

# 水热釜（消解罐）安全使用注意事项与标准操作程序（SOP）

2019/1/25

水热釜又叫消解罐或高压罐，由不锈钢套筒和耐腐蚀的内胆组成，内胆常由聚四氟乙烯材质制成，一般容积在 25-500mL，可以承受一定的温度和压力。常见的水热釜使用温度为 180-220℃，设计使用上限为 1-3MPa。



图 1 (a)(b) 为无泄压设计的水热釜 (c)(d) 为具有泄压设计的水热釜

## 一、风险辨识：

使用水热釜存在爆炸或内爆的风险。除了爆炸的破坏力导致人员伤亡和设备故障外，还可能造成有害物质释放。因此，进行水热釜操作时必须接受培训，了解设备维护、个人防护、安全操作程序和应急程序。



图 2 水热釜爆炸事故照片

## 二、通用要求

1. 个人防护装备(PPE)：在操作的所有阶段要进行个人防护。

- 眼睛防护：佩戴化学飞溅护目镜。此外如有爆炸风险，需要戴防冲击全面罩。
- 皮肤和身体保护：在操作的所有阶段穿及膝的实验室服保护身体；必须佩戴隔热手套从烘箱移动水热釜。此外，应穿不露脚面（非网眼鞋面）的鞋。

2. 培训与记录：只允许培训合格的实验室人员操作水热釜。导师或安全员负责培训使用者，并严格记录培训过程，对受训人员考核水热釜的标准操作程序和安全使用注意事项，考核通过者须签字确认。

3. 应急响应：发生任何紧急情况时立即切断电源，停止加热，并通知实验室负责教师和安全员，采取通风或吸收等手段控制泄露，减少污染区域，有必要时疏散人员；如果受伤立即拨打电话 120，并在水热釜上放置警示标识禁止使用，直到事故调查完毕，现场得到清理并经安管人员确认，方可恢复使用。

4. 泄漏清理：使用者有责任清洗水热釜，清洗之前应参考所用化学品的 MSDS，且需等设备完全冷却后再进行清洗。清洗过程产生的废弃物应按照危险化学品废弃物处理原则进行处理。由于污染的水热釜可能在使用中影响其密闭和泄压处的安全性，因此没有清洗好的水热釜不可使用。

### 三、通用安全注意事项：

1. 每次使用前不锈钢外套和聚四氟乙烯(或其它材质)内胆必须进行外观检查,有裂缝、点蚀、生锈、蠕变或过度磨损、聚四氟乙烯内胆扭曲、钢壳破裂或有缺陷,都应不再使用。
2. 当用水热釜进行实验时,除非通过阀门调节保持一定的安全压力(如图 1d),否则加入的反应物料严禁超过内容积的 2/3,这将确保当水热釜被加热时,有足够的流体和气体的膨胀空间。
3. 高度放热反应或释放大量气体的体系不能使用水热釜,这会导致水热釜压力超出可控范围。
4. 严禁水热釜过热。使用聚四氟乙烯做内胆时,最高温度是 200℃。聚四氟乙烯的常压使用温度为 250℃,但在较高压力、温度时,或是不均匀受压情况下蠕变严重,可能会造成泄露引发事故。
5. 严禁超压使用水热釜,使用前必须向厂家索取其产品的最高使用压力上限。
6. 实验结束后,应等待水热釜完全自然降温后方可进行下一步操作,严禁将水热釜在水中骤冷。
7. 直到水热釜完全冷却至室温方可缓慢打开,其内部体系仍有可能有压力释放。
8. 以下体系**严禁**使用水热釜进行实验:
  - 含有放射性物质
  - 含有爆炸性物质
  - 含有可能分解或设置温度下不稳定的化学物质
  - 含有污染的针头
  - 含有高氯酸
  - 硝酸和有机物的混合物

### 四、水热釜使用标准操作程序

1. 设备维护:
  - 严格执行每次使用前对水热釜进行外观检查(如检查紧固螺纹是否有缺陷,金属垫片无论何时都应该能紧固于金属套筒内等)及时更换或淘汰受损或变形的的水热釜及其内胆;
  - 用唯一的编号给水热釜标记,严禁使用不配套的水热釜配件。
  - 不允许擅自维修水热釜,有问题的水热釜须返厂由专业人员进行维修。
  - 严禁使用外观检查不合格或清洗不到位的水热釜。不能使用的水热釜须张贴警示标识,告知“水热釜有故障不可使用”。
2. 使用水热釜实验前准备:
  - 实验开始前须在水热釜使用的烘箱门上张贴“危险实验进行中,切勿调整温度”的警示标识,并标记实验过程所需温度。使用温度超过 200℃须向导师和安全员提交风险分析报告,进行风险评估。
  - 推荐使用有超温保护(双表双控)或超温报警的烘箱加热水热釜,并在实验过程中关注温度情况。严禁使用低温段控温不准确的马弗炉进行水热釜实验。
  - 开始实验前必须计算反应体系在实验温度下的气体压力,特别注意除了计算体系的饱和蒸气压,还应计算由于流体膨胀引起的空气压缩而产生的压力(详见附录)。
  - 如果反应体系没有文献可以参考,饱和蒸气压无法查到参考数据,可以先通过高压反应釜(100-300MPa)进行预实验,测定温度和压力的关系,再以此为参考在合适的温度和压力下使用水热釜进行实验。
3. 水热釜的装配

- 将不锈钢底板安装在正确且配合完好的位置。
- 将反应体系转移至水热釜的内胆（聚四氟乙烯或其它合格内胆）容器中，注意不要超过内胆容积的 2/3。
- 将聚四氟乙烯（或其它内胆）的盖子盖在聚四氟乙烯上，且匹配良好。
- 轻轻将聚四氟乙烯（或其它材料）内胆放进水热釜，并确认盖子严密。
- 装入内胆后，安装不锈钢顶盖，使其可以固定不动。旋转安装釜盖，再用专用工具配合固定釜体拧紧顶丝，使顶丝与釜盖均完全紧固。带有法兰盘的水热釜不要一次性将任何一个螺栓上紧，要与位于其对角线螺栓同时均匀固定，最后再用扳手将所有螺栓上紧。注意不能用扳手过度上紧，用力上紧不超过 1/8 周长；不要出现错扣。

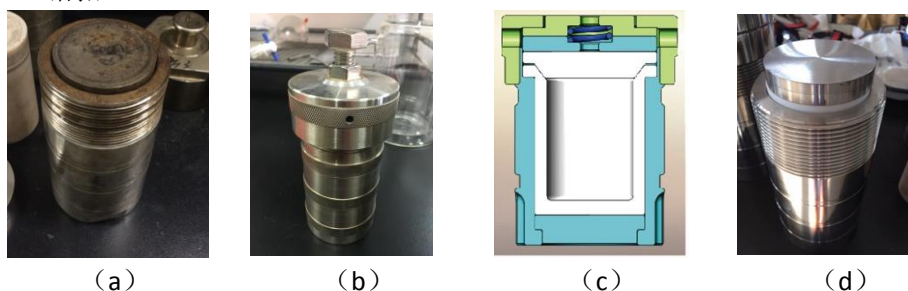


图 3 (a) (b) 顶正常安装的水热釜 (c) 带泄压设计的水热釜剖面图 (d) 不锈钢顶盖没有固定在套筒中 (须避免)

正确的安装可以确保水热釜在较高温度时安全的压力传导。由于聚四氟乙烯比不锈钢的热膨胀系数大得多，因此没有泄压设计的水热釜（图 2a,b）在温度、压力和填充量方面一定要严格控制，具有顶端弹簧设计以及侧边泄压孔的水热釜（图 2c）增加了安全设计，但仍应严格按照操作程序使用。

- 不可将水热釜离开桌面进行紧固，任何倾斜都会导致内部料液泄露。水热釜厂商应提供上下紧固的专门配套工具。
- 将紧固好的水热釜转移到专用烘箱，注意转移过程不可倾斜。

#### 4. 反应过程

- 对专用烘箱设置反应温度，在恒温之前需值守，确认烘箱可以正常工作。
- 如果专用烘箱被提前预热，请戴隔热手套放置水热釜。
- 做好实验记录，并在专门的水热釜实验登记本上记录反应体系和水热釜编号。

#### 5. 实验结束后处理：

- 穿戴适当的个人防护用品，包括隔热手套和安全眼镜或防冲击全面罩。
- 关闭烘箱电源，打开烘箱门，轻轻的把水热釜放在耐热板或陶瓷砖上自然冷却；或等待烘箱降温到 80℃ 以下再取出水热釜。注意不要用水淬冷。
- 待水热釜冷却至室温后，用专用工具先把顶丝松开，再拧开釜盖。如果是带有法兰盘的水热釜，则需用扳手将对角线的成对螺栓均匀松开，不允许先将任意一个螺栓完全松开，那样会损伤上盖密封槽和杯体上端密封面。
- 轻轻地把不锈钢底板顶起来，顺势取出内胆。打开内胆盖子，取出反应产物。
- 实验结束后，彻底清洗水热釜及其内胆和配件。任何不彻底的清洗都可能导致下一次使用时的泄露或紧固不完全，从而引发安全事故。
- 清洗并干燥后的水热釜按编号一起存放，避免使用时的配套错误。
- 所有实验过程产生的废弃物按照废弃物处理要求进行分类收集，并张贴明确标签。

附录 1 常见体系的饱和蒸气压及气压计算：

水在 180~270℃范围内的饱和蒸气压

温度/℃	饱和蒸气压/kPa	温度/℃	饱和蒸气压/kPa	温度/℃	饱和蒸气压/kPa
180	1001.9	211	1944.6	241	3403.9
181	1025.2	212	1983.6	242	3463.9
182	1048.9	213	2023.2	243	3524.7
183	1073	214	2063.4	244	3586.3
184	1097.5	215	2104.2	245	3648.8
185	1122.5	216	2145.7	246	3712.1
186	1147.9	217	2187.8	247	3776.2
187	1173.8	218	2230.5	248	3841.2
188	1200.1	219	2273.8	249	3907
189	1226.1	220	2317.8	250	3973.6
190	1254.2	221	2362.5	251	4041.2
191	1281.9	222	2407.8	252	4109.6
192	1310.1	223	2453.8	253	4178.9
193	1338.8	224	2500.5	254	4249.1
194	1368	225	2453.8	255	4320.2
195	1397.6	226	2595.9	256	4392.2
196	1427.8	227	2644.6	257	4465.1
197	1458.5	228	2694.1	258	4539
198	1489.7	229	2744.2	259	4613.7
199	1521.4	230	2795.1	260	4689.4

200	1553.6	231	2846.7	261	4766.1
201	1568.4	232	2899	262	4843.7
202	1619.7	233	2952.1	263	4922.3
203	1653.6	234	3005.9	264	5001.8
204	1688	235	3060.4	265	5082.3
205	1722.9	236	3115.7	266	5163.8
206	1758.4	237	3171.8	267	5246.3
207	1794.5	238	3288.6	268	5329.8
208	1831.1	239	3286.3	269	5414.3
209	1868.4	240	3344.7	270	5499.9
210	1906.2				

对于最后压力的估算，除了考虑饱和蒸气压，还要考虑液温度升高，液体体积膨胀引起空气压缩会带来的压力进一步增大！

平均体积膨胀系数

$$\beta = \frac{1}{V} \frac{dV}{dt}$$

20° C 下常见的溶剂的热膨胀系数（相关系数可查阅《溶剂手册》）

水	丙三醇	乙二醇	乙醇	甲醇	异丙醇
0.000208	0.005	0.00057	0.00109	0.00118	0.00107

从公式可以看出，同等升温条件下，溶剂的体积增长至少是水的 5 倍，因此，对于一个溶剂体系来说，需要计算当前饱和蒸气压以及体积膨胀后的压缩空气带来的压力增大，这两部分的贡献才是最后的压力！而压缩空气带来的压力可由下面式子估算：

采用公式  $\frac{P_0 V_0}{T_0} = \frac{P_1 V_1}{T_1}$ ，可估算压缩后体积带来的压力的变化， $P_0$  为标准大气压， $V_0$  为初始剩余体积， $T_0$  为室温， $P_1$  是升温到  $T_1$  后的压力， $V_1$  是升温至  $T_1$  剩余的气体体积。

例如异丙醇体系 170 mL（内胆容积为 200mL，填充量大于内胆容积的 2/3）填充到聚四氟乙烯内胆，取异丙醇的体积膨胀系数为 0.001，温度变化为 180°C，按照极端情况计算，体积增长刚好 30 mL（实际情况是 170 ml 液体在 200°C 下会发生汽化，液体的体积不到 170mL，异丙醇不会膨胀 30 mL），应注意到这个体积的增长带来了空气的压缩，进而提升了压力，造成压力偏大！

采用公式  $\frac{P_0 V_0}{T_0} = \frac{P_1 V_1}{T_1}$  可估算压缩后体积带来的压力的变化， $P_0$  为标准大气压， $V_0$  为初始剩余体积（例如 30 mL）， $T_0=20^\circ \text{C}$ ， $P_1$  是  $200^\circ \text{C}$  下的压力， $V_1$  是  $200^\circ \text{C}$  剩余的气体体积， $T_1=200^\circ \text{C}$ 。可以得到  $P_1=48P_0/V_1$ 。由于并不知道最后剩余的气体体积，故按照极限情况取值如下：

$V_1/\text{mL}$	5	4	3	2	1
$P_1$	$9.6P_0$	$12 P_0$	$16 P_0$	$24 P_0$	$48 P_0$

从表中可以看到，随着剩余气体体积的减小，会带来压力的急剧增加！所以在用水热釜做溶剂体系反应时，一定要考虑到溶剂体积膨胀使空气压缩带来的压力增加，一定要严格控制溶剂的加入量在内胆容积的 2/3 以下！

附录 2 双表双控示意图：

