

教育部新世纪高等教育教学改革工程课题研究成果

化学工程与工艺 综合设计实验教程

孙晓然 谢全安 主编
梁英华 主审

冶金工业出版社

教育部新世纪高等教育教学改革工程课题研究成果

化学工程与工艺 综合设计实验教程

孙晓然 谢全安 主编
梁英华 主审

北 京
冶 金 工 业 出 版 社
2004

内 容 简 介

本书是将煤化学化工、精细化工、工业分析实验经精选合并而编写的综合性、设计实验用书。

全书分为绪论、综合实验、设计实验、仪器介绍四部分,收入综合性实验 10 个,设计性实验 6 个,另外附有实验必要的数据及合成未知化合物的实验方法。

本书内容丰富,叙述清楚,既具有系统性、知识性,更具有综合性和创新性。

本书可作为高等院校化学工程与工艺专业的煤化工专业方向、工业分析专业方向、精细化工专业方向和其他化工类专业的本、专科学生的实验教材,也可作为广大从事化工专业的研究与开发、生产和质量控制人员的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

化学工程与工艺综合设计实验教程/孙晓然,谢全安

主编.北京:冶金工业出版社,2004.5

高等学校教学用书

ISBN 7-5024-3479-8

I. 化… II. ①孙… ②谢… III. ①化学工程—
化学实验 ②化学:工艺学—化学实验 IV. TQ-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2004)第 013699 号

出版人 曹胜利(北京沙滩嵩祝院北巷 39 号,邮编 100009)

责任编辑 王秋芬 美术编辑 王耀忠

责任校对 杨 力 李文彦 责任印制 李玉山

北京百善印刷厂印刷;冶金工业出版社发行;各地新华书店经销

2004 年 5 月第 1 版,2004 年 5 月第 1 次印刷

170mm×227mm; 6.25 印张; 115 千字; 85 页; 1-2000 册

12.00 元

冶金工业出版社发行部 电话:(010)64044283 传真:(010)64027893

冶金书店 地址:北京东四西大街 46 号(100711) 电话:(010)65289081

(本社图书如有印装质量问题,本社发行部负责退换)

高等教育教学改革实验教材 编委会

主 任 张玉柱

副主任 李福进 李昌存 谭 靖

委 员 崔恩良 王志江 阚连合

梁英华 贾晓鸣 侯国强

艾立群 郭立稳 封孝信

邹继兴 富 立 刘廷权

韩润春

序

21 世纪是信息时代,是经济大发展的时期,时代要求培养更多的高素质、高能力、有开拓进取精神的创新型人才。高等院校培养这种新型人才,实验教学是不可或缺的重要手段。实验教学是培养学生能力的重要途径,不仅要使学生通过实验来掌握基本实验手段,更重要的是要使学生具备应用这些手段从事科学研究的独立工作能力。在实验教学中,仅仅传授实验技术是不够的,必须注重学生能力的培养,使学生在知识和能力方面得到全面发展。古人云:“授之以鱼,只供一饭之需;教人以渔,则终生受用无穷。”培养能力无异于给学生一把开启知识之门的钥匙,有了这把钥匙才能使他们在知识的海洋里泛舟冲浪。21 世纪的高等教育要求彻底改变实验教学的地位。要想从根本上解决问题,应该根据培养能力的要求,建立实验教学的体系,打破实验教学依附于理论教学、为理论教学服务的传统观念,以全面培养学生综合素质,培养学生科学研究思维方法、开发应用工程技术的综合能力、创新思维和分析问题解决问题的能力为主线,构建与理论教学平行并存、相辅相成的实验教学的新体系。

按教育部新世纪高等教育教学改革工程的要求,我们组织教师编写了这套实验教材,力求立意新颖,框架结构、章节层次安排合理,重点、难点处理得当,符合教学规律。此外,还要求具有以下特点:一是处理好与理论课的关系,建立独立的实验教学体系;二是设计性、综合性和创新型实验占有相当比例,并大多自成章节;三是对实验理论和实验方法均有比较系统的论述,有利于学生整体科研素质的培养和提高;四是对实验中常用的仪器,尤其是新型仪器设备的原理、构造、操作规程有较详尽的介绍,且附有一些常用的国标、图表和数据,使学生既可以学习掌握查找文献、数据的方法,又可在今后的工作中将本书作为参考书使用。

系统地编写实验教材,我们才刚刚起步,书中不成熟、不完善之处在所难免。愿编者在以后的教学实践中,不断积累经验、不断完善,使教材更加丰满成熟;愿更多的教师和实验技术人员关心和参与实验教材的编写工作;愿实验教材的百花园中再添奇葩。

河北理工大学校长

张玉柱

河北省高校实验室工作研究会副理事长

前 言

实验教学是培养学生创新能力和优良素质的有利手段,在化工专业教育中起重要作用。传统的化工专业实验教材以单一验证实验为主,课程设置和教学内容陈旧已不能满足 21 世纪对综合素质人才的需要。科学技术日新月异,促进各学科之间的相互渗透,学科间的界限也变得越来越模糊。如何培养学生综合运用化学化工各学科的理论知识和实验技能来解决实际化工问题,早已被国内化工界同仁所重视,并在高等院校中进行试点,取得良好效果。为满足科技发展和社会对化工和应用化学人才培养的需要,我院于 1999 年开始综合化工实验的实验教学试点工作,通过几年的实践,体会到综合化工实验是培养学生创新精神、创新意识、创新能力的重要途径之一。国家教育部新颁布的专业目录中,化工工艺与工程专业涉及的专业面较广,各学校的专业方向不尽相同,侧重不同,虽已出版的一些化工综合实验教程,但覆盖面不够广泛。为此,我们总结多年实验教学经验,并借鉴其他兄弟院校在改革方面成功的经验,本着“少而精”的原则编写了这本化工工艺与工程专业实验教材。它包括四部分内容:绪论、综合实验、设计实验、仪器介绍。这些实验有助于培养学生的独立思考能力和综合实验能力。

本教材的特点是:

1. 突出煤化工和精细化工专业特色,并与有机化工和工业分析相互融合与渗透;
2. 突出实用性与先进性,具有启发性、探索性、研究性和创新性;
3. 综合、设计、研究相结合,如无机、有机制备与分析表征,产品分析与环境,设计路线最优化等;
4. 实验教学体现专业科研新方向,拓宽学生知识面;
5. 满足部分学生“个性化”及专业教学改革的要求;
6. 详细介绍实验中涉及到的大型仪器原理及操作;
7. 所列实验已经在往届学生中做过多次,比较成熟。

本教材在编写过程中参阅了一些兄弟院校的教材,并吸取了部分内容,对此表示谢意。

参加本教材编写工作的有孙晓然(第1章,第2章的2.6、2.7、2.8、2.9、2.10节,第3章的3.4、3.5、3.6节,第4章)、谢全安(第2章的2.1、2.2、2.3、2.4、2.5节,第3章的3.1、3.2、3.3节)。杨丽霞参加了部分实验工作,在此表示感谢。

本教材承蒙梁英华教授仔细审阅,并提出诸多宝贵意见,在此表示诚挚的谢意。

本教材涉及多方面知识和技术,编写亦是一种探索和研讨的过程,因编者的水平有限,不妥和疏漏之处,希望读者与同仁提出宝贵意见,以便修订完善。

作 者

于河北理工大学

目 录

1 绪论	1
1.1 综合化工专业实验的目的、要求	1
1.2 实验室的注意事项和安全条例	1
2 综合实验	7
2.1 煤的工业分析	7
2.2 煤中全硫的测定	15
2.3 罗加指数与粘结指数测定	22
2.4 炼焦化学产品性能的综合分析	27
2.5 煤气成分分析	34
2.6 乙酰水杨酸(阿司匹林)的合成与测试	40
2.7 十二醇硫酸钠的合成及洗发香波的配制	44
2.8 聚乙烯醇缩甲醛的制备及内墙涂料的制备	48
2.9 水质稳定剂——低分子量聚丙烯酸(钠盐)的制备 与阻垢效果评价	52
2.10 液相法制备纳米氧化锌	55
3 设计实验	60
3.1 煤的分类	60
3.2 炼焦最优配煤比的设计	61
3.3 粗焦油化工产品的开发	61
3.4 乙酸异戊酯的合成及香水配制	62
3.5 聚丙烯酸钠高吸水树脂的制备及应用	62
3.6 丙烯酸酯乳液压敏胶的制备及应用	64
4 仪器介绍	66
4.1 柱色谱法、纸色谱法和薄层色谱法	66
4.2 色谱分析仪	73

4.3 红外光谱仪.....	76
4.4 核磁共振波谱仪.....	79
4.5 罗氏泡沫测定仪.....	81
 附 录	 82
 参考文献	 85

1 绪论

1.1 综合化工专业实验的目的、要求

1.1.1 综合化工专业实验的目的

根据教学计划的规定,综合化工专业实验是一门独立设置的化工专业必修课。它与其他专业课配合,共同完成专业课教学。本课程主要通过实验教学的方式,达到如下目的:

(1) 使学生在选修实验课基础上,进一步巩固和提高实验操作技能和仪器设备的使用能力。

(2) 培养学生严谨的科学态度,提高科研能力、分析问题和解决问题的能力。

(3) 巩固和扩大有关化工的专业知识,培养综合能力、创新意识。

1.1.2 综合化工专业实验的要求

为了保证实验的顺利进行,实现教学目的,要求学生必须做到:

(1) 充分预习。学生必须准备一本预习笔记本。实验前要预习教材,同时还要查阅有关手册和参考资料以及有关的仪器设备说明书,并写出预习报告。

(2) 认真操作。实验时注意力要集中,细致观察,积极思考,及时记录实验现象,发现问题并解决问题,决不能实验完了补写记录。记录要记在实验记录本上,不能用散页纸记录。

(3) 书写实验报告。其内容可根据各具体实验的情况自行组织。一般主要包括:实验名称、实验目的、反应机理和方程式、主要操作步骤、现象与解释、结果与讨论、意见和建议等。设计型实验还应写明设计思路、画出实验流程及装置图等。实验报告应力求条理清楚、文字简练、结论正确、书写整洁。

1.2 实验室的注意事项和安全条例

1.2.1 实验室注意事项

(1) 进入实验室必须了解实验室规则及实验室安全条例。

(2) 爱护财物,对仪器、设备未掌握使用方法前不得动用;如有损坏,要填写损坏单,酌情赔偿。

- (3) 实验结束后要将仪器、药品、工具等放回原处。
- (4) 保持实验台及周围的整齐清洁,实验台上不放与该实验无关的东西。
- (5) 实验室内不准许吃东西,不准许将实验室的器皿用作非实验之用,实验完后必须洗净双手。
- (6) 实验时要严肃认真,仔细观察现象;保持实验室内安静,不得高声喧哗,不能做与实验无关的事;实验进行时,不得擅自离开岗位。
- (7) 不经教师允许不得进行实验,实验完成后必须经教师检查后才能离开。
- (8) 实验完毕离开实验室时,必须将水、电、门、窗关好,并对整个实验室进行整理。
- (9) 如发生事故,不应惊慌失措,应听从老师指挥,积极想办法抢救。

1.2.2 实验室安全操作规程

虽然在以前学过的各实验课中,学生已经接受过有关实验室的安全教育,但在进行综合化工专业实验之前,有必要再次对学生进行安全教育,因为综合专业实验所用药品,绝大多数是易燃、易爆、有毒、有腐蚀性的,大型仪器价格昂贵,若损坏造成损失极大,必须严格执行安全操作规程,加强安全措施,防止事故发生,防止仪器损坏。

1.2.2.1 玻璃器皿

- (1) 折断极短的玻璃棒时,均应以布包起来,再用力折断以免玻璃棒碎裂使手受伤。
- (2) 将玻璃管插入橡皮塞和橡皮管时,须将玻璃管两端烧圆后再插入,绝对不要把玻璃管或玻璃温度计强行插入。
- (3) 一切玻璃器皿在使用前应检查有无裂痕,如有裂痕不得使用。
- (4) 玻璃仪器被损坏后,要立即收拾干净。
- (5) 使用移液管吸取液体时须用吸气橡皮球或真空吸气器,不得用嘴吸液体。
- (6) 使用或洗涤玻璃器皿时,应注意避免刮出纹路,用玻璃棒搅拌时应将其头部烧圆。
- (7) 不可用直接火源加热厚壁的玻璃仪器和量筒,不得在玻璃量筒内配制溶液。

1.2.2.2 电器设备

- (1) 使用仪器时,应注意仪表的规格,所用的规格应满足实验的要求(如交流或直流电表、规格等),同时在使用时也要注意读数是否有连续性等。
- (2) 应该有良好的绝缘,地线要有效,两导线连接处要用胶布包起来,或用玻璃管套上,不能暴露在外边。
- (3) 要将过多的导线卷起来,以使线路整齐清楚。
- (4) 导线、仪表不应放在潮湿处。

(5) 马达、搅拌器转动时,勿使衣服头发卷入。

(6) 进实验室时,必须清楚总电闸、分电闸所在处。

1.2.2.3 化学药品

(1) 一切药品瓶上都应粘贴标签。

(2) 使用化学药品后立即盖好塞子并把药瓶放回原处。

(3) 用牛角勺取固体药品或用量筒量取液体药品时,必须擦洗干净。在天平上称量固体药品时,应少取药品,并逐渐加到天平托盘上,以免浪费。

(4) 任何药品不得直接放在天平托盘上称取,腐蚀性药品不能用纸在天平上称取。

(5) 使用强酸、强碱时,应注意:

① 使用强酸时应特别小心,其对皮肤有腐蚀作用,且会损坏衣物。稀释硫酸时不可把水注入酸中,只能在搅拌下谨慎地将浓硫酸慢慢地倒入水中。

② 量取浓酸液或类似液体时,只能用量筒,不应用移液管量取。

③ 盛酸瓶用完后,应立即用水将酸瓶冲洗干净。

④ 若身体的某个部位溅了酸时,应用大量水冲洗。

⑤ 浓氨水及浓硝酸瓶启盖时应特别小心,最好以布或纸覆盖后再启盖。如在炎热的夏季必须先以冷水冷却。

⑥ 氢氧化钠、氢氧化钾、氢氧化钙、碳酸钠、碳酸钾等碱性试剂的储装瓶,不可用玻璃塞,只能用橡皮塞或软木塞。

(6) 使用有毒的化学药品时,应注意:

① 执行公安部使用毒品的有关规定,大多数有机化合物为有毒且易燃、易爆、易挥发的物质,所以要注意实验室的通风。

② 使用有毒的化学药品或在操作中可能产生有毒气体的实验,必须在通风橱内进行。

③ 金属汞是一种极有毒的物质,吸入其蒸气会中毒,若长期吸入汞蒸气,可溶性的汞化合物会产生严重的急性中毒,故使用汞时不能把汞溅泼。如发现溅泼应立即收起,不能回收的应立即用硫磺覆盖。

(7) 使用危险药品时,应注意:

① 易燃和易爆的化学药品应储存在远离建筑物的地方,贮存室内要备有灭火装置。

② 易燃液体在实验室里只能用瓶盛装且不得超过 1L,否则就应当用金属容器来盛装;使用时周围不应有明火。

③ 蒸馏易燃液体时,最好不要用火直接加热,装料不得超过 2/3,加热不可太快,避免局部过热。

④ 易燃物质如酒精、苯、甲苯、乙醚、丙酮等在实验桌上如临时使用或暂时放

在桌上的,都不能超过 500mL,并且应远离电炉和一切热源。

⑤ 在明火附近不得用可燃性热溶剂来清洗仪器,应用没有自燃危险的清洗剂来洗涤,或移到没有明火的地方去洗涤。

⑥ 乙醚长期存放后,常会含有过氧化物,故蒸馏乙醚时不能完全蒸干,应剩余 1/5 体积的乙醚,以免爆炸。

⑦ 避免金属钠和水接触的可能性,钠必须存放在无水的煤油中。

1.2.2.4 常用的灭火物质及火灾的扑灭

常用的灭火物质有:

(1) 水:为常用灭火剂,但出现下列四种着火情况时,不能用水扑灭:

① 金属钠等化学药品着火时不能用水扑救,应用细沙及适宜的化学灭火剂扑救。

② 易燃液体和汽油、丙酮、乙醇等着火时,不能用水施救,可用泡沫灭火剂来扑救。

③ 在高温热固体或熔融物体的地方失火,如用水扑救,会突然放出大量的气体而发生爆炸,此时可用干沙或其他阻火物施救。

④ 电气设备或带电系统着火,如未切断电源而用水施救,会造成触电或爆炸危险,此时应用 CO_2 气来施救。

(2) 化学液体灭火剂:主要有四氯化碳、二氧化碳等,这些物质不助燃、不自燃、不导电,沸点低,易成蒸气,是一种阻火力很强的灭火剂,特别适用于带电设备灭火。

(3) 化学泡沫灭火剂:其成分为 NaHCO_3 和稀 H_2SO_4 ,能熄灭液体和固体的多种火灾,用法是先将喷射口之小帽拧下,再将筒身颠倒,药沫即自动喷出。因内部药品有限,所以要将喷口对准火点,不能浪费。

(4) 固体粉末:当不能用水灭火的物质起火时,可用细沙等来灭火,亦可用附近的石棉布、石棉灰、石棉板及硅藻土盖住火焰。

(5) 惰性气体:应用最广的是二氧化碳,平时储存于钢瓶中呈液态状,用时调节开关,液体二氧化碳即可气化,喷向着火处,气体立即将着火处包围起来,起隔绝空气的作用。二氧化碳灭火效率很高。如附近有氮气钢瓶亦可用氮气灭火。

(6) 干粉灭火剂:它是近年来开发的新型灭火剂,适用于可燃性气体、液体、油脂、带电设备及有机固体物质的初起火灾的扑灭。

火灾扑灭方法:

(1) 关闭煤气、电门,熄灭一切灯火。

(2) 撤去附近的易燃物。

(3) 用沙子撒在着火的火源上,或用灭火器喷射。

(4) 身上着火时,立即用衣服、棉被等扑灭火焰或在地上打滚灭火,切勿乱跑。

1.2.2.5 实验室人身事故的急救

(1) 割伤:

- ① 用药棉及硼酸水擦洗伤口,将一切附着物完全清除。
- ② 涂以 220 溶液或碘酒。
- ③ 用纱布包好伤口。注意用碘酒涂伤口后,碘酒必须蒸发干后才可包扎。
- ④ 大量出血或割伤应去医院治疗。

(2) 触电:

① 发现有人触电应立即拉断电源,在不能拉开电闸时,应以绝缘体(木棒、椅子等)把电线或电热器与触电者脱离,切忌直接救护触电者。

② 切断电源后,若受伤者尚能呼吸,则立即送医务所治疗;若已停止呼吸,应立即施以人工呼吸。

(3) 轻度烫伤或烧伤用硼酸水及药膏涂抹,以纱布包好;烫泡大者,不可刮破,须由医生酌情处理。

(4) 药品蚀伤:

① 被酸或碱烧伤时,尽可能快地用水冲洗,只有在用水冲洗后才可涂用中和剂(被碱烧伤时用醋酸或硼酸;被酸烧伤时用碳酸氢钠溶液)。

② 被溴烧伤时,将受伤的地方用苯迅速清洗之后包上,用 1% 苯酚溶液浸泡过的布吸入稀氨水蒸气,有助于消除溴蒸气。

③ 被金属钠蚀伤的情况与被氢氧化钠蚀伤的情况处理方式相同。

(5) 眼睛受伤,立即用水冲洗眼睛(不可用手擦和摸眼睛),对眼睛使用中和剂时应特别小心,只能用不大于 1% 的硼酸或碳酸氢钠溶液,最后以蒸馏水冲洗。

1.2.3 气体钢瓶的使用

在综合专业实验中,经常用到各种气体。一般情况下,气体是被压缩进钢瓶中,钢瓶内压力可高达 15~20MPa,使用钢瓶时,通常是将瓶顶安装的稳压阀打开,把高压气体调整为所需工作压力的气体,通入系统中。稳压阀也可用来调节气体的用量。

对装有压缩气体的钢瓶,若操作不够熟练或工作不慎,会导致失火或爆炸事故,为此应注意正确使用钢瓶:

(1) 钢瓶放置应牢固,妥善放好,勿使之受震坠地。

(2) 搬运或存入钢瓶,瓶顶稳压阀应带帽子,以防碰坏阀嘴。

(3) 禁止把钢瓶放在接近热源处,应距离热源 80cm 以外,钢瓶温度不得超过 50℃。

(4) 可燃性气体(如氢气、液化石油气等)钢瓶附近严禁烟火。

(5) 使用氧气钢瓶时应清除与它接触的脂肪和油脂,以免引起燃烧。

(6) 开启或关闭气阀应缓慢进行,以保护稳压阀和仪器。

(7) 钢瓶内气体压力用到 1.5MPa 时应调换新钢瓶。

不同气体钢瓶的区别标志列于表 1-1。

表 1-1 不同气体钢瓶的区别标志

气 体 名 称	钢 瓶 颜 色	标 志 颜 色	条 纹 颜 色
氨 气	黄	黑	棕
氮 气	黑	黄	
氢 气	绿色	红	
氧 气	淡蓝	黑	
乙 炔 气	白	红	黄
二氧化碳气	黑	黄	
二氧化硫气	黑	白	
氯 气	保护色	黑	
其他可燃气	红	白	绿
其他不可燃气	黑	黄	

2 综合实验

2.1 煤的工业分析[●]

2.1.1 实验目的

- (1) 掌握煤工业全分析的内容。
- (2) 掌握定量法,测定水分、灰分、挥发分;掌握差余法计算固定碳的原理和方法。
- (3) 学会如何评价煤的质量。

2.1.2 实验原理

煤的工业分析是了解煤质特性的主要指标,也是评价煤质的基本依据。根据工业分析的各项测定结果可初步判断煤的性质、种类和煤的加工利用效果及其工业用途。煤的工业分析内容,包括测定煤中水分、灰分、挥发分和固定碳,并观察焦渣的特征。水分、灰分和挥发分均用定量法测定,固定碳的含量用差余法计算。欲获得正确的分析数据,所用煤样应有代表性,应按规定缩制成相应的试样。所有测定项目都用两份试样进行平行测定,所得测定结果如超过平行测定允许误差,须进行第三次测定。分析结果应取两个在允许误差范围内数据的平均值。如第三次测定结果与前两次结果相比均在允许误差范围内,则取三次测定结果的算术平均值。

2.1.2.1 煤中水分的测定原理

水分是一项重要的煤质指标,在煤的基础理论研究和加工利用中都起重要作用。水分高时会影响锅炉燃烧的稳定性 and 热传导;炼焦工业中水分高会延长焦化周期,降低焦炭产率;煤炭贸易中煤的水分是重要的计质和计量指标。在煤质分析中煤的水分是进行不同基的煤质分析结果换算的基础数据。测定时,湿煤样置于空气中,常温下水分就会不断蒸发。当与环境空气温度达到平衡时,湿煤所失去的水分,称为“外在水分”;残留于煤样中的剩余水分,称为“吸附水分”(内在水分),这两者之和称为“全水分”。此外还有结晶水与化合水,它们都必须在较高的温度下才能除去。因此,工业分析中水分测定不包括结晶水与化合水,它们须在煤干馏产物产率测定时予以测定。

● 建议学时数:6学时。