

文件编号：Q/WU FLHB18100001R002

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

---

### 箱式马弗炉 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

理化公共实验平台

修订页

修订日期	版本号	修订说明	修订	审核	批准
2019.11.28	V1.0	发布试行	聂颖	卢星宇	

理化公共实验室

理化公共实验平台

## 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. 箱式马弗炉简介 .....	2
6.2. 箱式马弗炉操作流程 .....	3
6.3. 控温程序的设置方法 .....	5
7. 相关/支撑性文件 .....	7
8. 记录 .....	7

理化公共实验室

理化公共实验平台

## 1. 目的

建立箱式马弗炉标准操作规程, 使其被正确、规范地使用。

## 2. 范围

本规程适用于所有使用箱式马弗炉的用户。

## 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. 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。

4.9. 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. 箱式马弗炉简介

箱式马弗炉（以下简称“箱式炉”）外形为长方体，工作室为氧化铝纤维和氧化铝纤维毡砌成的整体炉膛，加热元件分布于炉膛两侧，炉膛内配有垫砖供放物料，炉门口有炉门砖隔热。在炉体背面开有热电偶孔并装有热电偶固定座。各规格型号箱式炉指标参数为：

型号	1100°C箱式炉 (KF1100)	1200°C箱式炉 (KF1200)	1400°C箱式炉 (KF1400)	1700°C箱式炉 (KF1700)
炉体结构	—	双层壳体结构，并配有风冷系统		
额定功率	1.2 KW	2.5 KW	5 KW	7 KW
炉膛尺寸 (mm)	100×100×100	200×150×150	200×200×200	200×200×200
额定电压	AC220V	AC220V	AC220V	AC220V
频率	50/60 HZ	50/60 HZ	50/60 HZ	50/60 HZ
相数	单相	单相	单相	单相
温度范围	0-1050°C	0-1200°C	0-1400°C	800-1700°C
额定温度	1000°C	1100°C	1350°C	1650°C
升温速率	≤30°C/min	≤20°C/min		≤15°C/min





降温速率	不宜过快, 保持在 10°C/min 以内, 在条件允许的情况下, 降温速率越慢越好。			
外型尺寸 (mm)	230×300×400	400×500×650	580×540×930	580×540×930
控温精度	±1°C			
控温方式	PID 调节			
热电偶型号	K 型		S 型	B 型
加热元件	电阻丝	电阻丝	硅碳棒	硅钼棒
炉膛材料	1600 型氧化铝多晶纤维 (氧化铝含量 98% 以上)		1600 型氧化铝多晶纤维 (氧化铝含量 95% 以上)	1800 型氧化铝多晶纤维 (氧化铝含量 98% 以上)
炉体表面温度	≤ 35°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) 箱式炉使用时, 炉温不得超过额定温度, 以免损坏加热元件。**实验样品不允许为任何可燃性液体、可溶解金属和腐蚀性碱金属盐类化合物。**

c) 由于硅钼棒在 400°C~700°C 时, 容易与空气中的氧气和水蒸气发生反应, 硅钼棒就会粉化, 所以 1700°C 箱式炉不宜在此温度下恒温。

## 6.2. 箱式马弗炉操作流程

- (1) 插上电源或开启空气开关, POWER 灯亮。
- (2) 把垫砖放入炉膛内。
- (3) 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。
- (4) 塞好炉门砖, 关好门。
- (5) 旋转炉子控制面板上 Switch 按钮 , 仪表灯亮。
- (6) 用户根据需要, 设置实验的温度控制程序 (6.3 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  键 (RUN 键) 约 2 秒钟 (图 6-1 显示器的 SV 处显示“run”), 设备开始

以设定的程序自动运行。



图 6-1

**注：**对于 1700℃箱式炉，如果按 RUN 后，发现炉子电流表电流超过 180A 的时间过长（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员。

(9) 在程序运行中，按  $\checkmark$  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  $\checkmark$  键 2 秒钟仪表下显示器 SV 显示“Run”符号，则仪表又重新运行。

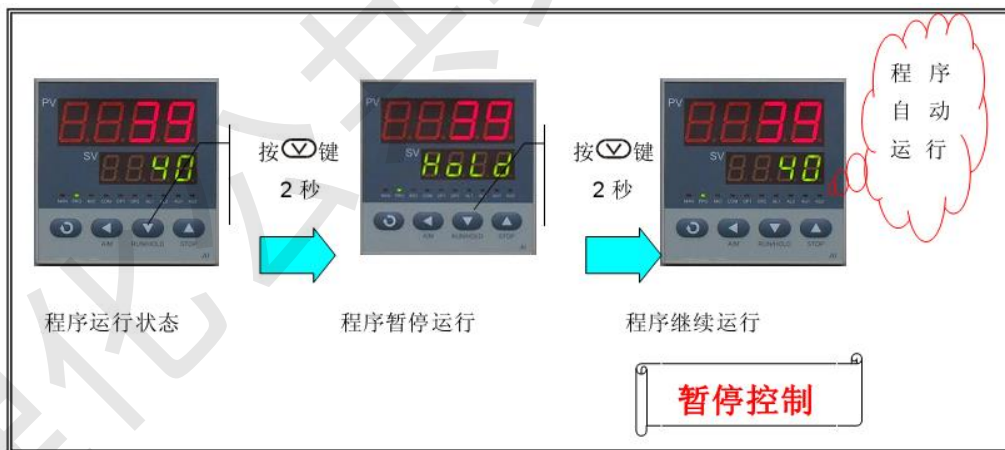


图 6-2

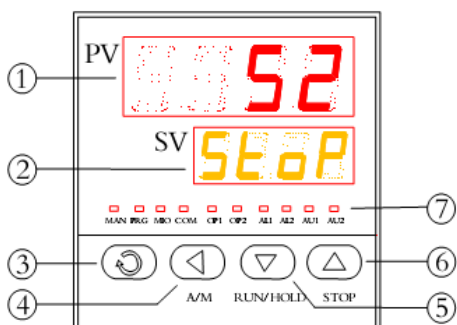
(10) 实验结束后，关机。关机顺序：

- 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。

### 6.3. 控温程序的设置方法

#### 6.3.1 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 6-3

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。

#### 6.3.2 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。

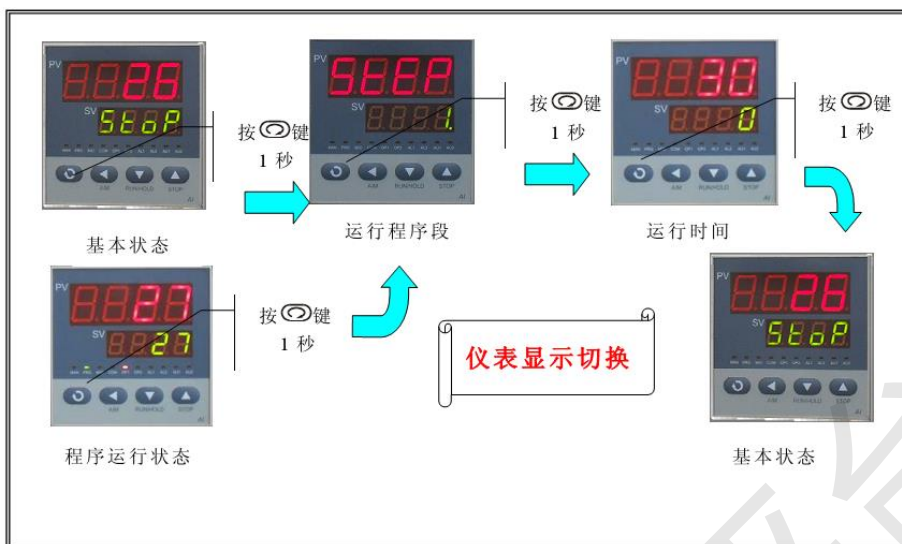


图 6-4

(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  $\Rightarrow$  该段运行时间  $\Rightarrow$  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 6-5

## 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。