

文件编号：Q/WU FLHB18100015R004

版本号：V1.0

受控状态：

分发号：

理化公共实验平台

质量管理文件

气氛箱式炉 标准操作规程

2019年11月28日发布

年 月 日实施

理化公共实验平台 发布

目录

1. 目的	1
2. 范围	1
3. 职责	1
4. 综合支撑实验室安全管理规范	1
5. 高温炉使用制度、预约制度及培训考核制度	2
6. 实验内容	2
6.1. 气氛箱式炉简介	2
6.2. 气氛箱式炉通气流程	4
6.3. 气氛箱式炉操作流程	5
6.4. 控温程序的设置方法	7
7. 相关/支撑性文件	9
8. 记录	9

1. 目的

建立气氛箱式炉标准操作规程, 使其被正确、规范地使用。

2. 范围

本规程适用于所有使用气氛箱式炉的用户。

3. 职责

3.1. 用户: 严格按本规程操作, 发现异常情况及时汇报实验室技术员。

3.2. 实验室技术员: 确保操作人员经过相关培训, 并按本规程进行操作。

4. 综合支撑实验室安全管理规范

4.1. 严格遵守综合支撑实验室的各项安全注意警示标识。

4.2. 实验室通道及消防紧急通道必须保持畅通, 所有实验人员应了解消防器具与紧急逃生通道位置。

4.3. 严禁戴手套接触门把手。禁止随意丢弃实验废弃物。禁止将锐器、玻璃等丢弃在常规垃圾箱中。

4.4. 实验室内禁止饮食、睡觉、嬉戏与打闹, 实验室内严禁吸烟。不得做与实验无关的事, 不准带无关的人员进入实验室。

4.5. 经培训合格后的自主操作人员, 严格按照标准操作流程设置仪器相关参数和使用设备。禁止烧结易燃、易爆、易腐蚀、易挥发、含毒性和放射性同位素等样品。

4.6. 高温炉上方禁止覆盖任何物品, 周围禁止放置任何化学药品。避免潮湿或淋水。操作人员所使用的坩埚钳、坩埚叉以及坩埚, 要与控制器或电源线保持 20 厘米以上的安全距离, 以防触电或因高温烫坏控制设备或电源线路。

4.7. 严禁用湿手或导电体分合电器设备开关。在高温炉工作期间, 使用人员负责监护, 使用完毕及时关闭电源。当炉体内残余温度大于 200°C 时, 严禁打开炉门。在做非常温实验时, 戴好高温手套并采取必要的防护措施。

4.8. 气氛箱式炉严禁通入 H₂、CO、NO₂ 等危险气体。气氛箱式炉通入气体时, 相对大气压力不超过 0.02MPa。

4.9. 实验过程中如发现仪器设备及基础设施发生异常状况, 需及时向该实验室技术员反馈。严禁擅自处理、调整仪器主要部件, 凡自行拆卸者一经发现将给予严重处罚。

4.10. 为保持实验室内环境温度及湿度，保持实验室门窗关闭，保持实验区域的卫生清洁。实验结束后，实验人员必须进行清场。最后离开实验室人员需检查水、电、门窗等。

5. 高温炉使用制度、预约制度及培训考核制度

该仪器遵从学校的管理办法和“集中投入、统一管理、开放公用、资源共享”的建设原则，面向校内所有教学、科研单位开放使用；根据使用情况适当收取费用；高温炉均采用培训考核合格后自主实验的使用方式。因人为原因造成仪器故障的（如硬件损坏），其导师课题组须承担维修费用。

校内教师、学生均可提出培训申请，培训内容包括仪器使用规章制度、安全规范、基本硬件知识、标准操作规程等。

培训合格后用户可采用 7*24 小时预约使用制度，实验开始时务必在实验记录本上登记，结束时如实记录仪器状态。

使用者若违犯上述条例，将酌情给予警告、通报批评、罚款及取消使用资格等惩罚措施。

6. 实验内容

6.1. 气氛箱式炉简介

气氛箱式炉外形为长方体，炉壳系用薄钢板经折边焊接制成。工作室为真空成型的氧化铝纤维炉膛，双层炉壳间配有风冷系统，能快速升降温。外壳采用整体密封，盖板和炉门均采用高温硅胶垫密封，炉门口安装有水冷系统，气体经过流量计后由进气口进入（共三处，均为针阀），出气口排出（共两处，一处针阀、一处球阀），可以通氩气、氮气等气体。



图 6-1



图 6-2

1700°C气氛箱式炉指标参数为:

项目 \ 型号	1700°C气氛箱式炉 (GF17Q)	
炉体结构	双层壳体结构, 并配有风冷系统	
额定功率	5 KW	
炉膛尺寸	200mm×200mm×200mm	
外型尺寸	600mm×500mm×1000mm	
额定电压	AC220V	
频率	50/60 HZ	
相数	单相	
温度范围	800-1700°C	
最高使用温度	氧气、空气、二氧化碳	1700°C
	氩气、氩气	1550°C
	氮气	1500°C
额定温度	1600°C	
升温速率	≤ 15°C/min	
控温精度	±1°C	

控温方式	40 段程序控温, PID 调节
热电偶型号	B 型
加热元件	1800 型硅钼棒
炉膛材料	1800 型氧化铝多晶纤维 (氧化铝含量 95% 以上)
炉体表面温度	$\leq 35^{\circ}\text{C}$

注: a) 在工作过程中, 一般在 300°C 以下, 升温速率不宜过快。原因为刚开始升温时, 炉膛是冷的, 需要吸收大量的热量。

b) 还原性气体会破坏硅钼棒的保护层, 但硅钼加热棒在还原性气氛下在不超过 1350°C 时仍能使用。氯和硫的蒸汽对硅钼棒腐蚀严重。

c) 气氛箱式炉需要严格的气密性, 因此炉门也是密封的关键组成部分之一。气氛箱式炉炉门口采用循环式水套, 在加热温度高于 600°C 使用时需使用循环水, 以降低炉门口温度, 从而减缓密封材料的老化, 提高设备的气密性。流速一般在 $50\text{ml}/\text{min}$, 须保证高温硅胶垫处炉门温度小于 60°C 。

6.2. 气氛箱式炉通气流程

6.2.1. 检测炉子的气密性:

把炉门关好并用螺丝拧紧、并把各出气口阀门拧紧, 向炉膛内通入气体, 使压力表指针达到 0.03MPa 为止, 保持该压 2 小时, 看压力表是否偏转。如果没有偏转, 说明炉子气密性较好; 如果偏转请检查螺丝是否拧紧, 气密性完好的情况下进行下一步; 如气密性仍旧有问题, 请及时联系技术员。

6.2.2. 清洗炉膛:

(1) 用保护气体赶出炉膛内空气法:

- a) 保护气体一般应在气氛炉升温前通入炉内。
- b) 保护气体可通过炉体后面的三个进气阀 (任一) 通入, 应将出气口 (球阀) 开至最大, 以利于炉内空气尽快排出。
- c) 一般向炉内通入炉膛容积 10 倍左右的保护气体后, 可使炉内氧浓度降至 10ppm 左右。
- d) 当炉内氧浓度符合实验要求时, 可将出气口的球阀关小, 以节约保护气。
- e) 在气氛箱式炉使用过程中, 炉膛内必须维持正压, 压力需要在 0.02MPa 以内, 以防炉外空气进入炉膛。**本气氛炉不允许压力超过 0.02MPa 。**

(2) 用真空泵预抽真空法:

- a) 把出气口（球阀）与真空泵用软管连接起来。
- b) 对炉腔进行预抽真空，抽到-0.07MPa 即可。
- c) 然后通入保护气体（氮气或氩气较好）。
- d) 再对炉腔进行预抽真空，抽到-0.07MPa 即可。
- e) 如此循环几次以达到炉膛内气氛要求。


6.2.3. 炉膛清洗好后，把炉体抽真空。然后向炉膛内充入需要的气体并保持炉膛内有微微的正压，气体从后方进气阀门进入、从前方排气阀门流出，形成一个良好的通路。为了使炉膛内的气体不因积累过多造成压力过大而产生危险，通气时一定要保证炉膛内压力在 0~0.02MPa 范围内。最好不要把气体密闭在炉膛内，保持气体在炉膛内一进一出的流通状态。

注：检验气体正常流通的一个方法：把出气口插入装满水的矿泉水瓶内，把出气阀门开至最大，通过进气阀门调节气体流量。因矿泉水瓶内的水有一定的深度，气体要想冒出来，气体在炉内必须有一定的正压。由于出气口阀门已开至最大，所以炉体内压力不会过大，超过水压就会逸出，这种方式刚好达到自动调节炉内压力适当的效果，可以通过矿泉水瓶中逸出气泡的速度观察气体是否流出和流出的速度，一定要保证出气口有气体流出，否则矿泉水瓶内的水会倒吸进入炉膛。

6.2.4. 气体流通正常后再对炉子进行加热。

6.2.5. 关机的时候先关炉子再关气体，等炉子冷却下来后再关气体。

6.3. 气氛箱式炉操作流程

- (1) 插上电源或开启空气开关，POWER 灯亮。
- (2) 把样品放入坩埚内，将坩埚放入炉膛内的垫砖上，尽量放在中间热电偶附近的位置。
- (3) 塞好炉门砖，关好门并把炉门的螺丝拧紧。拧紧螺丝时，一个螺丝稍紧一点后，再将另一个螺丝紧一点，如此轮回几次，依次慢慢上紧。
- (4) 检查炉子的气密性，按上述气氛炉通气流程给炉子通好保护气体（详见 6.2 节叙述）。
- (5) 旋转炉子控制面板上 Switch 按钮 ，仪表灯亮。
- (6) 根据需要，设置实验的温度控制程序（6.4 节将详细叙述仪表的设置方法）。
- (7) 按 Turn on 键，交流接触器吸合，能听见喀嚓一声，否则请检查电路或联系技术员。

(8) 按 V 键 (RUN 键) 约 2 秒钟 (下显示器 SV 显示“run”), 设备开始以设定的程序自动运行。



图 6-3

注: 对于 1700°C 气氛箱式炉, 如果按 RUN 后, 发现炉子电流表电流超过 180A 时间过长 (1 分钟为限), 须立即按 Turn-off 停机, 否则会将变压器和加热元件烧坏, 随即联系实验室技术人员。

(9) 在程序运行中, 按 V 键约 2 秒钟, 仪表下显示器 SV 交替显示 “Hold” 字样, 则仪表进入暂停状态。暂停时仪表仍执行控制, 并将温度控制在暂停时的给定值上, 但控温时间停止增加。在暂停状态下按 V 键 2 秒钟仪表下显示器 SV 显示“Run”符号, 则仪表又重新运行。

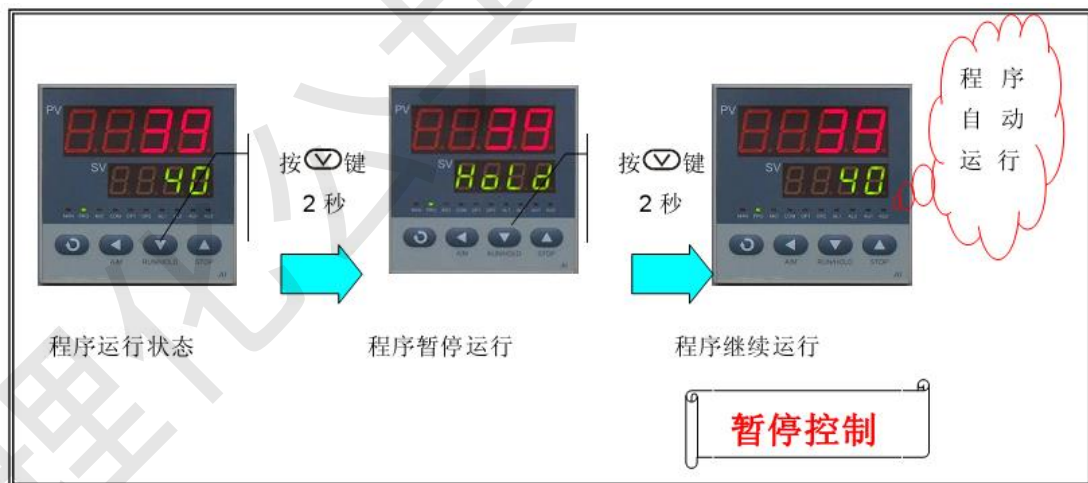


图 6-4

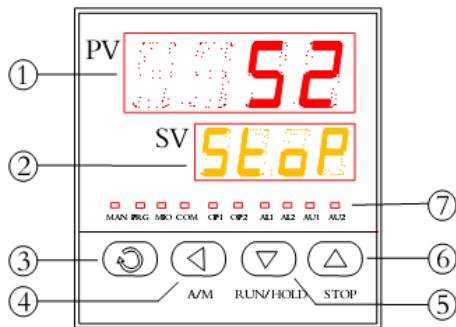
(10) 实验结束后, 关机。关机顺序:

- a) 程序运行结束后, 仪表处于“Stop”的基本状态。若中途需停止运行控温程序, 按仪表上的 STOP 停止键使仪表处于“Stop”的状态。
- b) 按下 Turn-off 按键使主继电器断开。

- c) 关闭 Switch 开关切断控制电源。
- d) 关闭总电源，实验结束。

6.4 控温程序的设置方法

6.4.1 仪表面板











- ① 炉温显示 (PV)
- ② 给定值显示 (SV)
- ③ 设置键 (确认键) 
- ④ 数据移位键 (兼程序设置进入)  (A/M)
- ⑤ 数据减少键 (兼程序运行/暂停操作)  (RUN/HOLD)
- ⑥ 数据增加键 (兼程序停止操作)  (STOP)
- ⑦ 功能指示灯

图 6-5

仪表面板显示出仪表所处的工作状态，其工作状态决定是否可进行某种操作，因此用户使用该设备或进行某项操作时要注意仪表的工作状态。

6.4.2 控温程序设置

(1) 在基本状态或程序运行状态下，按  键 1 秒切换至 (PV STEP、SV xx 段) 运行程序段状态 (设置运行段或显示正在运行的温度段)。示数显示的是当前运行段起始给定值，可按    三键修改数据。

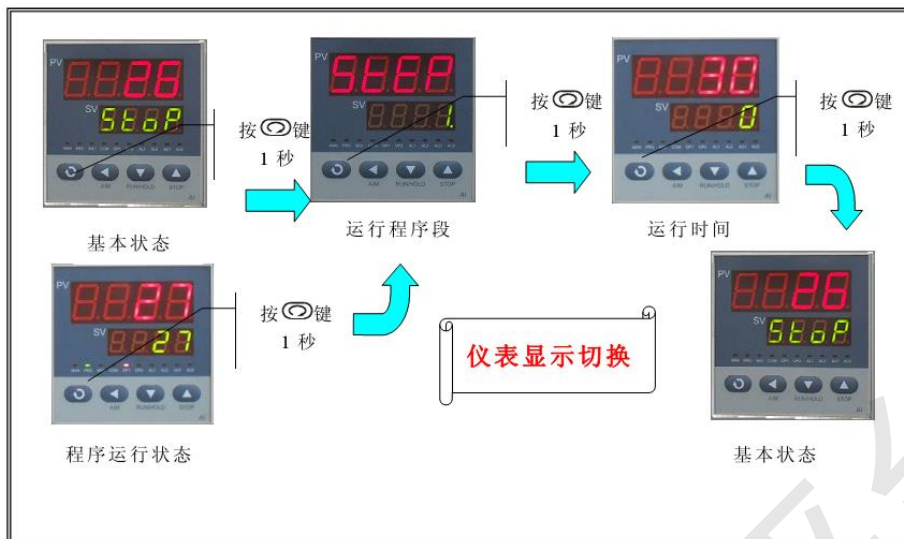


图 6-6

(2) 再按 键 1 秒切换至该段运行时间状态 (显示运行段总运行时间 PV xxxx 分钟, 已运行时间 SV xxxx 分钟), 按 三键修改数据。

每段温度设置按 C、t 的方式依次排列, 即该段的起始温度 \rightleftarrows 该段运行时间 \rightleftarrows 目标值, 该段目标值是下一段的起始温度。共 30~40 段程序控制功能。

(3) 按 键约 2 秒, 可返回设置上一参数。

运行曲线的结束一定要设置结束语“t xx -121”!!!

(4) 先按 键再按 键可退出控温程序设置状态。如果没有任何按键操作, 约 30 秒钟后仪表会自动退出参数设置状态。



图 6-7

7. 相关/支撑性文件

7.1. Q/WU FLHR001 文件编写规范

8. 记录

Q/WU FLHS018 高温炉使用记录表 V1.0

理化公共实验平台

仪器设备使用记录本

序号		日期	
使用人		联系电话	
导师 (PI)		预约高温炉名称	
样品简介	样品名称: _____ 样品形态: _____ 是否有毒: <input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否 高温下是否分解: <input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否		
实验条件	最高温度:		
	最快升温速率		
	最快降温速率		
是否使用气体	<input type="checkbox"/> 是 (如使用请注明气体种类: _____) <input type="checkbox"/> 否		
是否使用真空	<input type="checkbox"/> 是 (如使用请注明真空度: _____) <input type="checkbox"/> 否		
仪器状态	使用前: <input type="checkbox"/> 正常 <input type="checkbox"/> 不正常; 使用后: <input type="checkbox"/> 正常 <input type="checkbox"/> 不正常		
机时 (起止时间)	_____ 年 _____ 月 _____ 日 _____ 时 至 _____ 年 _____ 月 _____ 日 _____ 时		
备注			

注: 本仪器设备测试方式为培训合格后自主操作。在使用前先检查仪器状况, 正常方可操作, 一旦测试使用, 默认为测试前仪器状况为正常, 测试后记得取走样品再关机。

序号		日期	
使用人		联系电话	
导师 (PI)		预约高温炉名称	
样品简介	样品名称: _____ 样品形态: _____ 是否有毒: <input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否 高温下是否分解: <input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否		
实验条件	最高温度:		
	最快升温速率		
	最快降温速率		
是否使用气体	<input type="checkbox"/> 是 (如使用请注明气体种类: _____) <input type="checkbox"/> 否		
是否使用真空	<input type="checkbox"/> 是 (如使用请注明真空度: _____) <input type="checkbox"/> 否		
仪器状态	使用前: <input type="checkbox"/> 正常 <input type="checkbox"/> 不正常; 使用后: <input type="checkbox"/> 正常 <input type="checkbox"/> 不正常		
机时 (起止时间)	_____ 年 _____ 月 _____ 日 _____ 时 至 _____ 年 _____ 月 _____ 日 _____ 时		
备注			

注: 本仪器设备测试方式为培训合格后自主操作。在使用前先检查仪器状况, 正常方可操作, 一旦测试使用, 默认为测试前仪器状况为正常, 测试后记得取走样品再关机。