

中国科学院化学研究所文件

化发科字〔2021〕34号

化学所关于印发《化学所压力反应器安全管理规定》的通知

所属各单位：

为进一步加强化学所压力反应器的安全管理，规范压力反应器的使用，提高安全运行水平，防止和减少事故发生，根据《压力容器安全技术监察规程》等相关文件，结合我所的实际情况，特制定本规定，现予印发。

中国科学院化学研究所

2021年5月19日

化学所压力反应器安全管理规定

第一章 总则

第一条 为进一步加强化学所压力反应器的安全管理，规范压力反应器的使用，提高安全运行水平，防止和减少事故发生，根据《压力容器安全技术监察规程》等相关文件，结合我所的实际情况，特制定本规定。

第二条 本规定所指的压力反应器主要包括水热反应釜、高压反应釜等带压反应设备，但不限于此。

第三条 压力反应器实行分级管理，实验人员为压力反应器的直接责任人，课题组长为压力反应器的第一责任人。科技处负责压力反应器的采购管理和资产管理，综合处负责压力反应器的使用监管。

第四条 实验人员、课题组长和各级管理部门应各司其职，认真贯彻国家安全生产的法律、法规，建立健全本单位、本部门的安全管理制度和应急预案。

第二章 使用压力反应器应具备的条件

第五条 使用压力反应器开展实验前，课题组需进行实验的必要性和安全性论证，详细说明实验需求、项目来源、项目计划和效果等，并就实验场地、人员、设备、管理等进行安全论证，报告经安全员、课题组长、实验室主任签字确认后提交至科技

处/综合处备案。实验条件发生变化时，需重新进行安全论证。

第六条 使用压力反应器应具备相应的安全操作条件，确保实验场地满足实验要求，配备相应的安全防护设施和个人安全防护用品，制定相关的安全操作规程和安全提醒标语。涉及高温或高压操作的实验室应安装视频监控，监控范围应保证全覆盖；操作场所应设置安全警示标志。

第七条 使用压力反应器的实验人员实行准入制度，应具备相关化学知识、操作能力，经课题组培训、考核合格后，方可开展实验。

第三章 压力反应器的采购

第八条 课题组采购压力反应器应选择具有生产、设计资质的制造企业或经营资质的单位，核实相关资质能力合格后，提出采购申请（详见“压力反应器购置审批表”），科技处/综合处审核批准后，方可采购。未经批准，课题组严禁私自采购压力反应器。

第九条 课题组应向压力反应器的供货单位索取产品质量合格证和使用说明书。使用说明书应妥善保管，方便实验人员随时查阅。

第十条 课题组采购压力反应器时，应按要求配置相应的安全防护设备设施，保证压力反应器的整体安全。

第四章 压力反应器的使用和管理

第十一条 课题组应建立压力反应器的台账，台账中应包含压力反应器编号、使用条件参数、采购日期、厂家、存放地点、使用人等信息。科技处/综合处建立化学所统一台账，课题组与科技处/综合处登记台账信息应一致。

第十二条 课题组应建立压力反应器的安全使用操作规程，明确使用方法和注意事项，并在显著位置张贴明示。使用压力反应器时，一定要严格遵守操作规程，杜绝违章操作。

第十三条 课题组应建立压力反应器的技术档案，内容应包括：

- (1) 压力反应器的设计文件、制造单位、产品质量合格证、使用维护说明等文件以及安装技术文件和资料；
- (2) 压力反应器的定期检验和定期自行检查的记录；
- (3) 压力反应器的日常使用情况记录；
- (4) 压力反应器及其安全附件、安全保护装置、测量调控装置及有关附属仪器仪表的日常维护保养记录；
- (5) 压力反应器运行故障和事故记录。

第十四条 使用压力反应器的实验人员进入实验室前应接受压力反应器相关的安全知识培训、考核。安全培训应包括如下内容：

- (1) 压力反应器特性和安全操作规程；

- (2) 压力反应器安全使用知识和注意事项;
- (3) 压力反应器突发情况的应急处置;
- (4) 实验室安全设备设施、个体防护用品的使用和维护;
- (5) 有关事故案例;
- (6) 其他需要培训的内容。

第十五条 开始实验前实验人员须估算反应体系在实验温度下的气体压力，特别注意除了计算液体的饱和蒸气压，还应考虑由于液体膨胀造成气体空间压缩额外增加产生的压力，排除压力过大或骤增可能造成的影响和伤害。

第十六条 实验人员必须做好实验记录，记录中应包含反应物料名称与用量、溶剂体积、反应条件、升温恒温冷却时间、后处理步骤等信息。重要实验操作环节必须在专人安全监督下操作。

实验中若出现异常状况，实验人员应立即停止实验，及时向课题组长（导师）报告并分析原因，待查清原因、排除安全隐患后，再进行实验。

第十七条 实验结束后，应按要求和规程对压力反应器进行后处理（包括泄压、清洗等）。

第十八条 课题组应根据压力反应器、相关部件可能出现的各种事故制定切实可行的应急预案，预案中应包含应急处置工作小组、职责、处置程序、处置措施等，并在组内发布。

第五章 压力反应器的检查与检验

第十九条 课题组应对在用压力反应器进行日常维护保养，并定期进行自检，自检频次不得少于每月一次，并做详细记录，发现损坏、锈蚀、漏气等异常情况的，应及时处理。

第二十条 课题组应对压力反应器的安全附件、安全保护装置、测量调控装置及附属仪器仪表进行定期校验，并做详细记录。

压力反应器的维修应选择具有相关资质的单位，不得私自维修。

第二十一条 课题组安全员、组长应定期或不定期对压力反应器的使用情况和人员操作进行检查，及时纠正违规行为，排除安全隐患。

科技处/综合处应定期或不定期对压力反应器的使用情况进行抽查，有问题的课题组需进行整改，未整改到位前，严禁开展高压反应实验。

第六章 附则

第二十二条 凡违反本规定有关内容，将依据违规行为和情节轻重，暂停相关实验，并给予相应的处分和罚款。

第二十三条 发生压力反应器安全事故的，将依法追究有关责任人的责任。

第二十四条 本规定由科技处、综合处负责解释。

- 附件：
1. 压力反应器购置审批表
 2. 压力反应器使用安全论证
 3. 水热反应釜安全使用注意事项与操作程序
 4. 高压反应釜安全使用注意事项与操作规程

附件 1

压力反应器购置审批表

申请人		电话	
课题组		安全员	
申请设备名称		规格（型号）	
数量		放置地点	
用途			
配套安全设施 设备			
安全员意见	日期： 年 月 日		
课题组长意见	日期： 年 月 日		
科技处意见	日期： 年 月 日		
综合处意见	日期： 年 月 日		
备注			

附件 2

压力反应器使用安全论证

一、实验情况说明

说明实验需求、项目来源、项目计划和效果，拟开展实验的场地、开展实验的人员、涉及的设备、个人防护用品、安全操作规程、应急预案等。

二、实验过程中的危险、有害因素辨识及分析

危险因素是指能对人造成伤亡或物造成突发性损害的因素。有害因素是指能影响人的身体健康，导致疾病，或对物造成慢性损害的因素。

（一）主要危险有害化学品

列出实验中用到的主要有害化学品（如易制毒、易制爆、剧毒化学品等）、产生的危险废弃物等的主要风险点，如闪（燃）点、爆炸性、毒性等关键性能指标，并进行分析说明。

（二）主要危险化学反应

列出实验中涉及的化学反应类型和副反应，并对反应的危险性进行说明。

（三）实验过程中危险有害因素

结合实验中的反应条件（如反应介质、反应温度、反应压

力等)对反应中可能产生的危险、有害因素作分析说明。

(四) 主要仪器设备

列出实验中使用的主要设备、仪器,分析其可能存在的风险点。

(五) 其他风险点

上述未列出的安全风险点,请在该项中列出,并简要说明。

三、安全风险防控措施

结合上述分析,对人为因素、设备因素、环境因素等可能产生的影响,拟采取的有效应对措施(如个人安全防护、实验操作控制、设备安全保护和检查维护、实验环境维护等)。

四、安全对策建议

课题组长对本实验的现场环境、人员操作和防护、现场应急处置(如应急物资、应急处置方案等)提出的意见和建议。

安全员(签字): 年 月 日

课题组长(签字): 年 月 日

实验室主任(签字): 年 月 日

附件 3

水热反应釜安全使用注意事项 与一般操作规程

注：此附件为“水热反应釜安全使用注意事项与一般操作规程”的参照性文件，课题组在实际使用时应充分结合实验室的实际特点、人员状况、设备状况等，制定更加有针对性的注意事项和操作规程，做好安全措施。

水热反应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。常见的水热反应釜使用温度为 180-220℃，设计使用上限为 1-3MPa。



图 1 (a)(b) 为无泄压设计的水热反应釜；(c)(d) 为具有泄压设计的水热反应釜

一、水热反应釜安全使用注意事项

(一) 风险辨识

使用水热反应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，进行水热反应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。

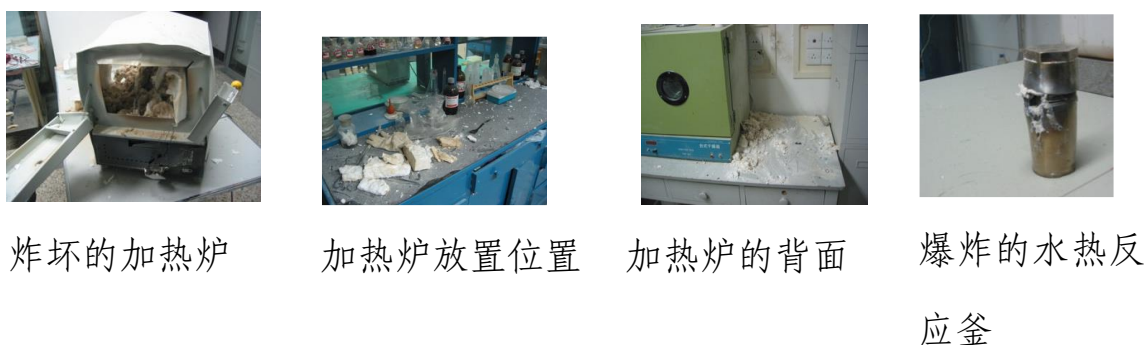


图 2 水热反应釜爆炸事故照片

（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，全程采取防爆措施。

- 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防爆烘箱移动水热反应釜。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反应釜。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反应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并发放上岗证，持证者方可操作使用。

3. 危险实验报备：开展水热反应必须履行危险实验报备程序，经安全员、导师、课题组长审核后报综合处备案。

4. 应急响应：发生任何紧急情况时立即切断电源，停止加热，并通知实验室负责老师和安全员，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，并在水热反应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。

5. 泄漏清理：使用者有责任清洗水热反应釜，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废弃物处理原则进行处理。

★ 由于污染的水热反应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反应釜不可使用。

（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，都应停用。

2. 当用水热反应釜进行实验时，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 1/2，确保当水热反应釜被加热时，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反应釜，这会导致水热反应釜压力超出可控范围。

4. 严禁水热反应釜过热。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. 严禁超压使用水热反应釜，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，应等待水热反应釜完全自然降温后方可进行下一步操作，严禁将水热反应釜在水中骤冷。

7. 直到水热反应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反应釜进行实验：

- (1) 含有放射性物质；
- (2) 含有爆炸性物质；
- (3) 含有可能分解或设置温度下不稳定的化学物质；
- (4) 含有污染的针头；
- (5) 含有高氯酸等强氧化性和强还原性（如水合肼等）；

(6) 强氧化剂（如硝酸）和有机物的混合物。

二、水热反应釜一般操作规程

(一) 设备维护

1. 严格执行每次使用前对水热反应釜进行外观检查（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水热反应釜及其内胆；

2. 用唯一的编号给水热反应釜标记，严禁使用不配套的水热反应釜配件。

3. 不允许擅自维修水热反应釜，有问题的水热反应釜须返厂由专业人员进行维修。

4. 严禁使用外观检查不合格或清洗不到位的水热反应釜。不能使用的水热反应釜须张贴警示标识，告知“水热反应釜有故障不可使用”。

(二) 使用水热反应釜实验前准备

1. 实验开始前须在水热反应釜使用的防爆烘箱门上张贴“带压实验进行中，切勿调整温度”的警示标识，并标记实验过程所需温度，烘箱的放置地点与实验室内人员保持一定的安全距离。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。

2. 使用有超温保护(双表双控)或超温报警的防爆烘箱加热水热反应釜,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反应釜实验。

3. 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)。

4. 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反应釜进行实验。

(三) 水热反应釜的装配

1. 将不锈钢底板安装在正确且配合完好的位置。

2. 将反应体系转移至水热反应釜的内胆(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 $1/2$,推荐使用体积应小于等于容积的 $1/3$ 。

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。

4. 轻轻将聚四氟乙烯(或其它材料)内胆放进水热反应釜,并确认盖子严密。

5. 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。带有法兰盘的水热反应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。

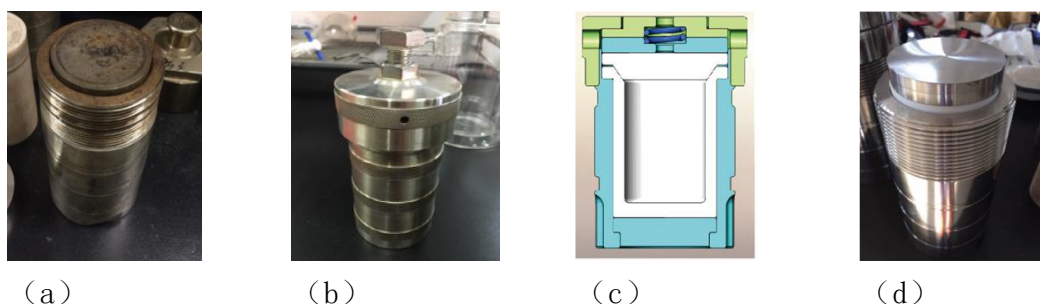


图 3 (a) (b) 顶盖正常安装的水热反应釜；(c) 带泄压设计的水热反应釜剖面图；

(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反应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反应釜（图 1a, 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反应釜（图 3c）增加了安全设计，但仍应严格按照操作程序使用。

6. 不可将水热反应釜离开桌面进行紧固，任何倾斜都会导致内部料液泄露。水热反应釜厂商应提供上下紧固的专门配套工具。

7. 将紧固好的水热反应釜转移到专用防爆烘箱，注意转移

过程不可倾斜。

★ 水热反应釜在装卸时要固定，出口垂直向上，切勿对人。

(四) 反应过程

1. 水热反应釜放置在有精密控温仪的专用防爆烘箱中，设置并记录安全反应温度，在恒温之前需值守，确认防爆烘箱可以正常工作。

2. 如果专用防爆烘箱被提前预热，请戴隔热手套放置水热反应釜。

3. 做好实验记录，并在专门的水热反应釜实验登记本上记录反应体系和水热反应釜编号。

(五) 实验结束后处理

1. 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。

2. 关闭防爆烘箱电源，自然冷却至室温再取出水热反应釜，严禁在防爆烘箱温度高于 30 ℃ 以上时打开防爆烘箱取样。注意不要用水淬冷！

3. 待水热反应釜冷却至室温后，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反应釜，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。

4. 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。

5. 实验结束后，彻底清洗水热反应釜及其内胆和配件。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。

6. 清洗并干燥后的水热反应釜按编号一起存放，避免使用时的配套错误。

7. 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。

8. 水热反应釜放置的防爆烘箱应该设置专用空间，周围安装防护网。

常见体系的饱和蒸气压及气压计算

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	3228.6	268	5329.8
208	1831.1	239	3286.3	269	5414.3
209	1868.4	240	3344.7	270	5499.9
210	1906.2				

注：水在 180~270℃ 范围内的饱和蒸气压

对于最后压力的估算，除了考虑饱和蒸气压，还要考虑液体温度升高，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如下（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：

$$\frac{P_0 V_0}{T_0} = \frac{P_1 V_1}{T_1} \quad (1)$$

采用上述公式，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℃，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℃ 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。

$$\frac{P_0 V_0}{T_0} = \frac{P_1 V_1}{T_1} \quad (2)$$

采用公式（2）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 °C 下的压力， V_1 是 200 °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/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！所以在用水热反应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。

附件 4

高压反应釜安全使用注意事项与操作规程

注：此附件为“高压反应安全使用注意事项与操作规程”的参照性文件，课题组在实际使用时应充分结合实验室的实际特点、人员状况、设备状况等，制定更加有针对性的注意事项和操作规程。使用高压反应釜开展实验必须履行危险实验报备程序，经安全员、导师、课题组长审核后报综合处备案。

一、高压反应釜安全使用注意事项

(一) 高压反应釜要在指定的地点使用，并按照使用说明进行操作。

(二) 查明刻于主体容器上的试验压力、使用压力及最高使用温度等条件，要在其容许的条件范围内进行使用。

(三) 压力计所使用的压力，最好在其标明压力的 1/2 以内使用，并定期把压力计与标准压力计进行比较，加以校正。

(四) 实验前预先根据反应物的量估算该反应能产生的压力大小，其产生的压力必须小于釜体所承受的最大压力。

(五) 氧气用的压力计，要避免与其它气体用的压力计混用。

(六) 安全阀及其它的安全装置，要使用经过定期检查符合规定要求的器械。

(七) 使用高压反应釜后，应及时清洗釜体、釜盖等，保持釜内部及衬垫部位清洁。

(八) 高压反应釜放气必须在通风橱中进行，且通风橱中无易燃易爆物。

(九) 反应釜放置于通风橱反应时，阀门严禁朝向通风橱外。充放气时，阀门严禁朝向有人处。

二、高压釜操作规程

(一) 说明

1. 高压反应釜属于危险仪器，需向有资质的厂商购买，并索取产品说明书，清楚高压反应釜的使用压力和温度极限。

2. 高压反应釜属于危险仪器，禁止任何人未经管理员培训擅自使用

3. 使用过程中要经常观察高压反应釜状态，仪器发生漏气等故障时，应立即排除故障后方可使用，若故障无法排除，应立即停止使用。

(二) 高压反应釜的组装

实验用高压反应釜由釜体、表头和阀门三部分组成。组装步骤：1 釜体；2 表头；3 阀门。高压反应釜的组装须由课题组长指定专人负责。

1. 釜体安装

先在釜体上部分装入大小合适的四氟垫片，然后用手将高

压反应釜的釜体上下两部分拧紧（顺时针旋转），将其置于实验台的底座中固定好，再用扳手进一步拧紧高压反应釜（顺时针旋转，用力不宜过猛，否则垫片变形严重）

2. 表头安装

釜体拧紧后，再进行表头的安装。先在釜体上部分与表头连接处装入大小合适的四氟垫片，然后在表头螺纹处缠上生料带，然后先用手拧紧表头与釜体连接处的螺帽。手拧不动后换用双扳手拧紧，一个扳手固定螺帽，另一个扳手旋转表头至拧不动为止（剪刀式）。注意拧完后，表头与釜的出气口处于同一平面。

3. 阀门安装

釜体拧紧后，再进行阀门的安装。将阀门套在釜体出气口处，先用手将阀门拧紧，然后用记号笔标记，用双扳手拧紧，一个扳手固定阀门，另一个扳手旋转螺帽 $5/4$ 圈，使卡套套在出釜体气口处（剪刀式）。注意拧完后，阀门与表头处于同一平面。

注意：如果是旧釜进行阀门更换，不需要遵守旋转螺帽 $5/4$ 圈规则，只需把螺帽拧紧即可。

（三）高压反应釜的验漏

新组装完成的高压反应釜必须先检验是否漏气后再使用！验漏分粗验和细验两个步骤，先粗验然后细验。高压反应釜的

验漏须由课题组长指定专人负责。

验漏：给高压反应釜充 50 atm 氮气或其他惰性气体，用记号笔标记压力表指针所在位置。

1. 粗验：取一塑料桶，将桶中灌入约 2/3 水，然后将高压反应釜竖直浸入水中（压力表在上，水位不要漫过压力表下部）。观察釜体、阀门、釜体和阀门连接处、釜体和表头连接处这四个地方是否有气泡产生。若有气泡产生，则漏气比较明显。用记号笔标记好漏气位置，在通风橱中拧开阀门放气后，将其置于实验台的底座中固定好，对漏气位置进行修理。

2. 细验：若在第一次水浸粗验检测中未发现明显漏气，还需进行第二次细验是否漏气。将高压反应釜于通风良好处静置 24 小时，观察压力表指针是否与记号笔标记处发生偏转。若压力表指针与记号笔标记处发生偏转，则有缓慢漏气。在通风橱中拧开阀门放气后，将其置于实验台的底座中固定好，对可能漏气位置（釜体，阀门，釜体和表头连接处）进行修理。

注意：漏气修理完后的高压反应釜，需要重新进行验漏，确定不漏气后才可使用。

（四）高压反应釜的编号

确定高压反应釜不漏气后，需将高压反应釜进行编号，釜体的上部分和下部分必须配套使用，其螺纹才能保证高压反应釜的气密性。

编号格式：姓名首字母-数字（例 cf-1）。釜身和表头处各一个编号，需一一对应，防止使用过程中高压反应釜上下两部分用混。

（五）高压反应釜的性能参数

1. 容量：根据反应物的量来选择釜的大小，实验室使用高压反应釜容量原则上不超过 100ml；安全起见，建议不超过 50ml。

2. 反应容器：反应中可使用欣维尔试管做为反应容器，也可使用聚四氟管做为反应容器。实验室为了清洗方便，一般使用欣维尔试管做为反应容器。

3. 反应极限：高压反应釜有一定的承压及受热范围，使用前一定要清楚。组装的高压反应釜最高耐压 10 MPa，由釜体的金属强度决定。最高耐受温度为 200 °C，由四氟密封垫圈的性质决定。实验室使用极限：（8 MPa，100 °C）。

（六）高压反应釜的使用前检查

高压反应釜使用前需进行检查，尤其是过了一段时间没用，须重新评估高压反应釜状况是否可用于高压反应。

1. 查编号：釜的上下两部分是否配套

2. 查外观：观察釜体焊接处有无变形、开裂。若有上述情况，及时做退库处理。

3. 查釜内：观察釜内是否清洁。若不清洁可用试管刷清

洗。

4. 查垫圈：观察垫圈磨损情况，若磨损严重，及时更换新垫圈。

5. 查表头：观察表头示数是否准确，若不准确需更换表头；观察表头的螺丝是否松动，若松动及时拧紧。

6. 查阀门：阀门是否松动，若松动及时拧紧螺丝或更换阀门；阀门是否和表头处于一个平面，若角度扭曲，及时归正位置。

7. 磁子状态：

(1) 空搅，磁子放在试管中，调搅拌速率，观看磁子搅拌状况；

(2) 模拟反应，加 1 ml 溶剂，调搅拌速率，观看磁子搅拌状况。

目的：

(1) 看磁子是否消磁；

(2) 磁子的最优搅拌速率。

8. 搅拌器不同位置对磁子搅拌的影响

加 1 ml 溶剂，模拟反应，固定搅拌速率，改变试管在搅拌器上的位置，观看搅拌器上不同位置磁子搅拌状况，对于搅拌异常的区域可以用记号笔标记，架设高压反应时要避免放置在这些位置。

目的：看磁子是否会搅拌异常，甚至上下跳动（尤其需要架多个釜，平行反应时对转化率影响巨大）

（七）高压反应釜的（加料）过程

1. 将反应物加入反应釜的内衬（常用聚四氟乙烯作为内衬）中，注意加入体积应小于等于容积的 1/3，并记下加入反应物的量。

2. 将加入反应物的内衬放入反应釜中，然后闭合釜盖。组装时，先用手拧紧釜盖螺纹接口，用力要均匀，不允许釜盖向一边倾斜，以达到良好的密封效果，再用台钳拧紧釜盖。

（八）高压反应釜的充气操作（以充装氢气为例）

高压反应釜用扳手拧紧后，然后进行充气操作。高压反应釜与气体钢瓶通过连接管进行充气，首先将高压反应釜阀门与连接管充气口对准，用手将螺帽拧紧后（顺时针旋转），再用扳手进一步拧紧螺帽。

充气前确认反应气体钢瓶分压阀和连接管处的三通阀均处于关闭状态，然后依次打开气瓶总阀（逆时针旋转）和分压阀（顺时针旋转），将分压阀压力调至所需压力处。在三通阀处执行进气-出气操作 3-5 次，置换连接管中的空气。然后打开高压反应釜阀门，在三通阀处执行进气-出气操作 3-5 次，置换高压反应釜中的氮气。待高压反应釜压力表达达到气瓶分压表压力时，先关闭高压反应釜阀门，再关闭三通阀（表头显示压

力不准，以反应气体钢瓶分压读数为准)。用扳手将连接高压反应釜阀门与连接管充气口的螺帽拧开(逆时针旋转)。

按上述方法将从手套箱带出来的所有高压反应釜充完气体后，关闭气瓶总阀，在三通阀处执行出气操作将管路中的反应气体放出，最后将分压阀松开。

若反应需要特定压力(安全量程之内)，应先在低压下置换管路中的空气和高压反应釜中的氮气，待最后一次充气时，再调节分压阀压力至特定压力，待高压反应釜压力表显示达到所需压力时，关闭高压反应釜阀门，后续操作如上。

(九) 高压反应釜的反应过程

1. 在反应釜附近张贴“高压实验进行中”的警示标识，并标记实验的反应温度，压力。
2. 反应釜放置于通风橱反应时，阀门严禁朝向通风橱外。

(十) 高压反应釜的放气操作

反应结束后，停止搅拌，待釜体恢复至室温时，在通风橱中缓慢打开放气口，放出釜内高压气体。放气过程中严禁出口对准人!

将高压反应釜放置于实验桌的底座平台上，用配套的工具将高压反应釜拧开。在打开过程中做好个人防护。