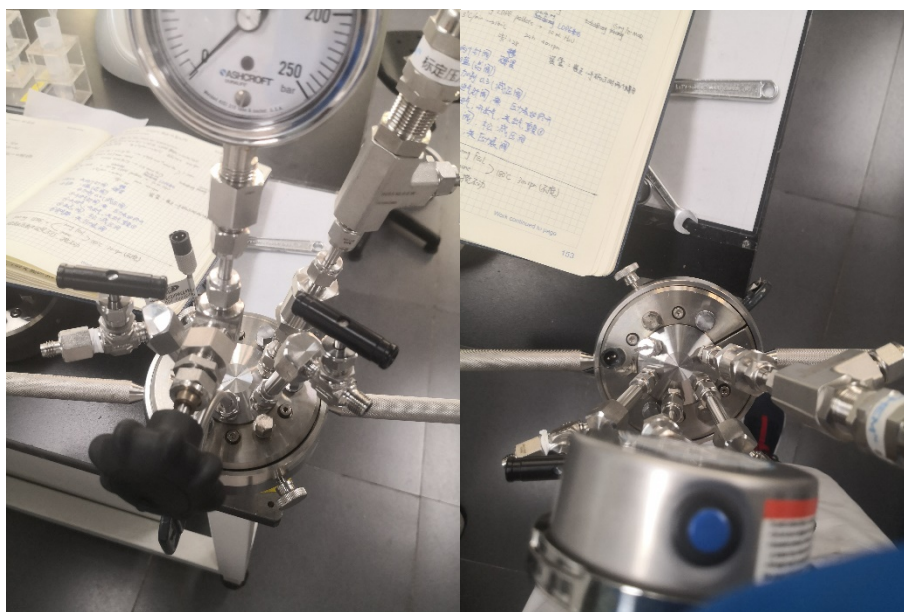


## 高压反应釜氧化反应操作 SOP

车羿臻 2023.12

### 装釜：

1. 称量催化剂和底物于内衬中，将内衬放入反应釜内；
2. 把压力表装到釜盖上，盖上釜盖，注意**釜盖应有密封圈**。将反应釜和釜盖转移至助力板上，将一对卡钳卡好，注意**卡钳的螺栓与釜盖上的部件错开**。先把保护环套在卡钳外套紧，紧固螺栓。此时，反应釜应组装成下图所示的情况，保证放入加热套后压力表正对前方。**对角**拧紧卡钳上的六个螺栓，先用一样的力用手拧紧，再用 10 mm 扳手**对角**紧固螺栓，注意用扳手拧完第一对螺栓后，拧其他两对前需要先用手拧紧。用扳手拧螺栓重复几次，直至用相同力量无法拧动。需要拧得较紧；



### 充气：

1. 充氧气必须在电化学工作间 GC 左边的气路充气，用 12 mm 扳手接好 O<sub>2</sub> 气路；
2. 充气前，务必确保进、出气的两个针阀关闭，压力表阀门打开，注意**两个针阀轻轻拧紧即可，感受到阻力就立即停止拧紧**；
3. 打开气路总阀(蓝色阀门)，调节减压阀至气路压力表示数为所需压力，打开进气针阀，反应釜压力表稳定后，关闭进气针阀，打开出气针阀排气，重复 3 次。排气时需要注意不要把所有的气全部排完，否则空气会倒灌；
4. 最后一次充气完成后，关闭进气针阀，关闭气路总阀，拧松减压阀至最松，拆卸 O<sub>2</sub> 气路，此时能听到气路中残留的高压气体放气声；

### 加热：

1. 将充好气的反应釜放入加热套中，连好温控线，确认温控线另一端接在了白色加热套上。设定转速和温控程序，点击开启开始反应。温控程序要检查两遍。温控程序：初始温度 20℃，升温时间 28min，反应温度 160℃，保持时间 720min，最终温度 160℃。
2. 开新的反应时应该等待反应釜升至设定温度并平稳运行后再离开。

### 反应后处理：

1. 拔下温控线，关闭磁搅和加热套，把反应釜转移至助力板上；
2. **打开**压力表阀门，打开出气针阀排气，能听到气声。将压力表拆下放回关闭的加热套内；

3. 用 10 mm 扳手依次对角拧松卡钳的六个螺栓，再拧松保护环套；
4. 打开釜盖，取出内衬。打开釜盖的每个阀门，用乙醇冲洗每个口三次；
5. 如果反应釜内壁有残留物质，用乙醇润湿的无尘纸包好镊子头，洗刷内壁至最后一次洗完无尘纸上没有污染物。回收产物后，在马弗炉里 600℃ 烧 10min 内衬

注意事项：

1. 这个釜卡钳的螺栓是 10 mm 的，现在有两套卡钳的螺栓都是 10 mm 的，拆下来就放到自己的加热套上，别混了。比较新，再回去认一下