

高等学校教材

化学工程与工艺

专业实验

● 王爱军 孙初锋 主编

HUAXUE GONGCHENG YU GONGYI
ZHUANYE SHIYAN



化学工业出版社

—— 高 等 学 校 教 材 ——

化学工程与工艺

专 业 实 验

HUAXUE GONGCHENG YU GONGYI
ZHUANYE SHIYAN

◎ 王爱军 孙初锋 主编



化学工业出版社

· 北 京 ·

《化学工程与工艺专业实验》是作者在总结多年教学实践的基础上，为适应化学工程与工艺专业实验教学编写的教材。共分七章，包括：绪论、实验数据处理与实验方案设计、化工基础数据测定实验、分离技术实验、反应器模型实验、实际反应器应用实验、油品分析实验等内容。书中在列举典型实验时，比较详细地描述了实验原理、实验步骤、数据处理方法及过程等。附录列出了一些实验设计的正交表和部分油品分析实验标准。

《化学工程与工艺专业实验》可作为高等学校化工与制药类等专业的教材，也可供相关专业科研人员、工程技术人员使用。

图书在版编目 (CIP) 数据

化学工程与工艺专业实验/王爱军，孙初锋主编.
北京：化学工业出版社，2016.3
ISBN 978-7-122-26255-4

I. ①化… II. ①王…②孙… 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 (2016) 第 024877 号

责任编辑：杜进祥 徐雅妮
责任校对：宋 玮

装帧设计：韩 飞

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：三河市延风印装有限公司

787mm×1092mm 1/16 印张 11¼ 字数 288 千字 2016 年 4 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：28.00 元

版权所有 违者必究



前言

进入 21 世纪, 化学工业面临严峻的挑战, 行业发展趋向产业集群化、工艺清洁化、节能化、产品多样化、专用化、高性能化, 生物技术、新材料和新能源技术在化学工业中占据越来越重要的地位, 行业的发展对人才和技术的要求越来越高。化学工程与工艺是为了顺应化学工业的发展而设置的厚基础、重实践、宽口径、适应性强的专业, 其具有工程特色鲜明、专业口径宽、覆盖面广的特点, 对化学反应工程、化工单元操作、分离工程、化工热力学、化工系统工程等知识贯穿结合, 同时对于相关学科知识有所了解和掌握, 能够在化工及相关领域从事生产运行与技术管理、工程设计、技术开发、科学研究等工作。

工程实践能力培养是工科教育的重要内容, 《高等教育法》明确规定, 高等教育的根本任务是培养具有创新精神和实践能力的高级专门人才。通过设计实验和分析实验结果, 锻炼提高学生实验研究能力, 进一步培养和提高学生实践创新能力。化学工程与工艺专业实验就是为了提高学生实验研究能力, 注重学生工程设计能力、工程实践能力和创新能力的培养而设立的一门课程。它以化学工程与工艺的专业课(化学热力学、化学反应工程、分离工程、油品分析等)为理论基础, 与化工原理实验、毕业论文(设计)等形成完整的工程实验实践教学环节。

《化学工程与工艺专业实验》一书是编者在总结多年教学实践的基础上, 为适应化学工程与工艺专业实验教学编写的教材。内容共分七章, 包括: 绪论、实验数据处理与实验方案设计、化工基础数据测定实验、分离技术实验、反应器模型实验、实际反应器应用实验、油品分析实验等内容。

本书由西北民族大学王爱军、孙初锋共同编写, 由王爱军负责统稿。

由于水平有限, 书中难免会出现疏漏, 恳请有关专家和读者批评指正, 我们将不胜感谢。

编者

2016 年 1 月



目 录

第一章 绪 论

1

1.1 教学目的	1
1.2 学习方法	2
1.3 实验室学生守则	3
1.4 实验仪器、药品使用安全知识	4
1.5 实验室防火、用电知识	5

第二章 实验数据处理与实验方案设计

8

2.1 实验数据的误差分析	8
2.1.1 误差的基本概念	8
2.1.2 有效数字及其运算规则	12
2.1.3 误差的基本性质	12
2.2 实验数据处理的基本方法	17
2.2.1 列表法	17
2.2.2 作图法	18
2.2.3 图解法	18
2.2.4 最小二乘法直线拟合	19
2.3 正交试验设计	20
2.3.1 正交表	21
2.3.2 交互作用表	22
2.3.3 正交试验的表头设计	22
2.3.4 二水平正交试验设计与方差分析	23

第三章 化工基础数据测定实验

25

实验 1 水饱和蒸气压数据的测定	26
实验 2 三元液-液平衡数据的测定	31
实验 3 二氧化碳 p - V - T 关系测定	38

实验 4 二组分体系的气-液平衡	42
------------------------	----

第四章 分离技术实验

49

实验 5 苯酚结晶实验	49
实验 6 正己烷-乙醇-水恒沸精馏实验	52
实验 7 振动筛板塔萃取实验	57
实验 8 大孔树脂吸附分离实验	62
实验 9 膜分离实验	65
实验 10 脂肪酸的分子蒸馏实验	70

第五章 反应器模型实验

76

5.1 停留时间分布	76
5.1.1 概述	76
5.1.2 停留时间分布的定量描述	77
5.2 停留时间分布的实验测定	79
5.2.1 脉冲法	79
5.2.2 阶跃法	80
5.2.3 脉冲法与阶跃法比较	81
5.3 流动模型	82
5.3.1 常见的几种流动模型	82
5.3.2 停留时间分布曲线的应用	84
实验 11 反应器停留时间分布的测定	84
实验 12 填料塔液相轴向混合特性测定	90
实验 13 管式循环反应器停留时间测定	96

第六章 实际反应器应用实验

100

实验 14 正丁烷氧化制顺丁烯二酸酐	101
实验 15 反应精馏制乙酸乙酯	108
实验 16 阻燃剂低水合硼酸锌的制备	111
实验 17 非离子表面活性剂的制备	114
实验 18 煤油热裂解制烯烃	118

第七章 油品分析实验

124

实验 19 油品中水溶性酸碱含量的测定 (电导滴定法)	124
-----------------------------------	-----

实验 20 油品中水分含量的测定 128

实验 21 润滑油黏温性能的测定 131

实验 22 油品黏度及黏度指数的测定（平氏黏度管测定法） 134

实验 23 油品密度的测定 137

实验 24 石油凝点的测试 140

附录

142

附录 1 常用正交表 142

附录 2 石油产品酸值测定法（GB/T 264—1983） 151

附录 3 石油产品水分测定法（GB/T 260—1977） 153

附录 4 润滑脂水分测定法（GB/T 512—65） 155

附录 5 石油产品运动黏度测定法和动力黏度计算法（GB/T 265—88） 156

附录 6 石油产品黏度指数计算法（GB/T 1995—1998） 162

附录 7 石油产品凝点测定法（GB/T 510—1983） 169

参考文献

172

第一章

绪 论



化学工程与技术是一门工程性很强的学科,在石油化工、医药、环保、轻工、生化、冶金等行业都得到广泛应用。它是建立在实验基础上的科学,不仅有完整的理论体系,而且具有一些独特的实验研究方法。其实验教学不论在工科院校还是在理科院校,已引起了人们的高度重视。这与 21 世纪化学工业的飞速发展和学科体系的日益完善是密切相关的。化学工程与工艺专业实验在高等学校化学、化工专业的教学计划中一般定为必修实践课。深刻领会和学好这门课程,对于培养高素质人才有着重要的作用。为此,学生在进行实验之前,必须认真学习化学工程与工艺专业实验的基本要求。

1.1 教学目的

化学工程与工艺专业实验作为一门独立的实验课程,除了有具体的研究对象外,它还有独特的研究方法。化学工程与工艺作为一门工程技术学科,研究的是如何进行真实的、复杂的化工生产过程。而特定的物料在特定的设备中进行特定的过程,其复杂性不完全在于过程的本身,还在于化工设备复杂的几何形状以及物料千变万化的物性。化学工程与工艺专业实验就是对实际化工生产过程进行合理的探求和验证。化学工程与工艺专业实验教学应达到如下目的。

(1) 培养学生从事实验研究的初步能力

科学实验是人类获取知识和信息的途径之一,从事实验研究必须具备如下的一些能力:

① 对实验现象要有敏锐的观察能力。

② 运用各种实验手段正确地获取实验数据的能力。

③ 分析和整理实验数据的能力。

④ 由实验数据和实验现象得出正确结论,并能对所得结论进行分析,以提高对所研究的问题进行探索和创新的能力。

(2) 培养学生初步掌握化学工程与工艺专业有关的实验研究方法和实验技能

化学工程与工艺专业实验课程从形式到内容与课堂教学相比都更加多样化、更加生动活泼。实验中应力求接触、应用一些新的测试技术和手段,要适应科学技术不断发展的要求,更多地运用计算机技术解决问题。

(3) 培养学生综合运用所学理论分析问题和解决实际问题

在化学工程与工艺专业实验开展的全过程中,学生的心理和思想素质方面接受检验的机会更多,有利于提高学生的整体素质水平。在所学理论与实践结合的过程中,有助于巩固和加深对所学基本理论的理解,并且在某些方面还能得到进一步的充实和提高。

(4) 培养学生团结协作

化学工程与工艺专业实验一般需要多人合作完成,通过实验培养学生对待科学问题和所

从事工作的责任感,培养学生与他人团结协作、严肃认真、实事求是、勤奋好学、勇于创新的精神。

总之,化学工程与工艺专业实验的目的是为学生提供一个理论联系实践的平台,培养学生的实践能力。培养学生学习运用所学的理论知识解决实验中的各种实际问题,同时通过实验获得新的知识和信息。因此,在实验过程中,不能只局限于增加一些感性认识以及验证所学理论,而要善于开阔视野,增强创新意识,学会如何能清楚正确地表达实验结果,提高技术交流的能力。

1.2 学习方法

化学工程与工艺专业实验课程并不单独附属于某一门理论课程,因此不以验证和学好某一门课程为主要目的,而是以培养高等化工科技人才应具有的一些能力和素质为主要目的,将能力和素质培养贯穿于实验课程的全过程。达到实验目的,不仅要有正确的学习态度,而且还要有正确的学习方法。化学工程与工艺专业实验的学习方法主要体现在以下几个方面。

(1) 实验预习

为了使实验能够获得良好的结果,就必须认真做好课前预习工作。化学工程与工艺专业实验的装置大多流程较为复杂,有许多问题要事先考虑、分析,故课前预习非常重要。学生在实验课前必须做到以下几点。

① 认真阅读实验指导书,明确实验目的,了解实验内容和所依据的原理。

② 根据实验的具体任务,弄清实验步骤及理论根据、应该测取的数据、操作过程和注意事项。

③ 条件具备时应到实验室对照具体实验装置,仔细查看设备结构和流程、仪表类型、安装位置,并进行必要的检查,了解操作规程和装置流程的特点。

④ 写好预习报告。预习报告应包括:a. 实验的目的和主要任务;b. 实验前需要预先计算的数据;c. 绘制实验流程图,熟悉实验操作步骤和注意事项;d. 做好记录实验基本参数和实验数据的各种表格。

⑤ 拟定实验方案。确定先做什么、后做什么,操作条件是什么样的以及如何调整,实验中希望数据点如何分配等。

(2) 实验组织

进行化学工程与工艺专业实验时,必须做好组织工作。既要分工,又要合作;既须保证实验质量,又要尽可能地让学生得到全面训练。每个实验小组要有一名组长,组长全面负责实验方案的执行和指挥,实验方案应在组内讨论,做到人人知晓,每个组员应各有专责(包括操作、读取数据和观察现象等),如果需要,应在适当时间进行轮换。

(3) 实验操作

学生进入实验室前,须经指导教师考查,达到预习要求后方可参加实验。在实验过程中应注意以下几点。

① 仔细检查装置流程和仪器仪表是否完好,并按要求进行实验前的准备工作。经指导教师和实验员检查合格同意后,才能启动设备。

② 认真操作,细致观察实验现象,精心测量实验数据,并做好详细记录。

③ 勤于思考,对实验过程中遇到的问题要及时发现、仔细分析,并想办法解决。若遇疑难问题或仪器仪表故障,应及时请指导教师或实验员帮助。

④ 实验结束后,必须将设备装置恢复原状,将周围环境整理干净,并将实验原始记录

交指导教师审阅。经指导教师同意后,在实验装置使用记录上签字,实验员确认装置设备完好时,才能离开实验室。

(4) 记录实验数据

进行实验时,要做到操作认真、观察仔细、思考积极,并将观察到的现象及测得的各种数据及时地如实记录于预习报告中。记录要做到简要明确,字迹整洁。特别要注意各种量的单位和有效数字。实验完毕后,学生应将实验记录交指导教师审阅。

(5) 撰写实验报告

实验报告是指按照一定的格式和要求表达实验过程和结果的文字材料,它是实验工作的全面总结和系统概括。实验报告以实验数据的准确性和可靠性为基础,是判定实验工作完成好坏的重要依据,并为以后撰写科技论文提供参考资料。培养学生将实验结果整理成一份好的报告,是对学生实际工作能力的培养和锻炼。从现实的情况看,经常有实验技能较好、实验做得很成功,却整理不出一篇较好实验报告的情况。因此,必须对学生实验报告的撰写进行严格的训练。实验报告通常应包括以下内容:①实验目的;②实验原理;③实验装置流程;④实验步骤;⑤实验数据及数据处理;⑥讨论。

其中,绘制实验装置流程是工科学生应具备的基本技能,要求学生按照进行实验的实际流程,用铅笔、直尺认真绘制完成。

实验数据处理要求完整、规范、正确,并应得到一定的结论。完整是要求数据处理应具备从头到尾的全部过程,所谓“头”,包括记录的原始数据和查得的物性数据,所谓“尾”,即要得到的结论。如遇有多组数据需要处理,可将其中一组具有代表性的数据完整处理写出过程,其他组的数据只需以列表方式列出结果。规范是指处理方法和过程要规范,应该写清楚所依据的原理、简化的计算公式、代入数据的过程。正确是指计算结果要正确,包括计算值的数值、单位、有效数字等。如需进行图解,必须要用坐标纸描点画线。

讨论是分析问题的过程,要求结合理论、实验现象、实验数据进行讨论。除此之外,还可以对实验提出改进意见。在讨论过程中,可能会找到很多影响实验结果的因素,甚至是一些以前从来没有想到过的因素,提高自己的理论认识水平,为以后从事具体的技术工作奠定基础。

1.3 实验室学生守则

为保证实验课程的正常进行及实验室的安全,学生在进行实验时必须遵守以下实验室守则。

① 实验前必须按要求认真预习有关实验内容,切实做好实验前的准备工作。检查实验装置是否完好,实验所需器材是否齐全,以免临时慌乱。

② 进入实验室后,要熟悉实验室及其周围环境(如安全通道等);了解灭火器材、急救药箱等的放置地方和使用方法。严格遵守实验室的安全守则和每个具体实验操作中的安全注意事项。若有意外发生时,要及时报指导教师或实验员处理。

③ 实验时要集中精力、认真操作,注意仔细观察,并积极进行思考,实事求是地详细记录实验现象和数据。

④ 实验中必须保持安静,不得大声喧哗,不得到处走动。

⑤ 不得无故缺席实验课;因故缺席未做实验者,应主动申请补做。

⑥ 遵从教师指导,按照实验指导书所规定的操作步骤和方法进行实验。若要改动,需征得指导教师的同意。

⑦ 保持实验室的干净整洁规范,暂时不用的器材,不要放在实验台上,以免碰伤或损

坏。废弃物应分别放置到指定的地点，不得乱丢，更不能随意丢入水槽或垃圾桶。

⑧ 爱护公共财物，小心使用仪器和实验设备，必须严格按照操作规程进行操作，注意节约水、电、煤气和药品。如不慎损坏仪器、仪表，要及时报告指导教师或实验员，按实验室规章制度进行处理。

⑨ 实验结束离开实验室时，应关闭水、电和其他气源开关。实验仪器存放有序，实验装置恢复原状。值日生应主动打扫实验室，保持实验室整洁。

1.4 实验仪器、药品使用安全知识

化学工程与工艺专业实验与化学实验相比，有共同之处，也有其特殊性。化学工程与工艺专业实验中的每一个实验都对应一套独立的装置以及相应的分析检测仪器，其电器、仪表和机械设备等大多集成为一体。为了安全成功地完成实验，除了每个实验的特殊要求外，还应应对专业实验室的防火、用电、防爆和防毒等安全知识进行相应的了解。

化学工程与工艺专业实验室通常配有不同类型的各种消防器材，学生要熟悉其存放地点、使用方法。

(1) 化学药品

在化学工程与工艺专业实验中所接触的化学药品，虽不及化学实验中使用的品种多，但是在使用化学药品前也必须了解所用药品的性能，如易燃性、易爆性、毒性等，并清楚其使用方法和防护措施。

(2) 各种气体

在化学工程与工艺专业实验中另一类必须引起特别注意的就是各种高压气体。化学工程与工艺专业实验中所用的气体种类较多，一类是具有刺激性的气体，如氨、二氧化硫等，这类气体的泄漏一般容易察觉；另一类是无色无味，但有毒性或易燃、易爆的气体，如一氧化碳、氢气等。这类气体一旦泄漏，不仅可能引起中毒，而且容易引起爆炸事故，如CO在室温下空气中的爆炸极限为12%~74%（体积分数），氢气在室温下空气中的爆炸极限为4%~74%（体积分数）。当气体和空气的混合物在爆炸浓度范围内时，只要有火花诱发，就会立即发生爆炸。因此，使用有毒或易燃、易爆气体时，系统一定要严密不泄漏，尾气要导出室外，各种气体源应尽量放置在防爆气柜内，并注意室内的通风。

(3) 高压钢瓶

高压钢瓶是储存各种压缩气体或液化气体的高压容器。气瓶一般容积为40~60L，工作压力可高达30MPa。钢瓶内压力很高，储存的某些气体本身又是有毒或易燃、易爆的。因此，在使用钢瓶时一定要掌握其构造特点和一般安全知识，以确保安全。

化学工程与工艺专业实验中常用的各类钢瓶颜色及其标识见表1-1。

表 1-1 常见部分钢瓶的颜色标识

充装气体名称	瓶色	字样	字色	色环
乙炔	白	乙炔不可近火	大红	P=20MPa,淡黄色单环 P=30MPa,淡黄色双环
氢	淡绿	氢	大红	
甲烷	棕	甲烷	白	
氧	淡(酞)蓝	氧	黑	P=20MPa,白色单环 P=30MPa,白色双环
氮	黑	氮	淡黄	
空气	黑	空气	白	

续表

充装气体名称		瓶色	字样	字色	色环
二氧化碳		铝白	液化二氧化碳	黑	$P=20\text{MPa}$, 黑色单环
氨		淡黄	液氨	黑	
氯		深绿	液氯	白	
氟		银灰	氟	深绿	$P=20\text{MPa}$, 白色单环 $P=30\text{MPa}$, 白色双环
氮		银灰	氮	深绿	
氩		银灰	氩	深绿	
液化石油气	工业用	棕	液化石油气	白	
	民用	银灰	液化石油气	大红	
乙烯		棕	液化乙烯	淡黄	$P=15\text{MPa}$, 白色单环 $P=20\text{MPa}$, 白色双环
环氧乙烷		银灰	液化环氧乙烷	大红	

注：1. 色环栏内的 P 是气瓶的公称工作压力。
2. 民用液化石油气瓶上的字样应排成两行，“家用燃料”居中的下方为“（LPG）”。

(4) 电气设备

化学工程与工艺专业实验中电气设备较多，某些设备的电负荷较高。因此，注意安全用电极为重要，必须严格遵守各种电气设备的使用和操作规程。

- ① 在接通实验设备电源之前，必须认真检查电气设备和电路是否符合规定要求，弄清楚整个实验装置正常的启动和停车操作顺序、紧急停车的方法。
- ② 严禁湿手接触或操作电气设备，各种电气设备必须要保持干燥清洁。
- ③ 电气设备出现故障进行维修时，必须停电作业。
- ④ 操作各种电气设备时，尽量不要两手同时接触设备。
- ⑤ 实验完毕，应关闭实验设备的开关，拉下总电源开关。

1.5 实验室防火、用电知识

化学工程与工艺专业实验是一门实践性很强的实验课程，在实验过程中有时难免要接触到一些易燃、易爆、有腐蚀性和毒性或放射性等的物质。同时还会遇到在高压、高温或低温、高真空等条件下的操作。此外，还会要涉及用电和仪表操作等方面的问题，故要有效地达到预期实验目的，就必须掌握相应的安全知识。

(1) 防火安全知识

化学工程与工艺专业实验室通常配有一定数量不同类型的各种消防器材，实验操作人员要熟悉消防器材的存放地点和使用方法。

- ① 易燃液体（密度小于水），如汽油、苯、丙酮等的使用，应远离火源，一旦着火，应该用泡沫灭火器来灭火，因为泡沫比易燃液体轻且比空气重，可覆盖在液体上面隔绝空气。
- ② 金属钠、钾和白磷等暴露在空气中极易燃烧，所以金属钠、钾应保存在煤油中，白磷则可保存在水中。钠、钾、钙、镁、铝粉、电石、过氧化钠等着火，应采用干砂灭火，此外还可不用燃性固体粉末灭火，绝对不能用水或二氧化碳泡沫灭火，因为这类物质可与水、二氧化碳发生剧烈化学反应，并大量放热。
- ③ 电气设备或带电系统着火，应采用四氯化碳灭火器灭火，绝对不能用水或二氧化碳泡沫灭火。因为后者可导电，易造成人员触电事故。四氯化碳灭火器使用时人员要站在上风

侧，以防四氯化碳中毒。室内灭火后，应及时打开门窗通风。

④ 其他地方着火，通常可用水来灭火。

一旦发生火情，不要慌乱，要冷静判断情况，及时采取措施，迅速找来灭火器和水龙头等进行灭火。若遇自行不能扑灭的火情，应立即拨打火警电话报警。

(2) 用电安全知识

① 实验之前，必须了解室内总电闸与分电闸的位置，便于出现用电事故时及时切断电源。

② 实验室电气设备的功率不得超过电源负载能力，使用电气设备前，应检查是否漏电，常用仪器装置外壳必须良好接地，并定期检查。

③ 接触或操作电气设备时，人体与设备导电部分不能直接接触，手必须干燥。所有的电气设备在带电时不能用湿布擦拭，更不能有水落于其上。不能用试电笔去测试高电压。

④ 维修电气设备时，必须停电作业。

⑤ 在启动电动机时，首先应在合闸前用手转动一下电动机的轴。合上电闸后，应立即查看电动机是否已转动，若不转动，应立即拉闸，否则很容易烧毁电动机。若电源开关是三相刀闸，合闸时一定要快速地一次性合到底，否则易发生“跑单相”现象，即三相中有一相实际未接通，这样电动机极易被烧毁。

⑥ 电气设备上的导线接头必须紧密牢固，裸露的部分必须用绝缘胶布包好，或者用塑料绝缘管套好。保险管、熔断丝等都应按规定电流标准使用，不能任意加大，更不允许用铜丝或铝丝代替。

⑦ 在实验过程中，如果发生停电现象，必须关闭电源开关，并把电压或电流调节器调至“零位状态”。否则，在恢复通电后，接通电源开关时，用电设备可能会在较大功率下启动运行，易造成用电设备的损坏。

⑧ 离开实验室前，必须拉下本实验室的总电闸，关闭总电源。

(3) 使用汞的安全知识

在化学工程与工艺专业实验中，U形压差计中的汞是容易被人们所忽视的毒物。汞是一种积累性毒物，因此在使用时必须做到如下几点。

① 不能将汞直接暴露于空气中，因为汞易挥发。为此，在装有汞的容器中，必须在汞液面之上加上一层水封。

② 取汞时，一定要缓慢倾斜容器倒出，以免溅出。为防止可能的洒落，操作应尽量放在浅搪瓷盘内进行。

③ 实验操作前应检查用汞仪器安放或仪器连接处是否牢固，应及时更换已老化的接管。接管采用橡胶管或塑料管时，其连接处必须用管卡固牢，以免在实验过程中脱落造成汞流出。

④ 当有汞洒落在地上、桌上或水槽等地方时，应尽可能地用吸汞管将汞珠收集起来，然后用金属片（如锌、铜等）在汞溅落处多次刮扫；最后用多硫化钙或硫黄覆盖在有汞溅落的地方，并摩擦，使汞变为不溶于水、不挥发的硫化汞。接触过汞的滤纸或布块必须放在有水的陶瓷缸内，统一处理。因为细粒汞蒸发面积变大，更易于挥发。绝不能采用扫帚扫或用水冲的办法处理洒落的汞。

⑤ 装有汞的仪器应避免受热，保存汞的地方应远离热源，严禁将有汞的器具放入烘箱。

⑥ 用汞的实验室要有良好的通风设备（特别要有通风口在地面附近的下排风口），并与其他实验室分开，经常通风排气。

(4) 使用高压钢瓶的安全知识

① 气体钢瓶的正常使用。

a. 在钢瓶上必须安装配套的减压阀。不使用气体时, 钢瓶的总阀应该处于关闭状态, 减压阀也应该是关闭的。(减压阀属于反作用开关阀门, 其调压手柄逆时针拧至松动为关闭。)

b. 使用气体时, 首先打开钢瓶总阀, 此时高压表应显示出瓶内储气总压力。

c. 然后缓慢地顺时针转动调压手柄, 至减压阀低压表显示压力达到实验所需压力为止。

d. 停止使用气体时, 先关闭钢瓶总阀, 待减压阀中余气逸尽后, 再关闭减压阀。

② 使用气体钢瓶的注意事项。

a. 使用高压钢瓶的主要危险是可能出现的漏气和钢瓶爆炸。当钢瓶受到日光或明火等热源辐射时, 瓶内气体受热膨胀, 会引起瓶内压力的升高。当压力超过钢瓶的耐压强度时, 容易引起钢瓶爆炸。因此, 在钢瓶运输、保存和使用时, 应远离热源(明火、暖气等), 并避免长期在日光下曝晒。

b. 可燃性压缩气体的漏气也会造成危险。应尽可能避免氧气钢瓶和可燃性气体钢瓶放置在同一房间使用(如氢气钢瓶和氧气钢瓶), 因为两种钢瓶同时漏气时更易引起着火和爆炸。如氢气泄漏时, 当氢气与空气混合后体积分数达到 4%~74% 时, 遇明火会发生爆炸。按使用规范, 可燃性气体钢瓶与明火距离应在 10m 以上。

c. 钢瓶即使在常温的情况下受到猛力撞击或不小心将其碰倒坠落, 也有可能引起爆炸。因此, 在搬运钢瓶时, 应戴好钢瓶帽和橡胶安全圈, 并严防钢瓶摔倒或受到撞击, 以避免发生意外爆炸事故。使用钢瓶时, 必须将其固定。有条件时, 应尽可能将其固定在防爆钢瓶柜内。

d. 绝不能将油或其他易燃性有机物黏附在钢瓶上(特别是出口和气压表处); 也不可用品麻、棉等物堵漏, 以防燃烧引起事故。手上沾有油污时, 禁止接触气体钢瓶; 也不能用带有油污的扳手开关钢瓶。

e. 在实验室使用钢瓶时, 一定要用专用的气压表, 各种气压表不能混用。一般可燃性气体的钢瓶气门螺纹是左旋的(如 H_2 、乙炔等), 不燃性或助燃性气体的钢瓶气门螺纹是右旋的(如 N_2 、 O_2 等)。这也是为了防止不同气压表的混用。

f. 在使用钢瓶时, 必须通过减压阀或高压调节阀连接装置及仪器, 当钢瓶安装好气压表、减压阀和连接管线后, 在使用前必须要在调节阀、总阀附近用肥皂水检查确认不漏气才能使用。

g. 开启钢瓶阀门及调压时, 人不要站在气体出口的前方, 头不要处于瓶口之上, 而应在钢瓶的侧面, 以防钢瓶的总阀或气压表被冲出而造成人身伤害。

h. 当钢瓶使用到瓶内压力低于 0.5MPa 时, 应停止使用。压力过低会给充气带来不安全因素, 当钢瓶内压力与外界压力相同时, 会造成空气的进入。

i. 钢瓶必须严格按期检验。使用中的气瓶每 3 年应检查一次, 装腐蚀性气体的钢瓶每 2 年检查一次, 不合格的气瓶不可继续使用。

j. 氢气瓶应放置在远离实验室的专用小屋内, 用纯铜管将气体引入实验室, 并安装防止回火的装置。

第二章

实验数据处理与实验方案设计

2.1 实验数据的误差分析

由于实验方法和实验设备的不完善、周围环境的影响,以及人的观察力、测量程序等限制,实验观测值和真值之间总是存在着一定的差异。人们常用绝对误差、相对误差或有效数字来说明一个近似值的准确程度。为了评定实验数据的精确性或误差,认清误差的来源及其影响,需要对实验的误差进行分析和讨论。由此可以判定哪些因素是影响实验精确性的主要方面,从而在以后的实验中,进一步改进实验方案,缩小实验观测值和真值之间的差值,提高实验的精确性。

2.1.1 误差的基本概念

测量是人类认识事物本质所不可缺少的手段。通过测量和实验能使人们对事物获得定量的概念和发现事物的规律性。科学上很多新的发现和突破都是以实验测量为基础的。测量就是用实验的方法,将被测物理量与所选用作为标准的同类量进行比较,从而确定它的大小。

(1) 真值与平均值

真值是待测物理量客观存在的确定值,也称理论值或定义值。通常真值是无法测得的。在实验中,若测量的次数无限多时,根据误差的分布定律,正负误差的出现概率相等。再经过细致地消除系统误差,将测量值加以平均,可以获得非常接近于真值的数值。但是实际上实验测量的次数总是有限的。用有限次测量值求得的平均值只能是近似真值,常用的平均值有以下几种。

① 算术平均值。算术平均值是最常见的一种平均值。

设 x_1 、 x_2 、 $\cdots$ 、 x_n 为各次测量值, n 代表测量次数,则算术平均值为:

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + \cdots + x_n}{n} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad (2-1)$$

② 几何平均值。几何平均值是将一组 n 个测量值连乘并开 n 次方求得的平均值,即:

$$\bar{x}_n = \sqrt[n]{x_1 x_2 \cdots x_n} \quad (2-2)$$

③ 均方根平均值。

$$\bar{x}_{\text{均}} = \sqrt{\frac{x_1^2 + x_2^2 + \cdots + x_n^2}{n}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n x_i^2}{n}} \quad (2-3)$$

④ 对数平均值。在化学反应、热量和质量传递中,其分布曲线多具有对数的特性,在这种情况下表征平均值常用对数平均值。

设两个量 x_1 、 x_2 , 其对数平均值为:

$$\bar{x}_{\text{对}} = \frac{x_1 - x_2}{\ln x_1 - \ln x_2} = \frac{x_1 - x_2}{\ln \frac{x_1}{x_2}} \quad (2-4)$$

应指出,变量的对数平均值总小于算术平均值。当 $x_1/x_2 \leq 2$ 时,可以用算术平均值代替对数平均值。

如 $x_1=1$ 、 $x_2=2$ 时, $\bar{x}_{\text{对}}=1.443$, $\bar{x}=1.50$, $(\bar{x}_{\text{对}}-\bar{x})/\bar{x}_{\text{对}}=4.2\%$, 即 $x_1/x_2 \leq 2$, 引起的误差不超过 4.2% 。

以上介绍各平均值的目的是要从一组测定值中找出最接近真值的那个值。在化学工程与工艺实验和科学研究中,数据的分布多属于正态分布,所以通常采用算术平均值。

(2) 误差的分类

根据误差的性质和产生的原因,一般分为三类。

① 系统误差。系统误差是指在测量和实验中由未发觉或未确认的因素所引起的误差,而这些因素影响结果永远朝一个方向偏移,其大小及符号在同一组实验测定中完全相同,实验条件一经确定,系统误差就获得一个客观上的恒定值。

当改变实验条件时,才可能发现系统误差的变化规律。

系统误差产生的原因:测量仪器不良,如刻度不准、仪表零点未校正或标准表本身存在偏差等;周围环境的改变,如温度、压力、湿度等偏离校准值;实验人员的习惯和偏向,如读数偏高或偏低等引起的误差。针对仪器的缺点、外界条件变化影响的大小、个人的偏向,在分别加以校正后,系统误差是可以清除的。

② 偶然误差。在已消除系统误差的一切量值的观测中,所测数据仍在末一位或末两位数字上有差别,而且它们的绝对值和符号的变化,时大时小,时正时负,没有确定的规律,这类误差称为偶然误差或随机误差。偶然误差产生的原因不明,因而无法控制和补偿。但是,对某一量值作足够多次的等精度测量后,就会发现偶然误差完全服从统计规律,误差的大小及正负的出现完全由概率决定。因此,随着测量次数的增加,随机误差的算术平均值趋近于零,所以多次测量结果的算术平均值将更接近于真值。

③ 过失误差。过失误差是一种显然与事实不符的误差,它往往是由实验人员粗心大意、过度疲劳和操作不正确等原因引起的。此类误差无规律可循,只要加强责任感、多方警惕、细心操作,过失误差是可以避免的。

(3) 精密度、准确度和精确度

反映测量结果与真实值接近程度的量,称为精确度(也称精度)。它与误差大小相对应,测量的精确度越高,其测量误差就越小。精确度应包括精密度和准确度两层含义。

① 精密度。测量中所测得数值重现性的程度,称为精密度。它反映偶然误差的影响程度,精密度高就表示偶然误差小。

② 准确度。测量值与真值的偏移程度,称为准确度。它反映系统误差的影响程度,准确度高就表示系统误差小。

③ 精确度(精度)。它反映测量中所有系统误差和偶然误差综合的影响程度。

在一组测量中,精密度高的准确度不一定高,准确度高的精密度也不一定高,但精确度高,则精密度和准确度都高。

为了说明精密度与准确度的区别,可用下述打靶子例子来说明。图 2-1(a) 表示精密度和准确度都很好,则精确度高;图 2-1(b) 表示精密度很好,但准确度却不高;图 2-1(c) 表示精密度与准确度都不好。在实际测量中没有像靶心那样明确的真值,而是要设法去测定这个未知的真值。

学生在实验过程中,往往满足于实验数据的重现性,而忽略了数据测量值的准确程度。绝对真值是不可知的,人们只能定出一些国际标准作为测量仪表准确性的参考标准。随着人类认识的推移和发展,可以逐步逼近绝对真值。

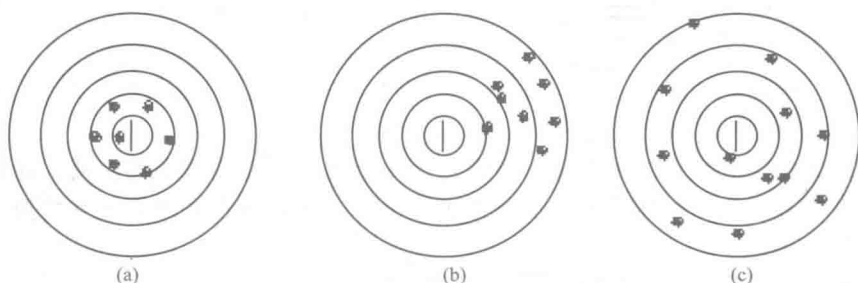


图 2-1 精密度和准确度的关系

(4) 误差的表示方法

利用任何量具或仪器进行测量时,总存在误差。测量结果总是不可能准确地等于被测量的真值,而只是它的近似值。测量的质量高低以测量精确度作为指标,根据测量误差的大小来估计测量的精确度。测量结果的误差越小,则认为测量就越精确。

① 绝对误差。测量值 X 和真值 A_0 之差即为绝对误差,通常简称为误差,记作:

$$D = X - A_0 \quad (2-5)$$

由于真值 A_0 一般无法求得,因而上式只有理论意义。常用高一级标准仪器的示值作为实际值 A 以代替真值 A_0 。由于高一级标准仪器存在较小的误差,因而 A 不等于 A_0 ,但总比 X 更接近于 A_0 。 X 与 A 之差称为仪器的示值绝对误差,记作:

$$d = X - A \quad (2-6)$$

与 d 相反的数称为修正值,记作:

$$C = -d = A - X \quad (2-7)$$

通过检定,可以由高一级标准仪器给出被检仪器的修正值 C 。利用修正值便可以求出该仪器的实际值 A ,即

$$A = X + C \quad (2-8)$$

② 相对误差。衡量某一测量值的准确程度,一般用相对误差来表示。示值绝对误差 d 与被测量的实际值 A 的百分比值称为实际相对误差,记作:

$$\delta_A = \frac{d}{A} \times 100\% \quad (2-9)$$

以仪器的示值 X 代替实际值 A 的相对误差称为示值相对误差,记作:

$$\delta_X = \frac{d}{X} \times 100\% \quad (2-10)$$

一般来说,除了某些理论分析外,用示值相对误差较为适宜。

③ 引用误差。为了计算和划分仪表精确度等级,提出引用误差概念。其定义为仪表示值的绝对误差与量程范围之比。

$$\delta_n = \frac{\text{示值绝对误差}}{\text{量程范围}} \times 100\% = \frac{d}{X_n} \times 100\% \quad (2-11)$$

式中 d ——示值绝对误差;

X_n ——标尺上限值—标尺下限值。

④ 算术平均误差。算术平均误差是各个测量点的误差的平均值。