

放电等离子烧结系统

操作规程

Model:SPS-3.20MK-IV



李 晓 普

2010-03-26

一. SPS-3.20MK-IV放电等离子烧结系统简介

1.放电等离子烧结系统原理和特点

“放电等离子烧结”(Spark Plasma Sintering, 简称SPS)又称“等离子活化烧结”(Plasma Etivated Sintering, 简称PAS), 其过程是给一个承压导电模具加上可控的脉冲电流, 脉冲电流通过模具, 也通过样品本身。通过样品及间隙的部分电流激活晶粒表面, 击穿孔隙内残留气体, 局部放电, 促进晶粒间的局部接合, 通过模具的部分电流加热模具, 给样品提供一个外在的加热源。其主要特点是利用体加热和表面活化, 实现材料的超快速致密化烧结。

1.1 SPS 系统的基本配置

如图1所示, 住友石炭矿业株式会社的SPS系统包括一个垂直单向加压装置和加压显示系统、一个特制的带水冷却的通电装置和特制的直流脉冲烧结电源、一个水冷真空室和真空、空气、氩气气氛控制系统、冷却水控制系统和温度测量系统、位置测量系统和位移及位移速率测量系统、各种内锁安全装置和所有这些装置的中央控制操作面板。

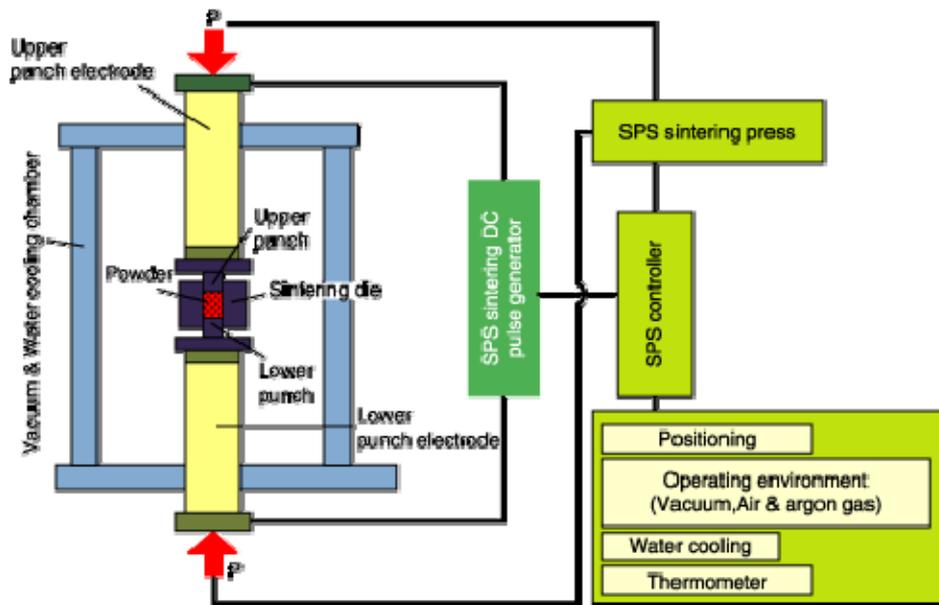


图1 SPS系统的基本构型

1.2.SPS 系统的工作原理

传统的热压烧结主要是由通电产生的焦耳热和加压造成的塑性变形这两个因素来促使烧结过程的进行。而SPS过程除了上述作用外, 在压实颗粒样品上施加了由特殊电源产生的直流脉冲电流, 并有效地利用了粉体颗粒间放电所产生的自发热作用, 在压实颗粒样品上施加脉冲电流产生了如图2所示的、在通常热压烧结中没有的各种有利于烧结的现象

这里, 在SPS状态有一个非常重要的作用, 在粉体颗粒间高速升温后, 晶粒间结合处通过热扩散迅速冷却, 施加脉冲电压使所加的能量可在观察烧结过程的同时高精度地加以控制, 电场的作用也因离子高速迁移而造成高速扩散。通过重复施加脉冲电压, 放电点局部高温源在压实颗粒间移动而布满整个样品, 这就使样品均匀地发热。能使高能脉冲集中在晶粒结合处是SPS过程不同于其它烧结过程的一个主要特点。

SPS过程中，当在晶粒间的空隙处放电时，会瞬时产生高达几千度至一万度的局部高温，这在晶粒表面引起蒸发和熔化，并在晶粒接触点形成“烧结颈”，对金属而言，即形成焊接态。由于热量立即从发热中心传递到晶粒表面和向四周扩散，因此所形成的“烧结颈”快速冷却，因颈部的蒸气压低于其它部位，气相物质凝聚在颈部而达成物质的蒸发—凝固传递。与通常的烧结方法相比，SPS过程中蒸发—凝固的物质传递要强得多，这是过程的另一个特点。同时在SPS过程中，晶粒表面容易活化，通过表面扩散的物质传递也得到了促进，晶粒受脉冲电流加热和垂直单向压力的作用，体扩散、晶界扩散都得到加强，加速了烧结致密化的进程，因此用比较低的温度和比较短的时间就可以得到高质量的烧结体。

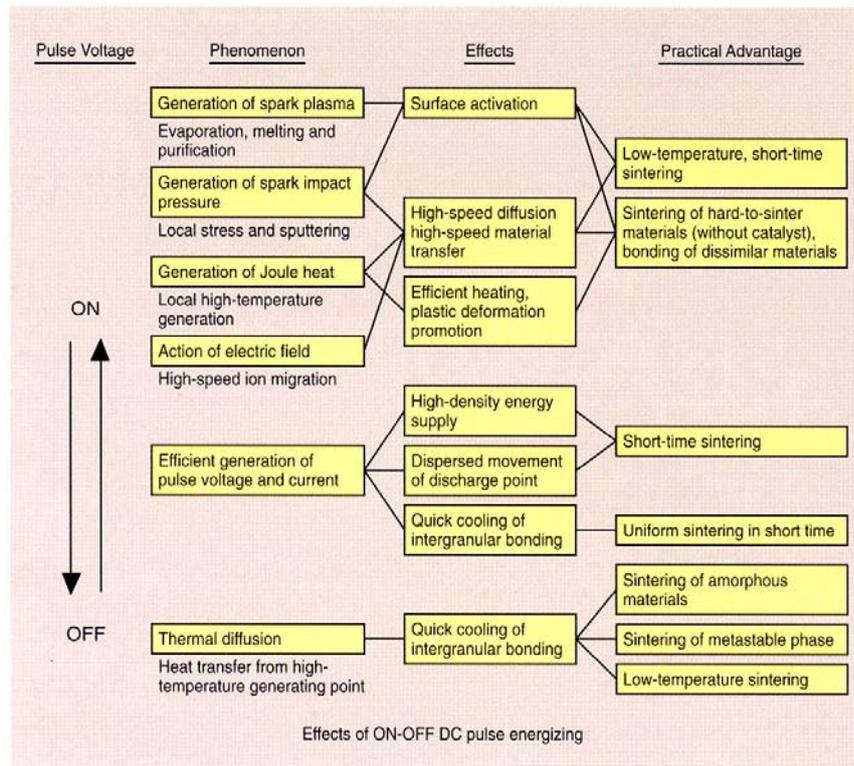


图2 直流脉冲电压的作用

1.3 SPS 系统的技术参数

- | | |
|--------------------------|------------------------------|
| 1. 烧结温度：≤2000℃ | 2. 烧结压力：5KN~200KN |
| 3. 压头行程：250mm（打开高度300mm） | 4. 压头直径：150mm |
| 5. 位移传感器精度：0.001mm | 6. 真空度：6×10 ⁻³ Pa |
| 7. 电流输出：400~8000A | 8. 电压输出：2~12V |

1.4 放电等离子烧结的应用

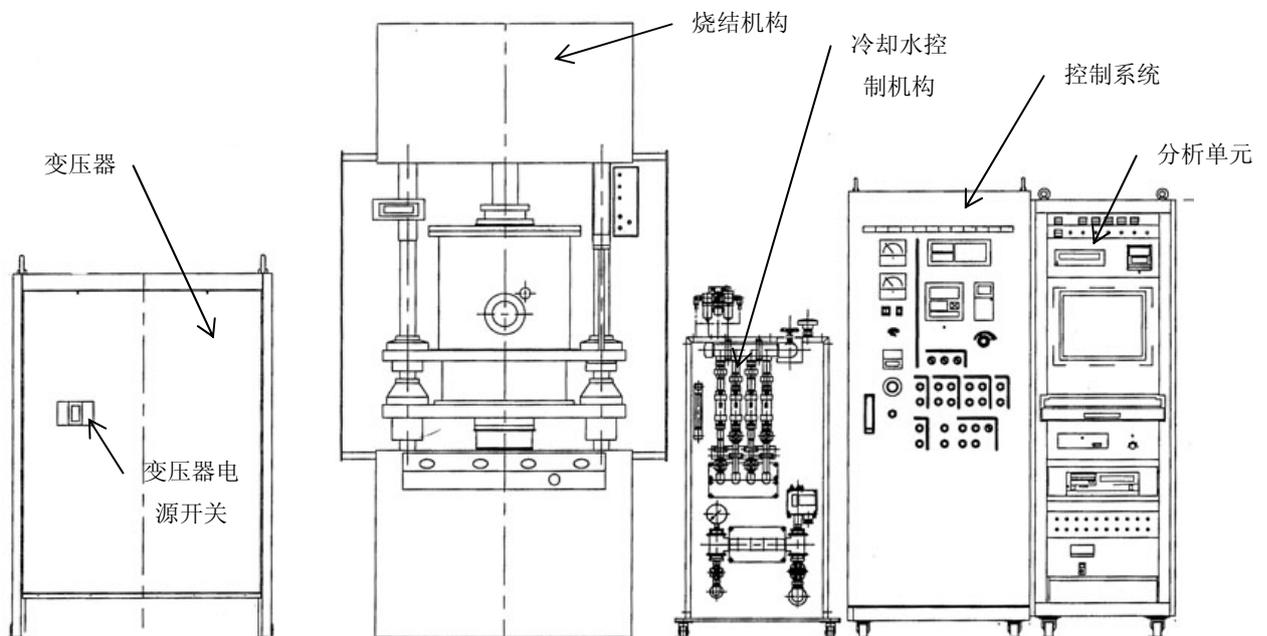
由于独特的烧结机理，SPS技术具有升温速度快、烧结温度低、烧结时间短、节能环保等特点，已广泛应用于纳米材料、梯度功能材料、金属材料、磁性材料、复合材料、陶瓷等材料的制备。

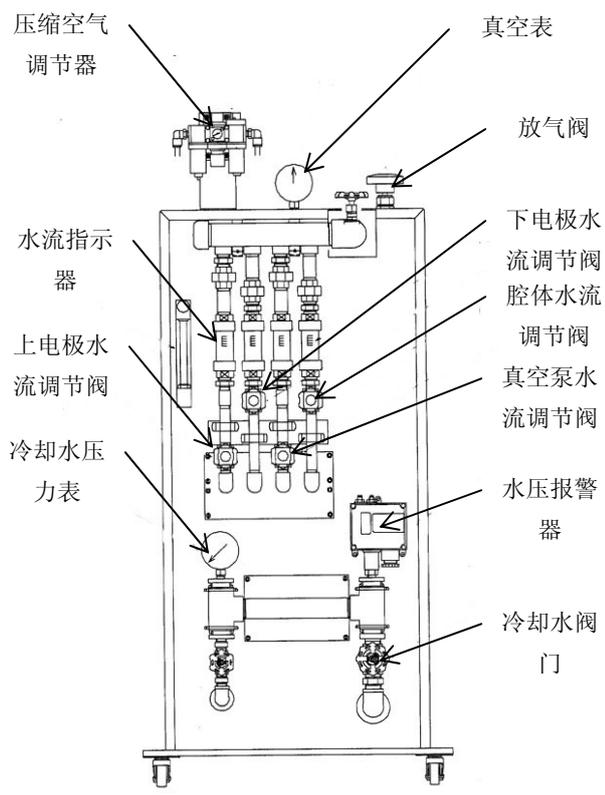
Classification		Materials for SPS processing
Metals		Fe, Cu, Al, Au, Ag, Ni, Virtually any Cr, Mo, Sn, Ti, W, Be, metal possible
Ceramics	Oxides	Al ₂ O ₃ , Mullite, ZrO ₂ , SiO ₂ , TiO ₂ , HfO ₂ , MgO
	Carbides	SiC, B ₄ C, TaC, TiC, WC, ZrC, VC
	Nitrides	Si ₃ N ₄ , TaN, TiN, AlN, ZrN, VN
	Borides	TiB ₂ , HfB ₂ , LaB ₆ , ZrB ₂ , VB ₂
	Fluorides	LiF, CaF ₂ , MgF ₂
Cermets		Si ₃ N ₄ +Ni, Al ₂ O ₃ +Ni, ZrO ₂ +Ni Al ₂ O ₃ +TiC, SUS+ZrO ₂ , Al ₂ O ₃ +SUS SUS+WC/Co, BN+Fe, WC+Co+Fe
Intermetallic compounds		TiAl, MoSi ₂ , Si ₃ Zr ₅ , NiAl NbCo, NbAl, LaBaCuO ₄ , Sm ₂ Co ₁₇
Other materials		Organic materials (polyimide, etc), Composite materials

图3 SPS技术的典型应用

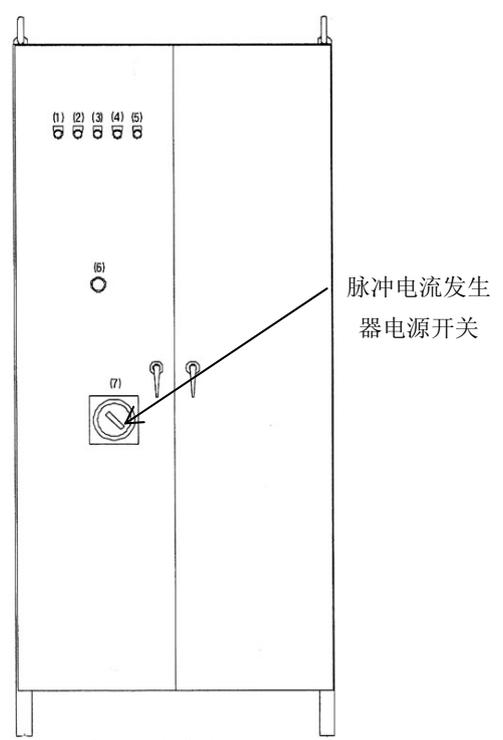
2. SPS-3.20MK-IV放电等离子烧结系统的结构

住友石炭矿业株式会社的SPS-3.20MK-IV系统主要有变压器、直流脉冲发生器、烧结机构、液压系统、真空系统、冷却水系统、控制系统、分析单元几部分组成。

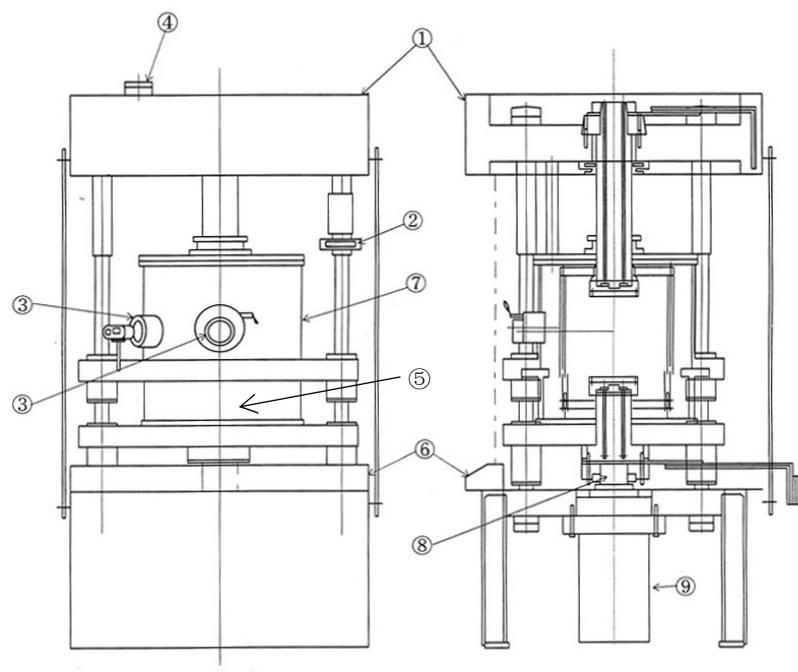




冷却水控制系统

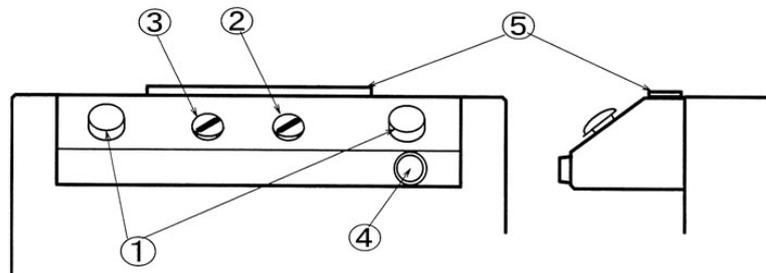


脉冲电流发生器



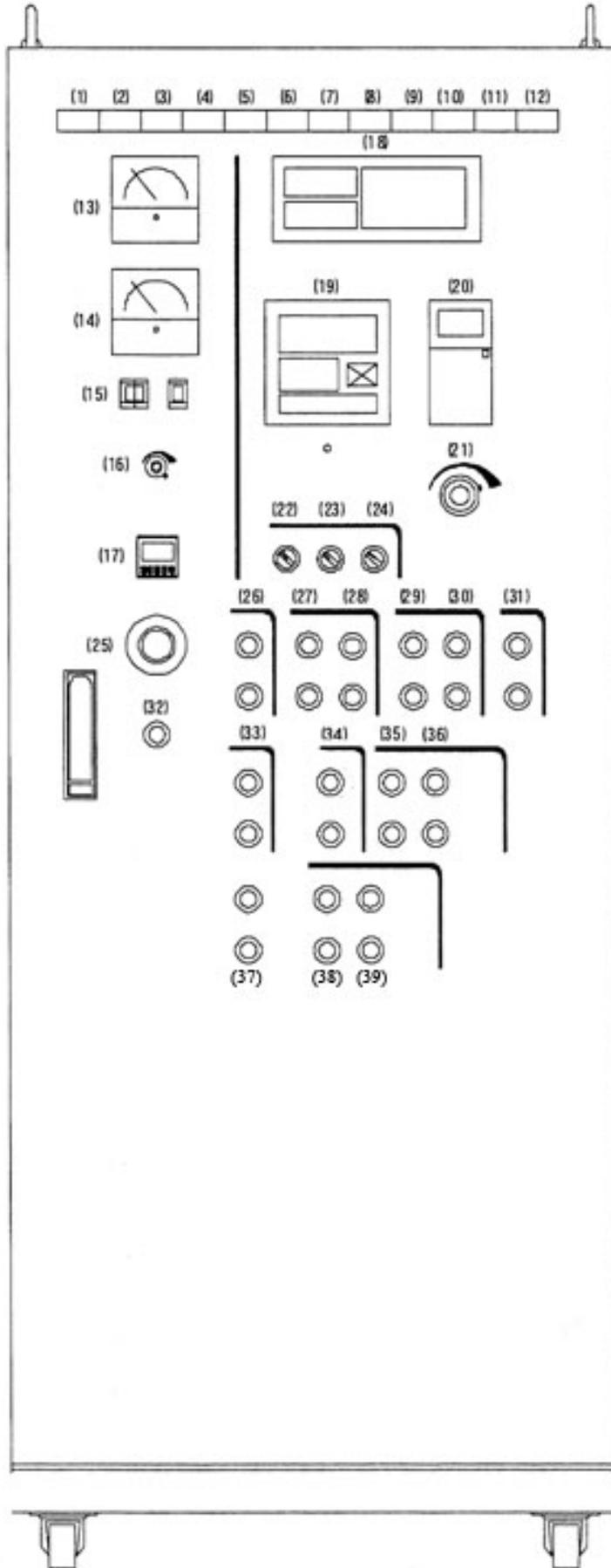
烧结机构

- 1.上顶盖 保护烧结机顶部机构；
- 2.位移指示器 显示下压头的位移量；
- 3.观察窗口 用于观察腔体内部及红外测温仪测温；
- 4.安全锁盘电机 当烧结腔体位于顶端时，安全锁盘防止腔体意外掉落；
- 5.下腔体 与上腔体共同组成真空烧结腔体；
- 6.操作台 执行腔体打开与关闭；
- 7.上腔体 与下腔体共同组成真空烧结腔体；
- 8.压头 与下电极相连，行程为300mm，烧结过程中起加压作用；
- 9.主油缸 最大压力为200KN。



烧结机构操作台

- 1.双手开关 双手同时按下时接通、
- 2.Main/Chamber转换开关 转换下腔体及上腔体的控制，用于打开或关闭腔体；
- 3.UP/DOWN转换开关 用于下腔体及上腔体上下运动的转换；
- 4.急停开关 紧急情况下使用，当按下时所有操作停止；
- 5.光学安全装置 当有物体进入时，腔体停止运动；



1. 电源指示灯
2. 腔体位于下位指示灯
3. 腔体位于上位指示灯
4. 真空转换指示灯
5. 机械泵过载指示灯
6. 罗茨泵过载指示灯
7. 过流指示灯
8. 风扇停止指示灯
9. 电子器件过热指示灯
10. 压缩空气故障指示灯
11. 冷却水故障指示灯
12. 自动控温指示灯
13. SPS 电流表
14. SPS 电压表
15. 通断比设定
16. 手动电流控制旋钮
17. 计时器
18. 真空表
19. 控温表
20. 压力表
21. 手动压力控制旋钮
22. 自动/手动模式转换
23. 真空自动/手动模式转换
24. 温度自动/手动模式转换
25. 紧急开关
26. 控制柜电源开关
27. 机械泵电源开关
28. 罗茨泵电源开关
29. 真空阀门 I 开关
30. 真空阀门 II 开关
31. 充气阀开关
32. 报警关闭按钮
33. 烧结电源开关
34. 扩散泵电源开关
35. 扩散泵主阀开关
36. 扩散泵前级阀开关
37. RESET、START
38. Z 轴控制开关
39. 加压开关

- | | |
|-----------------|-----------------------------------|
| 1. 电源指示灯 | 直流脉冲发生器电源接通时此灯亮起； |
| 2. 腔体位于下位指示灯 | 下腔体位于最低位置是此灯亮起； |
| 3. 腔体位于上位指示灯 | 上腔体位于最高位置时此灯亮起； |
| 4. 真空转换指示灯 | 烧结腔体内气压为大气压时此灯亮起，可打开腔体； |
| 5. 机械泵过载指示灯 | 机械泵过载或过热时此灯亮起； |
| 6. 罗茨泵过载指示灯 | 罗茨泵过载或过热时此灯亮起； |
| 7. 过流指示灯 | 电力供给单元过流时此灯亮起，同时设备停止运转； |
| 8. 风扇停止指示灯 | 变压器风扇停止时此灯亮起； |
| 9. 电子器件过热指示灯 | 直流脉冲电流发生器内电子器件过热时此灯亮起，同时设备停止运转； |
| 10. 压缩空气故障指示灯 | 用于驱动真空阀门的压缩空气压力不足时此灯亮起； |
| 11. 冷却水故障指示灯 | 冷却水压力过低或流量过小或温度过高时此灯亮起； |
| 12. 自动控温指示灯 | 控温方式为自动式此灯亮起，（此灯亮起时压力自动控制方式有效）； |
| 13. SPS 电流表 | 显示当前电流； |
| 14. SPS 电压表 | 显示当前电压； |
| 15. 通断比设定 | 设定脉冲电流的通断比（通常使用 12:2）； |
| 16. 手动电流控制旋钮 | 手动控温时用于调节电流大小，自动控温时将其设定为 50； |
| 17. 计时器 | 显示烧结时间，当时间大于设定值时电流断开； |
| 18. 真空表 | 显示烧结腔体内真空度； |
| 19. 控温表 | 显示并控制升温； |
| 20. 压力表 | 显示烧结压力，单位为 KN； |
| 21. 手动压力控制旋钮 | 手动调节烧结压力，由于压力变化有滞后，调节时缓慢旋动； |
| 22. 自动/手动模式转换 | 转换控制方式（一定要将此开关设于手动）； |
| 23. 真空自动/手动模式转换 | 转换真空控制方式，使用扩散泵时需将控制方式设为手动； |
| 24. 温度自动/手动模式转换 | 转换控温方式； |
| 25. 紧急开关 | 紧急情况下使用，按下时系统所有设备均会停止； |
| 26. 控制柜电源开关 | 打开或关闭控制柜电源； |
| 27. 机械泵电源开关 | 打开或关闭机械泵电源； |
| 28. 罗茨泵电源开关 | 打开或关闭罗茨泵电源； |
| 29. 真空阀门 I 开关 | 打开或关闭真空阀门 I，此阀门抽速较快，腔体内真空度较高时使用； |
| 30. 真空阀门 II 开关 | 打开或关闭真空阀门 II，此阀门抽速较慢，腔体内真空度较低时使用； |
| 31. 充气阀开关 | 打开或关闭充气阀，用于向腔体内冲入保护气氛； |
| 32. 报警关闭按钮 | 用于故障排除后关闭报警指示灯； |
| 33. 烧结电源开关 | 打开或关闭烧结电源； |
| 34. 扩散泵开关 | 打开或关闭扩散泵电源，腔体内真空度低于 10Pa 时方可打开； |
| 35. 扩散泵主阀开关 | 打开或关闭扩散泵主阀，扩散泵油温高于 220℃ 时放开打开； |
| 36. 扩散泵前级阀开关 | 打开或关闭扩散泵前级阀； |
| 37. RESET、START | |
| 38. Z 轴控制开关 | 油路转换到主油缸； |
| 39. 加压开关 | 主油缸加压。 |

二. SPS-3.20MK-IV放电等离子烧结系统操作规程

1.前期检查

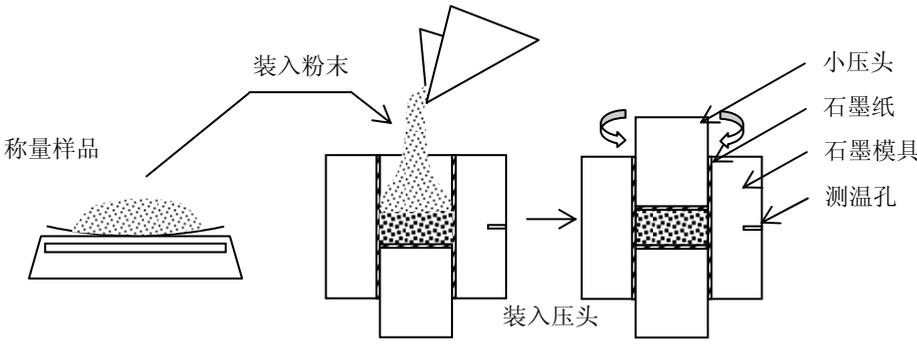
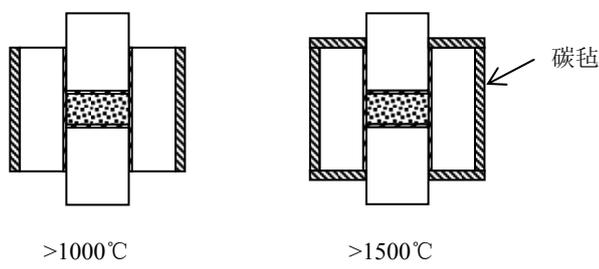
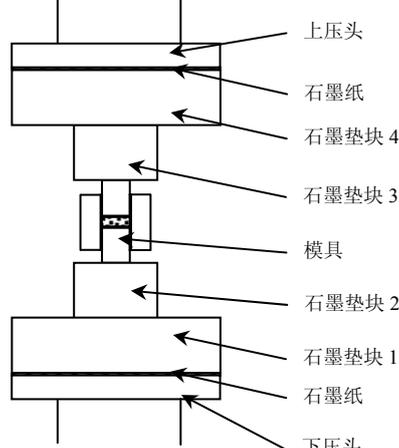
- (1) 检查机械泵及罗茨泵的油位是否正常；
- (2) 检查冷却水是否正常；
- (3) 检查压力控制旋钮、电流控制旋钮是否归零。

2.前期准备工作

- (1) 确定样品是否与石墨反应 SPS烧结多使用石墨模具，故样品应不与石墨反应。
- (2) 确定烧结温度 根据试样、模具的性质确定烧结温度，样品在此温度下不应含有液相。
- (3) 确定烧结气氛 根据样品要求确定烧结气氛为氩气或真空，当烧结温度高于1500℃时，必须充入氩气或使用扩散泵抽高真空；
- (4) 确定烧结压力 确定烧结压力不会损坏模具，石墨模具允许使用的最大压力为50MPa；
- (5) 确定测温方式 本设备测温方式有K型热偶、红外测温仪两种。烧结温度低于1000℃时，可以使用K型热偶测温，温度高于1000℃时需使用红外测温仪。

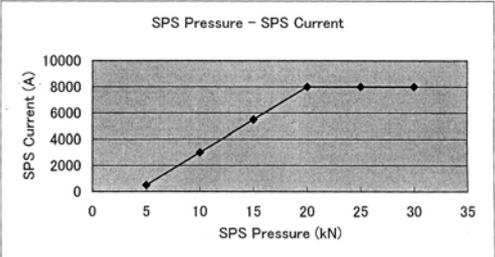
3.操作规程

步骤	操作	注意事项
1.开机	1.打开电源柜开关； 2.闭合变压器开关； 3.打开冷却水机组电源，按下水泵及制冷按钮； 4.打开空气压缩机电源； 5.待冷却水温度(<25℃)、循环水压力(>0.15MPa)、压缩空气压力(>0.5MPa)达到要求后，打开脉冲电流发生器电源； 6.打开电脑； 7.打开控制柜电源(MIAN ON)。	开机时注意检查冷却水是否有漏水
2.打开腔体	1.关闭真空表(VAC.GAUGE)，打开放气阀(LEAK VALVE)； 2.待真空转换指示灯(VACUUM SWITCH)亮后，关闭放气阀(LEAK VALVE)； 3.将Main/Chamber转换开关置于Chamber，UP/DOWN转换开关置于UP，按下双手开关； 4.待安全锁盘锁上腔体后，取出石墨垫块。	取出石墨垫块时需使用铁夹子或戴隔温手套。注意石墨垫块温度，防止烫手。
3.组装模具	1.根据试样密度及模具腔体的大小，称量粉末； 2.根据试样的性质及烧结温度确定是否需要在模具内使用石墨纸，一般来说，当样品与石墨轻微反应或样品中有微量液相产生或烧结温度高于1000℃时需将模具内垫石墨纸； 3.将称量好的样品粉末倒入模具腔体，墩实后，放入小压头，将小压头来回转几圈，使粉末在模具腔体内均匀分布； 4.将模具在压片机上预压，预压时压片机压力表指针稍抬起即可；	一般来说，粉末用量为烧结后样品高度约3~5mm。

	 <p>5.根据烧结温度确定是否在石墨模具外包裹碳毡，一般来说，烧结温度高于1000℃时需要在石墨模具的外圆周表面包裹碳毡，烧结温度高于1500℃时需要在石墨模具的外圆周表面及上下表面同时包裹碳毡。</p> 	<p>包裹碳毡时注意在模具测温孔位置开一方口，露出测温孔</p>
<p>4. 放入模具、关闭腔体</p>	<p>1.放入模具</p> <ol style="list-style-type: none"> 1.将石墨垫块1放在下压头上，并在石墨垫块1与下压头之间垫一张石墨纸； 2.将石墨垫块2置于石墨垫块1的中央，将模具置于石墨垫块2的中央； 3.将石墨垫块3放于模具上，并使测温孔与腔体上测温窗口的方向一致； 4.将Main/Chamber转换开关置于Main，UP/DOWN转换开关置于UP，按住双手开关。将下压头抬起，使石墨垫块3与上压头之间的距离稍大于石墨垫块4的厚度； 5.将石墨垫块4放于石墨垫块3上，在石墨垫块4与上压头之间垫一张石墨纸，按住双手开关，压紧石墨垫块及模具； 6.如使用热电偶测温，则将热电偶插入模具上的测温孔。 	<p>放置石墨垫块及模具时要注意其温度，必须戴隔热手套，小心烫手。</p> <p>必须保证石墨垫块、模具及上下压头的同心。</p>

	2.放下上腔体	将Main/Chamber转换开关置于Chamber，UP/DOWN转换开关置于DOWN，按住双手开关，放下上腔体。放下上腔体时，设备会首先打开安全锁盘，所以按下双手开关后，隔几秒钟上腔体才会向下运动。	
4. 抽真空	1.不使用扩散泵	1.确认放气阀（Leak valve）处于关闭状态； 2.将真空自动/手动模式转换开关（VAC.AUTO/ MANUAL）置于自动（AUTO）； 3.打开真空表（VAC.GAUGE）； 4.打开机械泵电源（VAC.PUMP I ON），系统自动抽真空； 5.待真空度低于4Pa时，可以进行升温。	烧结温度低于1500℃时可以不使用扩散泵
	2.使用扩散泵	1.确认放气阀（Leak valve）处于关闭状态； 2.将真空自动/手动模式转换开关（VAC.AUTO/ MANUAL）置于手动（MANUAL）； 3.打开真空表（VAC.GAUGE）； 4.打开机械泵电源（VAC.PUMP I ON），打开真空阀门II（VAC.VALVE II OPEN）； 5.待真空表（VAC.GAUGE）黑针位于红针左侧后，打开罗茨泵电源（VAC.PUMP II ON）； 6.待真空表（VAC.GAUGE）黑针位于绿针左侧后，关闭真空阀门II（VAC.VALVE II CLOSE），打开真空阀门I（VAC.VALVE I OPEN）； 7.待真空度低于10Pa后，打开扩散泵前级阀门（D.P VALVE FORE OPEN），打开扩散泵电源（DIF.PUMP ON），预热扩散泵； 8.待扩散泵油温高于220℃后，关闭罗茨泵上方的黑色阀门，关闭真空阀门I（VAC.VALVE I CLOSE），打开扩散泵主阀（D.P VALVE MAIN OPEN）； 9.五分钟后打开高真空表（ION GAUGE），按LOG键将测量档位设为L，按FIL键接通高真空传感器（电离管）； 10.待真空度到达 10^{-2} Pa或更低时，可以进行升温。 注：当样品在升温过程中有大量气体放出时，会导致腔体内气压过高，扩散泵会自我保护而关闭电源和主阀，这时要关闭高真空表，重新打开真空阀门I，使用罗茨泵抽真空，待腔体内真空度回落后，重复7-10步。	烧结温度高于1500℃时，必须使用扩散泵或充入惰性保护气氛
5. 充保护气氛（不需要保护气氛时此步跳过）	1.关闭真空系统	1.真空控制方式为自动时，关闭机械泵电源（VAC.PUMP I OFF）即可关闭真空系统； 2.真空控制方式为手动时，依次关闭真空阀门I（VAC.VALVE I CLOSE）、罗茨泵（VAC.PUMP II CLOSE）、机械泵（VAC.PUMP I CLOSE）； 3.关闭真空表（VAC.GAUGE）。	烧结温度高于1500℃时，必须使用扩散泵或充入惰性保护气氛 充保护气氛一般不需要使用扩散泵抽高真空。
	2.充入保护气	1.打开气瓶阀门，将减压阀调至0.1Mpa； 2.打开充气阀（GAS.VALVE OPEN）； 3.待真空表（位于冷却水控制柜上方）指针位于-0.5时，关闭充气阀（GAS.VALVE CLOSE）。	

6. 设置控温表	1. 手动升温时控温表的设置	<p>1. 根据烧结温度选择温度传感器： 按控温表（TEMP.CONTROL）MODE键，按上下键选择MODE 1，按SEL键六次，进入INPUT CHANGE界面； 当烧结温度低于1000℃时，设置SV值为1370.0，按ENT键确认，此时设备使用K型热偶测温； 当烧结温度高于1000℃时，设置SV值为-1800.0，按ENT键确认，此时设备使用红外测温仪测温。</p> <p>2. 设置温度范围： 按控温表（TEMP.CONTROL）MODE键，按上下键选择MODE 7，按SEL键，进入TRANS KIND界面； 按左右键选择PV，按ENT键确认，根据烧结温度设置温度范围为0-1000℃或0-2000℃或0-3000℃，按ENT键确认。</p>		控温表详细设置见：DP2000 控温表的详细设置
	2. 自动升温时控温表的设置	<p>1. 根据烧结温度选择温度传感器、设置温度范围，与手动升温相同；</p> <p>2. 设置升温曲线，详见DP2000控温表的详细设置；</p> <p>3. 选择升温曲线（PTN）： 按控温表FNC键，然后按PTN键，按上下键选择步骤2中设置的升温曲线的PTN号，按ENT键确认。</p>		
7. 设置数据采集软件	<p>1. 双击桌面上（Shortcut to AuHC82）图标，打开数据采集软件；</p> <p>2. 单击软件界面左上角图标，单击Measuring conditions按钮，设置测量条件：Scan time为1sec，Start trigger为Hardware，Measuring time大于烧结时间，单击Exit；</p> <p>3. 设置温度范围（Temp range）与控温表MODE 7中PV-TRANS SCALING的范围一致，设置位移变化率范围（Dsp-rate range）为0.02；</p> <p>4. 点击Measuring start。</p>			
8. 手动加压	<p>1. 确认手动压力控制旋钮（PRESSURE CONTROL）归零；</p> <p>2. 将Main/Chamber转换开关置于Main，UP/DOWN转换开关置于UP；</p> <p>3. 按Z轴控制Z.CONT按钮，按Z轴控制UP按钮，打开Z轴控制；</p> <p>4. 缓慢调节手动压力控制旋钮（PRESSURE CONTROL），调节压力至所需压力。</p>			烧结过程中必须保持压力
9. 升温	1. 手动升温	1. 使用热偶测温	<p>1. 确认手动电流控制旋钮（POWER）归零；</p> <p>2. 将温度自动/手动模式转换开关（TEMP. AUTO/MANUL）置于手动（MANUL）；</p> <p>3. 打开烧结电源开关（SINTER ON）；</p> <p>5. 手动调节手动电流控制旋钮，缓慢加电流，配合计时器（TIMER）上的时间控制升温速率；</p> <p>5. 当样品温度接近目标温度时，适当减小电流防止温度过冲。</p>	<p>φ20mm 的模具最大升温速率为100℃/min</p> <p>φ30mm 的模具最大升温速率为50℃/min</p> <p>大于φ50mm 的模具最大升温速率应小</p>
		2. 使用红外测温仪测温	<p>1. 打开红外测温仪镜头盖，同时按住红外测温仪上ON/OFF键及Measure键，打开红外测温仪；</p> <p>2. 待红外测温仪自检完毕后，按Measure键（屏幕左上角出现meas字样，红外测温仪开始测温）；</p> <p>3. 调节红外测温仪的位置，使测温仪镜头内的圆圈对准模具的</p>	

		测温孔； 4.升温步骤同使用热电偶测温9.1.1-9.1.2。  注： 红外测温仪在570℃以上时才会显示温度，否则显示570℃； 红外测温仪使用完毕后注意盖好镜头盖。	于20℃/min
	2.自动升温	1. 使用热电偶测温 1. 将温度自动/手动模式转换开关（TEMP. AUTO/MANUL）置于自动（AUTO），此时自动控温指示灯（TEMP.AUTO）亮起； 2.将手动电流控制旋钮（POWER）旋至 50（小窗口数字为 5； 3. 打开烧结电源开关（SINTER ON）； 4. 按控温表（TEMP.CONTROL）FNC 键，然后按 RUN 键，开始自动升温； 2. 使用红外测温仪测温 1-3 步同 9.1.2.1-9.1.1.3 4-7 步同 9.2.1.1-9.2.1.4 8.按控温表（TEMP.CONTROL）FNC 键，按 A/M 键转换为手动控温 9.按上下键调节电流输出大小，使模具温度在 5~6 分钟时升至 600℃ 10.当模具温度（PV）与升温曲线设置温度（SV）接近时，按控温表 FNC 键，按 A/M 键转换为自动控温，此时控温表通过 PID 控制自动控制电流大小，按升温曲线升温。	
10. 烧结完毕		1.将手动电流控制旋钮（POWER）归零； 2.关闭烧结电源开关（SINTER OFF）； 2.电流归零 30s 后，将手动压力控制旋钮（PRESSURE CONTROL）归零； 3.按 Z 轴控制 UP 按钮，按 Z 轴控制 Z.CONT 按钮，关闭 Z 轴控制 4.按数据采集软件 STOP 键，保存数据曲线。 5.待降温半小时并且模具温度低于 150℃、腔内温度低于 80℃后，可关闭真空，取出样品。	保存数据曲线时，文件名中不能含有“.”
11. 关闭真空	1.不使用扩散泵	1.关闭机械泵电源（VAC.PUMP I OFF），系统自动关闭真空系统； 2.关闭真空表（VAC.GAUGE）。	扩散泵油温低于50℃时方可关闭循环水
	2.使用扩散泵	1.关闭真空表（ION GAUGE）； 2.关闭扩散泵主阀（D.P VALVE MAIN CLOSE），关闭扩散泵电源（DIF.PUMP OFF），关闭扩散泵前级阀（D.P VALVE FORE CLOSE；） 3.关闭罗茨泵电源（VAC.PUMP II OFF），关闭机械泵电源（VAC.PUMP I OFF）； 4.关闭真空表（VAC.GAUGE）， 打开罗茨泵上方的黑色阀门。	

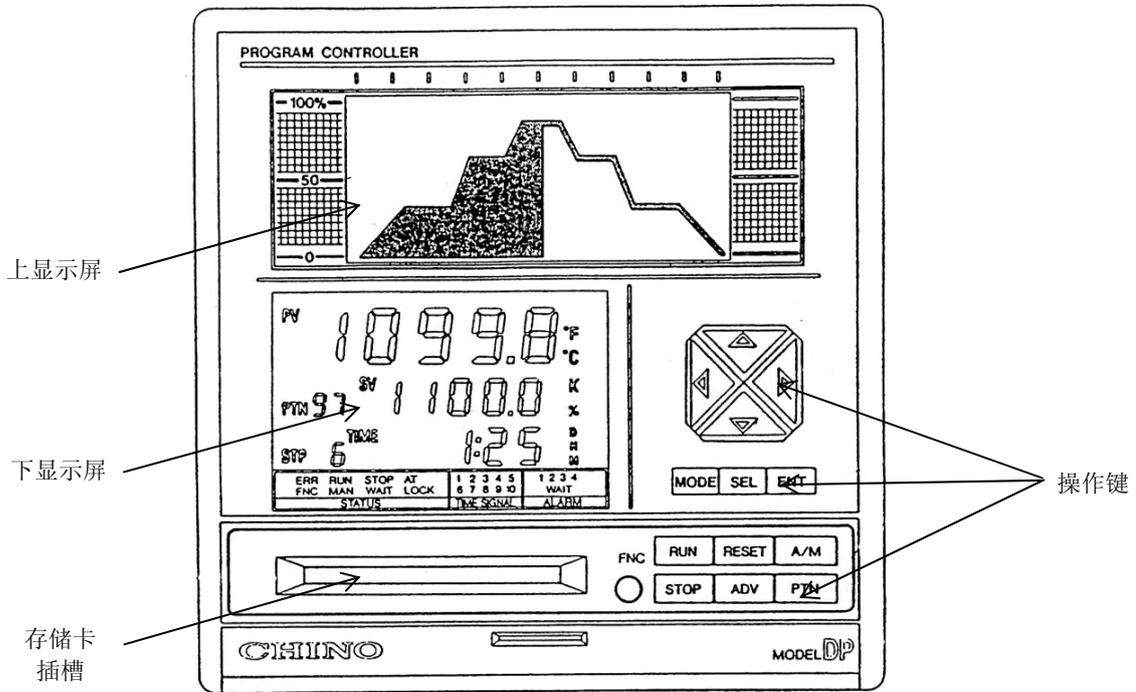
12. 取出样品	1.没有保护气氛	1.关闭真空表（VAC.GAUGE），打开放气阀（LEAK VALVE）； 2.待真空转换指示灯（VACUUM SWITCH）亮后，关闭放气阀（LEAK VALVE）； 3.将Main/Chamber转换开关置于Chamber，UP/DOWN转换开关置于UP，按下双手开关； 4.待安全锁盘锁上腔体后，将Main/Chamber转换开关置于Main，UP/DOWN转换开关置于DOWN，按下双手开关，略微放下腔体（约15mm）； 5.使用夹子取出石墨垫块及模具。	使用夹子取出石墨垫块时，应夹紧后抬起石墨垫块再向外取出垫块，防止将下部垫块带倒
2.有保护气氛	1.将真空自动/手动模式转换开关（VAC.AUTO/ MANUAL）置于自动（AUTO）； 3.打开真空表（VAC.GAUGE）； 4.打开机械泵电源（VAC.PUMP I ON），系统自动抽真空。 5.待真空度低于20Pa时，关闭机械泵电源VAC.PUMP I OFF）； 6.执行12.1.1-12.1.5。		
13. 关机	1.将石墨垫块放入腔体 2. 将Main/Chamber转换开关置于Main，UP/DOWN转换开关置于DOWN，按住双手开关，将下腔体运动到最低端； 3. 将Main/Chamber转换开关置于Chambe，UP/DOWN转换开关置于DOWN，按住双手开关，放下上腔体； 4 将真空自动/手动模式转换开关（VAC.AUTO/ MANUAL）置于自动（AUTO），打开真空表（VAC.GAUGE），打开机械泵电源（VAC.PUMP I ON），抽真空； 5.待真空低于10Pa时，关闭机械泵电源（VAC.PUMP I OFF），关闭真空表（VAC.GAUGE）； 6.关闭控制柜电源（MAIN OFF）； 7.关闭电脑； 8.关闭空气压缩机电源； 9.关闭冷却水， 扩散泵油温低于50℃时方可关闭循环水； 10.关闭脉冲电流发生器电源； 11.关闭变压器电源； 12.关闭电源柜电源；		
14. 填写记录本	1.将实验室内环境卫生打扫干净； 2.认真按要求填写记录本； 3.锁好门窗。		

除本文所述的操作及设置外 严禁更改控温表其他设置

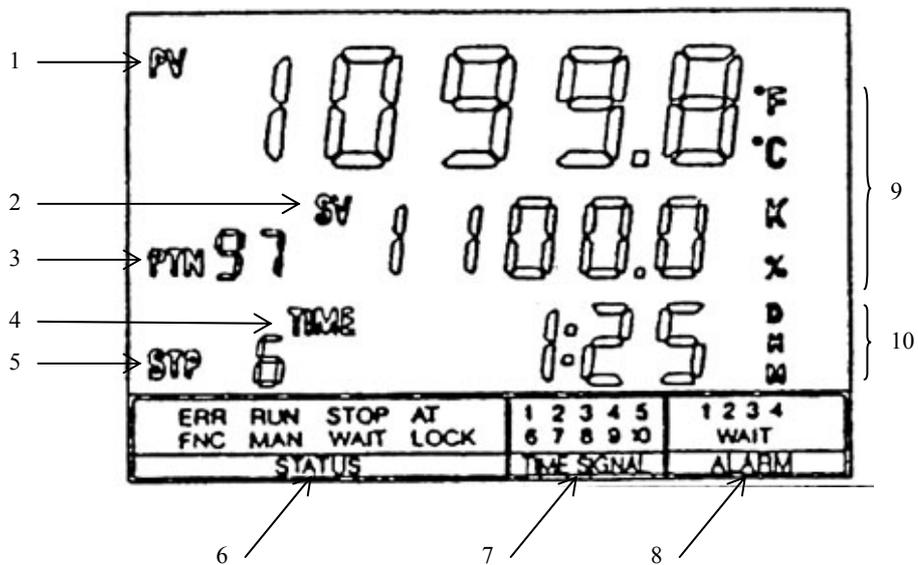
三. DP2000 控温表的详细设置

1. DP2000 控温表结构及功能

下图为 DP2000 控温表前面板，其由上显示屏、下显示屏、操作键及存储卡插槽组成。



(1) 下显示屏



- 1. PV 值 当前测量温度;
- 2. SV 值 当前升温曲线设定的温度;
- 3. PTN 号 当前升温曲线的 PTN 号;

除所述的操作及设置外 14 严禁更改控温表的其他设置

除本文所述的操作及设置外 严禁更改控温表其他设置

4.TIME 当前升温步骤已用时间；

5.STP 当前升温步骤号码；

6.状态显示

ERR	与当前进程数据相关的内部数据出错时亮起
RUN	升温曲线程序执行时亮起
STOP	升温曲线程序暂停时亮起
AT	PID 参数自整定时亮起
FNC	FNC 键按下时亮起，此时运行操作键可用
MAN	手动运行模式是亮起
WAIT	报警重置或报警期间亮起
LOCK	运行操作键被锁定时亮起

7.时间信号号码显示

8.报警显示

9.单位显示 显示 PV、SV 的单位

10.时间单位显示

(2).操作键功能简介

设置操作键功能

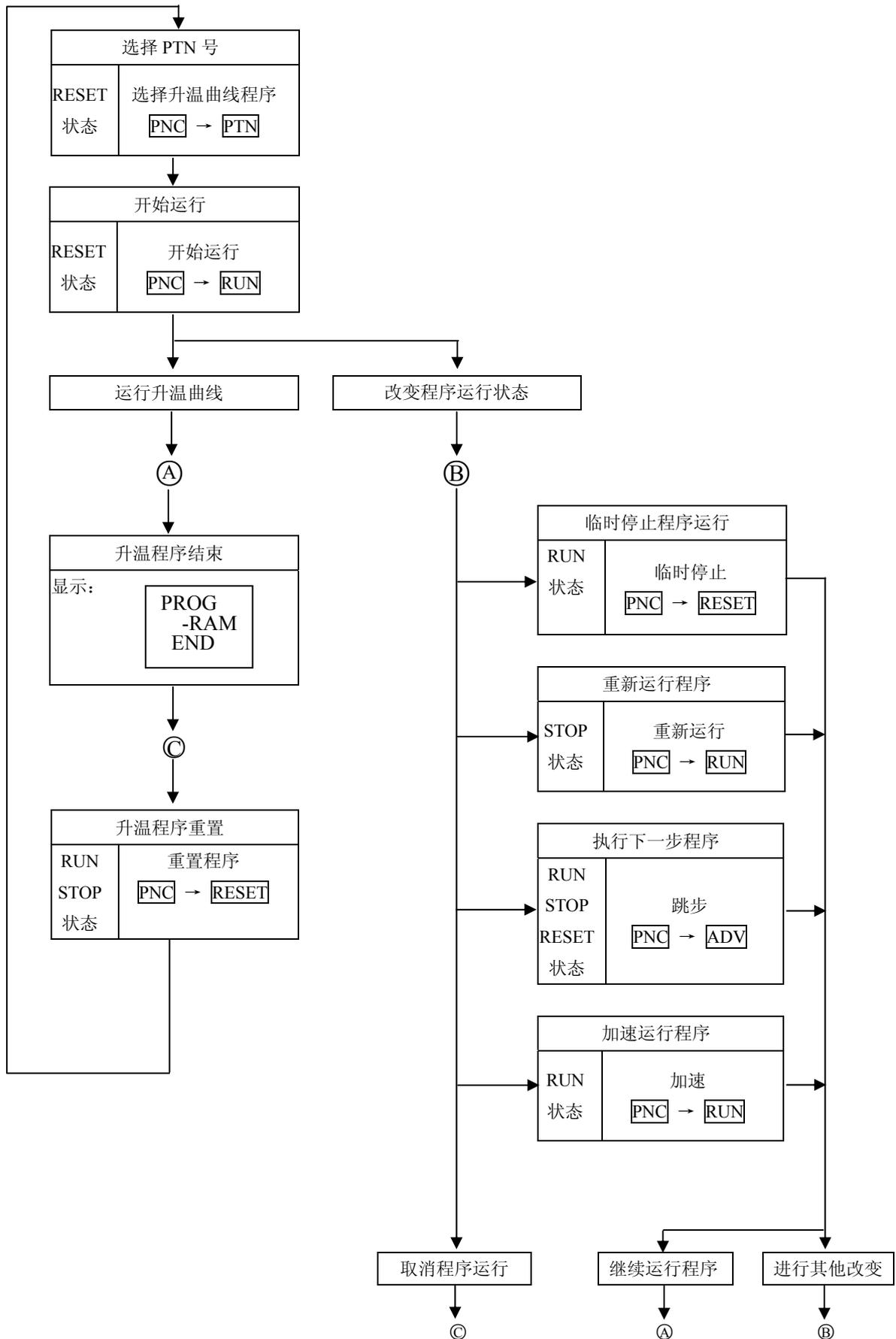
按键	功能
	模式键：运行界面与设置界面切换
	确认键：确认并存储更改（更改未确认时显示？）
	选择键：设置界面的选择或运行界面的转换
	将光标向右移动
	将光标向左移动
	增大光标位置的数值、改变光标位置的设置
	减小光标位置的数值、改变光标位置的设置

运行操作键功能

按键	功能
	功能键：当此键按下时，STATUS 显示中 FNC 亮起，此时六个运行操作键可用，当再次按下此键时 FNC 熄灭。
	1.在暂停（STOP 亮）或重置（RESET）状态，按下此键 RUN 亮，升温程序开始运行； 2.在运行状态（RUN 亮），按下此键程序加速运行。
	在运行状态（RUN 亮），按下此键程序临时停止。
	在运行状态（RUN 亮）或暂停状态（STOP 亮），按下此键程序跳到下一步
	在重置状态，按下此键选择升温曲线程序号
	自动/手动状态切换，手动状态下可按  、  键调节电流大小

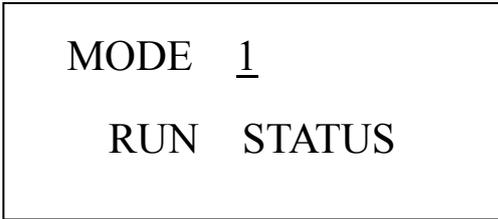
除本文所述的操作及设置外 严禁更改控温表其他设置

(3) 升温曲线程序操作流程

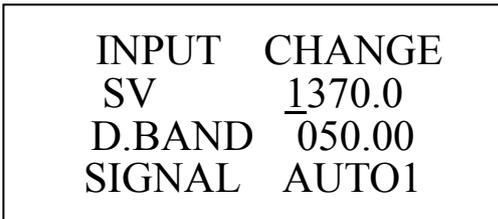


(4) 设置温度传感器

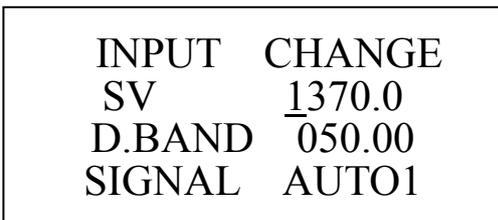
1.按 **MODE** 键，使用 **▲**、**▼** 键选择 MODE 1；



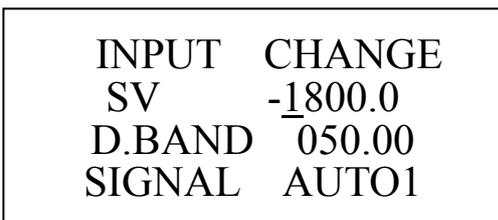
2.按 **SEL** 键六次，进入 INPUT CHANGE 界面；



3. 当烧结温度低于1000℃时，使用 **▲**、**▼** 键设置 SV 值为 1370.0，按 ENT 键确认，此时设备使用 K 型热偶测温。

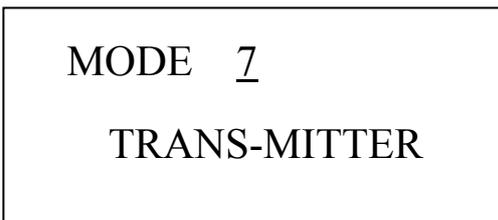


当烧结温度高于1000℃时，使用 **▲**、**▼** 键设置 SV 值为 -1800.0，按 ENT 键确认，此时设备使用红外测温仪测温。

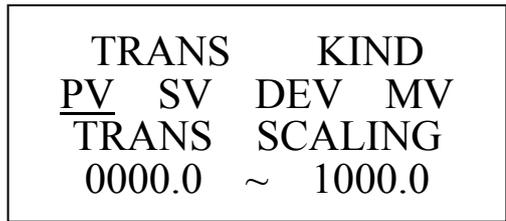


(5) 设置温度范围：

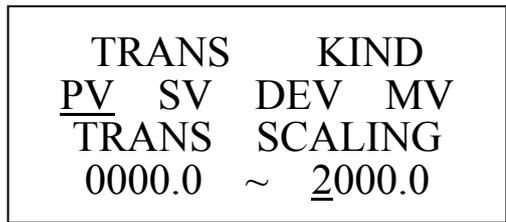
1.按 **MODE** 键，使用 **▲**、**▼** 键选择 MODE 7；



2.按 **SEL** 键，进入 TRANS KIND 界面。

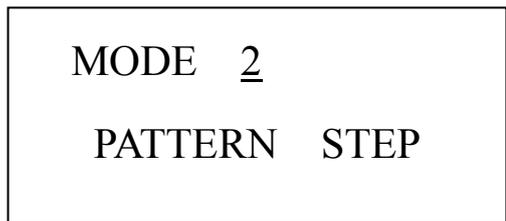


3.按 **▲**、**▼** 键选择 PV，按 ENT 键确认，根据烧结温度设置温度范围为 0-1000℃或 0-2000℃或 0-3000℃，按 ENT 键确认。

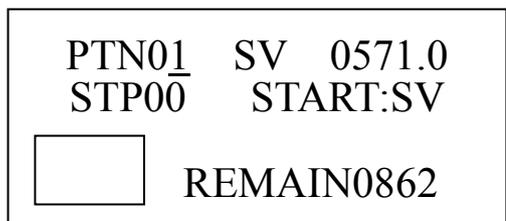


(6) 设置升温曲线

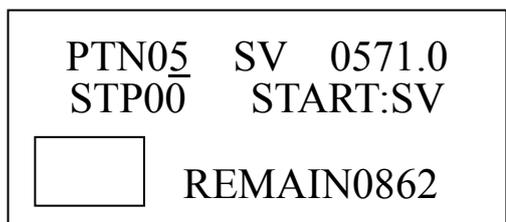
1. 按 **MODE** 键，使用 **▲**、**▼** 键选择 MODE 2；



2. 按 **SEL** 键，进入升温曲线设置界面。



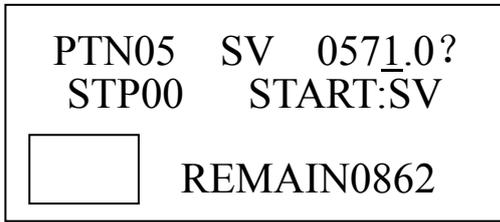
3. 使用 **▲**、**▼** 键选择 PTN 号，及升温曲线序号，DP2000 控温表可存储 99 个升温曲线。



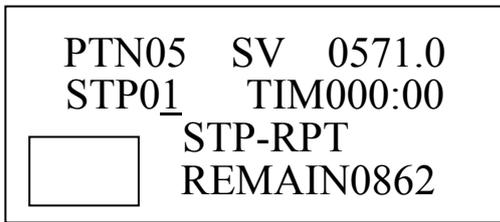
除本文所述的操作及设置外

严禁更改控温表其他设置

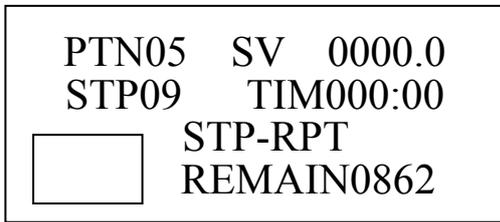
4.设置起始温度，使用 \leftarrow 、 \rightarrow 键将光标移动到 SV，使用 \triangle 、 ∇ 键设置起始温度，按 ENT 键确认。



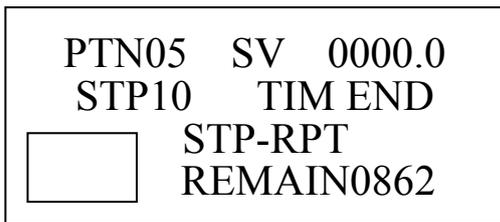
5.设置每步的目标温度及使用时间，使用 \leftarrow 、 \rightarrow 键将光标移动到 STP，使用 \triangle 、 ∇ 键设置步数；将光标移动到 SV,设置目标温度；将光标移动到 TIM,设置时间。



6.设置结束步，升温曲线倒数第二步设置为：



升温曲线最后一步步设置为：

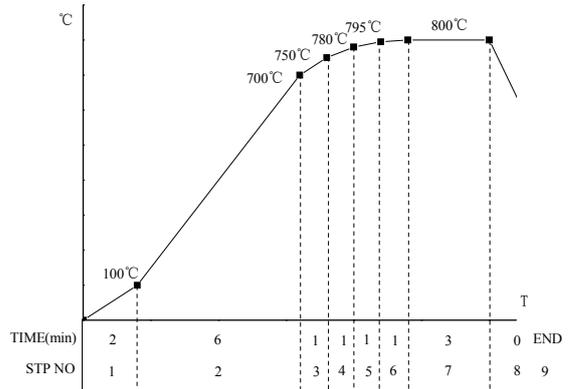


(7) 升温曲线设置示例

① 烧结温度 800℃，保温 3min，升温速率：100℃/min。

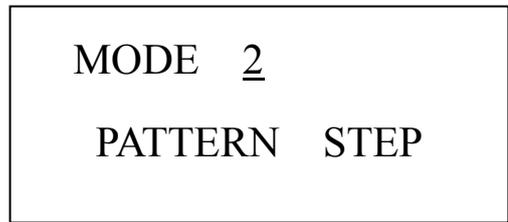
升温起始阶段样品温度 (PV) 相对于升温曲线设置温度 (SV) 有滞后现象，放慢升温速度，使 PV 和 SV 有较好的对应，故 START SV ~100℃使用 2min；100℃~700℃按正常升温速率：100℃/min；700℃~800℃放慢升温速率，防止温度过冲。设计

升温曲线如下图：

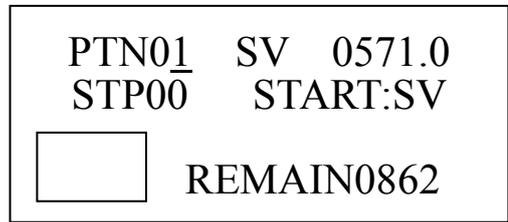


控温表设置步骤如下：

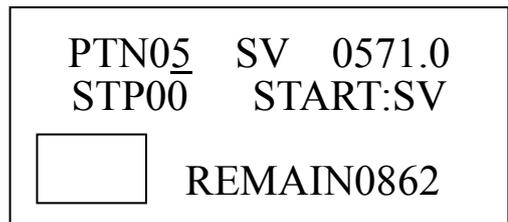
1. 按 **MODE** 键，使用 \triangle 、 ∇ 键选择 MODE 2；



2. 按 **SEL** 键，进入升温曲线设置界面。



3. 使用 \triangle 、 ∇ 键选择 PTN 号 5，



4.设置起始温度，使用 \leftarrow 、 \rightarrow 键将光标移动到 SV，使用 \triangle 、 ∇ 键设置起始温度为室温 20℃，按 ENT 键确认。

除所述的操作及设置外

18 严禁更改控温表的其他设置

```
PTN05 SV 0020.0?
STP00 START:SV
[ ] REMAIN0862
```

5.使用←、→键将光标移动到 STP00，使用▲、▼键将 STP 设置为 01；

```
PTN05 SV 0571.0
STP01 TIM000:00
[ ] STP-RPT
REMAIN0862
```

6.使用←、→键将光标移动到 SV，使用▲、▼键将 SV 设置为 100，按 ENT 确认。

```
PTN05 SV 0100.0?
STP01 TIM000:00
[ ] STP-RPT
REMAIN0862
```

注：当 SV 被修改时，在 SV 数值后出现“？”，当按 ENT 确认后“？”消失，修改被存储。

7.使用←、→键将光标移动到 TIM，使用▲、▼键将 TIM 设置为 000:02，按 ENT 确认。

```
PTN05 SV 0100.0
STP01 TIM000:02
[ ] STP-RPT
REMAIN0862
```

8.使用←、→键将光标移动到 STP，使用▲、▼键将 STP 设置为 02。

```
PTN05 SV 0100.0
STP02 TIM000:02
[ ] STP-RPT
REMAIN0862
```

9.使用←、→键将光标移动到 SV，使用▲、▼键将 SV 设置为 700，按 ENT 确认。

```
PTN05 SV 0700.0?
STP02 TIM000:00
[ ] STP-RPT
REMAIN0862
```

10.使用←、→键将光标移动到 TIM，使用▲、▼键将 TIM 设置为 000:06，按 ENT 确认。

```
PTN05 SV 0700.0
STP02 TIM000:06
[ ] STP-RPT
REMAIN0862
```

11.按上述方法分别将 STP 3、4、5、6、7、8、9 设置如下：

```
PTN05 SV 0750.0
STP03 TIM000:01
[ ] STP-RPT
REMAIN0862
```

```
PTN05 SV 0780.0
STP04 TIM000:01
[ ] STP-RPT
REMAIN0862
```

```
PTN05 SV 0795.0
STP05 TIM000:01
[ ] STP-RPT
REMAIN0862
```

```
PTN05 SV 0800.0
STP06 TIM000:01
[ ] STP-RPT
REMAIN0862
```

```
PTN05 SV 0800.0
STP07 TIM000:03
[ ] STP-RPT
REMAIN0862
```

```
PTN05 SV 0000.0
STP08 TIM000:00
[ ] STP-RPT
REMAIN0862
```

```
PTN05 SV 0000.0
STP09 TIM END
[ ] STP-RPT
REMAIN0862
```

设置 PID 号及输出限制 (OUT LMIT):

1. 按 **MODE** 键, 使用 **▲**、**▼** 键选择 MODE 2;

```
MODE 2
PATTERN STEP
```

2. 按 SEL 键进入 PRG. END. SET 界面, 使用 **▲**、**▼** 键选择 PTN05。

```
PRG. END. SET
PTN05
OUT CONTROL
LINK PTN NO.00
```

2. 按 SEL 键进入 PID 号及输出限制设置界面。

```
PTN05 PID-NO.1
STP01 ALM-NO.1
OUT LMT-NO.1
STEP LMT-NO.1
```

3. 使用 **◀**、**▶**、**▲**、**▼**、ENT 键将此界面设置如下:

```
PTN05 PID-NO.1
STP01 ALM-NO.1
OUT LMT-NO.1
STEP LMT-NO.1
```

4. 使用 **◀**、**▶** 键将光标移动到 STP, 使用 **▲**、**▼** 键将 STP 设置为 02。

```
PTN05 PID-NO.1
STP02 ALM-NO.1
OUT LMT-NO.1
STEP LMT-NO.1
```

5. 使用 **◀**、**▶**、**▲**、**▼**、ENT 键将此界面设置如下:

```
PTN05 PID-NO.0
STP02 ALM-NO.0
OUT LMT-NO.0
STEP LMT-NO.0
```

注: 当设置为 NO.0 时, 表示与前一步设置相同

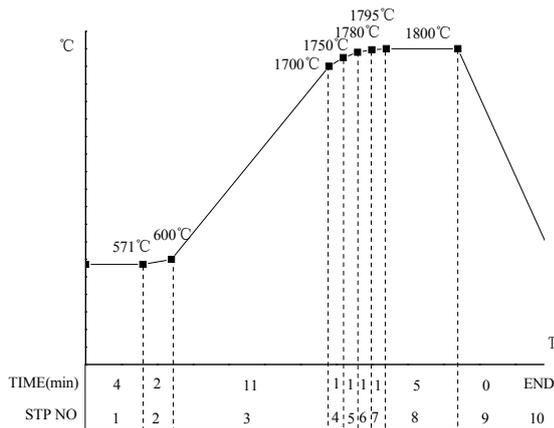
6. 按上述方法将 STP 3、4、5、6、7、8、9 的 PID、ALM、OUT LMT、STEP LMT 均设为 NO.0。

除本文所述的操作及设置外

严禁更改控温表其他设置

② 烧结温度 1800℃，保温 5min，升温速率：100℃/min。

升温起始阶段样品温度 (PV) 低于 570℃，红外测温仪无法测温，故起始温度设为 571℃，此阶段依经验手动加电流，使用 4min。571℃~600℃使用 2min，600℃~1700℃按正常升温速率：100℃/min；1700℃~1800℃放慢升温速率，防止温度过冲。设计升温曲线如下图：



控温表设置如下：

1. 按 **MODE** 键，使用 **▲**、**▼** 键选择 MODE 2；

```

MODE  2
      PATTERN STEP
  
```

2. 按 **SEL** 键，进入升温曲线设置界面。

```

PTN01  SV  0571.0
STP00  START:SV
      REMAIN0862
  
```

3. 使用 **▲**、**▼** 键选择 PTN 号 10，

```

PTN10  SV  0571.0
STP00  START:SV
      REMAIN0862
  
```

4. 设置起始温度，使用 **▲**、**▼** 键将光标移动到 SV，

使用 **▲**、**▼** 键设置起始温度为 571℃，按 ENT 键确认。

```

PTN10  SV  0571.0?
STP00  START:SV
      REMAIN0862
  
```

5. 使用 **▲**、**▼** 键将光标移动到 STP00，使用 **▲**、**▼** 键将 STP 设置为 01；

```

PTN10  SV  0571.0
STP01  TIM000:00
      STP-RPT
      REMAIN0862
  
```

6. 使用 **▲**、**▼** 键将光标移动到 SV，使用 **▲**、**▼** 键将 SV 设置为 571，按 ENT 确认。

```

PTN10  SV  0571.0?
STP01  TIM000:00
      STP-RPT
      REMAIN0862
  
```

注：当 SV 被修改时，在 SV 数值后出现“？”，当按 ENT 确认后“？”消失，修改被存储。

7. 使用 **▲**、**▼** 键将光标移动到 TIM，使用 **▲**、**▼** 键将 TIM 设置为 000:04，按 ENT 确认。

```

PTN10  SV  0571.0
STP01  TIM000:04
      STP-RPT
      REMAIN0862
  
```

8. 使用 **▲**、**▼** 键将光标移动到 STP，使用 **▲**、**▼** 键将 STP 设置为 02。

除所述的操作及设置外

21 严禁更改控温表的其他设置

```
PTN10 SV 0571.0
STP02 TIM000:04
 STP-RPT
REMAIN0862
```

```
PTN10 SV 1780.0
STP05 TIM000:01
 STP-RPT
REMAIN0862
```

9.使用◀、▶键将光标移动到 SV，使用▲、▼键将 SV 设置为 600，按 ENT 确认。

```
PTN10 SV 0600.0?
STP02 TIM000:00
 STP-RPT
REMAIN0862
```

```
PTN10 SV 1795.0
STP06 TIM000:01
 STP-RPT
REMAIN0862
```

10.使用◀、▶键将光标移动到 TIM，使用▲、▼键将 TIM 设置为 000:02，按 ENT 确认。

```
PTN10 SV 0600.0
STP02 TIM000:02
 STP-RPT
REMAIN0862
```

```
PTN10 SV 1800.0
STP07 TIM000:01
 STP-RPT
REMAIN0862
```

11.按上述方法分别将 STP 3、4、5、6、7、8、9 设置如下：

```
PTN10 SV 1700.0
STP03 TIM000:11
 STP-RPT
REMAIN0862
```

```
PTN10 SV 1800.0
STP08 TIM000:05
 STP-RPT
REMAIN0862
```

```
PTN10 SV 1750.0
STP04 TIM000:01
 STP-RPT
REMAIN0862
```

```
PTN10 SV 0000.0
STP09 TIM000:00
 STP-RPT
REMAIN0862
```

```
PTN10 SV 0000.0
STP10 TIM END
 STP-RPT
REMAIN0862
```

除本文所述的操作及设置外

严禁更改控温表其他设置

设置 PID 号及输出限制 (OUT LMIT):

1. 按 **MODE** 键, 使用 **▲**、**▼** 键选择 MODE 2;

```
MODE  2
      PATTERN  STEP
```

2. 按 **SEL** 键进入 PRG. END. SET 界面, 使用 **▲**、**▼** 键选择 PTN10。

```
PRG. END. SET
PTN10
OUT CONTROL
LINK PTN NO.00
```

2. 按 **SEL** 键进入 PID 号及输出限制设置界面。

```
PTN10  PID-NO.1
STP01  ALM-NO.1
      OUT  LMT-NO.1
      STEP LMT-NO.1
```

4. 使用 **◀**、**▶**、**▲**、**▼**、**ENT** 键将此界面设置如下:

```
PTN10  PID-NO.1
STP01  ALM-NO.1
      OUT  LMT-NO.8
      STEP LMT-NO.1
```

5. 使用 **◀**、**▶** 键将光标移动到 STP, 使用 **▲**、**▼** 键将 STP 设置为 02。

```
PTN10  PID-NO.1
STP02  ALM-NO.1
      OUT  LMT-NO.1
      STEP LMT-NO.1
```

6. 使用 **◀**、**▶**、**▲**、**▼**、**ENT** 键将此界面设置如

下:

```
PTN10  PID-NO.0
STP02  ALM-NO.0
      OUT  LMT-NO.3
      STEP LMT-NO.0
```

7. 使用 **◀**、**▶** 键将光标移动到 STP, 使用 **▲**、**▼** 键将 STP 设置为 03, 并设置如下:

```
PTN10  PID-NO.0
STP03  ALM-NO.0
      OUT  LMT-NO.1
      STEP LMT-NO.0
```

注: 当设置为 NO.0 时, 表示与前一步设置相同

8. 按上述方法将 STP4、5、6、7、8、9、10 的 PID、ALM、OUT LMT、STEP LMT 均设为 NO.0。

除所述的操作及设置外

²³ 严禁更改控温表的其他设置