



高温高压反应釜

1. 放样品，磁子；对角拧紧螺栓；
2. 打开进出气阀门，通保护气5~10min以排出釜内原有空气，关闭出气阀门，5min后继续通保护气5~10min，排尽空气后关闭出气阀门；
3. 进气以升高釜内压力至所需压力；然后开启仪器；
4. 设定反应温度，反应时间，磁力搅拌转速后开始实验，待仪器“哔”的一声后关闭仪器；
5. 抬出反应釜置入冰水中冷却，待压力表显示数值比起始设定压力高一点时取出反应釜；
6. 打开排气阀收集气体，收集完后可开启螺栓（对角法），取出反应后产物，收拾台架。

高温高压反应釜基本操作说明（一）



反应釜釜体和釜头



高温高压反应釜控制器

1) 磁力搅拌器; 2) 磁力冷却水管; 3) 热电偶 (反应温度); 4) 热电偶 (加热温度); 5) 热解气管道; 6) 反应釜内冷却U型水管; 7) 加压管 (连接惰性气体气瓶); 8) 测压管 (接压力传感器); 9) 转速测量仪; 10) 调速器; 11) 釜内温度显示仪表; 12) 加热温度显示仪表; 13) 加热开关; 14) 电源开关

高温高压反应釜材料为不锈钢, 内部反应容积为1L, 设计温度600℃, 设计压力为40Mpa, 加热方式为电路辐射加热, 可在此反应釜内进行水热、热解实验。

1: 装置连接及气密性检查

卸下釜头, 装载物料 (物料装在专用不锈钢桶中)。用扳手固定螺母, 连接主要气水管路, 主要包括: 磁力搅拌器冷却水管, 釜内U型冷却水管, 惰性气体加压管, 测压装置, 热解气体出口管。在所有管路连接好后, 插入热电偶, 整个装置连接完成。



装置连接完成后, 开始检查气密性。关闭热解气出口阀门, 打开加压管阀门, 待釜内压力达到一定程度后, 关闭加压管阀门, 观察压力表变化。若在5分钟内压力降低较少且不再变化, 可进行下一步操作。

打开热解气出口阀门, 排处系统残留空气, 保证反应系统处于真空状态。排空以后, 关闭热解气出口阀门, 打开加压管阀门, 直至釜内压力达到设定值, 关闭阀门。



高温高压反应釜基本操作说明（二）

2: 升温过程

打开电源开关和加热开关，调节温度增减按钮  ，从而设定反应温度和加热温度。由于热阻存在，最终加热温度一般与实际温度存在 50°C ~ 80°C 差值。在升温过程中，适当增减二者温度差值，从而控制升温速率，



。由于该高温高压反应釜为电辐射加热，热传导式换热，升温速率较慢，不能进行数字式程序升温。需要在不断的实践中积累，前几次实验一定要记录升温曲线。

通过调节直流电机输出功率，控制磁力搅拌器旋转速度， 。

当温度超过 300°C 时，打开冷却水阀门，防止磁力装置过热顺坏。

3: 实验完成

实验完成后，关闭加热开关，待温度压力下降到常态时，进行实验后处理。

4: 注意事项

- 1) 实验前，需进行气密性检查；
- 2) 前几次实验需要记录升温曲线；
- 3) 反应温度压力不能超过设定值；
- 4) 实验中途出现问题，不能着急。关闭电源，缓慢打开泄压阀门，直到温度压力降到可操作值（ $T < 60^{\circ}\text{C}$ ， $P = 0.1\text{Mpa}$ ），开釜取样；
- 5) 实验完成后，待温度压力下降到可操作值时，开釜取样。

