

# 高压反应釜操作规程及注意事项

## 第一阶段：使用前准备

1. 个人与环境准备：穿戴好实验服、防护眼镜和耐高温手套。确保操作间通风良好，移除所有易燃易爆物品，禁止携带火种、手机。
2. 设备检查与清洁：检查釜体、釜盖密封面有无损伤，所有阀门、管路是否通畅。用适当溶剂（如乙醇）清洗釜内壁及配件，防止交叉污染。
3. 正确投料与装釜：反应物总体积通常不超过釜内容积的  $1/3$  或  $2/3$ 。将物料放入内衬杯或反应瓶中。盖上釜盖时，必须按对角线顺序，分多次（通常 2-3 次）逐步、均匀地上紧主螺母，确保密封面平行贴合。
4. 气密性检查（关键!）：关闭所有阀门，通过进气口通入氮气至低于实验压力（如 0.5-1MPa），关闭进气阀，观察压力表数值是否在一定时间内（如 30 分钟）保持稳定。若有下降，需用肥皂水检漏。

## 第二阶段：反应气体置换与加压

1. 气体置换（至关重要）：若反应忌氧或使用易燃气体（如  $H_2$ ），必须用惰性气体（如  $N_2$ ）或反应气体本身进行至少 2-3 次的“充气-放空”操作，以彻底排除釜内空气，防止形成爆炸性混合气体。
2. 最终加压：完成置换后，充入反应气体至所需压力。充气压力严禁超过设备设计压力的  $1/2$ 。

## 第三阶段：运行与监控

1. 启动与加热：确认测温、测压探头安装到位。先启动搅拌（避免干转），再开始加热。加热速率需严格控制，不宜过快。
2. 全程监控：反应必须全程有人值守。密切观察并记录温度、压力、搅拌转速的变化。若参数异常（如升温过快、压力飙升），须立即停止加热，启动冷却并排查原因。

## 第四阶段：反应结束与后处理

1. 降温泄压：反应结束后，先自然或强制冷却至室温以下。然后，通过排气

阀极其缓慢地释放釜内压力，防止溶剂暴沸或催化剂飞溅。

2. 开釜与取样：确认压力表归零后，方可按对角线顺序松开主螺母，打开釜盖。对于含自燃催化剂（如钨碳）的反应，需先用氮气保护，物料取出后妥善处理。

3. 清洁与维护：及时彻底清洗反应釜。长期不用时，可加注少量无水乙醇浸泡保护，并将主螺母保持松弛状态存放。

## **⚠ 核心安全注意事项汇总**

为了便于你快速掌握要点，以下是按风险类型分类的核心禁令和必须遵守的规范：

### **爆炸与泄漏风险**

- 严禁：带压操作或扭动螺栓。
- 严禁：超温、超压、超额定负荷运行。
- 必须：每次使用前严格进行气密性检查。
- 必须：使用易燃气体前，彻底进行气体置换。

### **火灾与化学品风险**

- 严禁：在反应釜附近进行任何可能产生火花的作业。
- 严禁：向不耐蚀釜内直接加入强酸、强碱等腐蚀性物质。
- 必须：将排放的尾气导向通风橱或室外。

### **物理伤害与设备风险**

- 严禁：在未冷却、未卸压时尝试打开反应釜。
- 严禁：单手或徒手抓取、移动反应釜，应双手托住釜体。
- 必须：确保设备电源可靠接地。
- 必须：加热时对高温部位进行防护，防止烫伤。