

高等学校教材



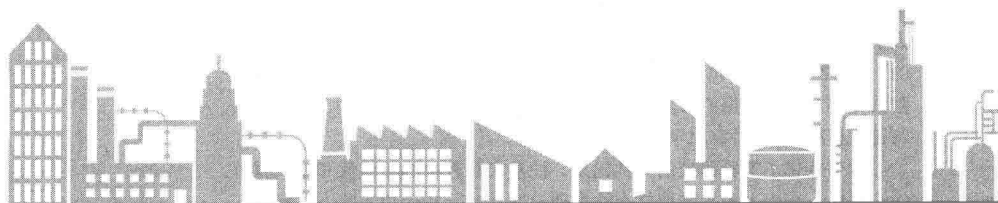
化工基础实验

南京大学化学化工学院

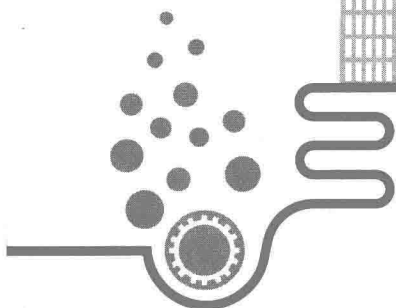
周爱东 主编

高等教育出版社

高等学校教材



HUAGONG JICHU SHIYAN



化工基础实验

南京大学化学化工学院

周爱东 主编

高等教育出版社·北京

内容提要

本书为南京大学国家级化学实验教学示范中心化学和应用化学专业实验教材,它是为适应南京大学“三三制”本科教学改革,结合近年来南京大学化学化工学院及南京大学金陵学院化工基础实验教学改革实践而编写的。全书共6章,包括化工基础实验的基础知识、实验误差分析与实验数据处理、化工数据的采集与控制技术、基础实验、综合实验、化工仿真与过程模拟。书后有附录和主要参考文献。

本书从化工实验研究的共性出发,注重实验教材的实践性和单元操作的工程性,在内容的编排取材上注重理论联系实际和运用实验方法解决工程问题,紧密结合计算机数据采集技术和 Excel、Origin、Aspen Plus 等软件在化工设计、动态过程模拟等方面的应用,强调工程观点,引导学生运用实验方法解决工程问题,使本书更具有实用性和可读性。

本书可作为高等院校化学、应用化学、制药、环境、化学工程与工艺专业及相关专业的化工基础实验课的教材或参考书,也可作为轻工、食品、纺织、生物、海洋等领域从事科研、生产的技术人员的参考资料。

图书在版编目(CIP)数据

化工基础实验 / 周爱东主编. -- 北京:高等教育出版社,2016.1

ISBN 978-7-04-044246-5

I. ①化… II. ①周… 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(2015)第 272154 号

策划编辑 李 颖
插图绘制 杜晓丹

责任编辑 李 颖
责任校对 高 歌

封面设计 张 楠
责任印制 毛斯璐

版式设计 杜微言

出版发行 高等教育出版社
社 址 北京市西城区德外大街 4 号
邮政编码 100120
印 刷 国防工业出版社印刷厂
开 本 787mm × 1092mm 1/16
印 张 11.75
字 数 280 千字
购书热线 010-58581118

咨询电话 400-810-0598
网 址 <http://www.hep.edu.cn>
<http://www.hep.com.cn>
网上订购 <http://www.landaco.com>
<http://www.landaco.com.cn>
版 次 2016 年 1 月第 1 版
印 次 2016 年 1 月第 1 次印刷
定 价 17.80 元

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,请到所购图书销售部门联系调换
版权所有 侵权必究
物 料 号 44246-00

前言

化工基础实验是一门工程实践课程,每个单元操作实验相当于化工生产中的一个基本过程。本书注重实验技巧和测试技术的训练、现代实验技术的传输和创新理念的培养,旨在引导学生应用化工基础理论分析、设计和操作典型化工单元操作的实验,提高解决生产实际问题的能力,开拓学生的实验思路,增强创新意识,建立起一定的工程概念,提升工程素养。

本书是应化学、应用化学、制药、环境、化学工程与工艺专业及相关专业的需求,以南京大学化工基础实验指导讲义为蓝本,兼顾新型化工基础实验仪器与设备,结合近年来南京大学化学化工学院及南京大学金陵学院化工基础实验教学改革与实践而编写的。

随着科技的发展和时代的进步,化工过程参数测试技术、自动控制技术、数据采集及计算机处理技术、化工仿真与过程模拟等技术被广泛应用于化工生产实践中。因此,本书中也增添了实验仪器与设备自控方面的内容。在介绍化工基础实验基本知识的同时,强调实验误差分析与实验数据处理、化工数据的采集与控制技术、常用测量仪器和仪表使用原理与方法等。

本书中实验部分分为基础实验、综合实验及化工仿真与过程模拟,以便学生在掌握基础实验的基础上,进行综合能力的训练,提高学生的工程意识和工程能力。书后附有本书涉及的一些实验分析方法、化工仿真操作说明、Excel 软件应用于实验数据处理及图表的简易操作方法、Origin 软件应用于实验数据处理及图表的简易操作方法、Aspen Plus 软件用于化工设计的简易操作方法。

本书由周爱东博士任主编,负责总体框架设计、大纲编写,并对全书进行总纂;周政博士、李磊博士任副主编。本书的编写分工如下:周政博士执笔第1章、第5章的实验5.5和实验5.6;马少玲博士执笔第2章、第5章的实验5.1、第6章的实验6.2、附录6~8;胡兴邦博士执笔第3章的3.1节和3.3节;李磊博士执笔第3章的3.2节、第5章的实验5.2、附录1~4;周爱东博士执笔第4章、第6章的实验6.1、附录5;张锋博士执笔第5章的实验5.3和实验5.4,彭璟博士承担了第4章的图形绘制工作。

本书初稿承蒙南京大学张志炳教授审阅,提出了许多宝贵意见;在本书编写和出版过程中,高等教育出版社李颖编辑给予了大力支持和严格把关;编者参考了国内外兄弟院校的有关资料;本书的出版获得了国家自然科学基金南京大学化学人才培养项目、江苏高校品牌专业建设工程项目、江苏省高等教育教改研究项目的资助,在此一并表示衷心感谢!

书中许多内容都是依据编者的教学经验和认识,在编写过程中难免出现疏漏和不足之处,恳请读者指正。

编者

2015年7月

目 录

第 1 章 化工基础实验的基础知识	1	3.3.4 变频器	40
1.1 化工基础实验的目的和要求	1	第 4 章 基础实验	41
1.1.1 化工基础实验的目的	1	4.1 流体流动阻力测定实验	41
1.1.2 化工基础实验的要求	1	4.1.1 实验目的	41
1.2 化工基础实验室安全常识	2	4.1.2 实验原理	41
1.2.1 危险化学品的安全使用	2	4.1.3 实验流程及设备主要参数	42
1.2.2 消防安全	4	4.1.3.1 第一类型实验装置	42
1.2.3 用电安全	5	4.1.3.2 第二类型实验装置	42
1.3 化工基础实验操作的基础知识	6	4.1.4 实验方法及步骤	44
1.3.1 实验废液、废弃物的处理操作	6	4.1.4.1 第一类型实验装置	44
1.3.2 高压气瓶的操作	6	4.1.4.2 第二类型实验装置	44
1.4 化学工程问题的研究方法	8	4.1.5 数据记录及整理	45
第 2 章 实验误差分析与实验数据处理	10	4.1.5.1 第一类型实验装置	45
2.1 实验误差分析	10	4.1.5.2 第二类型实验装置	45
2.1.1 误差的基本概念	10	4.1.6 实验结果与讨论	46
2.1.2 误差的基本性质	12	4.2 离心泵特性曲线测定实验	46
2.2 实验数据处理	15	4.2.1 实验目的	46
2.2.1 有效数字的处理	15	4.2.2 实验原理	47
2.2.2 实验结果的数据处理	17	4.2.3 实验流程及设备主要参数	48
第 3 章 化工数据的采集与控制技术	23	4.2.4 实验方法及步骤	48
3.1 化工常用基本物理量的测量	23	4.2.5 数据记录及整理	49
3.1.1 压力的测量	23	4.2.6 实验结果与讨论	50
3.1.2 流量的测量	25	4.3 过滤常数测定实验	51
3.1.3 温度的测量	26	4.3.1 实验目的	51
3.2 数据采集与处理技术	27	4.3.2 实验原理	51
3.2.1 集散控制系统	27	4.3.3 实验流程及设备主要参数	52
3.2.2 PLC 简介	31	4.3.4 实验方法及步骤	52
3.2.3 ForceControl 7.0 组态软件	35	4.3.5 数据记录及整理	53
3.3 常用化工物理量的控制技术	38	4.3.6 实验结果与讨论	53
3.3.1 流量控制	39	4.4 空气-水蒸气对流传热系数测定	54
3.3.2 压力控制	39	实验	54
3.3.3 温度控制	39	4.4.1 实验目的	54
		4.4.2 实验原理	54
		4.4.3 实验流程及设备主要参数	56
		4.4.4 实验方法及步骤	57

4.4.5 数据记录及整理	57	第 5 章 综合实验	83
4.4.6 实验结果与讨论	58	5.1 CO_2 在氨基功能化离子液体中的	
4.5 筛板精馏塔实验	58	吸收/解吸实验	83
4.5.1 实验目的	58	5.1.1 实验目的	83
4.5.2 实验原理	58	5.1.2 实验原理	83
4.5.3 实验流程及设备主要参数	59	5.1.3 实验流程及设备主要参数	84
4.5.3.1 乙醇-正丙醇体系	59	5.1.4 实验方法及步骤	85
4.5.3.2 乙醇-水体系	60	5.1.5 数据记录及整理	86
4.5.4 实验方法及步骤	61	5.1.6 实验结果与讨论	87
4.5.4.1 乙醇-正丙醇体系	61	5.2 超滤-纳滤-反渗透组合膜处理大豆乳	
4.5.4.2 乙醇-水体系	62	清废水实验	87
4.5.5 数据记录及整理	63	5.2.1 实验目的	87
4.5.6 实验结果与讨论	64	5.2.2 实验原理	87
4.6 填料吸收塔的操作及传质系数测定		5.2.3 实验流程及设备主要参数	89
实验	64	5.2.4 实验方法及步骤	89
4.6.1 实验目的	64	5.2.5 数据记录及整理	91
4.6.2 实验原理	64	5.2.6 实验结果与讨论	92
4.6.3 实验流程及设备主要参数	66	5.3 超临界 CO_2 萃取玫瑰精油实验	93
4.6.4 实验方法及步骤	67	5.3.1 实验目的	93
4.6.5 数据记录及整理	68	5.3.2 实验原理	93
4.6.6 实验结果与讨论	68	5.3.3 实验流程及设备主要参数	94
4.7 液-液萃取实验	68	5.3.4 实验方法及步骤	95
4.7.1 实验目的	68	5.3.5 数据记录及整理	97
4.7.2 实验原理	68	5.3.6 实验结果与讨论	97
4.7.3 实验流程及设备主要参数	70	5.4 气液循环喷射反应器性能测试	
4.7.4 实验方法及步骤	71	实验	98
4.7.5 数据记录及整理	72	5.4.1 实验目的	98
4.7.6 实验结果与讨论	73	5.4.2 实验原理	98
4.8 洞道干燥器干燥实验	73	5.4.3 实验流程及设备主要参数	98
4.8.1 实验目的	73	5.4.4 实验方法及步骤	98
4.8.2 实验原理	73	5.4.5 数据记录及整理	100
4.8.3 实验流程及设备主要参数	74	5.4.6 实验结果与讨论	100
4.8.4 实验方法及步骤	75	5.5 板式精馏塔性能测定实验	100
4.8.5 数据记录及整理	76	5.5.1 实验目的	100
4.8.6 实验结果与讨论	76	5.5.2 实验原理	101
4.9 停留时间分布测定实验	77	5.5.3 实验流程及设备主要参数	102
4.9.1 实验目的	77	5.5.4 实验方法及步骤	103
4.9.2 实验原理	77	5.5.5 数据记录及整理	103
4.9.3 实验流程及设备主要参数	79	5.5.6 实验结果与讨论	104
4.9.4 实验方法及步骤	80	5.6 方形水槽内流场特性的 PIV 分析	
4.9.5 数据记录及整理	80	实验	104
4.9.6 实验结果与讨论	81		

5.6.1 实验目的	104	6.2.4 实验方法及步骤	125
5.6.2 实验原理	104	6.2.5 数据记录及整理	126
5.6.3 流体参数说明	106	6.2.6 实验结果与讨论	127
5.6.4 实验方法及步骤	106	附录	128
5.6.5 数据记录及整理	107	附录 1 半微量凯氏定氮法测定蛋白质 含量	128
5.6.6 实验结果与讨论	108	附录 2 蒽酮-硫酸比色法测定多糖 含量	130
第 6 章 化工仿真与过程模拟	109	附录 3 高效液相色谱法测定大豆异黄酮 的含量	131
6.1 石油炼制常压减压蒸馏仿真	109	附录 4 制药用水电导率测定法	132
6.1.1 实验目的	109	附录 5 化工仿真界面及操作说明	134
6.1.2 工艺流程、设备及主要控制 元件	109	附录 6 Excel 用于化工作图的简易操作 方法	137
6.1.3 实验方法及步骤	118	附录 7 Origin 软件的简易操作方法	148
6.1.4 正常工况时工艺指标要求	122	附录 8 Aspen Plus 软件的简易操作 方法	157
6.1.5 实验结果与讨论	123	主要参考文献	175
6.2 基于 Aspen Plus 的乙腈-水共沸体系 的精馏模拟与优化	124		
6.2.1 实验目的	124		
6.2.2 实验原理	124		
6.2.3 实验流程及设备主要参数	124		

第1章 化工基础实验的基础知识

1.1 化工基础实验的目的和要求

1.1.1 化工基础实验的目的

化工基础实验是学习、掌握和应用化工基础理论知识的重要途径,是从化学、化工基本原理跨入实际应用的重要一环。化工基础实验与普通化学实验相比,具有明显的工程实验特点,要面对和解决实际的技术问题,是培养学生工程概念与动手操作能力的实践课程。通过化工基础实验课程的学习应达到如下目的:

- (1) 强化“三传一反”知识体系理念。
- (2) 掌握化工单元操作,加深对理论知识的理解与认识。
- (3) 熟悉各种仪器、仪表和实验设备的结构、性能及操作流程。
- (4) 提高发现问题、分析问题、解决问题的能力,培养实验技能和科研能力。
- (5) 理论联系实际,利用化工基础理论知识解决实际生产问题,培养工程观念。
- (6) 通过实验培养科学、严谨、求实的精神。

1.1.2 化工基础实验的要求

1. 实验前的准备工作

化工基础实验流程较为复杂,实验装置体型较大且经常配套有各种仪器和仪表。因此在实验前应认真预习实验流程,复习相关理论知识,了解并掌握实验目的、实验原理、实验装置结构、操作流程、需要测量记录的数据及所需注意的安全事项。

在预习的基础上写出实验预习报告。实验预习报告应包含:实验目的、实验原理、实验装置、操作流程、注意事项等。准备好记录实验数据的表格,表中需注明各参数的单位。

进入实验室后,依据预习报告比照具体实验装置,明确实验装置结构及操作流程、仪表的使用和注意事项。实验前应提前对小组成员进行明确分工,以便协调配合完成实验。

2. 实验的操作与数据记录

实验操作是整个实验中最重要的一环,关系到整个实验的成败,在实验操作中要注意以下事项:

(1) 设备启动前应严格检查各设备、控制点和所需仪表的状态是否符合启动要求,如阀门的闭合,设备、仪表及水、电、气的连通状态等。

(2) 实验的操作需要严格按照操作规程认真、细致、平稳地进行。实验过程中小组成员需密切配合,坚守实验岗位。

(3) 实验中要仔细观察装置运行状态和仪表显示情况,如出现异常情况应及时检查排除,必要时须按操作步骤进行停车处理。对于无法解决的问题应立刻向老师报告。

实验数据是处理、总结实验结果的依据。实验数据的读取与记录应秉承科学严谨的态度,准确、全面地记录所需数据。实验数据的读取与记录应遵循以下原则:

(1) 测取数据时应按照仪表精度准确读取有效数字,在预习时准备好的表格中工整地记录数字和参数单位,并复核。

(2) 不能随意舍弃数据,对于经过分析存在问题的数据,应及时排查,解决问题后重复实验再测取,争取获得准确的原始数据。

(3) 对于可能影响实验结果的其他数据也应全面记录,如环境温度、大气压、设备尺寸等。

(4) 对于稳态操作过程,条件改变后应等待新的稳定状态建立,仪表读数稳定后再测取数据。

(5) 测取的数据应为直接读取的数据,而非经过现场计算的数据,以免匆忙造成差错,如U形压力计应分别读取并记录两侧液柱高度,不能计算差值后记录。

实验最后检查实验数据的完整性和规律性,检查无误后,结束实验,按规程清洗装置并恢复至实验前状态,切断水、电、气,打扫实验室卫生后经老师批准方可离开实验室。

3. 实验报告

实验结束后要及时处理数据,书写实验报告。书写实验报告可以促进实验者做好实验,加强对理论知识的理解和记忆,锻炼能力。因此,实验者应认真、独立完成实验报告。实验报告必须写得简单、明了、确切,并且有实验者个人的见解。实验报告一般包含以下内容:

(1) 实验题目。

(2) 实验目的。

(3) 实验基本原理。

(4) 实验装置的流程示意图和测试点、控制点位置,主要设备、仪表的名称、型号及尺寸。

(5) 实验操作和仪表使用的注意事项。

(6) 实验原始数据记录。

(7) 实验数据的整理、计算,以图表或公式表示的实验结果。

(8) 数据整理计算过程举例(列出一组数据的计算过程,作为计算示例)。

(9) 实验结果的分析和讨论。

(10) 结论。

4. 其他注意事项

化工实验室中大型设备较多,往往一套设备中各种仪器、装置、仪表连接在一起,牵一发而动全身,任何部分出现问题都可能影响整个实验的顺利进行。同时由于实验装置投资较大,一般没有备用装置,因此每个学生应该本着爱护公物 and 对自己及他人负责的原则,培养严谨、求实的科学作风,严格按规程操作,爱护设备、装置,坚守实验岗位,出现问题及时报告,以免耽误他人的科研工作和正常的实验教学。

1.2 化工基础实验室安全常识

1.2.1 危险化学品的安全使用

危险化学品是指具有毒害、腐蚀、爆炸、燃烧、助燃等特性,对生物、设施、环境具有危害性的

剧毒化学品和其他化学品。常见的危险化学品大致分为以下几类：

1. 易燃液体

易燃液体如甲苯、乙醇、乙醚、乙酸乙酯、丙酮等,易挥发,遇明火易燃烧,其蒸气与空气的混合物达到爆炸极限范围时,遇火会发生猛烈的爆炸。易燃液体存储和使用时要注意密封、防止倾倒和外溢,存放在阴凉通风处,远离火种(包括易产生电火花的设备、仪器)、热源和氧化剂。

2. 易燃固体

易燃固体如硫黄、红磷、镁粉、铝粉等,燃点低,其蒸气或粉尘在空气中达到一定浓度遇明火或火花会发生激烈燃烧甚至爆炸,与氧化剂接触易导致燃烧或爆炸。易燃固体要存放在阴凉通风处,远离火种、热源和氧化剂。

3. 自燃品

自燃品如白磷(白磷同时又是剧毒品)等,会因与空气接触缓慢氧化而引起自燃。自燃品需存放在盛水的容器中,全部浸没在水下,加塞,保存于阴凉处。使用时注意自燃品不要触碰皮肤,防止体温致使其自燃而造成烧伤。

4. 遇水燃烧物

遇水燃烧物如钾、钠、碳化钙、磷化钙、硅化镁、氢化钠等,在遇水或受潮后会与水激烈反应,产生可燃性气体并放出大量热能。该类物品应存放在密闭容器中,存放于阴凉干燥处。少量钾、钠应浸没在加塞的煤油瓶中。

5. 爆炸品

爆炸品如三硝基甲苯、硝化甘油、硝化纤维、重氮盐等,在高温、摩擦、震动、撞击、火源等作用下会发生爆炸。爆炸品要装瓶单独存放在安全处,使用时要避免摩擦、震动、撞击、接触火源和热源。

6. 强氧化剂

强氧化剂如高锰酸盐、重铬酸盐、氯酸盐、过氧化物等,在受热、光照或与其他物品作用时会放出氧气助燃造成猛烈燃烧。该类物品应存放在阴凉通风处,与酸类、易燃物、还原剂分开。使用时要注意其中切勿混入易燃物。

7. 腐蚀性物质

腐蚀性物质如硫酸、盐酸、固态碱或碱溶液、液溴、苯酚等,对衣物、皮肤等都具有腐蚀作用。腐蚀性物质应盛于带盖(塞)的玻璃或塑料容器中,存放在低温阴凉处。使用时勿接触衣物、皮肤,严防溅入眼睛中。

8. 有毒品

有毒品如氰化物、砷化物、汞、汞盐等,摄入人体后,在体内累积到一定的量,会造成某些器官或组织暂时或持久性的病理改变,甚至会危及生命。剧毒品必须存储在安全的专用橱中,专人保管,购进和领用都要有详细明确的记录。一般毒品也要妥善保管,使用时要严防摄入和接触身体。

9. 压缩气体和液化气体

压缩气体和液化气体是指压缩、液化或加压溶解的气体,具有易燃易爆、受热膨胀、腐蚀毒害、窒息性和氧化性等特征。为了便于储存和使用,常将气体用降温加压法压缩或液化后储存于钢瓶内,其存储和使用方法将在高压钢瓶的安全使用一节中再做介绍。

1.2.2 消防安全

化学实验室中存有各种危险化学品,很多药品着火时不适合用水扑灭,因为水会和部分药品(如钠等)发生剧烈反应,可能加大火势甚至引发爆炸。同时由于大多数有机溶剂不溶于水且比水轻,如用水灭火会使有机溶剂浮在水面上,造成火场扩大。因此实验者需要对实验室必备的几种灭火器材有一定了解。

1. 消防沙箱

消防沙可以隔绝空气并降低温度,适用于不能用水扑救的火灾,如金属起火等。消防沙箱内需存放足量干燥的沙子备用。使用时将沙子撒在着火处。消防沙箱平常需保持干燥,切勿将纸屑、碎玻璃、垃圾等杂物丢入其中。

2. 泡沫灭火器

泡沫灭火器的作用是在燃烧物表面形成泡沫覆盖层,使燃烧物表面与空气隔绝,破坏燃烧条件,起到窒息灭火的作用。泡沫灭火器适用于扑救一般火灾,但不能扑救水溶性可燃、易燃液体的火灾,如醇、酯、醚、酮等物质的火灾。同时因泡沫能导电,不能用于扑灭电气火灾。泡沫灭火器又分为手提式泡沫灭火器、推车式泡沫灭火器和空气式泡沫灭火器。

手提式泡沫灭火器的使用方法:将灭火器直立提到距起火点 10 m 处,一只手握住提环,另一只手抓住筒体的底圈,将灭火器颠倒过来,泡沫即可喷出灭火。灭火时,将喷嘴对准火焰根部,由近而远,左右扫射,并迅速向前推进,直至将全部火焰扑灭。在灭火过程中,灭火器应一直保持倒立、垂直状态,否则会中断喷射。

推车式泡沫灭火器的使用方法:一般需两人操作,使用时将灭火器推拉到距起火点 10 m 处,一人施放喷射软管后双手紧握喷枪并对准燃烧处;另一人先逆时针方向转动手轮将螺杆升到最高处,使瓶盖开足,再将筒体向后倾倒,使拉杆触地,并将阀门手柄旋转 90°,即可喷射泡沫进行灭火。如阀门装在喷枪处,则由负责操作喷枪者打开阀门。

空气式泡沫灭火器的使用方法基本上与手提式泡沫灭火器相同,但应注意灭火器使用时始终保持直立状态,切勿倒立或横卧使用,否则喷射有可能中断。

3. 干粉灭火器

干粉灭火剂是由具有灭火功效的无机盐和少量的添加剂经干燥、粉碎、混合而成的微细固体粉末组成。干粉灭火剂首先是通过无机盐分解物抑制、消除燃烧物产生的活性游离子,使燃烧的链反应中断;其次是干粉的粉末在可燃物表面反应形成玻璃状覆盖层,隔绝空气从而灭火。同时干粉遇到高温分解时吸收大量的热,放出蒸气和二氧化碳,具有冷却和稀释燃烧区空气中氧的作用。干粉灭火器适用于扑救可燃液体、气体、电气设备的初期火灾。

手提式干粉灭火器:使用时将灭火器迅速提到距起火点 5 m 处,放下灭火器。使用前先把灭火器上下颠倒几次,使筒内干粉松动。先撕掉安全铅封,拔掉保险销,然后一只手握住喷射软管前端的喷嘴,另一只手压下压把,干粉便会喷射出来。灭火时,将喷嘴对准火焰根部,由近而远,左右扫射,并迅速向前推进,直至将全部火焰扑灭。

推车式干粉灭火器:一般由两人操作,使用时将灭火器迅速拉到距起火点 10 m 处,一人将灭火器放稳,然后撕下铅封,拔掉保险销,迅速打开气体阀门或开启机构;另一人迅速展开喷射软管,一手握住喷射枪枪管,另一只手扣动扳机,将喷嘴对准燃烧场,扑灭火灾。灭火方法与手提式

干粉灭火器的方法一样。

4. 二氧化碳灭火器

二氧化碳灭火器的灭火作用:二氧化碳的密度约为空气的 1.5 倍,灭火时,二氧化碳气体可以排除空气而包围在燃烧物体的表面或分布于较密闭的空间中,降低可燃物周围或防护空间内氧的浓度,从而起窒息作用,同时二氧化碳在喷射灭火过程中由液体迅速汽化成气体,吸收一定的热能,具有一定的冷却作用。二氧化碳灭火器适用于扑救精密仪器、图书、档案、600 V 以下电气设备及范围不大的油类、气体的火灾。

手提式二氧化碳灭火器:在距起火点 5 m 处放下灭火器,拔掉保险销,一手握住喇叭筒根部的手柄,另一只手紧握启闭阀的压把(如没有喷射软管,应把喇叭筒往上扳 $70^{\circ} \sim 90^{\circ}$)。灭火时,将喷嘴对准火焰根部,由近而远,左右扫射,并迅速向前推进,直至将全部火焰扑灭。为防止冻伤,使用时不能直接用手抓住喇叭筒外壁或金属连线管。在室外使用时,应选择上风方向喷射;在狭小空间使用时,灭火后应迅速离开,以防窒息。

1.2.3 用电安全

实验室中用到的交流电源分为动力电和照明电两种。动力电也叫三相电,为三条火线一条零线,每条火线和零线之间的电压为 220 V,而每两条火线之间的电压为 380 V。动力电主要应用于大型机械、搅拌机、电动机等用电。照明电也叫单相电,也是一般的家庭用电,为一条火线一条零线,两线之间的电压为 220 V。

低压电力系统保护接地和保护接零是保证安全用电、防止间接触电的重要措施之一。当用电设备发生绝缘损坏,其金属外壳带有危险电压时,保护接地和保护接零能保护人身安全。

保护接零是指把电工设备的金属外壳与电网中的零线可靠连接,以保护人身安全的一种用电安全措施。保护接地是将正常情况下不带电,而在绝缘材料损坏后或其他情况下可能带电的电器金属部分用导线与接地体可靠连接的一种保护接线方式,用以保证当电气设备因绝缘损坏而漏电时产生的对地电压不超过安全范围。

化工实验室中电器设备较多,而且常常连有各种仪表和附加装置,各种线路错综复杂,部分设备电负荷也较大。在实验室中应注意以下事项:

(1) 进入实验室,应先了解配电箱(柜)及其中总电源开关和各支路开关的位置,便于出现问题时及时切断电源。

(2) 实验室内应使用空气开关并配备必要的漏电保护器,电气设备和大型仪器需良好接地。配电箱内不准堆放杂物,以免触电或燃烧。

(3) 实验前,应先检查电源线路、电动机和设备各部分是否良好,如有故障,应排除后再接通电源。实验结束后,先关闭仪器设备开关,再关闭电源。

(4) 实验使用电子仪器设备时,应先了解其性能及技术参数,查看其电压、电流、功率等是否符合要求。同时要考虑电线的安全载流量合理配线,不可随意增加负载,以免电线发热造成火灾。

(5) 人员长时间离开房间或停电时,要切断电源开关,尤其是要注意切断加热电器设备的电源开关,以免电器损毁。按操作规程操作,若电器设备出现过热现象或有异味时,应立即切断电源。

(6) 注意保持线路和电器设备的干燥,防止因线路和设备受潮而漏电。接触或操作电器设备时必须保持手部或手套干燥,以防触电。

(7) 电器设备的保险丝烧断时,应先切断电源,查明原因、排除故障后,再按原设备的配型更换保险丝,不得随意加大或改用其他金属线。

(8) 不得将电线任意放在通道上,以免因绝缘破损造成短路。裸露的线头要用绝缘胶布或绝缘管包好。对老化电线等隐患要定期检查并及时排除,对于实验室中不能排除的故障应及时向老师报告,请专业人员处理。

(9) 要警惕实验室内发生电火花或静电,尤其在使用可能构成爆炸混合物的可燃性气体时,更需注意。如遇电器失火,切勿用水或导电的泡沫灭火器灭火,应切断电源,用消防沙或二氧化碳灭火器灭火。

(10) 有人触电时,应立即切断电源,或用绝缘物体将电线与人体分离后,再实施抢救。

1.3 化工基础实验操作的基础知识

1.3.1 实验废液、废弃物的处理操作

为保护环境,防止危险废弃物污染环境,化工实验会产生的废液和废弃物的处理应遵循如下原则:

(1) 实验室应采用无污染或污染少的新工艺、新设备,采用无毒无害或低毒低害的原材料,尽可能减少危险化学品的使用,以防止新污染源的产生。

(2) 应当遵循减少危险废弃物的产生、充分合理利用危险废弃物和无害化处置危险废弃物的原则。

(3) 实验室必须配备回收装置,每次实验后的化学废液、废弃物应分类收集。对于每次实验产生的废液、废弃物应该在记录本上明确记录产生时间、类别(成分)、产生量(体积或质量)、操作人等。

(4) 严禁将实验产生的可能污染环境的废液、废弃物随便倒入下水道或随意堆放,不得将实验废弃物(含沾染化学药品的实验用具)与生活垃圾或其他非危险废弃物混存。接触危险废弃物的实验室器皿、包装物等,必须完全消除危害后,才能改作他用或废弃。

(5) 废液、废弃物的收集、储存必须按废液、废弃物特性选择安全的容器、包装材料进行分类包装,包装容器和包装物必须有标示废弃物类别、性质的标志。化学性质相抵触或灭火方法相抵触的物品不得混装。

(6) 实验室产生的危险废弃物要统一交给具有废液、废弃物回收资质的企业处理。

1.3.2 高压气瓶的操作

气瓶属于移动式的可重复充装的压力容器,是用于储存和运输压缩气体、高(低)压液化气体、低温液化气体、溶解气体、吸附气体的瓶式金属或非金属密闭容器。

依据《气瓶安全技术监察规程》(TSG R0006—2014),瓶装气体的介质分为以下几种:

(1) 压缩气体,是指临界温度(T_c) $\leq -50^{\circ}\text{C}$ 的气体,也称永久气体;

(2) 高(低)压液化气体, $-50^{\circ}\text{C} < \text{临界温度}(T_c) \leq 65^{\circ}\text{C}$ 的高压液化气体和临界温度 $(T_c) > 65^{\circ}\text{C}$ 的低压液化气体;

(3) 低温液化气体,是指临界温度 $(T_c) \leq -50^{\circ}\text{C}$,在运输过程中由于深冷低温部分呈液态的气体,也称为深冷液化气体或者冷冻液化气体;

(4) 溶解气体,在压力下溶解于溶剂中的气体;

(5) 吸附气体,在压力下吸附于吸附剂中的气体。

在气瓶上应印有钢瓶的制造标志和定期检验标志。为避免各种气瓶使用时发生混淆,须将气瓶上按照《气瓶颜色标志》(GB 7144—1999)标准漆上不同颜色,写明瓶内气体名称。

常用高压气瓶颜色及标识如表 1-1 所示。

表 1-1 常用高压气瓶颜色及标识

气体类别	瓶身颜色	字样	字色
氮气	黑	氮	黄
氧气	淡蓝	氧	黑
氢气	淡绿	氢	红
压缩空气	黑	压缩空气	白
液氨	黄	氨	黑
二氧化碳	铝白	二氧化碳	黑
氦气	棕	氦	白
氯气	深绿	氯	白
乙炔	白	乙炔	红
一氧化碳	银灰	一氧化碳	红

高压气瓶的搬运、存放和充装应注意以下事项:

(1) 搬运气瓶时,应装上防震垫圈,旋紧安全帽,以防止开关阀被意外转动或碰撞。

(2) 搬运充装有气体的气瓶时,最好使用特制的担架或推车,也可以用手平抬或垂直转动,但不可用手握住开关阀处进行移动。

(3) 运输气瓶时,须妥善固定,避免途中滚动碰撞;装卸车时应轻抬轻放,不可采用抛扔、摔落或其他易引起碰击的方法。

(4) 充装有相互接触后可引起燃烧、爆炸气体的气瓶(如氢气瓶和氧气瓶),不可同车装运或存放在一起,也不能与其他易燃、易爆物品混合存放。

(5) 气瓶瓶体出现缺陷、安全附件缺损、安全检验到期时,不可继续使用,应送交有关单位检查,确保安全后方可使用。

(6) 气瓶须遵守专用要求:盛装单一气体气瓶必须专用,只允许充装与制造标记相一致的气体,不得更改制造标记及其用途,也不得混装其他气体或者添加剂;盛装混合气体的气瓶必须按照气瓶标志确定的气体特性充装相同特性的混合气,不得改装单一气体气瓶或不同特性的混合气体。

一般高压气瓶的使用应遵循以下原则:

(1) 高压气瓶必须分类、分处保管,要牢固稳妥放置;气瓶要远离电源、热源,避免曝晒和强烈震动;一般实验室内存放气瓶量不得超过两瓶。

(2) 高压气瓶上的减压阀要分类专用,安装时要将连接螺旋上紧,防止泄漏。助燃和不燃气体瓶阀的出气口螺纹为右旋,可燃气体瓶阀的出气口螺纹为左旋。开关、调动减压阀和气瓶总阀时,动作必须缓慢;使用时应先开启气瓶总阀,后开减压阀;关闭时先关闭气瓶总阀,放尽余气后再关减压阀。切不可只关闭减压阀,不关闭气瓶总阀。

(3) 使用高压气瓶时,操作人员应避开瓶口和气体出口方向,站在侧面缓慢操作,以防阀门或压力表冲出造成伤害。操作时严禁敲打撞击,须经常检查有无漏气,并注意压力表读数。

(4) 氧气瓶的减压阀内外严防被油脂污沾,以免因高压氧气与油脂接触引起燃烧爆炸。氧气瓶放气和打开减压阀时操作必须缓慢,操作太快时会产生静电火花,引起爆炸。因此操作人员不能穿戴沾有各种油脂或易感应产生静电的服装、手套进行操作。

(5) 气瓶内的气体不得用尽,压缩气体、溶解乙炔气气瓶的剩余压力应不小于 0.05 MPa;液化气体气瓶应留有不少于 0.5%~1.0% 规定重装量的剩余气体,以防重新充气时发生危险。

(6) 各种气瓶必须定期进行技术检查。充装一般气体的气瓶三年检验一次,盛装腐蚀性气体的气瓶两年检验一次。如在使用中发现有腐蚀或损伤的,应提前进行检验。

1.4 化学工程问题的研究方法

化学工程的基本研究对象是工业装置的动量传递、质量传递、能量传递和化学反应过程,即“三传一反”。主要任务是根据传递与反应的规律采用经济、高效的装置和工艺路线来实现有关过程的工业化。实验方法和数学模型方法是化学工程中两种主要研究方法。

影响化工过程的因素有很多,有时难以直接用数学计算定量地分析和预测结果,而必须通过实验来解决。早期的化学工程研究主要是实验方法,通过量纲分析和相似理论,将实验室研究的结果外推到工业条件。但对于化学反应过程,实验模型与工业原型之间一般难以满足相似条件,致使相似放大方法往往失效,因此早期化学反应过程的开发,主要是通过逐级经验放大,即通过小试优选出最佳操作条件和设备类型、确定所能达到的技术经济指标,再通过多层次的、逐级扩大的试验,探索放大的规律,同时逐级获取合适的工艺条件。这种经验方法耗资大、费时长、效果差。

随着人们对化学工程中各类传递现象的深入了解和定量把握,以及计算机科学技术的发展和过程系统工程学科的建立,数学模型方法逐渐得到了应用和发展。数学模型可大致分为四类:理论模型、经验模型、半经验半理论模型和人工智能模型。

(1) 理论模型:理论模型是指模型方程完全是在理论分析的基础上建立起来的数学表达式。这类模型严格可靠,但面对复杂系统的工程问题却有很多局限性,只适用于过程原理清晰、参数关系明确的单元操作。

(2) 经验模型:经验模型是指模型方程完全是靠回归实验数据得到的数学表达式。该模型没有任何理论依据,从而在模型方程的形式上看不出所研究问题的内在规律,而且受试验范围限制,外推性一般较差。在难以得到其他数学模型的情况下,使用经验模型也不失为一种选择。

(3) 半经验半理论模型:半经验半理论模型介于理论模型和经验模型之间,即通过对所研究

对象的过程机理进行理论分析,建立模型方程的表达式,进而通过实验确定模型参数。该模型是理论与实验的结合,提高了可信度,改善了外推性。半经验半理论模型是处理复杂工程问题最有效、最常用的模型。

(4) 人工智能模型:人工智能模型是模拟或部分模拟人类智能的数学模型。近些年,人工智能模型的理论研究已取得突破进展,并在解决某些复杂工程问题方面取得成功。随着计算机技术的发展,人工智能必将广泛地应用到各种工程系统和生产系统中。

数学模型方法在化工过程开发中的应用主要包括两个方面:一是在建立模型和给定参数后,通过模型计算预测单元或系统的输出结果,解决过程的模拟、优化、控制等问题;二是在给定研究对象的有关输入、输出信息后,通过模型来进行机理辨别和参数求取。

化学工程作为一门工程科学,实验研究仍然是基本的和主要的手段,模型的建立必须以实验为基础,模型的检验和修正也必须以实验为依据。随着化学工程学科的日益发展,模型方法和实验方法的结合也越来越紧密,二者相辅相成。由于化学工程研究对象的复杂性,目前尚有一些过程开发需要依靠经验性的逐级放大方法,但研究开发过程中的经验的、未知的因素将不断减少,科学的、理性的成分将日益增加。

第2章 实验误差分析与实验数据处理

在化学化工等领域,实验是对理论研究进行验证的最直接、可靠的方法。通过实验观察现象,测量相关数据也能指导实验者分析并得出有效的结论,获得相关规律,进而指导理论研究。实验数据的获得依赖于测量,但是由于设备制造、仪器仪表精度、实验环境及实验人员主观操作等各种因素的影响与制约,实验测量不可能做到绝对精确,即测量值与理论值间不可避免会存在一定的差异,而这种差异有可能影响实验者对结果的分析。因此在化学化工实验中,一方面,实验者应当认真观察和记录实验现象与数据,另一方面则必须对实验误差进行分析研究,了解误差的主要来源,并有针对性地改进测量条件,减小实验误差,提高实验精度。同时,随着计算机技术在化学化工领域的普及,实验者还应该掌握常见数据处理软件的操作方法,能够借助计算机技术对实验数据进行回归分析与误差分析,提高实验效率。

2.1 实验误差分析

2.1.1 误差的基本概念

1. 误差的来源

在化学化工实验中,测量值包括直接测量值和间接测量值,通常将测量值与真值之间的差异定义为误差。误差是客观存在的,根据其产生原因,可将误差分为系统误差、随机误差、主观误差三种。

(1) 系统误差 实验过程中,在相同的实验条件下多次测量同一变量,所引起的误差的符号与数值始终维持恒定,且该误差值随测量条件改变而呈规律性变化,这种误差即被称为“系统误差”。系统误差主要来源为测量仪器自身,由于仪器的精度偏低、材质易受环境影响、更换实验环境时未进行校正及仪器表盘刻度不准等原因,易造成系统误差。实验系统的环境条件控制与要求值不符,如室温低于或高于系统要求的控温温度、水浴温度未达到规定数值等所引起的误差也属于系统误差。实验人员的操作习性如读数习惯、对颜色变化的分辨能力或判断标准等个人因素,同样会造成系统误差。一般经多次测量与分析能够发现系统误差,并通过更换高精度仪器、对仪器进行校正、控制实验环境条件稳定、提高实验者操作技能或更换实验人员等,能够有效消除系统误差。

(2) 随机误差 实验过程中,在相同的实验条件下多次测量同一变量,所出现的误差的符号与数值不完全一致,正负偏差随机出现,且误差值随测量条件改变无显著规律性变化,这种误差即被称为“随机误差”,也叫“偶然误差”。随机误差的出现具有偶然性,实验装置控制偏差如利用温控仪控制的自动加热装置的加热温度在设定值附近发生波动、环境温度或湿度的变化、实验人员不固定、读数标准不统一等,均是造成随机误差的可能原因。

对随机误差的分析研究是实验数据处理的重点之一。由于能够影响实验系统的偶然因素较