

文件编号：Q/WU FLHB18090019R005

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

真空自动封管系统

Partulab/MRVS3002PlusH600 标准操作规程

年 月 日发布

年 月 日实施

理化公共实验平台 发布

1. 目的

建立真空自动封管系统标准使用操作规程, 使其被正确、规范地使用。

2. 范围

本规程适用于所有使用真空自动封管系统的用户。

3. 职责

3.1 用户: 严格按本程序操作, 发现异常情况及时汇报设备管理员。

3.2 设备管理员: 确保操作人员经过相关培训, 并按本规程进行操作。

4. 内容

4.1 检查系统

4.1.1 依据图 4-1, 检查各主要部件及相应连接

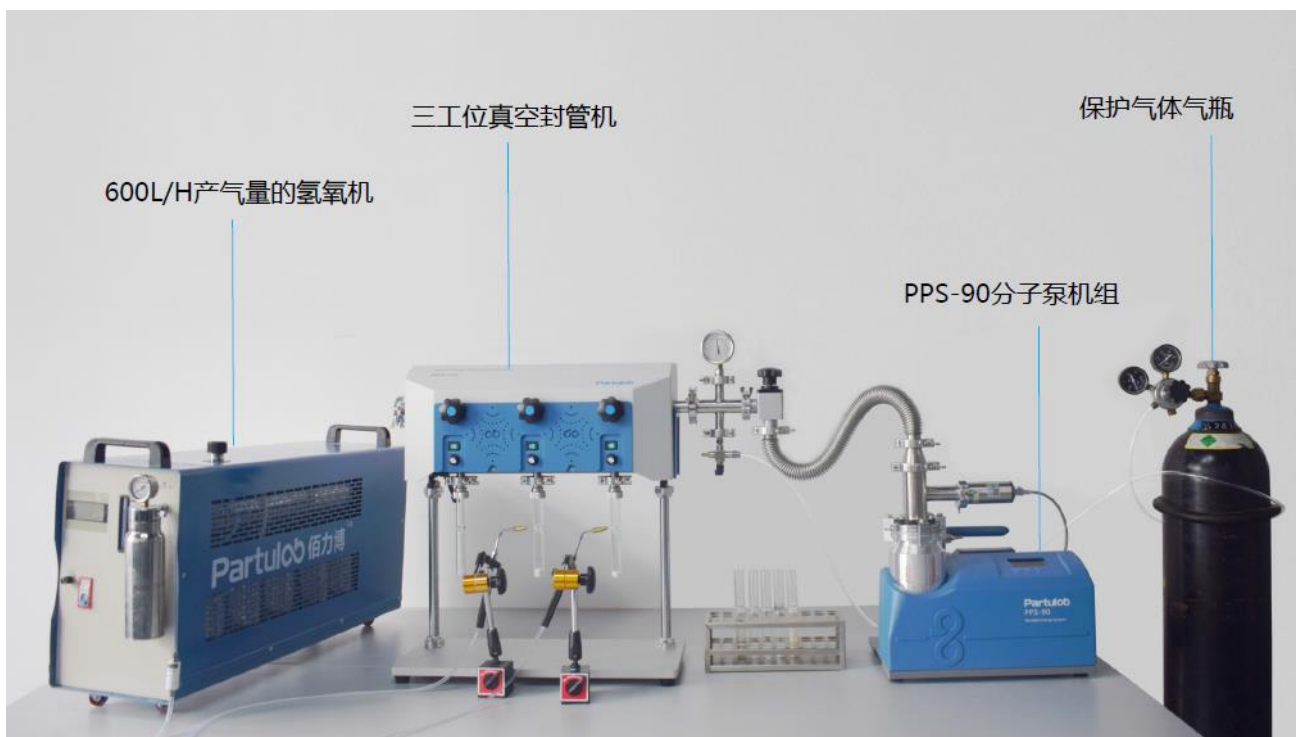


图 4-1 真空自动封管系统图示

4.1.2 依据图 4-2, 逐项完成如下检查:

- (1) 检查电解液液位, 建议水线位于 60%-75% 附近, 不足时加入纯净水。
- (2) 拧下瓶子, 检查纯净水水位, 建议水线位于 1/3 附近 (不用很准确, 主要用于检测气体压力), 并将瓶子适度拧紧 (太松会漏气, 太紧下次拧不开)。
- (3) 检查气体流量调节旋钮是否处于关闭状态。
- (4) 检查三通阀门是否位于中间位置。

- (5) 检查真空阀门、真空总阀和分流抽真空控制阀（图 4-3.e）处于关闭状态。
- (6) 打开氢氧机开关，观察产气量和出口气压，产气量初始值为 600L/H 以上，达到个位数时表示产气完成，此时出口气压计示数应为 2bar 左右，如有偏差请联系设备管理员。



图 4-2 真空自动封管系统分解图示

4.2 石英管的缩颈（如采用已缩颈石英管，跳过该步骤）

4.2.1 依据图 4-3，将石英管连接到管接头上，然后用卡箍将管接头锁紧在真空封管机上。

4.2.2 抽真空

- (1) 打开各待抽石英管对应的真空阀门，并检查真空总阀和分流抽真空控制阀是否关闭。
- (2) 参照图 4-3.d，关闭 vent mode，点击“start/stop”开启设备，机械泵将先行启动，真空度达到预设值时，分子泵将自动开启。
- (3) 在分子泵开启前，慢慢拧开分流抽真空控制阀(图 4-3.e 中箭头位置)，给石英管抽真空，当压力表指针指向-1bar 时后，可缓慢开启真空主阀，加速抽真空，此时可拧紧分流抽真空控制阀。

注意：如真空计示数下降过慢，且机械泵后端有白色气雾，说明有漏，应立刻停泵检查。

注意：当分子泵转速高于 50%时，切勿打开真空阀。

- (4) 真空度达到预设值时(set point 目前设定为 50Pa)，分子泵自动开启。

- (5) 注意观察分子泵情况, 通常数分钟内分子泵达到全速运转, 约 20 分钟真空度应能够达到 10^{-4}Pa 。如有问题, 请立刻点击“start/stop”停止泵组运转, 并联系设备管理员。
- (6) 达到需求的真空度后, 关闭所有真空阀门、真空总阀和分流抽真空控制阀, 并点击“start/stop”停止分子泵组(避免石英管意外破裂, 空气进入对分子泵组形成冲击的情况), 此时分子泵将逐渐减速, 切勿手动放气。

4.2.3 石英管转速调节

- (1) 打开封管机转动机构电源(图 4-3.g)。
- (2) 打开各石英管对应的转动开关(图 4-3.h)。
- (3) 调节石英管转速旋钮(图 4-3.i)至较大速度。

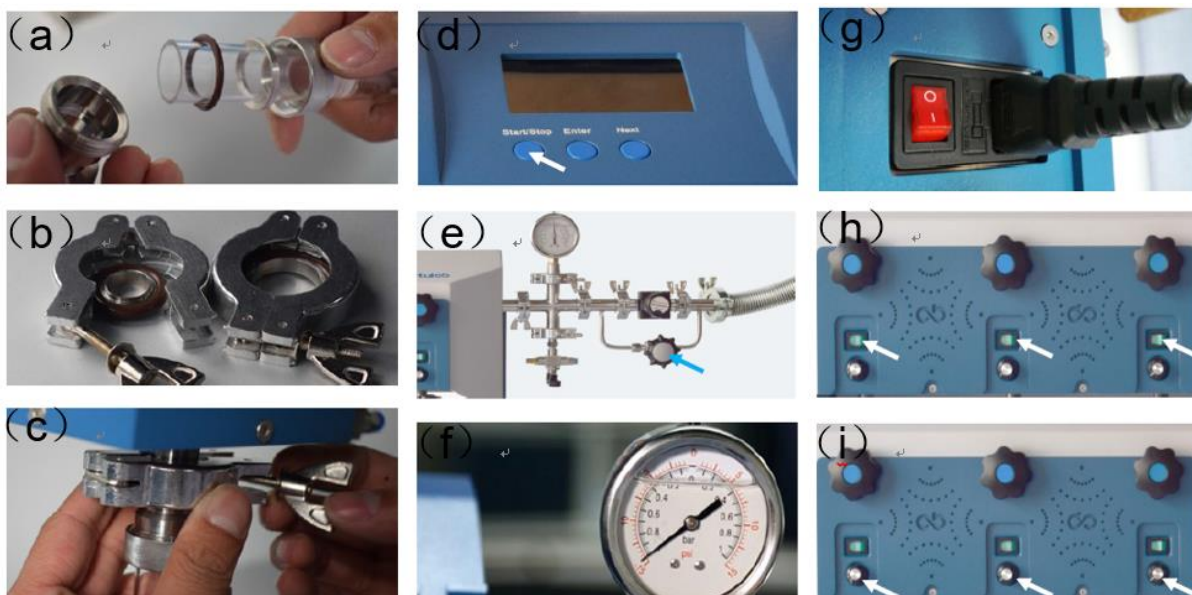


图 4-3 石英管安装步骤图示

4.2.4 点燃火焰枪

- (1) 再次检查步骤 4.1.7 是否完成
- (2) (步骤 4.1.7 依据图 4-2, 打开氢氧机开关, 观察产气量和出口气压, 产气量初始值为 600L/H 以上, 达到个位数时表示产气完成, 此时出口气压计示数应为 2bar 左右, 如有偏差请联系技术员)。
- (3) 找到配套的点火装置, 放在手边(千万不要开着火焰枪开关到处找点火装置!!!)。
- (4) 打开火焰枪开关大约 20s, 待空气排出后, 用配套的点火装置点燃。

4.2.5 石英管的缩颈

- (1) 参照图 4-4.a, 将火焰枪喷嘴靠到距管壁约 1cm 处 (距管接头 8-10cm 以上以免损坏 O 圈)。
- (2) 将火焰枪开关调到合适位置, 控制火焰大小 (图 4-4.b)。
- (3) 调节石英管转速旋钮, 先以较快转速进行预热。
- (4) 降低转速, 开始缩颈, 注意观察缩颈部位, 参见图 4-4.d, 当缩颈部位烧融凹陷后, 即可关闭喷枪出气口, 熄灭火焰。

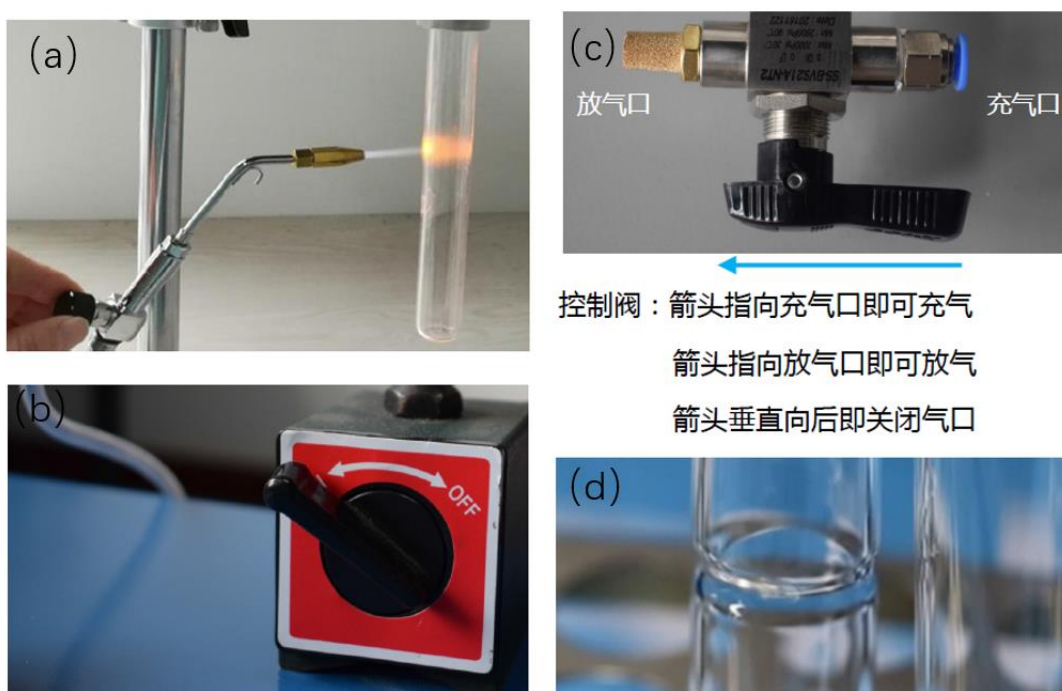


图 4-4 石英管缩颈步骤图示

4.2.6 石英管的取下

- (1) 如果暂时不进行封管, 则直接执行步骤 4.5 与 4.6, 进行实验结束的关闭与检查工作。
- (2) 如果已经备好药品, 即将要进行封管, 则点击“start/stop”停止泵组运转, 并关闭真空总阀和分流抽真空控制阀。

注意: 务必关好真空总阀和分流抽真空控制阀后再执行泄压操作, 否则会损坏分子泵。

- (3) 打开石英管对应的真空阀, 将三通阀开关的箭头方向转向左侧放气口, 放气泄压, 泄压后转回中间位置以关闭放气口。
- (4) 取下石英管。

注意：泵组会自动停止运转，该过程需要较长的时间，其间分子泵处于逐步减速状态，请务必按流程操作，在分子泵完全停止之前，千万不要打开真空总阀或分流抽真空控制阀，以免大气冲击分子泵造成损坏。

4.3 石英管的填料与安装

- (1) 将所需药品装入缩颈后的石英管中(粉末样品建议采用长颈漏斗装样，保持管壁清洁)。
- (2) 将石英柱放入石英管，缓慢下滑至缩颈的位置卡住，用手轻轻敲击石英管，摆正石英柱的位置（放入时应倾斜试管，让石英柱缓缓落入以免冲击过大产生碎屑）。



图 4-5 石英柱及管接头安装示意图

- (3) 参照图 4-5，将装样的石英管连接到管接头上，用手轻轻敲击石英管，摆正石英管和石英柱的位置。

备注：对空气特别敏感的样品，可以在手套箱内执行步骤 a、b,然后装上直通隔离阀，关闭直通隔离阀后，取出手套箱，并执行步骤 c。

4.4 石英管的密封

4.4.1 打开各待抽石英管对应的真空阀门（不是直通隔离阀的阀门，千万不要开错了）。

4.4.2 检查泵组状态,确认分子泵是否已经完全停止运转，如尚未停止，请务必耐心等待直到其自动停止。如有任何故障或异常请联系技术员，切勿自行操作。确认其完全

停止后, 点击“start/stop”开启设备, 机械泵将先行启动, 启动后立即缓慢打开分流抽真空控制阀。

注意: 机械泵启动后应立即开始缓慢打开分流抽真空控制阀, 切勿转去做其他事情, 否则分子泵一旦运转, 就需要重新点击“start/stop”关闭泵组, 并再次执行步骤 4.4.3, 以免气体对分子泵造成冲击, 损坏分子泵。

4.4.3 如有直通隔离阀, 缓慢打开直通隔离阀。

4.4.4 当压力表指针指向-1bar 时, 可缓慢开启真空主阀, 加速抽真空, 此时可拧紧分流抽真空控制阀。

4.4.5 真空度达到预设值时(set point 目前设定为 50Pa), 分子泵自动开启。

4.4.6 注意观察分子泵情况, 通常数分钟内分子泵达到全速运转, 约 20 分钟真空度应能够达到 10-4Pa。达到需求真空度后, 执行下一步骤。

注意: 如无法达到需求真空, 或发现任何异常, 请立刻关闭直通隔离阀(如有)、真空总阀和分流抽真空控制阀, 点击“start/stop”停止泵组运转, 并联系技术员。

4.4.7 关闭待抽石英管对应的真空阀和直通隔离阀(如有), 关闭真空主阀和分流抽真空控制阀, 点击“start/stop”停止泵组运转。

备注: 如样品对真空度需求特别高, 请联系技术员, 获得特别许可后, 可以在不关闭阀门的情况下进行封管。

4.4.8 调节石英管转速旋钮, 调到较快速度。

4.4.9 点火并将火焰移到石英柱的位置, 并调至合适的大小, 预热 1-2 分钟(图 4-6);

4.4.10 调节石英管转速旋钮, 降低转速进行烧结。

4.4.11 石英柱和管壁熔融在一起即封管完成(图 4-6), 可关闭火焰。

4.4.12 重复步骤 h-k, 完成所有石英管的密封。

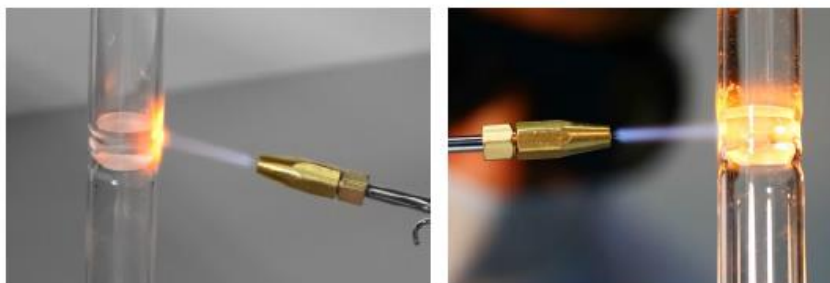


图 4-6 石英管密封示意图

4.5 真空系统的关闭

4.5.1 点击“start/stop”停止泵组运转(如已关闭, 跳过), 关闭真空总阀和分流抽真空控制阀。

注意: 务必关好真空总阀和分流抽真空控制阀后再执行泄压操作, 否则会损坏分子泵。

4.5.2 打开直通隔离阀(如有)和石英管对应的真空阀, 将三通阀开关的箭头方向转向左侧放气口, 放气泄压, 泄压后转回中间位置以关闭放气口。

4.5.3 取下石英管。

注意: 加热后石英管中段温度较高, 请千万务必不要直接用手触碰!!! 请千万务必不要直接用手触碰!!! 重要的事情说三遍!!!

注意: 泵组会自动停止运转, 该过程需要较长的时间, 其间分子泵处于逐步减速状态, 请务必按流程操作, 不要触碰泵组相关的真空系统, 以免大气冲击分子泵造成损坏。

4.6 结束前的检查

4.6.1 关闭氢氧机电源, 打开火焰喷枪开关, 点燃直至氢氧机压力降低到 0.5bar, 关火。

4.6.2 打开火焰喷枪开关, 放掉管内气体, 直至氢氧机压力归零, 并拍照发给技术人员。

未关闭氢氧机并拍照者, 视为严重违反安全规定, 取消其设备使用资格。

4.6.2 检查电解液液位和纯净水水位, 如有异常通知技术员。

4.6.3 收拾桌面并复原。

5. 相关/支撑性文件

《MRVS-3002 真空封管机+系统操作手册》

6. 记录