



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102589964 A

(43) 申请公布日 2012. 07. 18

(21) 申请号 201210034327. 1

(22) 申请日 2012. 02. 15

(71) 申请人 中国科学院上海应用物理研究所  
地址 201800 上海市嘉定区嘉罗公路 2019 号

(72) 发明人 何上明 李爱国 闫帅 李晓丽  
林建波 邹杨 余笑寒

(74) 专利代理机构 上海智信专利代理有限公司  
31002

代理人 邓琪

(51) Int. Cl.  
G01N 1/44 (2006. 01)

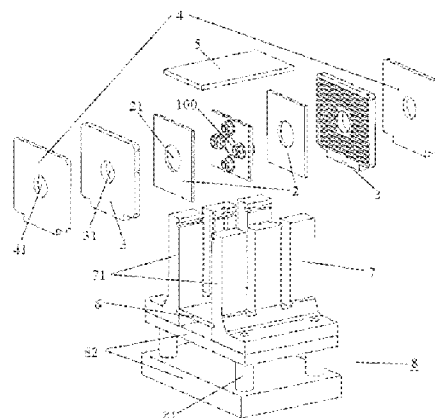
权利要求书 2 页 说明书 5 页 附图 5 页

(54) 发明名称

加热装置

(57) 摘要

本发明提供一种加热装置,用于加热高温熔盐同步辐射原位测试的样品圆片,该加热装置包括:带有样品圆槽的样品池,所述样品圆片容纳于样品圆槽中;在样品池两侧平行于样品池依次设置的加热板和侧隔热板,所述加热板和侧隔热板上分别设有与所述样品圆槽同轴的加热板通光孔和侧隔热板通光孔;覆盖于所述样品池及其两侧的加热板上方的上隔热板,以及平铺于所述样品池及其两侧的加热板下方的下隔热板;用于支撑所述样品池、加热板、侧隔热板、上隔热板和下隔热板的支承座。本发明的加热装置,在样品池两侧平行于样品池设置带有通光孔的加热板,加热均匀高效,降低能耗,通过围绕样品池设置的隔热板获得良好的隔热保温效果,结构紧凑,体积小巧。



1. 一种加热装置,用于加热高温熔盐同步辐射原位测试的样品圆片,其特征在于,该加热装置包括:

带有样品圆槽的样品池,所述样品圆片容纳于样品圆槽中;

在样品池两侧平行于样品池依次设置的加热板和侧隔热板,所述加热板和侧隔热板上分别设有与所述样品圆槽同轴的加热板通光孔和侧隔热板通光孔;

覆盖于所述样品池及其两侧的加热板上方的上隔热板,以及平铺于所述样品池及其两侧的加热板下方的下隔热板;

用于支撑所述样品池、加热板、侧隔热板、上隔热板和下隔热板的支承座。

2. 如权利要求1所述的加热装置,其特征在于,所述样品池包括相对设置并紧固的两夹持片,至少一个夹持片的相对面上设有样品圆槽,两夹持片上分别开有与样品圆槽同轴的通孔,所述通孔的直径小于样品圆片的直径。

3. 如权利要求1所述的加热装置,其特征在于,所述样品池包括相对设置并紧固的两夹持片,至少一个夹持片的相对面上设有样品圆槽,两夹持片的相背面上分别开有与样品圆槽同轴的盲孔。

4. 如权利要求2或3所述的加热装置,其特征在于,所述夹持片由热解氮化硼或热压氮化硼制成。

5. 如权利要求1所述的加热装置,其特征在于,所述加热板朝向所述样品池的一面设有用于容纳电阻丝的布线槽。

6. 如权利要求5所述的加热装置,其特征在于,进一步包括,夹在所述样品池和加热板之间且平行于样品池设置的导热板,所述导热板上设有与所述样品圆槽同轴的导热板通光孔。

7. 如权利要求6所述的加热装置,其特征在于,所述加热板通光孔的直径与所述侧隔热板通光孔的直径相等。

8. 如权利要求7所述的加热装置,其特征在于,所述加热板通光孔的直径大于所述样品圆槽的直径。

9. 如权利要求8所述的加热装置,其特征在于,所述导热板通光孔的直径大于所述加热板通光孔的直径。

10. 如权利要求6所述的加热装置,其特征在于,所述支承座包括平行且相对设置的两支承部,每个支承部包括相互垂直的底板和侧板,两侧板的相对面上对应地竖直设有用于容纳样品池的中心定位槽以及用于容纳导热板的中间定位槽,两侧板的顶面上对应地竖直设有用于容纳加热板及侧隔热板的侧定位槽,所述侧定位槽位于所述中心定位槽的两侧,所述中间定位槽位于所述侧定位槽和中心定位槽之间且与侧定位槽连通,两侧板的相对面的顶部对应地水平设有用于容纳上隔热板的上定位槽,两侧板的相对面的底部对应地水平设有用于容纳下隔热板的下定位槽。

11. 如权利要求10所述的加热装置,其特征在于,进一步包括,用于安装所述支承座的隔热底座,该隔热底座包括至少两个由支撑杆间隔开的底隔热板。

12. 如权利要求5所述的加热装置,其特征在于,所述加热板由热压氮化硼或氧化铝制成。

13. 如权利要求12所述的加热装置,其特征在于,所述电阻丝由Pt-Rh合金或钼或钽制

成。

14. 如权利要求 6 所述的加热装置,其特征在于,所述导热板由热压或热解氮化硼制成。

15. 如权利要求 10 所述的加热装置,其特征在于,所述支承座由热压氮化硼制成。

16. 如权利要求 11 所述的加热装置,其特征在于,所述侧隔热板、上隔热板、下隔热板、底隔热板由多晶氧化铝制成。

17. 如权利要求 16 所述的加热装置,其特征在于,所述支撑杆由不锈钢或镍合金制成。

## 加热装置

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种用于高温熔盐同步辐射原位测试样品的加热装置。

### 背景技术

[0002] 氟盐在核能研发中具有重要用途。例如,氟盐因其作为熔盐反应堆的燃料和热载体而在该堆型中处于核心地位。此外,氟盐还可在核废料的高温化学处理、高温反应堆的冷却和高温反应堆至制氢工厂的传热中发挥难以替代的作用。

[0003] 核能混合氟盐通常工作在 650–1000 °C 的高温段,其成分和结构对其热效率、物理化学性质、中子慢化和吸收特性以及对容器、管道的腐蚀性均具有重要影响。为此,我们需要通过一些高温原位测试手段对其进行表征。

[0004] 第三代同步辐射光源因具有亮度高、准直性好和穿透性强等优势特别适于原位测试,能为以混合氟盐为代表的熔盐研究提供优越的实验平台,如 X 射线精细结构吸收谱(XAFS)用于研究熔盐混合物中离子种类和结构的表征(f 电子与化合价态,局部结构,包括配位数、键长、键角和离子间距等,成分、温度和氧化态对熔盐性质的影响等);X 射线衍射用于不同温度下的熔盐相变和结构表征;小角 X 射线散射(SAXS)用于表征高温熔体的网络结构、熔体中结晶团粒结构粒度和形状及其演化;X 射线非弹性散射技术用于探测熔盐的能带结构等。

[0005] 此外,对于同族的氯化盐、溴化盐和碘化盐以及碳酸盐和硅酸盐等高温熔体的研究同样对高温同步辐射原位测试技术有着强烈的需求,包括地球化学学科中的水热流体中金属的种类形成和矿物溶解度,矿床研究和勘查和地热系统研究,以及化学工程系统(如金属熔盐电解冶炼和精炼,湿法冶金,以熔盐为电解质的燃料电池和蓄电池)、生物/环境研究等。例如,获得水热流体中金属复合物的化学计量和稳定性信息是理解水热系统中金属的溶解、传输和沉淀过程的前提。

[0006] 高温熔盐同步辐射原位测试面临的挑战包括高达 1000 °C 的高温、强烈的熔盐腐蚀、吸湿、熔体挥发和狭小的测试空间限制等,因此要求实验装置尽可能地小巧并具有高效的加热和冷却系统以及高气密性。

[0007] 法国研究小组(A. Rollet, C. Bessada, Y. Auger, P. Melin, M. Gailhanou, D. Thiaudiere, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, Vol. 226, 2004, 第 447–452 页)首先研究出由热解氮化硼制成的熔盐样品池,成功解决了熔盐容器和安全测试问题。热解氮化硼能够耐熔盐腐蚀,并且具有高纯度、低孔隙度和高热导率的优点,将其加工成中心部位为薄壁盲孔的夹持片后能为熔盐样品圆片提供良好的密闭气氛保护和温度均匀分布的测试条件。外热式加热装置被用于加热样品,测试时首先将装有样品圆片的样品池放入管式真空炉中,再将管式真空炉置于加热装置中加热,也就是说,该加热装置的体积必须大于管式真空炉的体积,因而导致加热装置较为庞大,并且由加热装置的电阻丝发出的热量在传递至样品圆片的过程中将会受到管式真空管的阻碍,因此加热效率较为低下。另外,适用于外热式加热装置的管式真空炉通常内部空间比较小,不利于样品更

换和部件维修。

[0008] 日本的研究小组 (H. Matsu ura, S. Watanabe, H. Akatsuka, Y. Okamoto, A. K. Adya, Journal of Fluorine Chemistry, Vol. 130, 2009, 第 53-60 页) 采用内热式加热装置对样品池中的样品圆片进行加热, 该加热装置包括由 Pt-Rh20% 合金制成的电阻丝缠绕的两个氧化铝加热板, 该加热板与样品池垂直地设置, 将样品池夹在中间, 然后整体置于桶状真空炉中, 多孔氧化铝 / 氧化硅填充于加热装置和真空炉内壁之间辅助隔热, 保证真空炉外窗的工作温度和环境温度低于安全值。这种内热式加热装置较为小巧, 而适用于内热式加热装置的真空炉通常容积较大, 加热装置与真空炉内壁之间尚有较大空间, 易于更换样品和维修部件。但是, 由于加热板与样品池垂直设置, 容易造成加热不均匀, 加热效率低, 能耗高。

### 发明内容

[0009] 本发明的目的是提供一种加热装置, 用于加热高温熔盐同步辐射原位测试样品, 该加热装置结构紧凑, 体积小巧, 加热均匀高效, 降低能耗。

[0010] 基于上述目的, 本发明所采用的技术方案为:

[0011] 一种加热装置, 用于加热高温熔盐同步辐射原位测试的样品圆片, 该加热装置包括: 带有样品圆槽的样品池, 所述样品圆片容纳于样品圆槽中; 在样品池两侧平行于样品池依次设置的加热板和侧隔热板, 所述加热板和侧隔热板上分别设有与所述样品圆槽同轴的加热板通光孔和侧隔热板通光孔; 覆盖于所述样品池及其两侧的加热板上方的上隔热板, 以及平铺于所述样品池及其两侧的加热板下方的下隔热板; 用于支撑所述样品池、加热板、侧隔热板、上隔热板和下隔热板的支承座。

[0012] 所述样品池包括相对设置并紧固的两夹持片, 至少一个夹持片的相对面上设有样品圆槽, 两夹持片上分别开有与样品圆槽同轴的通孔, 所述通孔的直径小于样品圆片的直径。

[0013] 所述样品池包括相对设置并紧固的两夹持片, 至少一个夹持片的相对面上设有样品圆槽, 两夹持片的相背面上分别开有与样品圆槽同轴的盲孔。

[0014] 所述夹持片由热解氮化硼或热压氮化硼制成。

[0015] 所述加热板朝向所述样品池的一面设有用于容纳电阻丝的布线槽。

[0016] 所述加热装置进一步包括, 夹在所述样品池和加热板之间且平行于样品池设置的导热板, 所述导热板上设有与所述样品圆槽同轴的导热板通光孔。

[0017] 所述加热板通光孔的直径与所述侧隔热板通光孔的直径相等。

[0018] 所述加热板通光孔的直径大于所述样品圆槽的直径。

[0019] 所述导热板通光孔的直径大于所述加热板通光孔的直径。

[0020] 所述支承座包括平行且相对设置的两支承部, 每个支承部包括相互垂直的底板和侧板, 两侧板的相对面上对应地竖直设有用于容纳样品池的中心定位槽以及用于容纳导热板的中间定位槽, 两侧板的顶面上对应地竖直设有用于容纳加热板及侧隔热板的侧定位槽, 所述侧定位槽位于所述中心定位槽的两侧, 所述中间定位槽位于所述侧定位槽和中心定位槽之间且与侧定位槽连通, 两侧板的相对面的顶部对应地水平设有用于容纳上隔热板的上定位槽, 两侧板的相对面的底部对应地水平设有用于容纳下隔热板的下定位槽。

[0021] 所述加热装置进一步包括, 用于安装所述支承座的隔热底座, 该隔热底座包括至

少两个由支撑杆间隔开的底隔热板。

[0022] 所述加热板由热压氮化硼或氧化铝制成。

[0023] 所述电阻丝由 Pt-Rh 合金或钼或钽制成。

[0024] 所述导热板由热压或热解氮化硼制成。

[0025] 所述支承座由热压氮化硼制成。

[0026] 所述侧隔热板、上隔热板、下隔热板、底隔热板由多晶氧化铝制成。

[0027] 所述支撑杆由不锈钢或镍合金制成。

[0028] 本发明的加热装置,在样品池两侧平行于样品池设置带有通光孔的加热板,加热均匀高效,降低能耗,通过围绕样品池设置的隔热板获得良好的隔热保温效果,结构紧凑,体积小巧。

### 附图说明

[0029] 图 1 是盲孔样品池的结构示意图;

[0030] 图 2 是通孔样品池的结构示意图;

[0031] 图 3 是本发明的加热装置的分解示意图;

[0032] 图 4(a)-图 4(c) 是本发明的加热装置的组装过程示意图;

[0033] 图 5 是图 4(b) 对应的俯视图;

[0034] 图 6 是本发明的加热装置的加热板的结构示意图;

[0035] 图 7 是本发明的加热装置的支承座的支撑部的结构示意图。

### 具体实施方式

[0036] 下面根据附图,给出本发明的较佳实施例,并予以详细描述,使能更好地理解本发明的功能、特点。

[0037] 图 1、图 2 分别示出了适用于本发明的两种样品池,即盲孔样品池 1 和通孔样品池 100,实验人员可根据实验要求、实验次数和经济条件等进行选择。

[0038] 图 1 示出了盲孔样品池 1 的结构,该盲孔样品池 1 包括相对设置并由螺钉 13 紧固的两夹持片 11,该夹持片 11 由热解氮化硼制成,尺寸为 29mm×25mm×1mm。其中至少一个夹持片 11 的相对面上设有用于容纳熔盐样品圆片 14 的样品圆槽 12,两夹持片 11 的相背面上分别开有与样品圆槽 12 同轴的盲孔 15,测试时,X 光穿过盲孔 15 底部的薄壁打在样品圆片 14 上。由于这种盲孔样品池的夹持片采用高纯度、低孔隙率的热解氮化硼制作,并设置了均匀分布的 8 个螺钉紧固点使两夹持片 11 周边大面积紧密接触,能为熔盐样品提供良好的密闭条件,适于检测对环境较敏感样品。另外,因有盲孔 15 底部薄壁的支撑,该盲孔样品池可测氟盐/氮化硼重量比较高的样品而不用担心氟盐高温下融化造成的散架。然而,热解氮化硼原料价格非常昂贵,而且盲孔底部薄壁处厚度仅为 0.2mm,容易破裂而难以加工,成品率低,更不利的是在测试后夹持片因薄壁受到熔盐的污染而不能重复利用,这就造成了高昂的实验成本。

[0039] 图 2 示出了通孔样品池 100 的结构。该通孔样品池 100 为对环境不敏感熔盐样品的测试提供了经济的选择。通孔样品池 100 包括相对设置并由螺钉 103 紧固的两夹持片 101,尺寸为 29mm×25mm×1mm,其材料可选用热压氮化硼。热压氮化硼虽然孔隙率较高,杂

质多,但其易于加工,价格较热解氮化硼更为便宜,并且其导热率和抗热震性能均不低。其中至少一个夹持片 101 的相对面上设有样品圆槽 102,两夹持片上分别开有与样品圆槽 102 同轴的通孔 105,所述通孔 105 的直径小于样品圆片 104 的直径。测试时将样品圆片 104 置于样品圆槽 102 中,再通过均匀分布的 4 个螺钉紧固点将两夹持片 101 紧固在一起,X 光穿过通孔 105 打在样品圆片 104 上。由于样品圆片 104 仅与通孔 105 周围一圈的夹持片接触,而样品测试区域又仅限于样品圆片 104 中心的较小范围内,不会与通孔 105 周围区域重叠,从而使得两个夹持片 101 在简单清洁后即可重复使用,而不会污染到样品圆片 104 中心的测试区域。

[0040] 样品圆片 14、104 通常由一定比例的熔盐和氮化硼的混合粉末压制而成,可通过改变熔盐与氮化硼的比例和试样的厚度来调节样品对 X 光的吸收系数。使用通孔样品池 100 时,氟盐与氮化硼的重量比通常在  $1/9 \sim 1/4$  之间,而使用盲孔样品池 1 时,氟盐与氮化硼的重量比可高于上述值。若氟盐与氮化硼的重量比过高时,在高温下氟盐将从氮化硼中基体中溢出;若氟盐与氮化硼的重量比过低时,氮化硼基体粉末有可能会影响氟盐样品的局域结构。在本实施例中,试样的直径为 10mm,厚度为  $0.4 \sim 1\text{mm}$ 。

[0041] 样品圆片 14、104 的制作均在充满干燥的氩气惰性气体的真空手套箱中进行。若采用通孔样品池 100,可先在真空手套箱中将样品圆片 104 装入通孔样品池 100 并紧固好,再用有封口的塑料袋将通孔样品池 100 整体套入并封好,待转移到处于真空炉腔中的加热装置附近后,在流动氩气的保护下解封,将通孔样品池 100 取出并装入加热装置中。如此可较好地保护熔盐样品,在节省实验成本的同时尽量避免熔盐样品受潮气和氧气的影响。

[0042] 以使用通孔样品池 100 的加热装置为例,其分解结构如图 3 所示,其组装过程如图 4(a)-(c) 所示,图 5 为图 4(b) 对应的俯视图。参照图 3-图 5,本发明的加热装置包括在通孔样品池 100 及其两侧平行于通孔样品池 100 依次设置的导热板 2、加热板 3 和侧隔热板 4,覆盖于通孔样品池 100 及其两侧的导热板 2、加热板 3 上方的上隔热板 5,平铺于通孔样品池 100 及其两侧的导热板 2、加热板 3 下方的下隔热板 6,以及用于支撑上述各部件的支承座 7。

[0043] 加热板 3 的材料为热压氮化硼或氧化铝,其结构如图 6 所示,加热板 3 朝向样品池的一面设有弯折绕行、均匀分布、宽度为 1.1mm 的布线槽 32,用于容纳电阻丝(未示出),电阻丝可选用高熔点、抗氧化、直径小、韧性好和寿命长的 Pt-(13-30%)Rh 合金丝或钼丝或钽丝,从而保证了加热装置的高效率和长时间工作的可靠性,该电阻丝直径为 1mm,长度为 280-480mm,两根串联,电压 6-36V,总功率 600-1500W。

[0044] 导热板 2 的材料可选用导热率高、电绝缘性能好的陶瓷,如热压或热解氮化硼,从而提高从加热板 3 到样品圆片 104 的传热效率,同时防止加热板 3 上的电阻丝从布线槽 32 中弹出而造成短路。

[0045] 导热板 2、加热板 3 和侧隔热板 4 上分别设有与样品圆槽 102 同轴的导热板通光孔 21、加热板通光孔 31 和侧隔热板通光孔 41,也就是说,导热板通光孔 21、加热板通光孔 31、侧隔热板通光孔 41 与样品圆槽 102 的中心位于同一轴线上,测试时,X 光将沿此轴线穿过各通光孔并最终打在样品圆槽中的样品圆片上。优选地,加热板通光孔的直径与侧隔热板通光孔的直径相等且略大于样品圆槽的直径,差值一般控制在 0.3mm 以内,这样可使 X 光较完整检测到样品圆片的所有部位。另外,导热板通光孔的直径优选略大于加热板通光孔的

直径,这是由于导热板放置在加热板和样品池之间时可能由于存在缝隙而倾斜,如果导热板通光孔的直径等于或小于加热板通光孔的直径,则可能会对光路造成阻挡。

[0046] 支承座 7 采用热压氮化硼制作,体积和厚度较大的热压氮化硼坯料比较容易获得,便于加工成型,价格也比热解氮化硼低,导热率和抗热震性能较好,不易热裂。在本发明的加热装置的一个实施例中,支承座 7 包括平行且相对设置的两支承部 71,其中,每个支承部 71 的结构如图 7 所示,包括相互垂直的底板 72 和侧板 73,两侧板 73 的相对面上对应地竖直设有用于容纳样品池的中心定位槽 74 以及用于容纳导热板的中间定位槽 78,中心定位槽 74 的宽度约为 2mm,两侧板的顶面上对应地竖直设有用于容纳加热板及侧隔热板的侧定位槽 75,侧定位槽 75 位于中心定位槽 74 的两侧约 6mm 处,中间定位槽 78 位于侧定位槽 75 和中心定位槽 74 之间且与侧定位槽 75 连通,两侧板 73 的相对面的顶部对应地水平设有用于容纳上隔热板的上定位槽 76,两侧板的相对面的底部对应地水平设有用于容纳下隔热板的下定位槽 77。由此,侧隔热板、上隔热板、下隔热板与支承座一起构成一个热屏蔽盒子而将样品池围在中间,从而获得良好的隔热保温效果。

[0047] 如图 7 所示,中心定位槽 74 从侧板的相对面凹入侧板内部但不贯穿整个侧板厚度,由于样品池是易耗品,而制作样品池的材料热解氮化硼又比较昂贵,如此设置可以减小样品池的尺寸,有利于降低更换样品池所带来的材料成本,并且避免传递到样品池周围的热量从中心定位槽的缝隙流失;导热板定位槽 78 也是从导热效率上考虑凹入侧板内部但不贯穿;而侧定位槽 75 从侧板顶面凹入侧板内部并且贯穿整个侧板厚度,以便引出加热板的电阻丝导线,另外,在加热板在从正面对样品池进行热传导和热辐射的同时,由于热压氮化硼的导热率大于  $20\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ ,是普通陶瓷的十倍,非常有利于被加热板加热后的氮化硼侧板从侧面将热量传递给样品池,从而实现高效和均匀地加热熔盐样品的目的。

[0048] 本发明的加热装置,还包括用于安装支承座 7 的隔热底座 8,所述隔热底座包括至少两个由耐高温的不锈钢或镍合金制成的圆柱体支撑杆 81 间隔开的底隔热板 82,用于阻隔热量向下方传递以保证测试时位于加热装置下方的其它设备处于安全的工作温度范围内。侧隔热板、上隔热板、下隔热板以及底隔热板通常选用隔热性能优良的陶瓷材料,如多晶氧化铝纤维板。

[0049] 以上所述的,仅为本发明的较佳实施例,并非用以限定本发明的范围,本发明的上述实施例还可以做出各种变化。即凡是依据本发明申请的权利要求书及说明书内容所作的简单、等效变化与修饰,皆落入本发明专利的权利要求保护范围。



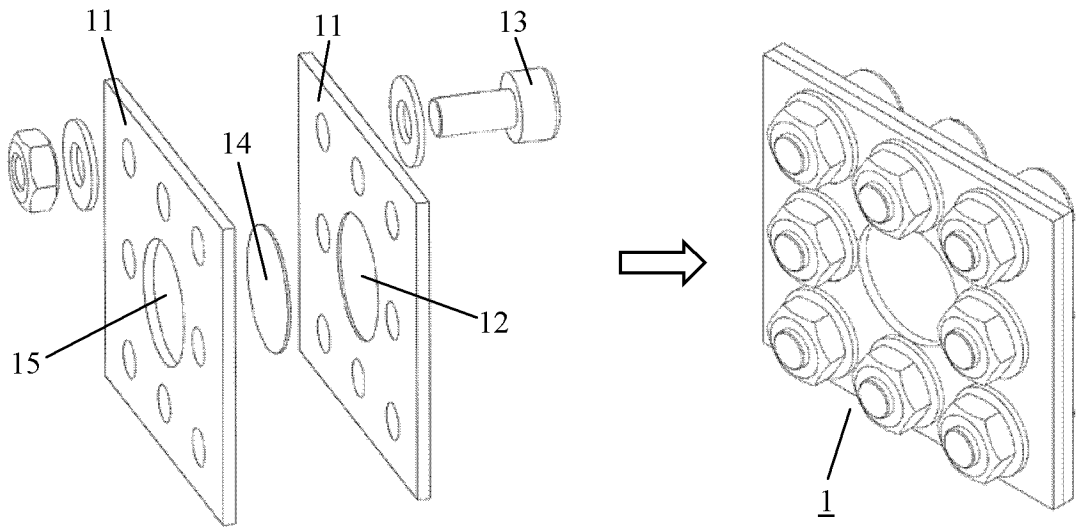


图 1

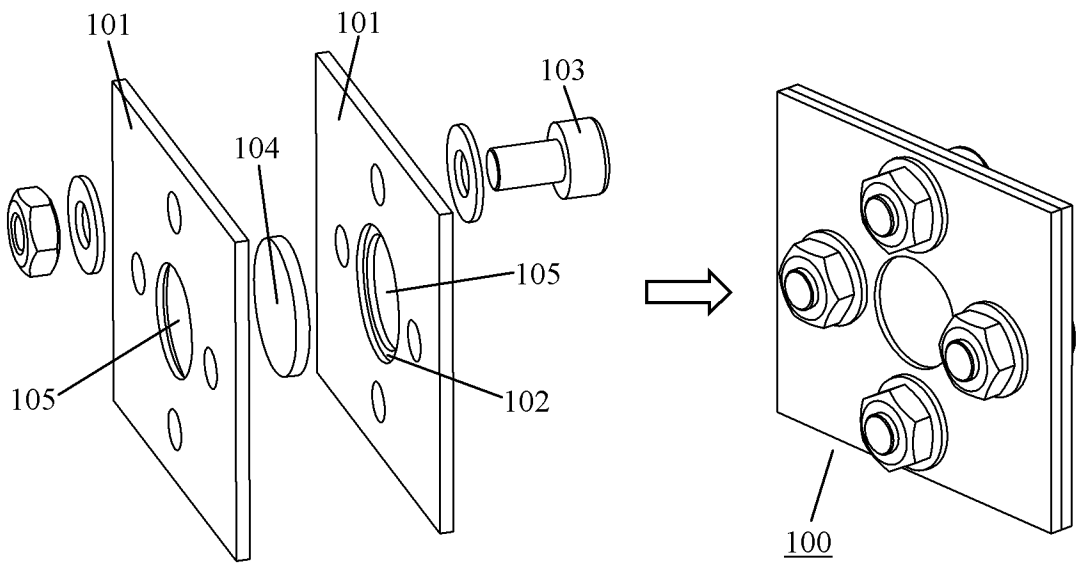


图 2

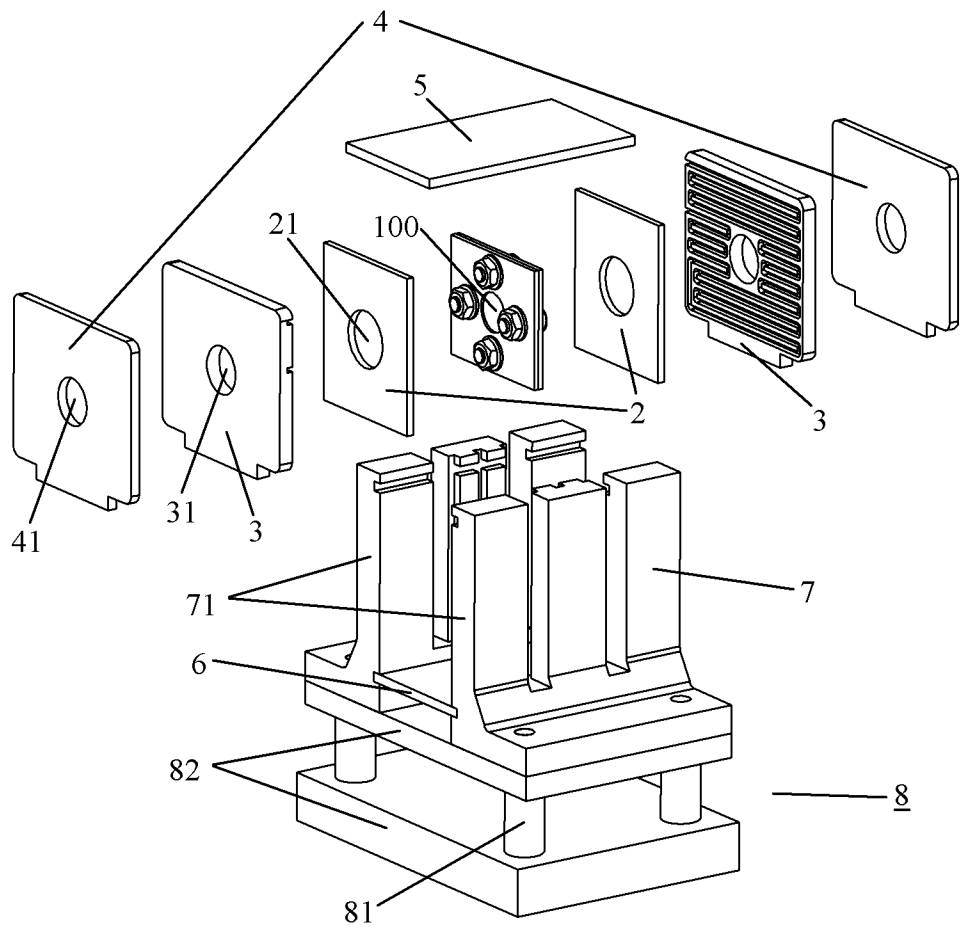


图 3

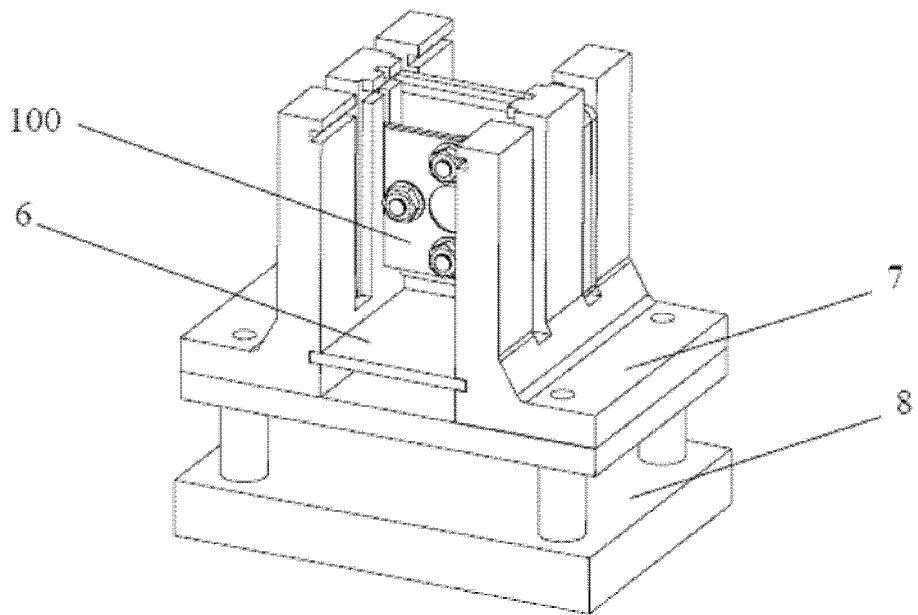


图 4(a)

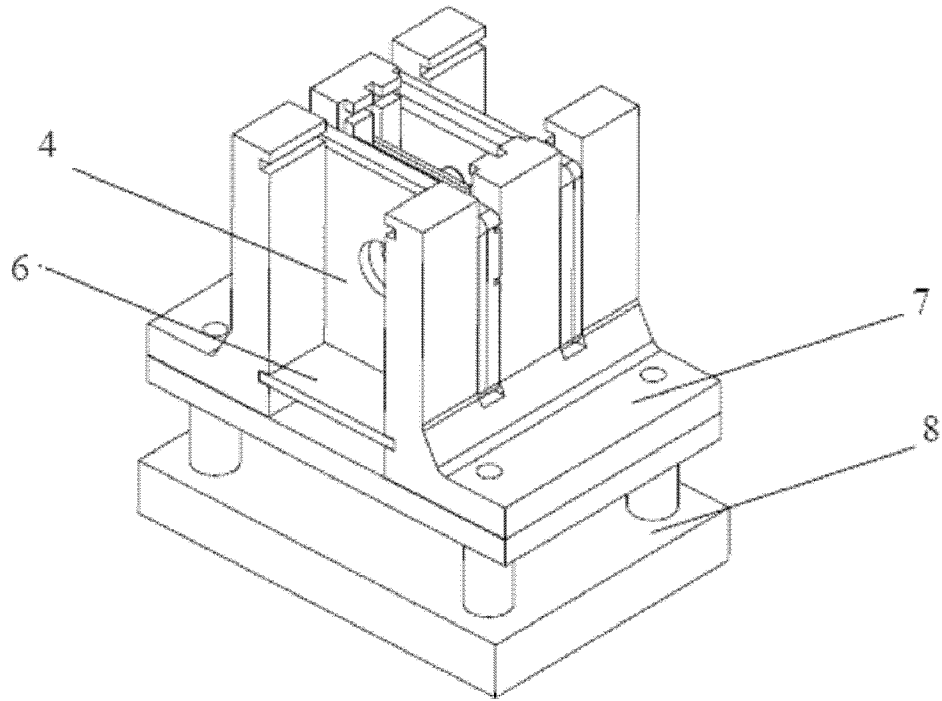


图 4(b)

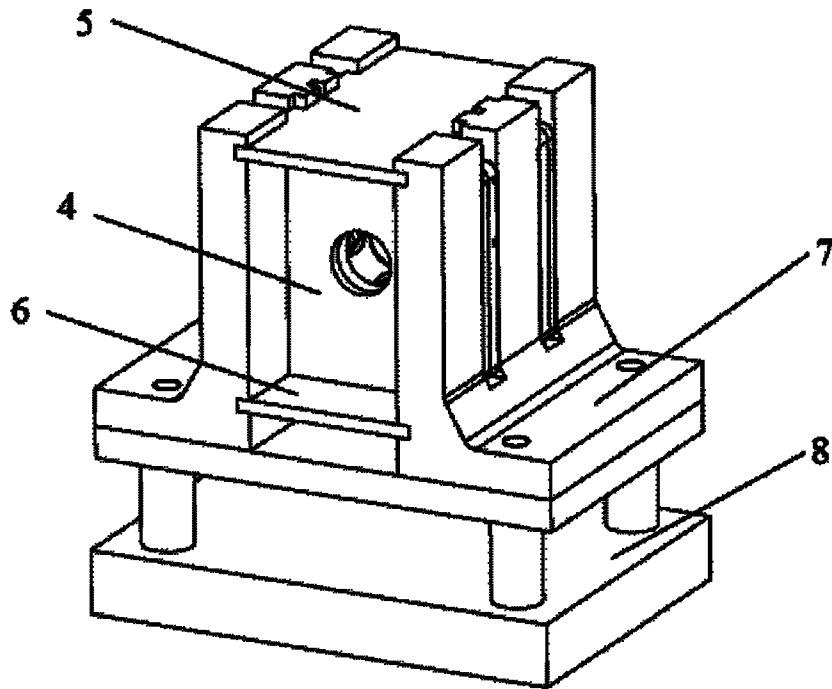


图 4(c)

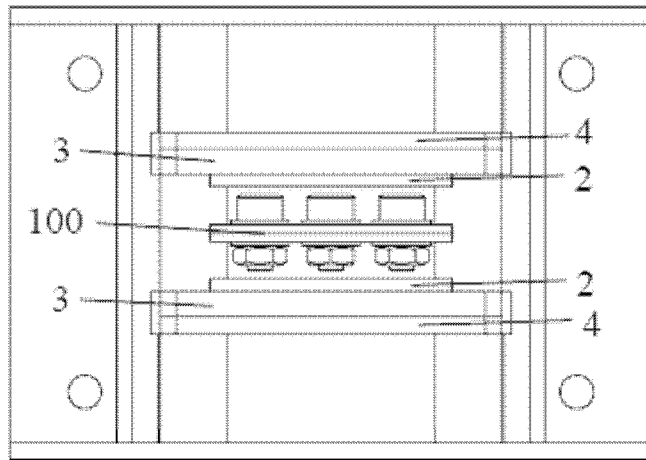


图 5

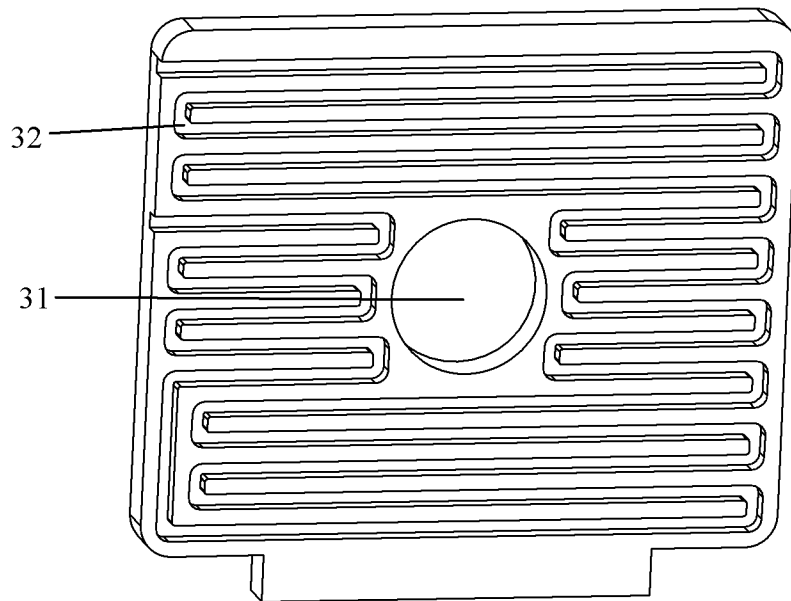


图 6

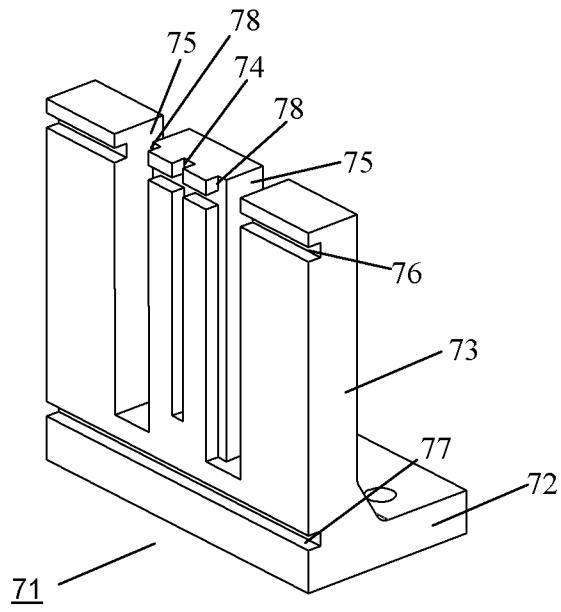


图 7