

(19) НАРОДНА
РЕПУБЛИКА
БЪЛГАРИЯ



Институт за
изобретения и
рационализации

ОПИСАНИЕ НА ИЗОБРЕТЕНИЕ
ПО АВТОРСКО СВИДЕТЕЛСТВО

(11) 34152

(61) Доп. към №

(62) Разл. от №

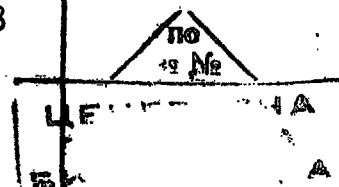
(51) G 01 N 23/202
F 28 F 13/00

(21) Рег. № 56173

(22) Заявено на 12.04.82

(46) Публикувано в бюлетин № 7 на 15.07.83

(45) Отпечатано на 29.07.83



(71) Заявител:

(72) Авторы:

Кирил Асенов Крезов
Тодор Нешев Тодоров
Борислав Василев Николов
Стефан Владимиров Раднев
Георги Николов Марков

София

(54) УСТРОЙСТВО ЗА НЕУТРОНОГРАФСКИ ИЗСЛЕДВАНИЯ

Изобретението се отнася до устройство за неутронографски изследвания, приложимо при провеждане на изследвания по разсейване на неутрони в кондензирани среди /1,2/, в широк температурен интервал (например 80–800 К), при приложено външно магнитно поле, за неутронно-дифракционни експерименти с поликристални и монокристални образци, и с образци от спиновни стъкла, за определяне магнитната структура на веществата, за изучаване еволюцията на подреждане на атомните магнитни моменти, тяхната големина и ориентация спрямо кристалографските оси и установяване на магнитни фазови преходи.

Известно е устройство /3/, съдържащо разглоблям криостат

34152

за работа при температури от 4,2 К до 270 К, с изолационно пространство, продухваема работна камера, устройство за регулиране температурата на образеца, устройство за регулиране разхода на хладилния агент, държател с изследвания образец и прибор за измерване и регулиране нивото на охлаждащата течност в криостата. Работната камера е съставена от два коаксиални цилиндъра, между които се подава хладилният агент към образеца, който е монтиран в нея чрез цангов захват на държателя. Устройството е монтирано на гониометрична маса на неутронен дифрактометър.

Недостатък на известното устройство е, че при подмяна на образеца се нарушава по неконтролируем начин взаимното разположение на образеца и неутронния сноп, т.е. геометрията на експеримента, поради което се налага повторно юстиране, т.е. удължава се времетраенето на експеримента, освен това е невъзможно провеждането на експерименти при температури над стайната температура (300 К), с което се ограничават значително кръгът вещества, представляващи научен и практически интерес, до такива, при които температурата на преход в магнитно подредено състояние е ниска. Друг недостатък е, че не може да се работи в магнитно поле.

Известно е устройство /4/, съдържащо разглоблям криостат за работа при температури от 1,5 К до 4 К, с две изолационни пространства, работна камера и държател с образеца, който е потопен в хладилния агент, и помпа, свързана с работната камера. Устройството е монтирано между полюсите на електромагнит.

Недостатък на известното устройство е, че образецът има само една степен на свобода на движение и че устройството не позволява експерименти в широк температурен интервал. Друг недостатък е, че образецът е потопен в хладилния агент, който е в течно състояние и дава адитивен принос към картината на разсейване на неутрони.

Задачата на изобретението е да се създаде устройство за неутронографски изследвания, характеризиращо се с бързодействие и възпроизводимост на опитните условия в широк температурен интервал (например 80-800 K) и в приложено външно магнитно поле, като изследваният образец е ориентируем в пространството.

Задачата се решава с устройство за неутронографски изследвания, съдържащо разглобяем криостат с опорен фланец, с изолационно пространство и резервоар за хладилен агент, устройство за регулиране температурата на образца, устройство за хранване и регулиране разхода на хладилния агент, държател с изследвания образец и регулируем електронагревател, като на дъното на резервоара на криостата е монтирана топлообменна камера, чиито стени са от материал с нисък коефициент на топлопроводимост, а дъното ѝ е метално и профилирано, с издатък, върху който е навит регулируемият електронагревател, като изолационното пространство на камерата и образца, ограничено от кожух, е вакуумно отделено от изолационното пространство на криостата и е свързано с вакуумпомпа, а кожухът е свързан посредством съединителен възел с опорния фланец на криостата. Теплообменната камера е свързана посредством регулиращ вентил с резервоара на криостата, запълнен с хладилен агент и посредством тръба и вентили е свързана с атмосферата, с вакуумпомпа и с резервоар с топлообменен газ, оборудван с редуциращ вентил. Парното пространство на резервоара за хладилен агент е затворено херметически към атмосферата чрез фланец и е свързано с помпа за свръхналягане. Опорният фланец на криостата е свързан чрез шарнир и винтова двойка към приспособление за пространствено ориентране и фиксация на образца, което има координатна маса, разположена между срещуположно действащи винтове и направляващите канали на основна плоча. Основната плоча е закрепена чрез двигателни винтови връзки към две вертикални колони, които в долния си край са свързани неподвижно към

магнитопровода на електромагнит.

Предимство на устройството за неутронографски изследвания, съгласно изобретението, е плавното двупосочно изменение на температурата на изследвания образец в широк температурен интервал при наличие на хладилен агент в криостата, Освен това при подмяна на образца изолационното пространство на криостата е херметизирано и нарушаването на опитните условия е контролируемо, може да работи във външно магнитно поле, с три степени на свобода за движение на образца. Друго предимство е, че преминаването от режим на работа при високи температури в режим на работа при ниски температури и обратно става с минимални загуби на хладилна течност и време, като се намалява времето за стационариране на температурата на образца на определено температурно ниво и се постига увеличение на скоростта на изменение на температурата му. Освен това се избягва допълнителното разсейване на неутрони от хладилния агент.

Устройството за неутронографски изследвания, съгласно изобретението, се пояснява по-подробно с примерното изпълнение, показано на фигурите, от които:

фигура 1 представлява принципна схема на устройството;

фигура 2 - напречен разрез на устройството и на приспособлението за пространствено ориентиране и фиксация на образца.

Устройството за неутронографски изследвания (фиг.1) съдържа разглобяем криостат, който има резервоар 1 за хладилен агент, обхванат от кожух 2, затварящ изолационното пространство 3, в което е монтирана многослойна топлинна вакуумна изолация с твърд екран 4. Кожухът 2 завършва с опорен фланец 5, към който чрез съединителен възел 6 е закрепен кожух 7. Кожухът 7 ограничава изолационно пространство 8 около топлообменна камера 9, закрепена на дъното на резервоара 1. Теплообменникът 9 завършва с профилирано метално дъно с издатък,

върху който е навит регулируем електронагревател 10. На издътка е закрепен държател с образеца 11. Камерата 9 е свързана чрез тръба 12 и вентили 13 и 14 с резервоар за топлообменен газ 15. Между резервоара за топлообменен газ 15 и вентила 14 има редуциращ вентил 16. Камерата 9 е свързана чрез тръбата 12 и вентил 17 с вакуумпомпа 18 и с атмосферата през вентил 19. Камерата 9 е свързана чрез регулиращ вентил 20 с резервоара 1. В камерата 9 има пакет от екраниращи топлоизолационни подложки 21. Помпа за свръхналягане 22 чрез тръба 23, вентил 24, манометър 25 и предзапен клапан 26 е свързана с резервоара 1, херметически затворен към атмосферата с фланец 27. Системата за автоматично захранване и регулиране нивото на хладилния агент в резервоара 1, съдържаща дваров съд 28, преливна тръба 29, вентил 30, регулатор 31 и чувствителен елемент 32, а така също – система за изпомпване на изолационното пространство на камерата 9, ограничено от кожуха 7, съдържа високовакуумна помпа 33, свързана чрез вентил 34 с вакуумпомпа 18. Системата за изпомпване на изолационното пространство на камерата 9 е свързана с изолационното пространство, ограничено от кожуха 7, посредством тръба с гъвкав елемент 35, на която има вакуумметрична лампа 36.

Опорният фланец 5 (фиг.2) е свързан с приспособление за пространствено ориентиране и фиксация на образеца, което има координатна маса 37, разположена между направляващите канали на основна плоча 38. Плочата 38 е закрепена чрез двигателни винтови връзки 39 към две вертикални колони 40. Колоните 40 в долния си край са закрепени неподвижно към магнитопровода 41 на електромагнит 42. На плочата 37 има два срещуположно действащи винта 43, които се опират челно в координатната маса 37. Към координатната маса 37, чрез шарнир 44 и винтова двойка 45, е свързан опорният фланец 5 на криостата.

Действието на устройството се състои в следното.

Държателят с образеца 11 се закрепва към издатъка на камерата 9. Кожухът 7 се присъединява чрез съединителния възел 6 към опорния фланец 5. Изолационното пространство, ограничено от кожуха 7, се изпомпва от вакуумни помпи 18 и 33 до пределно налягане, например 10^{-4} Pa. Резервоарът 1 се зарежда с хладилен агент от дваровия съд 28. През тръба 12 се изпомпва камерата 9 от помпата 18 при отворени вентили 13 и 17 и затворени вентили 14 и 34. Чрез отваряне на регулиращ вентил 20 се захранва камерата 9 с хладилен агент от резервоара 1 и се достига минималната температура, например 80 K, при използване на течен азот като хладилен агент.

Съединението на движеща сила за преминване на хладилен агент през регулиращ вентил 20 от резервоара 1 става по два начина, а именно чрез създаване на подналягане (под атмосферното) чрез вакуумпомпа 18 в камерата 9 под регулиращия вентил 20 или чрез създаване на свръхналягане от помпа 22 в парното пространство на резервоара 1 при създадено атмосферно налягане в камера 9 чрез отваряне на вентила 19, при затворени вентили 13 и 14. Първият начин се прилага за бавно изменение на температурата, а вторият за по-бързо изменение на температурата на образеца. Едновременното прилагане на двата начина за създаване на движеща сила води до ускорено стационариране на температурата на определено отнапред ниво.

За покриване на температурния интервал 80–200 K са възможни два начина на действие, а именно чрез прокаране на хладилния агент през регулиращия вентил 20 в различни количества, което се постига чрез променливо проходно сечение на същия, или чрез притваряне на регулиращия вентил 20 в междинно положение, така че се прокара определено количество хладилен агент през него в камерата 9, а температурата се регулира чрез подаване на променлива електрическа мощност към регулируемия електронагревател 10.

Температурният интервал от 200 К до стайната температура 300 К, се покрива от устройството като се затвори регулиращия вентил 20, камерата 9 се изпомпва от помпа 18 през тръба 12 при отворени вентили 13 и 17 и затворени вентили 19 и 34, и след достигане на определено ниско налягане в камерата 9 се затваря вентилът 17 и се пуска топлообменен газ в камерата 9 от резервоара 15 при отворен редуциращ вентил 16 и отворени вентили 13 и 14, и затворен вентил 19.

Температурният интервал от стайната температура (300 К) до 800 К се покрива от устройството, като се изпомпа камерата 9 при отворен вентил 17, затворени вентил 34 и вентили 14 и 19 и се включи регулируемият електронагревател 10.

Едновременно с постигането на определена температура на образеца се осъществява и пространственото му ориентиране по трите възможни степени на свобода за движение както следва: с помощта на винтове 43 се осъществява преместване на образеца по направление, перпендикулярно на посоката на магнитното поле, с помощта на двигателни винтови връзки 39 образецът се премества по вертикалата, с помощта на винтова двойка 45 и шарнир 44 образецът се премества (чрез въртене и трансляция) спрямо ос, успоредна на магнитното поле.

След завършване на експериментите, желаните опитни условия се възстановяват по показанията на нониусни скали на координатната маса 37 и вертикалните колони 40, чрез винтовата двойка 45 кожухът 2 с опорния фланец 5 се завърта около оста на шарнира 44 на ъгъл, достатъчен за демантиране на кожуха 7, херметизиращ изолационното пространство на камерата 9 и на образеца 10. Кожухът 7 се демонтира и държателят с образеца 11 се сваля, поставя се нов стандартен държател с образец и се повтарят операциите, описани по-горе.

Подмяната на един образец с нов става при наличие на хладилен агент в резервоара 1 на криостата, като топлообменната камера 9

се изпомпва до определено ниско налягане от вакуумпомпа 18, включва се регулируемият електронагревател 10, изчаква се температурата на образеца 11 да стане по-висока от 273 К (0°С), за да се избегне заскрежаване на дъното на топлообменна камера 9, изпуска се въздух през натекателната система на високовакуумната помпа 33, кожухът 7 се де-монтира и образецът се заменя с нов.

Авторски претенции

1. Устройство за неутронографски изследвания, съдържащо разглобяем криостат с опорен фланец, с изолационно пространство и резервоар за хладилен агент, устройство за регулиране на температурата на образеца, устройство за регулиране разхода на хладилния агент, държател с изследвания образец и регулируем електронагревател, характеризиращо се с това, че на дъното на резервоара (1) е монтирана топлообменна камера (9), чиито стени са от материал с нисък коефициент на топлопроводимост, а дъното ѝ, което е метално и профилирано, е с издатък, върху който е навит регулируемият електронагревател (10), като изолационното пространство (8) на топлообменната камера (9) и образеца (11), ограничено от кожух (7), е вакуумно отделено от изолационното пространство (3) на криостата и е свързано с вакуумпомпа (18), а кожухът (7) е свързан посредством съединителен възел (6) с опорния фланец (5) на криостата, закрепен към приспособление за пространствено ориентиране и фиксация на образеца (11).

2. Устройство, съгласно претенция 1, характеризиращо се с това, че топлообменната камера (9) е свързана посредством регулиращ вентил (20) с пространството на резервоара (1) на криостата.

3. Устройство, съгласно претенции 1 и 2, характеризиращо се с това, че топлообменната камера (9), посредством тръба (12) през криостата и вентил (19), е свързана с атмосферата.

4. Устройство, съгласно претенции 1 и 2, характеризиращо

се с това, че вакуумпомпата (18) е свързана посредством вентили (17, 14) с резервоар с топлообменен газ (15) и посредством вентил (13) с тръбата (12) през криостата към топлообменната камера (9).

5. Устройство, съгласно претенция 1, характеризиращо се с това, че помпа за свръхналягане (22) е свързана с парното пространство над хладилния агент в резервоара (1) на криостата.

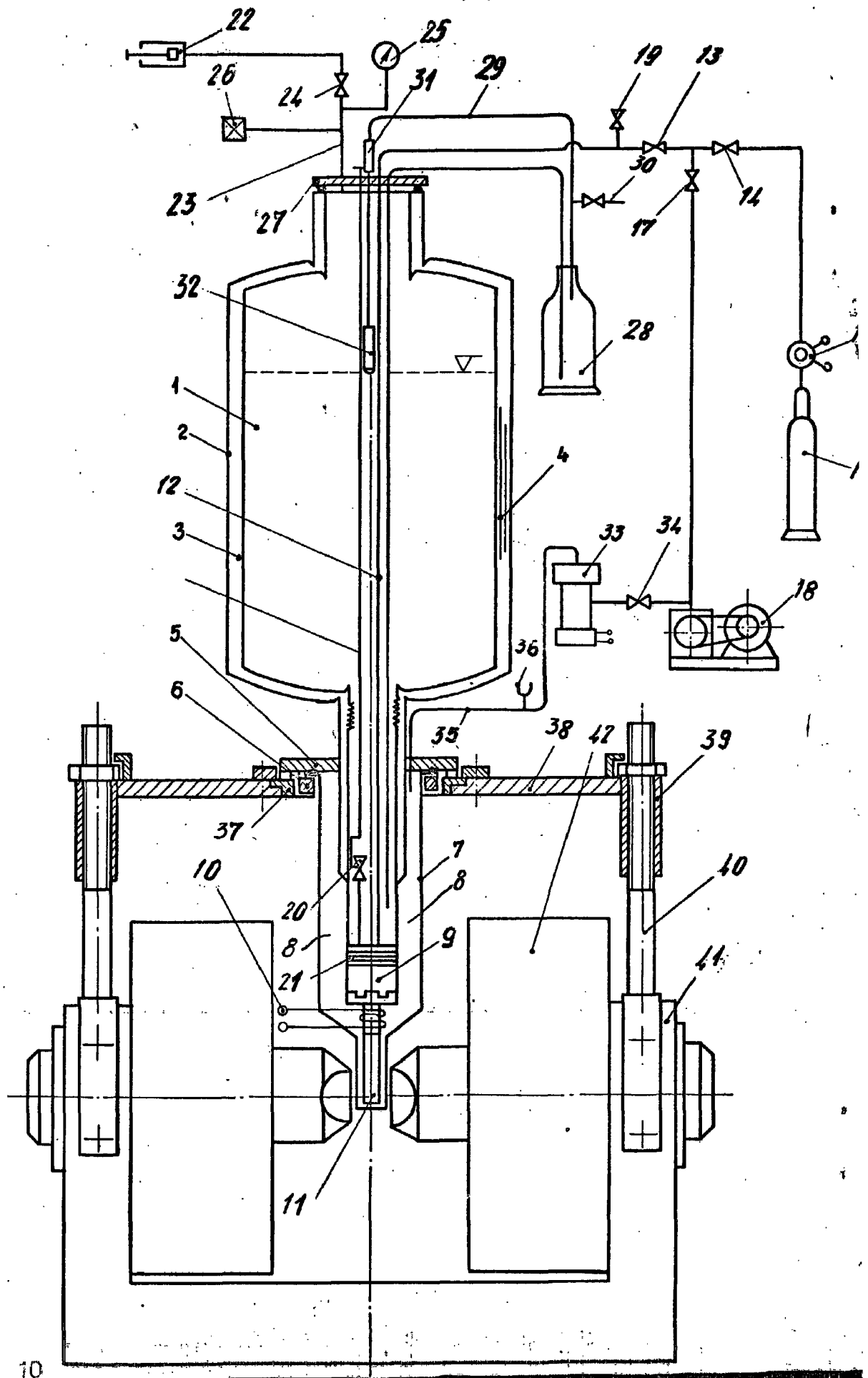
6. Устройство, съгласно претенция 1, характеризиращо се с това, че спорният фланец (5) на криостата е свързан чрез шарнир (44) и винтова двойка (45) към приспособление за пространствено ориентиране и фиксация на образеца, с координатна маса (37), разположена между два срещуположно действащи винта (43) и направляващите канали на основна плоча (38), закрепена чрез двигателни винтови връзки (39) към две вертикални колони (40), които в долния си край са свързани неподвижно към магнитопровода (41) на електромагнит (42).

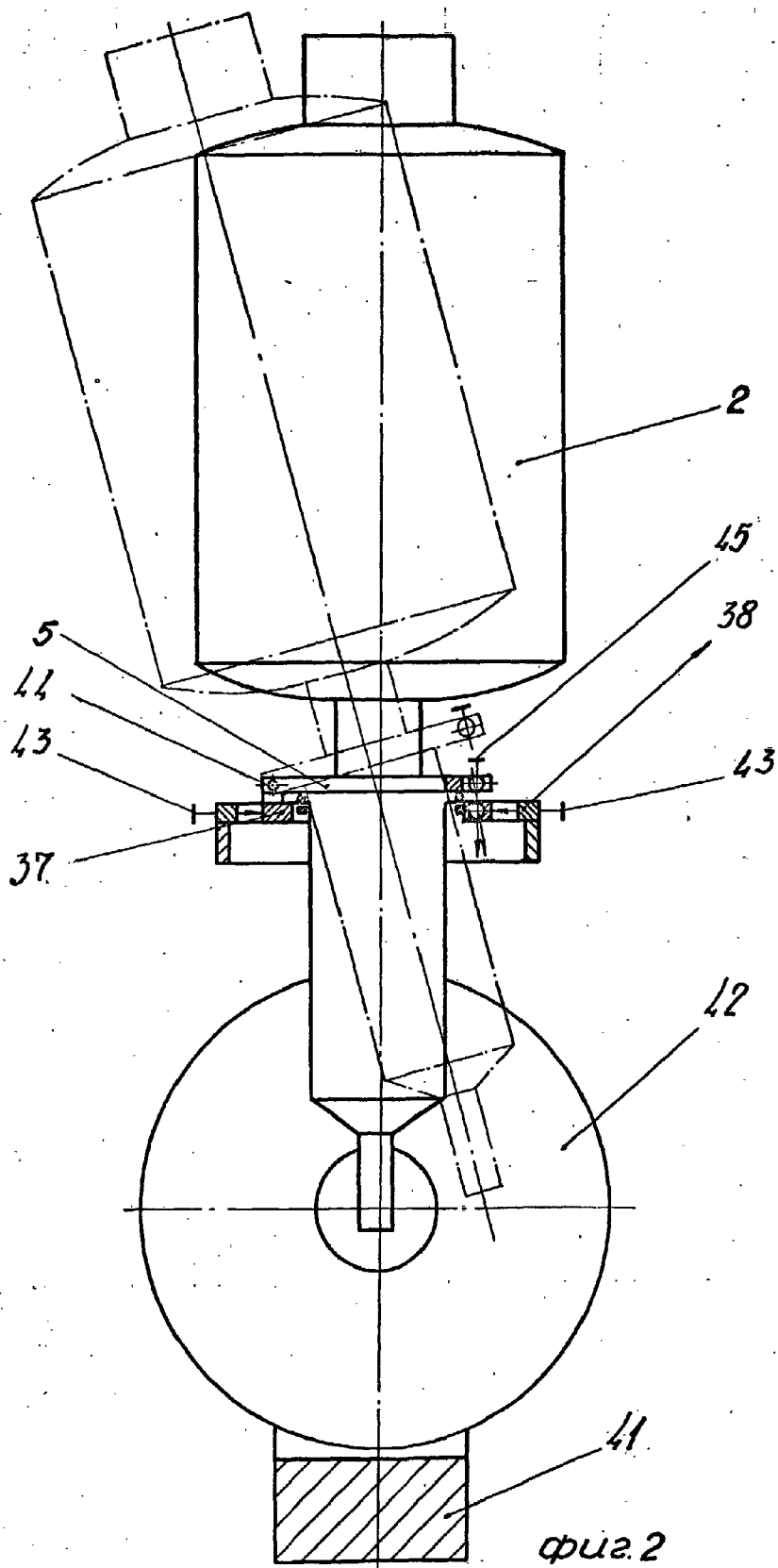
Приложение: 2 фигури

Литература

1. Изюмов, Ю.А., Озеров, Р.П., Магнитная нейтронография, Изд. "Наука", Москва, 1966.
2. Нозик, Ю.З., Озеров, Р.П., Хенниг, К., Структурная нейтронография, Атомиздат, Москва, 1979.
3. Демисhev, А.Г., Сухлин, В.З., Наймушин, Е.А., Унесихин, Н.Е., Цариценко, А.Ф., Криогенная система с регулируемой температурой для нейтронографических исследований, Приборы и техника эксперимента, № 5, 259 (1981)
4. Wollan, E.O., Koehler, W.C., Wilkinson, M.K., Physical Review, 110, No 3, 638, 1958.

34152





фиг. 2

Издание на Института за изобретения и рационализации
 София, бул. "Насър" № 52

Експерт: П. Чобанов

Редактор: М. Тергинова

Пор. № 21084

Тираж 70