

# 管式炉操作说明 (2020.06.19)

目录:

一、 总则

二、 管式炉的使用

2.1 准备工作

2.2 放置样品

2.3 气体置换

2.4 按键说明

2.5 升温与保温设置

2.6 加热与降温

三、 管式炉的维护

3.1 石英管维护

3.2 密封系统维护

3.3 温度控制系统维护

3.4 真空泵维护

## 一、 总则

1. 管式炉是用于在真空、空气、氮气、氩气、氢氩混合气等气氛下对样品进行热处理的设备。
2. 使用管式炉进行热处理的样品，必须提前进行干燥。
3. 石英管不可在高于 500 °C 的情况下使用刚玉材料载体，不可在碱离子浓度过高的情况下使用。
4. 管式炉工作条件：(1) 环境温度-10~75 °C 之间，(2) 相对湿度<85%，(3) 炉子周围没有导电尘埃、爆炸性气体及腐蚀性气体，(4) 没有明显倾斜、震动、颠簸。
5. 管式炉加热温度不超过 1100 °C，升温速度不高于 10 °C/min。温度高于 1000 °C 时，石英管会出现不透明，属正常现象。
6. 管式炉石英管不可骤冷骤热，不可在 100 °C 以上温度下开启炉门。
7. 炉膛温度未降至室温前不可关闭电源，关闭电源会关掉风扇，造成炉膛开裂及设备内温度过高。

## 二、 管式炉的使用

### 2.1 准备工作

1. 检查所使用气体钢瓶剩余压力。检查钢瓶减压阀连接是否正常。
2. 检查石英管是否完好，无破损，无裂缝。
3. 安装石英管。石英管每侧安装法兰，按内法兰套-密封圈-压环-密封圈-外法兰套的顺序安装，并分多次轮流拧紧三颗内六角螺丝，确保法兰不偏斜。

### 2.2 放置样品

1. 干燥好的样品置于瓷舟或坩埚中，使用炉钩缓慢放置于石英管中部加热区。
2. 放入管堵，与保温层平行。
3. 安装进气口、抽气口法兰。每侧两片法兰盘之间放置橡胶垫圈，检查橡胶垫圈是否柔韧、无破损无裂纹。法兰盘连接时由橡胶垫圈进行缓冲并密封，不需要拧得很紧。

**备注：**样品最好放置在石英管中部，可观察管式炉盖子上热电偶的位置，对应放置。

### 2.3 气体置换

使用气体气氛进行热处理时，需进行石英管内的气体置换。

1. 开启通风橱。
2. 设置所使用气体出口的二级减压阀压力，不可过高，一般设置在 2 bar。
3. 关闭流量计阀，开启进气口针阀，关闭出气口针阀。出气口与油泵连接。
4. 打开气体。此时流量计以上区域有压力。
5. 启动油泵。
6. 缓慢开启抽气口针阀，真空表显示负压。分阶段调大针阀开启程度，待真空度下降缓慢时调大针阀至更大的开启程度，每次针阀旋转角度不超过 45°，直至真空度降至-0.1 MPa，关闭抽气口针阀。
7. 缓慢开启流量计阀。此时流量计转子被吹起。继续调大流量计阀，使真空度回升，通气速率接近抽气速率即可。此时气体流速远超流量计量程，流量计转子被吹起到流量计顶端。石英管内压力归零后，关闭流量计阀，关闭进气口针阀。
8. 重复以上 6-8 操作，共进行三次气体置换。
9. 关闭油泵，将抽气口与洗气瓶进气口连接。
10. 完全开启进气口针阀、出气口针阀，开启流量计阀。观察洗气瓶鼓泡速率，调节流量计阀，控制

气体流速为 3 个气泡/秒，继续通气 10 分钟。

11. 调节流量计阀，根据需要减小气体流速至 20~50 mL/min。

**备注：**气体置换过程抽气、通气速率不宜过快，否则粉末样品会被吹起。

## 2.4 按键说明



## 2.5 升温与保温设置



1. 开启电源。
2. 如上图所示，按需要设置升温、保温程序。
3. 结束时段输入“ -121” 表示设备停止。
4. 同时按下 返回主界面。

**备注：**升温速率通过控制升温时间与目标温度进行控制，升温速率不超过 10 °C/min，最高温度不超过 1100 °C。

## 2.6 加热与降温

升温与保温程序设置完成后，可以开始加热。

1. 按下“ Heating Ready” 键（绿色按钮）进入加热准备状态
2. 长按 键开始运行。
3. 降温过程建议使用程序降温，500 °C 以上时降温速率不超过 5 °C/min。
4. 降温结束后，关闭电源。打开法兰，使用炉钩小心取出样品。整理管式炉配件。

### **三、 管式炉的维护**

#### **3.1 石英管维护**

炉子长时间不用后，要在 120 °C 烘烤 1 h，在 300 °C 左右烘烤 2 h 后使用，以免造成炉膛开裂。

样品中的挥发性物质会沉积在石英管内，需要进行清洗。无机沉积物可以使用稀硫酸进行清洗；有机沉积物可以使用乙醇清洗，也可以卸下法兰，使用管式炉在空气气氛中进行热处理。清洗后的石英管必须保证干燥后才可使用。石英管应注意保存，防止磕碰。

管堵表面也会沉积有挥发性物质。可以将管堵置于石英管内加热区，空气气氛进行热处理。

#### **3.2 密封系统维护**

管式炉使用前需检查橡胶垫圈，若出现老化、变硬、破损、裂纹等情况，需要及时更换。

管式炉使用一段时间后，需检查石英管两端法兰内侧的密封圈，若出现老化、变硬、破损、裂纹等情况，需要及时更换。

#### **3.3 温度控制系统维护**

定期检查温度控制系统的电器连接是否正常，特别注意热电偶、电阻丝等控温、加热器件的连接情况。

#### **3.4 真空泵维护**

真空泵维护方法与普通油泵相同。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。