

# 手套箱操作说明 (2020.05.27)

工程师: 毕郅颢 13811410231

管理员: 张玉箫 13821503919

目录:

## 一、 手套箱的操作

1.1 总则

1.2 操作面板

1.3 小过渡仓使用

1.4 大过渡仓使用

## 二、 手套箱的维护

2.1 维护周期

2.2 手套箱清洗

2.3 净化柱再生

2.4 水探头维护

2.5 真空泵维护

2.6 耗材更换

## 三、 开关机及意外情况处理

3.1 系统开关机

3.2 意外断电情况处理

# 一、手套箱的操作

## 1.1 总则

1. 经过培训方可使用手套箱，每次使用必须做好记录。
2. 放入手套箱内的物品，需满足如下条件：
  - a) 严禁放入挥发性含硫化合物或挥发性磷类化合物，这类物质对水氧分析仪有严重毒化作用；
  - b) 严禁放入质子溶剂；
  - c) 非质子溶剂和挥发性固体经许可后，方可放入手套箱；
  - d) 任何放入手套箱的液体均应满足无水要求（无水预处理、或 anhydrous 试剂）；
  - e) 转移液体样品进入时，容器需要密封良好，并用胶带缠裹，尤其是开口处（如瓶塞），防止过渡仓内压力变化导致液体喷出或玻璃破碎。
  - f) 手套箱内的溶剂不使用时必须保持封口状态，并在结束实验后取出。
  - g) 冷藏样品转移进入手套箱时，需待样品与室温平衡后方可转入，防止冷凝水汽进入。
  - h) 手套箱内所有试剂、样品必须有标签：化学名称、使用者姓名、时间。
3. 物品放入手套箱前，需确保干燥。
  - a) 玻璃制品、不锈钢钥匙、纸、木托等 120 C 过夜烘干。
  - b) 剪刀、塑料制品、铁架台、一次性手套等置于过渡仓过夜抽真空。
  - c) 药品放入前，将塑封袋提前拆掉。
4. 每次使用做好记录：日期、使用前水氧值、开始时间、预计结束时间、实际结束时间、使用后水氧值、使用者姓名。
5. 佩戴全新一次性专用手套（绿色），坚决杜绝使用任何与溶剂、试剂、酸碱等接触过的手套。
6. 检查是否佩戴手表、戒指等尖锐物。
7. 避免在手套箱内使用刀片、剪刀等尖锐物。
8. 每次实验前，需在工作区间铺垫铝箔，实验在铝箔上进行。铝箔用于收集洒出的化学试剂、粉末、kimwipe、称量纸等。实验结束后，将所有废弃物和污染物卷入铝箔内，带出手套箱。

## 1.2 操作面板

绿色：开启  
红色：关闭

注：手套箱的电源由真空泵控制，运行过程手套箱会自行关闭真空泵

手套箱的三个运行状态

大仓操作控制界面

真空操作与补充气体手动切换时，先关闭一个，再开启另一个

箱体压力设定

操作时，设定为默认值。长期不操作，下压设定为1mbar

## 1.3 小过渡仓使用

1. 查看使用记录，确认是否有其他人正在使用。
2. 操作面板检查水氧值，记录本上记录日期、开始时间、操作前水氧值。
3. 操作面板检查真空泵，确保处于绿色开启状态。
4. 若水氧值任意一个大于 50 ppm，参考 2.2 进行操作。
5. 操作面板检查工作状态，确保处于“循环”。
6. 检查内仓门是否处于关闭状态。
7. 检查过渡仓压力表和球阀位置，先将小过渡仓球阀转至“抽真空”，等待 5 分钟（必要条件），压力表读数-0.1 MPa（必要条件），两个必要条件同时满足后，将球阀转至“清洗”，待压力表指针归零后，球阀转至“关闭”位置（竖直）。
8. 打开过渡仓门，放入物品，关闭仓门。注意：小仓内壁有补气小孔，放置物品（如塑料）时需远离小孔，防止堵塞补气孔。
9. 球阀旋转至“抽真空”位置，等待 5-10 分钟（必要条件），压力表读数-0.1 MPa（必要条件），两个必要条件同时满足后，将球阀转至“清洗”，待压力表示数处于-0.05 MPa，**不推荐将压力归零**。重复“抽真空-清洗”过程三次。最后一次清洗时，压力归零，球阀转至“关闭”位置（竖直）。
10. 操作面板：点击“设置”，点击“默认值”。注：将箱体内气体压力设置为-4 mbar 至+4 mbar。
11. 检查是否带有手表、戒指等**尖锐物**。确认是否佩戴**全新**一次性**绿色**手套，穿长袖。
12. 戴手套箱手套，缓慢进入箱体，防止箱内压力急剧波动，可通过踏板“降压”协助。
13. 打开内仓门，取出物品、关闭内仓门。
14. 若在手套箱内操作时间较长，先将过渡仓球阀置于“抽真空”。
15. 手套箱内实验操作时，在工作区域放置铝箔，物品小心取放，用铁架台固定易倾倒物体。
16. 操作结束后，检查过渡仓球阀位置。若处于“抽真空”，将过渡仓球阀置于“清洗”，待压力归零后，将球阀置于“关闭”。若处于关闭，且上一次是惰性气氛，直接进入下一步。
17. 打开内仓门，实验物品以及铝箔包裹所有废弃物一并转移至仓内，**确保关闭**内仓门。
18. 手套离开箱体时，动作缓慢，防止箱体内压力急剧波动，通过踏板“升压”协助。
19. 打开外仓门，取出物品，关闭外仓门。将球阀置于“抽真空”。若短期内仍将操作，保持球阀处于“抽真空”。若长期不再操作，待压力为-0.01 MPa 时，将球阀置于“关闭”，并通过设置界面，将下压设置为+1 mbar。

#### 1.4 大过渡仓使用

1. 查看使用记录，确认是否有其他人正在使用。
2. 查看高纯 Ar 气，确保工作气充足，减压阀附表压力为 0.4-0.6 Mpa。
3. 触摸屏开启真空泵。
4. 操作面板检查水氧值，记录本上记录日期、开始时间、操作前水氧值。
5. 若水氧值任意一个大于 50 ppm，参考 2.2 进行操作。
6. 操作面板检查工作状态，确保处于“循环”。
7. 检查内仓门是否处于关闭状态。
8. 查看大仓压力表，点击触摸屏“过渡仓”，点击“真空操作”（绿），等待 10 分钟，关闭“真空操作”（红），点击“补充气体”按钮（绿），压力表归零后，关闭“补充气体”按钮（红）。
9. 逆时针旋转仓门手柄，直到大仓门和仓体完全脱离，手扶横梁，慢慢向上托起大仓门。
10. 抽出大过渡仓内托盘，将物品放入大过渡仓托盘中，推回仓内。
11. 手扶横梁，向下压大仓门，当横梁落在横轴上，大仓门和仓体完全对齐，手握仓柄，顺时针旋转，直至仓门和仓体完全紧合。**注意：仓柄无需旋转过紧，否则抽真空后不好开启。**
12. 点击触摸屏“过渡仓”，点击“大仓自动操作”按钮，系统会按照设定执行。注：抽、充气时间

及重复次数可设定。抽气时间：300 秒，充气时间：75 秒，重复 4 次。

13. 自动操作结束，检查面板“真空操作”与“自动补气”是否处于关闭状态。
14. 参照“小过渡仓使用”的 9~14 步。
15. 操作结束后，检查过渡仓压力和气氛。若处于“真空操作”，则关闭“真空操作”并开启“补充气体”，待压力归零后，关闭“补充气体”。若“真空操作”与“补充气体”均处于关闭状态，则点击触摸屏“过渡仓”，点击“大仓自动操作”按钮，直至自动操作结束。
16. 逆时针旋转手柄打开内仓门，将需取出样品放入托盘内，顺时针旋转手柄关闭内仓门，逆时针旋转手柄打开外仓门拿出物件，顺时针旋转手柄关闭外仓门，直至仓门和仓体完全紧合。**注意：仓柄无需旋转过紧，否则抽真空后不好开启。**
17. 点击触摸屏“过渡仓”按钮，点击“真空操作”按钮，至压力表显示-0.1 Mpa，关闭“真空操作”按钮。

## 二、手套箱的维护

### 2.1 维护周期

1. 清洗：水氧值任一超 50ppm 时，进行清洗，见 2.2。
2. 再生：若使用频繁，3-6 个月做一次再生，若使用较少，6-12 个月做一次再生，见 2.3。
3. 活性炭吸附剂（位于手套箱内右侧），与“再生”过程同期进行，更换。
4. 油泵：与“再生”过程同期进行。当发现泵油液面高度低于 1/2 时，需要添加泵油。当发现泵油变色、浑浊时，需要更换泵油。
5. 除尘滤芯（位于手套箱内左侧），每两年更换一次。
6. 水探头维护：每 2300 小时维护一次，操作屏幕会报警提示，见 2.4。

### 2.2 手套箱清洗

手套箱内水、氧含量任意一种超过 50 ppm 时，需要终止“循环”，防止净化柱过快消耗，随后进行“清洗”操作。操作步骤如下：

1. 检查工作气体（99.999% Ar，副表压力 0.4 MPa，每次清洗大约消耗一瓶气体）。
2. 操作面板上关闭手套箱“循环”（转为红色）。
3. 设置菜单，将手套箱箱体压力上下值均设置为正值，例如“上压+6 mbar，下压+2 mbar”。
4. 主菜单中，关闭“循环”，开启“清洗”，清洗时间点击“默认”，随后点击“开始”，此时“开始”键变为“清洗”，表示系统正在进行清洗操作。
5. 到达设定时间后，系统自动关闭清洗功能。

**备注：**如果在箱内操作有机溶剂，在操作过程中，应采取措施，尽量避免有机溶剂长时间暴露在箱体内大量挥发，与手套箱内的气氛混合，通过循环管道进入净化系统，损坏净化材料。箱体内使用的有机溶剂要随时密封隔离。操作完成后，应该清洗系统以达到纯净的气氛，减少对净化柱的影响。

### 2.3 净化柱再生

当循环运行一段时间后，净化柱吸附的水、氧达到饱和，净化能力下降，对净化柱进行再生操作以恢复净化性能。需要定期进行再生操作，而不要等净化性能明显下降时再进行。若使用频繁，3-6 个月做一次再生，若使用较少，6-12 个月做一次再生。每次再生时，更换手套箱内活性炭，检查真空泵油液面高度以及清洁度。

1. 再生过程（共 20 小时）分为三个阶段，第一阶段（0~3 h）为分子筛加热除水，第二阶段（3~6 h）为铜触媒还原除氧，第三阶段（6~20 h）为循环、降温过程。
2. 再生操作启动前，需要**确认循环、清洗状态关闭**，确认箱体**再生气体充足**（每次需要一瓶 99.999%

纯度 5% H<sub>2</sub>/Ar 混合气)。

3. 主菜单中点击“再生”，进入再生菜单，随后点击“再生”，启动再生程序。再生过程开始后，面板显示有再生过程持续时间。
4. **0~3 小时**期间，不需要进行操作。
5. **3~6 小时**期间，需要连通再生气体 (H<sub>2</sub>/Ar 混合气)，调节副表压力在 0.06–0.08 MPa 之间。对于 706 房间的 H<sub>2</sub>/Ar 混合气表头，其副表量程稍大，难以精确调节输出压力到规定压力范围，因此需要观察手套箱左侧流量计的流速，同时**调节表头减压阀输出压力**，使流量计显示的**再生气体流速保持在 20~25 L/min**。此后，**每隔 30 min 检查一次气体流速**，使其始终保持在这一流速范围，同时注意钢瓶内气体的压力。如在此期间钢瓶内 H<sub>2</sub>/Ar 混合气已消耗完，不必立即关闭钢瓶，可以等再生操作时间到达 6 小时以后再关闭钢瓶。
6. 再生时间到达 6 小时后，系统自动切断再生气体。此时可以关闭 H<sub>2</sub>/Ar 混合气。
7. **6~20 小时**期间不需要进行操作。
8. 再生操作完成后，系统自动回到循环模式。

**备注：**铜触媒还原过程会产生少量水，从排气口排出，为正常现象。

## 2.4 水探头维护

手套箱顶部安装有水探头 (绿色)、氧探头 (灰色)。其中，水探头需要定期进行维护。默认 2300 小时进行一次清洗，操作屏幕会报警。操作过程如下：



1. **关闭循环**，使箱体内气体处于静态，**关闭水分析仪**。
2. 设置箱体压力为较大的正压，如“**上压+10 mbar，下压+8 mbar**”。
3. 拔掉水探头连接线 (类似网线)。
4. 卸下卡箍，**卸下水探头，盖水探头孔的盖板**。
5. 卸下水探头防护罩，用**去离子水清洗探头**，用无尘纸 (kimwipe) **轻轻沾干**。注意不要揉搓，防止损坏水探头。
6. 在水探头上**涂抹少量探头维护液 (浓磷酸)**。
7. 待无流滴后，装上防护罩。
8. 将水探头装回手套箱，连好连接线，开启循环，箱体压力设为通用压力 (上压+4 mbar，下压+1 mbar)。
9. 主面板上**启动水分析仪**即可。

**备注：**水探头重新安装后，探头局部水含量较高，因此水分析仪示数会较高 (约 500)，并会影响氧探头示数。在循环一段时间后恢复正常 (约 2 小时)。

## 2.5 真空泵维护

真空泵维护方法与普通真空泵相同。当发现泵油液面高度低于 1/2 时，需要添加泵油。当发现泵油变色、浑浊时，需要更换泵油。

## 2.6 耗材更换

1. 活性炭吸附剂（位于手套箱内右侧），与“再生”过程同期进行。
2. 除尘滤芯（位于手套箱内左侧），每两年更换一次。

### 三、 开关机及意外情况处理

#### 3.1 系统开关机

系统**关机**过程：将主屏幕上显示为开启（绿色）状态的“真空泵”、“分析仪”、“照明”、“循环”设为**关闭**；随后将电源旋钮由“ON”（中间）旋至“OFF”（左侧）即可。

系统**开机**过程：与关机过程相反，先将电源旋钮由“OFF”（左侧）旋至“ON”（中间），随后将主屏幕上的“分析仪”、“循环”等功能依次打开即可。

#### 3.2 意外断电情况处理

意外断电后，如果已关闭手套箱电源，按照正常开机程序启动手套箱即可。

如果意外断电后手套箱电源没有关闭，再次通电后手套箱的“分析仪”、“循环”等功能可能**无法启动**，此时可执行**关机**过程，随后按照正常**开机**程序启动手套箱即可。