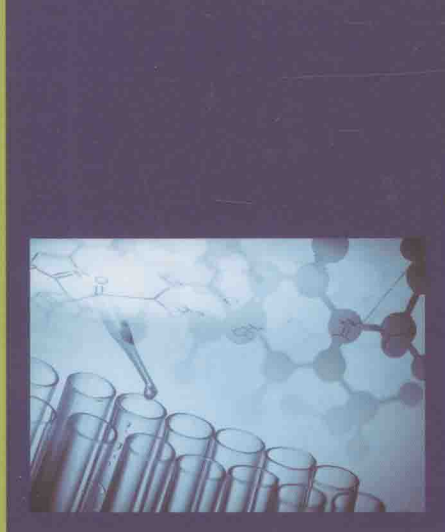




生物工程单元 操作实验

SHENGWU GONGCHENG DANYUAN
CAOZUO SHIYAN

(第二版)

胡洪波 王威 张雪洪 主编



上海交通大学出版社
SHANGHAI JIAO TONG UNIVERSITY PRESS

生物工程单元操作实验

(第二版)

胡洪波 王 威 张雪洪 主编

上海交通大学出版社

内容提要

本书根据生物工程学科发展对实验课程的要求,依照生物工程生产过程中常用的单元操作编写,注重对学生实验能力和综合素质的培养和训练。本书介绍了解决工程问题的基本方法,如何进行实验数据处理,撰写合格的实验报告,并介绍了生物工程单元操作所需的参数的基本测试技术。实验部分主要包括生物工程单元操作基本实验、综合性实验、分离技术实验和研究开发实验四部分,重点介绍了生物工程生产过程中常用的单元操作,共有 24 个实例。

本书可作为生物工程、生物技术专业的专业实验教材,对从事生物、化工、环境、食品、制药等领域科研人员及技术人员也有一定的参考价值。

图书在版编目(CIP)数据

生物工程单元操作实验/胡洪波,王威,张雪洪主编. —2 版. —上海:上海交通大学出版社,2014
ISBN 978-7-313-10861-6

I. 生... II. ①胡... ②王... ③张... III. 生物工程—实验—教材 IV. Q81-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2014)第 021984 号

生物工程单元操作实验 (第二版)

主 编:胡洪波 王 威 张雪洪

出版发行:上海交通大学出版社

邮政编码:200030

出 版 人:韩建民

印 制:上海交大印务有限公司

开 本:787mm×1092mm 1/16

字 数:207 千字

版 次:2004 年 3 月第 1 版 2014 年 3 月第 2 版

书 号:ISBN 978-7-313-10861-6/Q

定 价:25.00 元

地 址:上海市番禺路 951 号

电 话:021-64071208

经 销:全国新华书店

印 张:8.5

印 次:2014 年 3 月第 3 次印刷

版权所有 侵权必究

告读者:如发现本书有印装质量问题请与印刷厂质量科联系

联系电话:021-54742979

再 版 前 言

十年前,国际生物工程学科蓬勃发展并日益呈现特色,生物工程产业化迅速崛起,生物工程成为我国和国际上发达国家优先发展的高科技领域之一,面向当时新成立的生物工程、生物技术本科专业的教学需要,我们在国内首先编写出版了《生物工程单元操作实验》,有别于传统的面向化学工程、轻工专业的《化工原理实验》,使其更贴近于实际生物工程中的单元操作,获得了许多同行的认同。

目前生物工程学科定位清晰、学科内涵与人才培养目标明确,已经形成了一套特色鲜明、相对完善的科学理论和工程实践体系,于 2011 年被国务院学位委员会批准为新的一级学科。但是我国的生物工程发展和国际先进水平相比仍有较大的差距,亟须培养一大批具有较强工程实践能力与应用能力的生物工程研发和产业化人才。而我们的生物工程本科教育仍不能满足需求,没有形成自己的教学体系,仍保留了原先的生物化工、发酵工程等典型特征,必须进一步加以改革。我们在原教材的基础上,根据生物工程领域发展的现状,修订了部分内容,希望进一步加强生物工程的特色,为生物工程教学改革尽一些绵薄之力。

生物工程专业是和生物技术的产业化密切相关,其下游技术即从菌种培养和发酵开始,其产物的分离纯化和生化分离工程等一系列内容都和化工原理中的单元操作及其原理是一脉相承的。因此,生物工程单元操作脱胎于化工单元操作,基本的传递过程原理是一致的,如基本的传热、传质的操作原理。但是随着生物工程的发展,他们的区别将越来越大,因为生物工程中的最大操作特点是所处理的物质有生物活性、易分解,要求物质在处理时尽量保持其生物活性不受损失,特别不能在高温中进行或有腐蚀性的溶剂存在,因此将生物工程单元操作从化学工程中分离出来,形成自己的特色是必然的。

生物工程单元操作的教学能够提供学生的综合能力的培养,实验教学对于培养学生分析和解决有关单元操作各种问题的能力非常重要。在生物工程单元操作实验教学中生物专业的学生首次接触到和生产设备较接近的工程实验装置,给生物专业的学生形成初步的“工程”概念,进行工程知识的熏陶。还培养学生的综合能力,让他们不仅能在实验室工作,还具有“能够走出实验室”的工作能力。

按照生物工程专业的教学要求,我们尝试将生物工程单元操作的教学重心从原来教学中偏重于化学工程单元操作向着重于课程基础和生物工程学科特色进行转变,加强基本概念、基本原理、基本技能的教育,并和生物工程有机结合。本课程应用性强,有助于提高学生的理论联系实际的能力和他们的动手操作能力。从理性和感性上赋予生物专业的学生以工程的概念。加强学生实践环节的教育,培养有独立工作能力、有创造性能力的学生。

本课程内容除生物工程教学大纲要求的基础实验外,包括了和生物工程专业密切相关的单元操作装置,主要是传质方面的单元操作,如喷雾干燥器、薄膜浓缩器、高速离心分离机、超临界流体萃取、结晶实验、超滤实验、层析实验等,而且各实验装置由原来的小型模拟设备转向中试型生产研究设备。本课程也为学生自主设计实验留出空间,学生可以通过对不同单元操作的组合,自己设计有实用意义的实验,如将灵芝发酵液经离心、浓缩、干燥制备灵芝干粉;将

精馏和超临界萃取相结合进行植物油脂的初步分离。各高校可以根据自己的实验设备、教学课时、教学要求等选择相关教学内容。

希望通过本课程的学习,学生能够达到以下的教学要求:

- (1) 使学生了解生物工程单元操作的基本设备和基本概念、基本原理。
- (2) 掌握生物工程单元操作的基本使用方法。
- (3) 加强学生对生物工程设备的综合运用能力和基本研究方法。

本教材由上海交大学生命科学技术学院生物工程系的胡洪波、王威、张雪洪共同编写。书中引用了大量公开文献,在此向原作者特别是唐涌濂教授表示衷心的感谢。由于编者水平有限,且现有的单元操作实验设备受到一定的限制,同时生物工程单元操作教学正处于改革时期,本教材存在的不足之处,敬请广大读者批评指正。

编 者

2013 年 11 月

目 录

第 1 章 实验的组织与实施	1
1.1 实验方案的拟订	1
1.2 实验方案的实施	3
1.3 实验数据的处理与评价	7
1.4 从事实验的基础知识	12
第 2 章 生物工程基本测量技术	15
2.1 流体压强的测量方法	15
2.2 流量的测量方法	19
2.3 温度的测量方法	24
2.4 密度及其测量	28
2.5 黏度测定方法	30
2.6 粒度及其测量	34
2.7 气液平衡数据测定	37
第 3 章 单元操作基本实验	41
3.1 流体流动阻力的测定	41
3.2 流量计的流量校验	43
3.3 离心泵特性曲线的测定	46
3.4 搅拌器性能测定实验装置	49
3.5 过滤实验	50
3.6 换热器的操作和总传热系数的测定	53
3.7 填料吸收塔的操作和吸收系数的测定	57
3.8 筛板式精馏塔的操作及塔板效率测定	60
3.9 液-液萃取塔的操作	64
3.10 反渗透膜分离过程中传质系数的测定	67
第 4 章 单元操作综合性实验	69
4.1 管路拆卸和安装实验	69
4.2 高速管式离心机沉降分离实验	71
4.3 高速离心喷雾干燥实验	73
4.4 膨胀床膨胀特性和流体混合性能的测定	77
4.5 空气循环式干燥过程的实验	81

4.6	结晶实验	84
4.7	离子交换层析分离氨基酸	89
4.8	牛血清白蛋白在双水相系统中的分配	92
4.9	蛋白质的超滤分离实验	95
第5章	开放性实验	99
5.1	空气过滤器净化效果实验	99
5.2	薄膜蒸发实验	103
5.3	超临界二氧化碳流体萃取分离天然色素	107
5.4	超滤、纳滤、反渗透分离实验	111
附录		115
附录1	气相色谱仪	115
附录2	阿贝折射仪	117
附录3	电热锅炉使用说明	119
附录4	实验室安全操作基本知识	121
附录5	法定计量单位和单位换算	124
附录6	生物工程单元操作实验中的常用数据表	125
参考文献		129

第1章 实验的组织与实施

生物工程单元操作实验是初步了解、学习和掌握生物工程实验研究方法的一个重要实践性环节。单元操作实验不同于一般基础实验,其实验目的不仅仅是为了验证一个原理、观察一种现象或是寻求一个普遍使用的规律,而应当是为了有针对性地解决一个具有明确工业背景的生物工程问题。因此,在实验的组织 and 实施方法上与科研工作十分类似,也是从查阅文献、收集资料着手,在尽可能掌握与实验项目有关的研究方法、检测手段和基础数据的基础上,通过对项目技术路线的优选、实验方案的设计、实验设备的选配、实验流程的组织与实施来完成实验工作,并通过对实验结果的分析与评价获得最有价值的结论。

生物工程单元操作实验原则上分为三个阶段:第一,实验方案的拟订;第二,实验方案的实施;第三,实验数据的处理与评价。

1.1 实验方案的拟订

实验方案是指导实验工作有序开展的一个纲要。实验方案的科学性、合理性、严密性与有效性往往直接决定了实验工作的效率与成败,因此在着手实验前,应围绕实验目的、针对研究对象的特性对实验工作的开展进行全面的规划和构想,拟订一个切实可行的实验方案。

1.1.1 实验内容的确定

1) 实验指标的确定

实验指标是指为达到实验目的而必须通过实验来获取的一些参数,能够表征实验研究对象特征,如薄膜蒸发研究中测定的传热效率、蒸发能力等。

实验指标的确定必须紧紧围绕实验目的。实验目的不同,研究的着眼点就不同,实验指标也就不一样。比如,同样是研究喷雾干燥,实验目的可能有两种:一种是利用喷雾干燥获得细微颗粒;另一种是利用喷雾干燥获得干燥产品。前者的着眼点是颗粒的粒径,实验指标应确定为干燥温度、干燥时间、喷头转速、喷头风压等参数。后者的着眼点是生产产品,实验指标应确定为产品的干燥度、生产效率、产品纯度等参数。

2) 实验因子的确定

实验因子是指那些可能对实验指标产生影响的工艺参数或实验条件,如温度、压力、流量、原料组成、搅拌强度等。

确定实验因子必须注意两个问题:第一,实验因子必须具有可检测性,即采用现有的分析方法或检测器可直接测得,并具有足够的准确性。第二,实验因子与实验指标应具有明确的相关性。在相关因子不明的情况下,应通过简单的预实验加以判断。

3) 因子水平的确定

因子水平是指各实验因子在实验中所取得的具体状态,一个状态代表一个水平。如温度分别取为 100℃、200℃,便称温度有两个水平。

选取变量水平时,应注意变量水平变化的可能性。所谓可能性,就是指因子水平的变化在工艺上、工程上及实验技术上所受的限制。如喷雾干燥实验中,喷头压力选择上有上限,超过上限喷头转速不能再提高;喷头压力有下限,低于下限,进入喷头的液体不能喷成雾状。因此,在单元操作实验中,确定各变量的水平前,应充分考虑实验项目的工业背景及实验本身的技术要求,合理地确定其可行性。

1.1.2 实验设计

根据已确定的实验内容,拟订一个具体的实验安排表,以指导实验的进行,这项工作称为实验设计。生物工程单元操作实验通常涉及多变量及多水平的实验设计,由于不同变量不同水平所构成的实验点在操作可行区域中的位置不同,对实验结果的影响程度也不一样。因此,如何安排和组织实验,用最少的实验获得最有价值的实验结果成为实验设计的核心内容。伴随着科学研究和实验技术的发展,实验设计方法的研究也经历了由经验向科学发展的过程。具有代表性的是析因设计法、正交设计法和序贯设计法。

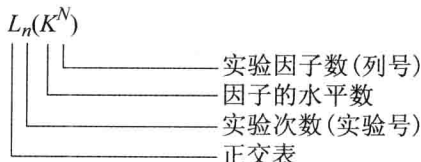
1) 析因设计法

析因设计法又称网格法。该法的特点是以各因子各水平的全面搭配来组织实验,逐一考察各因子的影响规律。通常采用的实验方法是单因子变更法,即每次实验只改变一个因子的水平,其他因子保持不变,以考察该因子的影响。如在蒸发实验中,常采取固定原料浓度、配比、进料速度,考察温度的影响;或根据固定温度等其他条件,考察浓度影响的实验方法。据此,要完成所有因子的考察,实验次数 n 、因子数 N 和因子水平数 K 之间的关系为 $n = K^N$ 。一个 4 因子 3 水平的实验,实验次数为 $3^4 = 81$ 。可见,对多因子多水平的系统,该法的实验工作量非常之大,在对多因子多水平的系统进行工艺条件寻优或动力学测试的实验中应谨慎使用。

2) 正交设计法

正交设计法是为了避免网格法在实验点设计上的盲目性而提出的一种比较科学的实验设计方法。它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。

正交实验设计所采取的方法是制定一系列规格化的实验安排表供实验者选用,这种表称为正交表。正交表的表示方法为 $L_n(K^N)$,符号意义为:



如 $L_8(2^7)$ 表示此表最多可容纳 7 个因子,每个因子有 2 个水平,实验次数为 8 次。表的形式如表 1-1 所示,表中列号代表不同的因子,实验号代表第几次实验,列号下面的数字代表该因子的不同水平。由表 1-1 可见,用正交表安排实验具有两个特点:

(1) 每个因子的各个水平在表中出现的次数相等。即每个因子在其各个水平上都具有相同次数的重复实验。如表 1-1 所示,每列对应的水平“1”与水平“2”均出现四次。

(2) 每两个因子之间,不同水平的搭配次数相等。即任意两个因子间的水平搭配是均衡的。如表 1-1 中第 1 列和第 2 列的水平搭配为 (1,1), (1,2), (2,1), (2,2) 各两次。

由于正交表的设计以严格的数学理论为依据,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问题,所以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,如泵特性曲线的研究中经常采用。在实验指标、实验因子和因子水平确定后,正交实验设计按如下步骤进行:

① 列出实验条件表。以表格的形式列出影响实验指标的主要因子及其对应的水平。因子水平一定时,选用正交表应从实验的精度要求、实验工作量及实验数据处理三方面加以考虑。一般的选表原则是:正交表的自由度大于等于各因子自由度之和加因子交互作用自由度之和,其中,正交表的自由度等于实验次数减 1,因子自由度等于因子水平数减 1,交互作用自由度等于 A 因子自由度乘以 B 因子自由度。

② 表头设计。将各因子正确地安排到正交表的相应列中。安排因子的次序是:先排定有交互作用的单因子列,再排两者的交互作用列,最后排独立因子列。交互作用列的位置可根据两个作用因子本身所在的列数,由同水平的交互作用表查得,交互作用所占的列数等于单因子水平数减 1。

③ 制定实验安排表。根据正交表的安排将各因子的相应水平填入表中,形成一个具体的实施计划表。交互作用列和空白列不列入实验安排表,仅供数据处理和结果分析用。

表 1-1 正交表 $L_8(2^7)$

列号 实验号	1	2	3	4	5	6	7
1	1	1	1	1	1	1	1
2	1	1	1	2	2	2	2
3	1	2	2	1	1	2	2
4	1	2	2	2	2	1	1
5	2	1	2	1	2	1	2
6	2	1	2	2	1	2	1
7	2	2	1	1	2	2	1
8	2	2	1	2	1	1	2

3) 序贯实验设计法

序贯法是一种更加科学的实验方法。它将最优化的设计思想融入实验设计之中,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,直至得到最理想的结果。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,实验结果的精度提高,研究周期缩短。在生物工程单元操作实验研究中,尤其适用于模型鉴别与参数估计类实验。

1.2 实验方案的实施

实验方案的实施主要包括:实验设备的设计与选用;实验流程的组织与实施;实验装置的

安装与调试;实验数据的采集与测定。实施工作通常分三步进行,首先根据实验的内容和要求,设计、选用和制作实验所需的主体设备及辅助设备。然后,围绕主体设备构想组织实验流程,解决原料的配置、净化、计量和输送问题以及产物的采样、收集、分析和后处理问题。最后,根据实验流程,进行设备、仪表、管线的安装和调试,完成全流程的贯通,进入正式实验阶段。

1.2.1 实验设备的设计和选用

实验设备的合理设计和正确选用是实验工作得以顺利实施的关键。生物工程单元操作实验所涉及的实验设备主要分为两大类:一是主体设备;二是辅助设备。主体设备是实验工作的重要载体,辅助设备则是主体设备正常运行及实验流程畅通的保障。

1) 实验主体设备

生物工程单元操作实验的主体设备主要分为主体设备、辅助设备等大类。多年来,随着生物工程单元操作实验技术的不断积累与完善,已形成了多种结构合理、性能可靠、各具特色的专用实验设备,可供实验者选用。

2) 辅助设备的选用

生物工程单元操作实验所用的辅助设备主要包括动力设备和换热设备。动力设备主要用于物流的输送和系统压力的调控,如离心泵、计量泵、真空泵、气体压缩机、鼓风机等。换热设备主要用于温度的调控和物料的干燥,如电热锅炉、列管换热器、超级恒温槽、电热烘箱、马弗炉等。辅助设备通常为定型产品,可根据主体设备的操作控制要求及实验物系的特性来选择。选择时,一般是先定设备类型,再定设备规格。

动力设备类型的确定,主要是根据被输送介质的物性和系统的工艺要求。如果工艺要求的输送流量不大,但输出压力较高,对液体介质,应选用高压计量泵或比例泵;对气体介质,应选用气体压缩机。如果被输送的介质温度不高,工艺要求流量稳定,输入和输出的压差较小,可选用离心泵或鼓风机。如果输送腐蚀性的介质,则应选择耐腐蚀泵。由于实验室的装置一般比较小,原料和产物的流量较低,对流量的控制要求较高。因此,近年来有许多微型或超微型的计量泵和离心泵问世,如超微量平流泵、微量蠕动泵等,可根据需要选用。动力设备的类型确定后,再根据各类动力设备的性能、技术特征及使用条件,结合具体的工艺要求确定设备的规格与型号。

换热设备的选择主要根据对象的温度水平和控温精度的要求。对温度水平不太高($T < 250^{\circ}\text{C}$)、但控温精度要求较高的系统,一般采用电热锅炉、列管换热器、液体恒温槽来控温。换热设备可选用具有调温和控温双重功能的定型产品,如超级恒温槽、低温恒温槽等。换热介质可根据温度水平来选用。常用的换热介质及其使用温度如表 1-2 所示。

表 1-2 常用的换热介质及其使用温度

介质	导热油	甘油	水	20%盐水	乙醇
适用温度/ $^{\circ}\text{C}$	100~300	80~180	5~80	-3~-5	-10~-25

对温度水平要求较高的系统,通常采用直接电加热的方式换热。常用的定型设备有:不同型号的电热锅、管式电阻炉(温度可高达 950°C)等。实验室中,也常采取在设备上直接缠绕电热丝、电热带或涂敷导电膜的方法加热或保温。直接电加热系统的温度控制,是通过温度控制仪表来实现的,控制的精度取决于控制仪表的工作方式(位式、PID 式、AI 式)、控制点的位置、

测温元件的灵敏度和控制仪表的精密度。

控温的精度要求一般是根据实验指标的精度要求提出的,如在流体力学阻力系数的测定实验中,要保持阻力系数相对误差小于5%,则系统温度变化必须控制在 $+0.5^{\circ}\text{C}$ 以内。

1.2.2 实验流程的安装与调试

实验流程的正确安装与调试是确保实验数据的准确性、实验操作的安全性和实验布局的合理性的重要环节。流程的安装与调试涉及设备、管道、阀门和仪器仪表等几方面。在生物工程专业操作实验中,由于生物工程所涉及的研究对象性质十分复杂(热敏、易燃、易爆、有毒、易挥发等),实验的内容范围较广(涉及反应、分离、工艺、设备性能、热力学参数的测定),实验的操作条件也各不一样(高温、高压、真空、低温等),因此,实验流程的布局,仪器仪表的安装与调试,应根据实验过程的特点、实验设备的多寡以及实验场地的大小来合理安排。在满足实验要求的前提下,力争做到布局合理美观,操作安全方便,检修拆卸自如。流程的安装与调试大致分为四步:

- (1) 搭建设备安装架。安装架一般由设备支架和仪表屏组成。
- (2) 在安装架上按流程顺序布置和安装主要设备及仪器仪表。
- (3) 围绕主要设备,按运行要求布置动力设备和管道。
- (4) 按实验要求调试仪表及设备,标定有关设备及操作参数。

1) 实验设备的布置与安装

(1) 静止设备。此类设备原则上按流程的顺序,按工艺要求的相对位置和高度,并考虑安全、检修和安装的方便,依次固定在安装架上。设备的平面布置应井然有序,连续贯通;立面布置应错落有致,紧凑美观。设备之间应保持一定距离,以便设备的安装与检修,并尽可能利用设备的位差或压差促成流体的流动。

设备安装架应尽可能靠墙安放,并靠近电源和水源。安装设备时应先主后辅,主体设备定位后,再安装辅助设备,同时应注意设备管口的方位以及设备的垂直度和水平度。管口方位应根据管道的排列、设备的相对位置及操作的方便程度来灵活安排,取样口的位置要便于观察和取样。对塔设备的安装应特别注意塔体的垂直,因为塔体的倾斜将导致塔内流体的偏流和壁流,使填料润湿不均,塔效率下降。水平安装的冷凝器应向出口方向适当倾斜,以保证冷凝液的排放。设备内填充物(如构件、填料等)的装填应小心仔细,填充物应分批加入,边加边振动,防止架桥现象。装填完毕,应在填料段上方采取压固措施,即用较大填料或不锈钢丝网等将填充物压紧,以防操作时流体冲翻或带走填充物。

(2) 动力设备。由于此类设备(如空压机、真空泵、离心机等)运转时伴有震动和噪声,安装时应尽可能靠近地面并采取适当的隔离措施。离心泵的进口管线不宜过长过细,不宜安装阀门,以减小进口阻力。安装真空泵时,应在进口管线上设置干燥器、缓冲罐和放空阀。若系统中含有可燃性溶剂或操作温度较高时,还应在泵前加设冷阱,用水、冰或液氮冷凝溶剂蒸汽,防止其被吸入真空泵,造成泵的损坏。但应注意冷阱温度不得低于溶剂的凝固点。实验室常用的旋片式真空泵的进口管线的安装次序为:设备+冷阱+干燥器+放空阀+缓冲罐+真空泵。放空阀的作用是停泵前让缓冲罐通大气,防止真空泵中的机油倒灌。

2) 测量元件的安装

正确使用测量仪表或在线分析仪器的关键是测量点、采样点的合理选择及测量元件的正

确安装。因为测量点或采样点所采集的数据是否具有代表性和真实性,是否对操作条件的变化足够灵敏,将直接影响实验结果的准确性和可靠性。实验中经常测量的是温度和压力。

实验室常用的测温手段有:

- (1) 用玻璃温度计直接测量。
- (2) 用配有指示仪表的热电偶、铂电阻测温。

为使用安全,一般温度计和热电偶不是直接与物料接触,而是插在装有导热介质的管套中间接测温点。测温点的位置及测温元件的安装方法,应根据测量对象的具体情况来合理选择。如在喷雾干燥试验中,温度的测量和控制十分重要。测取温度的方法有三种:

- (1) 在电加热套管与反应管之间采温,以夹层温度代替反应温度。
- (2) 将热电偶插在喷雾干燥器中心内。
- (3) 将热电偶直接插在进出风管内测温。

三种方法各有利弊,应根据干燥热的强弱,风管尺寸的大小灵活选择。一般对管径较小的喷雾干燥器,不宜采用方法(2),因为热电偶套管占用的管截面比例较大,容易造成壁效应,影响器内流型。

压力测量点的选择要充分考虑系统流动阻力的影响,测压点应尽可能靠近希望控制压力的地方。如真空精馏中,为防止釜温过高引起物料的分解,采用减压的方法来降低物料的沸点。这时,釜温与塔内的真空度相对应,操作压力的控制至关重要。测压点设在塔釜的气相空间是最安全、最直接的。若设在塔顶冷凝器上,则所测真空度不能直接反映塔釜状况,还必须加上塔内的流动阻力。如果流动阻力很大,尽管塔顶的真空度高,釜压仍有可能超标,因此是不安全的。通常的做法是用U形管压差计同时测定塔釜的真空度和塔内压力降。

流量计的安装要注意流量计的水平度或垂直度以及进出流体的流向。

3) 实验流程的调试

实验装置安装完毕后,要进行设备、仪表及流程的调试工作。调试工作主要包括系统气密性试验、仪器仪表的校正和流程试运行。

(1) 系统气密性试验。系统气密性试验包括试漏、查漏和堵漏三项工作。对压力要求不太高的系统,一般采用负压法或正压法进行试漏,即对设备和管路充压或减压后,关闭进出口阀门,观察压力的变化。若发现压力持续降低或升高,说明系统漏气。查漏工作应首先从阀门、管件和设备的连接部位着手,采取分段检查的方式确定漏点。其次,再考虑设备材质中的砂眼问题。堵漏一般采用更换密封件、紧固阀门或连接部件的方法。对真空系统的堵漏,实验室常采用真空封泥或各种型号的真空脂。

对高压系统($p \geq 10$ MPa)应进行水压试验,以考核设备强度。水压试验一般要求水温大于 5°C ,试验压力大于1.25倍设计压力。试验时逐级升压,每个压力级别恒压半小时以上,以便查漏。

(2) 仪器仪表的校正。由于待测物料的性质不同,仪器仪表的安装方式不同,以及仪表本身的精度等级和新旧程度不一,都会给仪器仪表的测量带来系统误差,因此,仪器仪表在使用前必须进行标定和校正,以确保测量的准确性。

(3) 流程试运行。试运行的目的是为了检验流程是否贯通,所有管件阀门是否灵活好用,仪器仪表是否工作正常,指示值是否灵敏、稳定,开停车是否方便,有无异常现象。试车前应仔细检查管道是否连接到位,阀门开闭状态是否合乎运行要求,仪器仪表是否经过标定和校正。

试运行一般采取先分段试车、后全程贯通的方法进行。

1.3 实验数据的处理与评价

实验研究的目的是期望通过实验数据获得可靠的、有价值的实验结果。而实验结果是否可靠、是否准确、是否真实地反映了对象的本质,不能只凭经验和主观臆断,必须应用科学的、有理论依据的数学方法加以分析、归纳和评价。因此,掌握和应用误差理论、统计理论和科学的数据处理方法是十分必要的。

1.3.1 实验数据的误差分析

误差的分类与表示

(1) 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。系统误差是由仪器误差、方法误差和环境误差构成,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。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,它具有有界性、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,数据的算术均值将趋于真值。因此,不易也不必去刻意地消除它。

过失误差是由于实验者的主观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。

(2) 误差的表示。

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。

在生物工程实验中,常采用三种相对真值,即标准器真值、统计真值和引用真值。标准器真值,就是用高精度仪表的测量值作为低精度仪表测量值的真值。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。统计真值,就是用多次重复实验测量值的平均值作为真值。重复实验次数越多,统计真值越趋近实际真值,由于趋近速度是先快后慢,故重复实验的次数取3~5次即可。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:

$$d_i = |x_i - X| \quad (1-1)$$

相对误差的表达式为:

$$Er_i(\%) = \frac{|x_i - X|}{X} \times 100\% \quad (1-2)$$

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:

$$\delta = \frac{\sum_{i=1}^n |x_i - \bar{x}|}{n} \quad (1-3)$$

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

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad (1-4)$$

标准误差 σ (又称均方根误差) 的表达式为 (在有限次数 (n) 的实验中):

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (1-5)$$

算术均差和标准误差是实验研究中常用的精度表示方法。两者相比, 标准误差能够更好地反映实验数据的离散程度, 因为它对一组数据中的较大误差或较小误差比较敏感, 因而, 在生物工程单元操作实验中被广泛采用。

(3) 仪器仪表的精度与测量误差。仪器仪表的测量精度常采用精确度等级来表示, 如 0.1, 0.2, 0.5, 1.0, 1.5, 2.5, 5.0 级电流表、电压表等。而所谓的仪表等级实际上是仪表测量值的最大相对误差 (百分数) 的一种实用表示方法, 称之为引用误差。引用误差的定义为:

$$\text{引用误差} = \frac{\text{仪表指示值的最大相对误差}}{\text{仪表满量程}} \quad (1-6)$$

若以 1% 表示某仪表的引用误差, 则该仪表的精度等级为 1.0 级。精度等级的数值越大, 说明引用误差越大, 测量的精度等级越低。这种关系在选用仪表时应注意。从引用误差的表达式可见, 它实际上是仪表测量值为满刻度值时相对误差的特定表示方法。

在仪表的实际使用中, 由于被测值的大小不同, 在仪表上的示值不一样, 这时应如何来估算不同测量值的相对误差呢?

假设仪表的精度等级为 P 级, 表明引用误差为 $P\%$, 若满量程值为 M , 测量点的指示值为 m , 则测量值的相对误差 E_r 的计算式为:

$$E_r = \frac{M \times P\%}{m} \quad (1-7)$$

可见, 仪表测量值的相对误差不仅与仪表的精度等级 P 有关, 而且与仪表量程 M 和测量值 m , 即比值 M/m 有关。因此, 在选用仪表时应注意如下两点:

① 当待测值一定, 选用仪表时, 不能盲目追求仪表的精度等级, 应兼顾精度等级和仪表量程进行合理选择。量程选择的一般原则是: 尽可能使测量值落在仪表满刻度值的 $2/3$ 处, 即 $M/m=3/2$ 适宜。

② 选择仪表的一般步骤是: 首先根据待测值 m 的大小, 依 $M/m=3/2$ 的原则确定仪表的量程 M , 然后, 根据实验允许的测量值相对误差 E_r , 依式 (1-7) 确定仪表的最低精度等级 P , 最后, 根据上面确定的 M 和 $P\%$, 从可供选择的仪表中选配精度合适的仪表。

$$P\% = \frac{2}{3} E_r \quad (1-8)$$

1.3.2 实验数据的处理

实验数据的处理是实验研究工作中的一个重要环节。由实验获得的大量数据必须经过正

确分析、处理和关联,才能清楚地看出各变量间的定量关系,从中获得有价值的信息与规律。实验数据的处理是一项技巧性很强的工作,处理方法得当,会使实验结果清晰而准确,否则,将得出模糊不清甚至错误的结论。实验数据处理常用的方法有三种:表列法、图示法和回归公式法。

1) 实验结果的表列法

表列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展示实验成果的一种数据处理方法。根据记录的内容不同,数据表主要分为两种:原始数据记录表和实验结果表。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。实验结果表记录了经过运算和整理得出的主要实验结果,该表的制定应简明扼要,直接反映主要实验指标与操作参数之间的关系。

2) 实验数据的图示法

图示法是以曲线的形式简单明了地表达实验结果的常用方法。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,尤其在数学模型不明确或解析计算有困难的情况下,图示求解是数据处理的有效手段。

图示法的关键是坐标的合理选择,包括坐标类型与坐标刻度的确定。坐标选择不当,往往会扭曲和掩盖曲线的本来面目,导致错误的结论。

坐标类型选择的一般原则是尽可能使函数的图形线性化。即线性函数: $y=a+bx$,选用直角坐标。指数函数: $y=a^{bx}$,选用半对数坐标。幂函数: $y=x^b$,选用对数坐标。若变量的数值在实验范围内发生了数量级的变化,则该变量应选用对数坐标来标绘。

确定坐标分度标值可参照如下原则:

(1) 坐标的分度应与实验数据的精度相匹配。即坐标读数的有效数字应与实验数据的有效数字的位数相同。换言之,就是坐标的最小分度值的确定应以实验数据中最小的一位可靠数字为依据。

(2) 坐标比例的确定应尽可能使曲线主要部分的切线与X轴和Y轴的夹角成 45° 。

(3) 坐标分度值的起点不必从零开始,一般取数据最小值的整数为坐标起点,以稍大于数据最大值的某一整数为坐标终点,使所标绘的图线位置居中。

3) 实验结果的模型化

实验结果的模型化就是采用数学手段,将离散的实验数据回归成某一特定的函数形式,用以表达变量之间的相互关系,这种数据处理方法又称为回归分析法。

在生物工程单元操作实验中,涉及的变量较多,这些变量处于同一系统中,既相互联系又相互制约,但是,由于受到各种无法控制的实验因素(如随机误差)的影响,它们之间的关系不能像物理定律那样用确切的数学关系式来表达,只能从统计学的角度来寻求其规律。变量间的这种关系称为相关关系。

回归分析是研究变量间相关关系的一种数学方法,是数理统计学的一个重要分支。用回归分析法处理实验数据的步骤是:第一,选择和确定回归方程的形式(即数学模型);第二,用实验数据确定回归方程中的模型参数;第三,检验回归方程的等效性。

(1) 确定回归方程。回归方程形式的选择和确定有三种方法:

① 根据理论知识、实践经验或前人的类似工作,选定回归方程的形式。

② 先将实验数据标绘成曲线,观察其接近于哪一种常用的函数的图形,据此选择方程的

形式。图 1-1 列出了几种常用函数的图形。

③ 先根据理论和经验确定几种可能的方程形式,然后用实验数据分别拟合,并运用概率论、信息论的原理模型对其进行筛选,以确定最佳模型。

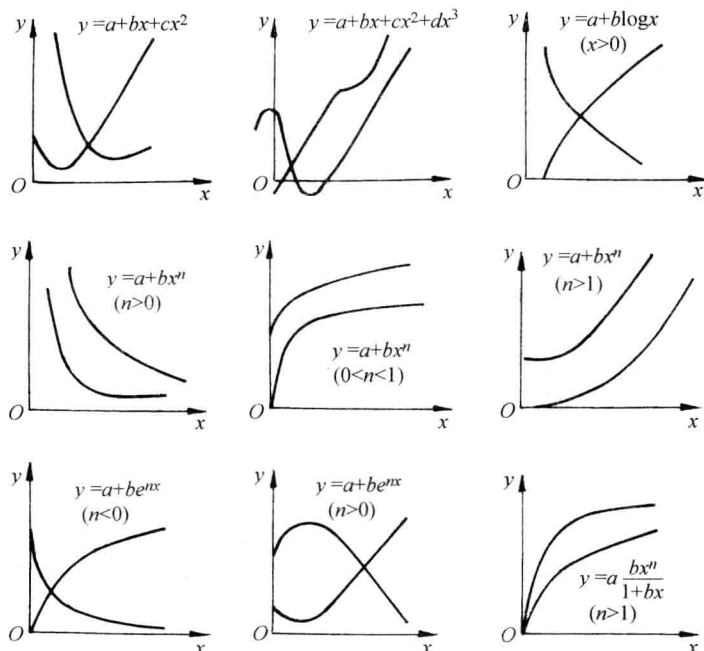


图 1-1 几种常见的函数图形

(2) 模型参数的估计。当回归方程的形式(即数学模型)确定后,要使模型能够真实地表达实验的结果,必须用实验数据对方程进行拟合,进而确定方程中的模型参数,如对线性方程 $y = a + bx$,其待估参数为 a 和 b 。

参数估值的指导思想是:由于实验中各种随机误差的存在,实验响应值与数学模型的计算值不可能完全吻合。但可以通过调整模型参数,使模型计算值尽可能逼近实验数据,使两者的残差 $y_i - \hat{y}$ 趋于最小,从而达到最佳的拟合状态。

根据这个指导思想,同时考虑到不同实验点的正负残差有可能相互抵消,影响拟合的精度,拟合过程采用最小二乘法进行参数估值,即选择残差平方和最小为参数估值的目标函数,其表达式为:

$$Q = \sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y})^2 \rightarrow \min \quad (1-9)$$

最小二乘法可用于线性或非线性、单参数或多参数数学模型的参数估计,其求解的一般步骤为:

① 将选定的回归方程线性化。对复杂的非线性函数,应尽可能采取变量转换或分段线性化的方法,使之转化为线性函数。

② 将线性化的回归方程代入目标函数 Q 。然后对目标函数求极值,即将目标函数分别对待估参数求偏导数,并令导数为零,得到一组与待估参数个数相等的方程,称为正规方程。

③ 由正规方程组联立求解出待估参数。