

中国矿业大学“十三五”品牌专业建设工程资助项目  
中国矿业大学教材建设专项资金资助出版教材

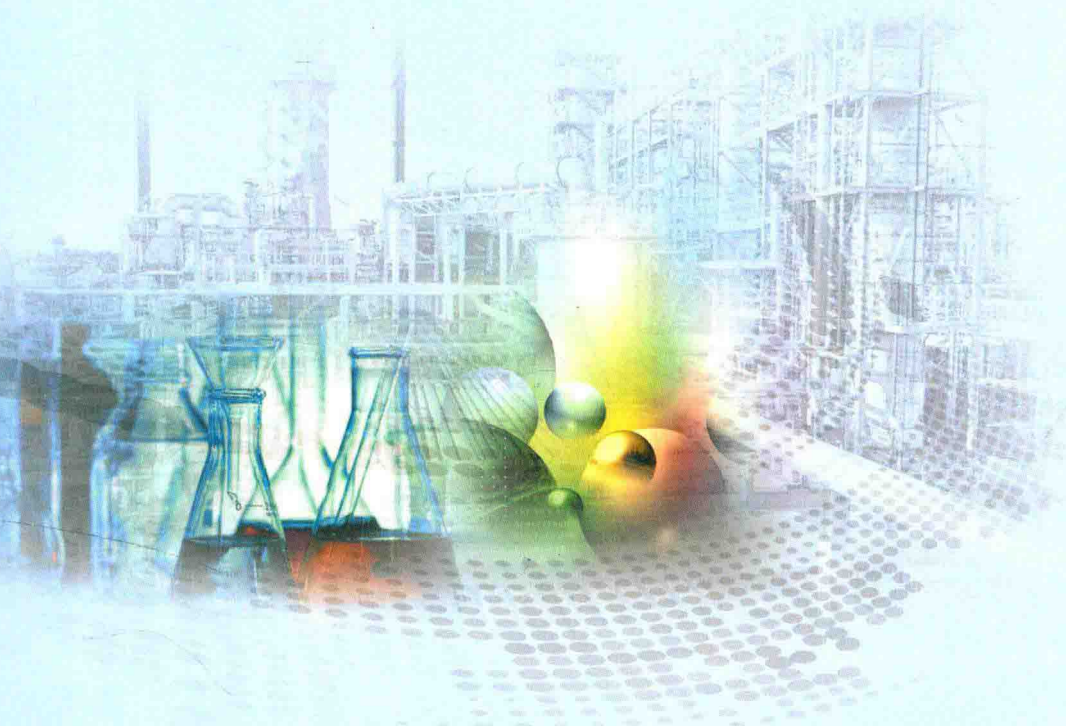


# 化工专业实验

张丽芳 张双全 主编

Huagong Zhuanye Shiyān

Huagong Zhuanye Shiyān



中国矿业大学出版社

China University of Mining and Technology Press

“三五”品牌专业建设工程资助项目  
材料建设专项资金资助出版教材

# 化工专业实验

主 编 张丽芳 张双全

中国矿业大学出版社

## 内 容 简 介

化工专业实验是化学工程与工艺专业实践教学的重要课程。本书是在中国矿业大学化学工程与工艺专业多年实验教学的基础上总结而成的,实验内容紧密结合化学工程与工艺专业的主干理论课程,同时关注学科前沿领域和生产实际。实验项目涵盖了化工领域的多个方面,同时保留了煤化工的专业特色。本书共6章,包含35个实验。第一章是化工实验基础知识,着重介绍了化工专业实验所涉及的化工基本物理量、化工物性数据或参数的测量原理和方法;第二章是基础数据测定实验,包含化工热力学和化学反应工程的基本实验;第三章是化学工程实验,包含了经典的有机化工实验和多种催化剂的制备实验及气体分离实验;第四章是煤化学实验,精选了经典的煤化学及煤高效清洁利用方面的实验;第五章是精细化工实验,包含了常见精细化学产品的合成或配制;第六章是设计研究型实验,提供了紧密联系科研生产并反映学科前沿领域的设计研究型实验。另外还附有常用仪器仪表使用方法和实验必要的参考数据。

本书可供高等院校化学工程与工艺专业或能源化学工程专业的本科生或相关研究方向的研究生使用,也可作为相关技术人员、科研人员及化验分析操作人员的参考资料。

### 图书在版编目(CIP)数据

化工专业实验/张丽芳,张双全主编. —徐州:中国矿业大学出版社, 2018.9

ISBN 978 - 7 - 5646 - 3735 - 4

I. ①化… II. ①张…②张… III. ①化学工程—化学实验—高等学校—教材 IV. ①TQ016

中国版本图书馆CIP数据核字(2017)第263386号

书 名 化工专业实验

主 编 张丽芳 张双全

责任编辑 周 红

出版发行 中国矿业大学出版社有限责任公司

(江苏省徐州市解放南路 邮编 221008)

营销热线 (0516)83885307 83884995

出版服务 (0516)83885767 83884920

网 址 <http://www.cumtp.com> E-mail: cumtpvip@cumtp.com

印 刷 徐州中矿大印发科技有限公司

开 本 787×960 1/16 印张 16 字数 305 千字

版次印次 2018年9月第1版 2018年9月第1次印刷

定 价 28.00 元

(图书出现印装质量问题,本社负责调换)

## 前 言

实验课程教学是高等学校培养具有创新能力人才的必要环节,而实验课程的教材在学生实验课程的过程中发挥着至关重要的作用。化工专业实验是化学工程与工艺专业学生在完成化工原理、化工热力学、化学反应工程、化工设备机械基础、化工过程测控技术、煤化学等理论课程的学习之后所开设的一门实践性课程,是使学生深化理解理论知识、将理论知识用于解决实际问题的重要训练环节。通过本课程的学习和实践,一方面巩固学生对本专业基础和专业理论知识的认识和理解,另一方面培养工科学生的基本实验技能及对实验现象进行分析、归纳和总结的能力,并引导学生借着实验项目的实施,直观地体验理论到工程的实现,启发学生树立“工程”的思想和观念,塑造学生的工程素养,为学生毕业后从事相关领域的技术工作打下良好的基础。

同时,基于国家煤基清洁能源发展的重大需求,为培养学生在煤炭转化与利用及相关领域的工程设计、技术开发等方面的特长,本书提供了9个由作者自行开发的煤及其他清洁能源利用方面的实验项目,同时编入了8个煤化学方面的实验,以满足培养学生特长的需要。

本书共6章,包含35个实验项目。第一章是化工实验基础知识,着重介绍了化工专业实验所涉及的化工基本物理量、化工物性数据或参数的测量原理和测量方法;第二章是基础数据测定实验,包含化工热力学和化学反应工程的基本实验;第三章是化学工程实验,包含了经典的有机化工实验和多种催化剂的制备实验及气体分离实验;第四章是煤化学实验,精选了经典的煤化学及煤高效清洁利用方面的实验;第五章是精细化工实验,包含了常见精细化学产品的合成或配制;第六章是设计研究型实验,提供了紧密联系科研生产实际且反映学科前沿领域的设计研究型实验。附录中收录了本教材实验项目涉及的仪器、仪表的使用方法和实验必要的参考数据。

本书加强了综合型、设计研究型的实验内容,体现了卓越工程师教育培养计划下对学生工程实践能力和创新能力的培养。除第六章的设计研究型实验外,第三章和第五章的大多数实验均可以作为设计研究型实验,按照第六章的要求和操作方法进行实验。

本书可以作为化工类专业本科高年级学生的实验教材,也可以作为煤化工、能源化工及相关专业本科生的专业实验教材。

本书由张丽芳和张双全主编,参与编写的教师还有闫新龙(实验一、二、四)和王月伦(实验五),郝娟为实验十、十七、二十一及精细化工实验提供了相关资料和改进的建议,倪中海为本书的实验选编提供了有益的建议。全书由秦志宏教授和吴国光教授审阅,为本书的质量起到了很好的保证作用。在本书的编写过程中,得到了中国矿业大学化工学院化工系和实验中心的许多老师的支持和帮助,在此表示诚挚的谢意!

本书部分内容引用了参考文献中的部分内容,在此向原作者表示深深的感谢!本书得到了“中国矿业大学‘十三五’品牌专业建设工程资助项目”及中国矿业大学教材建设专项资金资助,在此表示感谢!

由于编者水平所限,书中定有不足之处,敬请专家和广大读者不吝提出批评和建议,以促进教材质量的不断提高,在此谨致谢意。

编者

2018年6月

## 目 录

|                                      |     |
|--------------------------------------|-----|
| 第一章 化工实验基础知识                         | 1   |
| 第一节 化工基本物理量的测量                       | 1   |
| 第二节 化工物性数据或参数的测量                     | 25  |
| 第二章 基础数据测定实验                         | 50  |
| 实验一 二氧化碳临界状态观测及 $p$ - $V$ - $T$ 关系测定 | 50  |
| 实验二 二元体系汽液平衡数据的测定                    | 56  |
| 实验三 三组分体系液-液平衡数据测定                   | 62  |
| 实验四 气相色谱法测定无限稀释溶液的活度系数               | 69  |
| 实验五 连续均相反应器停留时间分布的测定                 | 73  |
| 第三章 化学工程实验                           | 78  |
| 实验六 乙醇催化脱水反应                         | 78  |
| 实验七 乙醇水蒸气重整制氢                        | 88  |
| 实验八 乙苯脱氢制苯乙烯                         | 94  |
| 实验九 甲苯液相催化氧化制苯甲酸                     | 99  |
| 实验十 $\gamma$ -三氧化二铝的制备和性能测定          | 103 |
| 实验十一 沸石催化剂的制备实验                      | 108 |
| 实验十二 溶胶凝胶法制备二氧化硅固载钨磷杂多酸催化剂           | 112 |
| 实验十三 变压吸附法提纯二氧化碳                     | 114 |
| 第四章 煤化学实验                            | 123 |
| 实验十四 煤的工业分析                          | 123 |
| 实验十五 烟煤黏结指数的测定                       | 132 |
| 实验十六 煤炭发热量的测定                        | 138 |

|                 |                             |     |
|-----------------|-----------------------------|-----|
| 实验十七            | 煤中碳氢氮元素含量的测定(全自动元素分析法)····· | 142 |
| 实验十八            | 煤中碳氢元素含量的测定·····            | 145 |
| 实验十九            | 煤中全硫含量的测定·····              | 152 |
| 实验二十            | 烟煤坩埚膨胀序数的测定(电加热法)·····      | 165 |
| 实验二十一           | 煤炭着火温度的测定·····              | 168 |
| 实验二十二           | 煤灰熔融性的测定·····               | 171 |
| 实验二十三           | 煤的有机溶剂萃取·····               | 175 |
| 实验二十四           | 煤炭固定床气化与气体产物分析·····         | 178 |
| <b>第五章</b>      | <b>精细化工实验</b> ·····         | 184 |
| 实验二十五           | 十二烷基苯磺酸钠的合成·····            | 184 |
| 实验二十六           | 十二烷基二甲基甜菜碱的合成·····          | 187 |
| 实验二十七           | 聚醋酸乙烯酯乳胶涂料的制备·····          | 188 |
| 实验二十八           | 水溶性酚醛树脂胶的制备·····            | 194 |
| 实验二十九           | 日用化学品的配制·····               | 196 |
| 实验三十            | 溶胶-凝胶法制备钛酸钡纳米粉·····         | 206 |
| <b>第六章</b>      | <b>设计研究型实验</b> ·····        | 210 |
| 实验三十一           | 超级电容器炭电极材料制备及性能表征·····      | 211 |
| 实验三十二           | 生物质热解及产物分析·····             | 212 |
| 实验三十三           | 稻壳制备白炭黑·····                | 213 |
| 实验三十四           | SAPO-34 分子筛催化剂的制备·····      | 214 |
| 实验三十五           | 负载型镍催化剂的制备·····             | 215 |
| <b>附录</b> ····· |                             | 218 |
| 附录一             | 实验安全·····                   | 218 |
| 附录二             | 常用仪器仪表·····                 | 223 |
| 附录三             | 常用数据表·····                  | 239 |

## 第一章 化工实验基础知识

### 第一节 化工基本物理量的测定

在化工生产过程和科学实验中,温度、压强和流量等物理量是操作条件的重要信息,是必须测量的基本参数。用来测量这些基本参数的仪表统称为化工测量仪表。

化工测量仪表虽然品种众多,但从化工仪表的组成来看,一般由检测、传送、显示三个基本部分组成。检测部分通常与被测介质直接接触,并依据不同的原理和方式将需要测量的压强、流量或温度等信号转变为易于传送的物理量,如机械力、电信号等;传送部分一般只起信号能量的传递作用;显示部分则将传送来的物理量信号转换为可读可见信号,常见的显示形式有指示、记录、声光报警等。根据不同的需要,检测、传送、显示这三个基本部分可集成在一台仪表内,比如弹簧管式压强表;也可分散为几台仪表,比如仪表室对现场设备操作时,检测部分在现场,显示部分在仪表室,而传送部分则在两者之间。

化工测量仪表的准确度对实验结果的影响很大,因此必须根据实验工作需要,对所需化工测量仪表进行正确选用或自行设计,必须考虑所选仪表的测量范围与精度。化工测量仪表的选用或设计合理,可以在获得可靠的实验结果的同时,节省一定的实验经费。否则,将引入较大的测量误差。

化工测量仪表的种类很多,本章主要介绍一些较典型、常用的测量仪表的工作原理、选用及安装和使用等基本知识。读者可查阅相关专业书籍和手册做进一步的了解。

#### 一、温度的测量及控制

温度是表征物体或系统冷热程度的物理量,反映物体或系统分子无规则热运动的剧烈程度。在化工生产过程和科学实验中,温度往往是测量和控制的重

要参数之一,几乎每个化工实验装置上都要安装温度测量元件或仪表。

温度不能直接测量,只能借助于冷、热物体之间的热交换以及物体的某些物理性质随冷热程度不同而变化的特性进行间接测量。温度的测量方式可分为接触式与非接触式两种。

接触式测量基于热平衡原理。当某一测量元件与被测物体相接触时,热量将在被测物体和测量元件之间进行传递,直至二者冷热程度完全一致。此时,测量元件的温度即为被测物体的温度。

非接触式测量是测量元件与被测物体不直接接触,而是通过其他原理(如辐射原理和光学原理等)测量被测物体的温度。非接触式测量常用于测量运动物体、热容量小及特高温度的场合。

化工实验中所涉及的被测温度对象基本上都可用接触式测量法来测量,而非接触式测量法的应用则很少。接触式温度测量元件或仪器的分类及适用范围见表 1-1。

表 1-1 接触式温度测量元件或仪器的分类及适用范围

| 测量仪表(元件)名称                     | 测量原理  | 使用温度范围/℃                       | 主要特点                            |
|--------------------------------|-------|--------------------------------|---------------------------------|
| 双金属温度计                         | 固体热膨胀 | -80~500                        | 结构简单,价格低廉,使用方便,但感温部大,无法进行信号远传   |
| 玻璃液体温度计                        | 液体热膨胀 | -80~500                        |                                 |
| 压力式温度计                         | 气体热膨胀 | -50~450                        |                                 |
| 铂热电阻<br>半导体热敏电阻                | 电阻变化  | -200~500<br>-50~300            | 精度高,能进行信号远传,感温部大,灵敏性好,但线性差,互换性差 |
| 铂铑-铂热电偶<br>镍铬-镍硅热电偶<br>铜-康铜热电偶 | 热电效应  | 0~1 600<br>0~1 300<br>-200~400 | 结构简单,感温部小,可远传,但线性差,适应性差         |

### 1. 热膨胀式温度计

根据液体受热膨胀的原理制成的测量温度的仪表称为液体膨胀式温度计,如玻璃管温度计。下面对玻璃管温度计的种类、安装和使用、校正进行简单介绍。

#### (1) 玻璃管温度计

玻璃管温度计是一种最常用的测量温度的仪表。其特点是结构简单、价格低廉、读数方便、有较高的精度、测量范围为-80~5 000 ℃。它的缺点是易损坏且损坏后无法修复。目前实验室使用最多的是水银温度计和有机液体(如乙醇)温度计。水银温度计测量范围广、刻度均匀、读数准确,但损坏后易造成汞污

染。有机液体(乙醇、苯等)温度计着色后读取数据容易,但由于膨胀系数随温度变化,故刻度不均匀,精度较水银温度计低。

玻璃温度计又分为三种形式:棒式、内标式和电接点式。

### (2) 玻璃管温度计的安装和使用

① 玻璃管温度计需安装在没有大的振动且不易受碰撞的设备上,特别是有机液体玻璃管温度计,如果振动很大,容易使液柱中断。

② 玻璃管温度计感温泡中心应处于温度变化最敏感处(如管道中流速最大处)。

③ 玻璃管温度计安装在便于读数的场所,不能倒装,尽量不要倾斜安装。

④ 为了减少读数误差,应在玻璃管温度计保护管中加入甘油、变压器油等,以排除空气等不良导体。

⑤ 水银温度计读数时按凸面的最高点读数;有机液体玻璃管温度计则按凹面最低点读数。

⑥ 为了准确地测定温度,用玻璃管温度计测定物体温度时,如果指示液柱不是全部插入欲测的物体中,就不能得到准确值。

### (3) 玻璃管温度计的校正

用玻璃管温度计进行精确测量时需要校正,校正方法有两种:一是与标准温度计在同一状况下进行比较;二是利用纯物质相变点(如冰-水、水-水蒸气系统)进行校正。

采用第一种方法进行校正时,可将被校验的玻璃管温度计与标准温度计(在市场上购买的二等标准温度计)同时插入恒温槽中,待恒温槽的温度稳定后,比较被校验温度计与标准温度计的示值。注意在校正过程中,应采用升温校验。这是因为有机液体与毛细管壁有附着力,当温度下降时,会有部分液体停留在毛细管壁上,影响准确读数。水银温度计在降温时会因摩擦出现滞后现象。

如果实验室中无标准温度计时,亦可用冰-水、水-水蒸气的相变温度来校正温度计。

#### ① 冰-水混合液校正 $0^{\circ}\text{C}$

在 100 mL 烧杯中装满碎冰或冰块,然后注入蒸馏水使液面达冰面下 2 cm 为止,插入温度计使刻度便于观察或是露出  $0^{\circ}\text{C}$  于冰面之上,搅拌并观察水银柱的改变,待其所指温度恒定时,记录读数,即是校正过的  $0^{\circ}\text{C}$ 。注意勿使冰块完全溶解。

#### ② 用水-水蒸气校正 $100^{\circ}\text{C}$

温度计校正装置如图 1-1 所示。为了平衡试管内外的压力,塞子应留缝隙。向试管内加入少量

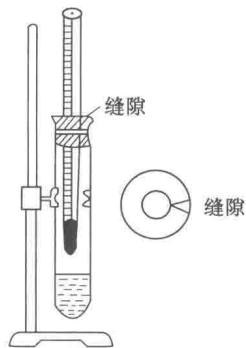


图 1-1 温度计校正装置

沸石及 10 mL 蒸馏水。调整温度计使其水银球在液面上 3 cm。以小火加热并注意蒸汽在试管壁上冷凝形成一个环,控制火力使该环维持在水银球上方约 2 cm 处,若保持水银球上有一个液滴,说明液态与气态间达到热平衡。观察水银柱读数直至温度恒定时,记录读数,再经气压校正后即为校正过的 100 °C。

## 2. 热电偶温度计

热电偶是一种常用的测量温度的元件,具有结构简单、使用方便、精度高、测量范围宽等优点,因此在化工生产和科学实验中有着广泛的应用。

### (1) 热电偶测温元件及原理

将两种不同性质的金属丝或合金丝 A 与 B 连接成一个闭合回路。如果将它们的两个接点分别置于温度为  $t_0$  和  $t_1$  的热源中,则该回路中会产生电动势。这种现象称为热电效应。

热电现象是因为两种不同金属的自由电子密度不同,当两种金属接触时,在两种金属的交界处就会因电子密度不同而有电子扩散,扩散结果在两金属接触面两侧形成静电场即接触电势差。这种接触电势差仅与两金属的材料和接触点的温度有关。温度越高,金属中自由电子就越活跃,致使接触处所产生的电场强度增加,接触面电动势也相应增高。根据这个原理就可制成热电偶测温计。

这个由不同金属丝组成的闭合回路即为热电偶(从理论上讲,任何两种金属或半导体都可以组成一支热电偶)。在两种金属的接触点处,由于逸出的电位不同而产生接触电势,记作  $e_{AB}(t)$ ,根据物理学原理,其接触电势的大小为:

$$e_{AB}(t) = \frac{Kt}{e} \ln \frac{N_{At}}{N_{Bt}} \quad (1-1)$$

此外,由于金属丝两端温度不同,形成温差电势,其值为:

$$e_A(t, t_0) = \frac{K}{e} \int_{t_0}^t \frac{1}{N_A} \left( \frac{dN_{At}}{dt} \right) dt \quad (1-2)$$

热电偶回路中既有接触电势,又有温差电势,因此,回路中总电势为:

$$\begin{aligned} E_{AB}(t, t_0) &= e_{AB}(t) + e_B(t, t_0) - e_{AB}(t_0) - e_A(t, t_0) \\ &= [e_{AB}(t) - e_{AB}(t_0)] - [e_A(t, t_0) - e_B(t, t_0)] \end{aligned} \quad (1-3)$$

由于温差电势比接触电势小很多,可忽略不计,故式(1-3)可简化为:

$$E_{AB}(t, t_0) = e_{AB}(t) - e_{AB}(t_0) = f_{AB}(t) - f_{AB}(t_0) \quad (1-4)$$

当  $t = t_0$  时,  $E_{AB}(t, t_0) = 0$ 。

当  $t_0$  一定时,  $E_{AB}(t, t_0) = e_{AB}(t) - C$  ( $C$  为常数)成为单值函数关系,这是热电偶测温的基本依据。

当  $t_0 = 0$  °C 时,可用实验方法测出不同热电偶在不同工作温度下产生的热电势值,列成表格称为分度表。

利用热电偶测量温度时,必须要用某些显示仪表如毫伏计或电位差计来测量热电势的数值。测量仪表往往要远离测温点,这就需要接入连接导线,这样就在其所组成的热电偶回路中加入了第三种金属导线,从而构成了新的接点。实验证明,在热电偶回路中接入第三种金属导线对原热电偶所产生的热电势数值并无影响,不过必须保证引入线两端的温度相同。同理,如果回路中串入多种导线,只要引入线两端温度相同,也不影响热电偶所产生的热电势数值。

### (2) 常用热电偶对材料的要求和热电偶的特性

为了便于选用和自制热电偶,必须对热电偶材料提出要求和了解常用热电偶的特性。

#### ① 对热电偶材料的基本要求

包括物理化学性能稳定;测温范围广,在高低温范围内测温准确;热电性能好,热电势与温度呈线性关系;电阻温度系数小,这样可以减少附加误差;机械加工性能好;价格便宜。

#### ② 常用热电偶的特性

目前我国广泛使用的热电偶有下列几种。

a. 铂铑-铂热电偶 分度号为 S。该热电偶正极为由 90% 的铂和 10% 的铑组成的合金丝,负极为铂丝。此种热电偶在 1 300 °C 以下范围内可长期使用,在良好环境中,可短期测量 1 600 °C 高温。由于容易得到高纯度的铂和铑,故该热电偶的复制精度和测量准确性较高,可用于精密温度测量和用作基准热电偶。其缺点是热电势较弱,而且成本较高。

b. 镍铬-镍硅热电偶 分度号为 K。该热电偶正极为镍铬,负极为镍硅。该热电偶可在氧化性或中性介质中长期测量 900 °C 以下的温度,短期测量可达 1 200 °C。该热电偶具有复制性好、产生热电势大、线性好、价格便宜等特点。其缺点是测量精度偏低,但完全能满足工业测量的要求,是工业生产中最常用的一种热电偶。

c. 镍铬-考铜热电偶 分度号为 EA。该热电偶正极为镍铬,负极为考铜,适用于还原性或中性介质,长期使用温度不可超过 600 °C,短期测量可达 800 °C。该热电偶的特点是电热灵敏度高,价格便宜。

d. 铜-康铜热电偶 分度号为 CK。该热电偶正极为铜,负极为康铜。其特点是低温时精确度较高,可测量 -200 °C 的低温,上限温度为 300 °C,价格低廉。

### (3) 热电偶的校验(标定)

① 对新焊好的热电偶需校对电势与温度关系是否符合标准,检查有无复制性,或进行单个标定。

② 对所用热电偶定期进行校验,测出校正曲线,以便对高温氧化产生的误

差进行校正。

表 1-2 所列检验温度和检验设备可根据测定温度范围而定。例如,实验室测温在 100 ℃ 左右,可用油浴恒温槽检验,在所测温度范围内找 3~4 个点,利用标准温度计(如二等玻璃管温度计)与热电偶进行比较。标定方法与标定其他温度计类似。

表 1-2 热电偶校正检验点

| 热电偶名称      | 检验温度/℃                | 检验设备     |
|------------|-----------------------|----------|
| 铂铑 30-铂铑 6 | 100,1 200,1 400,1 554 | 管式电炉     |
| 镍铬-考铜      | 300,400,600           | 油浴槽,管式电炉 |
| 铜-康铜       | -196,-100,100,300     | 液槽,油浴槽   |

### 3. 热电阻温度计

#### (1) 热电阻测温元件及特点

电阻的热效应早已被人们所认知。根据导体或半导体的电阻值随温度变化的性质,可将其特征值的变化用显示仪表反映出来,从而达到测温目的。

工业上广泛应用的热电阻温度计通常用于测量 -200~500 ℃ 范围内的温度,并有如下特点:

① 热电阻温度计较其他温度计(如热电偶)有较高的精确度,所以把铂电阻温度计作为基准温度计,并在 961.78 ℃ 以下温度范围内,将其指定为国际温标的基准仪器。

② 电阻温度传感器的灵敏度高,输出信号较强,容易显示和实现远距离传送。

③ 金属热电阻的电阻和温度具有较好的线性关系,而且重现性和稳定性较好。

④ 半导体热电阻可做得很小,其灵敏度高,但目前测温上限较低,电阻与温度关系为非线性,而且重现性较差。

热电阻温度计的使用温度见表 1-3。

表 1-3 热电阻温度计的使用温度

| 种 类     | 使用温度范围/℃ | 温度系数/℃ <sup>-1</sup> |
|---------|----------|----------------------|
| 铂电阻温度计  | -260~630 | 0.003 9              |
| 镍电阻温度计  | <150     | 0.006 2              |
| 铜电阻温度计  | <150     | 0.004 3              |
| 热敏电阻温度计 | <350     | -0.06~-0.03          |

## (2) 标准化热电阻

## ① 铂热电阻

由于铂在高温下及氧化性介质中的化学和物理性质均很稳定,所以用其制成的热电阻精度高,重现性好,可靠性强。

在  $0 \sim 30.74\text{ }^{\circ}\text{C}$  范围内,铂电阻的电阻值与温度之间的关系可精确地用式(1-5)表示:

$$R_t = R_0(1 + At + Bt^2 + Ct^3) \quad (1-5)$$

在  $-90 \sim 0\text{ }^{\circ}\text{C}$  范围内,铂电阻的电阻值与温度的关系为:

$$R_t = R_0[A + At + Bt^2 + C(t - 100)t^3] \quad (1-6)$$

式中  $R_t$ ——某温度下铂电阻的电阻值,  $\Omega$ ;

$R_0$ —— $0\text{ }^{\circ}\text{C}$  时铂电阻的电阻值,  $\Omega$ ;

$A, B, C$ ——常数,  $A = 3.968\ 47 \times 10^{-3}\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ ,  $B = 5.847 \times 10^{-7}\text{ }^{\circ}\text{C}^{-2}$ ,  $C = 4.22 \times 10^{-12}\text{ }^{\circ}\text{C}^{-3}$ 。

目前工业上常用的铂电阻为 Pt100( $R_0 = 100\ \Omega$ )。

## ② 铜热电阻

铜电阻的电阻值与温度呈直线关系,铜的电阻温度系数小,铜容易加工和提纯,价格便宜,这些都是用铜作为热电阻的优点。铜的主要缺点是,当温度超过  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$  时容易被氧化,另外,铜的电阻率较小。

铜一般用来制造  $-50 \sim 200\text{ }^{\circ}\text{C}$  工程用的电阻温度计。其电阻值与温度呈线性关系,即:

$$R_t = R_0(1 + \alpha t) \quad (1-7)$$

式中  $R_t$ ——铜电阻在温度  $t$  时的电阻值,  $\Omega$ ;

$R_0$ ——铜电阻在温度  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$  时的电阻值,  $R_0 = 50\ \Omega$ ,  $\Omega$ ;

$\alpha$ ——铜电阻的电阻温度系数,  $\alpha = 4.25 \times 10^{-3}\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$ ,  $^{\circ}\text{C}^{-1}$ 。

## (3) 热电阻电阻值的测量仪表

由于热电阻只能反映由于温度变化而引起的电阻值的改变,因而通常需用测量显示仪表才能读出温度值。工业上与热电阻配套使用的测温仪表种类繁多,主要有电子平衡电桥和数字式显示仪表。

使用热电阻可以对温度进行较为精确的测量,因而在某些要求较高的场合下,需对热电阻进行标定。标定方法为:用精密的仪器、仪表,测出被标定的热电阻在已知温度下的电阻值,然后作出温度-电阻值校正曲线,供实际测量使用。标定的主要仪器为测温专用的电桥,如 QJ18A。在标定要求不很严格的情况下,亦可使用高精度的数字万用表测量热电阻的电阻值。

#### 4. 温度计使用技术

在进行温度测量时需要考虑以下几点。

##### (1) 温度计设置

温度计感温部分所在处必须按照工艺要求严格设置。

##### (2) 尽量消除热交换引起的测温误差

温度测量的关键是温度计的热端点温度是否等于热端点所在处被测物体的温度。两者若不相等,其原因是测量时热量不断从热端点向周围环境传递,同时热量不断从被测物体向热端点传递,被测物体到热端点再到周围环境的方向有温度梯度。减小这种误差的方法是尽量减小热端点与其周围环境之间的温度差和传热速率。具体办法如下:

① 当待测对象是管内流动流体时,若条件允许,应尽量使作为周围环境的管壁与热端点的温度差变小。为此可在管壁外面包一层绝热层(如石棉等)。管子壁面的热损失越大,管道内流体测温的误差也越大。

② 可在热端点与管壁之间加装防辐射罩,减小热端点和管壁之间的辐射传热速率。防辐射罩表面的黑度越小(反光性越强),其防辐射效果越好。

③ 尽量减小温度计的体积,减小保护套管的黑度、外径、壁厚和热导率。减小黑度和外径可减小保护套管与管壁面之间的辐射传热。减小外径、壁厚和热导率可减小保护套管本身在轴线方向上的高温处与低温处之间的导热速率。

④ 增加温度计的插入深度,管外部分应短些,而且要有保温层。其目的是减小贴近热端点处的保护套管与裸露的保护套管之间的导热速率。为此,管道直径较小时,宜将温度计斜插入管道内,或在弯头处沿管道轴心线插入;或安装一段扩大管,然后将温度计插入扩大管中。

⑤ 减小被测介质与热端点之间的传热热阻,使两者温度尽量接近。为此,可适当增加被测介质的流速,但气体流速不宜过高,因为高速气流被温度计阻挡时,气体的动能将转变为热能,使测量元件的温度变高。尽量让温度计的插入方向与被测介质的流动方向逆向。使用保护套管时,要在热端点与套管壁面之间加装传热良好的填充物,如变压器油、铜屑等。保护套管的热导率不宜太小。测量壁面温度时,壁面与热端点之间的接触热阻应尽量小,因此要注意焊接质量或结合剂的热导率。

⑥ 待测温管道或设备内为负压,插入温度计时应注意密封,以免冷空气漏入引起误差。

⑦ 经常采用热电偶测量壁面温度,若被测的是壁温且壁面材料的热导率很小,则热电偶热端点与外界的热交换将会破坏原壁面的温度分布,使测温点的温度失真。为此可在被测温的壁面固定一个导热性能良好的金属片,再将热电偶

焊在该金属片上。若焊接有困难时,利用上述加装金属片的办法,也可大大减小壁面与热端点之间的热阻,提高测量精度。在壁温测量用热电偶的热端点外面加保温层,也是提高测量精度的办法。

将两热电极分别焊在壁面的两等值点上,壁面为第三导线,接入热电偶线路后,可提高壁温的测量精度。但要注意,如果被测表面材质不均匀,这种方法反而会使误差增大。

⑧ 热电极线沿等温壁面紧贴一段距离,可减小热端点通过热电偶丝与周围环境的传热速率,相当于增大热电偶的插入深度。

### (3) 热电偶测量系统的动态性能引起的误差

热电偶测量系统的动态性能可用滞后时间表示。滞后时间越长,达到稳定输出所需的时间越长,热电偶的热惰性越大。为了缩短滞后时间,被测介质向感温元件传热的热阻应尽量小,保护管与热端点之间的导热物料和热端点本身的热容量也应当尽量小。为此,应尽量减小热电偶丝的直径和保护套管的直径。测量变化较快、信号较大的温度时,动态性能引起的误差是不可忽视的。

### (4) 仪表的工作误差

尽量减少测量仪表的工作误差。

### (5) 传输的误差

消除信号传输过程中的误差。

### (6) 保护套管材料

根据被测物质的化学性质选用保护套管材料。

## 5. 温度控制技术

在工业生产过程中,由于介质获得热量的来源各异,因而控制手段也各不相同,此部分讨论电热控制方法。在实验或生产过程中,由于电能较容易得到且易转换为热能,因而得到了广泛的应用,其加热主体为电热棒、加热带和电炉丝等。如在流化干燥速率曲线的测定实验中,通过控制电加热器中电热棒的电压来控制其进入流化干燥塔热空气的温度,其控制电路由热电偶、测控仪表和固态继电器组成,如图 1-2 所示。

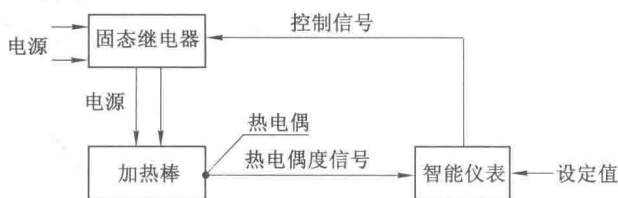


图 1-2 加热控制原理

这样,通过修改温度控制仪表上的温度设定值,即可控制电热棒上的加热电压,进而控制被控对象的温度。

## 二、压力、压差的测量

在化学工业与科学实验中,过程的操作压力是一个非常重要的参数。例如,管道阻力实验,流体流过管道的压降,泵性能实验中泵进出口压力的测量,为了解泵的性能和安装是否正确都是必不可少的参数。又如精馏、吸收等化工单元操作所用的塔器,需要测量塔顶、塔釜的压力,以便了解塔器的操作是否正常。通常测量压力的范围很广,要求精度也不同,所以目前使用的压力测量仪器种类很多,原理各异,根据工作原理和工作状况可进行如下分类。

### (1) 按仪表的工作原理分

- ① 液柱压力计 利用液体高度产生的力去平衡未知力的方法来测量压力。
- ② 弹性压力计 利用弹性元件受压后变形产生的位移来测量压力。
- ③ 电测压力计 通过某些转换元件,将压力变换为电量来测量压力。

### (2) 按所测的压力范围分

- ① 压力计 测量表压力的仪表。
- ② 气压计 测量大气压力的仪表。
- ③ 微压计 测量  $10 \text{ N/cm}^2$  以下表压力的仪表。
- ④ 真空计 测量真空度或负压力的仪表。
- ⑤ 压差计 测量两处压力差的仪表。

### (3) 按仪表的精度等级分

- ① 标准压力计 精度等级在 0.5 级以上。
- ② 工程用压力计 精度等级在 0.5 级以下。

### (4) 按显示方式分

- ① 指示式。
- ② 自动记录式。
- ③ 远传式。
- ④ 信号式。

现将常用的液柱压力计、弹簧管压力计、压差变换器做简单介绍。

#### 1. 液柱压力计

液柱压力计是利用液柱所产生的压力与被测介质压力相平衡,然后根据液柱高度来确定被测压力值的压力计。该类压力计结构简单,精度较高,既可用于测量流体的压强,又可用于测量流体的压差。液柱所用的液体种类很多,可用纯物质,也可用液体混合物,但所用液体在与被测介质接触处界面必须清楚而稳