



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106288796 A

(43)申请公布日 2017.01.04

(21)申请号 201610592451.8

(22)申请日 2016.07.26

(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 于海生 魏向军 姜政 孙凡飞
汪丽华 黄宇营 张晓哲

(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 宋丽荣

(51)Int.Cl.
F27B 17/02(2006.01)
G01N 23/223(2006.01)
G01N 23/06(2006.01)

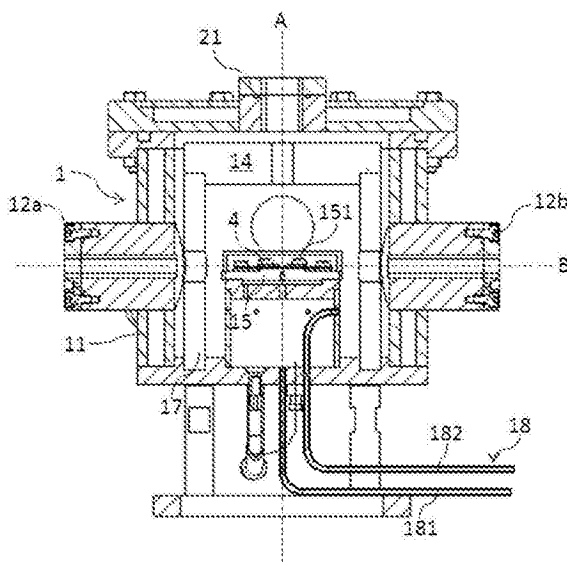
权利要求书1页 说明书3页 附图3页

(54)发明名称

一种掠入射XAFS高温原位炉

(57)摘要

本发明涉及一种掠入射XAFS高温原位炉,其具有中心纵轴并包括围绕着中心纵轴设置的炉体、炉盖和炉座,其中,炉体通过炉座支撑,炉盖设置于炉体的上方并与其固定连接,炉体具有主体和由主体限定的炉腔,主体上设置有用于X射线入射的第一窗口、用于X射线出射的第二窗口和用于荧光探测的第三窗口,第一窗口与第二窗口的中心轴线位于一根直线上,直线垂直于中心纵轴,第三窗口的中心轴线垂直于由中心纵轴和直线所限定的平面,炉盖上设置有用于荧光探测的第四窗口,第四窗口的中心轴线与中心纵轴重合,炉腔内设置有样品台,样品台的顶表面与直线之间的夹角在 $0-5^{\circ}$ 之间。本发明的掠入射XAFS高温原位炉能够对固液界面进行XAFS测试。



1. 一种掠入射XAFS高温原位炉,其具有中心纵轴并包括围绕着该中心纵轴设置的炉体、炉盖和炉座,其中,炉体通过炉座支撑,炉盖设置于炉体的上方并与其固定连接,其特征在于,该炉体具有主体和由该主体限定的炉腔,该主体上设置有用于X射线入射的第一窗口、用于X射线出射的第二窗口和用于荧光探测的第三窗口,第一窗口与第二窗口的中心轴线位于一根直线上,该直线垂直于中心纵轴,第三窗口的中心轴线垂直于由中心纵轴和该直线所限定的平面,炉盖上设置有用于荧光探测的第四窗口,该第四窗口的中心轴线与中心纵轴重合,炉腔内设置有样品台,样品台的顶表面与直线之间的夹角在 $0-5^{\circ}$ 之间。

2. 根据权利要求1所述的掠入射XAFS高温原位炉,其特征在于,第三窗口与第一窗口之间的距离等于第三窗口与第二窗口之间的距离。

3. 根据权利要求1所述的掠入射XAFS高温原位炉,其特征在于,第一窗口和第二窗口为铍窗窗口。

4. 根据权利要求1所述的掠入射XAFS高温原位炉,其特征在于,样品台的顶表面与直线之间的夹角在 $0.1-2^{\circ}$ 之间。

5. 根据权利要求1所述的掠入射XAFS高温原位炉,其特征在于,炉体还包括有加热系统,该加热系统包括有直接设置于样品台下方的加热丝,其中,该加热系统可拆卸连接或不可拆卸连接于主体。

6. 根据权利要求1所述的掠入射XAFS高温原位炉,其特征在于,炉体还包括有围绕着样品台设置的保温罩,该保温罩可拆卸连接或不可拆卸连接于主体。

7. 根据权利要求6所述的掠入射XAFS高温原位炉,其特征在于,样品台和保温罩由热解氮化硼材料形成。

8. 根据权利要求1所述的掠入射XAFS高温原位炉,其特征在于,主体由哈氏合金C276形成。

9. 根据权利要求1所述的掠入射XAFS高温原位炉,其特征在于,炉体还包括有与炉腔连通的气体进出管路。

10. 根据权利要求1所述的掠入射XAFS高温原位炉,其特征在于,样品台可拆卸连接或不可拆卸连接于主体。

一种掠入射XAFS高温原位炉

技术领域

[0001] 本发明涉及一种高温原位炉,更具体地涉及一种掠入射XAFS高温原位炉。

背景技术

[0002] 高温原位炉常被用来进行原位X射线吸收精细结构(XAFS)测试,以得到样品元素的化学价态等局域结构信息。现有技术中的高温原位炉中的样品为垂直放置,入射X射线与样品的夹角通常为 45° 或 90° ,可以进行荧光法或透射法测试。同步辐射水平方向的发散度比垂直方向大,垂直放置样品很难保证掠入射条件下X射线投影全部在样品之内,从而无法实现掠入射XAFS测试。由于不能准确调节X射线与样品表面的夹角,不能控制X射线在样品表面的穿透深度,亦无法进行固液界面的结构研究。另外,现有技术中的高温原位炉的炉体的内壁由不锈钢材料制成,其耐腐蚀性能较差,从而无法适用于高温条件下氟盐等XAFS的测试研究。

[0003] 熔盐堆燃料的主要成分为裂变燃料和可增值燃料的氟化物熔盐。其中,氟化物熔盐的工作温度在 $650-1000^\circ\text{C}$ 的高温段且具有高腐蚀性。显然,现有的高温原位炉无法满足对氟化物熔盐进行测试的原位XAFS条件。

发明内容

[0004] 为了解决上述现有技术存在的现有的高温原位炉无法对固液界面进行XAFS测试的问题,本发明旨在提供一种掠入射XAFS高温原位炉。

[0005] 本发明所述的掠入射XAFS高温原位炉,其具有中心纵轴并包括围绕着该中心纵轴设置的炉体、炉盖和炉座,其中,炉体通过炉座支撑,炉盖设置于炉体的上方并与其固定连接,该炉体具有主体和由该主体限定的炉腔,该主体上设置有用于X射线入射的第一窗口、用于X射线出射的第二窗口和用于荧光探测的第三窗口,第一窗口与第二窗口的中心轴线位于一根直线上,该直线垂直于中心纵轴,第三窗口的中心轴线垂直于由中心纵轴和该直线所限定的平面,炉盖上设置有用于荧光探测的第四窗口,该第四窗口的中心轴线与中心纵轴重合,炉腔内设置有样品台,样品台的顶表面与直线之间的夹角在 $0-5^\circ$ 之间。

[0006] 第三窗口与第一窗口之间的距离等于第三窗口与第二窗口之间的距离。

[0007] 第一窗口和第二窗口为铍窗窗口。

[0008] 样品台的顶表面与直线之间的夹角在 $0.1-2^\circ$ 之间。

[0009] 炉体还包括有加热系统,该加热系统包括有直接设置于样品台下方的加热丝,其中,该加热系统可拆卸连接或不可拆卸连接于主体。

[0010] 炉体还包括有围绕着样品台设置的保温罩,该保温罩可拆卸连接或不可拆卸连接于主体。

[0011] 样品台和保温罩由热解氮化硼材料形成。

[0012] 主体由哈氏合金C276形成。

[0013] 炉体还包括有与炉腔连通的气体进出管路。

[0014] 样品台可拆卸连接或不可拆卸连接于主体。

[0015] 本发明的掠入射XAFS高温原位炉能够对固液界面进行测试,以研究熔盐与合金、石墨和碳基复合材料等界面的交互作用,进而得到元素化学价态和键长、配位数等局域结构信息,在理解不同组分熔盐的物理化学性质变化、结构材料在熔盐中的腐蚀机理等方面发挥不可替代的基础性作用。

附图说明

[0016] 图1是根据本发明的掠入射XAFS高温原位炉的正视图;

[0017] 图2是根据本发明的掠入射XAFS高温原位炉的侧视图;

[0018] 图3是根据本发明的掠入射XAFS高温原位炉的剖视图。

具体实施方式

[0019] 下面结合附图,给出本发明的较佳实施例,并予以详细描述。

[0020] 如图1-图2所示,根据本发明的掠入射XAFS高温原位炉具有中心纵轴A,并包括围绕着该中心纵轴A设置的炉体1、炉盖2和炉座3,其中,炉体1呈圆柱体形,其通过炉座3支撑并设置于适当的高度和位置,而炉盖2呈圆形并设置于炉体1的上方并与其固定连接。

[0021] 如图1所示,炉体1具有主体11,其上设置有第一窗口12a、第二窗口12b和第三窗口13。第一窗口12a与第二窗口12b在径向上对置,即第一窗口12a和第二窗口12b的中心轴线位于一根直线B上,该直线B垂直于中心纵轴A。第三窗口13的中心轴线C(参见图2)垂直于由中心纵轴A和直线B所限定的平面,且该第三窗口13与第一窗口12a之间的距离等于其与第二窗口12b之间的距离。炉盖2上设置有第四窗口21,其位于炉盖2的中心位置,即第四窗口21的中心轴线与中心纵轴A重合。其中,第一窗口12a用于X射线的入射,第二窗口12b用于X射线的出射,这两个窗口均为通光窗口,优选为铍窗窗口,具有较高的透过率和较好的强度。第三窗口13和第四窗口21用于荧光探测。

[0022] 如图3所示,炉体1限定炉腔14,与直线B呈小角度($0-5^{\circ}$)设置的样品4通过夹持部件151(例如氮化硼薄片)被固定于样品台15上,该样品台15为多维样品台,通过该样品台15的转动可以调节入射X射线与样品表面的夹角。也就是说,该样品台15的顶表面与直线B之间的夹角可以在 $0-5^{\circ}$ 之间进行调整,特别是在 $0.1-2^{\circ}$ 之间进行调整,如此,X射线通过第一窗口12a进入腔体14,以 0.1° 的角度入射到样品4上,经过反射后的X射线通过第二窗口12b出腔体14;通过转动样品台15,继而以 0.2° 的角度入射后出射……进而实现反射率的测量并满足XAFS实验的几何要求。本发明所提供的高温原位炉可以对样品进行掠入射X射线的吸收谱测试。由于X射线的掠入射保持在较小的角度范围内进行调整,从而可以对熔盐/固体界面进行在线原位分析测试。

[0023] 该炉体1还包括有加热系统16(如图2所示),该加热系统16包括有直接设置于样品台15下方的加热丝,以对样品4进行加热,从而维持研究熔盐与合金表面结构变化所需的高温条件。该加热丝均匀地设置于样品的底部,通过调节加热丝的长度和密度可以保证高的热效率和均匀的热分布。在掠入射XAFS测试中,由于X射线投影到样品上的光斑面积较大,因此,均匀的热分布可以保证光斑面积内的温度条件的单一。为了防止热量的散失,围绕着该样品台15设置有保温罩17(如图3所示)。其中,样品台15和保温罩17均由热解氮化硼材料

形成,因为氟盐具有很强的腐蚀性且易挥发,而在高温下,热解氮化硼是理想的抗氟盐腐蚀材料,从而确保样品台和保温罩在使用过程中不会被样品腐蚀,从而提高了原位炉的使用安全性和实验数据的可靠性。但是,炉体1的主体11不能由热解氮化硼形成,因为热解氮化硼不易于水冷却。因此,主体11的材料选择具有较强耐腐蚀能力且易于水冷却的哈氏合金C276。由于该哈氏合金C276具有较好的密封性,腔体14内的真空度可以好于 10^{-3} Pa。

[0024] 如图3所示,炉体1的下部还设置有气体进出管路18,包括进气管181和出气管182,气体通过进气管181导入炉腔14内,再通过出气管182导出炉腔14。另外,根据本发明的高温原位炉的周围可设置有气体电离室,以确保高温原位炉的外表面的温度不高于 80°C ,避免对其它设备造成热损伤。

[0025] 在本发明中,样品台15、加热系统16的加热丝和保温罩17均设置为可拆卸连接的方式,以便于在元件受损后进行独立拆装和更换,极大地提高实验的效率和设备的维修周期。

[0026] 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。本发明未详尽描述的均为常规技术内容。

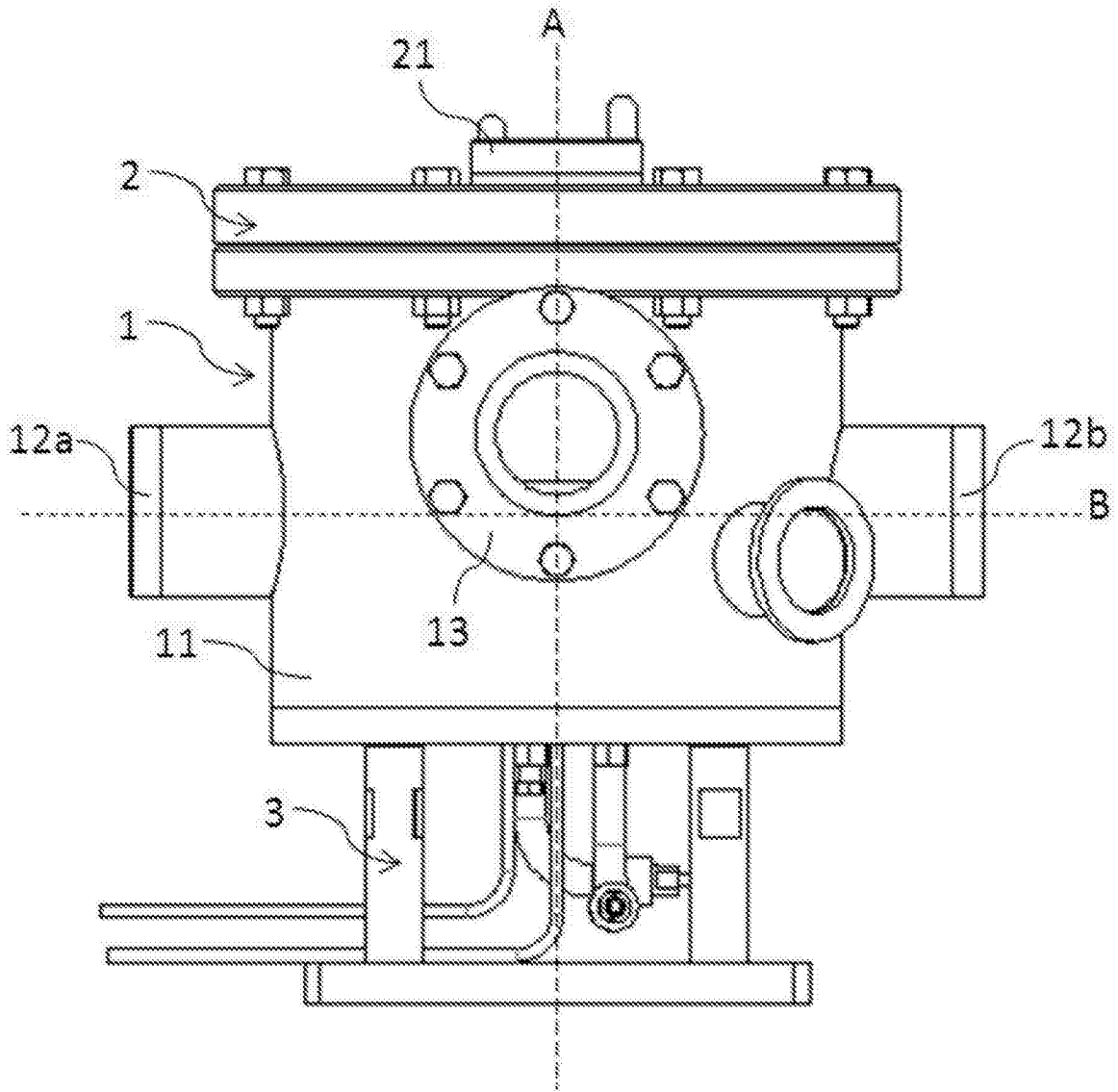


图1

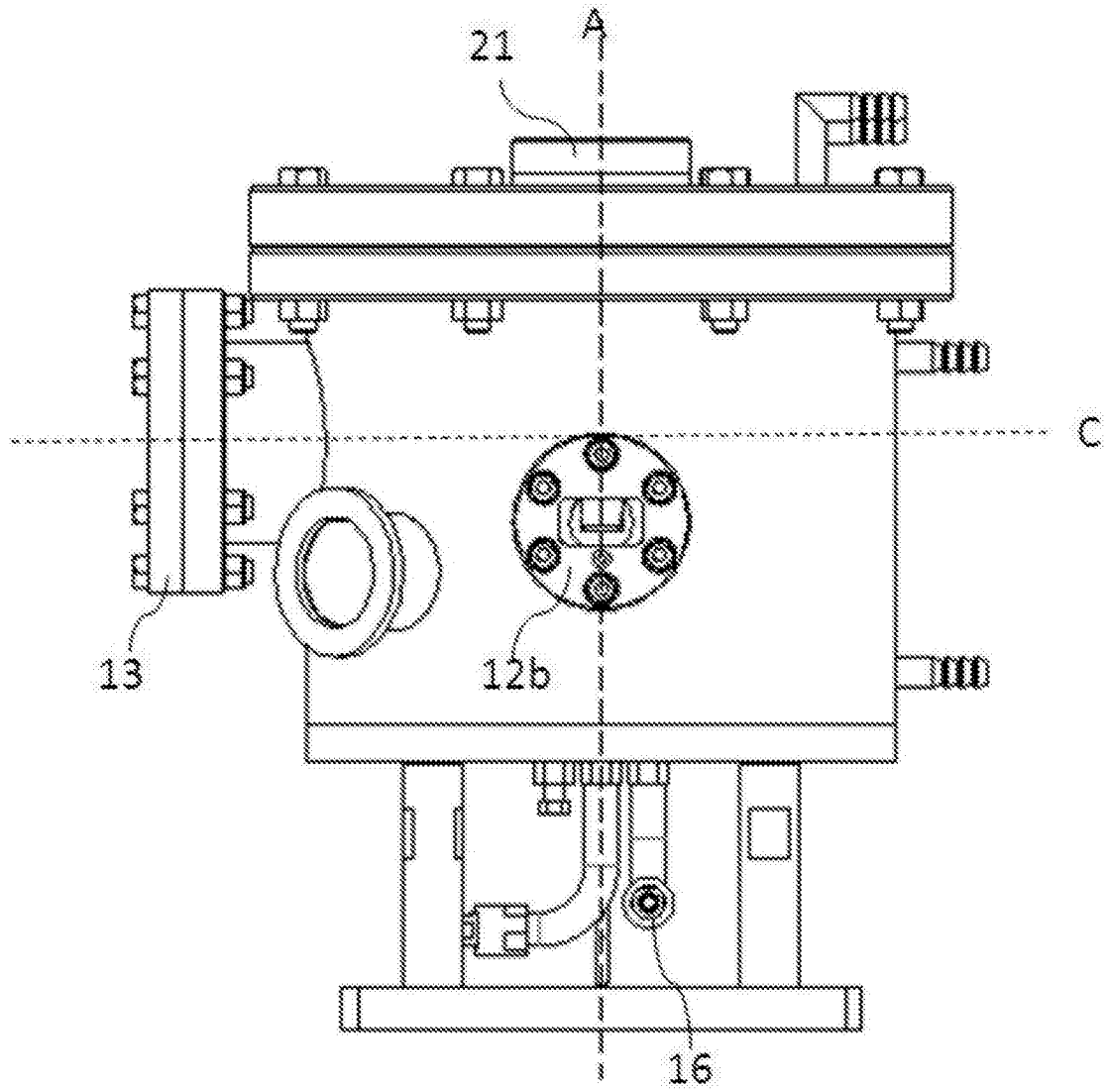


图2

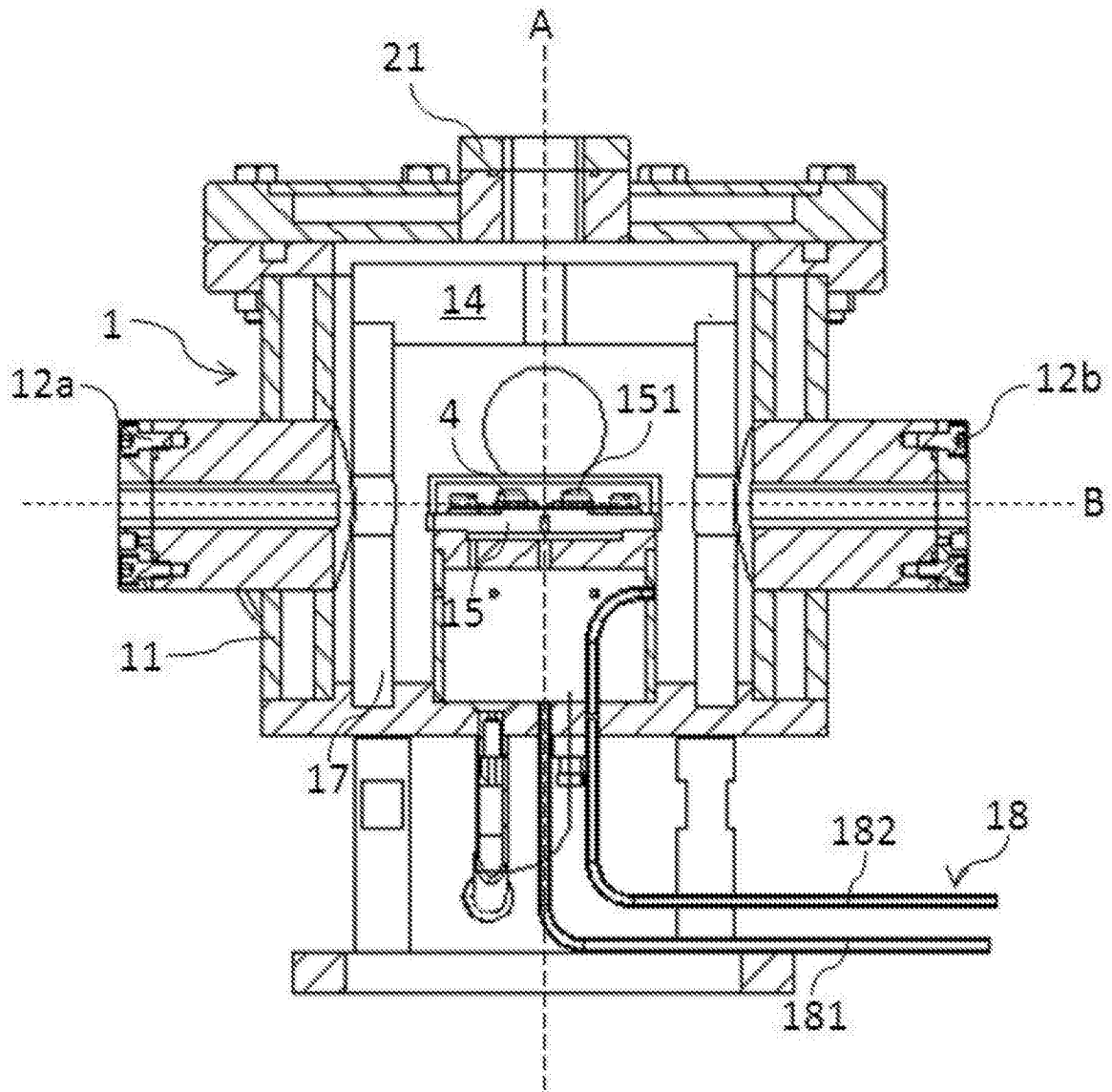


图3