

样品环境（SE）运行调试

报告人：胡海韬

主要内容

1 样品环境（ SE ）设备简况

2 SE在谱仪上的运行及调试

2.1 GPPD:

CCR-02运行调试，SE设备机械接口和真空性能测试

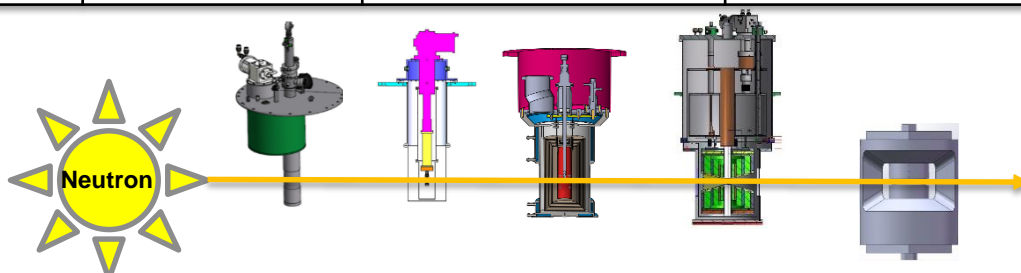
2.2 SANS:

水浴换样器样机、正式机的安装和带束调试

3 下一阶段调试及优化方案

1 样品环境设备简况

序号	代码	设备名称	性能参数	可用谱仪	带束流调试
1	CCR-01	闭循环低温恒温器	10-350K	GPPD&SANS	
2	CCR-02	闭循环变温设备	4.2-800K	GPPD&SANS	GPPD✓
3	CCR-03	双循环低温恒温器	1.5-300K	GPPD&SANS	
4	CCR-04	直冷式低温恒温器	4.2-300K	GPPD&SANS	
5	ULT-01	³ He极低温插件	0.3-300K	GPPD&SANS	
6	HOT-01	高温炉	200-1800 °C	GPPD&SANS	
7	HOT-02	高温恒温器	200-1000 °C	GPPD&SANS	
8	HPC-01	便携式压力容器	5GPa	GPPD	
9	HPC-02	高压容器	10-20GPa, RT-1000K	GPPD	
10	CPC-01	液压腔体	2GPa	GPPD	
11	CPC-02	液压腔体	1GPa	GPPD	
12	GP-01	气体面板	20MPa	GPPD&SANS	
13	MAG-01	垂直磁场超导磁体	9T, 1.5-325K	GPPD	
14	ATC-01	水浴换样器	18 samples, -30-90°C	SANS	SANS✓
15	ATC-02	低温快速换样插件	24 samples, 10-300K	GPPD&SANS	

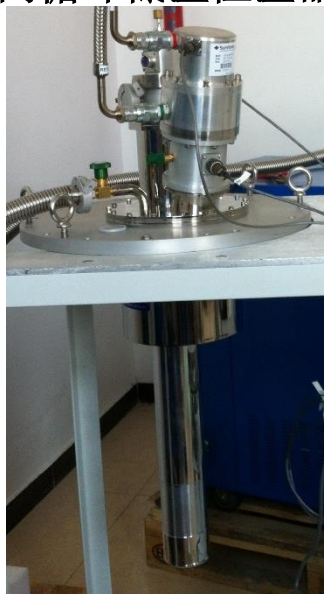


1 样品环境设备简况

1.1 低温与超导类设备

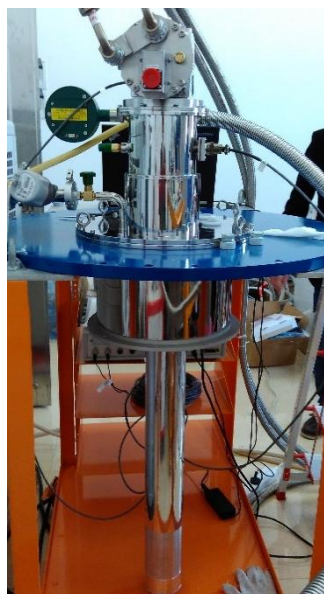
CCR-01

闭循环低温恒温器



CCR-03

双循环低温恒温器



闭循环变温设备

CCR-02



直冷式低温恒温器

CCR-04

MAG-01

垂直磁场超导磁体



³He极低温插件

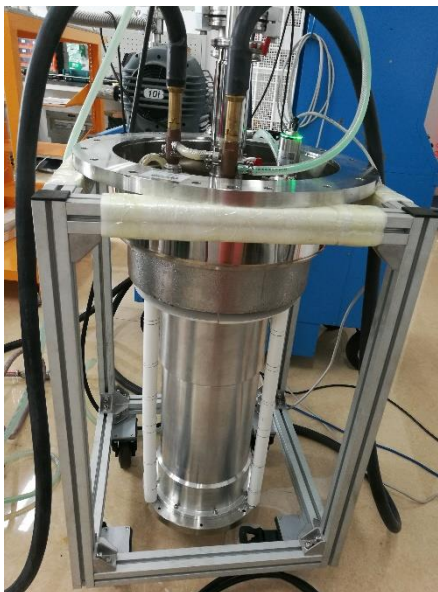
ULT-01

1.2 高温与变温换样类设备

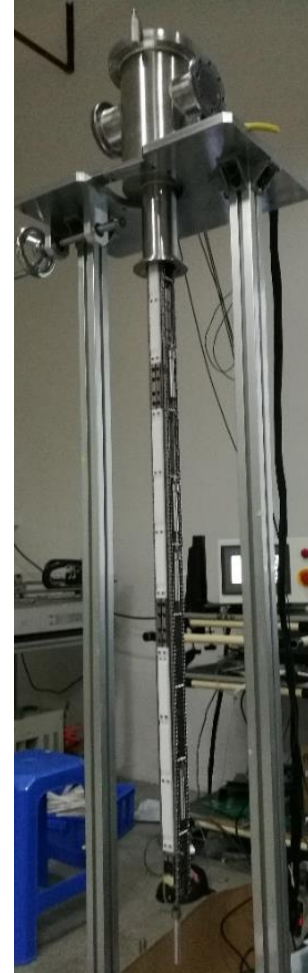
HOT-02高温恒温器



HOT-01高温炉



ATC-02低温快速换样插件



ATC-01水浴换样器

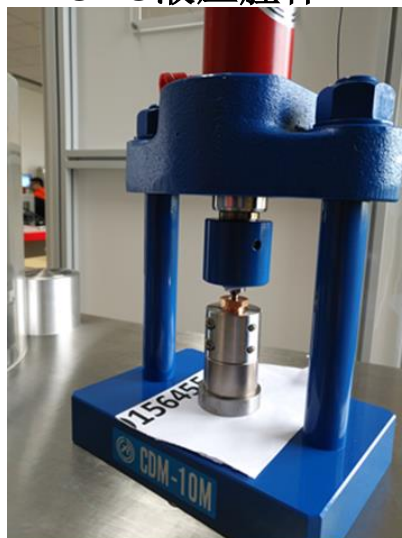


1.3 高压类设备

HPC-01便携式压力容器



CPC液压腔体



HPC-02高压容器



GP-01气体面板



GP-01低温气耦合插件



2 SE设备运行及调试

2.1 低温恒温器CCR-02运行 @GPPD

设备指标：4.2~450K（低温杆） 15~800K（高温杆）

运行时长：3/21-3/26 ， 3/27-4/1 ， 4/6-4/8， 7/4-7/19

运行过程：

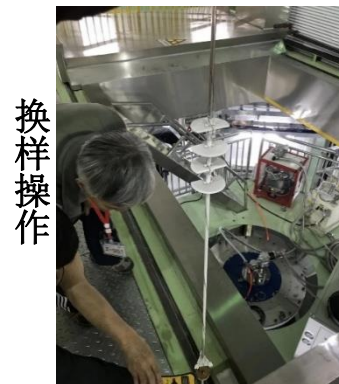
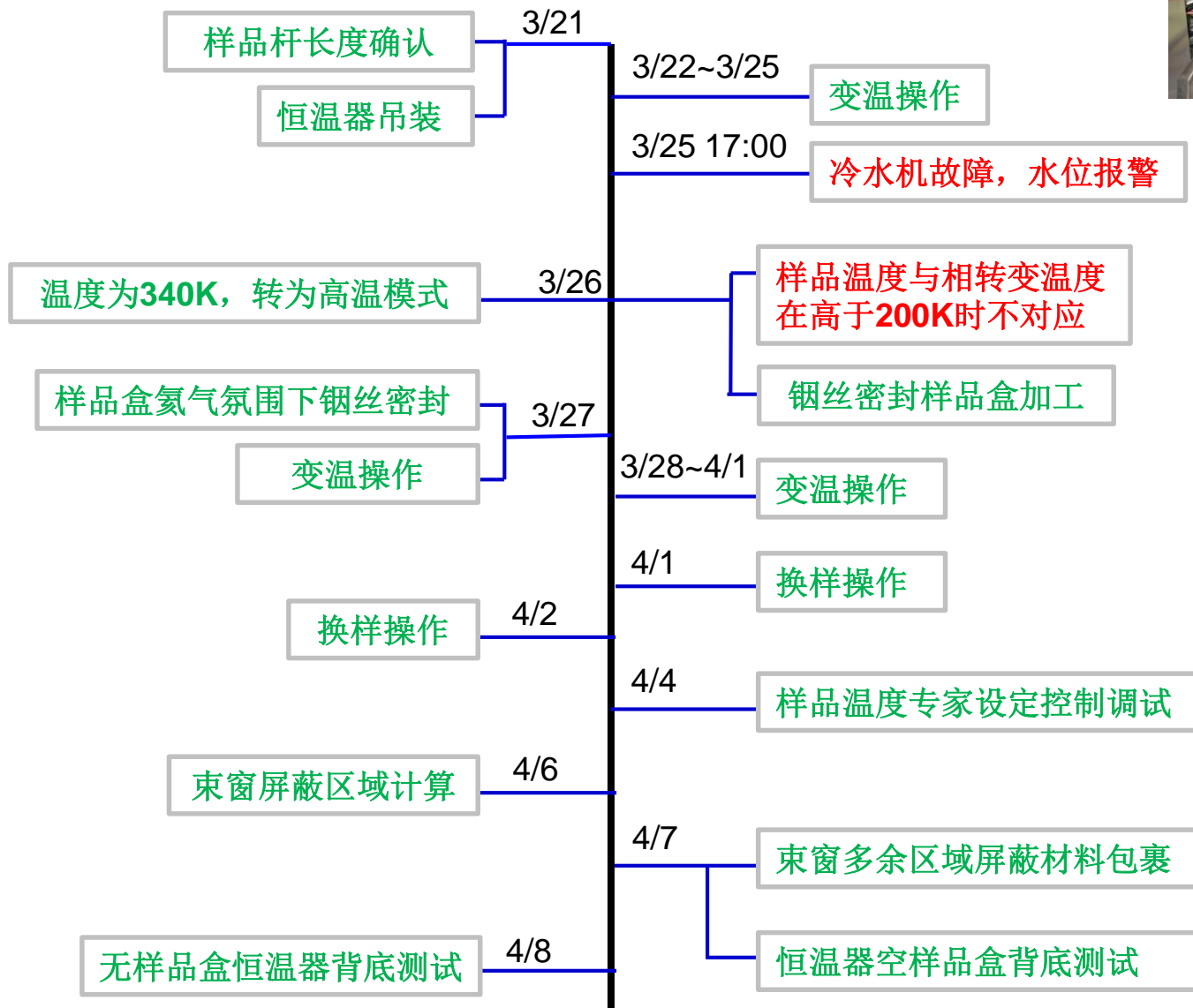
- 设备部分：

设备吊装、管路连接、样品杆长度调整、仪器及通讯设定

- 实验部分：

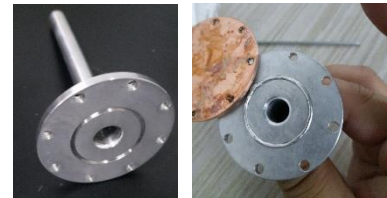
变温测试、样品盒密封、换样操作、CCR-02窗口背底测试等

2.1.1 第一轮运行过程



换样操作

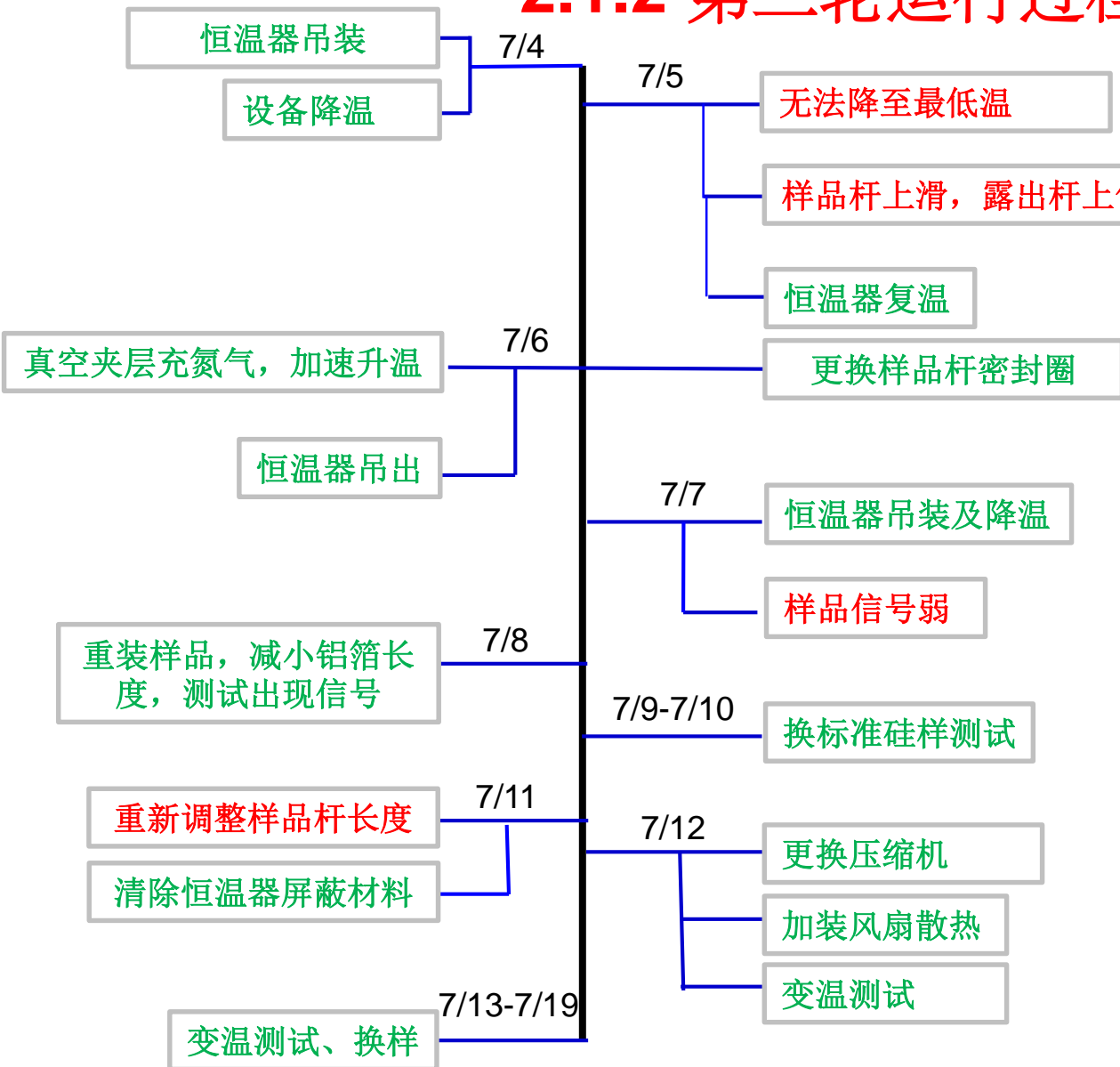
样品盒组件 (钢丝密封)



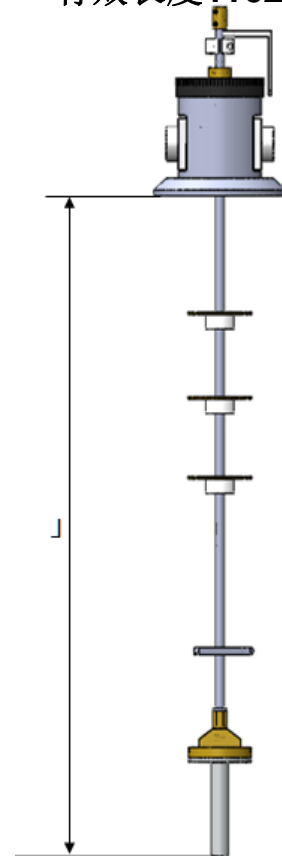
氦气氛围下样品盒密封



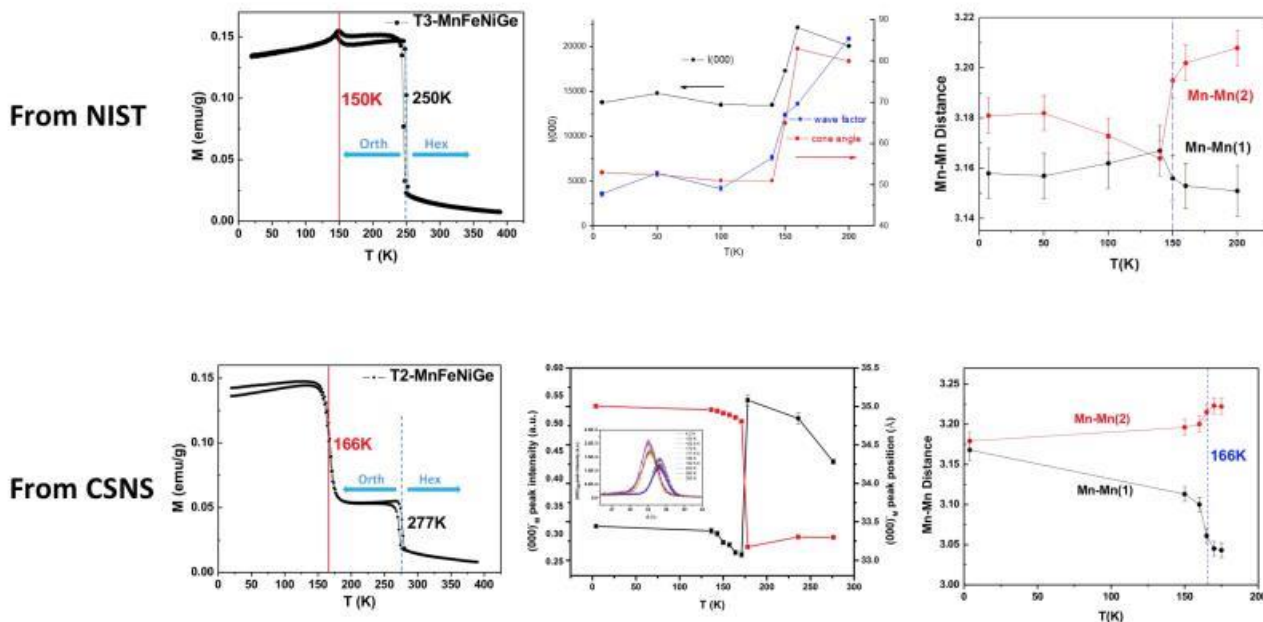
2.1.2 第二轮运行过程



样品杆
有效长度1162mm



2.1.3 实验运行结果



所测样品的热磁曲线与结构变化

“NIST与GPPD的测试结果，第一个图是热磁曲线，第二个图是磁峰的峰积分与位置随温度的变化，第三个Mn-Mn最近邻和次近邻键长随温度的变化。可以看到同样相变区域有明显变化，一致性非常好。这个样品与在NIST测的不是同一个样品，为了提高性能，调整了组分，希望相变点向高温移动，实验结果证明了这一点。”

完成3个用户4个样品的低温测试，提供4.2~300K的变温环境

2.1.4 发现的问题及解决方案

手动充放气部件



1) 样品温度200K以上测量不准

解决方案：更换密封氦气的样品盒；高于200K时，将样品管内氦气抽光提前进入高温模式。（已完成）

2) 测点温度稳定后，样品温度何时稳定

解决方案：在保证密封的情况下，样品盒内放置温度计，测量测点温度与样品温度的差值及样品温度稳定时间。（已完成）

低导热标定粉末



密封标定样品盒



3) 水冷机故障

解决方案：风冷式冷水机在谱仪散射室过热发生故障，需在散射室内安装公用冷却水。（已完成）

或将压缩机放于散射室外，布置穿墙氦气管和对应电气线路。（已完成）

穿墙制冷机氦气管



4) 温度设定过冲问题

解决方案：与控制组合作，进行专家温度设定程序，实现样品温度的逐渐逼近。（已完成）

5) 用户实验室暂不具备放射性样品处理装置、设施与能力，样品辐照后该如何解决（目前在用户实验室进行，待解决）

散射室内水管

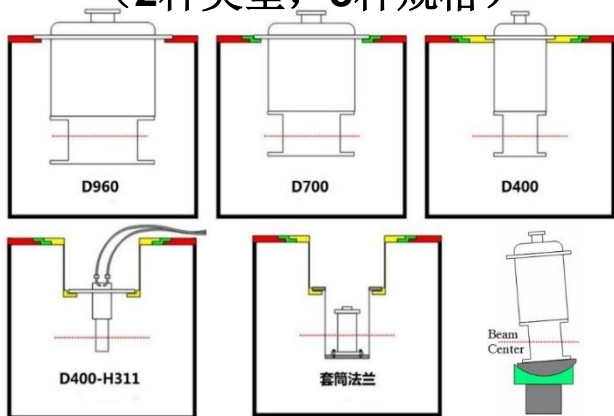
信号线穿墙布置



2.1.5 SE设备机械接口和真空性能测试 @GPPD

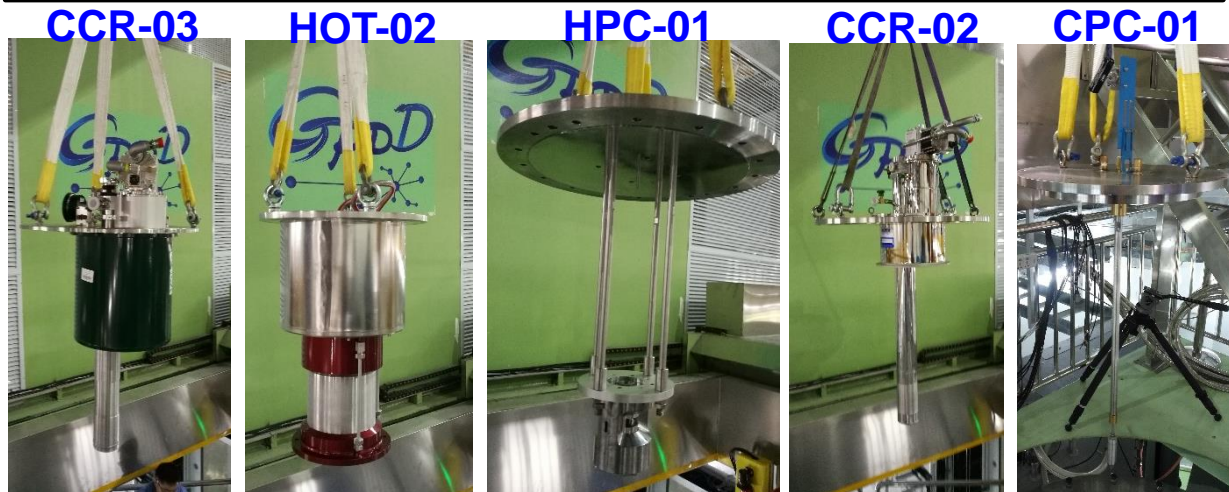
设计

统一SE设备机械接口标准类型
(2种类型, 8种规格)



安装测试

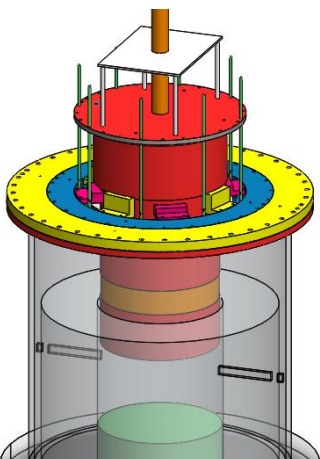
已安装9套SE设备, 机械接口均能匹配, 真空性能均通过测试, 满足要求



MAG-01超导吊装方案

问题:
与GPPD精细准直器仅15mm间隙!

解决方案:
分解吊装起落过程
制造3种限位装置
保证水平起落安装



MAG-01



CCR-01



CCR-02

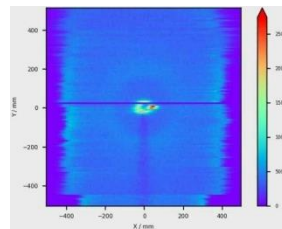
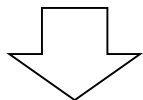


2.3 SE设备运行及调试 (@SANS)

1) 水浴换样器调试

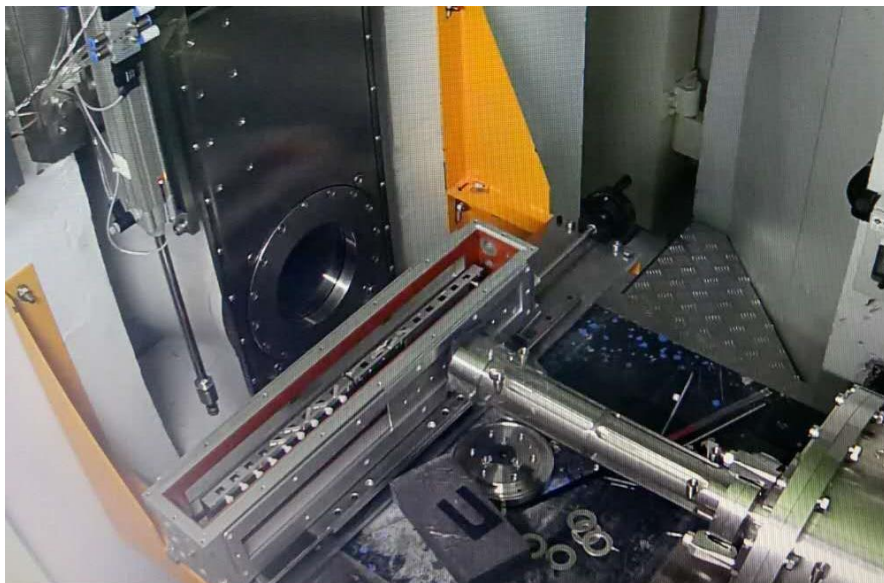
样机协助SANS调试-直通束测试:

(因替代氮化硼的临时不锈钢片, 产生了亮点)

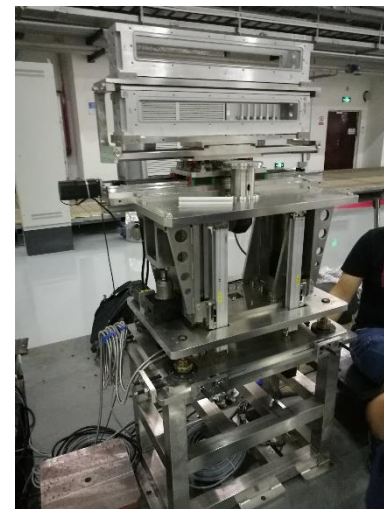


正式机协助SANS调试:

(安装前后背底无差别)



与SANS二维可调平台的准直测量



3 下一阶段调试及优化方案

低温恒温器**CCR-02**和水浴换样器**ATC-01**在谱仪上运行和调试所遇到的问题，为其他样品环境设备上谱仪的运行做了预警。

3.1 接入谱仪的控制软件调试（与实验控制组合作）

3.2 在GPPD的SE设备窗口背底测试：

CCR-01、CCR-03、CCR-04、UTL-01、HOT-01、HOT-02、
HPC-01、HPC-02、GPC-01、GPC-02、MAG-01、ATC-02

3.3 水浴换样器在SANS的安装、控温和运动调试等

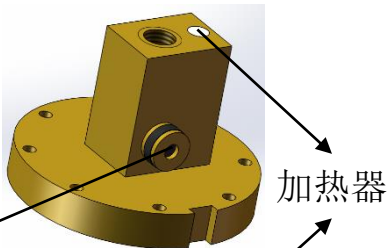
3.4 样品环境设备测试专区（实验室）的完善

3 下一阶段调试及优化方案

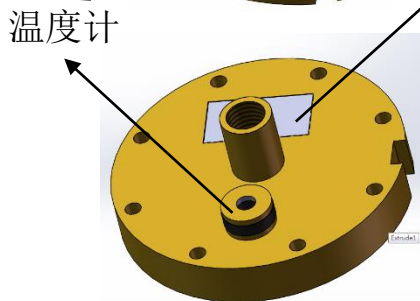
3.5 SE设备升级：低温恒温器示例

- 样品托改造：
改变传热结构，
增大传热面积。

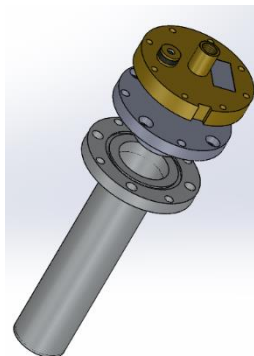
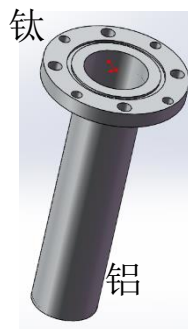
当前样品座



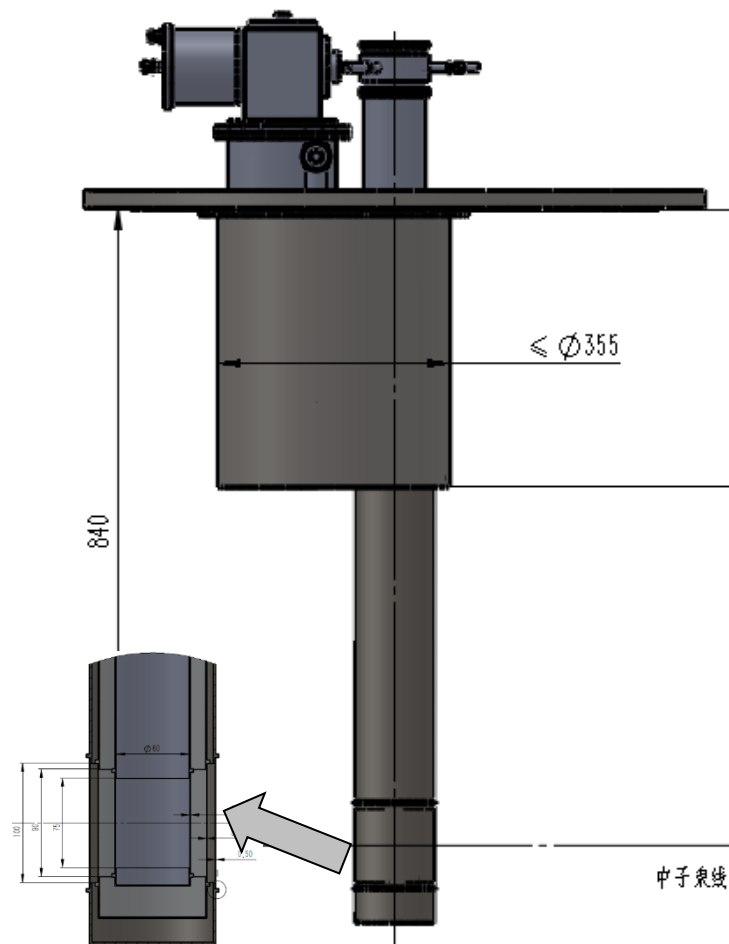
改进样品座



- 钛法兰样品盒制造：
提高法兰硬度，采用铅密封圈，可用于**650K**以上

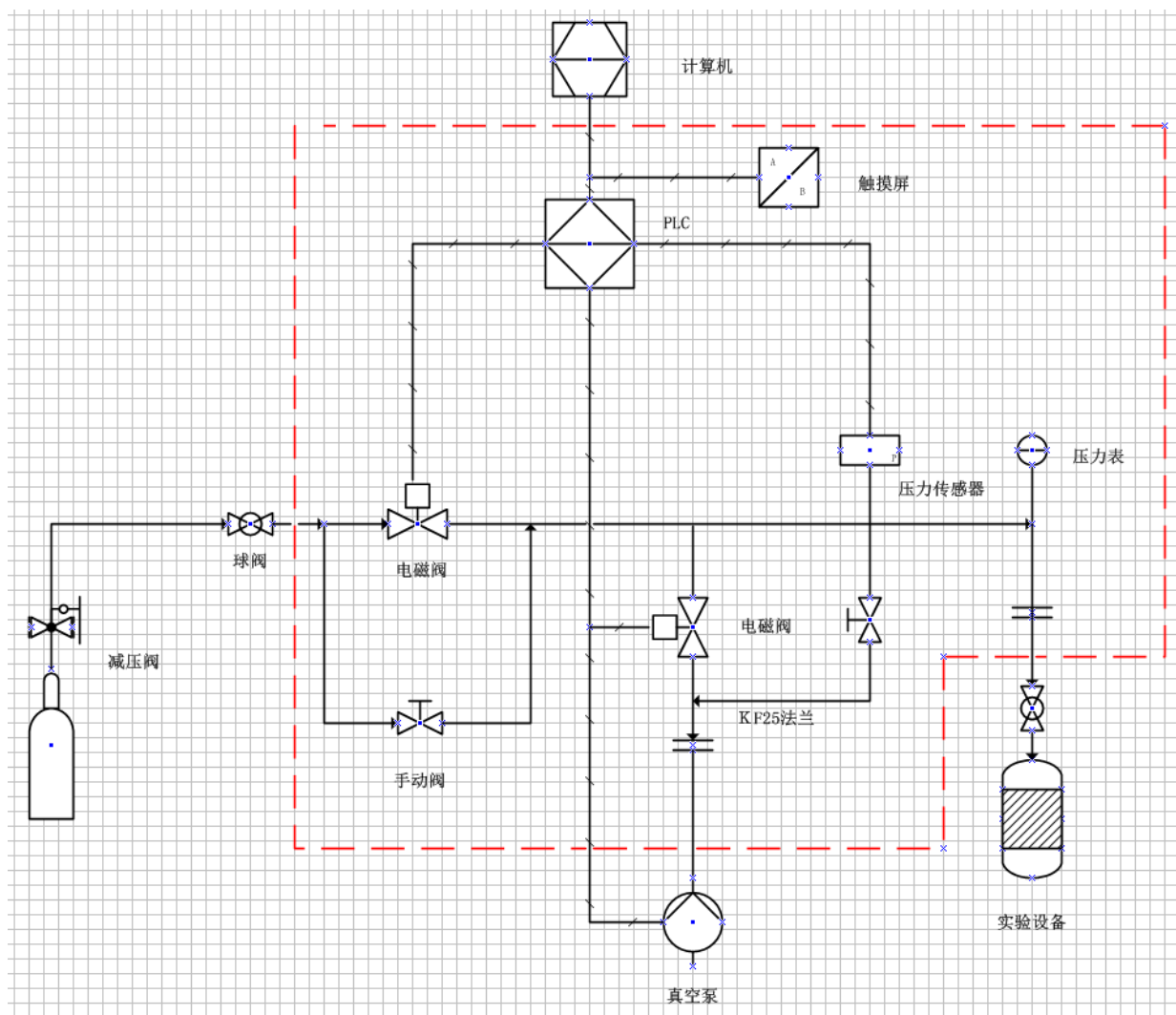


- 钒窗恒温器设计制造：



3 下一阶段调试及优化方案

3.5 SE设备升级：自动充换气装置研制示例（调节样品管内氦气压力）



感谢各位老师 and 同事！