

文件编号：Q/WU FLHB18100007R003

版本号：V1.0

受控状态：

分发号：

理化公共实验平台

质量管理文件

管式炉

标准操作规程

2019年11月28日发布

年 月 日实施

理化公共实验平台 发布

目录

1. 目的	1
2. 范围	1
3. 职责	1
4. 综合支撑实验室安全管理规范	1
5. 高温炉使用制度、预约制度及培训考核制度	2
6. 实验内容	2
6.1. 管式炉简介	2
6.2. 管式炉操作流程	4
6.3. 炉管和法兰的安装	6
6.4. 控温程序的设置方法	7
7. 相关/支撑性文件	9
8. 记录	9

理化公共实验室

1. 目的

建立管式炉标准操作规程, 使其被正确、规范地使用。

2. 范围

本规程适用于所有使用管式炉的用户。

3. 职责

3.1. 用户: 严格按本规程操作, 发现异常情况及时汇报实验室技术员。

3.2. 实验室技术员: 确保操作人员经过相关培训, 并按本规程进行操作。

4. 综合支撑实验室安全管理规范

4.1. 严格遵守综合支撑实验室的各项安全注意警示标识。

4.2. 实验室通道及消防紧急通道必须保持畅通, 所有实验人员应了解消防器具与紧急逃生通道位置。

4.3. 严禁戴手套接触门把手。禁止随意丢弃实验废弃物。禁止将锐器、玻璃等丢弃在常规垃圾箱中。

4.4. 实验室内禁止饮食、睡觉、嬉戏与打闹, 实验室内严禁吸烟。不得做与实验无关的事, 不准带无关的人员进入实验室。

4.5. 经培训合格后的自主操作人员, 严格按照标准操作流程设置仪器相关参数和使用设备。禁止烧结易燃、易爆、易腐蚀、易挥发、含毒性和放射性同位素等样品。

4.6. 高温炉上方禁止覆盖任何物品, 周围禁止放置任何化学药品。避免潮湿或淋水。操作人员所使用的坩埚钳、坩埚叉以及坩埚, 要与控制器或电源线保持 20 厘米以上的安全距离, 以防触电或因高温烫坏控制设备或电源线路。

4.7. 严禁用湿手或导电体分合电器设备开关。在高温炉工作期间, 使用人员负责监护, 使用完毕及时关闭电源。当炉体内残余温度大于 200°C 时, 严禁打开炉门。在做非常温实验时, 戴好高温手套并采取必要的防护措施。

4.8. 管式炉严禁通入 H₂、CO、NO₂ 等危险气体。管式炉通入气体时, 相对大气压力不超过 0.02MPa。抽真空时, 刚玉管可承受真空度不小于 10⁻¹Pa (<1500°C), 石英管可承受真空度不小于 10⁻¹Pa (<1000°C)。

4.9. 实验过程中如发现仪器设备及基础设施发生异常状况, 需及时向该实验室技术员。严禁擅自处理、调整仪器主要部件, 凡自行拆卸者一经发现将给予严重处罚。

4.10. 为保持实验室内环境温度及湿度, 保持实验室门窗关闭, 保持实验区域的卫生清洁。实验结束后, 实验人员必须进行清场。最后离开实验室人员需检查水、电、门窗等。

5. 高温炉使用制度、预约制度及培训考核制度

该仪器遵从学校的管理办法和“集中投入、统一管理、开放公用、资源共享”的建设原则, 面向校内所有教学、科研单位开放使用; 根据使用情况适当收取费用; 高温炉均采用培训考核合格后自主实验的使用方式。因人为原因造成仪器故障的(如硬件损坏), 其导师课题组须承担维修费用。

校内教师、学生均可提出培训申请, 培训内容包括仪器使用规章制度、安全规范、基本硬件知识、标准操作规程等。

培训合格后用户可采用 7*24 小时预约使用制度, 实验开始时务必在实验记录本上登记, 结束时如实记录仪器状态。

使用者若违犯上述条例, 将酌情给予警告、通报批评、罚款及取消使用资格等惩罚措施。

6. 实验内容

6.1. 管式炉简介

管式炉外形为长方体, 工作室为由氧化铝纤维和氧化铝纤维毡砌成的整体炉膛, 单温区管式炉的加热元件分布于炉管两侧, 多温区管式炉的加热元件分布于炉管四周。各规格型号管式炉指标参数为:

项目 \ 型号	1200°C单温区管式炉 (TL1200)	1200°C-1200°C双温区管式炉 (TL1200-1200)	1200°C-1200°C-1200°C三温区管式炉 (TL1200-1200-1200)
	指标值	指标值	指标值
炉体结构	双层壳体结构, 并配有风冷系统(对开式)		
额定功率	3.5 KW	3.6 KW	5.4 KW
炉管尺寸	Φ60×1000 mm	Φ60×1000 mm	Φ60×1300 mm
额定电压	AC220V	AC220V	AC220V
频率	50/60 HZ	50/60 HZ	50/60 HZ
相数	单相	单相	单相
加热段长度	440mm	205mm(第一、二温区)	205mm(第一、二、三温区)
恒温段长度	150mm~200mm	80~100mm(第一、二温区)	80~100mm(第一、二、三温区)

外形尺寸(mm)	1300×450×700	1300×450×700	1550×450×700
炉体表面温度	≤ 35℃	≤ 45℃	≤ 45℃
各温区温度范围	0~1200℃		
各温区额定温度	0~1100℃		
各温区升温速率	≤ 30℃/min		
各温区推荐升温速率	≤ 15℃/min		
控温精度	±1℃		
控温方式	PID 调节		
热电偶型号	K 型		
加热元件	瑞典 KANTHANL 电阻丝		
炉管材料	石英管		

型号 项目	1700℃单温区管式炉 (TL1700)	1700℃-1700℃双温区管式炉 (TL1700-1700)	1700℃-1700℃-1700℃三温区管式炉 (TL1700-1700-1700)
	指标值	指标值	指标值
炉体结构	双层壳体结构, 并配有风冷系统		
额定功率	5 KW	7 KW	10.5 KW
炉管尺寸	Φ60×1000 mm	Φ60×1200 mm	Φ60×1500 mm
额定电压	AC220V	AC220V	AC380V
频率	50/60 HZ	50/60 HZ	50/60 HZ
相数	单相	单相	三相
加热段长度	300mm	210mm (第一、二温区)	210mm (第一、二、三温区)
恒温段长度	150mm	80~100mm (第一、二温区)	80~100mm (第一、二、三温区)
外形尺寸(mm)	1300×550×900	1500×550×900	1800×550×950
炉体表面温度	≤ 35℃	≤ 45℃	≤ 35℃
各温区温度范围	800~1700℃		
各温区额定温度	1650℃		
各温区升温速率	≤ 10℃/min		

各温区推荐升温速率	5°C/min
控温精度	±1°C
控温方式	PID 调节
热电偶型号	S 型
加热元件	硅钼棒
炉管材料	刚玉管


注: a) 在工作过程中, 一般在 300°C 以下, 升温速率不宜过快。原因为刚开始升温时, 炉膛是冷的, 需要吸收大量的热量。

b) 管式炉使用时, 炉温不得超过额定温度, 以免损坏加热元件。**实验样品不允许为任何可燃性液体、可溶解金属和腐蚀性碱金属盐类化合物。**

c) 石英管软化的软化点为 1270°C, 在 1200°C 使用时不要超过 3 小时。请保持炉管内清洁卫生, 炉管内不能残留与 SiO₂ 反应的物质。烧物料时, 为了使炉管的使用寿命更长, 不要直接把物料放在炉管上, 而是用舟型坩埚盛着。

d) 刚玉管容易炸裂的温度在 800-1000°C。请保持炉管内清洁卫生, 炉管内不能残留与 Al₂O₃ 反应的物质。烧物料时, 为了使炉管的使用寿命更长, 不要直接把物料放在炉管上, 而是用舟型坩埚盛着。如果需要连续使用炉子时, 可以把炉子的温度降到 200°C 左右恒温保持, 不需要降到常温, 这样有利于炉管的使用寿命。

6.2. 管式炉操作流程

- (1) 插上电源或开启空气开关, POWER 灯亮。
- (2) 把物料放入炉管内, 用炉钩把物料推到温区的正中间的位置。
- (3) 根据实验需要在炉管内放好炉堵, 推荐做法为炉堵一边放两个, 共放四个, 炉堵最外端离法兰的距离大约 200mm, 或炉堵的最里端距硅钼棒 (或电阻丝) 距离 40mm 左右 (从炉顶上看)。加热时炉管内请务必放陶瓷炉塞, 否则炉管两端温度较高, 法兰里的 O 型圈无法承受较高的温度, 使得气密性不好; 在炉子的两端放炉塞也有利于形成均衡的温场。
- (4) 安装法兰 (按 6.3 节步骤 (6) 描述进行操作)。如需要, 可适当调节法兰支架上的支撑柱、用法兰支架托住法兰, 以免法兰对炉管施加应力。
- (5) 旋转炉子控制面板上 Switch 按钮 , 仪表灯亮。




- (6) 根据需要, 设置实验的温度控制程序 (6.4 节将详细叙述仪表的设置方法)。
- (7) 按 Turn on 键, 交流接触器吸合, 能听见喀嚓一声, 否则请检查电路或联系技术员。
- (8) 所有管式炉可以通入保护性气体 (限较安全的惰性气体, 如氮气、氩气等)。必须先通气再加热, 不能反过来操作, 等炉子冷下来后再停止通气。
- (9) 通气时需要保持微微的正压, 以免外面空气进入管内。任何时候, 管内正压不得超过 0.02MPa。(例如可以按这样方式操作: 把出气口阀门开到最大, 通过进气口的阀门或者流量计调节气体流量的大小, 把出气口流出来的气体用管子插入装满水的矿泉水瓶内, 因为矿泉水瓶内的水有一定的深度, 气体要想冒出来, 气体在炉内必须有一定的正压。由于出气口阀门打到最大了, 所以炉体内压力不会过大, 超过水压就冒出来了, 这种方式刚好达到自动调节炉内压力合适的效果)。
- (10) 按  键 (RUN 键) 约 2 秒钟 (下显示器 SV 显示“run”), 设备开始以设定的程序自动运行。



图 6-1

- (11) 在程序运行中, 按  键约 2 秒钟, 仪表下显示器 SV 交替显示 “Hold”字样, 则仪表进入暂停状态, 暂停时仪表仍执行控制, 并将温度控制在暂停时的给定值上, 但控温时间停止增加。在暂停状态下按  键 2 秒钟仪表下显示器 SV 显示“Run”符号, 则仪表又重新运行。

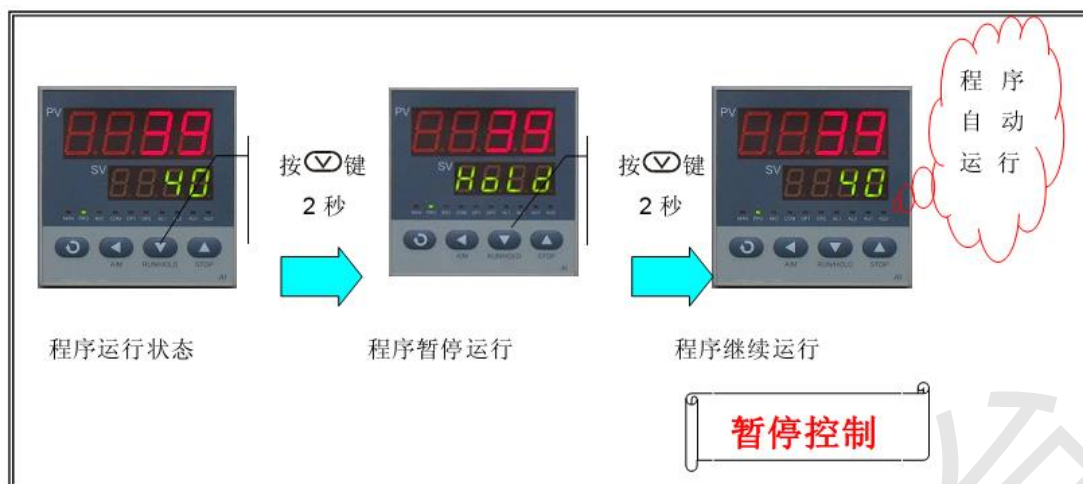


图 6-2

(12) 实验结束后，关机。关机顺序：

- 程序运行结束后，仪表处于“Stop”的基本状态。若中途需停止运行控温程序，按仪表上的 STOP 停止键使仪表处于“Stop”的状态。
- 按下 Turn-off 按键使主继电器断开。
- 关闭 Switch 开关切断控制电源。
- 关闭总电源，实验结束。

6.3 炉管和法兰的安装



图 1



图 2



图 3

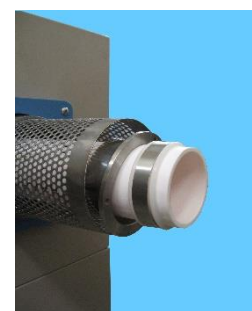


图 4



图 5



图 6



图 7



图 8

图 6-3

(1) 安装法兰时, 由于炉管的防护套较长, 为方便安装法兰, 首先把炉管往外拉一点, 再把法兰底座套入炉管上 (如图 1 所示)。

(2) 把 O 形圈套入炉管上 (如图 2 所示)。

(3) 把不锈钢卡环套入炉管上 (如图 3 所示, 没有不锈钢卡环的, 该步骤省略)。

(4) 把另一个 O 形圈套入炉管上 (如图 4 所示), 使两个 O 型圈与卡环靠紧, 并确定好与炉管端面的距离, 使法兰盖套上并上螺丝时, 炉管不抵住法兰盖, 否则容易将炉管挤碎。

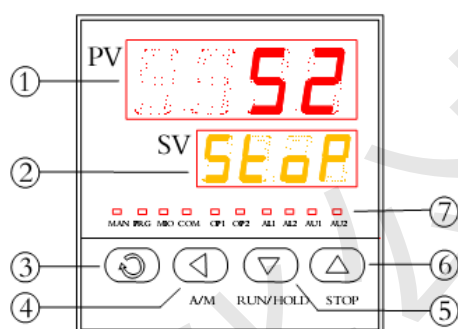
(5) 套上法兰盖 (如图 5 所示)。

(6) 用内六角扳上紧螺丝 (如图 6 所示), 为保证法兰密封的气密性, 必须保证法兰与炉管横截面平行。因此在拧紧法兰螺丝时, 一个螺丝稍紧一点后, 再将另一个螺丝紧一点, 如此轮回几次, 依次慢慢上紧。

(7) 用支撑架把法兰固定好。

6.4 控温程序的设置方法

6.4.1 仪表面板







- | | |
|----------------------|------------|
| ① 炉温显示 | (PV) |
| ② 给定值显示 | (SV) |
| ③ 设置键 (确认键) | |
| ④ 数据移位键 (兼程序设置进入) | (A/M) |
| ⑤ 数据减少键 (兼程序运行/暂停操作) | (RUN/HOLD) |
| ⑥ 数据增加键 (兼程序停止操作) | (STOP) |
| ⑦ 功能指示灯 | |

图 6-4

仪表面板显示出仪表所处的工作状态, 其工作状态决定是否可进行某种操作, 因此用户使

用该设备或进行某项操作时要注意仪表的工作状态。

6.4.2 控温程序设置

(1) 在基本状态或程序运行状态下, 按  键 1 秒切换至 (PV STEP、SV xx 段) 运行程序段状态 (设置运行段或显示正在运行的温度段)。示数显示的是当前运行段起始给定值, 可按    三键修改数据。

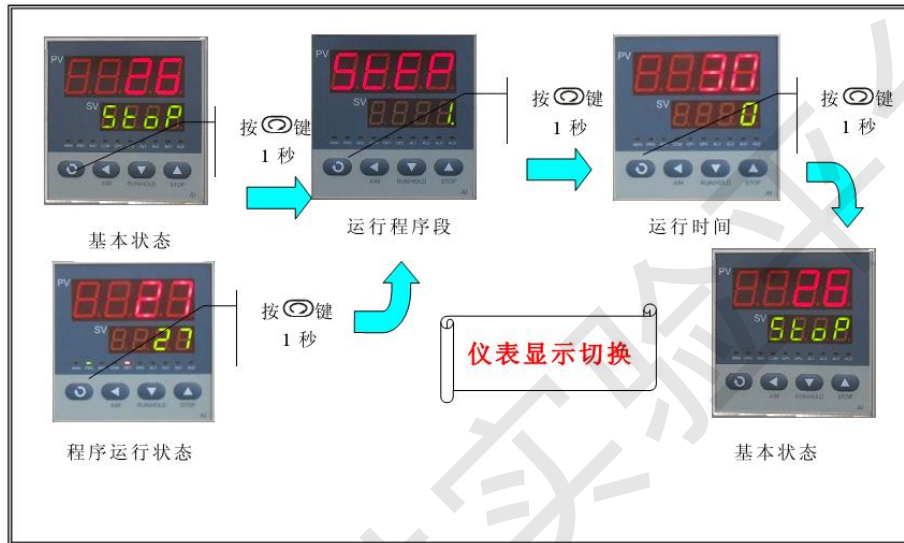






图 6-5

(2) 再按  键 1 秒切换至该段运行时间状态 (显示运行段总运行时间 PV xxxx 分钟, 已运行时间 SV xxxx 分钟), 按    三键修改数据。

每段温度设置按 C、t 的方式依次排列, 即该段的起始温度 \Rightarrow 该段运行时间 \Rightarrow 目标值, 该段目标值是下一段的起始温度。共 30~40 段程序控制功能。

(3) 按  键约 2 秒, 可返回设置上一参数。

运行曲线的结束一定要设置结束语“t xx -121”!!!



(4) 先按  键再按  键可退出控温程序设置状态。如果没有任何按键操作, 约 30 秒钟后仪表会自动退出参数设置状态。



图 6-6

7. 相关/支撑性文件

7.1. Q/WU FLHR001 文件编写规范

8. 记录

Q/WU FLHS018 高温炉使用记录表 V1.0

仪器设备使用记录本

序号		日期	
使用人		联系电话	
导师 (PI)		预约高温炉名称	
样品简介	样品名称: _____ 样品形态: _____ 是否有毒: <input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否 高温下是否分解: <input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否		
实验条件	最高温度:		
	最快升温速率		
	最快降温速率		
是否使用气体	<input type="checkbox"/> 是 (如使用请注明气体种类: _____) <input type="checkbox"/> 否		
是否使用真空	<input type="checkbox"/> 是 (如使用请注明真空度: _____) <input type="checkbox"/> 否		
仪器状态	使用前: <input type="checkbox"/> 正常 <input type="checkbox"/> 不正常; 使用后: <input type="checkbox"/> 正常 <input type="checkbox"/> 不正常		
机时 (起止时间)	_____ 年 _____ 月 _____ 日 _____ 时 至 _____ 年 _____ 月 _____ 日 _____ 时		
备注			

注: 本仪器设备测试方式为培训合格后自主操作。在使用前先检查仪器状况, 正常方可操作, 一旦测试使用, 默认为测试前仪器状况为正常, 测试后记得取走样品再关机。

序号		日期	
使用人		联系电话	
导师 (PI)		预约高温炉名称	
样品简介	样品名称: _____ 样品形态: _____ 是否有毒: <input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否 高温下是否分解: <input type="checkbox"/> 是 <input type="checkbox"/> 否		
实验条件	最高温度:		
	最快升温速率		
	最快降温速率		
是否使用气体	<input type="checkbox"/> 是 (如使用请注明气体种类: _____) <input type="checkbox"/> 否		
是否使用真空	<input type="checkbox"/> 是 (如使用请注明真空度: _____) <input type="checkbox"/> 否		
仪器状态	使用前: <input type="checkbox"/> 正常 <input type="checkbox"/> 不正常; 使用后: <input type="checkbox"/> 正常 <input type="checkbox"/> 不正常		
机时 (起止时间)	_____ 年 _____ 月 _____ 日 _____ 时 至 _____ 年 _____ 月 _____ 日 _____ 时		
备注			

注: 本仪器设备测试方式为培训合格后自主操作。在使用前先检查仪器状况, 正常方可操作, 一旦测试使用, 默认为测试前仪器状况为正常, 测试后记得取走样品再关机。