

高等学校实验教学示范中心系列规划教材

# 化学工程与工艺专业实验

HUAXUE GONGCHENG YU GONGYI ZHUANYE SHIYAN

李忠铭 主编



华中科技大学出版社

<http://www.hustp.com>

# 化学工程与工艺专业实验

主 编 李忠铭  
副主编 晋 梅  
参 编 万 昆 王晋黄 吴宇琼  
      张建琪 刘红姣 彭湘红  
      刘学清 周富荣 方 文

华中科技大学出版社  
中国·武汉

## 内 容 提 要

本书是按照高等学校化学工程与工艺专业本科专业规范、培养方案和课程教学大纲、实验教学大纲的要求,结合校级实验教学改革实践而编写的实验教材。本书从提高学生专业知识素质与创新能力的角度出发,在编写内容上以一些联系生产实际的综合性、研究性设计实验项目为主,尝试从专业实验环节强化上述能力的训练和培养。

全书主要包括三部分。第一部分为实验基础,介绍实验设计与数据处理、实验室安全方面的基本知识与技能;第二部分为综合性专业实验,第三部分为研究性实验,介绍典型的工程学与工艺学实验,通过实验目的、实验原理、实验装置及实验步骤等内容的学习,使学生能够独立完成实验。为了更好地指导学生的专业实验,本书在综合性专业实验和研究性实验中增加了实验案例,并附有常用的气液物性等内容,以便于学生自主设计实验。本书还增加了过程控制方面的综合性实验等内容,以便于增强学生的工程应用能力和化工过程控制能力。

本书可作为高等学校化学工程与工艺专业的实验教材,也可作为高职类工科院校相关专业的实验教学参考书,对从事化工、生物、环境、精细化学品等领域科研工作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/李忠铭 主编. —武汉:华中科技大学出版社,2013.9  
ISBN 978-7-5609-9231-0

I. 化… II. 李… III. 化学工程-化学实验-高等学校-教材 IV. TQ016

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2013)第 159302 号

化学工程与工艺专业实验

李忠铭 主编

策划编辑:王新华

责任编辑:王新华

责任校对:祝菲

责任监印:周治超

出版发行:华中科技大学出版社(中国·武汉)

武昌喻家山 邮编:430074 电话:(027)81321915

录排:武汉正风天下文化发展有限公司

印刷:华中理工大学印刷厂

开本:710mm×1000mm 1/16

印张:9.25

字数:193千字

版次:2013年9月第1版第1次印刷

定价:28.00元



本书若有印装质量问题,请向出版社营销中心调换  
全国免费服务热线:400-6679-118 竭诚为您服务  
版权所有 侵权必究

# 前 言

工程实践能力的培养是化学工程与工艺专业培养方案的重要内容和主要任务之一。化学工程与工艺专业实验课程是以基础理论为依据,模拟生产实际过程的实践性课程,其内容涉及化学反应工程、分离工程、化工工艺、化工传递过程等多方面的专业知识,与生产实际联系紧密。开设本课程的目的是使学生掌握化学工程与工艺专业的实验技术和实验研究方法。具体来讲,通过本课程的学习,要求学生达到以下六方面的要求:

- (1)掌握专业实验的基本技术和操作技能;
- (2)学会专业实验主要仪器和装备的使用方法;
- (3)了解本专业实验研究的基本方法;
- (4)培养分析问题和解决问题的能力;
- (5)培养理论联系实际、实事求是的学风;
- (6)提高自学能力、独立思考能力与创新能力。

化学工程与工艺专业实验不同于理论教学,也有别于基础课程的实验。它具有更强的化学工程与工艺背景,实验流程较长,规模较大,学生需要通过较为系统的实验室工作来培养自己的动手能力、分析问题的能力与创新思维,训练自己参加科学研究的能力。化学工程与工艺专业实验课程面向化学工程与工艺专业高年级学生开设,在技术基础课和专业课程全部学完之后、毕业环节尚未开始之前这一阶段进行,既是先行课程的综合复习,又是后续学业的必要先导,是一个极其重要的综合能力训练的实验课程。

本书以“训练学生科学思维方法,培养学生实践能力、研究能力和创新能力”为目的,设置实验的指导思想是使专业实验课成为学生运用理论知识解决实际问题的学习课堂,使实验室成为培养学生动手能力和创新能力的场所;改变实验教学中统一规定实验内容和实验方法、学生被动接收信息的状况,强调自主学习。学生在完成基础实验训练的基础上,部分实验可根据实验要求和实验条件,通过查阅资料、理论分析、模拟实验等过程,自主设计方案、完成实验。全书分为实验基础、综合性专业实验和研究性实验三部分。在实验基础部分,针对析因设计法、正交设计法、序贯设计法、均匀设计法和配方设计法等几种典型的实验设计方法进行阐述,并对实验过程中的误差、实验数据的表达方法以及实验数据的处理进行了详细的阐述。综合性专业实验由化工热力学、反应工程、化工工艺、分离工程等课程实验组合而成,要求学生运用分析技术获得实验数据。综合性专业实验的实例中有些侧重于对专业理论知识的运用,使学生加深对理论知识的理解;有些实验着眼于模拟生产实际过程,以提高学生

对工程和工艺问题的认识。在选择实验案例时,充分考虑了工程学与工艺学实验的适当平衡,并特别注意实验内容的典型性和先进性,涉及的知识面较广,对学生的能力培养和素质训练非常有利。在工程学方面,分别考虑了反应工程、分离工程、传质过程等化学工程学科的需要,安排了连续流动反应器中的返混测定、填料塔分离效率的测定、固体小球对流传热系数的测定、氨水系统气液相平衡数据的测定、变压吸附实验、气液传质系数测定、膜分离技术的应用等实验。在工艺学方面,为使学生通过实验了解有关工艺中的单元过程,安排了乙苯脱氢制备苯乙烯、反应精馏实验以及气固相催化反应等实验。研究性实验涉及产品的合成与开发等,需要由学生按照要求提出方案,进行实验设计并自己搭建或改造实验装置,采集和处理数据,以及对实验结果进行分析。

现代化工生产中“在线监测、自动控制”的作用十分重要,对能源综合利用的要求也越来越高。为了更进一步完善化工专业实验内容,本书融入了过程控制方面的内容,如过程控制系统组成认识实验和制冷(热)系统故障检测实验,可使学生对与化工联系紧密的生产过程控制系统的基本结构、对过程控制的典型参数(如液位、流量、压力、温度)有一个深刻的认识,并通过实验训练学生综合分析问题的能力。

对于本书中的实验,建议抓好以下环节:

(1)实验预习 学生应结合实验所列思考题,了解每个实验的目的、原理、流程、装备与控制,并对实验步骤、实验数据采集与处理方法有所了解。教师应在学生实验前通过多种方式检查学生的预习情况,达到要求后方可让学生进入实验室进行实验。

(2)实验过程 在安排实验方案的基础上,精心调整实验条件,细心观察实验现象,正确记录实验数据。教师有责任指导学生正确使用实验仪器,并督促学生严格采集实验数据,养成优良的实事求是的学风。要求学生不涂改记录,不伪造实验数据。实验过程中教师应着重引导学生根据实验现象提出问题、分析问题并解决问题。

(3)实验报告 实验完成后,学生应认真、独立撰写实验报告。实验报告应做到层次分明、数据完整、计算正确、结论明确、图表规范、讨论深入。要重视实验讨论环节,以培养学生的创新思维能力。

本书由江汉大学化学工程与工艺专业的教师共同编写,李忠铭主编,晋梅为副主编,具体的编写分工如下:第一部分由李忠铭、晋梅编写;第二部分由李忠铭、万昆、王晋黄、吴宇琼、张建琪、刘红姣编写;第三部分由彭湘红、刘学清、周富荣编写;附录由李忠铭、晋梅整理;方文完成了文字整理工作。

由于编者的水平和本校实验设备所限,本书定有不少欠缺之处,欢迎读者批评指正。

编 者

# 目 录

## 第一部分 实验基础

- 第一节 实验设计与数据处理..... (1)  
第二节 专业实验室的安全与环保 ..... (16)

## 第二部分 综合性专业实验

- 实验一 连续流动反应器中的返混测定 ..... (25)  
实验二 变压吸附实验 ..... (34)  
实验三 氨水系统气液相平衡数据的测定 ..... (39)  
实验四 乙苯脱氢制备苯乙烯 ..... (43)  
实验五 填料塔分离效率的测定 ..... (47)  
实验六 固体小球对流传热系数的测定 ..... (51)  
实验七 利用组合膜装置处理含盐废水 ..... (56)  
实验八 双驱动搅拌吸收器测定气液传质系数 ..... (61)  
实验九 反应精馏技术应用 ..... (68)  
实验十 乙醇气相脱水制乙烯动力学实验 ..... (77)  
实验十一 过程控制系统组成认识实验 ..... (80)  
实验十二 制冷(热)系统故障检测实验 ..... (89)

## 第三部分 研究性实验

- 实验一 膏霜化妆品的制备 ..... (93)  
实验二 洗涤用品的制备 ..... (96)  
实验三 阿司匹林的合成..... (100)  
实验四 六次甲基四胺(乌洛托品)的合成..... (102)  
实验五 扑热息痛的合成..... (104)  
实验六 橙皮中柠檬烯的提取..... (106)  
实验七 苯丙乳液的合成及乳胶漆的配制..... (108)  
实验八 聚醋酸乙烯酯的醇解反应..... (111)  
实验九 聚乙烯醇缩醛的制备及 107 胶水的配制..... (113)  
实验十 膨胀计法测定甲基丙烯酸甲酯自由基聚合反应速率..... (116)

---

实验十一 用浊点滴定法测定聚合物的溶解度参数·····	(119)
附录·····	(121)
附录 A 单位换算·····	(121)
附录 B 常用正交表·····	(125)
附录 C 常用均匀设计表·····	(130)
附录 D 常见液体物性数据·····	(134)
附录 E 常见气体物性数据·····	(136)
参考文献·····	(139)

# 第一部分 实验基础

---

## 第一节 实验设计与数据处理

在科学研究中,经常需要通过实验来寻找研究对象的变化规律,如如何提高产率、降低消耗、提高产品性能和质量等,特别是新产品更是如此。

只有科学地进行实验设计,才能用较少的实验次数,在较短的时间内达到预期的实验目标;反之,不合理的实验设计,往往会浪费大量的人力、物力和财力,甚至劳而无功。另外,随着实验的进行,会得到大量的实验数据,只有对实验数据进行合理的分析和处理,才能获得研究对象的变化规律,达到实验的目的。可见,最优实验方案的获得,必须兼顾实验设计方法和数据处理两方面,两者相辅相成。

### 一、实验设计

在实验设计前,首先应对所研究的问题有一个深入的认识,如实验目的、影响实验结果的因素、每个因素的变化范围等,然后才能选择合理的实验设计方法,达到科学安排实验的目的。在科学实验中,实验设计一方面可以减少实验过程的盲目性,使实验过程更有计划,另一方面还可以从众多的实验方案中,按一定的规律挑选出少数具有代表性的实验。

根据确定的实验内容,拟定一个具体的实验安排表来指导实验的进程。化学工程与工艺专业实验通常涉及多变量多水平的实验设计,由于不同变量、不同水平所构成的实验点在操作可行域中的位置不同,对实验结果的影响也不同,因此,合理地安排和组织实验,用最少的实验获取有价值的实验结果,成为实验设计的主要内容。

实验设计方法的研究经历了经验向科学的发展过程,其中具有代表性的有析因设计法、正交设计法、序贯设计法、均匀设计法和配方设计法。

#### 1. 析因设计法

析因设计也叫做全因子实验设计,就是实验中所涉及的全部实验因素的各水平全面组合形成不同的实验条件,每个实验条件下进行两次或两次以上的独立重复实验。析因设计法是一种多因素的交叉分组设计方法,它不仅可检验每个因素各水平



间的差异,而且可检验各因素间的交互作用。两个或多个因素如存在交互作用,表示各因素不是各自独立的,而是一个因素的水平有改变时,另一个或几个因素的效应也相应有所改变;反之,如不存在交互作用,表示各因素具有独立性,一个因素的水平有所改变时不影响其他因素的效应。析因设计可以提供三方面的重要信息:①各因素不同水平的效应大小;②各因素间的交互作用;③通过比较各种组合,找出最佳组合。

析因设计要求每个因素的不同水平都要进行组合,因此对剖析因素与效应之间的关系比较透彻,当因素数目和水平数都不太大,且效应与因素之间的关系比较复杂时,常常被推荐使用。析因设计具有如下特点:①同时观察多个因素的效应,提高了实验效率;②能够分析各因素间的交互作用;③容许一个因素在其他各因素的几个水平上来估计其效应,所得结论在实验条件的范围内是有效的。析因设计的最大优点是所获得的信息量很多,可准确地估计各实验因素的主效应的大小,还可估计因素之间各级交互作用效应的大小。最大缺点是当所考察的实验因素和水平较多时,需要较多的实验次数,因此耗费的人力、物力和时间也较多,如三个因素各有三个水平时,要进行的实验组数达到  $3 \times 3 \times 3 = 27$ 。一般因素数不超过 4,水平数不超过 3。

## 2. 正交设计法

正交设计法是研究多因素多水平的一种设计方法,它是根据正交性从全面实验中挑选出部分有代表性的点进行实验,这些有代表性的点具备了“均匀分散,齐整可比”的特点。正交设计法是分析因式设计的主要方法,是一种高效率、快速、经济的实验设计方法。日本著名的统计学家田口玄一将正交实验选择的水平组合列成表格,称为正交表。例如做一个三因素三水平的实验,按全面实验要求,须进行  $3^3 = 27$  种组合实验,且尚未考虑每一组合的重复数。若按  $L_9(3^3)$  正交表安排实验,只需进行 9 次实验,这就大大减少了工作量。因此,正交设计在很多领域的研究中已经得到广泛应用。

正交设计法根据正交配置的原则,从各因子、各水平的可行域空间中选择最有代表性的搭配来组织实验,综合考察各因子的影响。正交表是根据正交原理设计的,已规范化的表格是正交设计中安排实验和分析实验结果的基本工具。正交表的表示方法为  $L_n(K^n)$ ,其中,  $L$  表示正交表的代号,  $n$  表示实验的次数,  $K$  表示实验水平数,  $N$  表示列数,也就是可能安排最多的因素个数。

用正交表安排实验具有两个特点,充分地体现了正交表的两大优越性,这两个特点就是“均匀分散性,整齐可比”。①每一列中,不同的数字出现的次数相等。例如,在两水平正交表中,任何一列都有数码“1”与“2”,且任何一列中它们出现的次数是相等的;在三水平正交表中,任何一列都有“1”“2”“3”,且在任一列的出现次数均相等。②任意两列中数字的排列方式齐全且均衡。例如在两水平正交表中,任何两列(同一横行内)有序对子共有 4 种:(1,1)、(1,2)、(2,1)、(2,2)。每种对数出现次数相等。在三水平情况下,任何两列(同一横行内)有序对共有 9 种,即(1,1)、(1,2)、(1,3)、(2,1)、(2,2)、(2,3)、(3,1)、(3,2)、(3,3),且每对出现次数也均相等。由于正交表的

设计有严格的数学理论作为依据,从统计学的角度充分考虑了实验点的代表性、因子水平搭配的均衡性以及实验结果的精度等,所以用正交表安排实验具有实验次数少、数据准确、结果可信度高等优点,在多因子多水平工艺实验的操作条件寻优、反应动力学方程的研究中经常采用。

正交设计包括两部分:一是实验设计,二是数据处理。基本步骤可简单归纳如下。

#### (1)明确实验目的,确定评价指标。

任何一个实验都是为了解决一个或若干个问题而进行的,所以任何一个正交实验都应该有一个明确的目的。

实验指标是正交实验中用来衡量实验结果的特征量。实验指标有定量指标和定性指标两种。定量指标是直接用量表示的指标,如产量、效率、尺寸、强度等;定性指标是不能直接用量表示的指标,如颜色、手感、外观等表示实验结果特征的值。

#### (2)挑选因素,确定水平。

影响实验指标的因素往往很多,但由于实验条件所限,不可能全面考察,所以应对实际问题进行具体分析,并根据实验目的,选出主要因素,略去次要因素,以减少要考察的因素数。挑选的实验因素不应过多,一般以3~7个为宜,以免加大无效实验工作量。若第一轮实验后达不到预期目的,可在第一轮实验的基础上,调整实验因素,再进行实验。

确定因素的水平数时,一般重要因素可多取一些水平;各水平的数值应适当拉开,以利于对实验结果的分析。当因素的水平数相等时,有利于实验数据处理。最后,列出因素水平表。

以上两点主要根据专业知识和实践经验来确定,是正交设计的基础。

#### (3)选正交表,进行表头设计。

根据实验因素数和水平数来选择合适的正交表。一般要求,实验因素数 $\leq$ 正交表列数,实验因素的水平数与正交表对应的水平数一致,在满足上述条件的前提下,可选择较小的表。例如,对于4因素3水平的实验,满足要求的表有 $L_9(3^4)$ 、 $L_{27}(3^{13})$ 等,一般可以选择 $L_9(3^4)$ 。但是如果要求精度高,并且实验条件允许,可以选择较大的表。若各实验因素的水平数不相等,一般应选用相应的混合水平正交表;若考虑实验因素间的交互作用,应根据交互作用的多少和交互作用安排原则选用正交表。

表头设计就是将实验因素安排到所选正交表相应列中。当实验因素数等于正交表列数时,优先将水平改变较困难的因素放在第1列,水平变换容易的因素放到最后一列,其余因素可任意安排;当实验因素数小于正交表列数,表中有空列时,若不考虑交互作用,空列可作为误差列,其位置一般放在中间或靠后。

#### (4)明确实验方案,进行实验,得到结果。

根据正交表和表头设计确定每个实验的方案,然后进行实验,得到以实验指标形

式表示的实验结果。

(5)对实验结果进行统计分析。

对正交实验结果的分析,通常采用两种方法:一种是直观分析法(或称极差分析法),另一种是方差分析法。通过实验结果分析可以得到因素主次顺序、优方案等有用信息。

(6)进行验证实验,做进一步分析。

优方案是通过统计分析得到的,还需要进行实验验证,以保证优方案与实际一致,否则还需要进行新的正交实验。

### 3. 序贯设计法

序贯设计法是一种更科学的实验方法,将最优化的设计思想融入实验设计中,采取边设计、边实施、边总结、边调整的循环运作模式。根据前期实验提供的信息,通过数据处理和寻优,搜索出最灵敏、最可靠、最有价值的实验点作为后续实验的内容,周而复始,直至得到理想的结果。这种方法既考虑了实验点因子水平组合的代表性,又考虑了实验点的最佳位置,使实验始终在效率最高的状态下运行,从而提高了实验结果的精度,缩短了研究周期。

序贯设计法可分为登山法和消去法两类。其中,登山法是逐步向最优化目标逼近的过程,就像登山一样朝山顶(最高峰)挺进;消去法则是不断地去除非优化的区域,使得优化目标存在的范围越来越小,就像去水抓鱼一样逐步缩小包围圈,最终获得优化实验条件。在单因素优选法中,常用的有黄金分割法、分数法、对分法和抛物线法;在多因素优选法中,常用的有最陡坡法、单纯形法和改进的单纯形调优法。

在化工过程开发的实验研究中,序贯设计法尤其适用于模型鉴别与参数估计类实验中。当采用序贯设计法进行实验设计时,实验设计、实验测定、数据处理这三个步骤是交叉进行的。

### 4. 均匀设计法

均匀设计法是由我国数学家方开泰教授和王元教授于1978年提出的。它是一种只考虑实验点在实验范围内均匀散布的一种实验设计方法。与正交设计类似,均匀设计也是通过一套精心设计的均匀表来安排实验的。由于均匀设计考虑了实验点的“均匀散布”,而不考虑“整齐可比”,因而可以大大减少实验次数,这是它与正交设计的最大不同之处。例如,在因素数为5、各因素水平数为31的实验中,若采用正交设计来安排实验,则至少要做 $31^2=961$ 次实验,但若采用均匀设计,则只需要做31次实验。可见,均匀设计在实验因素变化范围较大,需要取较多水平时,可以极大地减少实验次数。

用均匀表来安排实验与正交设计的步骤很相似,但也有一些不同之处。均匀设计的一般步骤如下:

(1)明确实验目的,确定实验指标。如果实验要考察多个指标,还要将各指标进行综合分析。

(2)选因素。根据实际经验和专业知识,挑选出对实验指标影响较大的因素。

(3)确定因素的水平。结合实验条件和以往的实践经验,先确定各因素的取值范围,然后在这个范围内取适当的水平。由于  $U_n$  奇数表的最后一行,各因素的最大水平序号相遇,如果各因素的水平序号与水平实际数值的大小顺序一致,则会出现所有因素的高水平或低水平相遇的情形,如果是化学反应,则可能出现因反应太剧烈而无法控制的现象,或者反应太慢,得不到实验结果。为了避免这些情况,可以随机排列因素的水平序号,另外使用  $U_n^*$  均匀表也可以避免上述情况。

(4)选择均匀表。这是均匀设计很关键的一步,一般根据实验的因素数和水平数来选择,并首选  $U_n^*$  表。但是,由于均匀设计实验结果多采用多元回归分析法,在选表时还应注意均匀表的实验次数与回归分析的关系。

(5)进行表头设计。根据实验的因素数和该均匀表对应的使用表,将各因素安排在均匀表相应的列中,如果是混合水平的均匀表,则可省去设计表头这一步。需要指出的是,均匀表中的空列,既不能安排交互作用,也不能用来估计实验误差,所以在分析实验结果时不用列出。

(6)明确实验方案,进行实验。其实验方案的确定与正交实验是类似的。

(7)实验结果统计分析。由于均匀表没有整齐可比性,实验结果不能用方差分析法,可采用直观分析法和回归分析法。

①直观分析法:如果实验目的只是为了寻找一个可行的实验方案或确定适宜的实验范围,就可以采用直观分析法,直接对所得到的几个实验结果进行比较,从中挑出实验指标最好的实验点。由于均匀设计的实验点分布均匀,用上述方法找到的实验点一般距离最佳实验点也不会很远,所以该法是一种非常有效的方法。

②回归分析法:均匀设计的回归分析一般为多元回归分析,通过回归分析可以确定实验指标与影响因素之间的数学模型,确定因素的主次顺序和优方案等。但是根据实验数据推导数学模型,计算量大,一般需借助相关的计算机软件进行分析计算。

## 5. 配方设计法

配方问题是工业生产及科学实验中经常遇到的一类问题,在化工、医药、食品、材料等工业领域,许多产品都由多种组分按照一定的比例进行混合加工而成,这类产品的质量指标只与各组分的百分比相关,而与混料总量无关。为了提高产品质量,实验者要通过实验得到各种成分比例与指标的关系,以确定最佳的产品配方。

配方设计又称为混料实验设计,目的就是合理地选择少量的实验点,通过一些不同配比的实验,得到实验指标与成分之间的回归方程,并进一步探讨组成与实验指标之间的内在规律。配方设计的方法很多,如单纯形格子点设计、单纯形重心设计、配方均匀设计等。

在配方实验或混料实验中,如果用  $y$  表示实验指标, $x_1, x_2, \dots, x_m$  表示配方中  $m$  种组分各占的百分比,显然每个组分的比例必须是非负的,而且它们的总和必须是

1, 所以混料约束条件为

$$\begin{aligned}x_j &\geq 0, \quad j=1, 2, \dots, m \\x_1 + x_2 + \dots + x_m &= 1\end{aligned}$$

可见, 在配方实验中, 实验因素为各组分的百分比, 而且是无因次的, 这些因素一般是不独立的, 所以往往不能直接使用前面介绍的用于独立变量的实验设计方法。

配方设计要建立实验指标  $y$  与混料系统中各组分  $x_j$  的回归方程, 再利用回归方程来求取最佳配方。混料约束条件决定了混料配方设计中的数学模型, 不同于一般回归设计中所采用的模型。同时, 混料配方设计的回归分析具有自己的特点, 最佳配方可以通过对回归方程的分析而获得。

单纯形格子点设计和单纯形重心设计虽然比较简单, 但是实验点在实验范围内的分布并不十分均匀, 且实验边界上的实验点过多, 缺乏典型性。因此, 常常采用均匀设计思想来进行配方设计, 即配方均匀设计。

在配方问题中, 各组分百分比的变化范围要受约束条件的限制, 所以在几何上, 各分量  $x_j$  的变化范围可由一个  $m-1$  维正规单纯形来表示。正规单纯形的顶点代表单一成分组成的混料, 棱上的点代表两种成分组成的混料, 面上的点代表多于两种而少于或等于  $m$  种成分组成的混料, 而单纯形内部的点则代表全部  $m$  种成分组成的混料。对于无约束的配方设计,  $m$  种组分的实验范围是单纯形, 如果需要比较  $n$  种不同的配方, 这些配方对应单纯形中的  $n$  个点, 配方均匀设计的思想就是使这  $n$  个点在单纯形中散布尽可能均匀。设计方案可用以下步骤获得:

(1) 根据混料中的组分数  $m$  和实验次数  $n$ , 选择合适的等水平均匀表  $U_n$  或  $U_n^*$  表, 这里要求均匀表中所能安排的因素数不小于  $m$ , 然后根据均匀表的使用表, 选择相应的  $m-1$  列进行变换。例如, 若实验次数  $n=7$ , 组分数  $m=3$ , 则可以选择均匀表  $U_7(7^4)$  或  $U_7^*(7^4)$  中的  $m-1$  列(第 1, 3 列)进行变换。

(2) 如果用  $q_{ji}$  表示所选均匀表第  $j$  列中的第  $i(i=1, 2, \dots, n)$  个数, 将这个数进行如下转换:

$$C_{ji} = \frac{2q_{ji} - 1}{2n}, \quad j=1, 2, \dots, m-1$$

(3) 将  $\{C_{ji}\}$  转换成  $\{x_{ji}\}$ , 计算公式如下:

$$\begin{aligned}x_{ji} &= (1 - C_{ji}^{\frac{1}{m-j}}) \prod_{k=1}^{j-1} C_{ki}^{\frac{1}{m-k}} \\x_m &= \prod_{k=1}^{m-1} C_{ki}^{\frac{1}{m-k}}\end{aligned}$$

上式中,  $\prod$  为连乘符。

于是  $\{x_{ji}\}$  就给出了对应于  $n, m$  的配方均匀设计, 并用代号  $UM_n(n^m)$  或  $UM_n^*(n^m)$  表示, 其中  $n$  表示实验次数,  $m$  表示组分数。

配方均匀表规定了每号实验中每种组分的百分比, 这些实验点均匀地分散在实

验范围内,用配方均匀设计安排好实验后,获得实验指标  $y_i (i=1,2,\dots,n)$  的值,实验结果的分析采用直观分析或回归分析。

## 二、数据处理

合理的实验设计只是实验成功的充分条件,如果没有实验数据的分析计算,就不可能对所研究的问题有一个明确的认识,也不可能从实验数据中找到规律性的信息,所以实验设计都是与一定的数据处理方法相对应的。实验数据处理在科学实验中的作用主要体现为如下几点:

- (1)通过误差分析,可以评判实验数据的可靠性;
- (2)确定影响实验结果的因素主次,从而可以抓住主要矛盾,提高实验效率;
- (3)确定实验因素与实验结果之间存在的近似函数关系,并能对实验结果进行预测和优化;
- (4)获得实验因素对实验结果的影响规律,为控制实验提供思路;
- (5)确定最优的实验方案或配方。

### 1. 误差分析

#### 1) 误差来源

实验过程中,误差是不可避免的。引起误差的原因很多,主要有以下几种。

(1)模型误差:数学模型只是对实际问题的一种近似描述,因而它与实际问题之间必然存在误差。

(2)实验误差:数学模型中总包含一些变量,它们的值往往是由实验观测得到的。实验观测是不可能绝对准确的,由此产生的误差为实验误差。

(3)截断误差:一般数学问题常常难以求出精确解,需要简化为较易求解的问题,以简化问题的解作为原问题的近似解,这样由于简化问题所引起的误差称为方法误差或截断误差。

(4)舍入误差:在计算过程中往往要对数字进行舍入,无穷小数和位数很多的数必须舍入成一定的位数,由此产生的误差称为舍入误差。

#### 2) 误差的分类

实验误差根据其性质和来源不同,可分为三类:系统误差、随机误差和过失误差。

(1)系统误差是由仪器误差、方法误差和环境误差构成的误差,即仪器性能欠佳、使用不当、操作不规范,以及环境条件的变化引起的误差。系统误差是实验中潜在的弊端,若已知其来源,应设法消除。若无法在实验中消除,则应事先测出其数值的大小和规律,以便在数据处理时加以修正。

(2)随机误差是实验中普遍存在的误差,这种误差从统计学的角度看,具有有界性、对称性和抵偿性,即误差仅在一定范围内波动,不会发散,当实验次数足够大时,正、负误差将相互抵消,数据的算术平均值将趋于真值。因此,不易也不必去刻意地消除它。

(3) 过失误差是由于实验者的操作失误造成的显著误差。这种误差通常造成实验结果的扭曲。在原因清楚的情况下,应及时消除。若原因不明,应根据统计学的准则进行判别和取舍。

### 3) 误差的表达

在误差表达中所涉及的几个概念是数据的真值、绝对误差、相对误差、算术均差和标准误差。

(1) 数据的真值:实验测量值的误差是相对于数据的真值而言的。严格地讲,真值应是某量的客观实际值。然而,在通常情况下,绝对的真值是未知的,只能用相对的真值来近似。在化工专业实验中,常采用三种相对真值,即标准真值、统计真值和引用真值。

① 标准真值就是用高精度仪表测量值的平均值作为真值。要求高精度仪表的测量精度必须是低精度仪表的 5 倍以上。

② 统计真值就是用多次重复实验测量的平均值作为真值。重复实验次数越多,统计真值越趋近于实际真值,由于趋近速度是先快后慢,故重复实验的次数取 3~5。

③ 引用真值就是引用文献或手册上那些已被前人的实验证实,并得到公认的数据作为真值。

(2) 绝对误差与相对误差:绝对误差与相对误差在数据处理中被用来表示物理量的某次测定值与其真值之间的误差。

绝对误差的表达式为  $d_i = |x_i - X|$

相对误差的表达式为  $r_i = \frac{|d_i|}{X} \times 100\% = \frac{|x_i - X|}{X} \times 100\%$

式中,  $x_i$  为第  $i$  次测定值,  $X$  为真值。

(3) 算术均差和标准误差:算术均差和标准误差在数据处理中被用来表示一组测量值的平均误差。其中,算术均差的表达式为

$$\delta = \frac{\sum_{i=1}^n |x_i - \bar{x}|}{n} = \frac{\sum_{i=1}^n |d_i|}{n}, \quad \bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$$

式中,  $n$  为测量次数,  $x_i$  为第  $i$  次测定值,  $\bar{x}$  为  $n$  次测得值的算术均值。

算术均差和标准误差是实验研究中常用的精度表示方法,其中因为标准误差对一组数据中的较大误差或较小误差比较敏感,能够更好地反映实验数据的离散程度,因而在化工专业实验中被广泛采用。

## 2. 误差的传递

在实际过程中,被测物理量不能直接测定,需要通过间接测定得到。一般先对精度较高而又容易测定的物理量进行直接测定,然后借助已知函数进行推算。

### 1) 误差传递的基本关系式

若  $y$  是直接测量量  $x$  的函数,即  $y = f(x_1, x_2, \dots, x_n)$ , 由于误差相对于测量量而

言是较小的量,因此可将上式按照泰勒级数展开,略去二阶导数以上的项,可得函数  $y$  的绝对误差  $\Delta y$  的表达式:

$$\Delta y = \frac{\partial f}{\partial x_1} \Delta x_1 + \frac{\partial f}{\partial x_2} \Delta x_2 + \cdots + \frac{\partial f}{\partial x_n} \Delta x_n$$

式中,  $\Delta x_i$  为直接测量值的绝对误差,  $\frac{\partial f}{\partial x_i}$  为误差传递系数。

## 2) 函数误差传递的关系式

函数误差  $\Delta y$  不仅与各测量值的误差  $\Delta x_i$  有关,而且与相应的误差传递系数有关。不考虑各测量值误差实际上相互抵消的可能性,函数的最大绝对误差和相对误差为

$$\Delta y = \sum_{i=1}^n \left| \frac{\partial f}{\partial x_i} \Delta x_i \right|, \quad \frac{\Delta y}{y} = \sum_{i=1}^n \left| \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\Delta x_i}{y} \right|$$

根据误差传递的基本公式,求取不同函数形式的误差及其精度,以对实验结果作出正确的判断。

## 3. 数值计算中应注意的问题

在实验数据处理和模型计算过程中,需要注意以下问题。

(1) 在数据处理过程中的四舍五入问题:①大于 5 时进 1;②小于 5 时舍去;③等于 5 时,双数舍去,单数进 1。

(2) 由于误差的影响,计算过程中可能出现一些现象,需要避免如下几点:①避免两个相近的数相减;②避免大数“吃”小数的现象;③避免除数的绝对值远小于被除数的绝对值;④简化计算,减少运算次数,提高效率;⑤选用数值稳定性好的算法。

## 三、实验数据的处理

实验数据的处理是实验研究中的一个重要环节。由实验获得的大量数据,必须经过正确的分析、处理和关联,才能明确各变量间的定量关系,从中获得有价值的信息和规律。实验数据的处理常有三种方法:列表法、图示法和回归公式法。

### 1. 列表法

列表法是将实验的原始数据、运算数据和最终结果直接列举在各类数据表中以得到最终实验数据的一种数据处理方法。根据记录内容的不同,数据表主要分为两种:原始数据记录表和实验结果记录表。其中,原始数据记录表是在实验前预先制定的,记录的内容是未经任何运算处理的原始数据。实验结果记录表的内容是经过运算和整理得出的主要实验结果,简明扼要,直接反映主要实验指标和操作参数之间的关系。列表的要求:①要写出所列表的名称,列表要简单明了,便于看出有关量之间的关系和处理数据;②列表要标明符号所代表物理量的意义(特别是自定的符号),并写明单位,单位及量值的数量级写在该符号的标题栏中,不要重复记在各个数值上;③列表的形式不限,根据具体情况,决定列出哪些项目,有些个别的或与其他项目联系不大的数据可以不列入表内,列入表中的除原始数据外,计算过程中的一些中间结



果和最后结果也可以列入表中；④表中所列数据要正确反映测量结果的有效数字。

## 2. 图示法

图示法是以曲线的形式简明地将实验结果进行表达的常用方法。由于图示法能直观地显示变量间存在的极值点、转折点、周期性及变化趋势，尤其在一些没有解析解的条件下，图示求解是数据处理的有效手段。

### 1) 作图规则

为了使图线能够清楚地反映出变化规律，并能比较准确地确定有关量值或求出有关常数，在作图时必须遵守以下规则：

(1)作图必须用坐标纸。当决定了作图的参量以后，根据情况选用直角坐标纸、极坐标纸或其他坐标纸。

(2)坐标纸的大小及坐标轴的比例，要根据测得值的有效数字和结果的需要来定。原则上讲，数据中的可靠数字在图中应为可靠的。常以坐标纸中小格对应可靠数字最后一位的一个单位，有时对应比例也适当放大些，但对应比例的选择要有利于标实验点和读数。最小坐标值不必都从零开始，以便作出的图线大体上能充满全图，使布局美观、合理。

(3)标明坐标轴。对于直角坐标系，要以自变量为横轴，以因变量为纵轴。用粗实线在坐标纸上描出坐标轴，标明其所代表的物理量(或符号)及单位，在轴上每隔一定间距标明该物理量的数值。

(4)根据测量数据，实验点要用“+”“×”“⊙”“△”等符号标出。

(5)把实验点连接成图线。由于每个实验数据都有一定的误差，所以图线不一定要通过每个实验点。应该按照实验点的总趋势，把实验点连成光滑的曲线(仪表的校正曲线不在此列)，使大多数的实验点落在图线上，其他的点在图线两侧均匀分布，这相当于在数据处理中取平均值。对于个别偏离图线很远的点，要重新审核，进行分析后决定是否应剔除。

(6)作完图后，在图的明显位置上标明图名、作者和作图日期，有时还要附上简单的说明，如实验条件等，使读者能一目了然，最后要将图粘贴在实验报告上。

### 2) 作图法求直线的斜率、截距和经验公式

若在直角坐标纸上得到的图线为直线，并设直线的方程为  $y=kx+b$ ，则可用如下步骤求直线的斜率、截距和经验公式。

(1)在直线上选两点  $A(x_1, y_1)$  和  $B(x_2, y_2)$ 。为了减小误差， $A$ 、 $B$  两点应相隔远一些，但仍要在实验范围之内，并且  $A$ 、 $B$  两点一般不选实验点。用与表示实验点不同的符号将  $A$ 、 $B$  两点在直线上标出，并在旁边标明其坐标值。

(2)将  $A$ 、 $B$  两点的坐标值分别代入直线方程  $y=kx+b$ ，可解得斜率  $k = \frac{y_2 - y_1}{x_2 - x_1}$ 。

(3)如果横坐标的起点为零，则直线的截距可从图中直接读出；如果横坐标的起点不为零，则可用下式计算直线的截距：