

真空管式炉

(具体型号)

一、基本原理

采用石英管或刚玉管为炉管，选用不锈钢材质的密封法兰，往炉管内部通入特定气体或者抽真空，使得炉管内部气氛达到实验条件要求，通过对加热元件的控制可以实现精确的温度控制，从而完成对材料的烧结工作。

二、操作规程

1) 石英管的安装

将石英管放在管式炉上，将密封法兰装入石英管的两端并使用内六角扳手将内六角螺钉旋入以固定密封法兰，将需要煅烧的材料盛在坩埚并推入石英管的中间，在石英管的两端分别放入炉堵，使用卡箍将密封法兰分别与进气管和出气管压紧；

2) 通入气体或者抽真空

若石英管内部需要特定的气氛，将进气管连接对应的气瓶，通过出气管连接的洗气瓶观察冒泡速度来控制气体流速；若石英管内部需要真空环境，将出气管关闭，将进气管连接至真空泵并抽至石英管内部达到真空度要求；

3) 管式炉开机运行：

- 1 打开管式炉右侧的黑色空气开关，管式炉的仪表显示灯亮；
- 2 按仪表上 键，进入设置界面，输入升/降温程序，其中 PV 中显示 C 为温度，t 为时间，按仪表上 键和 键可以进行 SV 中数值设置，按 键进入下一步，SV 中输入“-121”表示程序结束。设置完成后同时按住 键和 键返回初始界面；
- 3 按下“加热启动”，绿灯亮起；
- 4 按住仪表上 键 2 秒钟，SV 显示“Run”，进入仪表自动升/降温控制状态。

4) 管式炉关机结束运行：

- i. 升/降温程序运行结束后，仪表处于“stop”的基本状态；若中途需要停止程序

- 或更改程序，按仪表的 停止键，使仪表处于“stop”的基本状态；
- ii. 按下“加热关闭”键，红灯亮起来，使控制接触器断开；
 - iii. 关闭空气开关以切断电源，登记使用记录；
 - iv. 等电炉降至合适温度后，打开电炉，卸下密闭法兰，从石英管中取出样品。
 - v. 样品取出后，将石英管放在固定位置，并将管式炉上盖盖好。

三、注意事项

1、操作注意事项

- 1) 高温煅烧属于危险实验操作，且经常涉及到气瓶的使用，因此**管式炉在使用过程需定时查看实验情况，不能长时间无人看守**，应注意：①尾气瓶中气泡冒出速度是否正常（由于气流不稳定，可能会出现气流过快或无气现象）；②气瓶气体余量是否正常（减压阀处可能会发生漏气导致气体消耗过快）；③程序升温是否正常（实际温度与程序温度不符）；
- 2) 必须保证一定的气流量，以免降温过程中气体吸收装置中的水发生倒吸！
- 3) 石英管的使用应小心谨慎，在使用扳手对密封法兰上的螺钉进行旋紧的时候，不能旋紧一个螺钉后再去旋下一个螺钉，要保证所有的螺钉是同时均匀旋紧的，这样才能避免石英管因受力不均匀造成的断裂；
- 4) 电炉处于较高温度($>200^{\circ}\text{C}$)，不宜将炉盖打开，避免炉内的余热对电炉控制面板、周边桌台以及仪器造成不必要的损坏；
- 5) 在使用卡箍压紧密封法兰和进气管/出气管的时候，要避免石英管的旋转而导致内部放置于坩埚中的材料的倾倒；
- 6) 电炉在升温、降温过程中，炉温最高不得超过 1000°C （炉膛最高承受温度 1200°C 、石英玻璃最高承受温度 $<1100^{\circ}\text{C}$ ），以避免损坏石英玻璃管、加热元件以及内衬炉
- 7) 电炉的升温、降温速率在 500°C 以下 $\leq 5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ； $500^{\circ}\text{C} \sim 800^{\circ}\text{C}$ 之间 $\leq 10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ； $800 \sim 1000^{\circ}\text{C}$ 之间 $\leq 5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ；
- 8) 电炉未按规定预约登记者，予以警告或者关掉当次电炉的使用。

2、石英管使用注意事项

- 1) 石英管在使用过程避免磕碰，使用完成后应及时清理干净，避免残余材料沾在石英管内部，石英管不用时应存放在固定位置；

- 2) 一个石英管宜单人使用，不宜多人使用，因为不同的人煅烧不同的材料会在石英管中残留多种杂质，会对煅烧的材料造成污染。

3、注意气瓶的安全使用

- 1) 课题组使用的气体为氩气、氮气、氢氟和氧气，特别注意氢氟和氧气不能放在同一个气瓶柜！
- 2) 使用氢氟时，煅烧前要进行采用肥皂水检漏；
- 3) 需要对材料进行特定气氛的煅烧时，要充分了解气瓶的规范使用，在煅烧过程控制好气流的大小而避免对气体的浪费；
- 4) 煅烧结束后及时关闭气瓶，并将气瓶上的两个气压数值表的数值都归零。

四、日常维护

1、仪器根据使用频率，一般建议定期进行清理。

- 1) 定期检查进气管和出气管有无堵塞，及时清理；
- 2) 定期检查尾气排放管路是否密闭完整，及时更换老旧的管道；
- 3) 定期检查气瓶的使用情况，及时更换已经使用完的气瓶，更换气瓶后及时检查管路是否存在漏气现象，及时处理；
- 4) 煅烧时在石英管两端放置的炉堵在长期使用过程容易沾上杂质而变黑，需要定期更换。

2、石英管和坩埚的清洗。

- 1) 石英管长期不用应该清洗干净保存好；
- 2) 坩埚每次使用完后应用酸洗和超声等手段清洗干净，避免残留杂质影响下次煅烧。

五、异常情况处理

1、管式炉使用时出气管处的洗气瓶里没有冒泡现象

可能是进气管或出气管堵塞，或者气流量太少，或者是气瓶里的气体使用完了，应根据情况正确处理。

2、启动后管式炉实际并没有升温

使用完后发现材料没有煅烧，可能是“加热启动”键没有按下去，或者仪器旁边的黑色

空气开关没有打开，重新按下“加热启动”键或打开空气开关，重新进行煅烧。

六、仪器故障实例

- 1、在降温时，由于没有气流导致管式炉内部压力小，引起倒吸现象，直接造成石英管炸裂！
- 2、操作过程不规范，造成石英管局部破裂：①在装配、拆卸石英管时；②在放置、取出石英管时；③在取出样品时；④在清洗石英管时。
- 3、减压阀漏气而煅烧前没有检漏，导致一晚上用光整瓶气。
- 4、在使用卡箍压紧密封法兰和进气管的时候，由于没有注意而将石英管旋转而导致已经放在石英管内部的盛于坩埚中的材料的倾倒。

七、维修日志

2019.11: 用于放在石英管两端的炉堵由于长期使用已经沾满杂质而变黑，更换了新的炉堵；

2019.12: 出气管连接的尾气排放的硅胶管道由于老化而脱落，重新更换了硅胶管道。

八、联系方式