密控制，采用了气体质量流量计实现多路气体混合气氛的精密控制。此解决方案还具有很强的可拓展性，可用于电阻丝加热、TEC半导体加热制冷和液氮介质的高低温温度控制，也可以拓展到超高真空度的精密控制应用。

### 1. 问题的提出

探针冷热台允许同时进行样品的温控和透射光/反射光观察，支持腔内样品移动、气密/真空腔、红外/紫外/X光等波段观察、腔内电接线柱、温控联动拍摄、垂直/水平光路、倒置显微镜等，广泛应用于显微镜、倒置显微镜、红外光谱仪、拉曼仪、X射线等仪器，适用于高分子/液晶、材料、光谱学、生物、医药、地质、食品、冷冻干燥、X光衍射等领域。

在上述这些材料结构、组织以及工艺过程等的微观测量和研究中，普遍需要给样品提供所需的温度、真空、压力、气氛、湿度和光照等复杂环境，而现有的各种探针冷热台往往只能提供所需的温度变化控制，尽管探针冷热台可以提供很好的密闭性，但还是缺乏对真空、压力、气氛和湿度的调节及控制能力，国内外还未曾见到相应的配套控制装置。为了实现探针冷热台的真空压力、气氛和湿度的准确控制，本文提出了相应的解决方案，解决方案主要侧重于真空压力和气氛控制问题，以解决配套装置缺乏现象。

### 2. 解决方案

针对显微镜探针冷热台的真空压力和气氛的精密控制，本解决方案可达到的技术指标如下：

- (1) 真空压力：绝对压力范围0.1Torr~1000Torr，控制精度为读数的 $\pm 1\%$ 。
- (2) 气氛：单一气体或多种气体混合，气体浓度控制精度优于 $\pm 1\%$ 。

本解决方案将分别采用以下两种独立的技术实现真空压力和气氛的精确控制：

(1) 真空压力控制：采用动态平衡法技术，通过控制进入和排出测试腔体的气体流量，使进气和排气流量达到动态平衡从而实现宽域范围内任意设定真空压力的准确恒定控制。

(2) 气氛控制：采用气体质量流量控制技术，分别控制多种工作气体的流量，由此来实现环境气体中的混合比。

采用上述两种控制技术所设计的控制系统结构如图1所示。

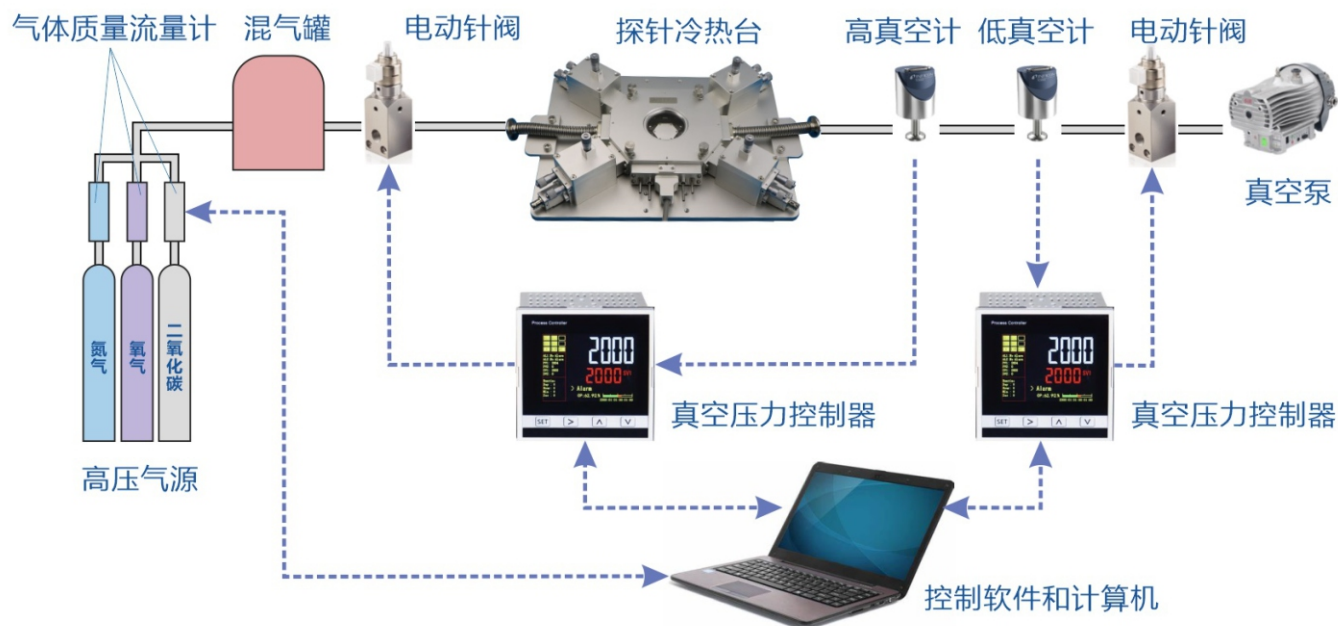


图1 真空压力和气氛控制系统结构示意图

如图1所示，真空压力控制系统由进气电动针阀、高真空计、低真空计、排气电动针阀、高真空压力控制器、低真空压力控制器和真空泵组成，并通过以下两个高低真空压力控制回路来对全量程真空压力进行精密控制：

(1) 高真空压力控制回路：真空压力控制范围为0.1Torr~10Torr（绝对压力），控制方法采用上游控制模式，控制回路由进气电动针阀（型号：NCNV-20）、高真空计（规格：10Torr电容真空计）和真空压力程序控制器（型号：VPC20201-1）组成。

(2) 低真空压力控制回路：真空压力控制范围为10Torr~1000Torr（绝对压力），控制方法采用下游控制模式，控制回路由排气电动针阀（型号：NCNV-120）、低真空计（规格：1000Torr电容真空计）和真空压力程序控制器（型号：VPC20201-1）组成。

由此可见，对于全量程真空压力的控制采用了两个不同量程的薄膜电容真空计进行覆盖，这种薄膜电容真空计可以很轻松的达到0.25%的读数精度。真空计所采集的真空度信号传输给真空压力控制器，控制器根据设定值与测量信号比较后，经PID算法计算后输出控制信号驱动电动针阀来改变进气或排气流量，由此来实现校准腔室内气压的精密控制。

在全量程真空压力的具体控制过程中，需要分别采用上游和下游控制模式，具体如下：

(1) 对于绝对压力0.1Torr~10Torr的高真空压力范围的控制，首先要设置排气电控针阀的开度为某一固定值，通过运行高真空度控制回路自动调节进气针阀开度来达到真空压力设定值。

(2) 对于绝对压力10Torr~1000Torr的低真空压力范围的控制，首先要设置进气针阀的开度为某一固定值，通过运行低真空度控制回路自动调节排气针阀开度来达到真空压力设定值。

(3) 全量程范围内的真空压力变化可按照设定曲线进行程序控制，控制采用真空压力控制器自带的计算机软件进行操作，同时显示和存储过程参数和随时间变化曲线。

显微镜探针冷热台内的真空压力控制精度主要由真空计、电控针阀和真空压力控制器的精度决定。除了真空计采用了精度为 $\pm 0.25\%$ 的薄膜电容真空计之外，所用的NCNV系列电控针阀具有全量程 $\pm 0.1\%$ 的重复精度，所用的VPC2021系列真空压力控制器具有24位AD、16位DA和0.01%最小输出百分比，通过如此精度的配置，全量程的真空压力控制可以达到很高的精度，考核试验证明可以轻松达到 $\pm 1\%$ 的控制精度，采用分段PID参数，控制精度可以达到 $\pm 0.5\%$ 。

对于探针冷热台内的气氛控制，如图1所示，采用了多个气体质量流量控制器来对进气进行精密的流量调节，以精确控制各种气体的浓度或所占比例。通过精密测量后的多种工作气体在混气罐内进行混合，然后再进入探针冷热台，由此可以准确控制各种气体比值。在气氛控制过程中，需要注意以下两点：

(1) 对于某一种单独的工作气体，需要配备相应气体的气体质量流量控制器。

(2) 混气罐压力要进行恒定控制或在混气罐的出口处增加一个减压阀，以保持混气罐的出口压力稳定，这对准确控制校准腔室内的真空压力非常重要。

### 3. 总结

综上所述，本解决方案可以彻底解决显微镜探针冷热台的真空压力控制问题，并具有很高的控制精度和自动控制能力。另外，此解决方案还具有以下特点：

(1) 本解决方案具有很强的适用性和可拓展性，通过改变其中的相关部件参数指标就可适用于不同范围的真空压力，更可以通过在进气口增加微小流量可变泄漏阀，实现各级超高真空度的精密控制。

(2) 本解决方案所采用的控制器也可以应用到冷热台的温度控制，如帕尔贴式TEC半导体加热制冷装置的温度控制、液氮温度的低温控制。

(3) 解决方案中的控制器自带计算机软件，可直接通过计算机的屏幕操作进行整个控制系统的调试和运行，且控制过程中的各种过程参数变化曲线自动存储，这样就无需再进行任何的控制软件编写即可很快搭建起控制系统，极大方便了微观分析和测试研究。

在目前的显微镜探针冷热台环境控制方面，还存在微小空间内湿度环境的高精度控制难题，这将是我们的后续研究和开发的内容之一。