



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 01.12.76 (P. 194066)

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 05.06.78

Opis patentowy opublikowano: 15.12.1979

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polski Instytut Niskich Temperatur

Int. Cl.²
G01N 23/20

Twórcy wynalazku: Adam Pietraszko, Damian Kucharczyk

Uprawniony z patentu: Polska Akademia Nauk Instytut Niskich Tempe-
ratur Badań Strukturalnych, Wrocław (Polska)

Przystawka niskotemperaturowa do dyfraktometrów rentgenowskich systemu Bonda

1 Przedmiotem wynalazku jest przystawka nisko-
temperaturowa do dyfraktometrów rentgenowskich
systemu Bonda dla zakresu temperatur od $+30^{\circ}\text{C}$
do -180°C .

Znane są przystawki niskotemperaturowe umo-
żliwiające prowadzenie badań nad temperaturo-
wymi zależnościami parametrów sieci krystalic-
znej z wykorzystaniem dyfrakcji promienio-
wania X.

Zasada działania znanych przystawek dla za-
kresu temperatur od $+30^{\circ}\text{C}$ do -180°C polega na
doprowadzeniu oziębionych par azotu w bezpo-
średnie sąsiedztwo badanego preparatu, zapewnie-
niu odpowiedniej stabilności temperatury i za-
bezpieczeniu preparatu oraz mocujących go ele-
mentów przed oszranianiem.

Znana jest w szczególności przystawka nisko-
temperaturowa firmy Syntex Analytical Instru-
ments opisana w patencie USA nr 3.839.635. Pod-
stawową częścią przystawki jest wymiennik ciepła
składający się z naczynia Dewara oraz umocowa-
nej wewnątrz węzownicy wyposażonej w radiator.
Wymiennik jest zasilany z dwóch zbiorników
ciekiego azotu; z jednego jest pompowany ciekły
azot stanowiący medium chłodzące wymiennika,
drugi zasila w pary N_2 wspomnianą węzownicę
poprzez regulator ciśnienia i układ kontroli prze-
pływu. Wskutek wymiany ciepła część dostarczo-
nego do wymiennika ciekłego azotu odparowuje
i zostaje uzupełniona przez zawór magnetyczny

2 sterowany czujnikiem poziomu. Opuszczające wy-
miennik pary azotu, oziębione do temperatury
o kilka stopni wyższej od temperatury ciekłego
azotu, zostają skierowane do układu grzejnika
umożliwiającego uzyskanie żądanej temperatury.
Następnie pary te są doprowadzane za pomocą
szklanej instalacji próżniowej do dyszy wyposa-
żonej w grzejnik odszraniający. Instalacja próż-
niowa, składająca się z kilku łączonych przegu-
bowo odcinków rur osłoniętych za pomocą płas-
zcza próżniowego, zapewnia dużą swobodę w usta-
wieniu dyszy względem preparatu. Strumień par
zostaje skierowany na preparat i oziębia go. Głow-
wice, na której jest umocowany preparat, osłania
ogrzewana tarcza, na której strumień par ulega
rozproszaniu.

Opisana konstrukcja przystawki wymaga zasto-
sowania trudnej do wykonania instalacji próżnio-
wej. Stabilizacja temperatury przy braku zabez-
pieczenia kryształu od wpływu warunków otocze-
nia jest nie lepsza niż $\pm 1^{\circ}\text{C}$, gdy dla pełnego
wykorzystania możliwości precyzyjnego dyfrakto-
metru systemu Bonda nieodzowna jest znacznie
dokładniejsza stabilizacja.

Zadaniem wynalazku jest opracowanie konstru-
kcji przystawki niskotemperaturowej ze stabili-
zacją temperatury na poziomie $\pm 0,05^{\circ}\text{C}$, wyelimi-
nowaniem instalacji próżniowej i zapewnieniem
skutecznego odszraniania głowicy.

Według wynalazku cel ten osiągnięto przez zaopatrzenie przystawki w wymiennik ciepła, który w dolnej części zbiornika, stale napełnionego ciekłym azotem, ma cylindryczny radiator zasilany parami azotu. Radiator jest złożony z szeregu pierścieniowych kanałów połączonych ze sobą za pomocą otworów rozmieszczonych na przeciwległych stronach radiatora. Tak skonstruowany radiator realizuje funkcję równoległe połączonych rur współśrodkowych i zapewnia wysoką efektywność wymiany ciepła, nie powodując tłumienia przepływu par. Dalej opisany radiator jest połączony z dyszą zaopatrzoną w grzejnik stabilizacyjny oraz w dwa tłumiące korki z waty miedzianej. Dolny koniec dyszy jest połączony ruchomo z głowicą odszraniającą, w której znajduje się celulooidowa osłona otaczająca badany preparat. W dolnej części głowicy znajdują się grzejniki kierujące uchodzące dołem pary azotu na zewnętrzną powierzchnię osłony celulooidowej. Grzejniki są także umieszczone przy szczelinie głowicy.

W opisanym radiatorze przekrój każdego kanału pierścieniowego jest korzystnie równy sumie powierzchni otworów wykonanych od strony wlotu par między pierwszym a przedostatnim kanałem i od strony wylotu między pierwszym a ostatnim kanałem.

Szczelina przystawki stanowiąca drogę dla przejścia promieniowania X oraz promieniowania po dyfrakcji jest utworzona między dwoma tekstolitowymi cylindrami oddzielonymi od siebie za pomocą kołków dystansowych. Kołki te służą równocześnie do umocowania i zasilania grzejników odciążających szczelinę.

Dolna część cylindra głowicy odszraniającej ma specjalną szczelinę o regulowanej głębokości, w której jest osadzony ruchomo teflonowy pierścień. Przez otwór tego pierścienia jest przeprowadzona kapilara, na końcu której jest umocowany badany preparat. Opisana konstrukcja, stanowiąc zamknięcie komory w której uchodzące pary azotu zostają zawrócone na zewnętrzną powierzchnię osłony celulooidowej, umożliwia równocześnie odchylenie badanego kryształu w płaszczyźnie prostopadłej do osi obrotu dyfraktometru o kąt do 8° , co jest wystarczające dla prawidłowego ustawienia kryształu względem wiązki X.

Przystawka jest w znany sposób zasilana z dwóch zbiorników płynnego azotu. Dzięki opisanemu rozwiązaniu stabilność temperatury mierzonej w obszarze zajmowanym przez kryształ wynosi $\pm 0,02^\circ\text{C}$ w zakresie temperatur od $+30^\circ\text{C}$ do -120°C i $\pm 0,05^\circ\text{C}$ w zakresie temperatur od -120°C do -180°C . Pomiar i kontrola stabilności temperatury w czasie badań odbywają się przy użyciu termopary doprowadzonej poprzez osłonę celofanową w bezpośrednie sąsiedztwo kryształu.

Przedmiot wynalazku jest dokładniej objaśniony na przykładzie wykonania w związku z rysunkiem, na którym fig. 1 przedstawia przystawkę w przekroju pionowym, a fig. 2 — głowicę odszraniającą przystawki pokazanej na fig. 1, w powiększeniu, również w przekroju pionowym.

Jak pokazano na rysunku, przystawka ma wymiennik ciepła zaopatrzony w cylindryczny zbiornik 1 zamknięty szczelnie od góry tekstolitową nakrętką 2. W nakrętce znajdują się zaciski mocujące kocówkę lewara 3 połączoną z nie pokazanym na rysunku zbiornikiem ciekłego azotu oraz lewara 4 połączoną z nie pokazanym na rysunku zbiornikiem gazowego azotu. W nakrętce 2 jest ponadto umocowany przewód 5 służący do odprowadzenia powstających w wymienniku par azotu oraz do wprowadzenia i zamocowania nie pokazanego na rysunku czujnika poziomu ciekłego azotu; czujnik ten steruje zaworem dozuującym do wymiennika ciekły azot.

W dolnej części zbiornika 1, zawsze wypełnionej ciekłym azotem, jest umieszczony radiator 6. Radiator o kształcie cylindrycznym ma szereg pierścieniowych kanałów 7 połączonych ze sobą otworami rozmieszczonymi na przeciwległych stronach radiatora. Pierwszy górny pierścieniowy kanał jest połączony z lewarem 4, ostatni dolny jest połączony otworem z przestrzenią 8, która dalej jest szczelnie połączona z dyszą 9. Między dnem radiatora 6 a dnem zbiornika 1 jest umieszczony teflonowy pierścień 10 zapewniający kontakt dolnej części radiatora z ciekłym azotem.

W celu wyeliminowania tłumienia przepływu par przez radiator 6 i tym samym uniknięcia konieczności stosowania wysokich ciśnień w zbiorniku zasilającym, przekrój poprzeczny każdego kanału 7 jest równy sumie powierzchni otworów wykonanych od strony wlotu par między pierwszym a przedostatnim kanałem i od strony wylotu między pierwszym a ostatnim kanałem.

W dyszy 9 jest umieszczony grzejnik 11 w postaci spirali z drutu kantailowego umocowany na dwóch przepustach 12 izolowany teflonem. Dalej w dyszy 9 jest umieszczony korek 13 z waty miedzianej służący do ujednorodnienia temperatury par azotu opuszczających obszar grzejnika 11. W korku 13 jest umocowana nie pokazana na rysunku termopara sterująca układem elektronicznym zasilającym grzejnik 11.

Przedłożenie dyszy 9 stanowi celulooidowa osłona 14, wewnątrz której jest umieszczony preparat 15 umocowany na głowicy 16 za pośrednictwem kapilary 17. Głowica odszraniająca, której konstrukcja zostanie dalej szczegółowo opisana, jest zaopatrzona w odmrażające grzejniki 18. Wiązka promieniowania X dociera do preparatu 15 ze szczeliny kolimatora 19. Głowica 16 umożliwia obrót preparatu wokół osi o dowolny kąt w zakresie od 0° do 360° oraz odchylenie kryształu względem płaszczyzny obrotu o kąt do 8° . Zbiornik 1 oraz dysza 9 są umieszczone w styropianowym płaszczu 20 umieszczonym w obudowie.

Pokazana na fig. 2 rysunku głowica odszraniająca ma dwa tekstolitowe cylindry 21, 22 oddzielone od siebie dystansowymi kołkami 23 zapewniającymi utworzenie szczeliny 24 niezbędnej dla przejścia wiązki promieniowania X oraz promieniowania po dyfrakcji. Kołki 23 służą równocześnie do umocowania dwóch pierścieniowych grzejników 25 zabezpieczających szczelinę 24 przed oszronieniem. W otworze 26 cylindra 21 jest osad-

dzona końcówka dyszy 9 a pod nią znajduje się korek 27 z waty miedzianej z doprowadzoną do niego termoparą 28. W opisanej już celulooidowej osłonie 14 znajduje się preparat 15. Końcówka dyszy 9 jest osadzona w otworze 26 suwliwie i jest uszczelniona za pomocą smaru silikonowego. Dzięki temu połączeniu kurczenie się dyszy 9 na skutek zmiany temperatury nie powoduje przesuwania się szczeliny 24, a tym samym staje się zbędne korygowanie położenia przystawki względem źródła promieniowania w czasie trwania eksperymentu.

Cylinder 22 ma wyprofilowaną komorę 29 odbijającą pary opuszczające osłonę 14 w kierunku szczeliny 24. Zawracające pary opływając zewnątrz osłonę 14 zapobiegają jej oszronieniu, zaś opisane grzejniki 25 chronią jedynie szczelinę 4 przed oblodzeniem. Z tego względu kontakt cieplny grzejników 25 z innymi elementami głowicy jest zredukowany do punktów łączących z dystansowymi kołkami 23.

Dolna część cylindra 22 jest zaopatrzona w dostępny od zewnątrz teflonowy wkręt 30 ustalający szczelinę 31 dla pomieszczenia teflonowego pierścienia 32 uszczelniającego komorę 29. Pierścień 32, w którego otworze jest umieszczona kapilara 17, jest osadzony ruchomo w szczeliny 31, co pozwala na odchylanie kryształu 15 w płaszczyźnie prostopadłej do osi obrotu dyfraktometru. Przez istniejące w tym rozwiązaniu nieszczelności część strumienia par azotu ma możność uchodzić na zewnątrz, jednak jest ona znikoma w porównaniu z efektywnym strumieniem zwrotnym. Wnętrza cylindrów 21 i 22 są wypełnione styropianem 33.

Zastrzeżenia patentowe

1. Przystawka niskotemperaturowa do dyfraktometrów rentgenowskich systemu Bonda dla zak-

resu temperatur od $+30^{\circ}\text{C}$ do -180°C , zaopatrzona w dwa zbiorniki ciekłego azotu zasilające wymiennik ciepła służący do schładzania par azotu kierowanych następnie poprzez grzejnik na badany preparat, **znamienna tym**, że w dolnej części zbiornika (1), stale napełnionej ciepłym azotem, ma cylindryczny radiator (6) złożony z szeregu pierścieniowych kanałów (7) połączonych ze sobą za pomocą otworów rozmieszczonych na przeciwnych stronach radiatora, a z przestrzenią (8) radiatora jest szczelnie połączona dysza (9) zaopatrzona w stabilizacyjny grzejnik (11) oraz w dwa tłumiące korki (13), (27) z waty miedzianej, zaś dolny koniec dyszy (9) jest ruchomo połączony z głowicą odszraniającą zaopatrzoną w celuloidową osłonę (14), grzejniki (18) kierujące pary azotu na zewnętrzną powierzchnię wspomnianej osłony oraz grzejniki (25) umieszczone przy szczeliny (24) głowicy.

2. Przystawka według zastrz. 1, **znamienna tym**, że przekrój poprzeczny każdego kanału (7) radiatora (6) jest korzystnie równy sumie powierzchni otworów wykonanych od strony wlotu par między pierwszym a przedostatnim kanałem (7) i od strony wylotu między pierwszym a ostatnim kanałem (7).

3. Przystawka według zastrz. 1, **znamienna tym**, że szczelina (24) jest utworzona między textolitowymi cylindrami (21), (22) oddzielonymi od siebie za pomocą dystansowych kołków (23), które równocześnie służą do umocowania i zasilania grzejników (25).

4. Przystawka według zastrz. 1, **znamienna tym**, że dolna część cylindra (22) głowicy odszraniającej ma regulowaną szczelinę (31) z osadzonym w niej ruchomo teflonowym pierścieniem (32), przez otwór którego jest przeprowadzona kapilara (17) z badanym preparatem (15).

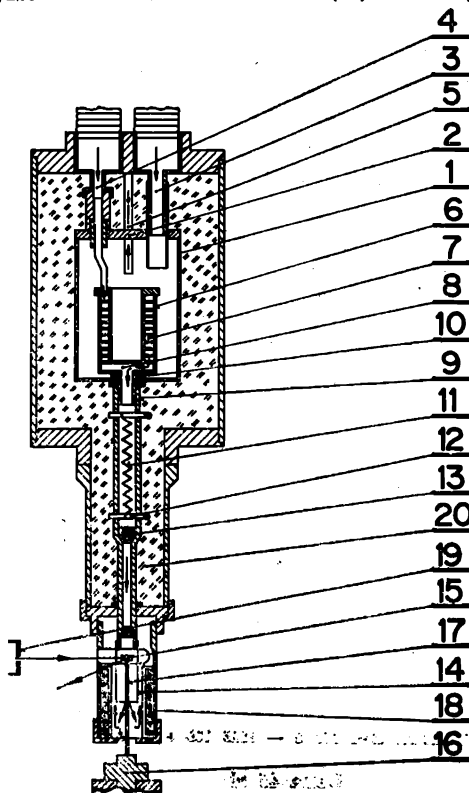


Fig. 1

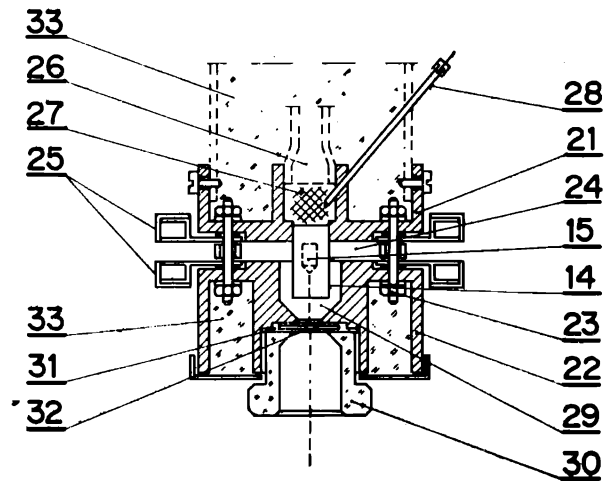


Fig. 2