



普通高等教育“十二五”规划教材

化学工程与工艺 专业实验

(第二版)

徐 鸽 杨基和 主编

中国石化出版社

[HTTP://WWW.SINOPEC-PRESS.COM](http://www.sinopec-press.com)

普通高等教育“十二五”规划教材

化学工程与工艺专业实验

(第二版)

徐 鸽 杨基和 主编

中国石化出版社

内 容 提 要

全书分两篇,共八部分:第一篇“化学工程实验实例”,介绍热力学等基础数据测试实验、反应工程实验和化工分离技术实验模块;第二篇“化工工艺实验实例”,包括石油加工实验、有机化工实验、精细化工实验、无机化工实验和研究开发实验模块。分类讲述实验目的、实验原理、实验装置及试剂、实验步骤及方法、实验数据处理等。本书从专业实验环节尝试在强化学生的动手能力和创新能力的同时,培养和增强学生的大工程观。

本书为石油化工类本科化学工程与工艺专业的专业实验教材,也可作为高职高专教材或参考书,对从事化工、石油化工等领域的企事业单位、科研院所的技术人员也有一定的参考价值。

图书在版编目(CIP)数据

化学工程与工艺专业实验 / 徐鸽, 杨基和主编.

—2 版. —北京: 中国石化出版社, 2013. 8

普通高等教育“十二五”规划教材

ISBN 978 - 7 - 5114 - 2299 - 6

I. 化… II. ①徐… ②杨… 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(2013)第 175748 号

未经本社书面授权,本书任何部分不得被复制、抄袭,或者以任何形式或任何方式传播。版权所有,侵权必究。

中国石化出版社出版发行

地址:北京市东城区安定门外大街 58 号

邮编:100011 电话:(010)84271850

读者服务部电话:(010)84289974

<http://www.sinopec-press.com>

E-mail: press@sinopec.com

北京科信印刷有限公司印刷

全国各地新华书店经销

*

787×1092 毫米 16 开本 16.5 印张 410 千字

2013 年 8 月第 2 版 2013 年 8 月第 1 次印刷

定价:38.00 元

前 言

石油化工是我国经济的支柱产业，为加速石化产业的升级换代，石油化工专业技术人才的培养显得尤为重要。从事石油化工工作的专门人才必须具有较强的动手能力和实践创新能力。因此，为深化教学改革，提高学生综合素质，全面培养学生科学思维和创新能力的要求，在多年教学实践的基础上，编写了这本实验教材。

化学工程与工艺专业实验课是在学生已有的基础化学实验基础上，单独开设的综合性、设计性实验课，力求提高学生的综合素质。本书内容综合了化学各学科的重要实验方法和技术，所编实验内容尽可能反映各学科的前沿领域和现代科学技术的发展，实验形式以综合性、设计性和研究性实验为主，这样有利于培养学生的创新意识和应用各种实验技术的能力，提高学生分析问题、解决问题和独立工作的能力。

本书分两篇共八个部分，共 59 个实验，即第一篇是化学工程实验实例，包含基础数据测定实验、反应工程实验和化工分离技术实验三部分，共 22 个实验；第二篇是化工工艺实验实例，包含石油加工实验、有机化工实验、精细化工实验、无机化工实验和研究开发实验五个部分，共 37 个实验。

本书的特色：

(1) 精选了适应教学需要的内容，加强综合性、设计型实验内容，体现了卓越工程师教育培养计划下对学生工程实践能力和创新能力的培养。

(2) 在实验内容中，注重反映学科的前沿领域和现代科学技术的发展，使学生了解和学习学科的新知识和先进的研究方法以及现代实验技术。

(3) 结合科研实践，增加应用研究性实验，引入超临界萃取、轻汽油醚化、重油催化裂化、分子蒸馏等实验，培养学生分析问题、解决问题和独立工作能力。

(4) 精选了石油加工专业方向实验，包括典型石油加工工艺实验、常用油品的性质测试实验、沥青主要性能测试实验以及润滑油主要性能测试实验。

本书可以作为石油化工类工科院校高年级学生、研究生的实验教材；也可作为化工企业对新职工进行技能培训用教材。

本书由常州大学石化工程实验中心和化学工程系的教师共同编写，徐鸽、杨基和主编，制定编写要求。各实验的编写人员如下：

实验 2，22—叶青；实验 5，11~13，15—杨柳新；实验 16—钟璟；实验 17—徐淑玲；实验 20—周永生；实验 21，46，59—林富荣；实验 42—鄢国英；实验 43—李为民；实验 44—陈群；实验 58—董燕敏；其余 43 个实验由徐鸽、杨基和编写。

全书由徐鸽、杨基和统稿。本书主审人为常州大学杨基和教授、钟璟教授，对本书的内容提出了许多修改意见，对提高本书质量有很大帮助。

由于编者水平有限，本书定有不少欠缺之处，敬请广大读者批评指正。

编 者

2013 年 01 月

目 录

第一篇 化学工程实验实例

第一部分 基础数据测定实验	(1)
实验 1 液体黏度和表面张力的测定	(1)
实验 2 二元体系气液平衡数据的测定	(4)
实验 3 化学吸收系统气液平衡数据的测定	(7)
实验 4 三元液-液平衡数据的测定	(10)
实验 5 CO_2 临界状态观测及 $p-V-T$ 关系测试	(13)
实验 6 圆盘塔中二氧化碳吸收的液膜传质系数测定	(17)
实验 7 液液传质系数的测定	(22)
实验 8 固体小球对流传热系数的测定	(26)
第二部分 反应工程实验	(30)
实验 9 催化剂载体——活性氧化铝($\gamma-\text{Al}_2\text{O}_3$)的制备	(30)
实验 10 沸石催化剂的制备与成型	(34)
实验 11 乙酸乙酯水解反应动力学的测定	(37)
实验 12 管式循环反应器停留时间的测定	(39)
实验 13 连续流动反应器中的返混测定	(42)
实验 14 流化床反应器的特性测定	(44)
第三部分 化工分离技术实验	(47)
实验 15 反应精馏法制乙酸乙酯	(47)
实验 16 膜分离	(50)
实验 17 模拟移动床分离果葡糖浆	(56)
实验 18 泡沫分离法提取稀溶液中的有用成分	(59)
实验 19 结晶法分离提纯对二氯苯	(61)
实验 20 超临界流体萃取高附加值产品	(65)
实验 21 分子蒸馏法用于菜籽油脱色实验	(69)
实验 22 恒沸精馏	(74)

第二篇 化工工艺实验实例

第四部分 石油加工实验	(79)
实验 23 实沸点蒸馏	(79)
实验 24 固定流化床重油催化裂化反应	(85)
实验 25 润滑油馏分的溶剂精制	(92)

实验 26	润滑剂极压性能测定(四球法)	(102)
实验 27	石油产品蒸汽压的测定(雷德法)	(109)
实验 28	汽油、煤油、柴油酸度测定	(111)
实验 29	石油产品馏程测定	(113)
实验 30	石油产品闪点测定(宾斯基-马丁闭口杯法)	(117)
实验 31	石油产品凝点测定	(121)
实验 32	石油产品闪点与燃点测定法(克利夫兰开口杯法)	(123)
实验 33	石油产品残炭测定法(电炉法)	(126)
实验 34	轻质烃及发动机燃料和其他油品的总硫含量测定法(紫外荧光法)	(129)
实验 35	沥青软化点测定法(环球法)	(131)
实验 36	沥青延度测定法	(135)
实验 37	沥青针入度测定法	(136)
实验 38	润滑油氧化安定性测定法(旋转氧弹法)	(139)
实验 39	润滑油泡沫特性测定法	(142)
第五部分	有机化工实验	(146)
实验 40	醇类催化脱水	(146)
实验 41	乙苯脱氢制苯乙烯	(149)
实验 42	中压微反催化剂评价试验——煤油催化加氢生产无味煤油	(152)
实验 43	加氢评价装置试验——苯加氢还原制环己烷	(156)
实验 44	强酸性阳离子树脂催化轻汽油乙醇醚化反应	(159)
第六部分	精细化工实验	(164)
实验 45	高压水解——由植酸钙水解制备肌醇	(164)
实验 46	磺化聚苯乙烯型阳离子交换树脂的合成	(165)
实验 47	间二硝基苯的选择性还原	(169)
实验 48	表面活性剂的合成	(170)
实验 49	电化学方法合成有机化合物	(173)
实验 50	医药中间体——乙氧亚甲基丙二酸二乙酯的合成与表征	(176)
第七部分	无机化工实验	(178)
实验 51	超细碳酸钙的制备	(178)
实验 52	纳米 TiO_2 、 Fe_2O_3 的制备、表征及在降解环境污染物中的应用	(181)
实验 53	固体超强碱的制备及其性质测定	(185)
实验 54	锰的杂多钒酸盐的合成及组成的测定	(188)
实验 55	氧化镍的制备	(191)
实验 56	磷酸盐耐热涂料的制备	(193)
实验 57	废干电池的综合利用	(196)
第八部分	研究开发实验	(199)
实验 58	啤酒酿造实验	(199)
实验 59	Kolbe 法合成水杨酸	(213)

附录 (221)

附录 I 标准滴定溶液配制方法 (221)

附录 II 一般溶液配制 (242)

附录 III 常用指示液配制 (244)

附录 IV 常用缓冲溶液配制 (246)

附录 V 常用洗液配制 (247)

附录 VI 常用溶剂的物理性质和纯化 (249)

附录 VII 有关危险化学品药品的知识 (252)

第一篇 化学工程实验实例

本篇包括三部分，即基础数据测试实验、反应工程实验和化工分离技术实验。共 21 个实验。

第一部分 基础数据测定实验

基础数据测定实验是指物性数据测定和热力学及相平衡数据测定。物料的物性是化工过程开发与设计中必不可少的基本数据，无论是反应、分离技术的选择，还是各类化工过程及设备的设计计算，都涉及物系的物性数据。虽然，常用的物质的物性数据大多可在有关手册中查到，但由于化工过程所涉及的物系十分复杂，特别是常以混合物形式出现，而且物系所处的温度、压力条件也变化较大，所以物性数据常常需要通过实验来测定。同样，热力学作为化工的一门重要的基础学科，为化工过程的设计和计算提供必要的基础数据。随着计算机的发展，越来越多的化工过程或单元操作过程可以采用计算机模拟计算，这些计算都需要热力学基础数据。要提高设计的水平和精度也必须以完整、准确的热力学基础数据为基本条件。热力学数据的一个主要来源是通过实验测量获得。

实验 1 液体黏度和表面张力的测定

黏度和表面张力是液体重要的物理化学性质，对于液体物料的加工、成型以及两相流动的研究有着重要影响。本实验介绍用旋转法测定牛顿及非牛顿流体的黏度和用拉环法测定液体表面张力的方法。

一、液体黏度的测定

(一) 实验目的

1. 掌握旋转法测定液体黏度的原理和技能。
2. 了解影响牛顿流体和非牛顿流体黏度的因素。

(二) 实验原理

实验采用旋转黏度计测定牛顿流体及非牛顿流体的黏度。被测液体放置在同轴套筒的环隙中。测量时，外筒静止，内筒在同步电机的驱动下以恒定的角速度旋转，由于液体的黏性作用，产生一个和其旋转方向相反的剪切应力作用在内筒的表面上。而内筒与螺旋状的弹簧测量柄相连，通过弹簧的偏离就可以测量作用在内筒上的力矩，该力矩可以被电位计检测到。通过刻度盘读数，就可以计算出液体的黏度。

(三) 实验装置及试剂

1. 实验装置。实验装置如图 1-1 所示。主要分为两部分：测试系统和控温系统。本仪器(NDJ 型)为精密仪器，测定时要注意以下几点：

(1) 内筒是精密零件，不允许有任何变形，表面不能有任何刻痕。因此，在取用时

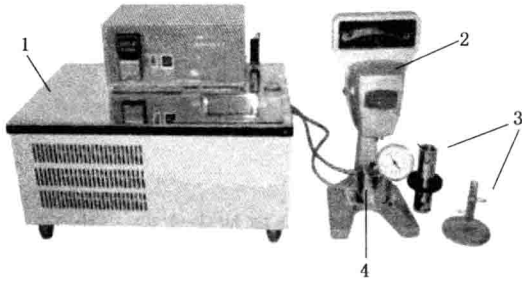


图 1-1 旋转黏度测定装置

- 1—恒温水浴；2—旋转黏度计；3—第Ⅱ单元测定器
(用于测定低黏度液体)；4—第Ⅰ单元测定器
(用于测定高黏度液体)

轻拿轻放；在测试时，安装以及取下外筒要沿垂直方向运动，以免与内筒摩擦或碰撞。

(2) 测试时要严格遵照操作规程。测量时，先选好相应的转筒，启动电源。

(3) 选择合适测试系统的原则是：尽量让测试时指针所指示的刻度越大越好，因为此时液体的黏度的相对误差较小。但要注意指针不能超过满刻度，若超过满刻度，则必须立即关闭电源，更换更高因子的转筒。

(4) 测试完后，倒掉测试溶液，将内、外筒清洗干净，清洗时注意不要让内、外筒表面

受损。保持整个仪器干净、整洁。

2. 实验用试剂。一定浓度的甘油溶液，浓度为 0.1% ~ 0.5% 的聚乙烯醇溶液。

(四) 实验步骤及方法

1. 估计被测液体的黏度，按仪器提供的技术参数选择合适的测试系统，即测定器。

2. 接通恒温水浴电源，使恒温水浴运转并将循环水接入旋转黏度计的保温筒内。

3. 根据所选测定器，确定待测某一浓度的甘油溶液(牛顿流体)的量，加入测试容器中，并将其置于保温水浴中。将转筒浸入液体直到完全浸没为止，将测定器放在仪器托架上并将转筒悬挂于仪器联轴器上。

4. 接通电源，转筒从开始晃动直到对准中心为止，为加速对准中心可将测定器在托架上向前后左右微量移动，当指针稳定(约 5min)后，开始读数，再关闭电源。

5. 改变恒温水浴温度，重复上述操作。

6. 配制浓度为 0.1% ~ 0.5% 的聚乙烯醇溶液(非牛顿流体)，重复上述操作。

(五) 实验数据处理

1. 原始数据记录。

表 1-1 甘油溶液的黏度随温度的变化

序 号	温度/℃	液体黏度/Pa·s
1		
2		
.....		

表 1-2 聚乙烯醇溶液的黏度随温度的变化

序 号	温度/℃	液体黏度/Pa·s
1		
2		
.....		

2. 数据处理。将所测得的结果，绘制成黏度(η) ~ 温度(t)图，比较牛顿流体与非牛顿流体的区别。

(六) 思考题

1. 什么是牛顿流体？什么是非牛顿流体？

2. 为什么要测定液体的黏度？除了旋转黏度之外，液体是否有其他形式的黏度？

参 考 文 献

- 1 乐清华. 化学工程与工艺专业实验[M]. 北京：化学工业出版社，2008
- 2 刘光永. 化工开发实验技术[M]. 天津：天津大学出版社，1994

二、拉环法测定表面张力

(一) 实验目的

1. 测定不同浓度的正丁醇溶液的表面张力。
2. 掌握拉环法表面张力测定仪的使用方法。

(二) 实验原理

一个金属环(如铂丝环)放在液面上,与润湿该金属环的液体相接触,则把金属环从该液体拉出所需的拉力 P 是由液体的表面张力、环的内径及环的外径所决定。设环被拉起时带着一个液体圆柱,则将环拉离液面所需之总拉力 P 等于液柱的质量:

$$P = mg = 2\pi\sigma R' + 2\pi\sigma(R' + 2r) = 4\pi\sigma(R' + r) = 4\pi R\sigma \quad (1-1)$$

式中, m 为液柱的质量; σ 是液体的表面张力; R' 是环的内半径; r 为环丝半径; R 是环的平均半径,即 $R = R' + r$ 。

实际上,式(1-1)是理想的情况,与实际情况有一定的差别,因为被环拉起的液体并非圆柱形。实验证明,环所拉起的液体的形状是 R^3/V 和 R/r 的函数,同时也是表面张力的函数。因此,式(1-1)必须乘上一个校正因子 F 才能得到正确的结果。校对方程为:

$$\sigma = \frac{PF}{4\pi R} \quad (1-2)$$

(三) 实验装置及试剂

1. 实验装置。实验装置见图1-2。
2. 实验用试剂。正丁醇,化学纯。

(四) 实验步骤及方法

1. 先取两个100mL容量瓶,配制0.80mol/L、0.50mol/L正丁醇水溶液。然后再取6个50mL容量瓶,用已配制的溶液,按逐次稀释方法配制0.40 mol/L、0.30mol/L、0.20mol/L、0.10mol/L、0.05mol/L和0.02mol/L的正丁醇水溶液。

2. 用热洗液浸泡铂丝环和玻璃杯(或用结晶皿),然后用蒸馏水洗净。铂丝环放在清洁的滤纸上沾干或用酒精灯灼烧。铂丝环应十分平整,洗净后不能再用手接触。

3. 仪器放在平稳的台面上,用横梁上的水泡调节螺丝5把仪器调到水平状态。

4. 用少量待测正丁醇水溶液洗玻璃杯,然后注入该溶液(从最稀浓度的溶液开始测量),将玻璃杯置于平台1上。

5. 将铂丝环悬挂在吊杆臂的下末端(注意:不要碰到液体,不许用手直接拿铂丝环部分),旋转涡轮把手12,使刻度盘指“0”后,把臂的制止器8和9打开,使臂上的指针与反射镜上的红线重合。如果指针与红线重合,就可以进行下一步;如果不重合,旋转微调涡轮把手11进行调整。

6. 旋转2使样品台1升高,直到玻璃杯上液体刚好同铂丝环接触为止(注意:环与液面必须呈水

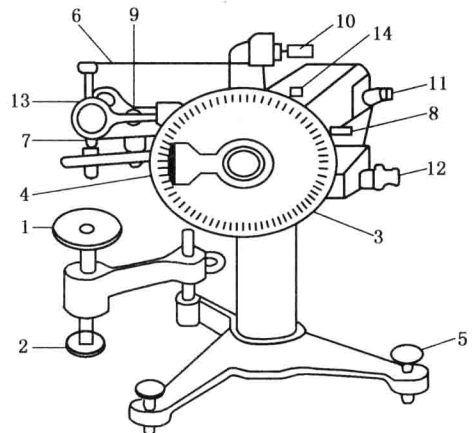


图1-2 拉环法测定
表面张力实验装置

- 1—样品台; 2—调样品座螺丝; 3—刻度盘;
4—游标; 5—调水平螺丝; 6, 7—臂;
8, 9—制止器; 10—游码; 11—微调;
12—涡轮把手; 13—放大镜; 14—水准仪

平)。在臂上的指针与反射镜上的红线重合的条件下，旋转涡轮把手 12 来增加钢丝的扭力，并利用样品台下旋钮 2 降低样品台位置。此操作须小心缓慢地进行，直到铂丝环离开液面为止。记下指针所指的刻度。重复数次，直到几次数据一致或接近，取其平均值(注意：每次测定完后，逆时针旋转涡轮把手，使指针返回到零，否则扭力变化很大)。

7. 更换另一浓度的溶液，按上述方法测定其表面张力。

表 1-3 不同浓度正丁醇水溶液的表面张力

序 号	正丁醇水溶液 的浓度/(mol/L)	刻度盘读数
1		
2		
⋮		

8. 记录测定时的室温。
9. 测定完毕后，将臂的制止器 8 和 9 锁上，取下铂丝环清洗，玻璃杯也要洗干净。

(五) 实验数据处理

1. 原始数据记录。
2. 实验数据处理。

(1)求校正因子 F

$$F = 0.7250 + \sqrt{\frac{0.01452P}{L^2\rho} + 0.04534} - \frac{1.679}{R/r} \tag{1-3}$$

式中 P ——刻度盘的读数；
 L ——环的周长，cm；
 ρ ——溶液密度(25℃时)，g/cm³；
 R ——环的内半径，cm；
 r ——铂丝的半径，cm。

(2) 根据式(1-2)求出各浓度(c_i)下正丁醇水溶液的表面张力 σ 。

(3) 绘出 $\sigma \sim c$ 图，在曲线上选取 6~8 点作切线求出斜率 $Z = \frac{d\sigma}{dc}$ 值。由 $\Gamma = -\frac{cZ}{RT}$ 计算不同浓度溶液的表面吸附量 Γ 值，并作 $\Gamma \sim c$ 图。

(4) 比较不同浓度下 σ 及 Γ 的变化。

(六) 思考题

1. 影响液体表面张力的因素有哪些？
2. 表面张力与界面张力的异同点。

参 考 文 献

1 清华大学化学系物理化学实验编写组．物理化学实验[M]．北京：清华大学出版社，1991
2 乐清华．化学工程与工艺专业实验[M]．北京：化学工业出版社，2008
3 刘光永．化工开发实验技术[M]．天津：天津大学出版社，1994

实验 2 二元体系气液平衡数据的测定

在化学工业中，蒸馏、吸收过程的工艺和设备设计都需要准确的气液平衡数据，此数据

对提供最佳化的操作条件，减少能源消耗和降低成本等都具有重要的意义。尽管有许多体系的平衡数据可以从资料中找到，但这往往是在特定温度和压力下的数据。随着科学技术的迅速发展以及新产品、新工艺的开发，许多物系的平衡数据还未曾测定过，这都需要通过实验测定以满足工程计算的需要。此外，在溶液理论研究中提出了各种各样的描述溶液内部分子间相互作用的模型，准确的平衡数据还是对这些模型的可靠性进行检验的重要依据。

一、实验目的

1. 掌握二元体系气液平衡数据的测定方法。
2. 会用 Van Laar 方程式进行气液平衡数据关联。

二、实验原理

气液平衡数据的测定方法有多种，以循环法应用最广，此类平衡釜的基本原理如图1-3所示。

在沸腾器 A 中加入一定组成的二元溶液，在恒压下加热，液体沸腾后，蒸气逸出，经完全冷凝后流入收集器 B，达一定数量后溢出自回流管流至 A。由于气相中易挥发组分的含量恒高于液相中的含量，因而，B 中的冷凝液含有易挥发组分的含量恒高于 A 中的含量。随着过程的进行，A、B 中的组成不断改变，直至稳定状态，这时气液相组成不再随时间而改变，此时，

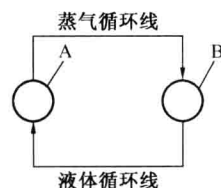


图 1-3 气液平衡釜的基本原理图

分别自 A、B 中取样分析，同时记录平衡温度，得一点气液平衡数据。本实验采用苯-丙酮二元体系，在常压下进行测定，其气相可近似看作理想气体，平衡关系可用下式表示：

$$y_1 p = r_1 x_1 p_1^0 \quad (1-4)$$

$$y_2 p = r_2 x_2 p_2^0 \quad (1-5)$$

由 $T-x-y$ 数据可计算活度系数 $r_{i\text{实}}$ ：

$$r_{i\text{实}} = \frac{y_i p}{x_i p_i^0} \quad (1-6)$$

若用 Van Laar 方程关联，则

$$\lg r_1 = \frac{A}{\left(1 + \frac{A}{B} \times \frac{x_1}{x_2}\right)^2} \quad (1-7)$$

$$\lg r_2 = \frac{B}{\left(1 + \frac{B}{A} \times \frac{x_2}{x_1}\right)^2} \quad (1-8)$$

根据实验值可求出 Van Laar 方程常数 A、B：

$$A = \left[1 + \frac{x_2 \lg r_2}{x_1 \lg r_1}\right]^2 \times \lg r_1 \quad B = \left[1 + \frac{x_1 \lg r_1}{x_2 \lg r_2}\right]^2 \times \lg r_2 \quad (1-9)$$

将求出的 Van Laar 方程常数代入到方程(1-7)、(1-8)中，则可计算任意组成下的 r_i 值，由此可推算气液平衡。

三、实验装置及试剂

1. 实验装置。本实验所采用的平衡装置是 Ellis 釜，Ellis 釜的特点是具有特殊的蒸馏瓶和加热装置，非均相混合物通过玻璃蛇管喷到温度计套管上，蛇管的作用是使气液有足够的接触时间，以达到真正的平衡，其中装料约为 230mL，达到稳定状态时间约为 20 ~ 30min。实验装置如图 1-4。

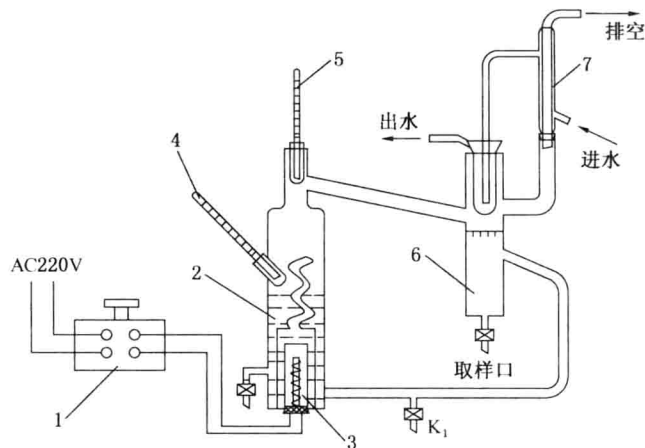


图 1-4 气液平衡实验装置图

1—调压器；2—蒸馏瓶；3—加热器；4、5—精密温度计；6—取样器；7—冷凝器

2. 实验用试剂。苯，分析纯；丙酮，分析纯。

四、实验步骤及方法

1. 开启低温水浴，调节温度为 20°C 。

2. 从进料口加入物料，加料总量以物料沸腾时刚好与蛇形喷出口的下沿相切为宜。

3. 打开冷凝水阀。

4. 接通平衡釜加热电源，采用调压器控制升温速度，缓慢加热。为防止爆沸，可借助双连球从阀门 K_1 处不断鼓泡。

5. 观察室温和大气压，调节装置，使 Ellis 釜内压力保持在 101.3kPa (760mmHg)。

6. 调节阿贝折光仪，使之处于待测状态。

7. 观察 Ellis 釜内沸腾情况，待达到平衡后(平衡温度在数分钟内保持不变)，同时取液相和气相样品，测定其折射率各两次(观察其是否有差异)，并通过折射率和摩尔浓度的关系曲线(见附图 1-5)取得对应的 x 和 y 值(注意，取样时应弃去 1mL 左右陈液，取样量约为 2mL)。

8. 取样后，放掉 20mL 左右 Ellis 釜液，再加入苯或丙酮，以改变 Ellis 釜内混合物组成，要求改变组成两次。

9. 按步骤 7，测定相应的折射率。

10. 实验结束后，先把加热电压降低为零，切断电源，待釜内温度降至室温，放出釜中液体，集中回收，关闭冷却水，整理实验仪器及实验台。

五、实验数据处理

1. 原始数据记录

表 1-4 二元气液平衡数据测定结果

编 号	平衡温度/ $^{\circ}\text{C}$		液相组成		气相组成	
			n_d	x_i	n_d	y_i
1	液相					
	气相					
2	液相					
	气相					
3	液相					
	气相					

2. 数据处理。

(1) 作 $x-y$ 图。

(2) 根据实验数据求出的 Van Laar 方程常数推算气液平衡，并与实际值比较。

六、思考题

1. 本实验中要注意事项有哪些？

2. 实验中误差是由哪些原因造成的？

3. 若改变实验压力，气液平衡相图将作如何变化，试用简图说明。

七、主要符号说明

r_i ——组分 i 的活度系数；	p_i^0 ——组分 i 在平衡温度下的饱和蒸气压；
p ——系统压力；	x_i ——组分 i 的液相平衡组成的摩尔分数；
n_d ——折射率；	y_i ——组分 i 的气相平衡组成的摩尔分数。

参 考 文 献

- 1 殷学锋. 新编大学化学实验[M]. 北京: 高等教育出版社, 2002
- 2 刘光永. 化工开发实验技术[M]. 天津: 天津大学出版社, 1994

附 录

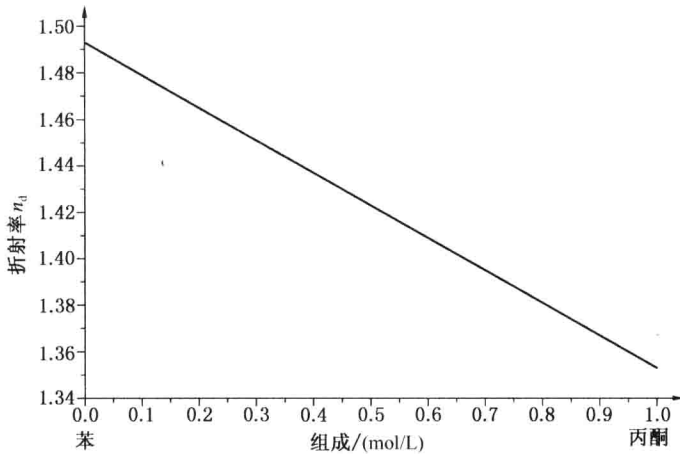


图 1-5 苯-丙酮二元体系折射率-组成图

实验 3 化学吸收系统气液平衡数据的测定

化学吸收是工业气体净化和回收常用的方法，如为了从合成氨原料气、天然气、热电厂尾气、石灰窑尾气等工业气体中脱除 CO_2 、 H_2S 、 SO_2 等酸性气体，各种催化热钾碱吸收法和有机胺溶液吸收法被广泛采用。在化学吸收过程的开发中，相平衡数据的测定必不可少，因为它是工艺计算和设备设计的重要基础数据。由于在这类系统的相平衡中既涉及化学平衡又涉及溶解平衡，其气液平衡数据不能用亨利定律简单描述，也很难用热力学理论准确推测，必须依靠实验。本实验采用气相内循环动态法测定 CO_2 -乙醇胺 (MEA) 水溶液系统的气液平衡数据。

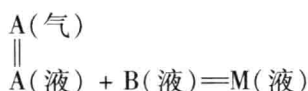
一、实验目的

1. 掌握气相内循环动态法快速测定气液相平衡数据的实验技术。
2. 学会通过相平衡数据的对比, 优选吸收能力大、净化度高的化学吸收剂。
3. 加深对化学吸收相平衡理论的理解, 学会用实验数据检验理论模型, 建立有效的相平衡关联式。

二、实验原理

气液相平衡数据的实验测定是化学吸收过程开发中必不可少的一项工作, 也是评价和筛选化学吸收剂的重要依据。气液平衡数据提供了两个重要的信息, 一是气体的溶解度, 二是气体的平衡分压。从工业应用的角度看, 溶解度体现了溶液对气体的吸收能力, 吸收能力越大, 吸收操作所需的溶液循环量越小, 能耗越低。平衡分压反映了溶液对原料气的净化能力, 平衡分压越低, 对原料气的极限净化度越高。因此, 从热力学角度看, 一种性能优良的吸收剂应具备两个特征: 一是对气体的溶解度大, 二是气体的平衡分压低。

由热力学理论可知, 一个化学吸收过程达到相平衡就意味着系统中的化学反应和物理溶解均达到平衡状态。若将平衡过程表示为:

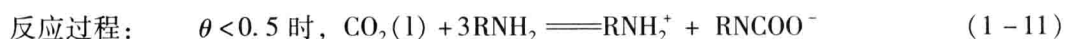
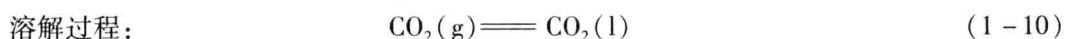


定义: m 为液相反应物 B 的初始浓度 (mol/L), θ 为平衡时溶液的饱和度, α 为平衡时组分 A 的物理溶解量, 则

$$\theta = \frac{\text{以反应产物 M 形式存在的 A 组分的浓度}}{\text{液相反应物 B 的初始浓度 } m}$$

平衡时, 被吸收组分 A 在液相中的总溶解量为物理溶解量 α 与化学反应量 $m\theta$ 之和, 由化学平衡和溶解平衡的关系联立求解, 进而可求得气相平衡分压 p_A^* 与 θ 和 m 的关系。

在乙醇胺 (MEA) 水溶液吸收 CO_2 系统中, 主要存在如下过程:



本实验仅讨论 $\theta < 0.5$ 时的情况。

当 $\theta < 0.5$ 时, 由式 (1-10)、(1-11) 可知, 平衡时液相中各组分的浓度分别为: $[\text{RNH}_2] = m(1-2\theta)$, $[\text{RNH}_3^+] = m\theta$, $[\text{RNCOO}^-] = m\theta$, $[\text{CO}_2] = \alpha$ 。

其中, $\theta = [\text{RNCOO}^-]/m$, $m = [\text{RNH}_2]$ (即 MEA 的初始浓度)。

由反应式 (1-11) 的化学平衡可得:

$$K = \frac{[\text{RNH}_2^+][\text{RNCOO}^-]}{\alpha \times [\text{RNH}_2]^2} = \frac{m\theta^2}{\alpha \times (1-2\theta)^2} \quad (1-13)$$

又由式 (1-10) CO_2 的溶解平衡可得:

$$p_{\text{CO}_2}^* = H \times \alpha \quad (1-14)$$

将式 (1-14) 代入式 (1-13), 可得:

$$p_{\text{CO}_2}^* = \frac{H}{K} \times m \times \left(\frac{\theta}{1-2\theta} \right)^2 \quad (1-15)$$

可见, 当温度和 MEA 初始浓度 m 一定时, 将式 (1-15) 取对数, 则 $p_{\text{CO}_2}^*$ 与 $\theta(1-2\theta)$ 成

表 1-5 实验数据记录表

序号	平衡池		气相分析	液相分析			
	温度/℃	压力/ MPa	$m_{\text{CO}_2}/\%$	量气管温度/℃	样品质量/g	CO_2/mL	$m_{(\text{CO}_2 : \text{MEA})}/\%$
1							
2							
3							
4							
5							

2. 数据处理。

(1) 液相饱和度的计算：

$$[\text{RNCOO}^-] = \frac{V_{\text{CO}_2}}{22400} \times \frac{273}{273 + T} \times \frac{\rho}{W} \quad (1-16)$$

$$\theta = \frac{[\text{RNCOO}^-]}{m} = \frac{n_{\text{CO}_2}}{n_{\text{MEA}}} \quad (\text{物质的量比})$$

(2) 气相 CO_2 分压计算：

$$p_{\text{CO}_2}^* = p \times y_{\text{CO}_2} \quad (1-17)$$

(3) 将实验数据依式(1-15)的关系，在双对数纸上作图，求出 H/K 的值。

六、思考题

1. 如何判断系统是否达到相平衡？
2. 为什么本实验中系统的总压必须维持在 0.5MPa 以上？
3. 用酸分解法分析液相组成的操作要点是什么？可能的误差来源有哪些？

七、主要符号说明

α ——平衡时组分 A 的物理溶解量；	p ——平衡池总压；
C ——关联式系数；	ρ ——吸收溶液密度，g/L；
θ ——平衡时溶液的饱和度；	V_{CO_2} ——酸分解释放的 CO_2 体积，mL；
H ——亨利常数；	K ——化学平衡常数；
W ——液体样品质量，g；	m ——液相反应物的初始浓度，mol/L；
y_{CO_2} ——气相 CO_2 摩尔分数；	n_{CO_2} —— CO_2 物质的量，mol；
n_{MEA} ——MEA 物质的量，mol；	$p_{\text{CO}_2}^*$ —— CO_2 平衡分压，MPa。

参 考 文 献

- 1 Gianni Rstarita, David W Savaga, Attilio Bisio. Gas Treating with Chemical Solvents[J]. 1983
- 2 乐清华. 化学工程与工艺专业实验[M]. 北京：化学工业出版社，2008

实验 4 三元液 - 液平衡数据的测定

液 - 液平衡数据是液 - 液萃取塔设计及生产操作的主要依据，平衡数据的获得目前尚依赖于实验测定。

一、实验目的

1. 测定乙酸 - 水 - 乙酸乙烯在 25℃ 下的液 - 液平衡数据。