

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。