

高等院校教材

● 主编 董文生 杨荣榛

化学工程 基础实验

HUAXUEGONGCHENGJICHUSHIYAN



陕西师范大学出版总社有限公司

013022716

TQ016-43
22

附录 (912) 目录附录图

化学工程基础实验

主编 董文生 杨荣榛
编者 董文生 杨荣榛 段兴潮
张国防 刘春玲



化学工程基础实验

杨荣榛 董文生 主编

化学工程基础实验
杨荣榛 董文生 主编
化学工业出版社
北京

化学工业出版社
北京
TQ 016-43
22

陕西师范大学出版总社有限公司



北航

C1631427

817550810

图书代号 JC12N0177

图书在版编目(CIP)数据

化学工程基础实验 / 董文生, 杨荣榛主编. —西安: 陕西师范大学出版
总社有限公司, 2012.4

ISBN 978-7-5613-6021-7

I. ①化… II. ①董… ②杨… III. ①化学工程-化学实验
IV. ①TQ016

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2012)第 050099 号

化学工程基础实验

主编 董文生 杨荣榛

责任编辑 / 田均利

责任校对 / 田均利

封面设计 / 鼎新设计

出版发行 / 陕西师范大学出版总社有限公司
(西安市长安南路 199 号 邮编 710062)

网 址 / <http://www.snupg.com>

经 销 / 新华书店

印 刷 / 陕西迅捷印务有限责任公司

开 本 / 787mm × 960mm 1/16

印 张 / 14.25

字 数 / 220 千

版 次 / 2012 年 4 月第 1 版

印 次 / 2012 年 4 月第 1 次印刷

书 号 / ISBN 978-7-5613-6021-7

定 价 / 29.00 元

陕西师范大学教材建设基金资助出版



前言



化学工程学是一门理论性与实验性极强的工程学科,它不仅涉及的知识面广,且与其他学科联系紧密,具有自己独特的实验研究方法。随着科学技术不断发展,一方面实验装置的不断改进,仪器仪表和测试手段不断更新,另一方面对人才的知识结构和能力提出了更高的要求。因此,对新时代需要的有扎实理论功底和开拓创新精神的复合型人才,就必须会运用已掌握的理论知识,认真观察、动手操作,从中发现问题,并寻求解决问题的途径和方法,化学工程基础实验是必不可少的重要组成部分。

为更好地提高学生的综合素质,让学生在掌握理论知识的基础上做好化学工程基础实验,我们结合化工课程的教学特点和培养目标,秉承提高综合素质,掌握实验设计研究方法,以及培养动手和创新研究能力的宗旨,编写该实验教材。在编排上,有意识、有目的地对课程中涉及的工程技术研究思

想和方法进行阐述,熟悉各种研究方法和仪器、仪表,以及各种测试方法,分析对不同实验研究对象采用不同研究方法的原因,筛选出正确的研究方法,同时加强培养学生独立思考、自我获取知识和处理实验问题的能力。

本教材强调基本概念、基本操作、实验设计和基本技能的训练,文字简洁、层次清楚,突出实验教学中的各个环节。内容包括化工实验基础知识、基础实验、综合研究应用实验、化工参数的测量方法及常用仪器仪表的使用、数据处理、实验的研究设计方法等。可作为理工科院校化学、应用化学、化工、环境、材料、食品等专业开设的化工课程实验教材用,也可用于单独设置的应用化学实验课,或相关专业学生、科研人员和实验人员参考。

全书由董文生、杨荣榛主编,参编人员有杨荣榛(第一部分,第二部分实验6~9,11,13~15,第三部分实验22,第五部分及附录),董文生(第四部分1~3节),段兴潮(第二部分实验1~5,10,12),张国防(第三部分实验16~21),刘春玲(第四部分第4节)。全书由董文生、杨荣榛审定、修改,完成编撰工作。在编写中,教研室的同仁及审稿专家提出了许多宝贵意见,出版中又得到陕西师范大学教务处和化学化工学院的大力资助,陕西师范大学出版总社有限公司的支持,在此对他们表示感谢。另外,在编写中,参考了诸多书籍和资料,对相关作者表示衷心感谢!由于编者的水平有限,书中谬误之处在所难免,恳请批评指正。

编者

2012年3月

目录

第一部分 化学工程基础实验课程的特点及教学方法	(1)
(051) 一、化学工程基础实验的目的	(2)
(051) 二、化学工程基础实验的要求	(2)
(135) 三、化学工程实验室的安全	(5)
第二部分 化工基础实验	(7)
(55) 实验1 雷诺实验	(7)
(45) 实验2 管内流动规律验证实验	(15)
(44) 实验3 流体管路流动阻力系数的测定	(21)
(75) 实验4 流量计的校核	(26)
(95) 实验5 离心泵特性曲线的测定	(31)
(11) 实验6 过滤实验	(31)
(55) 实验7 空气-蒸汽对流给热系数的测定	(34)
(85) 实验8 填料塔流体力学性能和传质系数的测定	(40)
(25) 实验9 板式塔精馏实验	(45)
(85) 实验10 膜分离实验	(52)
(95) 实验11 流化床基本特性的测定	(57)
(95) 实验12 流化床干燥实验	(61)
(55) 实验13 内循环无梯度反应器停留时间分布的测定	(67)
实验14 连续流动搅拌釜式反应器停留时间分布曲线测定	(72)
(65) 实验15 催化剂比表面积及孔径分布测定	(77)
第三部分 综合与研究开发实验	(87)
(75) 实验16 双酚 A 型低分子量环氧树脂的合成与应用	(87)

实验 17 牙膏摩擦剂的制备及产物分析	(90)
实验 18 乙酸苄酯的制备	(98)
实验 19 反应精馏法制乙酸乙酯	(100)
实验 20 植物精油的小规模提取及检定	(104)
实验 21 壳聚糖的制备与表征	(110)
实验 22 喷雾干燥实验	(116)
第四部分 化工参数测量及常用仪器仪表	(120)
4.1 温度测量及仪表	(120)
一、热膨胀式温度计	(122)
二、热电偶式温度计	(124)
三、热电阻式温度计	(130)
四、非接触式温度计	(132)
4.2 压力测量及仪表	(134)
一、液柱式压力计	(134)
二、弹性压力计	(137)
三、压力的电测方法	(139)
四、压力仪表的选择、检验和安装	(141)
4.3 流量测量及仪表	(142)
一、节流式差压流量计	(143)
二、变面积式转子流量计	(145)
三、涡轮式流量计	(148)
4.4 化工实验室常用仪器	(149)
一、气相色谱分析仪	(149)
二、溶氧仪	(152)
第五部分 实验数据处理与实验设计方法	(156)
5.1 实验数据采集与误差分析	(156)
一、实验数据的采集与运算	(156)
二、实验数据的误差分析	(157)
三、间接测量值的误差传递	(161)

四、随机误差的正态分布	(162)
5.2 实验数据处理	(164)
一、实验数据列表法	(164)
二、实验数据图示法	(165)
三、经验公式的选择	(167)
四、图解法求经验公式中的参数	(168)
五、实验数据的回归分析法	(171)
5.3 实验设计方法	(181)
一、实验设计方法概述	(181)
二、正交实验设计方法	(185)
三、正交实验设计的基本方法及举例	(190)
四、均匀实验设计方法	(199)
五、正交实验设计方法与均匀实验设计方法比较	(206)
附录	(207)
参考文献	(218)

第一部分 化学工程基础实验课程 的特点及教学方法

在化工生产或研究中,无论是新产品、新工艺、新设备的研发,还是对旧工艺、旧设备的改造,都离不开试验研究。虽然许多试验研究可以通过计算机模拟实现,但最终还必须通过实验检验数学模型所需的基础数据及结果的可靠性,因此,实验在研究和工程设计中具有不可替代的作用。对于化学、化工等专业的学生和技术人员来说,如何进行规划和设计并做好相关实验,获得规律性的结果就显得尤为重要。

化学工程基础实验是一门实践性极强的技术基础课程,它不仅具有完整的科学理论体系,而且具有一些独特的实验研究方法。化学工程课程的教学除了系统地讲授基础理论外,各类实验教学也是一项必不可少的实践性教学环节,它与基础课程实验的最大区别在于面对错综复杂的实际问题,处理的物料千变万化,设备的结构、形状大小各异,并且还受到温度、压力、浓度、物料混合状况等因素的影响。鉴于这些研究对象和因素的不同,研究方法也必然不同,只有通过实验研究,体验实验的工程性和处理工程问题的方法,指导学生进行学习,使学生实现专业学习与全面发展相结合,充分运用已有的知识和科学的思维进行全面系统、深入细致的观察,从中发现问题,并寻求解决问题的途径和方法。因此,在化学化工专业高级人才的培养中,实验教学是不可替代的。

在工业经济时代向知识经济时代转变的新时期,以单元操作为基础的化学工程学科,研究内容已从装备水平向分子水平乃至整个宇宙范围内延伸,研究领域也向环境、生命、材料、能源和信息等领域拓展。在这种交叉发展的学科氛围中,化工学科的发展对未来高级专门人才培养的模式和质量提出了新的挑战。新的时代呼唤具有扎实基础理论、开拓创新能力和竞争意识的复合型人才,因此,我们在培养模式上要充分激发学生的想象力、鼓励学生思考和注重实践动手能力等综合素质的提高,为学生全面发展奠定坚实的基础。化学工程基础实验对学生工程训练的加强和各种技能的培养以及综合素质的提高有着举足轻重的作用。

一、化学工程基础实验的目的

化学工程基础实验是整个化学工程教学不可分割的组成部分,作为一门独立的技术基础课程,通过实验所得到的结论对化工单元操作的设备设计和过程条件的确定有非常重要的意义,其应有自身的教学目的、特点和要求。因此,通过实验教学应达到如下的目的。

(1)培养学生从事实验研究的初步能力。在实验研究中,应当具备这样一些能力:对实验现象有敏锐的观察力;能够通过实验的设计、组织及文献查阅等,运用各种实验手段正确地获得实验数据;并会分析和归纳实验数据获得结论,完成实验报告的编纂工作。这些能力正是创新型人才所必须具备的基本素质之一,因此,培养学生从事实验研究的初步能力是培养学生创新能力的一种途径。

(2)验证各单元操作过程的机理、规律,强化课堂教学中的理论,加深对主要原理、方法及重要概念的理解,并能灵活应用这些原理进行化工操作、设计及模拟实验的能力。

(3)熟悉典型单元操作的流程及设备,以及常用仪器仪表的使用方法,初步掌握一些有关化学工程学的实验研究方法和技术,如操作条件的确定、操作规程及故障的分析处理、测试仪表的选择、数据采集、处理分析和过程控制的实现等。

(4)培养严谨求实的良好作风。实验数据是实验结果的真实反映,在任何情况下不能偏选或修改数据,必须如实记录,认真对待实验中的每一个问题。

由于各专业的化学工程基础实验课程受学时、实验装置和各种条件的限制,学生只能在已有的实验装置和规定的实验条件范围内进行,因此,若要取得更好的教学效果,除了必做的实验内容以外,还安排一部分选做实验和开放实验,实验在老师的指导下,由学生从确定课题、设计实验内容、安装实验装置等做起,供学有余力的学生进行选修,时间可放在大三或在毕业环节内进行。化学工程基础实验课程远不是科学研究方法的全部,也达不到实验研究能力的全面训练,仅仅是为今后从事科学实验打好基础。

二、化学工程基础实验的要求

化学工程基础实验的主要目的是使学生在学习化工传递过程及反应器基

本原理的基础上,加深对化工主要原理、方法及重要规律的理解,并能灵活应用这些原理进行实验操作、设计及模拟实验。为突出对学生能力和素质的培养,在整个实验过程中必须坚持启发式、讨论式、研究式的实验教学方法,突出学生的主动性,避免教师包办以及学生依赖老师的被动学习现象。做好化学工程基础实验,对培养学生独立从事科学研究,特别是应用性研究的能力具有重要的意义。一般情况下,实验时,每个实验小组以2~3人为宜,各成员间必须通力协作,完成实验工作。在实验过程中,应明确实验目的,认真进行实验预习,做好实验设计,进行数据记录,并完成实验报告。

1. 实验预习

实验预习是做好实验的前提,也是实验教学的关键环节。预习时,认真阅读实验教材,利用多媒体课件预习,并现场实地考察,熟悉实验设备流程。学生进入实验室做实验前,首先应接受教师对预习情况的检查,教师根据检查和提问情况,决定该学生是否可进入实验室进行实验。未能通过,必须重新预习。具体要求如下:

- (1) 认真阅读实验指导教材,明确实验的目的、原理及注意事项。
- (2) 根据实验的具体任务,明确实验的内容和步骤,分析应测定哪些数据,并估计实验数据的变化规律。
- (3) 在实验现场,结合实验指导教材,明确操作要点,仔细观察设备流程、主要设备的构造及仪表的种类,了解设备的开启方法及设备的操作注意事项。
- (4) 写出预习报告,内容包括实验目的、实验原理、实验装置流程示意图、实验步骤和注意事项,拟好实验要记录原始数据的表格。

2. 实验过程

实验操作是实验教学的核心,学生通过操作才能了解和领会单元操作设备及流程,掌握相关理论知识,了解如何实现过程的优化,分析各种非正常现象产生的原因并研究可能采取的措施。在实验操作过程中,应当注意以下几点:

- (1) 实验中应密切注意装置上仪表显示数字的变化,随时调节,以保证操作过程的稳定。只有在过程稳定后方可取样或读取数据;改变实验条件后,要必须稳定或等待一段时间后(按照实验装置的要求)取样或读取数据。
- (2) 与实验相关或影响实验结果的数据均应测取,不能遗漏,包括大气压、室温、水温、物料的性质和参数、设备的有关尺寸(管径、管长、流通面积)等。
- (3) 在同一条件下,至少应该读取两次数据,重复性较好时,方可改变条件进行下一组数据的读取。
- (4) 要有勤于观察、善于观察的工作作风。实验现象往往与过程的内在机

理、规律密切相关,也是对物料流动状况的真实反映,实验中切忌只顾埋头操作和读取数据,忽略对实验现象的观察。

(5) 实验中若出现异常现象,或数据有明显的误差时,应如实注明,小组成员应与老师认真讨论分析,研究异常现象发生的原因,对现象作出合理的解释,并解决问题。

(6) 用事先拟好的原始数据表格认真记录实验中的数据和现象,切忌随便记录。要保证数据可靠、清晰,记录后应及时检查,避免读错、记错。

(7) 实验结束后,按照实验设备的操作规程关闭仪器设备,将实验记录交老师检查、签字,检查水、电、气是否关闭,仪器设备复原情况,打扫实验室后方可离开。

3. 实验数据的记录

(1) 按照原始设计实验数据记录表要求,记录测定的各项实验数据,并记录实验条件。实验条件一般包括环境条件(室温、大气压、湿度等)、仪器设备(仪器设备的名称、规格、型号、实验精度等)和药品条件(药品的名称、纯度等)。

(2) 数据读取必须在实验设备稳定后读数,如果条件改变后,要待一定时间后再读取相关数据,以排除在管路系统中含有气泡或仪表滞后等引起的读数不准确的情况发生。

(3) 记录实验数据必须准确、可靠,严禁随意涂改数据,在相同的实验条件下,至少应读取两次数据,而且只有在两次读数相近的情况下方可改变实验条件,进行下一步操作。

4. 实验报告的书写

实验报告是实验工作的全面总结和系统概括。对实验报告的内容要书写表达清晰、准确,通过书写实验报告,使学生在实验数据处理、作图、误差分析、问题归纳等方面得到全面提高。实验报告的内容包括:实验目的、实验原理、实验装置流程、实验操作步骤、注意事项、原始数据记录、数据处理(作表或图、数据计算过程举例)及对实验结果的分析讨论。实验结果的分析讨论非常重要,它是学生对基本原理、实验方法及结果进行的综合分析,其包括实验结论、对实验结果的评价、误差分析等,并对实验中发现的问题进行讨论,或提出改进建议等,最后给出实验结论。

对实验目的、基本原理、实验装置流程、实验操作方法、注意事项等在本书的每一个实验中均有较为详尽的叙述,鉴于学生在实验前已对上述内容有充分的了解,书写实验报告时要求学生根据自己的实验结果书写,不能照抄书本内容。记录原始实验数据时,要根据仪表的精度决定实验数据的有效数字位数。实验所需的物性数据可以从相关手册或本实验教材的附录中查取。由于化工

实验比较繁杂,数据处理量大,要制成图表,很多还要回归为关联式,工作量很大。在处理数据时,要将实验数据整理、加工成表格或图形的形式呈现出来。鼓励学生运用已掌握的原理和知识,自行设计实验方案,拟定实验流程和数据处理方法,并要以某一组原始数据为例,列出各项计算过程,说明数据图表中结果的来源。

此外,在每个实验后面都有思考题,旨在加深学生对基本原理的理解,要求学生结合实验并阅读有关资料认真回答。

5. 考查

考查可以采用不同的形式,除统一出题考试外,还可采用专题抽查、依据实验报告、现场抽题选实验进行演示操作、实验记录和实验报告等方式考查,教师也可根据实验的具体情况灵活采用其他的方法。

三、化学工程实验室的安全

化学工程基础实验是一门实践性很强的基础课程,与基础化学实验不同,每个实验都相当于一个小型单元的生产装置流程,将电器、仪表及机械传动设备等组合为一体。实验过程要特别注意实验设备及测量控制仪表的安全使用,有些还要在高压、高温、低温,甚至高真空条件下操作,因此,实验操作前,必须掌握实验室在防火、用电、高压钢瓶、蒸汽烫伤及化学药品使用等方面的相关安全知识。

1. 防火安全

实验室发生火灾的隐患主要包括易燃化学品及电器设备或加热系统等,在实验操作过程中要有安全意识,避免火灾等事故的发生,如在实验室不要存放过多的易燃品,用后及时回收、处理。在实验前要检查电器设备,对已经老化的线路要及时更换。另外还必须熟悉消防器材的使用方法,防患于未然,预防为主。一旦发生火情,应该冷静判断是那一类物品着火,并尽快报警,采取相应的措施,迅速用灭火器或消防水龙头等进行灭火。

2. 用电安全

(1) 实验前,必须了解室内总电闸及分电闸的位置,若出现用电事故时能及时切断电源。

(2) 接触或操作电器设备时,手必须干燥,避免发生触电事故。

(3) 导线的接头应紧密牢固,裸露部分必须用绝缘胶布包好或用塑料管套好;接头损坏或绝缘不良时应及时更换。进行上述操作或维修电器设备时必须关闭电源,方可进行操作。

(4) 电源或电器设备上的保险丝(或保险管)都应该在额定电流标准内使用,不能任意加大,更不能用铜丝或铝丝等代替;电器设备的金属外壳应接地线,并定期检查是否连接良好。

(5) 启动电动机时,接通电源前,先用手转动一下电机的轴,接通电源后,立即查看电机是否已运转;若出现异常不转动,应立即切断电源,否则容易烧毁电机,出现事故。

(6) 若用电设备是电加热器,在通电前,一定要弄清楚进行电加热所需要的前提条件是否已经具备。如在精馏塔实验中,在接通塔釜电热器之前,必须清楚釜内液面是否符合要求,塔顶冷凝器的冷却水是否已经打开等。

(7) 在电源开关与用电器之间若有电压或电流调节器时,在接通电源开关前电压或电流调节器应置于“零位”状态,以保护用电器不被损坏。

3. 高压钢瓶的安全使用

气体钢瓶是由无缝碳素钢或合金钢制成的,适用于装存介质压力在15.0MPa以下的气体。常见的气体钢瓶主要有氮气、氢气、二氧化碳、乙炔等,如果气体钢瓶使用不当,就有可能造成爆炸和漏气事故。对已充气的气体钢瓶爆炸的主要原因是受热而使其内部气体膨胀,以致压力超过钢瓶的最大负荷而爆炸。另外,可燃性气体的漏气也会造成危险,如氢气泄漏时,与空气混合后体积分数达到4.0%~75.2%时,遇明火就会发生爆炸。因此,在使用钢瓶时应当注意以下几点:

(1) 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,以免发生意外事故;钢瓶应远离热源,放在阴凉、干燥通风的地方。使用时,必须牢固地固定在架子上、墙上或实验台旁。

(2) 决不可使油或其他易燃性有机物沾污在气瓶上,特别是出口和气压表处;也不可棉、麻等堵漏,以防燃烧引起事故。

(3) 使用钢瓶时,必须连接减压阀或高压调节阀,一定要用气压表,一般可燃性气体的钢瓶螺纹是左旋的,如 H_2 和 C_2H_2 钢瓶,不可燃或助燃性气体的钢瓶螺纹是右旋的,如 N_2 , O_2 等。还应注意各种不同气体的气压表不能混用。

(4) 开启钢瓶阀门及调压时,人不要站在气体出口的前方,头不要在瓶口上方,以防钢瓶的总阀门或气压表冲出伤人。

(5) 当钢瓶使用到瓶内压力为0.5MPa时,停止使用。压力过低会给重新充气带来不安全因素,当钢瓶内的压力与外界压力相同时,会导致外界的空气窜入。

有关化学药品的安全及使用的内容,基础化学实验教材中已有详细介绍,这里不再赘述。

第二部分 化工基础实验

实验1 雷诺实验

一、实验目的

- (1) 通过观察实验现象,判断流体在圆管内流动的基本流型,掌握层流和湍流的特点;
- (2) 观察层流向湍流过渡的临界状态,并测定临界雷诺数 Re_c 。

二、基本原理

流体在圆管内流动的基本流型有两种,即层流(或称滞流, Laminar flow)和湍流(或称紊流, Turbulent flow),此现象是雷诺(Reynolds)于1883年首先发现的。当流体作层流流动时,其流体质点沿平行于管轴的方向作直线运动,且在径向无脉动;当流体作湍流流动时,其流体质点除沿圆管管轴方向作向前运动外,还有径向的运动,在宏观上显示出紊乱状,并向各个方向作不规则的运动。

流体的流动形态通常用雷诺数(Re)来判断。它是一个由各影响变量组合而成的无因次数群。在应用时应当注意,数群中各物理量必须采用国际单位制(SI)。流体在圆管内流动时,其雷诺数可用下式表示:

$$Re = \frac{dvp}{\mu} \quad (2-1)$$

式中: Re ——雷诺数,无因次;

d ——管子内径, m;

v ——流体在管内的平均流速, $m \cdot s^{-1}$;

ρ ——流体密度, $kg \cdot m^{-3}$;

μ ——流体黏度, $Pa \cdot s$ 。

工程上一般认为,流体在直圆管内流动时,当 Re 小于或等于 2000 时为层流;当 Re 大于 4000 时,圆管内已形成湍流;当 Re 在 2000 至 4000 范围内,流动处于一种过渡状态,可能是层流,也可能是湍流,或者是二者交替出现,这要视

外界干扰情况而定,通常将这一 Re 数范围称为过渡区。由层流转变为湍流时的雷诺数称为临界雷诺数,用 Re_c 表示。

式(2-1)表明,对于一定温度的流体,在特定的圆管内流动,雷诺数仅与流体流速有关。本实验就是通过改变流体在圆管内的流速(流量),观察在不同雷诺数下流体的流动形态。

三、实验装置及流程

实验装置如图 2-1 所示。主要由玻璃试验导管、流量计、流量调节阀、低位贮水槽、循环水泵、稳压溢流水槽等部分组成,演示主管为 $\phi 20 \times 2$ mm 的硬质光滑玻璃管。

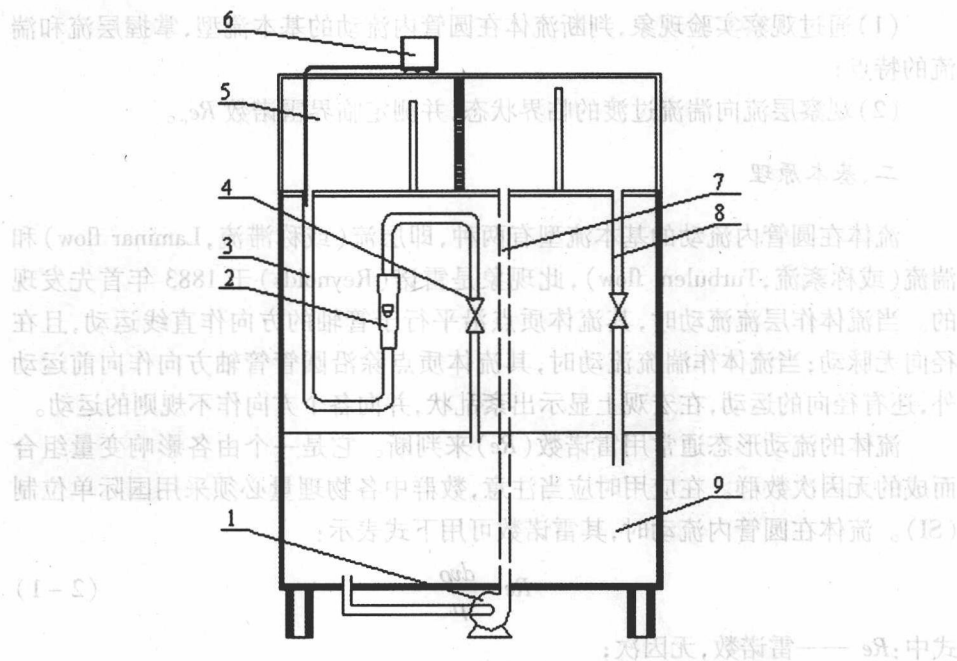


图 2-1 流体流型演示实验图

- 1—循环泵；2—转子流量计；3—实验管；4—调节阀；5—溢流稳压水槽；
6—红墨水瓶；7—上水管；8—溢流回水管；9—低位水槽

实验前,先将水充满低位贮水槽,关闭流量计后的调节阀,然后启动循环水泵。待水充满溢流稳压水槽后,开启流量计后的调节阀。流体水由溢流稳压水槽流经缓冲槽、试验导管和流量计,最后流回低位贮水槽。流体流量的大小,可通过流量计后的调节阀进行调节。