

石油化工分析手册

梁汉昌 主编

中国石化出版社

ISBN 7-80043-921-6



9 787800 439216 >

内 容 提 要

本书分为上、下篇。上篇紧密结合我国石油化工生产实际,系统介绍石油化工分析化验室装备、安全技术、采样系统和取样方法、标准物质和标准样、数据处理、计算机技术的应用、气相色谱仪和样品分析的一般考虑,具有一定的指导意义。下篇介绍了常见的石油产品、合成橡胶、合成树脂、合成纤维、化肥、有机化工原料、催化剂等生产过程的原料、中间控制和成品分析共181个方法。附录中收集了石油化工化验分析常用的各种数据。

本书内容丰富,全面、准确,可读性和实用性强。

本书可供从事石油化工分析、科研、生产和管理工作的工程技术人员,以及高等院校相关专业师生阅读参考。

图书在版编目(CIP)数据

石油化工分析手册/梁汉昌主编. -北京:中国石化出版社,2000
ISBN 7-80043-921-6

I.石… II.梁… III.石油化工-工业分析-技术手册
IV. TE65-62

中国版本图书馆CIP数据核字(2000)第02071号

责任编辑:何重金

封面设计:东远先行彩色图文中心

责任校对:王红

中国石化出版社出版发行

地址:北京市东城区安定门外大街58号

邮编:100011 电话:(010)84271859

<http://press.sinopec.com.cn>

海丰印刷厂排版印刷

新华书店北京发行所经销

*

787×1092毫米 16开本 34印张 864千字 印1—2000

2000年10月第1版 2000年10月第1次印刷

ISBN 7-80043-921-6/TQ·491

定价:70.00元

前 言

石油化学工业是以石油或天然气为原料,经过化学加工过程而制取各种石油化工产品的工业,主要由石油炼制、有机化工原料、合成橡胶、合成树脂、合成纤维和化肥等几个部分组成。遗憾的是,目前国内尚无一本集理论、分析方法、数据三者于一体的石油化工分析化验手册,给石油化工分析工作者带来诸多不便。为此,我们从石油化工分析化验的特点出发,注意实用性,组织编写了此书,较全面地介绍了从事石油化工分析的化验人员必备的基本理论、分析方法和数据。

本手册资料的收集、整理和编纂,力求准确、全面和实用。手册分为上、下篇,上篇是石油化工分析化验基础。无数事例教育我们,要解决分析化验的“常见病”、“多发病”,需要回过头来了解、掌握基础理论知识。因此,该篇结合我国石油化工企业实际,全面介绍了石油化工分析化验室装备、安全技术、采样系统和取样方法、标准物质和标准样、数据处理、计算机技术的应用、气相色谱仪和样品分析的一般考虑,具有一定的指导意义。这些也是石油化工分析工作者必须掌握的基本知识和技术,对一些新技术、新设备还给予了比较详细的介绍。例如,电子天平、微波加热、标准物质、计算机技术等都比一般的手册有更全面、更丰富的内容。下篇是石油化工分析化验方法,介绍了石油产品、合成橡胶、合成树脂、合成纤维、化肥、有机化工原料、催化剂等生产过程的原料、中间控制和成品分析共 181 个分析方法。这些方法是石油化工生产中常见的分析化验方法,有的是编者自己建立的,有的是结合最新的国际标准方法、国家标准方法编写而成的。这些都是工业生产中目前使用的、经过实践证明是可靠的、符合生产工艺要求的方法。此外,附录中收集了石油化工分析化验常用的各种数据,以便读者查阅。

由于时间紧迫,本手册未能收集所有石油化工产品的分析方法,只能选择其主要的给予介绍,将来有需要时再给予补充。每一个分析方法一般包括方法原理、试剂、仪器、操作步骤和计算等内容。由于收集的方法很多,篇幅又不宜过长,因此做了适当压缩和删减。方法中的量值注有“约”时,系指所记载的量值为近似值或用简易的计量器具所量取的值。方法中所使用的常用仪器、设备、工具一般不再列出。

本手册在编写过程中,中科院院士陆婉珍教授给予了亲切指导和鼓励;中科院大连化学物理所周良模研究员提出很多宝贵建议;山东大学黄慕斌教授提供了很有价值的资料和修改意见。对此,我们表示衷心感谢!石油化工界的同行对本手册的编写也十分关心并给予了热情的帮助,仪征化纤公司研究院姜润喜高工提供了有关聚酯的分析方法资料;同时我们还收录了国内同行已发表或出版的一些资料或方法,在此一并表示衷心感谢!

本手册在编辑出版过程中,始终得到了中国石化出版社各级领导和有关人员的大力支持和帮助,对此我们表示诚挚的谢意。

由于编者的水平有限,手册中的错误和不妥之处在所难免,敬请专家和广大同行提出批评指正,以便今后进一步补充和完善。

上 篇

石油化工分析基础



第一章 分析化验室装备

1.1 分析化验室的一般要求

(1) 分析化验室的作用是在于迅速提供高度可靠性的分析数据。生产企业的分析化验室按其工作性质可分为中心化验室和中控分析室。中心化验室主要是对原料和产品的分析化验，精度要求比较高，因此，应建在距交通要道、生产车间稍远的位置，以减轻震动，减少有害物质的影响。而中控分析室是对中间产物的分析化验，直接服务车间，其位置应尽量靠近生产车间或者分析目标区，以便及时取样和报送分析结果。

由于石油化工的物料绝大部分都有易燃易爆的特点，而分析化验室又不可能没有明火，因此不宜将分析化验室的门窗直接面对生产装置。忽视安全因素而片面强调方便是绝对不允许的。另外，车间化验室应尽量建在生产装置地区主导风向的上风口，以避免生产装置排放废料大量吹入室内。化验室最好是坐南朝北，避免阳光直射。阳光直射有很多缺点，如容易造成较大的室温波动，影响仪器工作；阳光会使某些试剂加速分解败坏；某些仪器如光电比色计的灵敏光点检流计，在光线太强时会无法读数。在客观条件不许可时，应采取一些遮光措施来克服。

分析化验室应尽量远离压缩机、泵房等有强大电磁场的地方，否则容易引起仪器的震动，因大电机起动而引起的电流、电压波动常常会中断正常的分析工作，甚至引起仪器的损坏。

(2) 化验室里除了一般的水、电装置、上下水外，在条件许可时，应当安置适当的三相电源插座，以便安装真空泵、电蒸馏水器等三相电源设备。要重视化验室的供电设计，要根据分析项目、电热装置（如电冰箱、马福炉、管式炉等）、大型分析仪以及空调设备等的用电情况，向设计单位提供耗电量，以避免发生电器事故。

有条件的地方，应该在室内安装氮气、仪表用空气（仪表风）、煤气和燃料气等管道及阀门。

(3) 在化学实验室及油品实验室，应该安装通风柜等排毒装置；一般化验室要安装排风扇以排除毒气。对于仪器分析室要安装空调机用以换气、调温、去湿。同时，要考虑石油化工产品易燃易爆的特点，在基建时还要考虑防火防爆的安全措施。

(4) 气相色谱仪已是石油化工最重要、最常用、最普通的分析仪器，因此所有色谱仪最好集中于一间分析室内。色谱室应设在实验室建筑的一端，便于和钢瓶连接。不允许把高压钢瓶直接放在实验室内，尽量考虑设置一间钢瓶室，因为一旦发生事故，不但造成物质的重大损失，而且会造成人身伤亡事故。

每台色谱仪附近，至少应有3个电源插座，因为现在色谱仪很多是积木式单元组合的，每个单元往往要求有一个单独的电源插座。色谱仪的气、电管线接头都应敷设在仪器的背后。在放置色谱仪时，要预先留好适当的位置，以便能方便地进行检查维修。

化验室用的空气量很少，但要求却很严格。早期有的化验室往往自备1台小型空气压缩

机, 这造成很大的浪费。而且, 压缩机的启动、维修、气体净化以及发出的噪声都是比较难于处理的。所以尽量采用仪表用空气作为化验室分析用的气源。现在市场上都有空气发生器、氮气发生器和氢气发生器出售, 在经费允许的条件下, 使用这几种设备来代替钢瓶气是值得提倡的。

1.2 天平

1.2.1 天平室

分析天平室应安放在专门的天平室内, 以朝北的底层房间为宜。天平室应尽可能远离街道(离公路约 200m)、铁路和空气锤等机械, 以免受震动。室内应宽敞、干燥、洁净。并杜绝有害于天平的气体和蒸汽进入, 窗上设置窗帷。室内温度应符合表 1-1 的规定。

表 1-1 天平室的温度要求

天平精度级别		温度范围/℃	温度波动 ^① /℃·h ⁻¹	相对湿度/%
1~2 级		19~23	≤0.5	65
3~4 级	分度值	<0.001mg	②	70
		>0.001mg	≤0.5	75
5~6 级		15~30	≤1	85
7~8 级		10~32	≤2	90
9~10 级		—	—	—

①当测试时间超过 1h 时, 其温度波动范围仍不大于 1h 的规定。

②分度值 <0.001mg 的天平, 其温度波动范围由天平制造厂技术文件规定。

在温度为 17~33℃ 和相对湿度为 50%~90% 范围内时, 厂矿化验室广泛应用 3~5 级天平, 此用于非高精度的称量一般是允许的。特别是天平制造中经高、低温处理过的横梁, 受温度、湿度变化的影响是很小的。

1.2.2 天平台

天平台应是混凝土结构(高约 800mm, 宽约 600mm)。台基宜从地下深层砌起, 并与墙壁隔开。台上最好设有防震、防碰撞和防冲击的专用装置, 或在台上铺放多层叠放的弹性橡胶布(板)以减轻振动, 台板用表面光滑的金属、大理石、石板等坚硬材料制成。

对于天平(尤其是微量天平、超微量天平), 最难对付的是振动。图 1-1 所示的天平台设计较为理想,

在 0~200Hz 的频率范围内测定, 几乎检测不到有什么振动。该处系将室内地面凿开, 使天平台的基础完全独立。

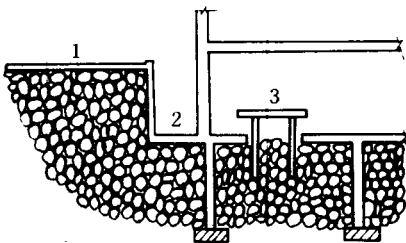


图 1-1 天平台的设计

1—道路; 2—干沟; 3—天平台

1.2.3 天平的防潮

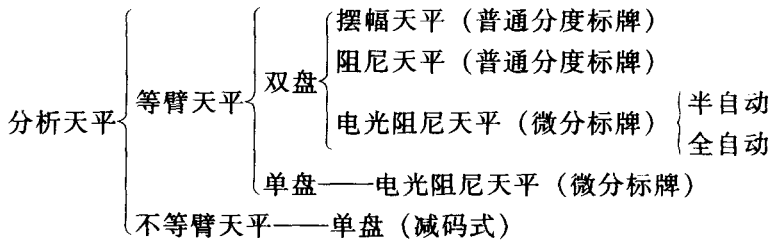
一般化验室在分析天平的玻璃罩内应附一个盛放蓝色硅胶的干燥杯以保持天平箱的干燥，硅胶吸湿后成玫瑰红色，可于 110~130℃ 时烘干脱水再用。对称量准确度要求极高的化验室，玻璃罩内则不宜放干燥剂，以免由吸湿所形成的微细气流移动而影响称量的准确性，若天平室内潮湿，可在室内放置石灰和木炭并定期更换。

如果天气燥热，玻璃罩内还有必要放置一块沥青矿，以免因摩擦所生静电干扰。

1.2.4 机械天平

1.2.4.1 机械天平的结构

根据杠杆原理设计的机械天平，依其结构可分为以下几种：



机械天平中的等臂天平是在天平的一端放待称物质，另一端放砝码，当天平达到平衡时，待称物质的质量等于砝码的质量。常用的半自动电光分析天平属于等臂天平，其结构如图 1-2 所示。不等臂天平是全自动光阻尼型，都设计成单盘形式。其特点是天平的称盘与所有砝码挂在天平横梁的同一臂上，另一臂上装有固定的配重砵来平衡，使用减码求出称量读数。天平配有阻尼和光电装置，加减砝码用旋钮控制。常用的不等臂单盘天平的结构如图 1-3 所示。

1.2.4.2 使用机械天平注意事项

(1) 使用前应检查天平是否处于水平，天平秤盘上是否清洁，横梁、吊耳、秤盘安放是否正确，环码安放位置是否正确。

(2) 天平载重不得超过天平的最大载荷，被称物质应放在干燥清洁的器皿中称量。

(3) 不能将过冷或过热的物体放在天平上称量，应使物体温度与天平室温度一致时再称量。

(4) 被称物体（或砝码）均应放在秤盘中央，开关门、取放物品、加减砝码、转动旋钮均要轻缓。

(5) 称量完毕应及时取出所称物品，退回减码或取出砝码放入砝码盒中，关好天平门，并核对零点，然后切断电源。

(6) 发现天平有损坏或不正常时，应停止使用，送维修部门检修，检修后的天平须经计量检定合格后方可继续使用。

(7) 天平不得随意搬动，每次搬动拆装后，均须进行鉴定后方能使用。

1.2.4.3 砝码的使用和保养

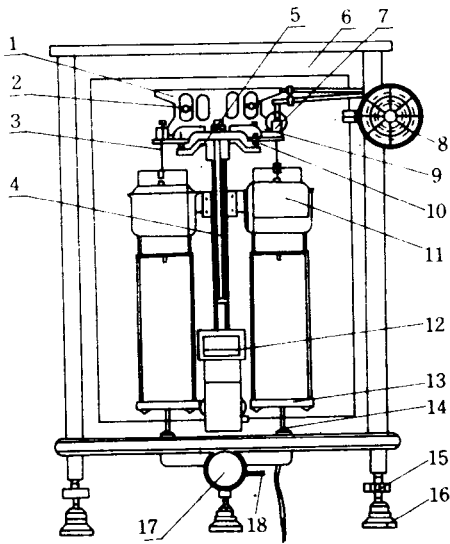


图 1-2 半自动电光分析天平结构示意图

1—横梁；2—平衡铊；3—吊耳；4—指针；
5—支点刀；6—框罩；7—环码；8—环码指数
盘；9—支马销；10—折叶；11—内阻尼筒；
12—投影屏；13—秤盘；14—盘托；15—螺丝
脚；16—垫脚；17—开关旋钮；18—测屏杆

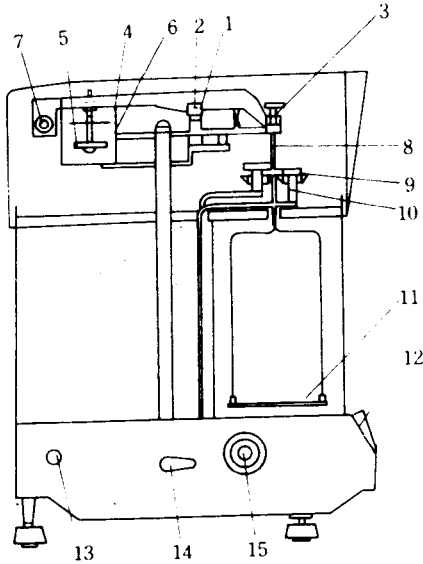


图 1-3 单盘天平结构示意图

1—横梁；2—支点刀；3—承重刀；4—阻尼
片；5—配重铊；6—阻尼筒；7—分标尺；8—
吊耳；9—砝码；10—砝码托；11—秤盘；
12—投影屏；13—电源开关；14—停动手钮；
15—减码手钮

(1) 每台天平有一盒配套的专用砝码，不允许随意调换或借用另一台天平的砝码。

(2) 夹取砝码时只能使用骨质或带塑料尖的镊子，不得用金属镊子夹取，更不许用手直接拿取。

(3) 砝码只准放在砝码盒相应的空位和天平盘上，不得随意放在其他地方。使用时应轻取轻放，避免磨损。

(4) 砝码表面应保持清洁，可用软毛刷刷去灰尘。如有污物粘附，可用绸布蘸乙醇擦净。

(5) 如砝码有腐蚀痕迹或砝码头松动的情况，应停止使用，送有关部门进行检修，检定合格后才能使用。

(6) 砝码应与天平一起定期检定，一般 1 年 1 次。

1.2.5 电子天平

随着电子技术的发展，天平正由双盘等臂、单盘不等臂机械天平，发展到今天的电子天平。由于电子天平采用了传感器技术、电子技术和微型计算机技术，使其结构简单、功能扩展，与机械天平相比，克服了不等臂性误差，增加了自动校准、数字显示、自动去皮、自动故障寻迹计数、数据输出等功能，具有操作简便、稳定快速、读数精度高、维护方便等优点。

1.2.5.1 电子天平的工作原理

电子天平的工作原理如图 1-4 所示。

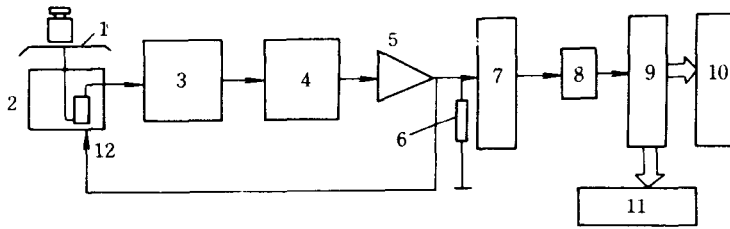


图 1-4 电子天平的工作原理图

1—秤盘；2—传感器；3—位置检测器；4—PID 调节器；5—放大器；6—精密电阻；7—低通滤波器；
8—模/数转换器；9—微型计算机；10—显示器；11—数据输出；12—线圈

当在秤盘上加上或除去被称物品时，秤盘机构产生垂直位移。位置检测器将该位移信号转换为电信号；该信号经过 PID（比例、积分、微分）调节器、放大器放大后转换为与被称物品质量有关的电流信号。此信号一路送入反馈线圈产生电磁反馈力，以平衡被称物造成的秤盘机构产生的垂直位移。另一路则在精密电阻（称为采样电阻）（ R_M ）上转换成相应的电压信号，此电压信号再经低通滤波器、模/数（A/D）转换器转换成数字信号，该信号经微型计算机数据处理，最后以数字形式将被称物质量显示出来。

1.2.5.2 常用电子天平的结构

常用的电子天平由秤盘、传感器、反馈线圈、位置检测器、PID 调节器、放大器、低通滤波器、对口转换、微型计算机系统、显示器和外罩等部分组成。

① 传感器及配套电路

目前，电子天平均采用电磁平衡式传感器。它运用闭环电磁平衡原理，即用电磁力与负载相平衡，然后测量产生电磁力所需的电流，这样就可准确知道加于秤盘上的负载的大小，其结构如图 1-5 所示。

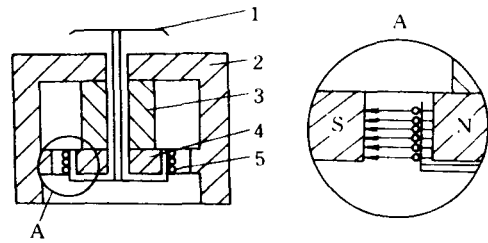


图 1-5 传感器结构

1—秤盘；2—外壳；3—磁钢；4—极靴；5—线圈

根据物理学定理，通电导线在恒定磁场中产生的力由以下公式表示：

$$F = ILB\sin\alpha \quad (1-1)$$

式中 F ——产生的电磁力，N；

I ——流过导线的电流，A；

L ——导线在磁场中的长度，m；

B ——磁场强度，T；

α ——导线与磁力线的夹角。

由于通电导线以线圈的形式装配在磁场中，式（1-1）中的 L 可表示为 $L = \pi dN$ 。其中， d 为绕制线圈所用导线的平均直径； N 为绕制线圈的匝数。同时线圈与磁力线夹角为 90° ，故 $\sin\alpha = 1$ 。代入式（1-1），则：

$$F = I\pi dNB \quad (1-2)$$

而由被称物品所产生的地球引力（重力） F' 为： $F' = mg$ 。其中， m 为物体的质量，kg， g 为重力加速度， m/s^2 。当平衡时， $F = F'$ ，则： $I\pi dNB = mg$ 。整理得：

$$I = mg/\pi dNB \quad (1-3)$$

从上式可以看出，电子天平的称量结果为物体的质量，但与重力加速度 g 有关。为了消除因纬度不同而使重力加速度不同所造成的影响。在电子天平内部装有相对密度为 8.000g/cm^3 的校准砝码，利用其内部的微型计算机的程序实现校正。当纬度不同时，天平能自动进行校正，以消除由于纬度不同造成重力加速度 g 有差异而带来的称量误差。

传感器将秤盘上的负载转换成电信号是通过一个位置检测机构来精确测定秤盘上的负载变化。该机构是由高灵敏度远红外发光管和对称式光敏电池及遮光片组成，遮光片固定在秤盘机构上，当秤盘上加载或卸载产生垂直位移时遮光片能与秤盘同步地产生位移，其工作过程如图 1-6 所示。

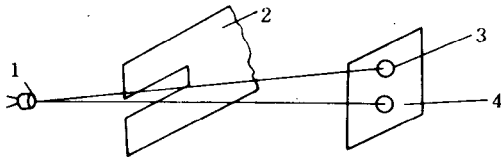


图 1-6 遮光片与光电池工作示意图

1—发光管；2—遮光片；3—A 光电池；4—B 光电池

当平衡时，A、B 光电池因受光量相同，所以输出相等。当加载时，遮光片随秤盘向下移动，使 A 光电池受光量下降，B 光电池受光量增加，所以 V_A 下降， V_B 上升。差值信号 ($V_A - V_B$) 经放大和 PID 运算后，使线圈中的电流增大，所以电流反馈增加，将遮光片向上抬起，结果使 V_A 下降、 V_B 上升，直到 $V_A = V_B$ 为止。反之，当卸载时，遮光片向上移动，结果使 V_A 增加， V_B 下降，经放大和 PID 运算后，使线圈中的电流下降，电磁反馈力下降，使遮光片下降，最终使 $V_A = V_B$ 。

由于 V_A 、 V_B 信号很弱（每分度约几微伏），因此，需要采用低噪声、低漂移、高精度运算放大器加以放大。同时，为了改善动态响应特性，在前级加入 PID 运算，以保证传感器系统更快速、更稳定地工作。

另外，为了保证传感器的精度和稳定性，磁场的稳定也是一个重要的保证。从式 (1-3) 可以看出，磁感应强度 B 的稳定性直接影响到线圈中电流的稳定性，所以在电子天平中选用了 AlNiCo 类磁钢，这类磁钢具有优良的稳定性。

② 低通滤波器

在一定载荷下，传感器的输出是一恒定的直流电压。但是，某些常用电器（如电扇、直流电机等）使电源中带有高频干扰，汽车、拖拉机的火花塞产生的高频火花干扰也会进入电子天平。这些干扰将使天平产生误差，因此采用了低通滤波电路以滤出高频干扰，其电路如图 1-7 所示。

该电路为有源滤波电路，采用二阶低通滤波器，只允许低频直流信号通过，而高频信号则急剧衰减。它由运算放大器与 RC 网络组成。与无源滤波器相比，具有线路简单、不需采用电感等优点。而且，因运算放大器的高增益、高输入电阻、低输出电阻的特点，使其具有信号放大和缓冲作用。

为了提高输入阻抗，电路选用高输入电阻的运算放大器 LM308，同时后面采用一级射极跟随器，以提高负载能力，降低输出电阻。根据二阶低通滤波幅频特性，通过计算可知该电路截止频率为 9.76Hz 。

③ 线性化电路

当平衡时，A、B 光电池因受光量相同，所以输出相等。当加载时，遮光片随秤盘向下移动，使 A 光电池受光量下降，B 光电池受光量增加，所以 V_A 下降， V_B 上升。差值信号 ($V_A - V_B$) 经放大和 PID 运算后，使线圈中的电流增大，所以电流反馈增加，将遮光片向上抬起，结果使 V_A 下降、 V_B 上升，直到 $V_A = V_B$ 为止。反之，当卸载时，遮光片向上移动，结果使 V_A 增加， V_B 下降，经放大和 PID 运算后，使线圈中的电流下降，电磁反馈力下降，使遮光片下降，最终使 $V_A = V_B$ 。

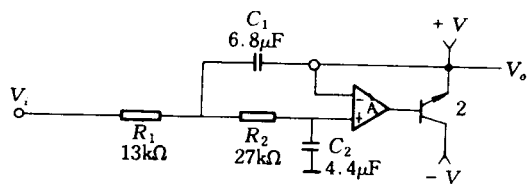


图 1-7 低通滤波电路

1—放大器；2—三极管

在公式 $F = I\pi dNB$ 中，曾认为 $\sin\alpha = 1$ 但是由于工艺上不可能达到线圈与磁场完全垂直，再加上磁场的边缘影响以及电路的非线性失真，使传感器输出与负载之间是非线性关系，如图 1-8 中曲线 1, 2 所示。为了使非线性降低到规定的范围内（当负载 $< 100\text{g}$ 时，非线性 $< \pm 2\text{d}$ ($\pm 0.2\text{mg}$))，增加了非线性校正电路，其输出输入特性如图 1-8 曲线 3 所示。

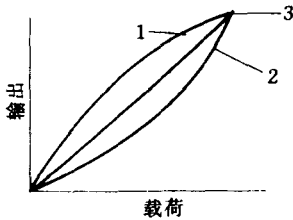


图 1-8 输出与负载之间的线性关系
1, 2—非线性曲线；3—线性曲线

④模数 (A/D) 转换

为了把传感器输出的模拟量——电压转换成数字量，必须进行模数转换，模数转换器对天平的精度起着关键作用。假设天平的最大称量为 110g ，分辨率为 0.1mg ，则相对精度为 $1/1100000$ 。因此，转换的精度必须大于 $1/1100000$ 。

为了提高精度，降低价格，在电子天平中采用了积分式 $v\sim f$ 模数转换器，并且将模数转换器的输出送至微型计算机进行数据处理。

⑤微型计算机部分

天平中的微型计算机采用单片微型计算机（称为单片机），它主要完成如下工作：

- (1) A/D 转换；
- (2) 数据显示；
- (3) 自动去皮；
- (4) 数据处理；
- (5) 自动校准；
- (6) 自动故障寻迹；
- (7) 数据输出。

由于微型计算机的数据处理功能强、运算速度快，所以使电子天平的功能大大增强。

1.2.5.3 电子天平的安装

(1) 根据装箱单检查备件是否齐全，并按说明书的要求进行安装，电子天平的外形如图 1-9 所示。

(2) 天平秤盘的安装顺序为：防护盘，秤盘，保护环。

(3) 水平的调整

在安装完毕和使用过程中均应检查和调整天平的水平，方法是调整水平调节螺栓，使水平指示器中的气泡位于中心即可。

(4) 四角调整

将 100g 砝码置于秤盘中心位置，然后按去皮钮，待天平显示 0.0000g 后再将砝码由中心位置分别移至 I、II、III、IV 处，如

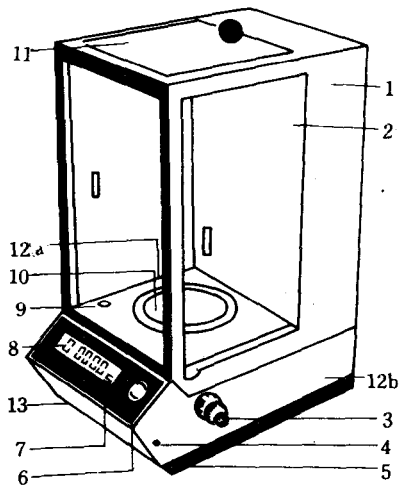


图 1-9 DF 系列天平外形图

- 1—电子天平主体；2—侧门；3—操作方式开关；
4—外校准钮；5—水平调整螺栓；6—去皮钮；
7—显示稳定符“g”；8—质量显示；9—水平指示器；10—秤盘；11—顶盖；12a—左偏载调整孔；12b—右偏载调整孔；13—程序拨动开关

图 1-10 所示, 然后观察显示是否为 0.0000g, 误差应不超过 $\pm 4d$ ($\pm 0.4\text{mg}$)。如果误差超过允许值, 须进行调整。

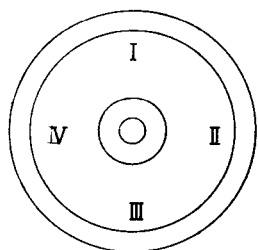


图 1-10 电子天平四角调整图

参考图 1-9, 打开左右偏载调整孔盖, 用小改锥分别平行插入孔内, 向下或向上拨动, 然后再将砝码移回中心位置重做 1 次, 看误差是否超过允许值; 如超过, 则如此重复数次, 直至误差在允许范围内为止。

如左大, 则左调节轮向上拨 (顺时针转);

左小, 则左调节轮向下拨 (逆时针转);

右大, 则右调节轮向下拨 (顺时针转);

右小, 则右调节轮向上拨 (逆时针转)。

前大后小则在左右调好的基础上, 同时将左右调节轮逆时针转; 反之, 则同时将左右调节轮顺时针转。

注意, 调整时应先调好 II、IV 位置, 再调 I、III 位置。此外, 四角调整范围只有四角误差在 $\pm 50d$ 范围内时方可进行, 如果超出该范围只能将天平送工厂进行维修。

1.2.5.4 天平的使用方法

(1) 检查并调整天平的水平。

(2) 预热将电源插入电源插座 (应有良好的接地线), 拨动操作开关 3 至 “ON” 位置, 天平进入称量状态, 显示 0.0000g, 然后预热 30min 以上。

(3) 校准。天平在称量前应进行校准。

内校准 清空 (移去秤盘上所有被称物品), 按去皮钮 6, 天平显示 0.0000g, 将操作方式开关 3 置于 “CAL” 位置 (应拨到底), 显示 C 和占用符 “0” (如果显示 CE, 须将开关回置到 “ON” 位置, 按去皮钮 6, 待显示 0.0000g 后重新开始校准)。当天平显示 “CC” 时, 则表示校准完毕。此时应将开关回置到 “ON” 位置, 并按去皮钮 6, 天平显示 0.0000g 后即可进行称量。

外校准 取下外校准钮盖帽 4, 清洁秤盘, 按去皮钮 6, 等待显示 0.0000g。用小螺丝刀伸进孔内按压校准钮 4, 显示 C 和占用符 “0” (如果显示 “CE”, 则按去皮钮, 天平显示 0.0000g 后重新进行校准)。

放 100g 二等以上的标准砝码于天平的秤盘上, 等待显示 100.0000g 并发出控制信号 “嘟” 声, 天平校准完毕, 并自动恢复到称量状态。但应注意, 用户一般不需要使用外校准。

(4) 称量校准完成后即可进行称量, 当稳定符号 “g” 出现时, 显示值是可靠的。占用符号 “0” (在 \pm 号下面) 表示微机正在进行工作。在称量时, 需要去除皮重时, 可按去皮钮 6, 天平显示 0.0000g。如果此时从秤盘上去掉负载, 则天平显示负值, 表示去除负载的量值。

1.2.5.5 电子天平的维护保养

① 电子天平的维护保养

电子天平的维护保养应特别注意如下问题:

(1) 初次使用电子天平时, 应在使用前仔细阅读使用说明书, 了解正确的操作方法及注意事项。

(2) 电源线中的接地线必须可靠接地, 并远离强用电设备。

(3) 使用前应检查电子天平是否处于水平状态, 并调整水平。称量前应先接通电源预热

30min。

(4) 应防止过多地使用自动校准，避免机械加砝码部件的磨损。

(5) 注意天平称量范围，天平秤盘上所有物品质量之和不得超过称量范围。

(6) 不得称量带有磁性的物质。

(7) 较长时间不使用的天平，应每隔一段时间通电，以保护电子元器件，特别是湿度大时，更应经常通电。

② 检修电子天平的常用工具

万用表、螺丝刀、内六角扳手、松香、镊子等。

③ 电子天平的常见故障与维修

电子天平常见故障的检修如表 1-2 所示。

表 1-2 电子天平常见故障的检修

常 见 故 障	原 因	排 除
电源接通后,显示器不亮	电压不是 220V 保险丝损坏 显示器损坏 接插件松动	检查交流电源 更 换 更 换 插 紧
天平显示 L	天平盘未装好	重新装配天平盘
天平显示 H	被称物质量超重	减少被称物
天平显示 CH1、CH2	天平盘未放好 电路连接插头松动	重新放置 插 紧
显示值不稳定	天平盘未装好 内校准砝码控制杆定位不正确 稳压电源故障	重新装配天平盘 拨至正确位置 检 查
显示值漂移大,不能回零	天平预热时间短 接地不良 有强干扰	预热 30min 接地线 远离干扰
天平不能校准	秤盘上有负载 内校准砝码控制杆定位不正确	除去负载 拨至正确位置
天平显示 CH5	开关天平操作不当	开机由 OFF 到 ON
天平显示 CH7	内部参数存储器损坏	工厂修理
显示 E1、E2	机内电路故障	工厂修理

1.3 加热设备

1.3.1 常用热源

根据化验操作的不同目的要求，采用的加热方法和设备也不同。常规加热时，可用电炉或灯焰，并在受热容器与热源之间垫以石棉网，但蒸发近干时，应在水浴上蒸发，防止沉淀物质溅出或烧焦；如果蒸发有机溶剂，特别是易燃的低沸点有机溶剂，如汽油、苯、醚等，则必须在水浴上调节控制适当的温度进行蒸发。当蒸发温度高于 100℃ 时，水浴达不到所需温度，应该用油浴、沙浴或石棉浴等加热。一些试样、器皿可以放入烘箱内烘干。近年来采

用的红外线、远红外线和微波加热，使加热热效率成倍地增加。

化验室中常用热源的最高温度见表 1-3。

表 1-3 化验室中常用热源的最高温度

热源设备	最高温度/℃	热源设备	最高温度/℃	热源设备	最高温度/℃
酒精灯	500	金属丝烘箱	100~300	金属丝电炉	800~950
酒精喷灯	850	远红外烘箱	200	高温炉	950
煤气灯	800~900			微波炉	1000
块氧焰	1600~1720			硅碳高温炉	1350

1.3.2 酒精灯、酒精喷灯和煤气灯

1.3.2.1 酒精灯

酒精灯(图 1-11)是常用的加热器具。酒精灯(含其他灯焰加热器具)的正常火焰分为三层(图 1-12):内层称为焰心,温度较低;中层称为还原焰;其焰具有还原性,温度较高;外层称为氧化焰,其焰具有氧化性,温度比还原焰高。在还原焰顶端上部的氧化焰中温度最高,在化验中经常用这部分火焰进行加热操作。

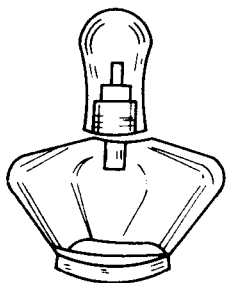


图 1-11 酒精灯

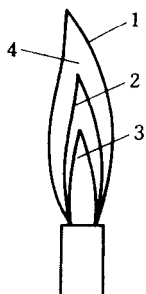


图 1-12 火焰的结构

1—氧化焰;2—还原焰;
3—焰心;4—温度最高处

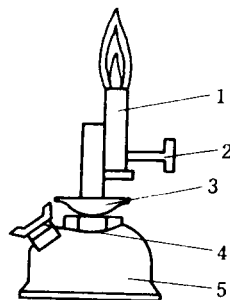


图 1-13 座式酒精喷灯

1—灯管;2—空气调节器;
3—预热盆;4—盖帽;5—灯座

常用酒精灯的容量有 150ml 和 250ml 两种,其全高分别为 118mm 和 130mm。

1.3.2.2 酒精喷灯

常用的酒精喷灯有座式(图 1-13)和挂式(图 1-14)两种。座式酒精喷灯的酒精贮存于灯座内,使用时移动比较方便;挂式酒精喷灯的酒精贮存于悬挂在高处的贮筒内,使用起来比较安全。

酒精喷灯使用时,灯座中的酒精通过灯芯进入灯芯管,经预热盘的加热使之气化喷入燃烧管,在燃烧管中与空气混合燃烧。空气调节器提得越高,空气进入量越多,当空气进入量调节到恰好时,可以获得稳定的高温火焰。

喷灯在正常工作时,贮罐内酒精蒸气压强

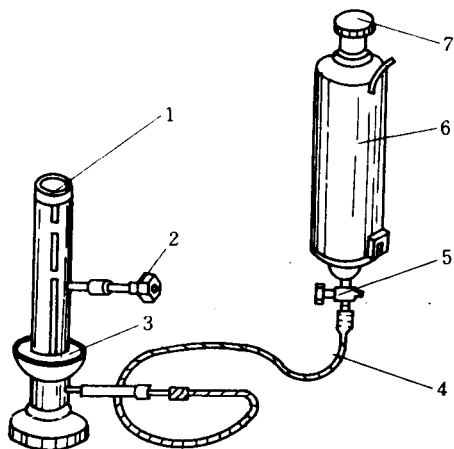


图 1-14 挂式酒精喷灯

1—灯管;2—空气调节器;3—预热盆;
4—橡皮管;5—开关;6—贮筒;7—盖子

最高可达 60Pa，而喷灯各部位的耐压可达 0.19MPa，故可保证正常工作。但若有喷嘴堵塞、罐底鼓起等情况，应立即停止使用。座式酒精喷灯的常见故障及维修方法可见表 1-4。挂式酒精喷灯的故障情况与此相似。

表 1-4 座式酒精喷灯的常见故障及维修方法

常见故障	可能原因	维修方法
不喷火	喷嘴堵塞	
	贮液罐盖中橡皮圈遗失或老化	有比喷嘴更大的出口
	灯芯管中密封圈遗失或老化	
点火即燃 离火即灭	喷灯本身性能原因	管内喷出气流太大
	空气进入量太大	
火在灯管中燃烧， 得不到正常火焰	预热不充分，酒精喷出量不足	
	喷气管道不畅	
	灯芯变硬变脆，毛油作用降低	
贮液管口着火	贮液管中橡胶圈老化漏气	用湿布裹住贮液罐盖及着火处，灭火熄灯后更换橡皮圈
灯头周围喷火	灯芯管中密封圈损坏	用湿布裹住灯火，灭火熄灯并冷却后拆开灯头，更换密封圈

喷灯使用结束时熄灭的方法，通常用石棉网盖住灯管口使其停止燃烧，同时用冷的湿布盖在贮罐上使其降温，稍待片刻再轻轻旋松贮盖上的盖帽，放出剩余的酒精蒸气。

一般生产厂配套的酒精喷灯的通针如图 1-15 (a) 所示，使用时需从燃烧管侧面伸入以畅通喷孔，操作时不甚方便。也可以将一根绣花针烧红后插进废牙刷柄中制成图 1-15 (b) 所示的通针，用时将通针直接从燃烧管中插入直通喷孔，人可以从侧面槽中观察位置，通气时不需卸下空气调节器。

1.3.2.3 煤气灯

煤气灯 (图 1-16) 的式样很多，但构造原理是一致的。它由灯管和灯座所组成。灯管的下部有螺纹，可与灯座相连，灯管下部还有几个圆孔，为空气的入口。旋转灯管，即可先全关闭或不同程度地开启圆孔以调节空气的进入量。灯座的侧面有煤气的入口，可接上橡皮管把煤气导入灯内。灯座下面 (或侧面) 有一螺旋状针阀，用以调节煤气的进入量。

当空气或煤气进入量调节得不合适时，会产生不正常的火焰 (图 1-17)。

若煤气和空气的进入量都很大时，火焰就临空燃烧，称为“临空火焰”，待引燃用的火些熄灭时，它也立刻自行熄灭。当煤气的进入量很小，而空气的进入量很大时，煤气会在灯管内燃烧，而不在灯管口燃烧，此时还能听到煤气燃烧时特别的嘶嘶声和看到一根细长的火焰，这种火焰叫做“侵入火焰”。它将燃烧灯管 (甚至将灯管烧红)，一不小心就会烫伤操作者。有时在煤气灯使用过程中，煤气量突然因某种原因而减少，也会产生“侵入火焰”，这种现象称为“回火”。遇到产生“临空火焰”或“侵入火焰”时，应及时关闭煤气，待灯管冷却后，重新调节和点燃。必须注意，此时 (尤其是产生“侵入火焰”时) 灯管很烫，切勿立刻用手去关小空气入口，以免发生事故。