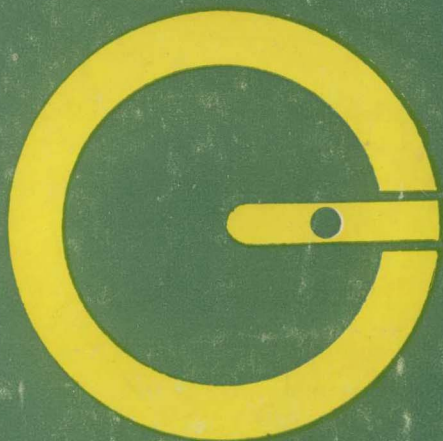


高等师范院校

实验室工作研究与探讨

杜春盛 等主编



石油大学出版社

高等师范
室工作研
杜春盛等

实验室工作研究与探讨

杜春盛等主编



200325460

石油大学出版社

鲁新登字 10 号

主 编 杜春盛 庄连峰
姜秀全 王铁云
副主编 许云凤 孙佃兴
肖伟才

高等师范院校
实验室工作研究与探讨

杜春盛等主编

*

石油大学出版社出版

(山东省东营市)

各地新华书店发行

山东临沂师范专科学校印刷厂印刷

*

787×1092 毫米 1/32 7.75 印张 166 千字

1993 年 2 月第 1 版 1993 年 2 月第 1 次印刷

印数 1—1500 册

书号: ISBN 7-5636-0305-0/C₉₃ · 10

定价: 5.20 元

说 明

为了适应社会主义建设新时期的需要,进一步推动高校实验室工作的开展,我们编写出版了这本文集。文集以高等师范院校实验室工作为主线,面对改革浪潮,深入细致地展开了研究与探讨。

在编辑中,力求突出现代特点,观点新颖、思想先进、实用性强,有一定的深度与广度,有较高的参考价值。

文集共分实验教学与改革;实验室建设与管理;实验队伍建设;实验室评估及技术研究和计算机在实验室管理中的应用五方面内容。适用于高等师范院校实验教学人员、实验技术人员、实验管理人员和实验职能管理部门,其他高校也可借鉴。

本书编委除主、副编外,还有郭英朝、曹来润、矫志军、刘林娜、阿布力孜·那斯尔。

在编辑出版过程中得到了吴大刚、梁贤邦、张守庚等专家的关心和支持,谨此表示衷心感谢。由于时间仓促,不足之处在所难免,敬请广大同行指正。

编 者

1993年2月

目 录

实验教学与改革

一级反应动力学实验数据 K-S 处理法	陈恕华(1)
400 千伏 x 射线机的电路设计与调试	冉启泉(4)
液体饱和蒸气压测定实验的探讨与改进	王成云(14)
分析化学实验课教学的探索与改革	王瑞斌(20)
热学实验改革的一点尝试	邢根芒(24)
超导研究与其它学科的关联	翁建平(28)
深化教学改革 加强学生能力培养	冯 敏(33)
生物实验应把提高学生的能力放在首位	
..... 夏海武 吴文径(38)	
几个初中物理演示实验的改进	许云凤 赵铭健(42)
深化植物实验教学 提高学生实验技能	闫志佩(46)
加强实验基本技能训练 提高学生实验操作能力	
..... 易明江(51)	
对有机化学实验课的几点改进	徐文昌(58)
物理化学实验在化学系教学中的地位 and 作用	
..... 谭继承 张华昌(61)	
实验教学要适应人才培养的需要	戚士敬 刘安平(65)
重视主要教学环节 提高实验教学质量	王瑞斌(69)
实验教学与学生智能培养	王明灼(73)
加强学生能力培养 提高光学实验教学质量	
..... 仲明礼 何卫东(82)	
半微量法有机化学实验教学改革尝试	周建峰(87)

搞好实验教学 培养学生能力	张建勇(90)
用系统论指导有机化学实验教学目标管理	张儒祥 刘先志(95)

实验室建设与管理

谈师专实验室管理的控制职能	杜春盛(100)
谈师范院校实验设备的配备	曹来润 郁章玉(104)
对物资管理机构改革的几点看法	矫志军(110)
浅谈师范院校实验室经费管理	姜秀全(115)
实验设备管理与使用浅析	王铁云(120)
目标管理方式及其在实验管理中的应用初探	陈克敏(126)

坚持原则 开拓进取 为实验教学与教改保驾护航	李东平(134)
实验教学质量探索	李菁芳(139)
研究师专特点 探寻实验室建设途径	汤世谦 吴 琪(145)

改革实验室机制 提高经济效益	李绪定(150)
师范专科学校的物资管理亟需改革	纪英兴(154)
浅谈实验室物资设备的经济管理	陈 旭(157)

实验队伍建设

适应改革需要 加快实验队伍建设	庄连峰(160)
高校实验室队伍的建设浅谈	徐伟民(164)
加强实验技术人员的技能培养	阿布力孜·那斯尔(170)
试论师专实验技术队伍建设	孙国英 牛学蒙(173)
专科院校实验室建设改革思路	孙佃兴(178)

实验室评估及技术研究

- 师范专科学校实验室建设评估研究..... 刘凤兰(186)
- 提高实验室建设的投资效益..... 刘林娜(193)
- 仪器设备现状分析及其对策..... 李振武(199)
- 论《师专教学仪器设备配备方案》的合理性与不足
- 邓 炯(204)
- 仪器设备有偿租用是为高校经济建设服务的有力措施
- 尹奇洲 赵治安(211)
- 师范院校技术装备管理体制改革的浅议
- 杜宝民 杨祖耀(214)

计算机在实验室管理中的应用

- 仪器设备标准数据库的建立与计算机计划管理的形成
- 肖伟才 郭英朝(218)
- 关于加强高等院校仪器设备计算机管理作用的探讨
- 张宝成(223)
- 低值易耗品及仓库计算机管理系统
- 姜秀全 庄连峰 杜春盛(228)
- 仪器设备计算机管理工作中数据项不留空白的探讨
- 尹奇洲(236)

一级反应动力学实验数据 $k-s$ 处理法

陈 恕 华

(江苏镇江师专)

摘 要

利用 Kezdy-Swinbourne 方法(简称为 $k-s$ 法)可以不测定反应终了时刻与反应速率有关的物理量 I_{∞} 而简捷地求算出一级反应的速率常数。以蔗糖的水解实验为例,介绍了 $k-s$ 处理法的数据处理,并与物理化学实验教材的传统数据处理方法作了对比。

用物理方法跟踪化学反应速率时,一般是测定某一个与组分浓度有单一函数关系的物理量,如旋光度、电导率、折光率、吸光度等。如在反应开始时刻($t=0$), t 时刻及反应终了时刻($t=\infty$)分别测得某物理量的值分别为 I_0 、 I_t 及 I_{∞} , 则对一级反应有

$$k_1 = \frac{1}{t} \ln \frac{I_0 - I_{\infty}}{I_t - I_{\infty}} \quad (1)$$

因此,由 $\ln(I_t - I_{\infty})$ 对 t 作图所得的直线的斜率可求得速率常数 k_1 。但对大多数一级反应, I_{∞} 比较难以测定,一般在物理化学实验中以反应足够长时间的 I_t 来近似地代替 I_{∞} , 或者升高反应温度以缩短反应完毕所需的时间,以便尽早测得近似的 I_{∞} 。显然,在常温下要测得 I_{∞} 必化费很多时间,而升温常又引起副反应的干扰而带来误差。为了解决这些困难,我们把 Kezdy 及 Swinbourne 提出的不依赖于 I_{∞} 测定的一级反应的

动力学数据处理法(简称为 $k-s$ 处理法)用于物理化学实验,不测定 I_{∞} 值而简捷地计算出一级反应的速率常数 k_1 。

一、 $k-s$ 处理法的基本原理

如在 t 时刻及 $t+\tau$ 时刻测得某一级反应的对应物理量为 I_t 与 $I_{t+\tau}$, 则由(1)式可得

$$I_t = (I_0 - I_{\infty}) \exp(-k_1 t) + I_{\infty}$$

$$I_{t+\tau} = (I_0 - I_{\infty}) \exp[-k_1(t+\tau)] + I_{\infty}$$

由以上两式可得

$$\frac{I_t - I_{\infty}}{I_{t+\tau} - I_{\infty}} = \exp(k_1 \tau)$$

解得

$$I_t = I_{\infty} [\exp(k_1 \tau) - 1] + I_{t+\tau} \exp(k_1 \tau)$$

(2)

(2)式右边的第一项与时间 t 无关,故 I_t 对 $I_{t+\tau}$ 作图可得斜率为 $\exp(k_1 \tau)$ 的直线。于是,可得速率常数

$$k_1 = \frac{\ln \text{斜率}}{\tau} \quad (3)$$

据此法还可方便地计算出反应终了时物理量 I_{∞} 值。在反应终了时,显然有 $I_t = I_{t+\tau} = I_{\infty}$ 因此, $I_t \sim I_{t+\tau}$ 直线与坐标轴夹角的角平分线 ($I_t = I_{t+\tau}$ 的交点的坐标值即为 I_{∞} 。

二、应用实例

蔗糖水解反应速率常数的测定是物理化学实验教学中的一个经典实验。我们不测反应终了时体系的旋光度 α_{∞} , 用 $k-s$ 法处理这一反应的实验数据,既缩短了实验时间,又避免了高温下副反应的影响。 $k-s$ 法处理结果与传统的方法的结果吻合。

表 1 蔗糖水解反应的实验数据

(35°C 2.2dm 旋光管 2mol/L HCl)

反应时间 t/min	10	20	30	40	50	60	70
旋光度 α_t	7.00	3.00	0.60	-1.60	-2.40	-2.90	-3.50
旋光度 α_{t+10}	3.00	0.60	-1.60	-2.40	-2.90	-3.50	-3.80

表 1 为实测数据, α_t 对 α_{t+10} 作图, 如图 1 示。图 1 中直线的斜率可计算得 1.61,

故由(3)式可得 $k_1 =$

0.0475min^{-1} 。由 α_t

$\sim \alpha_{t+10}$ 直线与 $\alpha_t =$

α_{t+10} 线的交点的坐

标值可得

$\alpha_\infty = -4.3$ 。如升温

至 60°C , 再反应 2 小

时冷至室温可测得

$\alpha_\infty = -4.1$, 由 $\ln(\alpha_t$

$-\alpha_\infty) \sim t$ 作图的直

线斜率可算得 $k_1 =$

0.0476min^{-1} 。可见

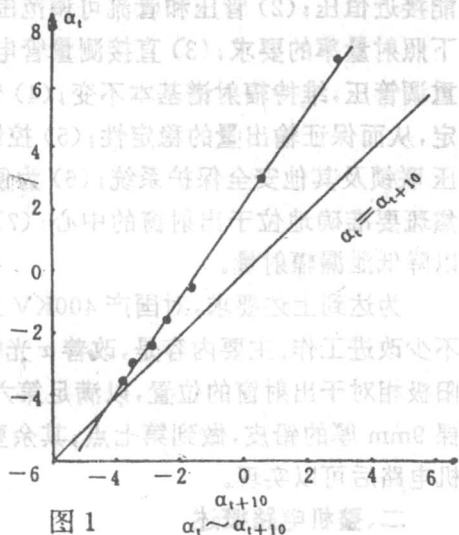


图 1

$k-s$ 法与传统方法的结果是一致的。

400 千伏 x 射线机的电路设计与调试

冉 启 泉

(四川万县师专)

一、引言

作为重过滤 x 射线源的电力 x 射线机,应具有下述性能:

(1) 为提高辐射强度,防止重过滤下输出量太低,管压应尽可能接近恒压;(2) 管压和管流可调范围要大,以适应不同过滤下照射量率的要求;(3) 直接测量管电压,以便改变管流后能重调管压,维持辐射谱基本不变;(4) 管压和管流要尽可能稳定,从而保证输出量的稳定性;(5) 控制电路应具有完善的高压联锁及其他安全保护系统;(6) 为便于系统对准, x 光管的焦点要准确地位于出射窗的中心;(7) x 光管的屏蔽要完善,以降低泄漏辐射量。

为达到上述要求,对国产 400KV 工业探伤 x 射线机做了不少改进工作。主要内容是,改善 x 光管灯丝结构、阳极倾角、阳极相对于出射窗的位置,以满足第六点; x 光管防护壳外包裸 9mm 厚的铅皮,做到第七点;其余要求通过合理地设计整机电路后可以实现。

二、整机电路概述

整机电路由正负高压发生器,高压调节与控制,管流调节与控制,计时装置及声光信号电路,安全保护及冷却系统等构成。其方块图如图 1 所示。其中,交流电源由独立设置的 10KVA 电力变压器提供。高压变压器初级用 7KW 电子交流稳压器供电,灯丝变压器初级用 1KW 电子交流稳压器供电,

当市电在 $\pm 10\%$ 范围内变化时,其长期稳定性为 0.2% 。

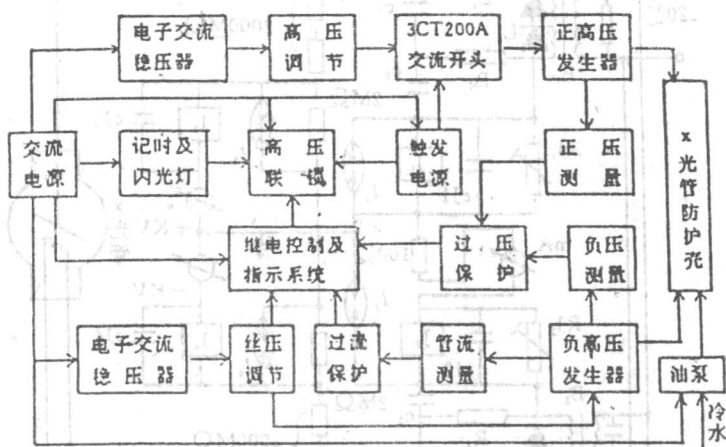


图 1 整机电路方块图

(1) 高压的产生及管压管流测量电路

图 2 是其电原理图。其中,高压采用对称式恒倍压整流电路。整流硅堆 $L_1 \sim L_4$ 的规格为 $250KV/15mA$, 高压滤波电容 $C_1 \sim C_4$ 的规格为 $0.0176\mu F/110KV$, 充电限流电阻 R_1 和 R_3 为 $100K\Omega$, 管流限流电阻 R_2 和 R_4 为 $300K\Omega$ 。在机器的大多数运行条件下,放电时间常数远大于充电时间常数,故高压接近于恒压。用经过长期电老化且用高阻电桥精心挑选过的金属膜电阻,做成两串阻值均为 $2000 \pm 1M\Omega$ 的高值电阻,并用 $100\mu A$ 直流表头分别与 $2M\Omega$ 采样电阻并联,实现了正负高压的直接测量。改变管流时,可以重调管压,若用 0.2 级表直测管压,可使重调精度优于 $0.4KV$ 。用 0.2 级表直测管流时,其准确度优于 $20\mu A$ 。

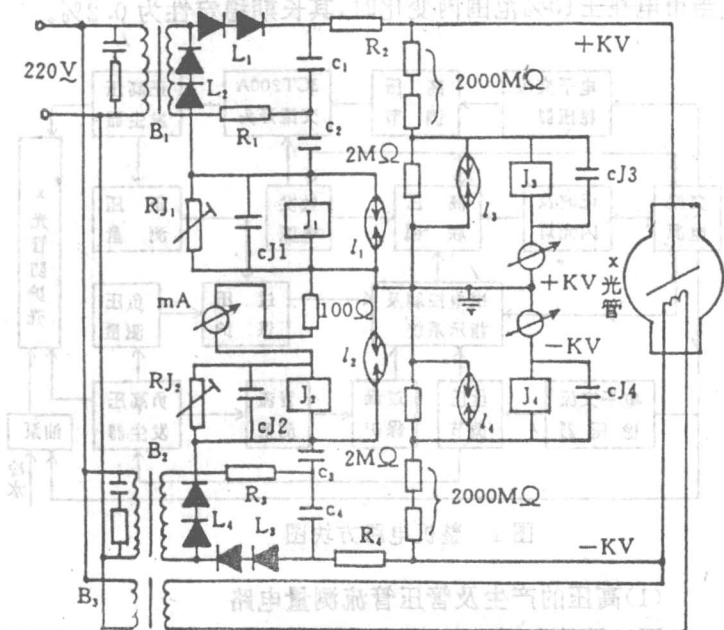


图2 高压的产生及管压、管流测量电路

(2) 管流调节与控制电路

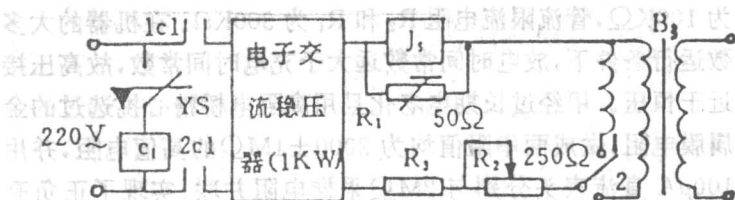


图3 灯丝电压的手动控制

在管压恒定的条件下,管流主要由灯丝电压决定,调节丝压就能调节管流。丝压的调节分为手动和自动两档,调节灯丝变压器初级回路中的可变电阻改变初级电压,次级丝压也就随之改变。图 3 是手动调节原理图。图中 R_1 为继电器 J_5 的电流调整电阻, R_2 是可调的磁盘电阻, R_3 为管形固定电阻。开关 K 位于①时是小焦点,位于 2 时是大焦点。

图 4 是管流自动调节原理方块图。当管流偏离调定值时,采样电阻(100Ω)将变化信号取出,经误差放大器放大后送入由单结晶体管脉冲产生器及整形电路构成的控制电路,再用控制电路输出的整形脉冲去控制单向可控硅(调整元件)的导通角,从而控制灯丝电压,实现管流的自动调节。其具体电路拟另写专文,故不赘述。

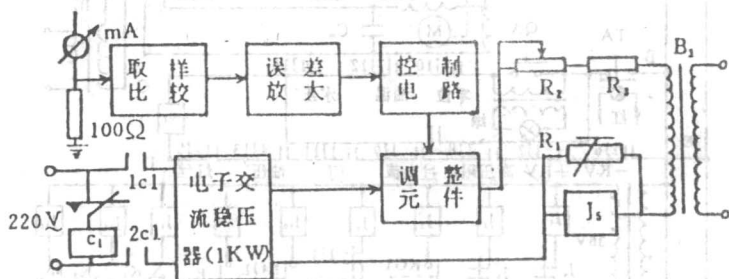


图 4 管流自动调节原理方块图

(3) 高压调节与控制电路

这部分电路由调压器 TY , 可逆电机, 双向可控硅交流开关, 高压联锁及其继电控制等构成, 其原理如图 5 所示。图中的 YS 为钥匙开关, 闭合时接触器线圈 C_1 获电, 常开触点 $1C1$ 和 $1C2$ 闭合, $220V$ 交流电源接通。高压调节是由可逆电

机 M 的正、反转带动调压器上的可动端 A 上下滑动,从而改变高压变压器初级电压,次级高压也随之改变。可逆电机由调压器的 127V 抽头供电。因 KG1 和 KO1 是行程开关的常闭触点,按升压按钮 TG 时电机就正转,A 点上滑;按降压按钮 TO 时电机就反转,A 点下滑。

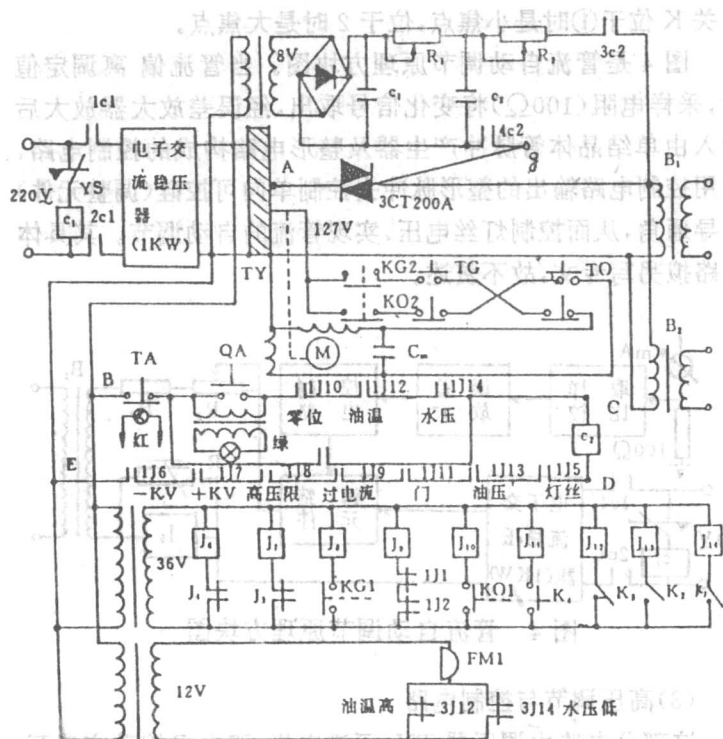


图 5 高压调节与控制电路原理图

图中的 BCDE 回路是所谓“高压联锁”装置。当电源接通后,若灯丝供电正常,则 J_5 获电,1J5 闭合。若无过电压,则 J_1

和 J_4 是闭合的,故 J_6 和 J_7 获电,1J6 和 1J7 闭合,因事先给调压器可动端 A 设置了上限位置(高压限),而运行时总低于此限,故 KG1 是闭合的, J_8 获电,1J8 闭合。若无过电流,则 1J1 和 1J2 闭合, J_9 获电,1J9 闭合。可动端 A 到零位时,KO1 闭合, J_{10} 获电,1J10 闭合。开机前关好防护门后,K4 闭合, J_{11} 获电,1J11 闭合。冷却油温不超过 55°C 时, K_3 是闭合的, J_{12} 获电,1J12 闭合。油压正常时, K_2 闭合, J_{13} 获电,1J13 闭合。冷却水压正常时, K_1 闭合, J_{14} 获电,1J14 闭合。关机按钮 TA 是常闭的。这时,按下开机按钮 QA,接触器线圈 C_2 获电,3C2 和 4C2 闭合,双向可控硅 3CT200A 触发电源接通,按升压按钮 TG 使高压变压器初级获电,次级产生高压。开机后,QA 已松开,可动端 A 离开零位而使 1J10 断开,故设立自保触点 1C2 以维持高压。实验中有时短期地出现水压低或油温高的现象,但尚需较短时间才能做完实验,若因 1J12 或 1J14 断开而切断了高压会破坏数据采集的连续性。这时宜人为切断高压,故将 1J12 和 1J14 纳入了自保范围;但由于此时 3J12 或 3J14 闭合,蜂鸣器 FM1 会给出音响信号,提醒实验者要尽快关机。

(4) 计时及声光信号电路

图 6 是其电原理图。开机后,2C2 闭合,时间继电器线圈 L 获电,1Lt 断开,电机 MT 始转,计时开始。实验时间到,2L 闭合,蜂鸣器 FM2 给出音响信号,人为切断高压。之所以未把 2Lt 接入高压联锁,也是为了保证数据采集的连续性。声光信号电路有三部分:一是与 2J5~2J14 触点对应的指示灯 $D_5 \sim D_{14}$,开机升压后这些灯全部发光,若某灯熄灭,表示对应部分有故障或灯泡损坏,应停电检修。二是在机房内设置蜂鸣器 FM3,开机时由于 5C2 闭合,FM3 给出音响信号,提醒房内人

员迅速离开。三是安装了两只闪烁红灯，一只在控制台面板上，另一只挂在机房入口的大门上。开机升压后，多谐振荡器开始工作，给出的触发脉冲使可控硅 3CT2KG 交替工作在导通和截止两种状态，红灯便闪烁发光，防止人员误入机房。

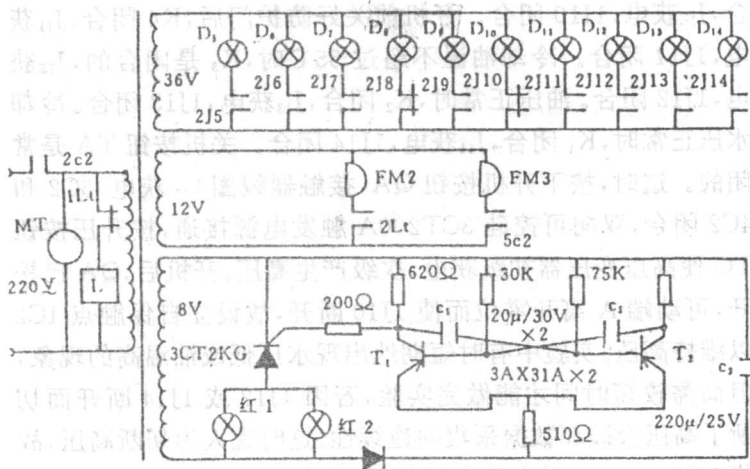


图6 计时及声光信号电路

(5) 安全保护系统

人身安全保护措施，除设置上述闪烁红灯和蜂鸣器 FM3 外，还在高压电路(图 2)中安装了 L_1 — L_4 四个放电管。当放电管的高端电位超过 350V 时，自动对地放电，避免由于相关接线断 3 或接触不良而将高压引入控制台危及人身安全。此外，整机各金属外壳应良好地与大地相接。

过电压保护措施有两点：一是在高压测量电路中(图 2)串接灵敏的极化继电器(线圈 J_3 和 J_4)，再用继电器 J_6 和 J_7 控制其常闭触点(图 5)。若有过电压产生，高压连锁中的 1J6 和