

赛因脉冲电闪蒸反应器 V1.0

使 用 说 明 书

2022 年 11 月 23 日

一、设备概要：

赛因脉冲电闪蒸反应器主要包括电源控制箱，真空反应箱，真空泵，温度传感器，采集电脑，反应夹具，石英管，堵头等。

二、设备界面：



图 1. 设备外观（以实际收到为准）

赛因脉冲电闪蒸反应器控制系统

电容放电时间设定	0.0	S	初始电阻	0.00	启动
电容闪蒸次数设定	0	次	最终电阻	0.00	停止
放电等待时间设定	0.0	S	清空电容		电阻检测
闪蒸电压设定	0	V		0.00	0.00
当前闪蒸次数	0	次			阶段升温
放电电流	0.00	A	电容电压	0	脉冲放电
闪蒸温度	0	℃			

图 2. 闪蒸放电界面

赛因脉冲电闪蒸反应器控制系统

	第一段	第二段	第三段	第四段	
温度设定	0	0	0	0	℃
时间设定	0.0	0.0	0.0	0.0	S
升温状态	☐	☐	☐	☐	
恒温计时	0.0	0.0	0.0	0.0	S
高级参数设置	增益 0.0	积分 0.0			电阻检测
	微分 0.0	电压: 0	V		0.00
当前电压	0.00	V	当前电流	0.00	A
			当前电阻	0.00	Ω
			当前温度	0	℃
					启动
					停止
					脉冲放电
					闪蒸放电

图 3. 阶段升温界面



图 4. 脉冲放电界面

三、主要技术参数

	主要参数
电源电压	220V
总功率	3500W
电容容量	90±5mF(18mF*5)
电容电压	10~300V
电容电流	0~400A
电容放电时间	0.1~9.9s
恒压电源	3000W（36V83A）

阶段升温放电时间	1~999s
阶段升温段数	4 段
脉冲放电时间	0.02~60s
升温温度	400~3600℃（红外探头）
最高温度	3600℃
升温速率	最快~10 ⁵ °C/s
降温速率	最快~10 ³ °C/s
最大采样频率	1000Hz
真空箱真空度	≤ -92kPa

四、设备基本介绍

1. 脉冲电闪蒸反应器是集脉冲闪蒸焦耳热系统、快速焦耳热阶段升温系统和脉冲快速焦耳热为一体的自动化电闪蒸设备。它包括两个电源系统（电容放电系统和恒压放电系统）和实时测试系统（电压、电流、温度）。

2. 电容放电系统：电容容量为 90±5mF，最高电压为 300V，最高电流 400A。

3. 恒压放电系统：36V83A 的 3000W 双外控恒压电源，最大电流为 83A。

4. 实时测试系统：反应器有电压、电流、温度实时测试系统，通过 USB 将信号输入到采集电脑，采集软件记录得到 0-10V 的电压信号 $V_{\text{信号}}$ ，采集可以达到毫秒级。电压、电流、温度分别对应于采集的 1、2、3 通道，其转换关系如下：

电压计算公式：U（伏）= $(V_{\text{信号}} \div 10) \times 500$ （有效量程为 0-500V）；

电流计算公式：I（安）= $(V_{\text{信号}} \div 10) \times 1000$ （有效量程为 0-1000A）；

温度计算公式：T（℃）= $(V_{\text{信号}} \div 10) \times 3200 + 400$ （有效量程为 400-3600℃）。

5. 真空反应系统：包括真空腔、管式反应装置、反应管、温度传感器。反应管为石英管、刚玉管、聚四氟乙烯管等。

6. 注意：（1）温度传感器是贵重仪器，探头前需要安装有防护石英片，以保证在反应管爆炸时温度传感器的安全和清洁。（2）真空表在第一次使用时需要把顶部的黑色胶块拨开一下再安装好，保证真空表的内部气压与当地气压平衡。

五、设备操作流程

（一）脉冲闪蒸焦耳热反应

1. 制作反应管：将反应物粉碎得到一定大小的均匀粉末，称取一定量的粉末（炭黑制备石墨烯一般为 0.1 克，可根据反应物密度调整，一般管内反应物长度为 5-10 毫米比较适宜）。取内径 8mm 长度 70mm 的石英管，一头装入导电堵头，从另一头装入反应物粉末，再装入另一个导电堵头，形成一个相对封闭的反应管。

2. 检测电阻：将夹具上电极杆打开到最大程度，将反应管装在反应装置上，旋转旋钮到一定程度，点击“检测电阻”，继续旋紧旋钮，同时观察触摸屏上的电阻值，达到需要的电阻值（一般为 1-2 欧姆），则停止旋转，同时再次点击“检测电阻”，停止实时电阻检测。

3. 启动真空设备：放置好反应管，把温度传感器探头对准反应物处，关闭真空箱，启动真空泵，达到所需的真空度。

4. 脉冲闪蒸焦耳热：切换到“闪蒸放电”页面。

（1）点击“电容放电时间设定”右方输入框，输入电容放电时间，一般在 0.1-9.9 秒。对 0.5-1.5 欧姆的反应管，一般放电 1.0 秒左右电容电压就非常低了，需要再次充电才能进行二次放电。

（2）点击“电容放电次数设定”右方输入框，输入需要放电的次数，这样就可以多次自动电容充电和放电。由于电容充电时间一般比较长（5-20 秒），所以在再次放电时反应管的温度基本上又降低到室温附近，可以进行多次电容放电就形成了多次热冲击，有助于新型材料的生成。

（3）点击“放电等待时间设定”右方输入框，输入充满电后放电等待时间。

(4) 点击“闪蒸电压设定”右方输入框，输入闪蒸的电容电压。不需手动充电，启动后会自动充电到此电压再进行放电。（注意：脉冲闪蒸放电时，每次放电前都会检测电阻，闪蒸电压除以反应管电阻不能超过 400A，否则闪蒸放电无法启动或者自动中止，界面也会出现超限提示。）

(5) “当前闪蒸次数”显示的放电过程中闪蒸的次数，无需输入。

(6) “放电电流”、“闪蒸温度”、“电容电压”会捕捉最大放电电流、反应管最大闪蒸温度和电容的实时电压，无需输入。（此处显示仅供参考，以采集卡为准。）

(7) “初始电阻”和“最终电阻”是在闪蒸前后要测定一下电阻值，作为反应时的参考。

5. 启动数据记录：按照后面的数据采集部分操作，进行数据采集。

6. 开始脉冲闪蒸焦耳热反应：点击“启动”即开始脉冲闪蒸焦耳热反应，控制系统按照设定好的流程进行闪蒸焦耳热反应。反应完毕，及时停止采集数据记录，保存好数据。

7. 取出反应产物：点击控制面板的“清空电容”按钮，把剩余的电量释放；真空箱放入气体到常压，打开真空箱，取出反应产物进行保存和后续检测。

8. 闪蒸焦耳热反应建议：由于闪蒸焦耳热温度会从室温快速升高至 3000℃ 或者更高，需要预处理反应管内的样品，避免挥发分（水，低沸点有机物等）骤然升温导致体积瞬间膨胀，胀破反应管导致爆炸。可以使用以下两种预处理方法消除或降低爆炸发生：（1）使用后续的快速焦耳热阶段升温系统，把反应管内的反应物在 500-800℃ 加热 1-2 秒，反应物挥发分就会大部分被蒸发出来，反应物电阻也会变得比较均匀，有利于后续的闪蒸反应；（2）使用低电压（比如 30-60V）预先闪蒸反应物 5 次以上，一方面闪蒸出挥发分，一方面消除反应物的不均匀性，电阻也会变得小一些，保证后续高电压大电流闪蒸反应的进行。

（二）快速焦耳热阶段升温系统

1. 制作反应管：将反应物粉碎得到一定大小的均匀粉末，称取一定量的粉末（炭黑制备石墨烯一般为 0.1 克，可根据反应物密度调整，一般反应物长度为 5-10 毫米比较适宜。）。取内径 8mm 长度 70mm 的石英管，一头装入缠绕四氟

生料带的导电堵头，从另一头装入反应物粉末，再装入另一个导电堵头，形成一个相对封闭的反应管。

2. 检测电阻：将夹具上电极棒打开到最大程度，将反应管装在反应夹具上，旋转旋钮到一定程度，点击“检测电阻”，继续旋紧旋钮，同时观察触摸屏上的电阻值，达到需要的电阻值（一般为 1-2 欧姆），则停止旋转，同时再次点击“检测电阻”，停止实时电阻检测。

3. 启动真空设备：放置好反应管，把温度传感器探头对准反应物处，关闭真空箱，启动真空泵，达到所需的真空度。

4. 快速焦耳热阶段升温反应：切换到“阶段升温”界面。

（1）依次设定各段的温度（一般为 500-2000℃，需要考虑电源的功率和反应管的耐高温性能）和保持的时间（一般为几秒到几十秒，温度过高时间过长会导致反应管熔化断裂）。后一段温度可以高于前一段，也可以低于前一段，但任意两段温度不能相等。如果不用需要把温度和时间设为 0。

（2）“高级参数设置”的“电压”一般为 36V，温度升高过快时可以降低一些，根据情况自己试验。

（3）“高级参数设置”的“比例”、“积分”、“微分”可以用来调整升温速度和保温的稳定性。比例一般为 3.0 左右，越大温度升高越快。“积分”一般为 0.18 左右，越大升温越慢。“微分”一般为 0，有经验的用户可以根据需求自己试验和设置。

（4）“当前电压”、“当前电流”、“当前电阻”、“当前温度”都是显示值，监控体系运行状态，无需输入。（当前温度显示 400 时，是温度传感器下限，一般不是实际温度。）

5. 启动数据记录：按照后面的数据采集部分操作，进行数据采集。

6. 开始快速焦耳热阶段升温反应：点击“启动”即开始快速焦耳热阶段升温反应，控制系统按照设定好的流程进行反应。反应完毕，及时停止采集数据记录，保存好数据。

7. 取出反应产物：真空箱放入气体到常压，打开真空箱，取出反应产物进行保存和后续检测。

（三）脉冲快速焦耳热反应

1. 制作反应管：将反应物粉碎得到一定大小的均匀粉末，称取一定量的粉末（炭黑制备石墨烯一般为 0.1 克，可根据反应物密度调整，一般反应物长度为 5-10 毫米比较适宜。）。取内径 8mm 长度 70mm 的石英管，一头装入缠绕四氟生料带的导电堵头，从另一头装入反应物粉末，再装入另一个导电堵头，形成一个相对封闭的反应管。

2. 检测电阻：将夹具上电极棒打开到最大程度，将反应管装在反应夹具上，旋转旋钮到一定程度，点击“检测电阻”，继续旋紧旋钮，同时观察触摸屏上的电阻值，达到需要的电阻值（一般为 1-2 欧姆），则停止旋转，同时再次点击“检测电阻”，停止实时电阻检测。

3. 启动真空设备：放置好反应管，把温度传感器探头对准反应物处，关闭真空箱，启动真空泵，达到所需的真空度。

4. 脉冲快速焦耳热反应：切换到“脉冲放电”界面。

（1）点击“脉冲电流设定”右方输入框，输入脉冲电流，一般在 5-83A。本反应器以恒定电流放电，因此“脉冲电压设定”的电压一般设置为 36V。如果反应过于猛烈，可以同时调低电流和电压。

（2）点击“脉冲次数设定”右方输入框，输入需要脉冲放电的次数，这样就可以多次自动放电。

（3）点击“周期时间设定”右方输入框，输入一次放电和等待时间的总时间，最大 60 秒。“脉宽设定”是放电的时间，一般为 0.02-10 秒，最大不超过“周期时间设定”值。

（5）“当前脉冲次数”显示的放电过程中放电的次数，无需输入。

（6）“当前电压”、“当前电流”、“当前电阻”、“当前温度”显示实时电压、电流、电阻和温度，无需输入。（当前温度显示 400 时，是温度传感器下限，一般不是实际温度。）

（7）“当前温度”上方是温度条，可以显示温度的高低变化。

5. 启动数据记录：按照后面的数据采集的使用部分操作，进行数据采集。

6. 开始脉冲快速焦耳热反应：点击“启动 ”即开始脉冲快速焦耳热反应，控制系统按照设定好的流程进行反应。反应完毕，及时停止采集数据记录，保存

好数据。

7. 取出反应产物：真空箱放入气体到常压，打开真空箱，取出反应产物进行保存和后续检测。

（四）数据采集的使用

1. 安装驱动和软件：本系统采用阿尔泰 USB3100N 数据采集卡，驱动和软件下载地址见阿尔泰官网。首先安装阿尔泰软件，再安装采集卡驱动，最后安装赛因数据采集软件 Joule。（采集卡驱动下载地址：<http://file.sai-yin.com/file/daq.7z>；采集卡安装视频：<http://file.sai-yin.com/file/install.mp4>；采集软件下载地址：<http://file.sai-yin.com/file/saiyin.zip>）

2. 将安装好数据采集软件的电脑通过 USB 信号线连接到电源控制箱的 USB 接口，启动数据采集软件 Joule，得到如下界面：

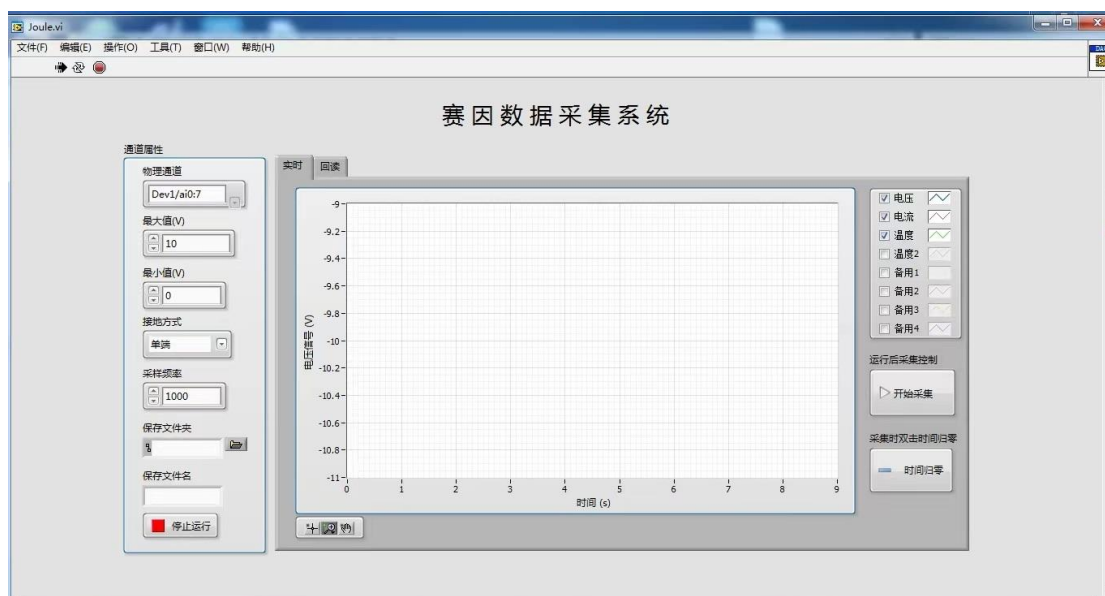


图 5. 数据采集界面

3. 界面介绍：

- （1）采集界面的“物理通道”、“最大值”、“最小值”、“接地方式”、“采样频率”一般不需要修改。
- （2）点击“保存文件夹”，选择需要保存的文件夹。
- （3）点击“保存文件名”，给出需要保存的文件名。这样，采集数据可以

实时保存在所给出的文件名中。后期可以重新通过“回读”页面打开数据来查看这些曲线。

(4) 右侧的记录曲线一般选择前三个“电压”、“电流”和“温度”，有多个温度探头时，再选择“温度 2”。

4. 采集系统的运行：

(1) 确保界面的左上角为“→”为黑色，使得采集软件处于运行状态。如果“→”为白色，则运行状态处于停止状态，点击即可改变为运行状态。

(2) 点击“开始采集”，按钮显示切换成“停止采集”，这时开始数据记录。

(3) 当点击“停止采集”后，就会暂停记录数据，按钮显示重新变回“开始采集”。再次点击“开始采集”又接着前面的数据继续采集。这样重复操作就记录下了反应所需要记录的数据。

(4) 如果采集时间过长，会造成电脑内存消耗过多，或者想清除原来的曲线重新记录，可以多次点击“时间归零”，即可重新开始显示曲线。不过归零前的数据依然在保存文件中，新数据继续追加进去。

5. 历史数据的读取

(1) 点击“回读”，切换到读入历史数据页面。

(2) 点击“选定要读入的文件”，通过打开窗口选定文件。

(3) 点击“读取”，将选定的文件读入到窗口。



图 5. 历史数据读取界面

6. 显示波形的查看

(1) 点击波形左下方的放大镜，即可显示出六个查看波形的工具。

(2) 第一个是图形选取查看，第二个是横轴选取查看，第三个是纵轴选取查看，第四个是全部显示，第五个是放大显示，第六个是缩小显示。

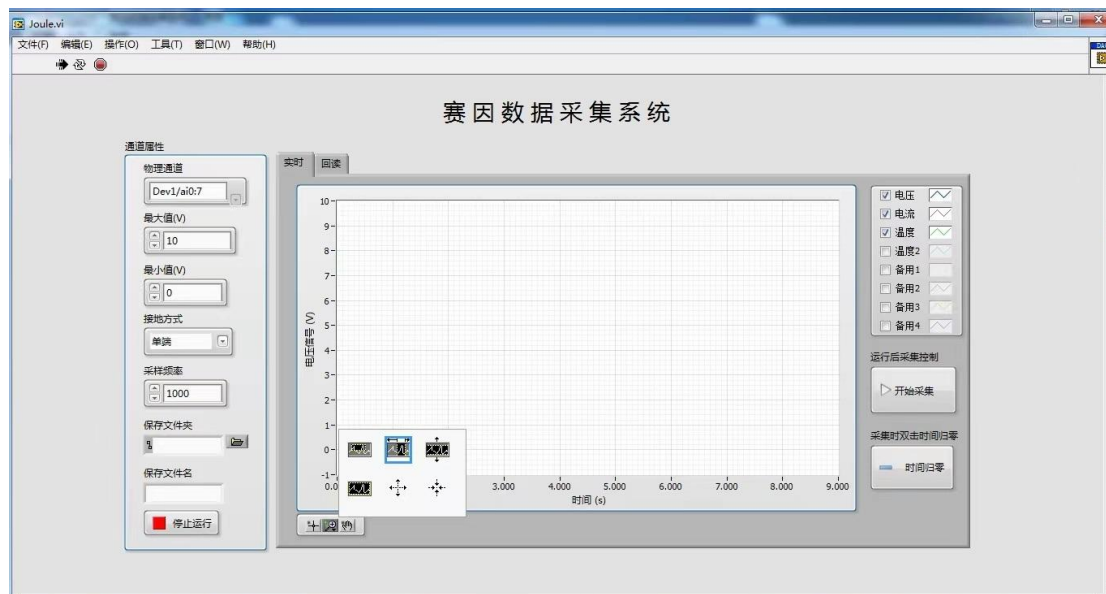


图 7. 波形查看界面

7. 波形的导出

(1) 为了便于后续数据处理，可以在按照上述选定波形后，右键在波形窗口点击，显示出右键菜单。

(2) 选择“导出”→“导出数据至 Excel”，即可打开 Excel 软件，其中有导出的数据。这些数据可以保存并进一步分析和绘图。

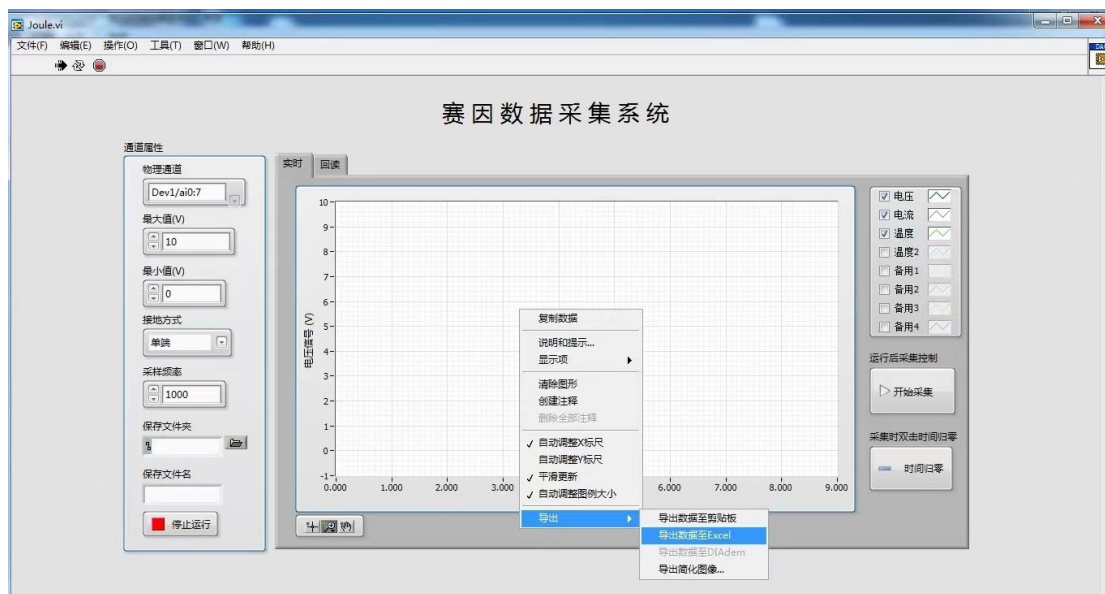


图 8. 数据导出界面

六、设备使用注意事项

脉冲电闪蒸反应器所用电容带电时，是非常危险的电子器件。必须严格按照下列程序进行使用。

(1) 每次脉冲闪蒸反应完毕，必须通过控制面板的“清空电容”按钮及时清空电容。

(2) 快速焦耳热阶段升温及脉冲快速焦耳热反应完毕，必须将电压设为 0V，防止取反应物的时候，误操作导致触电。

(3) 需要维修时，在打开电源箱门之前，必须通过电源箱上的“清空电容”手动开关彻底清空电容，并且用万用表检测电容电压低于 0.5V 时，方可在电源箱内进行维修操作。

(4) 从闪蒸反应较低的电容电压开始进行尝试，避免盲目使用高电压造成反应管爆炸。

(5) 闪蒸焦耳热反应和快速焦耳热过程中可能产生强光，注意保护眼睛。

(6) 剧烈反应时反应管可能爆炸，注意人身安全。

(7) 真空箱内应保持清洁，避免反应支架被导电粉末污染，造成短路。

七、技术服务

联系方式： 18610000351 (高经理，同微信号)

公司电话： 19934959968

邮 箱： zgsyxcl@126.com

网 址： <https://www.sai-yin.com/>

地 址：山西省太原市小店区坞城路 92 号山西大学科技园创新园区 A-1021