

高压反应釜操作说明

王月清 2020-12-04

目录：

一、 总则

二、 高压反应釜的使用

2.1 准备工作

2.2 固、液物料的加入

2.3 反应釜的紧固

2.4 高压气体的充注

2.5 升温与保温设置

2.6 反应后的拆卸和清洗

三、 反应釜的维护

一、 总则

1. 高压反应釜是用于在高温、高压条件下评价催化剂性能的设备，需经过严格培训以及PI允许后方可使用。
2. 使用高压反应釜务必佩戴护目镜、穿实验服、放置防爆罩、消除静电。
3. 使用高压反应釜温度不高于内衬最高使用温度，充入气体压力应小于压力表最大量程 2~3MPa，以防升温过程气体膨胀压力过高损坏压力表。
4. 高压反应釜工作条件：(1) 周围没有爆炸性气体、腐蚀性气体和有机溶剂，(2) 釜体和釜盖密封良好不漏气，釜盖上进出气口关闭后不漏气。
5. 高压釜使用最高温度不高于 300°C，升温速率不高于 15°C/min。
6. 高压釜降至室温，卸压后方可打开反应釜。

二、 高压反应釜的使用

2.1 准备工作

1. 检查釜上各接头、螺栓是否有弯折、撞伤和破损。
2. 检查压力表是否回零，釜体密封垫是否有损坏。
3. 开始反应前检查充放气阀是否处于关闭状态。
4. 检查测温热电偶是否连接良好，可正常工作无损坏。
5. 控温仪后面输入口接 220V 电源，输出口接电加热炉。

2.2 固、液体物料的加入

1. 液体物料需没过热电偶底部 3mm 以上。
2. 液体物料液面最高不得超过反应釜的 3/4 体积，液面在 1/3~2/3 反应釜体积为宜。

2.3 反应釜的紧固

1. 加料完毕后，如图 1 所示将釜盖与釜体盖合，卡钳对向卡在釜体和釜盖的凸缘上，保护环套在卡钳外，手柄螺孔对准卡钳侧面凹孔，用手拧紧保护环上的手柄。



图 1

2. 将反应釜整体放到助力板上，如图 2 所示，使釜体下方嵌入助力板的孔内，先将卡钳上的六支主螺栓依次手动拧紧，再用配套的扳手，逐次按照对角方式拧紧螺栓，每次拧紧 1/4~1/3 圈左右，均匀拧紧。

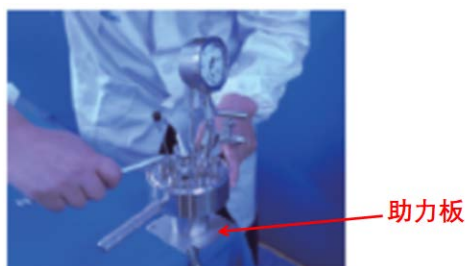


图 2

2.4 高压气体的充注

1. 气体充注前先消除**静电**。
2. 顺时针轻轻拧动反应釜充、放气阀门的手柄，确认均处于关闭状态。如图 3 所示，用两把扳手分别钳住反应釜的充气接头和快速接头拧紧高压充气软管。






图 3

3. 气体置换：**先用惰性气体（N₂ 或 Ar）置换釜内空气，然后方可进行反应气置换。**逆时针缓缓转动充气阀手柄，充入压力 0.2~0.5MPa 的气体，关闭充气阀，缓缓打开放气阀，排出气体，重复 2~3 次后可认为釜内空气基本被置换干净。
4. 充入气体：缓慢打开充气阀，观察压力示数，到达所需压力后，关闭充气阀，拆卸快速充气接头。
5. 气体置换需在通风橱内进行，或者将排除气体用管路引导安全位置，防止易燃易爆或有毒有害气体释放到实验室内造成危险。
6. 充入气体压力应**小于压力表最大量程 2~3MPa**，以防升温过程气体膨胀压力过高损坏压力表。




2.5 升温与保温设置




1. 按键说明：


如图 4 所示，开始/运行长按 Run  键；停止升温加热长按 Stop  键，更改数字位数按 A/M 按键  ；

2. 程序升温设置

(1) 程升设置中，温度单位为℃，时间单位为分钟。



(2) 按  键进入程控界面，上排显示“SP1”，下排显示第一段设定温度值（单位为℃），一般为室温，按 、 键增减数值。

(3) 按  键上排显示“t1”，下排数字为第一段升温时间值（单位为 min），按 、 键增减数值，时间设定以升温速率为 5℃/min 为宜，最大升温速率不超过 15℃/min。

(4) 再按  上排显示“SP2”可进行第二段温度设定，可进行升温/保温/降温设置。

(5) 重复（3）和（4）可进行多段程序升温。

(6) 在结束时段设置“-121”，表示停止加热。

(7) 先按住  不放，再按  可回到主界面。

(8) 程序执行过程中停止，再次运行程序会从头开始。

2.6 反应釜拆卸和清洗

(1) 反应结束后，待反应釜冷却至室温，缓慢开启放气阀，将釜内压力完全卸除方可拆卸开釜。

(2) 反应结束后应及时将釜体、釜盖和内衬进行清洗并**自然晾干**，注意不要划伤主密封面，反应釜不可在高于 40℃条件下烘干，以免密封失效。

三、反应釜的维护

- (1) 反应釜长时间不用，需将釜体、釜盖和内衬彻底清洗，以免残留的化学物质腐蚀釜体。
- (2) 反应釜应保存在干燥无腐蚀性气体的环境中。
- (3) 定期检查热电偶、控温器的接线是否正常。