

**Operational Quick Notes for the Liquid Nitrogen
Cooling System for DCM Used at BL13B1**

姜政宏、簡玉成

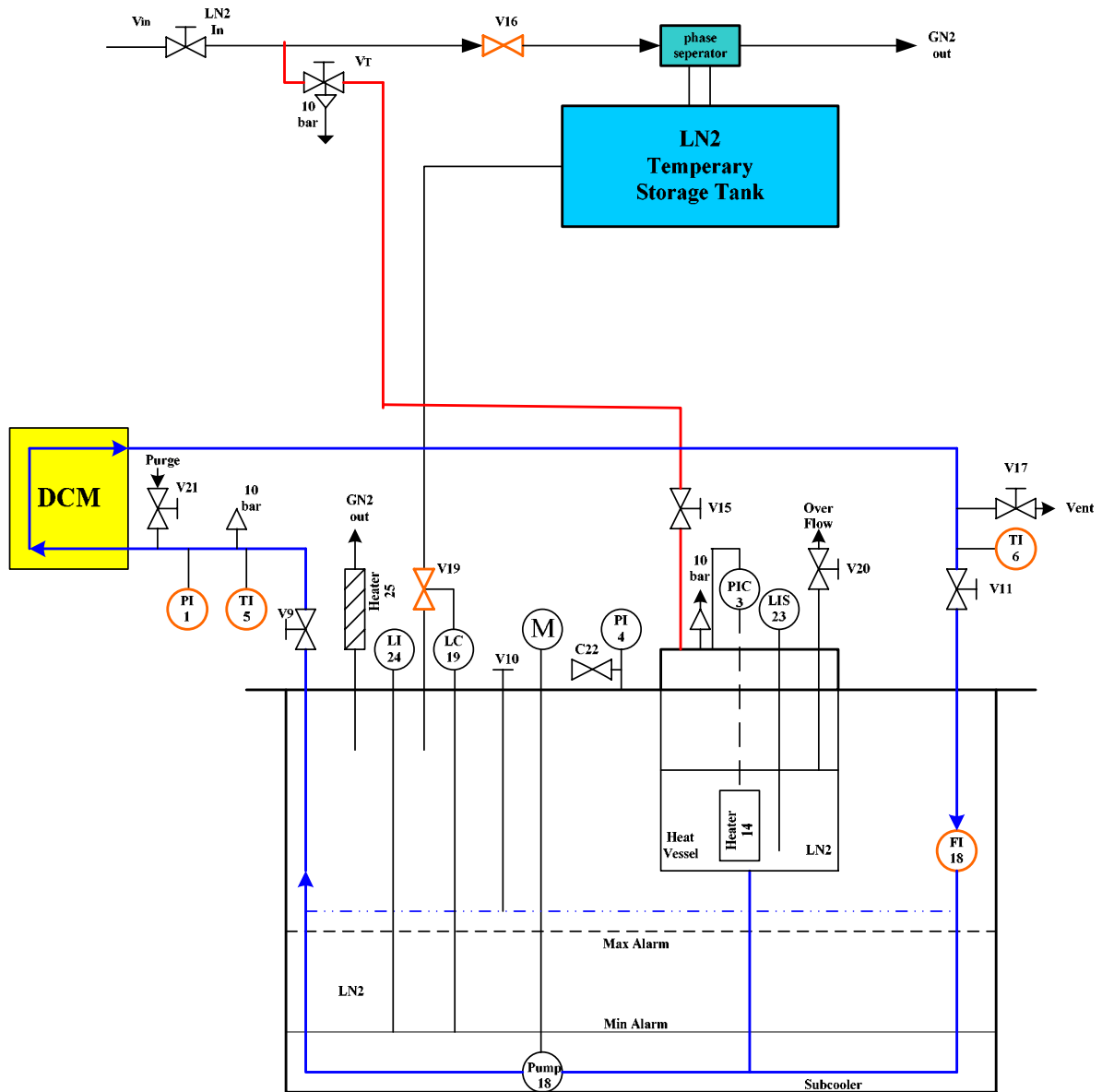
國家同步輻射研究中心
蛋白質繞射小組

2006 年 3 月 24 日

目錄

1. BL13B1 DCM 液氮冷卻系統閉迴路結構-----	3
2. 開機程序-----	4
2-1. 長時間未使用時-----	4
一. 第一天工作-----	4
二. 第二天工作-----	12
2-2. 閉迴路進行之注意事項-----	20
3. 關機程序-----	22
3-1. 正常停機的操作步驟-----	22
3-2. 停電時的操作步驟-----	27
3-3. 加速系統回溫的方法-----	32
3-4. 需拆卸 Monochromator 但液氮冷卻系統仍在工作時-----	33

1. BL13B1 DCM 液氮冷卻系統閉迴路結構:



Subcooler = 熱交換桶

Heater Vessel = 液氮儲存桶

PI1 = (DCM 液氮入口)壓力指示計 1

TI5 = (DCM 液氮入口)溫度指示計 5

TI6 = (DCM 液氮出口)溫度指示計 6

V21 = (DCM 液氮入口)手動洩氣閥 21

V17 = (DCM 液氮出口)手動洩氣閥 17

V9 = (DCM 液氮入口)手動液氮調節閥 9

V11 = (DCM 液氮出口)手動液氮調節閥 11

LI24 = (熱交換桶)液位指示計 24
LC19 = (熱交換桶)液位控制器 19
V16 = 第一電動液氮控制閥 16(控制液氮暫存槽的容量)
V19 = 第二電動液氮控制閥 19 (控制熱交換桶的容量)
V10 = (BYPASS)迴路調節閥 10
PI4 = (熱交換桶)壓力指示計 4
V15 = (液氮儲存桶)手動液氮填充閥 15
PIC3 = (液氮儲存桶)壓力調節器 3
LIS23 = (液氮儲存桶)液位偵測器 23
V20 = (液氮儲存桶)手動液氮溢流閥 20
FI18 = 閉迴路內的流量指示計 18
C22 = (熱交換桶)壓力指示計開關 22
 V_T = 液氮來源端與冷卻系統 T 型接合點之手動調節閥
 V_{in} = 液氮來源端手動調節閥

2. 開機程序：

2-1. 長時間未使用，液氮儲存桶、熱交換桶、液氮閉迴路皆需填充時：

一. 第一天工作：

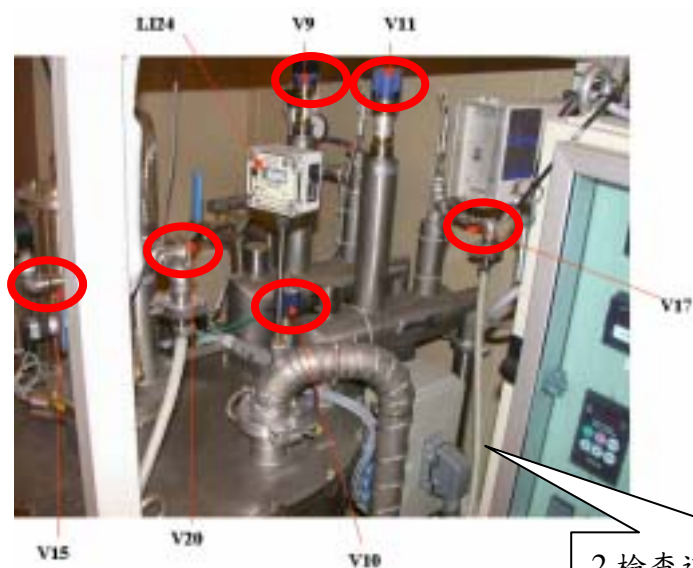
(A) 乾燥氮氣 Purge 管路裡的水氣

1. 請操作者至球型液氮供應槽壓力指示計前(位於供應槽右上方)。
2. 確定液氮供應端有無正常供應 LN₂(供應槽壓力指示約在 3.5bar)。



1. 確定液氮有正常供應

3. 確認以下閥門是否處於關閉狀態：
 - (a) Bypass 調節閥(V 10)
 - (b)DCM 出口端液氮管路上的手動液氮調節閥(V 11)
 - (c)液氮儲存桶上的手動液氮填充閥(V 15)
 - (d)DCM 出口端液氮管路上的手動洩氣閥(V 17)
 - (e)液氮儲存桶上的手動液氮溢流閥(V 20)
 - (f)DCM 入口端液氮之管路上的充氣/洩氣閥(V 21)
 - (g) DCM 入口端液氮管路上的手動液氮調節閥(V 9)
 - (h)第一與第二電動閥(V16&V19)。



2.檢查這些開關是否關閉



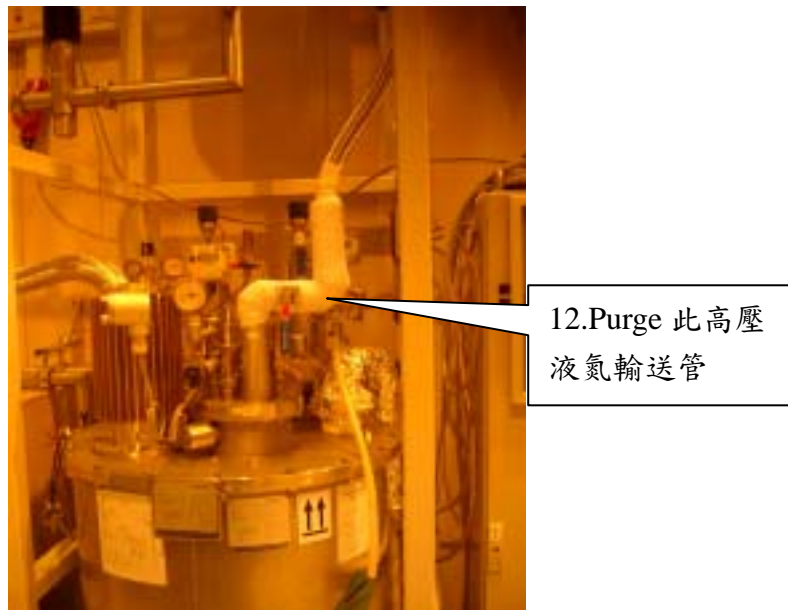
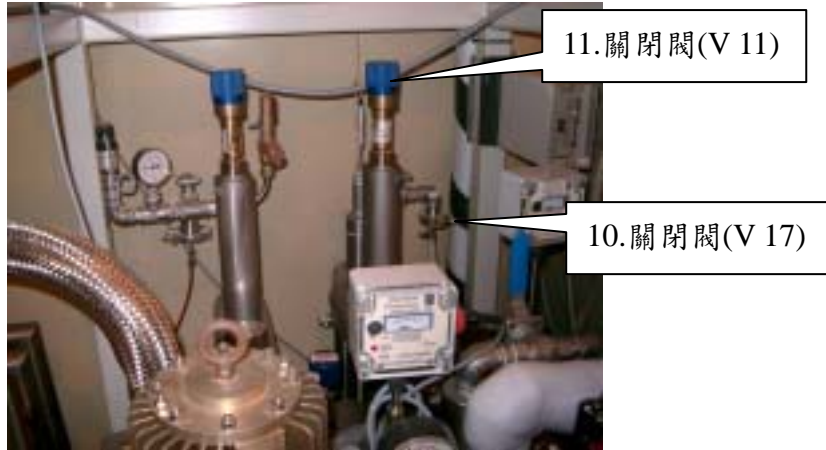
4. 將氮氣瓶輸送管分接在 Turbo 幫浦上，再用 T 接頭分接到閥 V 21 上，然後打開 Pump 將輸送管內的空氣抽掉。
5. 打開氮氣瓶開關。



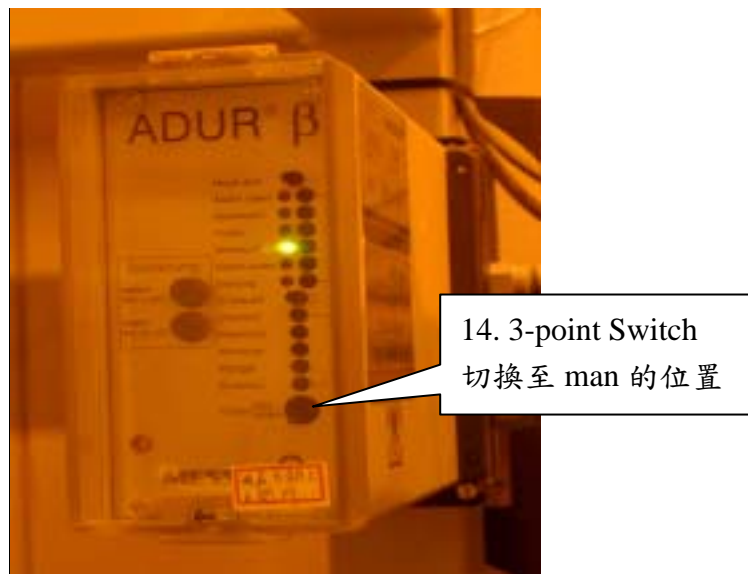
6. 打開手動液氮調節閥(V 9)。
7. 打開手動充氣閥(V 21)。
8. 打開手動洩氣閥(V 17)，持續通入氮氣約 30 分鐘。



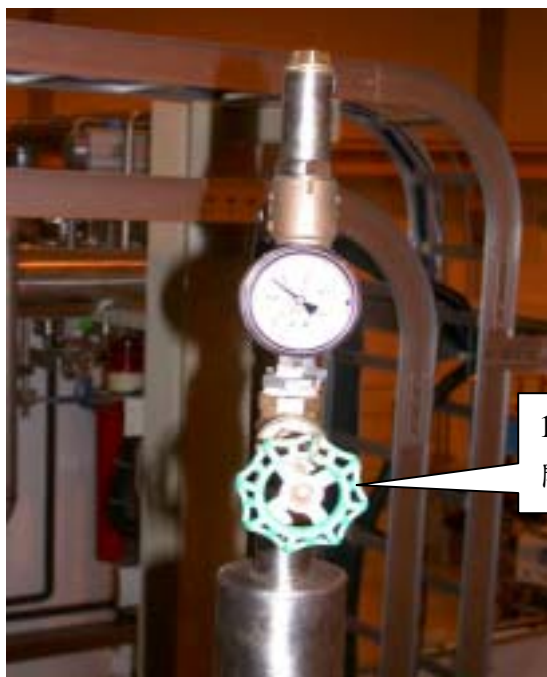
9. 打開手動液氮調節閥(V 11)，持續吹入氮氣約 15 分鐘。
10. 關閉手動洩氣閥(V 17)。
11. 關閉手動液氮調節閥(V 11)。
12. 接著 Purge 輸送高壓液氮到 Heater vessel 的輸送管。



13. 將第一組電磁閥的控制器(ADUR β)之電源插頭接在 110V 的插座上。
14. 將架子上第一組電磁閥控制器的 3-point Switch 切換至 man.的位置。此時第一組電磁閥(V 16)將被開啟。

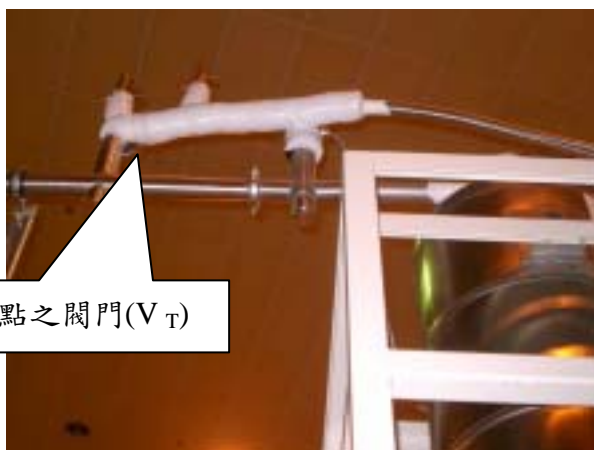


15. 檢查液氮來源端手動調節閥(V_{in})是否關閉。



15. 檢查液氮來源端
閥門(V_{in})是否關閉

16. 打開 T 型接點手動調節閥(V_T)。



16. 打開 T 型接點之閥門(V_T)

17. 打開手動液氮填充閥(V_{15})。

18. 打開手動洩氣閥(V_{20})，持續通入氮氣約 30 分鐘。



18. 打開閥(V_{20})，
持續通入氮氣約 30 分鐘

17. 打開閥(V_{15})

19. 關閉第一組電動調節閥(V16)，即將 3-point Switch 切換至中間位置



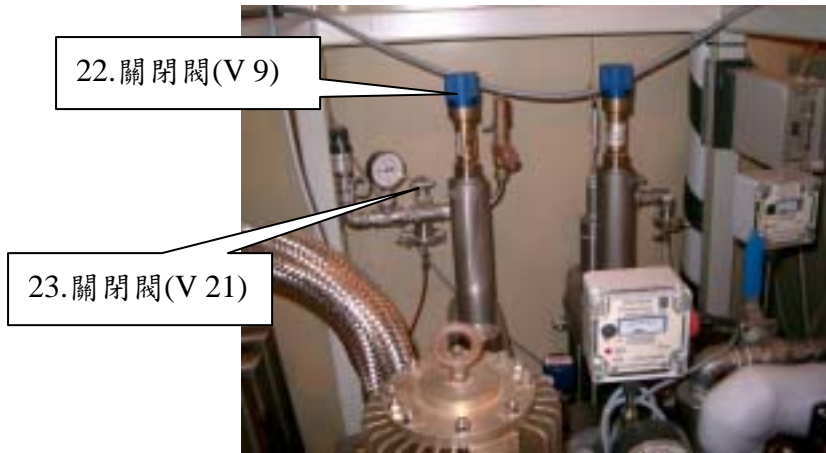
20. 關閉手動洩氣閥(V 20)。

21. 關閉手動液氮填充閥(V 15)。

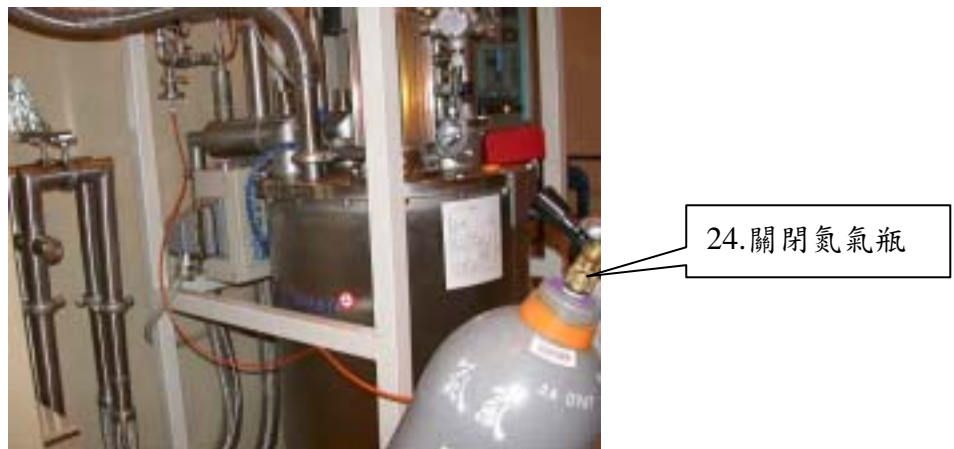
22. 關閉手動液氮調節閥(V 9)。

23. 關閉手動洩氣閥(V 21)。





24. 關閉氮氣瓶開關。




25. 卸除氮氣瓶輸送管。



(B) 預冷液氮供應端的管路

1. 關閉 T 型接點手動調節閥(V_T)。
2. 打開第一組電磁閥(V_{16})，此時第二組電磁閥(V_{19})是處於關閉狀態。
3. 微開液氮來源端手動調節閥(V_{in})，約 $1/4$ 圈，讓室溫的暫存槽先冷卻一下子並且讓氣化後的氮氣由液氮分離器的上方出口流出，此步驟需花費 30 分鐘。



先打開閥(V_{in})1/4 圈，讓管
路先預冷 30 分鐘，再緩慢
將閥(V_{in})打開

4. 打開 T 型接點手動調節閥(V_T)，也是要花費 5 分鐘讓此高壓液氮管路完全冷卻。
5. 將液氮來源端手動調節閥(V_{in})緩慢打開，使用時可以全開之後再回轉半圈。

二. 第二天工作:

1. 液氮循環系統於填充液氮之前必須確定內部是真空無水氣或雜質存在，否則此水氣或雜質於填入液氮之後將形成固體物質，此固體物質將損毀內部幫浦。
2. 液氮循環系統於填充液氮之前必須確定內部無顆粒物存在，否則此顆粒物質將損毀內部幫浦。
3. 確定周圍的螺絲都鎖緊。

(A) 填充液氮到熱交換桶(Subcooler)

1. 先檢查以下閥門是否處於關閉狀態:
 - (a) 檢查在液氮填充桶上的手動液氮填充閥(V_{15}) 是否關閉。
 - (b) 檢查液氮溢流閥(V_{20}) 是否關閉。
 - (c) 檢查 DCM 出口端液氮之管路上的洩氣閥(V_{17})是否關閉。
2. 檢查控制面板上各種開關指示在開機前的狀態:

開關名稱	狀態
Switch Heater ON/OFF :	OFF
Switch Pump ON/OFF :	OFF
Switch Control Power :	OFF

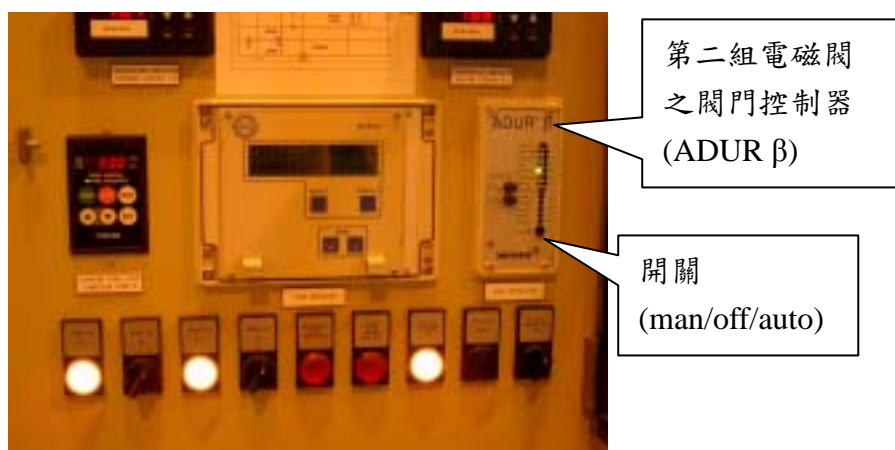
Pull the Emergency Switch :	ON
Switch EIN/AUS at Level Control (ADUR β) :	AUS(OFF)
3-point Switch man/off/auto :	auto

3. 將控制面板的電源打開。

注意：Emergency Switch 維持在”ON”。



4. 將第二組電磁閥的控制器上之 3-point Switch 切換至 auto 的位置，即第二組電磁閥(V 19)將自動被打開。



5. 由於長時間停機會造成熱交換桶內液氮洩掉，此時熱交換桶內液氮的液面高度是在 Min. Level 以下，所以會自動打開電動調節閥(V 19)將液氮填充入熱交換桶內，直到熱交換桶被填滿到 Max. Level 為止。

★若 “Störung” (fault) 亮紅燈閃爍，請檢查到 LIN – level 感應器的連接線。

★若一分鐘後無法達到 Min-alarm level，則 alarm 將會響起，可按住 “Hupe aus” 停止警報聲響，或按住 “Aktuell” 警報聲響。

★若 30 秒後無法達到 Min-alarm level，而 alarm 將再響起，表示 alarm 是正

常的。

6. 打開閥門 15，使循環系統內保持正壓狀態，並防止水氣進入循環系統內部表面。

- ★ 在將液氮填充到熱交換桶的過程中，“Alarm unten” /Min.-alarm 的紅燈會熄掉，直到液氮填充到 minimum 或 maximum level 時燈會再亮起。
- ★ 只要 LIN-level 達到 Max.-感應器，則會看到“Maximum” 亮起綠燈，此時將會自動關閉閥門 19，停止填充液氮。
- ★ 只要 LIN-level 低於 Min.-感應器，此時將會自動打開閥門 19，繼續填充液氮。
- ★ 若 Max-alarm 燈亮，則關掉液氮供應，並檢查閥門 19。



自動填充液氮的
調節閥控制器
(ADUR β)

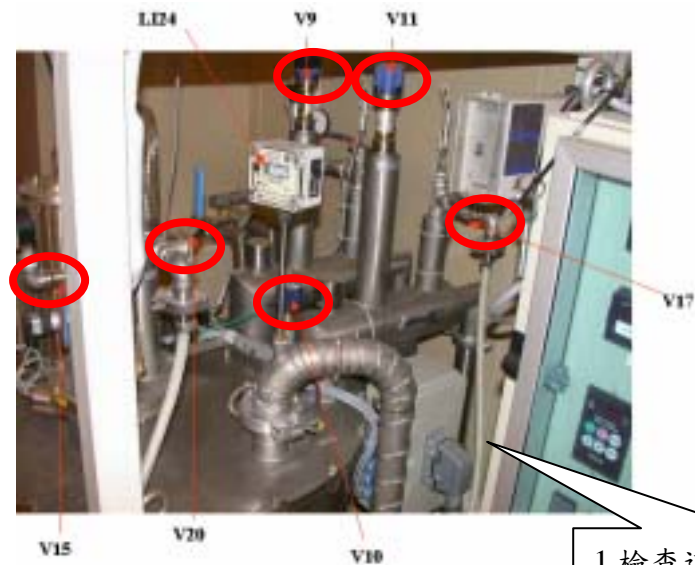
(B) 填充液氮閉迴路(Loop)

(i) 填充前的初始狀態:

1. 先檢查以下閥門是否處於關閉狀態:
 - (a) Bypass 調節閥(V 10)
 - (b) 液氮流入 DCM 之入口端管路上的手動液氮調節閥(V 9)
 - (c) DCM 出口端液氮管路上的手動液氮調節閥(V 11)
 - (d) 液氮填充桶上的手動液氮填充閥(V 15)
 - (e) DCM 出口端液氮管路上的手動洩氣閥(V 17)

(f) 液氮填充桶上的手動液氮溢流閥(V 20)

(g) DCM 入口端液氮之管路上的充氣/洩氣閥(V 21)



2. 先將 Turbo pump 的閥門關閉。



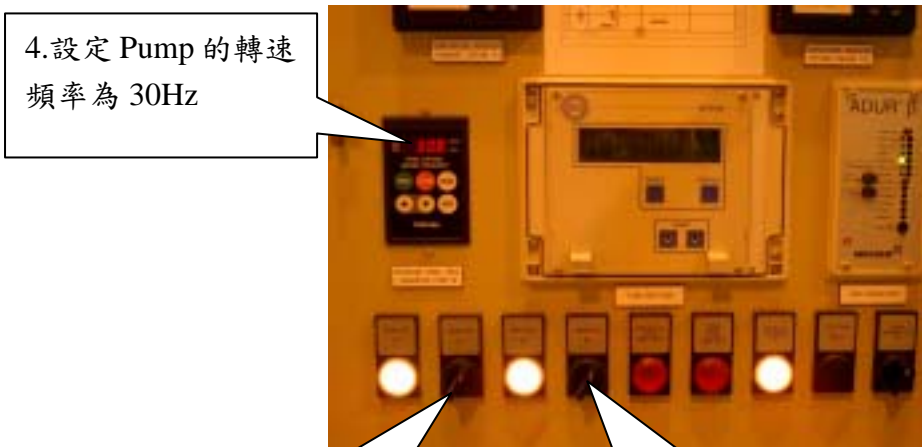
2.關閉 Turbo Pump 的開閥

3. 打開在 DCM 入口端液氮之管路上的手動液氮調節閥(V 9)。



3.打開閥(V 9)

4. 設定控制面板上的 Pump 控制器的轉速頻率為 30 Hz。
5. 檢查 Pump 的開關是否在"Off"狀態。
6. 設定控制面板上的壓力計的壓力為 30 PSI (大約 2 bar)。
7. 檢查 Heater 的開關是否在"Off"狀態。



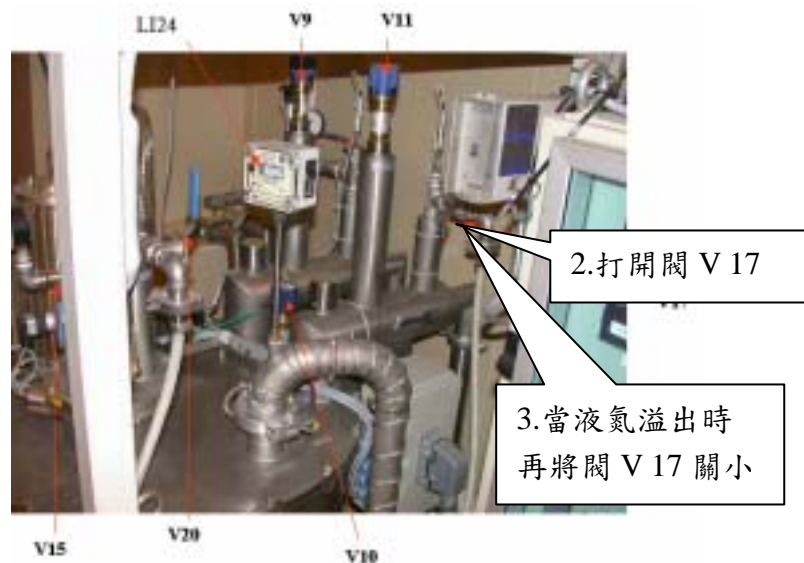
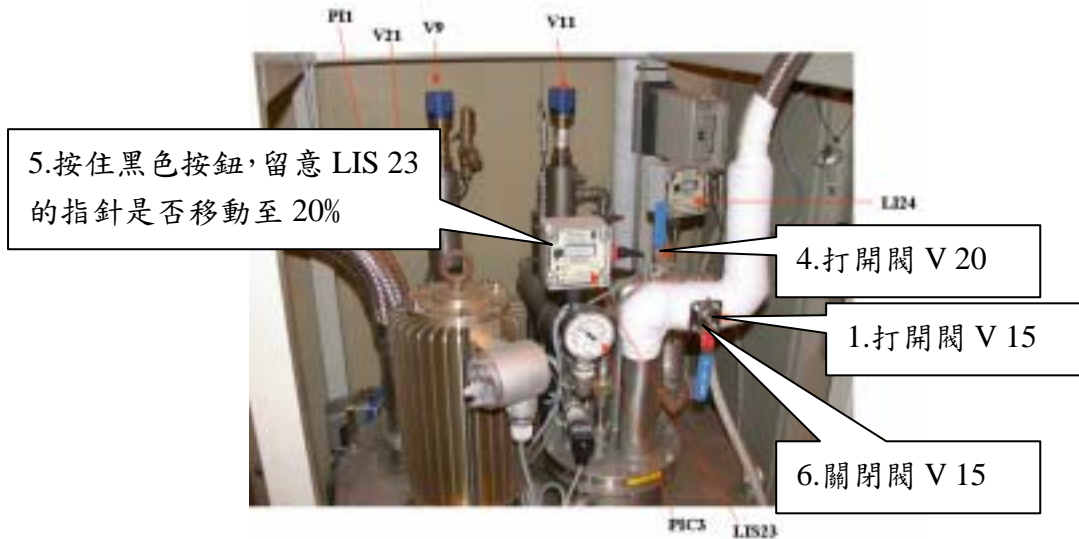
4.設定 Pump 的轉速 頻率為 30Hz

5. Pump 的開關是"Off"狀態

6. Heater 的開關是"Off"狀態

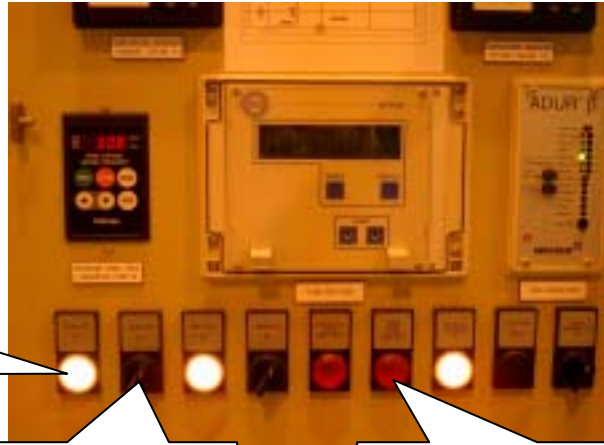
(ii) 填充步驟:

1. 打開液氮儲存桶上的手動液氮填充閥(V 15)。
2. 打開 DCM 出口端液氮之管路上的洩氣閥(V 17)。
3. 當洩氣閥(V 17)有液氮溢出時，將此洩氣閥(V 17)關小一些，維持少量的液氮蒸氣流出。
4. 打開液氮儲存桶上的液氮溢流閥(V 20)。



5. 當液氮儲存桶上方之 Liquid Level (LIS 23)指針移動至 20%。

注意：液氮儲存桶內的容量不足時，Display Panel 上的“Loop Level Alarm GLA 240”的燈號會亮起。



Pump 開啟時
此燈號會亮起

6.Pump 的開關轉至 “ON”

“Loop level alarm GLA 240”



LIQUID LEVEL (LIS23)

7.打開閥 V 11

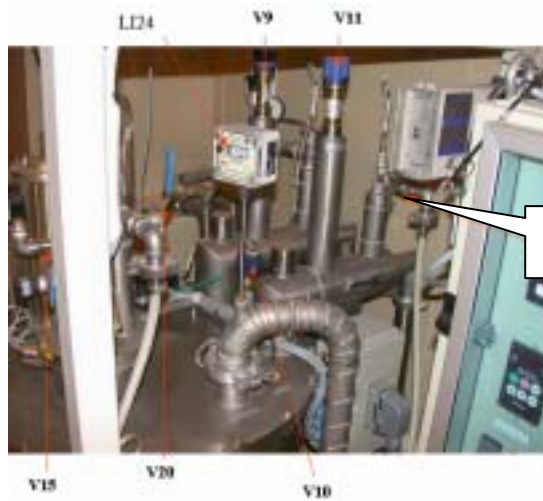
8.關閉閥 V 20

9.幾分鐘後 closed loop 內部的液氮會揮發一點，所以需要再打開閥 V 20 補充液氮。

10.關閉閥 V 15

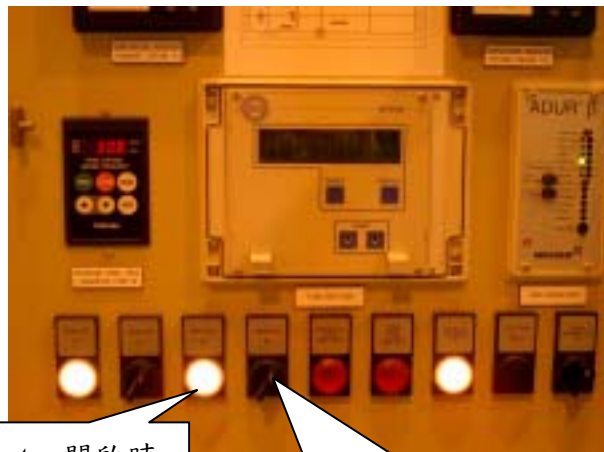
6. 打開 Pump 使液氮在閉迴路管路內循環。
注意: Pump 啟動時將會產生的氣泡而造成閉迴路內的流量不穩，所以會將 DCM 出口端液氮之管路上的洩氣閥(V 17)一直微開一點以便氣泡釋放出來。
7. 打開 DCM 出口端液氮之管路上的手動液氮調節閥(V 11) 。
8. 關閉在液氮儲存桶上的液氮溢流閥(V 20)。
9. 等幾分鐘之後 Liquid Level (LIS 23) 的指針會低於 20%，此時就需要再次打開在液氮儲存桶上的液氮溢流閥(V 20)直到 Liquid Level (LIS 23)的指針移動至 20%時，再關閉此閥(V 20)。
10. 關閉液氮儲存桶上的手動液氮填充閥(V 15)。

11. 關閉 DCM 出口端液氮之管路上的洩氣閥(V 17)。



11.關閉閥 V 17

12. 以順時針方向轉動即可打開 Heater 開關。



Heater 開啟時
此燈號會亮起

12.Heater 的開關轉至 “ON”

注意：通入液氮的管路上有一個電子式的壓力計，要隨時注意此端管路的壓力，當壓力超過 10bar 時要將在 DCM 入口端液氮之管路上的充氣/洩氣閥 (V 21)打開，避免液氮流量太大而損壞電子式的壓力計。

電子式的
壓力計



13. 請操作者檢視控制面板中央之流量顯示是否到達穩定值。
14. 假如流量不穩定時，可以打開 DCM 出口端液氮之管路上的洩氣閥(V 17)讓 closed loop 內部的氣泡洩出再將此閥關閉。

2-2. 閉迴路進行中之注意事項:

1. 利用閉迴路內的壓力來控制 DCM 出口端液氮的溫度(TI 6) ，但此溫度必須低於沸點。

下表是顯示液態氮在 0~12 bar 壓力下的沸點:

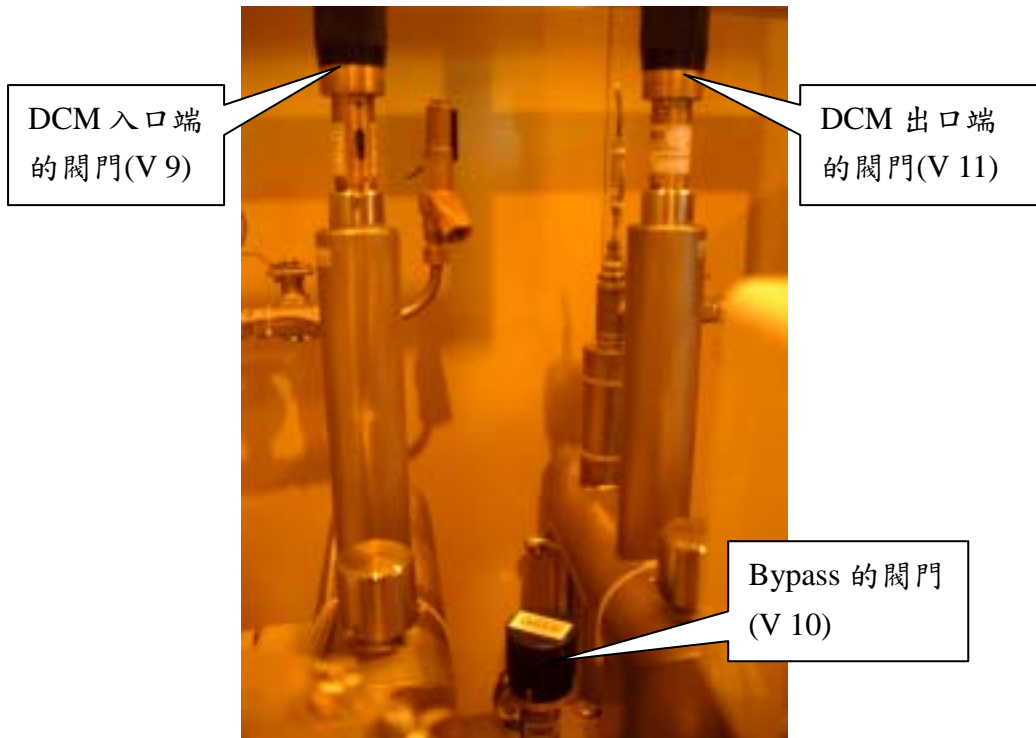
Overpressure		Temperature	
bar	PSI	°C	K
0	0	-196	80
1	14.5	-189	84
2	29	-185	85
3	43.5	-182	88
4	58	-179	91
5	72.5	-177	93
6	87	-175	95
7	101.5	-173	97
8	116	-171	99
9	130.5	-169	101
10	145	-168	102

另外設定閉迴路內的壓力時，應該比實際需要的壓力大一點(+20 PSI)以確定沒有氣泡出現。

2. 閉迴路內的冷卻能力(Cooling Power)可以利用流率(Pump 頻率)來調節。流率越高的話，冷卻能力高且閉迴路內的液態氮溫度低。Pump 頻率的變化可由 10~90 Hz。假如 Pump 頻率設定太高的話，不但熱交換桶內液氮的損耗很快且 Pump 的壽命也會減少。
3. 實際液氮在閉迴路內的流率顯示在流量指示器(FI 18)上。而流率是由 Pump 頻率的大小來決定。
4. 降低流率的方式:
 - (a) 打開 Bypass 閥門(V 10)
 - (b) 調節在 DCM 出口端液氮之管路上的手動液氮調節閥(V 11)

危險警告:

當 Pump 為運轉狀態且 Bypass 閥門(V 10)關閉時，不可以關閉閥門 V 9 或 V 11，否則 Pump 會損壞。



5. 剛開始運轉時出口端壓力的設定值為 2.0 bar，因為液氮在熱交換過程會氣化及 Pump 在轉動過程會產生氣泡，所以要將這些氣體排掉。當管路都充滿液氮時，其流率的變化量不大。(當沒有 X 光照射時液氮的流率約在 312~313kg/h，但流率會隨著所需傳導的熱量多寡而有所調整)。
6. 熱交換桶是負責與閉迴路內的液氮進行熱交換，所以熱交換桶內會有液氮被氣化的現象，使桶內的壓力變大，因此有設計一個與外界相通的洩氣管，由於此裝置會與外界水氣接觸而有結冰現象，於是在此裝置外圍纏繞著加熱線圈以防止排氣口結冰，而此加熱線圈的開關在控制系統上。



3. 關機程序:

3-1. 正常停機的操作步驟(Running to Shutdown):

1. 請操作者移動至控制面板前方。



2. 將第一組及第二組電磁閥的控制器上之 3-point Switch man/off/auto 切換至“OFF” 狀態。





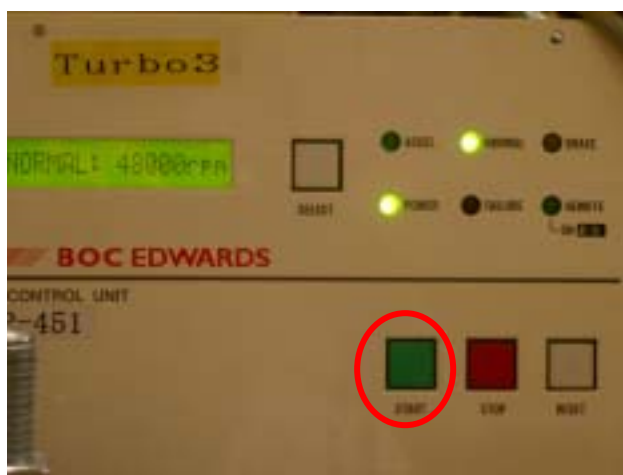
3. 取出 Beamline 的 Interlock 鑰匙，然後請操作者開門進入至 DCM 旁。



4. 開啟 Dry pump，並等待 Dry pump 達到全速運轉之後。



5. 按“START”綠色按鈕便可開啟 Turbo pump。當全速運轉時，其轉速會至 48000rpm。

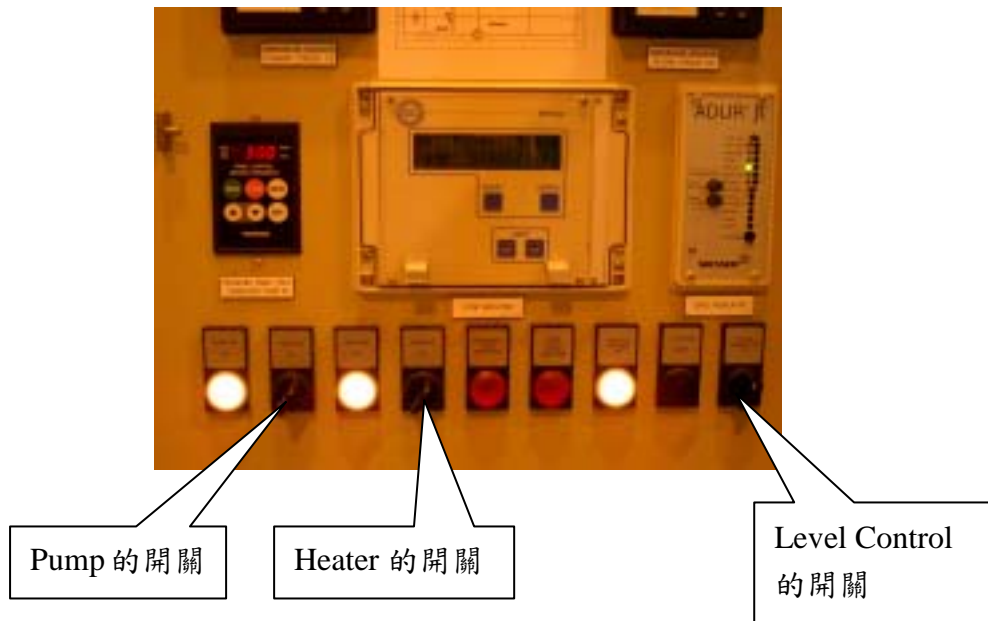


6. 以順時針的方向打開位於 Turbo pump 和 DCM 之間的閥門。當閥門全開時，“OPEN”的位置會有白色指示標誌出現。





3. Heater、Level Control、Pump 的開關以逆時針方向切換至“OFF”位置



4. 將 Main Power 轉至“OFF”狀態。



5. 將 Vent pipe heater 轉至 “OFF” 狀態。



6. 如果閉迴路裡的壓力過大時，請打開在液氮填充桶上的手動液氮填充閥(V15)使其洩壓。若壓力回到 10bar 時便可將手動液氮填充閥(V15)關閉。
7. 確認系統已逐漸升溫，且隨時注意 DCM chamber 的真空讀數。
注意:當此系統為停機狀態時,DCM 入口端閥門(V9)與 DCM 出口端閥門(V11)仍為開啟狀態。

8. 關閉 DCM 入口端閥門(V9)。
9. 關閉 DCM 出口端閥門(V11)。



3-2. 停電時的操作步驟 (Black-out):

1. 當停電時 UPS 會自動啟動，人員只需檢查 Ion pump 是否有正常運轉即可。



Ion Pump 的
Driver



注意：開啟 Ion pump 之 Driver 的步驟：

- a. 按“9”。
- b. 按“Display select”，選“OFF”。
- c. 按“ENTER”。

操作完畢，High voltage 的燈號會顯示綠燈。

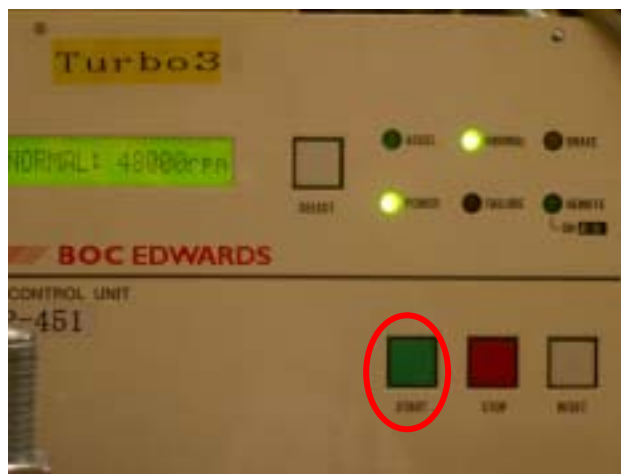
2. 另外一台 UPS 會提供電源給 Dry pump、Turbo pump 及 Interlock box 使用。



3. 開啟 Dry pump。



4. 等 Dry pump 達到全速之後，再將 Turbo pump 開啟。



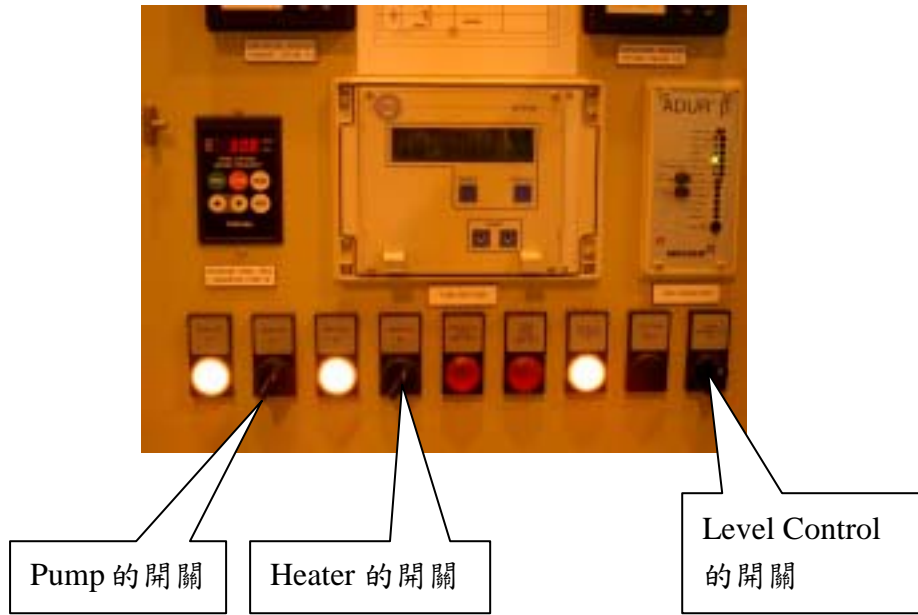
5. 以順時針的方向打開位於 Turbo pump 和 DCM 之間的閥門。當閥門全開時，“OPEN”的位置會有白色指示標誌出現。



6. 將第一組及第二組電磁閥的控制器上之 3-point Switch man/off/auto 切換至“OFF”狀態。



7. 將 Heater、Level Control、Pump 的開關以逆時針方向切換至“OFF”位置。



8. 將 Main Power 轉至 “OFF” 狀態。



9. 將 Vent Pipe Heater 轉至 “OFF” 狀態。



10. 如果閉迴路裡的壓力過大時，請打開在液氮填充桶上的手動液氮填充閥(V15)使其洩壓。若壓力回到 10bar 時便可將手動液氮填充閥(V15)關閉。
11. 確認系統已逐漸升溫，且隨時注意 DCM chamber 的真空讀數。
注意:當此系統為停機狀態時,DCM 入口端閥門(V9)與 DCM 出口端閥門(V11)仍為開啟狀態。
12. 關閉 DCM 入口端閥門(V9)。
13. 關閉 DCM 出口端閥門(V11)。



3-3. 加速系統回溫的方法:

- 連接一條彎管(Siphon)到”熱交換桶 GN2 Out Connection”上，
注意：利用加壓的方式讓熱交換桶內的液氮排空，最大壓力為 0.2 bar。
- 將”乾燥的室溫氮氣”通入在液氮填充桶上的手動液氮填充閥(V 15)。

→打開在液氮填充桶上的手動液氮填充閥(V 15)

→打開在 DCM 出口端液氮之管路上的洩氣閥(V 17)

危險警告: V 17 洩氣閥會有液氮噴出要特別注意。

→關閉在 DCM 出口端液氮之管路上的液氮手動調節閥(V 11)。

→通”乾燥的室溫氮氣”入”Subcooler GN2 out Connection”。

3-4. 需拆卸 Monochromator 但液氮冷卻系統仍在工作時:

1. 調降 Pump 頻率，降低閉迴路內的流率。
2. 打開 Bypass Valve(V 10)。
3. 關閉在 DCM 入口端液氮之管路上的液氮手動調節閥(V 9)。
4. 關閉在 DCM 出口端液氮之管路上的液氮手動調節閥(V 11)。
5. 打開在 DCM 出口端液氮之管路上的洩氣閥(V 17)，使 DCM 那端的管路之壓力減少。

危險警告: V 17 的閥門會有液態氮噴出，請操作者小心並注意周邊管件。

6. 將”乾燥的室溫氮氣”通入在 DCM 入口端液氮之管路上的充氣/洩氣閥(V 21)，將 DCM 管路內的水氣趕走。
7. 當 Monochromator 回溫到室溫之後(請檢視 TI 6 的溫度)就可以拆除。

注意:如需要拆卸 Monochromator，最好的方式還是先將冷卻系統關機之後，再進行拆卸的步驟。