

# 实验室 技术与安全

刘秀儒 编著

机械工业出版社

(京) 新登字 054 号

本书着重论述了与实验室工作相关的技术，从理论到实践深入浅出、注重实用。全书共分六章，其内容包括：获得高温的各种方法，温度的测量及仪表和防触电、防辐射，有毒物质的预防，防爆炸、防火灾等安全技术；真空的获得，测量与检漏；纯水的制备与水质的检验；高压气瓶与气体净化和气体毒物对人体的危害与防治；常用的化学试剂、标准溶液、比色溶液、指示剂的配制、标定、回收和化学毒物的防治；实验室常用的非金属、金属器皿材料和主要特性等。

本书对于从事科学研究、分析检测方面的工程技术人员和高校师生均有实用和参考价值。

## 实验室技术与安全

刘秀儒 编著

\*

责任编辑：蒋 克 版式设计：王 颖

封面设计：方 芬 责任校对：肖新民

责任印制：路 琳

\*

机械工业出版社出版（北京阜成门外百万庄南街一号）

邮政编码：100037

（北京市书刊出版业营业登记证字第117号）

机械工业出版社印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行·新华书店经售

\*

开本 787×1092<sup>1</sup>/32 · 印张 10 · 字数 219 千字

1994年3月北京第1版 · 1994年3月北京第1次印刷

印数 5001-2300 · 定价：12.00元

\*

ISBN 7-111-03880-0/TB·186

## 前　　言

实验室是从事科学研究、培养人才和产品检验等不可缺少的重要部门。实验技术也已发展成为多学科的综合技术，在实验过程中也常伴随着事故的发生，为此作者根据多年的实践经验，并收集有关资料，编写了这本《实验室技术与安全》一书。内容包括：高温的获得与测量；真空的获得、测量与检漏；纯水的制备；高压气瓶与气体净化；常用试剂的配制与标定；实验室常用器皿材料等。各章中均穿插安全方面的内容。所涉及的知识多属实践中常遇到的问题，阐述较详细，有一定的深度和广度，适合于大中专院校、科研院所、厂矿工程技术人员。

在本书的编写中，张成祥、孙金治两位副教授给予了很大的支持并审阅了全书，刘强和金大成同志也参与了大量工作，在此谨表谢意。

由于作者水平有限、时间仓促，书中错误在所难免，敬请读者批评指正。

作　者

1991年12月

1991.12.10

# 目 录

## 前言

第一章 高温的获得与安全	1
第一节 电阻加热法	2
一、常用各种电阻炉的种类、特点及用途	2
二、电阻炉的热交换基础	3
三、炉用材料	5
四、耐火、隔热材料	10
五、电阻炉设计程序	15
六、实验用电阻炉的设计举例	18
第二节 感应加热	28
一、感应加热的基本知识	28
二、感应炉分类	38
三、感应加热炉的特点	40
四、感应熔炼炉的特点	41
五、感应炉的操作	42
第三节 电弧炉加热	43
一、电弧炉的一般介绍	43
二、电弧炉的工作原理	44
三、真空电弧炉的分类及熔炼特性	45
第四节 高频等离子技术	48
一、概述	48
二、等离子体获得高温的原理	49
第五节 温度测量及其仪表	50

一、接触式与非接触式测温 .....	50
二、常用工业温度计的分类及主要优缺点 .....	52
三、工业温度计的选用 .....	52
四、玻璃温度计 .....	54
五、压力式温度计 .....	58
六、热电偶 .....	58
七、表面温度计 .....	77
八、热电阻 .....	78
九、辐射温度计 .....	79
<b>第六节 安全技术 .....</b>	<b>90</b>
一、防触电 .....	90
二、防辐射 .....	105
三、冷却水 .....	111
四、有毒物质的预防 .....	113
五、烟尘 .....	122
六、防爆炸 .....	129
七、防火灾 .....	150
<b>第二章 真空的获得与测量 .....</b>	<b>173</b>
<b>第一节 概述 .....</b>	<b>173</b>
一、真空的概念 .....	173
二、真空的单位及区域划分 .....	173
三、真空的特点 .....	174
<b>第二节 真空的获得 .....</b>	<b>175</b>
一、常用真空泵的使用范围 .....	175
二、真空泵的组成 .....	176
三、真空泵的结构与工作原理 .....	176
四、真空泵的使用与维修 .....	185
五、罗茨真空泵 .....	192

六、油扩散泵	195
七、油增压泵	203
第三节 真空的测量	204
一、热传导真空计	205
二、电离真空计	210
第四节 真空泵油、密封材料与真空检漏	215
一、真空泵油、密封材料	215
二、真空的检漏	218
第三章 纯水的制备	223
第一节 蒸馏法制取纯水	223
第二节 离子交换法制取纯水	224
一、离子交换树脂	224
二、离子交换法制取纯水的流程和设备	227
三、离子交换树脂的预处理、装柱和再生	229
四、树脂寿命及纯水制备中的几个问题	233
第三节 水质的检验	234
一、物理法检验	234
二、化学法检验	235
第四章 高压气瓶与气体净化	237
第一节 高压气瓶的结构与使用	237
一、高压气瓶种类与标志	237
二、高压气瓶的结构	237
三、常用的几种减压器及其工作原理	237
四、高压气瓶的安全使用	242
第二节 气体净化	243
一、净化气体的几种方法	243
二、气体净化剂	244
第三节 常见的气体毒物对人体的危害和中毒症状	248
第五章 常用试剂的配制、标定及化学毒物的预防	254

第一节 试剂的规格与常用标准溶液 .....	252
一、试剂的规格 .....	252
二、常用标准溶液 .....	252
第二节 标准溶液的配制及标定 .....	253
一、硫代硫酸钠溶液的配制及标定 .....	253
二、高锰酸钾溶液的配制及标定 .....	254
三、碘溶液的配制及标定 .....	255
四、重铬酸钾标准溶液的配制及标定 .....	256
五、硫酸高铁铵溶液的配制及标定 .....	257
六、硫酸亚铁铵的配制及标定 .....	258
七、溴酸钾溶液的配制及标定 .....	259
八、铁氰化钾溶液的配制及标定 .....	260
九、亚硝酸钠—亚砷酸溶液的配制及标定 .....	261
十、钒酸铵溶液的配制及标定 .....	262
十一、溴酸钾—溴化钾溶液的配制及标定 .....	262
十二、乙二胺四醋酸二钠(EDTA)溶液的配制及标定 .....	263
十三、硫氰化钾溶液的配制及标定 .....	266
十四、硝酸银溶液的配制及标定 .....	266
十五、硝酸汞溶液的配制及标定 .....	267
十六、亚铁氰化钾溶液的配制及标定(外指示剂) .....	268
十七、亚铁氰化钾溶液的配制及标定(内指示剂) .....	269
十八、镍试剂标准溶液的配制及标定 .....	270
十九、硫酸溶液的配制及标定 .....	271
二十、盐酸溶液的配制及标定 .....	272
二十一、硝酸溶液的配制及标定 .....	272
二十二、氢氧化钠溶液的配制及标定 .....	273
第三节 比色溶液的配制 .....	274
第四节 各种试剂的提纯与回收 .....	283
一、硝酸的提纯 .....	283

二、盐酸的提纯 .....	284
三、氨水的提纯 .....	285
四、四氯化碳的提纯 .....	286
五、三氯甲烷的提纯 .....	286
六、三氯甲烷及四氯化碳废液的回收 .....	286
七、乙醚的提纯 .....	286
八、异戊醇的提纯 .....	287
九、乙醚的回收 .....	287
十、甲苯的回收 .....	287
十一、汞的回收 .....	287
第五节 指示剂的配制 .....	289
第六节 化学毒物 .....	291
一、常用有毒物质 .....	291
二、毒物侵入人体的途径及作用 .....	292
三、预防与急救 .....	292
四、强酸和强碱类中毒 .....	293
五、汞的使用及防止汞中毒 .....	294
六、防化学性灼伤 .....	295
第七节 部分化学试剂的分类与储存 .....	296
一、化学试剂的分类 .....	296
二、各种试剂的存放条件 .....	296
第六章 实验室常用器皿材料 .....	302
第一节 非金属器皿材料及其主要特性 .....	302
第二节 金属器皿材料及其主要特性 .....	308
参考文献 .....	311

# 第一章 高温的获得与安全

在实验室中获得高温的方法主要是电加热法。这是因为电加热法具有操作简单、容易控制、带来的杂质污染程度低等优点，使其应用愈来愈广泛。

实验室中常用的电加热方法可分为：

电阻加热法：它是电流通过电热材料将电能转换成热能，从而获得高温的方法。这种方法投资少，可根据工艺要求制做不同的炉型，以满足科研或小型试验对温度的要求。

感应加热法：它是利用高频交流电产生的电磁场，使导体产生感应电流（涡流）和导体内磁场（磁滞），引起自身发热，达到加热效果的方法。这种方法设备投资大，但对于特种合金的熔炼、热处理、除气，半导体的提纯等具备特殊的功能。

电弧加热法：系指在两个电极间加上电压不高（几~几十伏）而电流很大（几百~几千安培）的直流或交流电，当两极瞬间接触时，两极接触处会产生强大的短路电流，此短路电流所产生的热会使两极接触处的温度骤然升高，以致能发射电子。当把两个电极拉开一定距离，在电场的作用下，使得两极之间气体电离，产生耀眼的弧光，这就是电弧加热的热源。

当然，电加热还有其它一些方法，如电子轰击法、高频等离子体法等等。这些电加热方法通常最高温度在3000℃左

右。例如：碳化硅电热材料，通常在1300℃以下；石墨电热材料通常在1800~2000℃之间；钨电热材料一般在1800~2000℃之间；高频感应加热一般在2000℃左右；电弧加热一般在1800℃左右。值得注意的是采用高频等离子体加热时火焰中心温度可达几千度乃至上万度，在工业和国防应用、科学实验中将展现出广阔的前景。

在实际应用中，由于电阻加热法与其它电加热方法相比，设备简单，成本低，加工、使用、维修方便，在不同类型实验室中均应用十分广泛。而熔炼、焊接、提纯、热处理、表面淬火、烘干、除气等也常常采用高频感应加热方法。为此对上面两种方法作重点介绍，对电弧加热和高频等离子体加热只做一般性的介绍。同时，对于温度的测量和用电的安全防护也作了一些介绍。

## 第一节 电阻加热法

电阻加热法就是使电流通过一定的电阻材料（金属、非金属、化合物）直接把电能转换成热能而获得高温。由于电阻加热法设备简单，成本低廉，可满足一般工作需要，故此种方法应用较为普遍。

### 一、常用各种电阻炉的种类、特点及用途

常用的电阻炉种类很多，表1-1列出部分电阻炉的特点及用途。

表1-1 部分电阻炉的特点及用途

种 类	特 点	用 途
空气电阻炉	结构简单，温度精度可控，但被加热工件易受氧化	金属的加热和退火等

(续)

种 类	特 点	用 途
真空电阻炉	工件在真空中加热，有除气效果，能保护工件不氧化，不脱碳，工人操作条件好，但生产率和热效率较低	钛、铬等活性金属，难熔金属和某些电工合金的光亮退火、真空除气，不锈钢和铝材的钎焊，粉末冶金烧结，高速钢、工具钢光亮淬火
保护气体电阻炉	炉膛通有保护性气体，不氧化，不脱碳，可控制加热工件表面化学成分。加热工序后的工件不需酸洗，精加工量小。但易爆炸，对操作人员有危害	黑色、有色金属无氧化，不脱碳热处理或进行气体渗碳，钨、钼易氧化金属的加热、烧结等
电热浴炉	加热速度快，均匀性好，容易局部加热，加热工序后工件需要清洗	工具、刀具、量具等几何形状复杂，要求较高的热处理和化学处理
流动粒子炉	具有电阻炉的特点，但炉温较低	锡、铝、锌、镁、铅等低熔点金属的熔炼
直接加热式电阻炉	工件直接通电加热，不需电热体，加热速度快，但对工件形状有一定要求	制造石墨电极，碳化硅粉末冶金压制成型的金属管、棒等的烧结

## 二、电阻炉的热交换基础

热量从空间的一个物体向另外一个物体或同一物体的一部分向另一部分的传递过程，称为传热或热交换。传热过程只有存在温度差时才会发生。热量总是从温度高的部分，传递到温度低的部分。

热量传递的方式是很复杂的，通常可分为三种基本形式，即传导传热、对流放热和辐射换热。

## (一) 传导传热

由于物体各部分直接接触，而发生的热量传播过程称为传导传热，简称为导热。导热又分为稳态导热和非稳态导热。

试验证明，在单位时间内通过某一物体所传递的热量即热流 $\Phi$ 正比于该物体垂直于热流方向的表面积 $A$ ，以及物体热面温度 $t_b$ 与冷面温度 $t_c$ 之间的温度差即 $t_b - t_c$ ，而反比于沿着热流方向的厚度 $\delta$ ，即

$$\Phi = \lambda A \cdot \frac{t_b - t_c}{\delta}$$

式中  $\Phi$ ——热流(kJ/h)；

$\lambda$ ——物体的导热系数[kJ/(m·h·°C)]；

$A$ ——热流方向的表面积(m<sup>2</sup>)；

$\delta$ ——热流方向的厚度(m)。

导热系数 $\lambda$ 的大小反映材料导热性能的好坏，其值等于单位时间内沿热流方向单位长度上的温度差为1°C时，通过该导热物体单位等温面的热流量。物体的导热系数随温度的变化而变化，其值可按下式计算：

$$\lambda_t = \lambda_0(1 + \alpha_t t)$$

式中  $\lambda_t$ —— $t$ °C时的导热系数[kJ/(m·h·°C)]；

$\lambda_0$ ——0°C时的导热系数[kJ/(m·h·°C)]；

$\alpha_t$ ——由实验测定的温度系数(1/°C)；

$t$ ——物体的温度(°C)。

## (二) 对流放热

对流放热是流体对固体表面接触发生的热量传递过程。

## (三) 辐射换热

辐射换热是指不相接触的两物体之间，以辐射波的形式

传播热量的过程。只要大于绝对零度，物体总是将自身热能的一部分以辐射波的形式向周围辐射。同时，物体也将部分地吸收从其它物体中辐射来的这种热能。

以上传导、对流、辐射三种热量传递过程都是极为复杂的，如想详细了解请参考有关文献。

### 三、炉用材料

在电阻加热法中，电热材料的选择是十分重要的。

1. 电热体的理想条件 （1）具有较高的电阻率和较小的电阻温度系数；（2）熔点高；（3）在高温下具有化学稳定性；（4）有足够的高温机械强度；（5）加工性能好，便于制造；（6）热膨胀系数小；（7）价格便宜，货源充足。

2. 电热材料的分类及用途 电热材料分为金属和非金属两类。金属电热体又分为合金和纯金属两种，其中合金电热体应用较广，且价格便宜。纯金属电热体使用温度比合金电热体高，但价格较贵。非金属电热体的使用温度介于纯金属与合金电热体之间，价格比较低廉，但质硬而脆，常常做成棒状元件。各种电热体材料的种类、特点见表1-2。

#### （1）金属电热材料

1) 钨电热材料 成分是纯金属钨，熔点2630℃，这种电热材料可用于较高温度，常用温度是1600~1700℃，钨很容易氧化（400℃即开始氧化），所形成的氧化物（ $W_2O_3$ ）易挥发，所以这种电热材料只适于还原性气氛或真空中。钨一般可制成丝、带、片状加热元件。

2) 铂电热材料 铂的熔点3410℃，常用温度为2000~2200℃，铂在高温下也很容易氧化，因此适用于还原性、保护性气氛或真空中。铂的加工很困难，通常只制做成棒状或

表1-2 电热体材料的种类、特点

种类	品 种	使用温度(°C)			点	用 途
		性	耐	最 高		
金 属 合 金	DR <sub>11</sub> Cr <sub>20</sub> Ni <sub>80</sub>	1000~1150	1150	细丝，高强，电阻系数小，加工性能好，奥氏体组织，可拉成丝，高温强度较好，用后不变脆，基本无磁性	与镍铬合金比较具有：抗氧化性能好，使用温度高，电阻率高，密度低，热膨胀系数大，高温强度低，用后变脆，加工性能稍差，铁素体组织，有磁性，价格较低廉	用于固定式电炉
	DR <sub>12</sub> Cr <sub>15</sub> Ni <sub>80</sub> Fe <sub>5</sub>	900~950	1050			用于移动式电炉
	DR <sub>21</sub> 1Cr <sub>18</sub> Al <sub>4</sub>	900~950	1100	用于固定式电炉		
	DR <sub>22</sub> 0Cr <sub>13</sub> Al <sub>6</sub> Mo <sub>2</sub>	1050~1200	1300			
属 金 属 合 金	DR <sub>23</sub> 0Cr <sub>25</sub> Al <sub>5</sub>	1050~1200	1300		在空气中使用，不能在还原气氛中使用，价格昂贵，在空气中使用，影响使用寿命，价格昂贵	用于研究性小型电炉
	DR <sub>24</sub> 0Cr <sub>27</sub> Al <sub>7</sub> Mo <sub>2</sub>	1200~1300	1400			用于高温真空炉
	铂Pt	—	1600	发性氧化物，熔点高，须在保护性气氛中使用，能、钼可在真空中使用，能、钼可在真空中使用，电阻率大，须配调压装置；钨的加工（弯曲韧性）特别困难，材料稀少、价格较高		用于高温真空炉
	钼Mo 钨W	1600~1700 2000~2200	1800 2400	性气体、氮气、分解氮气、电阻率低，但温度系数大，材料稀少、价格较高		适合于隧道炉，多温区、长温区传送炉
非 金 属 属	钽Ta 硅碳棒 SiC	1800~2000	2200	能在空气中耐1300°C的高温，一般只作棒状，元件间的接触电阻值一致，有老化现象	能耐1600°C以上的高温，无老化现象，电阻率逐渐降低，开始加热点，室温下脆而硬，但加热器总电阻率须逐渐降低，能耐3000°C以上的高温，电阻率高，但加热器总电阻率须逐渐降低，能耐1700°C以上高温，但必须配低电压，大电流变压器，须在真空中或保护气氛中使用，石墨蒸气容易污染炉壁和工件	用于1500°C以上
	硅钼棒 MoSi <sub>2</sub>	1500~1600	1700	史密斯管，防止过大电流，室温下脆而硬		用于1700°C以上
	石墨 C	2300 (真空)	3000	很低，又不精确，故须配低电压，大电流变压器，石墨蒸气容易污染炉壁和工件		

片状加热元件。

3) 钨电热材料 钨的熔点在 $3030^{\circ}\text{C}$ ，常用温度为 $1800\sim2000^{\circ}\text{C}$ ，钨的加工要比钨、钼容易，可制成丝、带、管状加热元件。钨很容易吸附气体，如氮、氢等，因此适用于真空条件下。

### (2) 合金电热材料

1) 镍铬电热材料 主要成分是镍、铬，多用于 $1000^{\circ}\text{C}$ 左右的电阻炉中。这种材料具有高的电阻率和高的抗氧化性能，容易加工成各种规格的丝、带和片状加热元件，价格便宜，广泛应用在实验室的电阻炉中。

2) 铁铬铝电热材料 它是铬和铝的铁基合金，比镍铬电热材料有更高的电阻率和抗氧化性能，最高温度可用到 $1300^{\circ}\text{C}$ ，此种电热材料价格便宜，也可以加工成丝、带和片状加热元件。在我国镍矿较少的情况下，铁铬铝电热材料得到了更广泛的应用。

3) 铂和铂铑合金电热材料 铂在高温下很易挥发，而且易与一些元素（硅、铁、硫、碳）起化学反应，铂铑合金（含铂80%、含铑20%）的熔点为 $1700^{\circ}\text{C}$ ，通常使用温度为 $1300\sim1400^{\circ}\text{C}$ ，造价较高，只适用于特殊的实验用电炉中。

### (3) 非金属电热材料

1) 碳电热材料 主要成分为碳(C)，一般加工成管状或带有裂口的桶状加热元件。常用温度为 $1800\sim2000^{\circ}\text{C}$ ，最高可达 $2500^{\circ}\text{C}$ 以上，此材料在高温下极易氧化，因此必须在保护气氛或真空条件下使用。石墨的电阻率很低，且具有负的电阻温度系数（即温度升高时电阻降低），因此要求采用低电压大电流的电源。

2) 硅碳棒电热材料 主要成分为碳化硅(SiC)，通常

制成棒或管状加热元件，常用温度在 $1250\sim1400^{\circ}\text{C}$ ，这种材料电阻率很高，可以承受较大的表面负荷（电热体单位表面积上所承受的功率值，它的计算方法是以电热体释放出的总功率除以电热体工作部分的表面积，单位为 $\text{W}/\text{cm}^2$ ）但它的强度低而且脆，容易折断。

硅碳棒的规格、尺寸及性能见表1-3。硅碳棒规格、尺寸通常以 $d/l/m$ 表示。

表1-3 硅碳棒的规格、尺寸及性能

硅碳棒规格 $d/l/m$ (mm)	1400°C 时的电阻 值( $\Omega \pm$ 10%)	冷端直 径D (mm)	相应的电炉温度下，每支硅碳棒的功 率P(W)、电压U(V)和电流I(A)				有效表 面积 $A(\text{cm}^2)$
			$P$ $U/I$	1200°C	1300°C	1350°C	
6/60/75	2.2	12	$\frac{240}{23/10.5}$	$\frac{160}{19/8.5}$	$\frac{115}{16/7.2}$	$\frac{70}{12.5/5.6}$	11.30
6/100/75	3.5	12	$\frac{395}{37/10.6}$	$\frac{265}{30/8.8}$	$\frac{190}{2.6/7.3}$	$\frac{114}{20/5.7}$	18.85
6/100/130							
8/100/85	2.4	14	$\frac{530}{36/14.7}$	$\frac{350}{29/12.1}$	$\frac{250}{24/10.4}$	$\frac{150}{19/7.9}$	23.13
8/150/60							
8/150/85	3.6	14	$\frac{790}{53/14.7}$	$\frac{525}{43/12.2}$	$\frac{380}{37/10.3}$	$\frac{228}{28.5/7.9}$	37.69
8/150/150							
12/100/200	1.1	18	$\frac{790}{30/26.4}$	$\frac{530}{24/22.0}$	$\frac{370}{20/18.7}$	$\frac{225}{101/43}$	37.70
14/200/250	1.8	22	$\frac{18.50}{58/32}$	$\frac{1230}{47/26.2}$	$\frac{880}{40/22.0}$	$\frac{530}{31/17.3}$	87.96
14/200/350	1.8	22					
18/300/250	1.3	28	$\frac{2960}{62/47.8}$	$\frac{1970}{51/38.8}$	$\frac{1410}{43/32.8}$	$\frac{840}{33/25.5}$	141.40
18/300/350							
25/300/400	1.1	38	$\frac{4900}{70/70}$	$\frac{3360}{53/58}$	$\frac{2400}{49/49}$	$\frac{1410}{37.5/37.5}$	234.50

3 ) 硅钼棒 主要成分为二硅化钼 ( $\text{MoSi}_2$ )，通常是

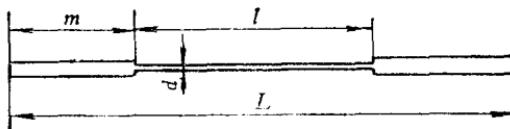


图1-1 硅碳棒的规格

$m$ —冷端长度  $l$ —加热端长度  $L$ —硅碳棒总长度  $d$ —加热端直径

做成棒状和U形电热材料，这种材料具有很高的抗氧化性能，使用温度可达1400℃，长时间使用电阻率较稳定，但材料较脆易断裂。U形硅钼棒规格见表1-4、图1-2，通常以 $d/D$ 表示，( $d$ 为加热端直径， $D$ 为冷端直径)。

表1-4 9/18硅钼棒规格 (mm)

$L$	323	423	623	2023
$L_1$	150	200	300	1000
$L_2$	150	200	300	1000

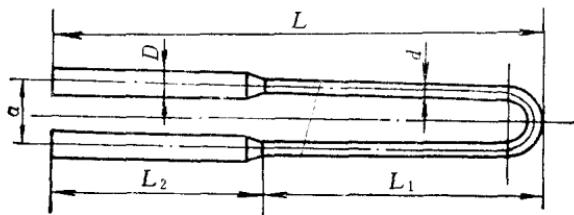


图1-2 硅钼棒的规格

$$L_1 \text{—发热端} \quad L_2 \text{—冷端} \quad \text{发热段长度 } L_1' = 2 \left( L_1 - \frac{a}{2} \right) + \frac{\pi}{2} a$$