

化学工程与环境学院

科研实验室高温高压设备管理规定

第一章 总则

第一条 为加强学院科研实验室安全管理，减少安全隐患，维持正常科研秩序，结合科研实验室高温、高压等设备使用的实际情况，特制定本规定。

第二条 学院常用高温高压设备主要包括：烘箱、电阻炉（马弗炉）、管式炉、高压反应釜、水热反应釜、气瓶等。

第三条 科研实验室安全管理人员须提高安全意识，加强对高温高压加热设备的使用与管理，定期检查加热设备的安全状况，杜绝违规操作。

第四条 使用加热设备的实验室应配备相应的防护设施，制定相应的实验风险评估及应急预案，配置现场急救用品和消防设施等。

第二章 烘箱、电阻炉及管式炉等加热设备安全使用

第五条 烘箱、电阻炉及管式炉等加热设备应放置在通风干燥处，不得直接放置在木桌、木板等易燃物品上，放置位置高度合适，方便操作。设备周围有一定的散热空间，不得存放易燃、易爆、易挥发性化学品和纸板、泡沫、塑料等易燃物品，不能放置冰箱、气体钢瓶等设备，不得堆放杂物，并且在设备旁醒目位置张贴高温警示标识。

第六条 使用烘箱、电阻炉、管式炉等加热设备使用前必须制定

安全操作规程，张贴在设备旁醒目位置，配备必要的防护措施，并对使用人员进行安全操作培训，确保使用人员正确使用。

第七条 使用烘箱、电阻炉、管式炉等加热设备时，须加强观察，一般至少每隔10~15分钟应观察1次，或有实时监控设施，严禁无人监管运行。如因特殊情况进行夜间开机，必须有人员值守并做好必要的安全防范与应急处置措施。

第八条 严禁将易燃、易爆、易挥发性物品置于普通烘箱中加热，以免发生爆炸、火灾等事故。严禁使用塑料筐等易燃容器盛放实验物品在烘箱等加热设备内烘烤。

第九条 经常保持设备内及周围环境清洁。泄压盖或散热板等附近不能放置任何物品，注意其容易发生危险的范围内人员和其他事物的安全。

第十条 烘箱、电阻炉、管式炉不可使用接线板供电。从加热设备内取出试样时一定要切断电源，以防触电。装取试样时要戴专用手套，以防烫伤。未经许可不得随便触摸开启的加热设备及周围的试样。使用完毕后必须及时切断电源，并确认其冷却至安全温度才能离开。

第十一条 烘箱、电阻炉、管式炉一般使用期限控制为12年，如超期使用必须对设备的使用状态进行年检，确保设备工作状态良好，并将年检报告报学院及实验室安全管理办公室。

严禁使用有故障、破损的烘箱、电阻炉。在对设备进行检修、修理之前须关闭电源。检修与修理必须由专业人员进行。

第三章 高压反应釜、水热反应釜管理要求

第十二条 实验室非特种设备压力容器安全管理

除不需登记取证、定期检验外，参照特种设备管理。建立台账，做到心中有数。需制定相应的安全管理制度。根据设备说明书及压力容器相关规定制定安全操作规程。根据可能发生的事故类型制定事故应急处置方案并定期演练。

对设备进行风险辨识，加强安全培训，熟知风险种类和操作规程。指定安全负责人，定期进行隐患排查，发现问题及时处理。根据设备存在危险设置安全警示标志。配备个人防护用品并督促实验人员正确穿戴。

第十三条 实验室反应釜操作注意事项

一定要把压力表的计量单位看清楚，从马弗炉、烘箱等加热器中拿出反应釜后，将其静置在通风橱内自然冷却，不要用冷水冲洗降温，以免爆炸，最好隔夜冷却，当确认釜内温度低于反应物溶剂的沸点后才能打开反应釜，冷却过程不要扭动釜盖，等釜体温度到达室温后再在橱内开釜；开釜前可以检查底部垫片是否松动，作为泄压完全的标准。

一般反应物的加料系数要小于0.8，溶剂体积比保持在70%以下，产气量大的，如氨水或双氧水等，填充率一定要在30%以下。确保反应釜下垫片位置正确（凸起面向下），然后依次放内胆、上垫片，先拧紧反应釜盖，反复确认无误后，再用螺杆拧紧反应釜盖（最好买带

螺杆的反应釜)。

反应温度一定要小于规定的安全温度，有特殊要求需定制特殊反应釜；常年不用的反应釜，没有说明书和操作说明的不要用。护目镜、手套、工作服等个人防护用品佩戴齐全。时间仓促、疲劳状态不可进行实验。

第十四条 水热反应釜的使用方法

参数及优点：

耐温：建议200°C及以下使用，可使用烘箱、油浴锅、马弗炉加热

耐压：3MPa

安全系数高：充分考虑了安全性，由被迫控温转为自动控压

密封性能好：釜体选用圆形榫槽密封规划，手动螺旋紧固，密封性能好

使用方便：内衬选用特别规划，易于清洗，精细设备加工，内壁光滑，不挂水，内衬材料质量稳定，无黑点、黄点、细小裂缝等缺点，选用的原料、设计、生产工艺也能影响试验成果。

构成：不锈钢的钢套、釜盖、聚四氟乙烯内衬（内衬）、钢棒、不锈钢垫片（两片）。

规范操作：

使用前：四氟内衬需用酸液（因试验要求）浸泡一段时刻，可将四氟内衬外表的附着物清洗洁净；检查

使用中：将溶剂和样品加到四氟内衬中，并确保加料系数小于0.8。盖好压紧（即便压紧，四氟盖子和四氟杯体接口处仍有约1毫米的

起密封效果的縫隙)，再把四氟內衬放到不銹鋼鋼套中（鋼套里面的鋼墊是小面朝下），兩片鋼墊合作蓋好，擰緊釜蓋，再用鋼棒助力擰緊；將裝好反應物并擰緊的水熱反應釜放到烘箱中加熱，當溫度達到100°C時，堅持一小時，再升溫到所需溫度，堅持兩小時。加熱溫度最高不能超越230°C；依據不同的樣品的技術指標，確定不同的加熱溫度及加熱方法。

使用後：反應完畢後，不能當即把水熱反應釜擰開，要確認釜內溫度低於反應物系種溶劑沸點後，先用鋼棒把釜蓋旋扭鬆開，然後將釜蓋翻開。冷卻後外罐能夠很輕鬆翻開，如果打不開，用鋼棒助力翻開。試驗完畢要及時將其清洗潔淨，以免銹蝕。釜體、釜蓋線密封處要分外留意清洗潔淨，并謹防將其碰傷損壞。

特別注意：

- 1) 使用時，其使用溫度不要超過最高使用溫度230度。
- 2) 切計不可放入能分解產生氣體的化學試劑，如HNO₃、H₂O₂、過氧化物、銨鹽、高氯酸等。
- 3) 開蓋時一定要降至室溫，且蓋和釜體避免正對身體。
- 4) 定期檢查，腐蝕變形的反應釜應立即報廢。
- 5) 試劑加入量般為內衬容量的1/3到1/5

注意事項及防護辦法：

多數樣品在80到140°C之間能夠反應、消解，儘管消解罐耐溫可達230°C，但仍不建議用戶使用溫度到達或超越200°C，一些難溶物質只需反應時刻長些也可反應，溫度過高，四氟內衬簡單變形而洩漏樣品，并影響使用壽命，不建議溫度過高使用。如果溫度超過200度，建議使用PPL內衬。

反应用溶剂参加量依据不同试验而定，一般为内衬容量的1/3到1/5。如果反应物的产气量很大，建议冷硝化，使用高氯酸、双氧水、硝酸等特别要留意，尽量避免使用这些易产生气体溶剂。

烘箱质量要好，烘箱内部实际控温要到达 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ ，要考虑到一些旧式烘箱温度会有 20°C 的过冲，高温时更显著。

烘箱开始升温时房间内不得有任何人员，以防爆破伤人！降温到室温后方可进入，取罐时需有必要的安全防护办法，比方：面部防护、手部防护、呼吸防护等。

误操作，操作人员由于疏忽将各部件装置错误（如小垫片装置），可能会导致内衬变形、损坏等状况呈现，但不会出现爆炸等现象。

使用寿命及作废建议：

由于每一个实验的试验进程、条件、要求的不同，比方反应物、反应物的量、反应时刻、温度、升温速率等，所以现在消解罐没有严厉意义上的使用寿命。

报废建议：

腐蚀：如果使用多次发现钢罐内壁或许外壁大部分发黑发黄、螺纹口锈蚀、拧紧发涩等状况时应当作废，并仔细查看同一批次一切的罐子。

注意：长期不用，保存不妥都有可能发生上述现象，应当报废。

金属疲劳：金属的盖子或垫片有变形、翘边、细小的裂纹，水热反应釜此刻应当立即作废该罐，并仔细查看同一批次的罐子。

其他任何使用人员有理由认为应该报废的。

化学工程与环境学院

2022年10月31日