



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 107022733 B

(45)授权公告日 2020.03.27

(21)申请号 201610074177.5

G23C 8/48(2006.01)

(22)申请日 2016.02.02

G23C 8/42(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

审查员 刘化然

申请公布号 CN 107022733 A

(43)申请公布日 2017.08.08

(73)专利权人 中国科学院上海应用物理研究所

地址 201800 上海市嘉定区宝嘉公路2019号

(72)发明人 苏兴治 侯娟 俞国军 陈燕军

谢雷东 侯惠奇 王建强

(74)专利代理机构 上海弼兴律师事务所 31283

代理人 薛琦 余化鹏

(51)Int.Cl.

G23C 8/54(2006.01)

G23C 8/44(2006.01)

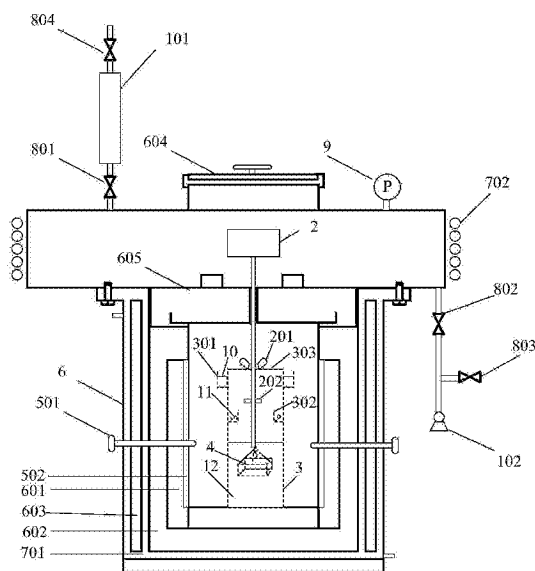
权利要求书2页 说明书6页 附图1页

(54)发明名称

一种熔盐热扩散处理设备及其应用

(57)摘要

本发明公开了一种熔盐热扩散处理设备及其应用。其包括一供气系统、一真空系统、一炉体、一循环水盘管、一样品室、一坩埚和一支撑杆；供气系统通过进气管与炉体连通，真空系统通过第一出气管与炉体连通；循环水盘管套设于炉体的上部；坩埚设于炉体底部，坩埚包括坩埚本体和坩埚盖板，坩埚本体的上端外侧设有第一环形凹槽，坩埚盖板开口向下包住坩埚口，并伸入第一环形凹槽中；支撑杆依次贯穿炉体上的炉门、坩埚盖板，并伸入坩埚中；支撑杆伸入坩埚的一端连有样品室。本发明设备处理效率高，系统密闭，能控制系统的水氧含量，防止熔盐蒸汽或其分解产物扩散到坩埚外能减少熔盐烟雾影响，避免对设备造成腐蚀或积累在加热炉的电阻丝上造成设备短路。



1. 一种熔盐热扩散处理设备,其特征在于,其包括一供气系统、一真空系统、一炉体、一循环水盘管、一样品室、一坩埚和一支撑杆;

所述供气系统通过进气管与所述炉体的上部连通,所述真空系统通过第一出气管与所述炉体的上部连通;所述循环水盘管套设于所述炉体的上部;

所述坩埚设于所述炉体的底部,所述坩埚包括坩埚本体和坩埚盖板,所述坩埚本体的上端外侧设有第一环形凹槽,所述坩埚盖板开口向下包住坩埚口,并伸入所述第一环形凹槽中;

所述支撑杆依次贯穿所述炉体上的炉门、所述坩埚盖板,并伸入所述坩埚中;所述支撑杆伸入所述坩埚的一端连有所述样品室;所述炉体上的炉门用于将所述炉体的内部加热系统和所述炉体的上部隔开。

2. 如权利要求1所述的设备,其特征在于,所述供气系统带有气体纯化装置;

所述供气系统还包括载有惰性气体的装置;

所述真空系统为真空泵。

3. 如权利要求2所述的设备,其特征在于,所述气体纯化装置为能够将进气的水氧含量控制在1ppm以下的气体纯化装置。

4. 如权利要求1所述的设备,其特征在于,所述炉体的炉膛为多晶氧化铝纤维固化炉膛;

所述炉体的顶端还设有一压力表。

5. 如权利要求1所述的设备,其特征在于,所述炉体为设有冷却结构的炉体;

所述炉体的内部包括一测温装置和一温控装置;

所述炉体上的炉门为中间有孔径的half盖板;

所述炉体的顶端还设有一上盖。

6. 如权利要求5所述的设备,其特征在于,所述冷却结构为双层循环水冷结构;

所述测温装置和所述温控装置均为热电偶;

所述孔径大于所述支撑杆的直径;

所述上盖为设有手套箱过渡舱舱门的上盖。

7. 如权利要求1所述的设备,其特征在于,所述样品室为不锈钢材质的网篮;

所述坩埚的外侧与所述炉体的内侧间距大于20mm;

所述坩埚本体的上端内侧设有一第二环形凹槽;所述第一环形凹槽中含有沙子。

8. 如权利要求7所述的设备,其特征在于,所述第二环形槽中含有碳颗粒和/或金属铜。

9. 如权利要求1所述的设备,其特征在于,所述支撑杆上还设有一第一定位结和/或一第二定位结,所述第一定位结设于所述坩埚盖板的上方,所述第二定位结设于所述坩埚盖板的下端;

所述支撑杆的顶端设有可拆卸的把手;

所述坩埚、所述样品室和所述支撑杆的材质均为不锈钢或镍。

10. 如权利要求1所述的设备,其特征在于,所述熔盐热扩散处理设备还包括一泄压阀,所述泄压阀通过第二出气管与所述炉体连通。

11. 一种如权利要求1~10任一项所述熔盐热扩散处理设备作为金属化学热处理设备的应用。

12. 如权利要求11所述的应用,其特征在于,所述化学热处理为TD处理。

一种熔盐热扩散处理设备及其应用

技术领域

[0001] 本发明涉及一种熔盐热扩散处理设备及其应用。

背景技术

[0002] 随着科技的发展,生产和技术领域对材料的硬度、耐磨性、耐高温性、耐腐蚀性和抗疲劳强度等性能提出了越来越高的要求。表面改性处理技术通常采用某种工艺手段使金属材料表面获得性能远优于金属材料的表面结构。金属材料经表面改性处理后,既能发挥基体材料的力学性能,又能使材料表面获得诸多优异性能。由于表面改性处理技术成本相对低廉,故越来越受到本领域技术人员的青睐。

[0003] 常见的表面改性处理技术主要有电镀、离子沉积(包括化学气相沉积和物理气相沉积)、热喷涂技术、表面着色和染色以及化学热处理等方法。化学热处理是利用元素的扩散使渗层元素渗入金属表层的一种表面强化技术,包括渗碳、渗氮、渗硼、碳氮共渗以及TD处理(Toyota Diffusion Coating Process)等方法。其中TD处理技术最初是由日本丰田汽车中心研究所研发的一种表面改性技术(Toyota Diffusion),是熔盐浸镀法、电解法以及粉末法的总称,也常被称为渗金属处理。TD处理技术所得的镀层具有优异的耐磨损性能和极高的硬度,镀层与基体之间形成冶金结合,其结合力远大于其他镀膜方法,且TD处理技术与其他技术相比,具有操作简单,设备成本低等优点。但是TD处理技术在使用过程中还存在以下问题:因坩埚暴露于大气中,没有保护性气氛,大气中的水氧溶解到熔盐中,导致熔盐沉积,影响熔盐活性,同时熔盐中水氧含量的增加,会加剧熔盐的腐蚀性,降低设备的寿命;再加上由于熔盐本身高温下易分解挥发,其分解产物或熔盐烟雾会对设备造成腐蚀或积累在加热炉的电阻丝上造成设备短路。因此急需开发一种带有保护性气氛控制、避免空气中的水或氧溶解到熔盐中、且能减少分解产物或烟雾影响的熔盐热扩散处理设备。

发明内容

[0004] 本发明所要解决的技术问题是克服了现有技术中坩埚暴露于大气中,没有保护性气氛,大气中的水氧溶解到熔盐中,导致熔盐沉积,影响熔盐活性,以及由于熔盐本身高温易分解挥发,其分解产物或熔盐烟雾会对设备造成腐蚀或积累在加热炉的电阻丝上造成设备短路的缺陷,提供了一种熔盐热扩散处理设备及其应用。本发明设备造价低廉,整个系统密闭,不仅能有效控制系统的水氧含量,而且还能有效防止熔盐蒸汽或其分解产物扩散到坩埚外,气氛控制好,能减少熔盐烟雾影响,有效避免对设备造成腐蚀或积累在加热炉的电阻丝上造成设备短路;本发明设备在实践应用过程中,操作简便,处理效率高,上腔体操作区温度低,且系统开启方便,能够在高温下实现取样和加样;处理过程中能够对熔盐取样分析或加料,通过保持熔盐质量稳定,进而保证处理后的产品质量的稳定。

[0005] 为克服对上述问题,本申请的发明人在研发初期,想到在坩埚上经过焊接工艺连接供气系统和真空系统,以使熔盐与空气中的水氧隔离。但是该方法存在的问题是,每次进行TD处理时都需要在坩埚上进行焊接,TD处理完后,又需要拆除焊接,而且若处理的金属大

小不同,则需更换坩埚,又需要重新进行焊接操作。由此带来操作繁琐,且处理效率较低缺陷。为克服上述问题,本申请的发明人又尝试对炉体进行设计,新增加炉体的上部。在炉体的上部焊接供气系统和真空系统,有效的避免了反复焊接、拆除焊接的繁琐操作,使TD处理操作简便,处理效率高。而且,炉体上腔体操作区温度低,系统开启方便,能够在高温下实现取样和加样;处理过程中能够对熔盐取样分析或加料,通过保持熔盐质量稳定,进而保证处理后的产品质量的稳定。

[0006] 本发明通过以下技术方案解决上述技术问题。

[0007] 本发明提供了一种熔盐热扩散处理设备,其包括一供气系统、一真空系统、一炉体、一循环水盘管、一样品室、一坩埚和一支撑杆;

[0008] 所述供气系统通过进气管与所述炉体连通,所述真空系统通过第一出气管与所述炉体连通;所述循环水盘管套设于所述炉体的上部;

[0009] 所述坩埚设于所述炉体的底部,所述坩埚包括坩埚本体和坩埚盖板,所述坩埚本体的上端外侧设有第一环形凹槽,所述坩埚盖板开口向下包住坩埚口,并伸入所述第一环形凹槽中;

[0010] 所述支撑杆依次贯穿所述炉体上的炉门、所述坩埚盖板,并伸入所述坩埚中;所述支撑杆伸入所述坩埚的一端连有所述样品室。

[0011] 本发明中,所述供气系统较佳地带有气体纯化装置。所述气体纯化装置为较佳地能够将进气的水氧含量控制在1ppm以下的气体纯化装置。具体在使用过程中,所述供气系统和所述真空系统可通过反复的充气和抽真空控制系统内的水氧含量。

[0012] 本发明中,所述供气系统较佳地还包括载有惰性气体的装置。所述惰性气体是指在设备使用过程中,不会与物料发生反应的气体,不限于常规所指的稀有气体,例如可以是氮气。所述稀有气体较佳地为氩气。

[0013] 本发明中,所述真空系统为本领域常规的真空系统,较佳地为真空泵。

[0014] 本发明中,所述炉体较佳地为设有冷却结构的炉体。所述冷却结构为本领域常规的冷却结构,较佳地为双层循环水冷结构。所述双层循环水冷结构内一般设有一冷却水隔层。具体使用时,经过所述双层循环水冷结构的冷却作用,所述的炉体侧壁的外部温度可小于50℃。

[0015] 本发明中,所述炉体的内壁一般设有一加热炉。所述炉体的炉膛较佳地为多晶氧化铝纤维固化炉膛。所述多晶氧化铝纤维固化炉膛承受最高温可达1100℃。

[0016] 本发明中,所述炉体的内部,为避免测温装置失控导致加热失控,较佳地包括一测温装置和一温控装置。其中,所述测温装置用于测量温度,所述温控装置用于控制温度。所述测温装置和所述温控装置均为本领域常规,较佳地均为热电偶。

[0017] 本发明中,所述炉体上的炉门较佳地为中间有孔径的half盖板。所述孔径较佳地大于所述支撑杆的直径。根据本领域常识可知,所述half盖板是指由两个半圆形的盖板组成的炉门。具体使用过程中,所述炉体上的炉门用于将所述炉体的内部加热系统和所述炉体的上部隔开。

[0018] 本发明中,较佳地,所述炉体的顶端还设有一上盖。所述上盖较佳地为设有手套箱过渡舱门的上盖。具体使用过程中,所述上盖的密闭和开启均采用所述手套箱过渡舱门,其不仅能保证真空密封的要求,而且能方便打开和关闭。

[0019] 本发明中,所述炉体的侧壁从外向内,一般依次设有一外壁、一冷却结构、一保温层、一耐高温隔层和一加热炉。所述冷却结构较佳地为双层循环冷却水管。所述保温层的材质为本领域常规。所述耐高温隔层的承受最高温可达1100℃。

[0020] 本发明中,所述炉体的顶端较佳地还设有一压力表。所述压力表用于随时检测炉体内部的压力。

[0021] 本发明中,所述循环水盘管是指用于冷却功能的、由水管组成的盘状结构。具体使用时,经过所述循环水盘管的冷却作用,所述的炉体顶端的外部温度可小于40℃。在该设备连续使用过程中,炉体顶端温度较低,便于操作,可及时追踪熔盐质量,提高了生产效率高,有利于保持产品质量稳定。

[0022] 本发明中,所述样品室较佳地为不锈钢材质的网篮。

[0023] 本发明中,所述坩埚的外侧与所述炉体的内侧间距较佳地大于20mm。该间距用于避免所述坩埚在高温时受热膨胀接触炉体内侧加热丝而引起的短路。

[0024] 本发明中,所述支撑杆上较佳地还设有一第一定位结和/或一第二定位结。当所述坩埚内的熔盐熔融后,所述第一定位结设于所述坩埚盖板的上方,可用于根据熔盐的量调节所述样品室的高度,保证所述样品室在处理过程中能过全部浸入到熔盐中,且不与所述坩埚的底部接触。所述第二定位结设于所述坩埚盖板的下端,在所述支撑杆提取时卡住所述坩埚盖板,这样高温时取出所述样品室时就不用先取下所述坩埚盖板。

[0025] 本发明中,所述支撑杆的顶端较佳地设有可拆卸的把手,以便所述样品室的取出。

[0026] 本发明中,所述坩埚、所述样品室和所述支撑杆的材质可根据实际熔盐的具体种类,进行本领域常规选择,一般可为耐所用熔盐腐蚀的金属材料,较佳地均为不锈钢或镍,更佳地为316L不锈钢,可防止常规金属材料在高温熔盐体系下被腐蚀而污染熔盐。

[0027] 本发明中,所述坩埚本体的上端内侧较佳地设有一第二环形凹槽。所述第二环形槽中较佳地含有碳颗粒和/或金属铜。所述碳颗粒和/或金属铜可以在高温时与坩埚内残留的氧气反应,有效控制坩埚内残留的氧气对熔盐体系的影响。

[0028] 本发明中,所述第一环形凹槽中,较佳地含有沙子。沙子可用于将所述坩埚和所述坩埚盖板之间进行沙封。所述沙封一方面可有效防止熔盐蒸汽或其分解产物扩散到所述坩埚外,气氛控制好,能减少熔盐烟雾影响,有效避免对设备造成腐蚀或积累在加热炉的电阻丝上造成设备短路;再一方面,也可以有效的控制外部气氛的水氧对熔盐体系的影响。

[0029] 本发明中,所述熔盐热扩散处理设备较佳地还包括一泄压阀,所述泄压阀通过第二出气管与所述炉体连通。在熔盐升温处理过程中,若系统压力高于0.2MPa,较佳地通过所述泄压阀对系统进行泄压。

[0030] 本发明中,所述熔盐热扩散处理设备在使用前,较佳地先检查设备的密封性。所述密封性的检测方法为本领域常规操作,较佳地按下述步骤进行:设备充气至0.2~0.5MPa,保持20小时以上,若压降小于5%,则设备的密封性好。

[0031] 在具体使用过程中,跟踪熔盐质量的操作、取样的操作和加样的操作均需要打开所述炉体的上盖;除上述操作外,由所述供气系统、所述炉体的上盖、所述真空系统、所述炉体和所述泄压阀组成密封体系。

[0032] 本发明还提供了一种所述熔盐热扩散处理设备作为金属化学热处理设备的应用。

[0033] 本发明中,所述金属化学热处理是利用元素的扩散使渗层元素渗入金属表层的一

种表面强化技术,包括渗碳、渗氮、渗硼、碳氮共渗以及TD处理(Toyota Diffusion Coating Process)等方法。

[0034] 本发明中,所述化学热处理较佳地为TD处理。

[0035] 在符合本领域常识的基础上,上述各优选条件,可任意组合,即得本发明各较佳实例。

[0036] 本发明的积极进步效果在于:

[0037] 本发明设备造价低廉,整个系统密闭,不仅能有效控制系统的水氧含量,而且还能有效防止熔盐蒸汽或其分解产物扩散到坩埚外,气氛控制好,能减少熔盐烟雾影响,有效避免对设备造成腐蚀或积累在加热炉的电阻丝上造成设备短路;本发明设备在实践应用过程中,操作简便,处理效率高,上腔体操作区温度低,且系统开启方便,能够在高温下实现取样和加料;处理过程中能够对熔盐取样分析或加料,通过保持熔盐质量稳定,进而保证处理后的产品质量的稳定。

附图说明

[0038] 图1为本发明的热扩散处理设备图;其中,101为供气系统,102为真空泵,2为支撑杆,201为第一定位结,202为第二定位结,3为坩埚,301为第一环形凹槽,302为第二环形凹槽,303为坩埚盖板,4为样品室,501为热电偶,502为加热丝,6为炉体,601为耐高温隔层,602为保温层,603为冷却水隔层,604为上盖,605为炉门,701为双层循环冷却水管,702循环水盘管,801、802、804均为阀门,803为泄压阀,9为压力表,10为沙子,11为碳颗粒和/或金属铜,12为熔盐。

具体实施方式

[0039] 下面通过实施例的方式进一步说明本发明,但并不因此将本发明限制在所述的实施例范围之中。下列实施例中未注明具体条件的实验方法,按照常规方法和条件,或按照商品说明书选择。

[0040] 实施例1

[0041] 图1为本发明的热扩散处理设备图;其中,101为供气系统,102为真空泵,2为支撑杆,201为第一定位结,202为第二定位结,3为坩埚,301为第一环形凹槽,302为第二环形凹槽,303为坩埚盖板,4为样品室,501为热电偶,502为加热丝,6为炉体,601为耐高温隔层,602为保温层,603为冷却水隔层,604为上盖,605为炉门,701为双层循环冷却水管,702循环水盘管,801、802、804均为阀门,803为泄压阀,9为压力表,10为沙子,11为碳颗粒和/或金属铜,12为熔盐。

[0042] 其中,供气系统101通过进气管与炉体6连通;供气系统101带有气体纯化装置、载有惰性气体的装置;具体在使用过程中,供气系统101和真空泵102可通过反复的充气和抽真空控制系统内的水氧含量;惰性气体是指在设备使用过程中,不会与物料发生反应的气体,不限于常规所指的稀有气体,例如可以是氮气。

[0043] 真空系统为真空泵102,通过第一出气管与炉体6连通。

[0044] 支撑杆2依次贯穿炉体6上的炉门605、坩埚盖板303,并伸入坩埚3中,支撑杆2伸入坩埚3的一端连有样品室4,样品室4为不锈钢材质的网篮;支撑杆2上还设有第一定位结201

和一第二定位结202;支撑杆2的顶端设有把手,以便样品室4的取出;当坩埚3内的熔盐熔融后,第一定位201结设于坩埚盖板303的上方,可用于根据熔盐的量调节样品室4的高度,保证样品室4在处理过程中能过全部浸入到熔盐中,且不与坩埚底部接触;第二定位结202设于坩埚盖板303的下端,在支撑杆2提取时卡住坩埚盖板303,这样高温时取出样品室4时就不用先取下坩埚盖板303。

[0045] 坩埚3设于炉体6底部,坩埚3包括一坩埚本体和一坩埚盖板303,坩埚本体的内部为熔盐12,坩埚本体的上端外侧设有第一环形凹槽301,坩埚盖板303开口向下包住坩埚口,并伸入第一环形凹槽301中;坩埚本体的上端内侧设有一第二环形凹槽302,第二环形槽302中含有碳颗粒和/或金属铜11;碳颗粒或金属铜11可以在高温时与坩埚3内残留的氧气反应,有效控制坩埚内残留的氧气对熔盐体系的影响。第一环形凹槽301中含有沙子10;沙子10可用于将坩埚3和坩埚盖板303之间进行沙封。

[0046] 炉体6的内部,为避免测温装置失控导致加热失控,包括一测温装置和一温控装置;其中测温装置用于测量温度,温控装置用于控制温度,测温装置和温控装置均为热电偶501;炉体6的内壁设有加热丝502,炉体6的炉膛为承受最高温可达1100℃的多晶氧化铝纤维固化炉膛;

[0047] 炉体6上的炉门605为half盖板,且中间有孔径,孔径大于支撑杆2的直径。根据本领域常识可知,half盖板是指由两个半圆形的盖板组成的炉门。具体使用过程中,炉6上的炉门605用于将炉体6内部的加热系统和炉体的上部隔开;炉体6的顶端还设有一上盖604。上盖的密闭和开启均采用手套箱过渡舱舱门的设计;具体使用过程中,手套箱过渡舱门的不仅能保证真空密封的要求,而且能方便打开和关闭。

[0048] 炉体6为设有一双层循环水冷结构701的炉体,双层循环冷却水管701的内部设有一冷却水隔层603;具体使用时,经过双层循环水冷结构701的冷却作用,炉体侧壁的外部温度可小于50℃。循环水盘702管套设于炉体6的上部;循环水盘管702是指用于冷却功能的、由水管组成的盘状结构。具体使用时,经过循环水盘管702的冷却作用,炉体顶端的外部温度可小于40℃。

[0049] 炉体6的侧壁从外向内,依次设有双层循环冷却水管701、保温层602、耐高温隔层601和加热丝502。炉体6的顶端还包括一压力表9。

[0050] 坩埚3与炉体6内侧的间距为大于20mm;该间距用于避免坩埚3在高温时受热膨胀接触炉体6内侧加热丝502而引起的短路。

[0051] 熔盐热扩散处理设备还包括一泄压阀803,泄压阀803通过第二出气管与炉体6连通;在熔盐升温处理过程中,若压力表9的压力高于0.2MPa,对系统进行泄压。

[0052] 在具体使用过程中,跟踪熔盐质量的操作、取样的操作和加样的操作均需要打开炉体6的上盖604;除上述操作外,由供气系统101、炉体的上盖604、真空泵102、炉体6和泄压阀803组成密封体系。

[0053] 本发明的热扩散处理设备具体使用方法如下述步骤:

[0054] (1)如图1连接方式进行连接,拧紧上盖604,检查系统的密封性,具体操作如下:充气至0.2MPa,保持24小时,压降小于5%,即为合格;

[0055] (2)保压合格后,采用供气系统101和真空泵102先对系统进行抽真空和充气处理,以除去大量的吸附水分,然后通过供气系统101通入纯化器处理后的氮气进行烘炉,以除去

炉内保温层等吸附的水分,提高绝缘性能;烘炉之后,吸附在保温层602内的水氧会挥发到氮气中,再对系统内进行反复的充氮气(通过供气系统101)抽真空(通过真空泵102)处理,以降低系统内的水氧含量;待系统内的水氧含量降低到10ppm以下后,充氮气正压保护系统;

[0056] (3) 开启冷水机,测试冷却水循环系统工作是否正常,若正常,进行下一步;

[0057] (4) 根据需要准备熔盐,熔盐用量根据坩埚3的尺寸和所需的熔盐高度计算,并在手套箱内(如果该熔盐和其内的成分置于空气中,对其影响小,可在大气气氛下直接操作)对熔盐进行破碎和称取;然后根据配方,称取其它组分,把这些组分和熔盐加入坩埚3中,摇晃均匀;

[0058] 在第二环形凹槽302内加入碳颗粒和/或金属铜11。样品放入样品室4内,样品室4挂在支撑杆2底部。支撑杆2穿过坩埚盖板303,并根据坩埚高度和熔盐高度,通过上端定位结201、下端定位结202固定安装(要求熔盐熔融时,样品室浸没在熔盐中,且不与坩埚底部接触,避免异质材料间电化学反应,影响处理结果);再放进装好熔盐的坩埚3中,坩埚盖板303盖在坩埚3上;

[0059] 此时由于熔盐为固体,样品室4只能放置在熔盐顶上,未被熔盐包容。在坩埚3的第一环形凹槽303中加入沙子10,进行沙封;开口向下的坩埚盖板303以及沙封可有效避免了坩埚3内熔盐挥发组分会造成炉体加热丝502的熔断现象;

[0060] (5) 开启出气阀门803对系统泄压,泄至常压后,开启上盖604,打开炉门605,迅速把步骤(4)固定好的支撑杆2和坩埚3放入炉腔中央(为避免炉体短路,不要让坩埚与加热炉的壁接触);盖好保温炉门605,关闭上盖604;再次对系统进行反复抽真空充气处理,减少上盖604开启对系统水氧含量的影响;

[0061] (6) 通过温控系统设定的升温程序对样品进行处理,升温程序设定上,建议在熔盐熔融温度以上,处理温度以下,恒温半个小时以上,以保证熔盐的熔融;

[0062] 升温过程中,随着熔盐温度达到熔融温度以上,熔盐开始溶解,样品室4和样品会慢慢浸入到熔融熔盐中被熔盐包容起来,最终通过上端定位结201挂在坩埚盖板303上;

[0063] 处理过程中,注意压力表9中表示的系统内压力,若高于0.2MPa时,开启出气阀门803对系统泄压。

[0064] (7) 若处理完成后,在高温下,开启出气阀门803对系统泄压,开启上盖604,打开炉门605,戴好高温手套,提取支撑杆2的把手取出支撑杆2和样品室4,在高温下,熔融熔盐会从样品室4和样品上滴漏,因此取出时,可持支撑杆在坩埚顶上停留10秒钟左右,减少样品和样品室4上熔盐的粘附,冷却后稍微用蒸馏水清洗样品即可完成样品的处理。

[0065] 若进行同样配方的处理,样品室4和支撑杆2可不经清洗,直接再次使用。经过三次处理后,建议用镍棒高温下粘取熔盐样品进行分析,可分析的项目包括,氧含量和主成分元素。根据分析结果补充熔盐或其他组分以保证产品质量稳定。

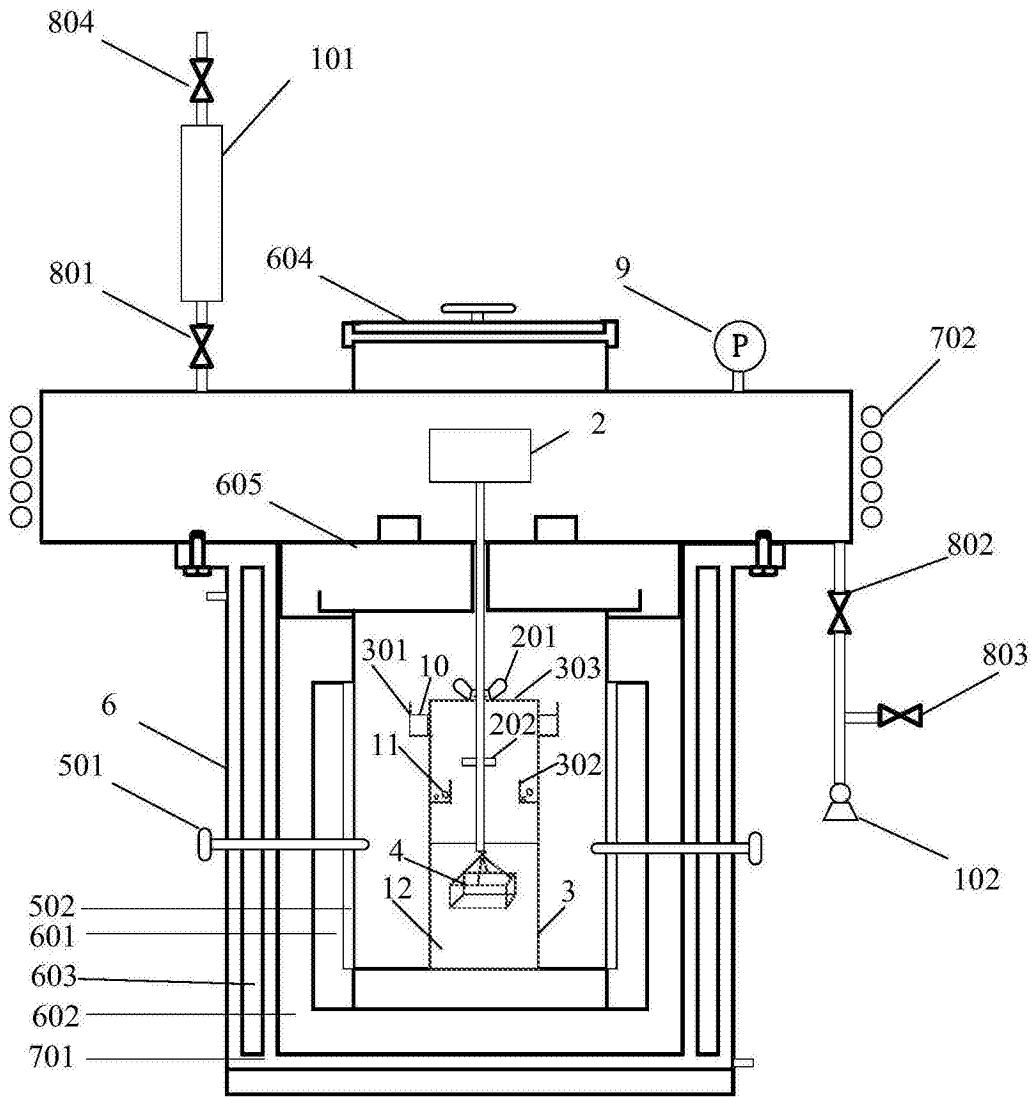


图1