



# (12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106290426 B

(45)授权公告日 2019.01.18

(21)申请号 201610955590.2

(22)申请日 2016.10.27

(65)同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 106290426 A

(43)申请公布日 2017.01.04

(73)专利权人 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 贺周同 曾建荣 田丰 唐辉  
戚威 汪雪 张灿 夏汇浩

(74)专利代理机构 北京德崇智捷知识产权代理有限公司 11467

代理人 杨楠

(51)Int.Cl.

G01N 23/20(2018.01)

(56)对比文件

CN 203216877 U,2013.09.25,

CN 202305640 U,2012.07.04,

CN 203241364 U,2013.10.16,

CN 103207195 A,2013.07.17,

CN 104034152 A,2014.09.10,

CN 103217445 A,2013.04.24,

审查员 任华

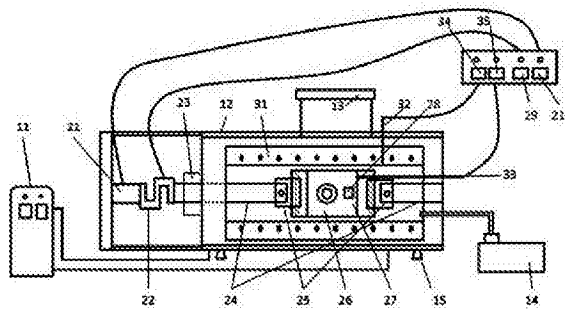
权利要求书1页 说明书5页 附图2页

(54)发明名称

用于小角X射线散射实验的原位装置

(57)摘要

本发明公开了一种用于小角X射线散射实验的原位装置。该装置包括：真空及气氛保护系统、应力加载及测量系统、温度加载及测量系统；本发明在应力加载系统中采用拉-压应力转换设计实现在应力加载过程中样品的自对中；本发明在加温及测量系统中采用特殊设计，在实现宽X射线通道的同时保证温度场的均匀，同时样品的加温温度可达1100摄氏度。本发明结构简单、性能可靠、测量精度高，可在真空或气氛保护环境下同时对样品进行温度、应力加载。本发明配合同步辐射小角X射线散射线站使用，可对被测样品进行在力学服役环境下的微观变形，损伤和断裂过程进行原位检测，为揭示脆性材料样品的形变、微观结构在应力下的变化提供了有效、可靠的测试手段。



1. 用于小角X射线散射实验的原位装置,其特征在于,包括:真空及气氛保护系统、应力加载及测量系统、温度加载及测量系统;所述真空及气氛保护系统包括水冷机、密闭舱、真空泵、支座;所述应力加载及测量系统包括动力源、传动杆、样品夹持机构、载荷控制单元;所述温度加载及测量系统包含加热炉、温控单元;所述密闭舱固定于所述支座上,加热炉设置于密闭舱内;所述密闭舱为两层结构,两层中间通以水冷机所提供冷动水实现冷却,内层通过所述真空泵实现真空;传动杆的一端连接动力源,另一端穿过密闭舱、加热炉后与设置于加热炉内的样品夹持机构连接,传动杆与密闭舱、加热炉动密封连接;所述样品夹持机构为扣环式拉-压应力转换结构,用于将动力源经由传动杆所施加的拉应力转换为对样品的压应力;所述样品夹持机构两侧、加热炉两侧、密闭舱两侧均设置有光通孔,这些光通孔共轴并且由里向外逐渐放大,共同构成对样品张角大于等于10度的入射X光通道、散射X光通道,密闭舱两侧的光通孔使用透明膜进行密封覆盖;所述载荷控制单元用于对施加于样品的压应力进行控制;所述温控单元用于对样品温度进行控制。

2. 如权利要求1所述原位装置,其特征在于,所述样品夹持机构包括U形样品夹持件、T形样品夹持件及顶样键;T形样品夹持件的凸出部上设置有用于容纳样品的样品槽;U形样品夹持件的两条腿上对称设置有两个光通孔、两个顶样键通孔,当T形样品夹持件的凸出部插入U形样品夹持件中时,所述顶样键可贯穿样品槽及两个顶样键通孔,入射X光可经由其中一个光通孔照射于样品槽中的样品上,散射X光可经由另一个光通孔出射。

3. 如权利要求2所述原位装置,其特征在于,所述光通孔为锥尖指向样品的圆锥状通孔。

4. 如权利要求1所述原位装置,其特征在于,加热炉与密闭舱上的对应位置处均开有用于样品安装的窗口,并使用装样法兰密封。

5. 如权利要求1所述原位装置,其特征在于,所述透明膜为有机膜、铝膜、或镀膜。

6. 如权利要求1所述原位装置,其特征在于,所述样品夹持机构的材料为高温合金、或钨、或钼、或C/C复合材料。

7. 如权利要求1所述原位装置,其特征在于,传动杆与密闭舱、加热炉之间利用波纹管动密封连接。

8. 如权利要求1所述原位装置,其特征在于,所述支座可上下、左右平移及水平方向旋转。

9. 如权利要求1所述原位装置,其特征在于,所述动力源为电推力杆。

10. 如权利要求1所述原位装置,其特征在于,传动杆与样品夹持机构之间为铰链连接。

## 用于小角X射线散射实验的原位装置

### 技术领域

[0001] 本发明涉及测量仪表技术领域,尤其涉及一种用于小角X射线散射实验的原位装置。

### 背景技术

[0002] 小角X射线散射是一种区别于广角衍射的结构分析方法,是测量纳米结构的非常重要的方法。在采用该方法分析固体材料特别是陶瓷、岩石及石墨等材料中的纳米结构时常需要对样品进行应力加载及加温试验,为保护样品不被氧化以及实验所需的反应气氛等原因,还需要保持样品的真空或气氛环境,比如,在研究陶瓷在烧结过程中纳米孔隙变化过程,岩石中纳米夹杂物在应力及高温环境的变化过程,石墨中微裂纹在应力及高温环境下的行为等。由于小角X射线散射在材料测试中的广泛应用以及在小角X射线散射实验过程中温度、应力及气氛环境的重要性,用于小角X射线散射实验的应力加载及加温的原位装置有较广泛的市场需求。

[0003] 然而,现有用于小角X射线散射实验的原位装置一般用于有机物的应力加载及加热实验。该类装置要么所能加载的应力小、温度低,要么实验过程中样品暴露在空气中,对于陶瓷、石墨、岩石等需要较大的应力加载、较高的加热温度以及真空或气氛保护的样品不适用。

[0004] 目前也有一些可在真空或气氛保护环境下对样品进行加温及应力加载的装置,然而此类装置普遍体积较大,无法兼容同步辐射X射线散射线站的有限空间;更重要的是,原位装置需要与小角X射线散射所用的X射线束的光路兼容,因此需要特殊而巧妙的光路结构设计,这也是上述现有装置所不具备的。

[0005] 综上可知,亟需一种用于小角X射线散射实验的原位装置,实现在小角X射线散射实验过程中对样品进行加温、加应力以及气氛保护,并且结构紧凑小巧。

### 发明内容

[0006] 本发明所要解决的技术问题在于克服现有技术不足,提供一种用于小角X射线散射实验的原位装置,可在小角X射线散射实验过程中对样品进行加温、加应力以及气氛保护,并且结构紧凑小巧。

[0007] 本发明具体采用以下技术方案解决上述技术问题:

[0008] 用于小角X射线散射实验的原位装置,包括:真空及气氛保护系统、应力加载及测量系统、温度加载及测量系统;所述真空及气氛保护系统包括水冷机、密闭舱、真空泵、支座;所述应力加载系统包括动力源、传动杆、样品夹持机构、载荷控制单元;所述温度加载及测量系统包含加热炉、温控单元;所述密闭舱固定于所述支座上,加热炉设置于密封舱内;所述密封舱为两层结构,两层中间通以水冷机所提供冷动水实现冷却,内层通过所述真空泵实现真空;传动杆的一端连接动力源,另一端穿过密闭舱、加热炉后与设置于加热炉内的样品夹持机构连接,传动杆与密闭舱、加热炉动密封连接;所述样品夹持机构为扣环式拉-

压应力转换结构,用于将动力源经由传动杆所施加的拉应力转换为对样品的压应力;所述样品夹持机构两侧、加热炉两侧、密闭舱两侧均设置有光通孔,这些光通孔共轴并且由里向外逐渐放大,共同构成对样品张角大于等于10度的入射X光通道、散射X光通道,密闭舱两侧的光通孔使用透明膜进行密封覆盖;所述载荷控制单元用于对施加于样品的压应力进行控制;所述温控单元用于对样品温度进行控制。

[0009] 优选地,所述样品夹持机构包括U形样品夹持件、T形样品夹持件及顶样键;T形样品夹持件的凸出部上设置有用于容纳样品的样品槽;U形样品夹持件的两条腿上对称设置有两个光通孔、两个顶样键通孔,当T形样品夹持件的凸出部插入U形样品夹持件中时,所述顶样键可贯穿样品槽及两个顶样键通孔,入射X光可经由其中一个光通孔照射于样品槽中的样品上,散射X光可经由另一个光通孔出射。

[0010] 进一步地,加热炉与密闭舱上的对应位置处均开有用于样品安装的窗口,并使用装样法兰密封。

[0011] 优选地,所述透明膜为有机膜、铝膜、或镀膜。

[0012] 优选地,所述样品夹持机构的材料为高温合金、或钨、或钼、或C/C复合材料。

[0013] 优选地,传动杆与密闭舱、加热炉之间利用波纹管动密封连接。

[0014] 优选地,所述支座可上下、左右平移及水平方向旋转。

[0015] 优选地,所述动力源为电推力杆。

[0016] 优选地,传动杆与样品夹持机构之间为铰链连接。

[0017] 相比现有技术,本发明技术方案具有以下有益效果:

[0018] 本发明原位装置配合小角X射线散射谱仪使用,能够对样品在力学、热学使役环境下的微观结构变化进行测量分析,具有结构简单、性能可靠、测量精度高的优点;本发明可同时对样品进行加温、应力加载,可满足大多数使役环境研究的需要。同时本发明还为样品提供了真空及气氛条件,保证易氧化样品等对环境有要求的样品可进行高温及应力环境下的测试。本发明适用于各种陶瓷、复合材料、石墨、岩石石墨等样品在各种环境下的小角X射线散射研究,具有较高的科研价值和良好的应用前景。

## 附图说明

[0019] 图1为实施例1原位装置的结构示意图;

[0020] 图2为实施例1原位装置的左视图;

[0021] 图3为实施例1原位装置中的样品夹持机构主视图;

[0022] 图4为实施例1原位装置中的样品夹持机构俯视图;

[0023] 图5为X光光路示意图;

[0024] 图中各标号含义如下:

[0025] 11. 水冷机,12. 密闭舱, 13. 装样法兰, 14. 真空泵, 15. 支座, 21. 动力源,22. 应力测量模块,23. 波纹管,24. 传动杆, 25. 铰链, 26. U形样品夹持件,27. T形样品夹持件,28. 顶样键,29. 动力控制模块,210. 应力读取模块,31. 电阻炉,32. 电阻炉温度测量模块,33. 样品测温模块,34. 电阻炉控制模块,35. 样品温度读取模块。

## 具体实施方式

[0026] 针对现有技术不足,本发明提出了一种用于小角X射线散射实验的原位装置,包括:真空及气氛保护系统、应力加载及测量系统、温度加载及测量系统;所述真空及气氛保护系统包括水冷机、密闭舱、真空泵、支座;所述应力加载系统包括动力源、传动杆、样品夹持机构、载荷控制单元;所述温度加载及测量系统包含加热炉、温控单元;所述密闭舱固定于所述支座上,加热炉设置于密封舱内;所述密封舱为两层结构,两层中间通以水冷机所提供冷动水实现冷却,内层通过所述真空泵实现真空;传动杆的一端连接动力源,另一端穿过密闭舱、加热炉后与设置于加热炉内的样品夹持机构连接,传动杆与密闭舱、加热炉动密封连接;所述样品夹持机构为扣环式拉-压应力转换结构,用于将动力源经由传动杆所施加的拉应力转换为对样品的压应力;所述样品夹持机构两侧、加热炉两侧、密闭舱两侧均设置有光通孔,这些光通孔共轴并且由里向外逐渐放大,共同构成对样品张角大于等于10度的入射X光通道、散射X光通道,密闭舱两侧的光通孔使用透明膜进行密封覆盖;所述载荷控制单元用于对施加于样品的压应力进行控制;所述温控单元用于对样品温度进行控制。

[0027] 该装置的工作原理为:动力源提供的拉力,经传力杆、铰链传给扣环式拉-压应力转换结构的样品夹持件,将拉力转化成压力加载于样品上。力实施过程中,载荷控制单元实时检测样品受力状态,并将受力状态转换为标准电流或电压信号,对动力源的输出进行控制,能够实现恒应力控制、恒应变控制。加热炉加热样品,温控单元测量样品的温度,并以其作为反馈信号对加热炉进行反馈控制,从而实现样品温度的控制。通过本发明装置将样品的应力、温度控制到一定状态后,便可利用小角X射线散射谱仪对材料进行小角X射线散射测量。

[0028] 该装置配合小角X射线散射谱仪使用,能够对样品在力学、热学使役环境下的微观结构变化进行测量分析,具有结构简单、性能可靠、测量精度高的优点。

[0029] 为了便于公众理解,下面以两个优选实施例并结合附图来对本发明的技术方案进行详细说明:

[0030] 实施例1、

[0031] 本实施例中原位装置的基本结构如图1、图2所示,其中图2为整个装置的左视图。该原位装置从功能上可划分为:真空及气氛保护系统、应力加载及测量系统、温度加载及测量系统。如图1所示,真空及气氛保护系统中含水冷机 11、密闭舱 12、装样法兰 13、真空泵 14、支座 15;应力加载系统中含动力源 21、应力测量模块 22、波纹管动密封 23、传动杆 24、铰链 25、U形样品夹持件 26、T形样品夹持件 27、顶样键28、动力控制模块 29、应力读取模块 210;所述温度加载及测量系统包含电阻炉 31、电阻炉温度测量模块 32、样品测温模块 33、电阻炉控制模块 34、样品温度读取模块 35。

[0032] 如图1所示,密闭舱 12 固定于支座 15 上,电阻炉 31 装在密闭舱 12内,在电阻炉 31 与密闭舱 12 上均开有用于样品安装的窗口,此窗口用装样法兰 13 密封,用于装样操作;密闭舱 12 为两层结构,两层中间采用水冷机 11 提供的冷动水冷却;密闭舱 12 采用真空泵 14 提供真空;传动杆 24的一端连接动力源21,另一端穿过密闭舱 12、电阻炉 31并采用波纹管23 与密闭舱 12动密封连接;U形样品夹持件 26、T形样品夹持件 27、顶样键28共同构成了本实施例的样品夹持机构,该样品夹持机构为扣环式拉-压应力转换结构,用于将动力源21经由传动杆24所施加的拉应力转换为对样品的压应力,其与传动杆 24 采用铰链 25 连接;传动杆 24 与动力源 21之间用应力测量模块 22 连接;电阻炉温度测量

模块32置于电阻炉 31 中;样品温度读取模块 32 穿过密闭舱 12 与样品接触;动力控制模块 29 控制动力源 21 的力输出,应力读取模块 210 测量应力加载值,并为动力控制模块 29 提供反馈信号;电阻炉控制模块 34 与电阻炉温度测量模块 32 构成反馈回路控制电阻炉 31 的温度,最终样品的温度采用样品温度读取模块 35 读取并显示。在样品夹持机构两侧、电阻炉 31 两侧、密闭舱12两侧均设置有光通孔,如图1所示,这些光通孔共轴并且由里向外逐渐放大,共同构成对样品张角大于等于10度的入射X光通道和散射X光通道(分别位于样品的两侧),张角大于等于10度是为了确保孔道不会阻挡X射线,并为设备在小角X射线散射线站中对光路提供了足够余量;在密闭舱12外用有机膜、铝膜、镀膜等透明膜将相应的光通孔密封覆盖以保持密闭舱的气密性。

[0033] 如图3、图4所示,本实施例中的样品夹持机构包括U形样品夹持件26、T形样品夹持件27及顶样键28;T形样品夹持件27的凸出部上设置有用于容纳样品的样品槽;U形样品夹持件26的两条腿上对称设置有两个光通孔、两个顶样键通孔,当T形样品夹持件27的凸出部插入U形样品夹持件26中时,顶样键28可贯穿样品槽及两个顶样键通孔,入射X光可经由其中一个光通孔照射于样品槽中的样品上,散射X光可经由另一个光通孔出射。将样品槽中放入待测的样品,并将T形样品夹持件27的凸出部插入U形样品夹持件26中,然后插入顶样键28,从而实现样品的自对中;当U形样品夹持件26、T形样品夹持件27受到动力源的拉力作用时,在U形样品夹持件26、T形样品夹持件27及顶样键28的共同作用下,拉力被转化为施加于样品上的压应力。本实施例中的样品夹持机构可放置的样品厚度为2mm,宽度5mm。

[0034] 如图3、图4所示,U形样品夹持件26的两条腿上的光通孔均为锥尖指向样品的圆锥状通孔,在本实施例中,其最小直径为5mm,其最大直径10mm。相应地,本实施例中电阻炉 31 中光通孔的孔径为25mm,密闭舱 12 中光通孔的孔径为30mm,并在密闭舱外用5 $\mu$ m厚的聚酰亚胺膜覆盖,如图5所示,在样品两侧分别构成对样品的张角约20度的入射X光通道、散射X光通道。

[0035] 为了确保高温下的强度,U形样品夹持件26、T形样品夹持件27及顶样键28的材料最好采用耐高温的高温合金、钨、钼、C/C复合材料等,本实施例中采用钨合金材料加工而成。

[0036] 本实施例中的密闭舱 12 采用双薄层设计,在双薄层中间用水冷机 11 通水冷却,水温20 $^{\circ}$ C,流量10升/分钟,在实现小型化的同时,可确保装置表面温度在合理范围;本实施例中所使用的电阻炉 31 功率为3 kW,可将样品加热至1100 $^{\circ}$ C。

[0037] 本实施例中的传动杆 24 与密闭舱 12之间采用波纹管23 连接动密封,以确保密闭舱 12的密闭性,波纹管23的直径80mm,自然长度50mm。

[0038] 本实施例中的支座15采用螺纹调节其上下高度、左右位置以及角度,上下高度调节行程为10mm,左右调节行程为20mm,可调节角度为10度。

[0039] 本实施例中的应力测量模块 22 选用2 kN量程,精度为5N的力传感器,除测量动力源提供的力值外,还可提供一定的冲力缓冲,以防止样品在冲击载荷下断裂;真空泵 13 选用2升/秒的油泵;动力源 21 选用最大力值2 kN,行程20mm的电推力杆,相比液压或气压推力杆,电推力杆具有可控性好、推进运行平稳等优点。

[0040] 本实施例原位装置对样品的应力加载精度可以达到0.5MPa,应力加载范围为0~200MPa,温度加载范围为室温~1100 $^{\circ}$ C,真空度可达2Pa。可用于对抗压强度较高的石墨及C/

C复合材料样品进行加温、加应力小角X射线散射实验。

[0041] 实施例2、

[0042] 本实施例与实施例1 的结构相同,不同之处是动力源 21 选用1 kN额定力值,10 mm行程的电推力杆,应力测量模块 22的测量范围为0~1 kN,测量精度为2N;U形样品夹持件 26 、T形样品夹持件 27 及顶样键28 构成的样品夹持机构可放置厚度3 mm、宽度8 mm 的样品。

[0043] 本实施例对样品的应力加载精度可以达到0.1 MPa,应力加载范围为0~40 MPa,温度加载范围为室温~1100°C,真空度可达2Pa。本实施例可用于对抗压强度较低,但测量精度较高的多孔材料以及岩土样品进行加温、加应力小角X射线散射实验。

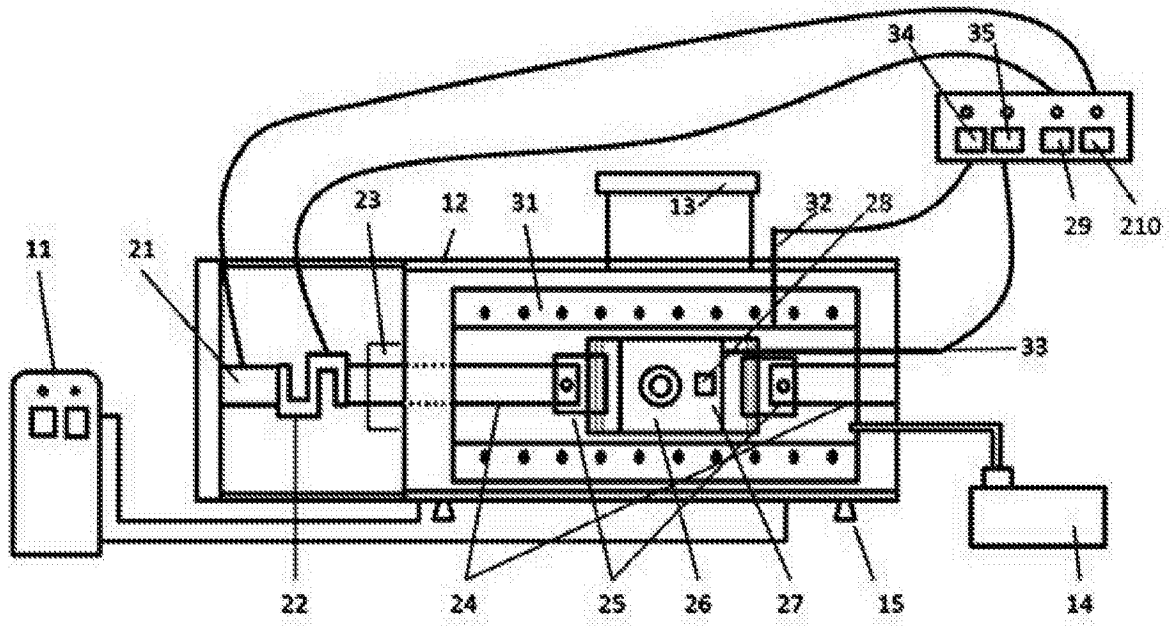


图1

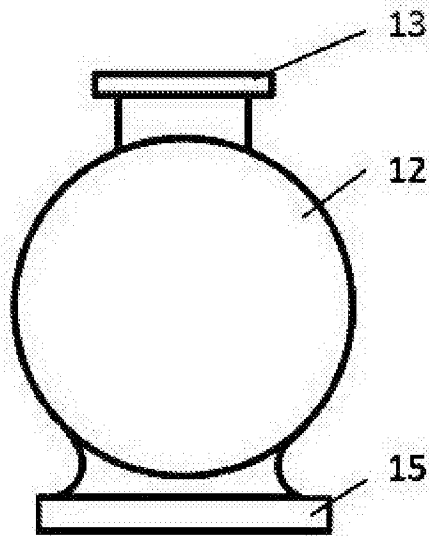


图2



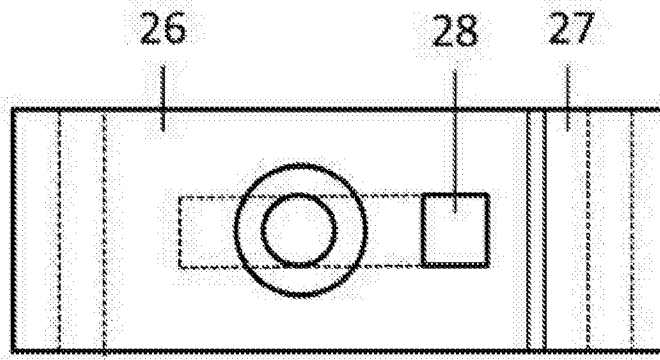


图3

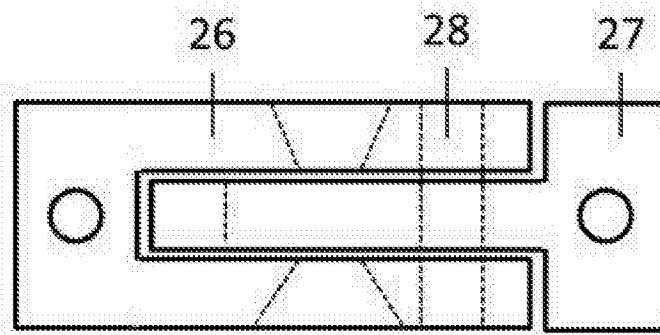


图4

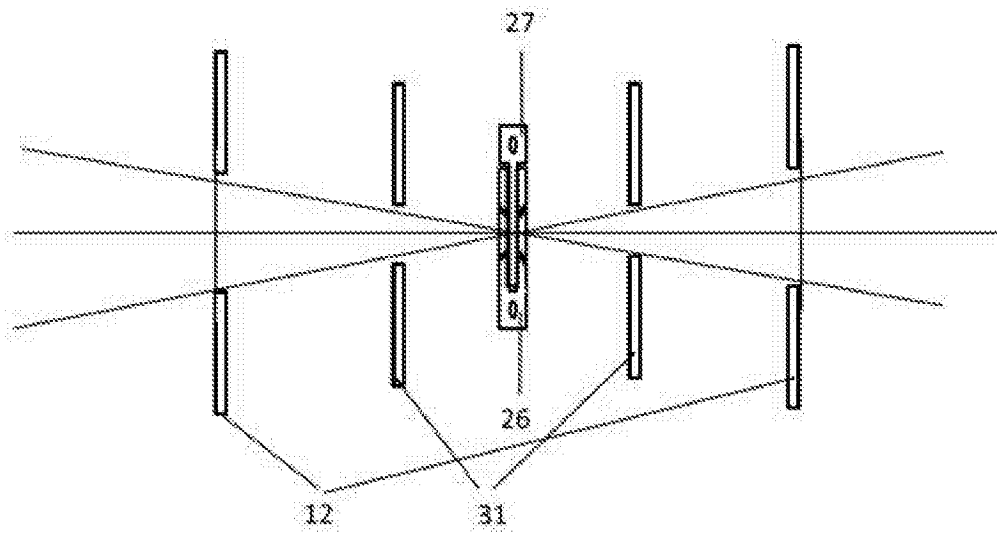


图5