

普通高等教育“十三五”规划教材

# 化学反应 工程实验

李 犇 主编



化学工业出版社

普通高等教育“十三五”规划教材

# 化学反应工程实验

李 焜 主编



化学工业出版社

· 北京 ·

本书将编者部分科研工作的实验方法融入教材中,结合相关理论知识和基础概念,能够更有效地提高学生的学习能力和主观能动性。书中实验分为化学反应过程和物理化学过程,列举了常用分析仪器的使用方法和实验数据的测量手段。教材侧重于培养学生的实验操作、数据测量和结果分析等方面技能,以便学生在以后的工作学习中能够举一反三,学以致用。本教材适用于化工、工业催化等工程应用专业的本科生和研究生使用,也可以为相关领域的技术人员提供参考。

### 图书在版编目(CIP)数据

化学反应工程实验/李犇主编。—北京:化学工业出版社,2016.6

普通高等教育“十三五”规划教材

ISBN 978-7-122-26697-2

I. ①化… II. ①李… III. ①化学反应工程-化学实验-高等学校-教材 IV. ①TQ03-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2016)第070775号

---

责任编辑:满悦芝 石磊

装帧设计:孙远博

责任校对:吴静

---

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

印装:大厂聚鑫印刷有限责任公司

787mm×1092mm 1/32 印张2 $\frac{3}{4}$  字数58千字

2016年7月北京第1版第1次印刷

---

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686)

售后服务:010-64518899

网 址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

---

定 价:9.80元

版权所有 违者必究

# 前言

化学反应工程作为化工专业的基础课程，要求学生理解并掌握书本中的反应理论和工业生产实践知识。然而目前专门描述基础的化学反应工程实验操作方面的教材非常匮乏，这给从事实验教学的老师指导实验时带来了不便。本书作为化学反应工程课程的实验指导教材，系统讲解了化学反应工程的基本实验原理、物理和化学实验过程及实验装置和流程，并介绍了实验误差分析和实验结果的数据处理方法，以及计算时用的重要参考数据和实验报告撰写的要求。

本书根据化工专业实验教学内容进行编写，旨在通过实验环节帮助学生理解、掌握在课堂学到的理论知识和公式方法，激发学生对化学反应工程课程的学习兴趣。通过实验的综合训练，提高工科学生的实验操作技能，使学生能够熟悉化工反应器和分析仪器操作，独立完成反应过程中的物料衡算，根据实验数据建立化学反应的速率方程，为今后从事工业生产和科学研究夯实基础。

书中实验课程教学内容分为化学反应过程和物理化学过程，列举了常用分析仪器的使用方法和实验数据的测量手段。编者在总结自己的科研和实验工作经验的基础上编写本书，侧重于培养学生的实验操作、数据测量和结果分析等方面的技能，以便学生在以后的工作学习中能够举一反三，学以致用。

本书包括三个部分。第一部分为化学反应工程实验的基本要求和须知，以便学生对照这些要求正确进行实验操作。第二部分

为化学反应工程实验，共有十二组实验，分别为 HY 型沸石催化剂的制备与成型、催化剂孔容积测定、分子筛催化剂饱和吸附量的动态测定、甲苯歧化气-固催化反应动力学实验、反应器停留时间分布的实验测定、油品黏度测定、DBP 酯化反应动力学实验、催化剂程序升温还原/脱附表征、分子筛催化剂的热重-差热分析实验、催化剂比表面积测定、气-固相吸附热力学实验、液-固相间歇/脉冲吸附动力学实验；每个实验均包含实验目的、实验原理、实验过程和操作步骤、实验数据记录和处理、实验报告要求和思考题，以便指导学生预习实验的过程和熟悉仪器操作。第三部分为附录，附有化学反应工程课程实验成绩评定办法和实验室安全常识，以提高学生的实验操作技能和安全意识。

本教材适用于化工、仪器分析、催化剂制备或者其他工程应用类专业的学生使用，其他专业也可根据自身的教学情况选择部分实验进行教学内容讲授。

本书由李犇主编，杨春杰和刘瑜参与编写。在撰写过程中得到了教研室同仁的关心和支持，并由辽宁科技大学资助完成书稿撰写，在此编者深表感谢。

由于编者知识水平有限，书中疏漏与不妥之处在所难免，真诚希望广大读者提出宝贵意见和建议。

编者

2016 年 3 月

# 目录

化工专业实验须知 .....	1
化学反应工程实验要求 .....	3
<b>实验一 HY 型沸石催化剂的制备与成型</b> .....	6
一、实验目的 .....	7
二、实验原理 .....	7
三、HY 型沸石催化剂的制备过程 .....	8
四、实验装置 .....	11
五、实验步骤 .....	11
六、实验结果 .....	12
七、思考题 .....	13
<b>实验二 催化剂孔容积测定</b> .....	14
一、实验目的 .....	14
二、实验原理 .....	14
三、实验方法 .....	16
四、实验记录及数据处理 .....	17
五、思考题 .....	18
<b>实验三 分子筛催化剂饱和吸附量的动态测定</b> .....	19
一、实验目的 .....	19
二、吸附原理 .....	19
三、实验方法 .....	20
四、实验装置及实验步骤 .....	21
五、数据处理 .....	22

六、思考题 .....	23
<b>实验四 甲苯歧化气-固催化反应动力学实验 .....</b>	<b>24</b>
一、目的要求 .....	24
二、基本原理 .....	24
三、设备与装置 .....	26
四、实验步骤 .....	27
五、实验注意事项 .....	28
六、数据处理 .....	28
七、思考题 .....	30
<b>实验五 反应器停留时间分布的实验测定 .....</b>	<b>31</b>
一、实验目的 .....	31
二、实验原理 .....	31
三、实验装置 .....	34
四、实验步骤 .....	34
五、数据处理 .....	35
六、思考题 .....	35
<b>实验六 油品黏度测定 .....</b>	<b>36</b>
一、实验目的 .....	36
二、实验原理 .....	36
三、实验仪器 .....	38
四、实验步骤 .....	39
五、如何判定黏度计是否准确 .....	39
六、思考题 .....	40
<b>实验七 DBP 酯化反应动力学实验 .....</b>	<b>41</b>
一、实验目的 .....	41
二、实验原理 .....	41
三、实验仪器和药品 .....	42

四、实验方法 .....	42
五、数据处理 .....	42
六、思考题 .....	43
<b>实验八 催化剂程序升温还原/脱附表征 .....</b>	<b>44</b>
一、实验目的 .....	44
二、实验原理 .....	44
三、仪器和试剂 .....	48
四、实验步骤 .....	48
五、思考题 .....	49
<b>实验九 分子筛催化剂的热重-差热分析实验 .....</b>	<b>50</b>
一、实验目的 .....	50
二、实验原理 .....	50
三、实验仪器及试样制备 .....	54
四、实验步骤 .....	55
五、思考题 .....	56
<b>实验十 催化剂比表面积测定 .....</b>	<b>57</b>
一、实验目的 .....	57
二、实验原理 .....	57
三、吸附仪装置与试剂 .....	57
四、样品测定前期的仪器操作过程及方法 .....	59
五、测定表面积的方法与步骤 .....	60
六、思考题 .....	62
<b>实验十一 气-固相吸附热力学实验 .....</b>	<b>63</b>
一、实验目的 .....	63
二、实验原理 .....	63
三、流动吸附仪装置与试剂 .....	64
四、实验步骤 .....	66



五、思考题 .....	67
<b>实验十二 液-固相间歇/脉冲吸附动力学实验 .....</b>	<b>68</b>
一、实验目的 .....	68
二、实验原理 .....	68
三、液相吸附装置与实验过程 .....	68
四、实验吸附过程计算 .....	71
五、思考题 .....	72
<b>附录 .....</b>	<b>73</b>
附录一 化学反应工程课程实验成绩评定办法 .....	73
一、总则 .....	73
二、成绩评定内容 .....	73
三、成绩评定及参考标准 .....	73
四、附则 .....	74
附录二 实验室一般安全知识 .....	75
一、安全守则 .....	75
二、常用仪器设备的安全操作 .....	75
<b>参考文献 .....</b>	<b>78</b>

# 化工专业实验须知

1. 实验前学生必须预习实验内容，了解实验药品的物化性质和常数，明确实验目的、基本原理和具体操作步骤，听从指导老师的具体安排。

2. 实验室应经常保持整洁，桌面上不要乱放与本次实验无关的书籍、仪器、药品。废液（有机溶剂、废酸等）应放入废液桶中，倒入水槽中的废液（无污染的）立即放水冲掉。加强室内通风，制备粉末颗粒需要保护措施（如佩戴口罩、眼罩、手套等），必要时要采取强制通风。

3. 实验室内严禁打闹、嬉戏。进入实验室后，禁止穿短裤、拖鞋、凉鞋，女生需梳理头发（盘头，禁止披肩发），以防止药品接触，伤及自身及他人身体。实验课内不得做与实验无关的事情，禁止吃食物。

4. 使用易燃、易爆危险化学品时，要密闭操作，严防物料泄漏，所用设备需防爆，同时还要防止由静电火花导致的火灾爆炸。

5. 实验室内严禁烟火。

6. 任何学生不得擅自开启、关闭或移动高压气瓶，禁止调节压力。

7. 爱护仪器，节约药品。仪器损坏后应立即报损，并按规定赔偿。

8. 实验所用的试剂、化学药品和公用仪器，使用后应放回原处，禁止浪费药品和试剂；试剂瓶和盖子要匹配，以免污染药品。

9. 实验前须预习实验内容和所使用药品的物化常数；实验过程中认真操作，仔细观察，翔实记录；每次实验完成后，根据实验记录数据写出实验报告。不按时交报告的同学，不予记录实验成绩。

10. 实验室内仪器设备较多，操作时要预防物理伤害和高温烫伤。

11. 实验完毕后，应打扫实验室，关好水、电、门、窗。离开实验室时，检查一遍，以免发生事故，确保安全。

# 化学反应工程实验要求

## 一、实验前的预习准备工作

① 阅读书中的实验内容，弄清本实验的目的和要求。

② 进入实验室后，要遵守实验室安全注意事项，详细了解实验装置的流程、仪器设备的主要结构和功能、测量仪表的使用及实验操作方法，并认真思考实验操作步骤，测量记录的内容和测定数据的方法。

## 二、实验小组的分工和合作

化学反应工程实验一般由4~6人为一组合作完成。实验开始前必须做好组织工作，做到既分工，又合作；既保证质量，又能获得全面训练。每组由组长负责实验方案的执行，负责联络和指挥，与组员讨论实验方案，使得每个组员各尽其职（包括实验操作、读取数据、记录数据及现象观察），而且要在适当时候进行轮换工作。

## 三、实验中需测取的数据

对实验结果有明显影响的参数，如温度、压力、浓度等参数；流速、搅拌、扩散及物料性质对传递过程有影响的因素。

## 四、实验数据的读取及记录

实验开始前拟好记录表格，在表格中应记下各物理量的名

称、表示符号及单位。实验数据记录时一定要等现象稳定后才开始读取数据。条件改变后，要等再次平衡后才能读取数据。每个数据记录后，应习惯性复核一遍，以免读错或记错。

## 五、实验数据的整理与图表举例

通过实验测得的数据，能够清晰地表示出自变量和因变量之间的函数变化关系。表示实验数据中变量间的关系一般有列表法、图示法和公式法。

### (1) 实验数据的列表法

实验数据的初步整理即列表，实验数据表分为记录表和结果综合表两类。记录表分原始数据记录表、中间和计算结果记录表。实验原始记录是根据实验内容设计的，必须在实验正式开始之前列出表格。

### (2) 实验数据的图形表示法

实验曲线的标绘是实验数据处理的第二步，学习使用 Excel 软件处理实验数据，并将整理得到的实验结果绘成关系曲线图。对照数据曲线可以更明确地看出数据之间的关系和变化规律。

### (3) 实验数据的公式表示法

实验数据除使用图表表述，还常把所获得的实验数据整理成经验公式。即将变量之间的关系表达成  $y=f(x)$  的函数关系，以描述过程或现象的规律，建立数学模型。

## 六、实验报告的编写与要求

实验报告是实验工作的总结，撰写实验报告是对学生理解问题、表达问题、解决问题等专业能力的写作训练。一份合格的实验报告必须简洁明了、数据完整、表达清楚、结论正确、有讨论、有分析，得出的公式、曲线或图形有明确的使用条件。报告

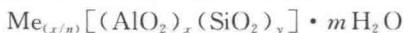
的内容一般包括以下几个方面。

- ① 报告的题目。
- ② 报告人姓名、班级、实验时间和同组实验人员的姓名。
- ③ 实验的目的。
- ④ 实验的理论依据。
- ⑤ 实验设备及药品说明（流程示意图和主要设备，仪表的类型及规格，药品厂家、级别等信息）。
- ⑥ 实验数据，应包括原始数据和经过加工后用于计算的全部数据。
- ⑦ 数据整理及计算示例，其中引用的数据要说明来源，简化公式要写出导出过程，要列出一组数据的计算过程，作为计算示例。
- ⑧ 实验结果，根据实验任务，明确提出本次实验的结论，用图示法或列表法均可。
- ⑨ 分析讨论，要对本次实验结果进行评价，分析误差大小及原因。对实验中发现的问题应进行讨论，对实验方法、实验设备有何改进建议也可写入此栏。

# 实验一

## HY 型沸石催化剂的制备与成型

沸石又称为分子筛，是结晶型的硅铝酸盐类孔隙材料，具有均一的孔隙结构；前者是天然形成，后者是人工合成制备得到。分子筛的化学组成可表示为：



式中，Me 为金属阳离子； $n$  为金属阳离子价数； $x$  为铝原子数； $y$  为硅原子数； $m$  为水的分子数。

分子筛的基本结构单位是硅氧和铝氧四面体 [见图 1-1 (a)]。四面体通过氧桥 (T—O) 相互连接可形成环。环上的四面体通过氧桥相互连接，可构成三维骨架的孔穴 [见图 1-1 (b)]。

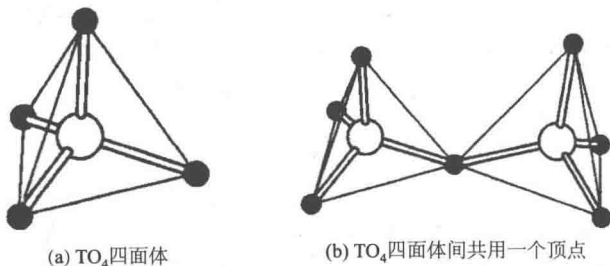


图 1-1 分子筛的四面体单元 (T 为 Al 或 Si)

在分子筛的晶体结构中，含有许多形状整齐的多面体笼，不

同结构的笼再通过氧桥相互连接形成各种结构不同的分子筛。沸石分子筛的用途很多，在工业上常将它作为吸附剂和催化剂，特别是用于炼油和石油化工中的干燥、吸附及催化裂化、异构化、烷基化等很多反应。

分子筛催化剂属于固体酸催化剂，它的酸性来源于铵盐离子的分解及氢离子交换，或者是所包含的多价阳离子的水解。由于合成的基本型是 Na 型分子筛，不显酸性，如将多价阳离子或氢质子引入晶格中，才会使其显现固体酸性。所以，制备分子筛催化剂往往要先进行离子交换，将 Na 型分子筛转换成 H 型。通过离子交换，还能改进分子筛的催化性能，获得更广泛的应用。

本实验通过水溶液离子交换的方法制备 HY 型分子筛催化剂。

## 一、实验目的

1. 掌握离子交换法制备 HY 型分子筛催化剂的原理及方法。
2. 掌握催化剂压片成型的方法。

## 二、实验原理

Y 型沸石是目前广泛应用的沸石类型，其结构类似于金刚石的密堆立方晶系结构。若以  $\beta$  笼这种结构单元取代金刚石的碳原子节点，且用六方柱笼将相邻的两个  $\beta$  笼连接，就形成了八面沸石的晶体结构如图 1-2 所示。

用这种结构继续连接下去就得到 Y 型分子筛结构，其主要通道孔径大约  $8\sim 9\text{\AA}$  ( $1\text{\AA}=0.1\text{nm}$ )，硅铝比在  $1.5\sim 3$ 。在八面沸石型分子筛晶胞结构中，阳离子的分布有三种优先占住的位置，即位于六方柱笼中心的  $S_1$ ，位于  $\beta$  笼六元环中心的  $S_2$ ，和



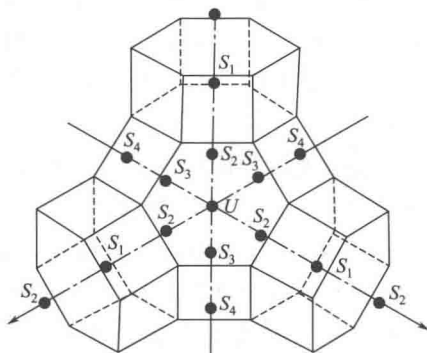


图 1-2 八面沸石的晶体结构

位于八面沸石笼中靠近  $\beta$  笼的四元环上的  $S_3$ 。

NaY 型分子筛的合成是将 NaOH、铝源（铝酸钠等）、硅源（硅溶胶、硅凝胶、硅酸钠等）、四乙基溴化铵（TEABr）等模板剂和去离子水为原料，按一定摩尔比分别加入到不锈钢反应釜中在一定温度下晶化数天，产物过滤、洗涤、干燥、焙烧，制得结晶完好的沸石分子筛。

### 三、HY 型沸石催化剂的制备过程

主要由以下几步组成：NaY 型分子筛 → 离子交换 → 离心分离 → 洗涤过滤 → 真空干燥 → 成型 → 焙烧 → 成品。

#### 1. 阳离子交换

分子筛的离子交换反应一般在水溶液中进行，常用的是酸交换或铵交换。交换通常可用无机酸或有机酸。下式表示以 HCl 进行交换的反应式：



酸交换时，沸石晶格上的铝也能被氢离子取代成为脱铝沸