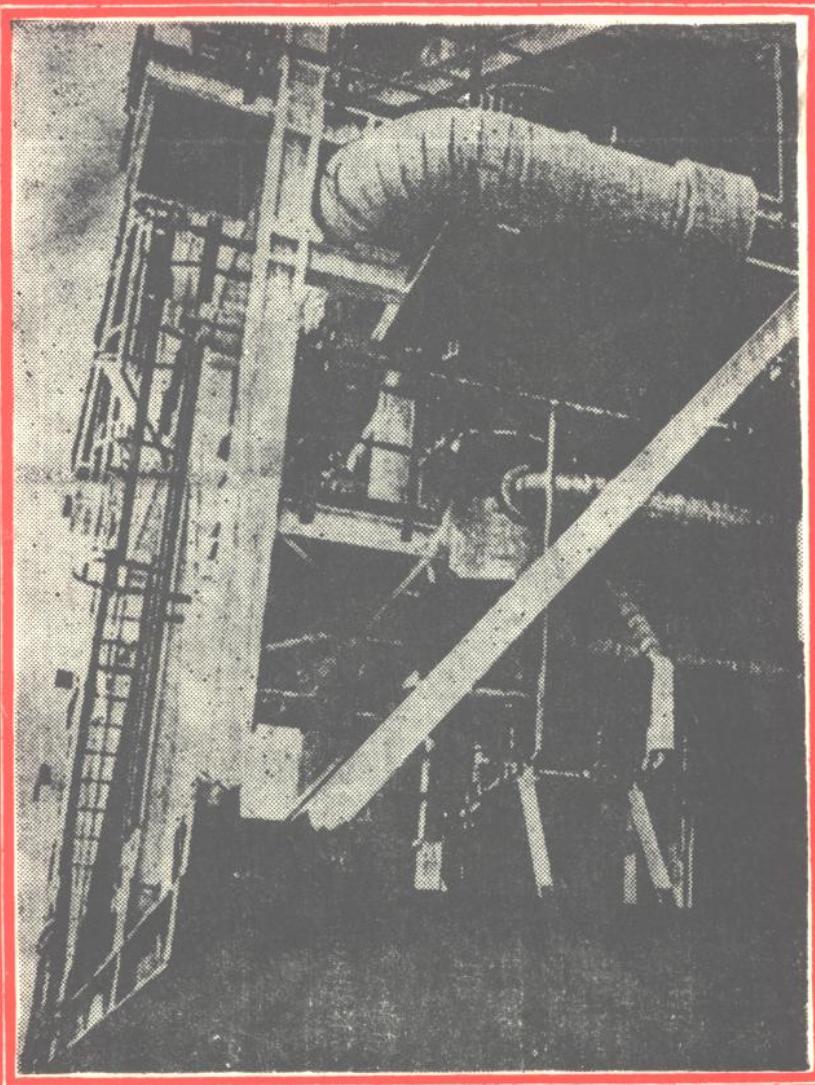


# HUAGONG KAIFA SHIYAN JISHU

## 化工开发 实验技术



刘光永 主编  
天津大学出版社

# 化 工 开 发 实 验 技 术

刘光永 主编



天津大学出版社

## 内 容 提 要

本书详细介绍了化工、石油等专业的实验技术和实验方法。上篇共六章，讨论了物性测定技术、反应实验技术、精馏实验技术、高压实验技术。下篇包括32个实验，涉及基础实验、物性表征实验、催化剂制备及性能测定实验、反应与反应器性能测定实验、分离与精制实验、综合实验等。

本书可作为高等院校化学工程和有机化工、化工工艺专业的实验教材，也可作为化工科研、化工实验和化工厂科技人员的参考书。

# 化 工 开 发 实 验 技 术

刘光永 编

\*

天津大学出版社出版

(天津大学内)

天津大学印刷厂印刷

新华书店天津发行所发行

\*

开本：787×1092 毫米 1/16 印张：17 1/4 字数：440 千

1994年4月第一版 1997年6月第三次印刷

印数：4000—6000

ISBN 7-5618-0618-3

TQ·24 定价：18.00 元

## 前　　言

化工实验技术早为化工各部门重视，在从事科学研究、产品开发中不容忽视。它对实践过程具有指导性作用，并使操作系统化、规范化，从而保证了实验工作的安全，提高了研究工作的速度。因此，实验技术越来越被人们关注。对学生来说，虽然在单元操作中接受了基本技能实验的训练，但学习专业课程后，学习内容和范围扩大，广度和深度在增加，实验的复杂性也相应增加，仅仅掌握一些初步实验技能是不够的。为此，我们以天津大学的《化工开发实验技术》讲义为基础，修订和补充了部分内容，增加了在实验教学中已证明是较好的一些实验，编写了此书。

本书的目的是使学生在进行实验技能训练时，有一本实验技术书籍作参考，从而能系统地学到化学工程、有机化工等专业实验技术知识；提高动手能力和分析、解决问题的能力；掌握进行工程实验的设计和组织方法，并能运用实验技术进行化工工艺、化工新产品开发和独立进行科学的研究。

出版本书是化工教学和科研中有实用价值的实验技术总结，包括实验技术理论与实验操作两部分。由于涉及内容相当广泛，书中不能包罗所有内容，仅介绍最重要、最常用而且必须掌握的内容。实验部分是实验技术的具体实践，可采用必修和选修方式组织教学。开设实验的方式可选择以学生参加操作为主的单项实验和综合实验；也可适当选择一些以教师为主的示范演示实验和录像教学。因此，编入教材的实验项目较多，供读者选用。

本书亦可作化工研究部门或化工厂技术部门科研、实验人员的参考书。

本书上篇由刘光永编写；下篇实验一、八、九、十、十六～十九、二十一、二十八、三十、三十二由刘光永编写；实验三、五、六、七、十一、十二由张福芝编写；实验二、二十、二十四、二十九由辛峰编写；实验四、二十二、二十三、二十五、二十六由郭红宇编写；实验二十七、三十一由尚臣编写；实验十三由吴兴亚编写；实验十五由康慧敏编写；实验十四由王大祥编写。

全书由刘光永主编，邱履福教授主审，鲍祁教授审定了第三章。在审稿中提出许多宝贵意见，对此深表感谢。本书是在许多同志工作基础上完成的，也向他们致谢。由于时间仓促，水平所限，书中难免有不当之处，请读者给予批评指正。

编者 1993. 10

# 目 录

## 上篇 实验技术

<b>第一章 绪论</b> .....	( 1 )
第一节 化工过程开发与实验技术.....	( 1 )
一、过程开发的意义.....	( 1 )
二、化工开发的内容.....	( 1 )
三、化工开发实验技术.....	( 2 )
第二节 化工开发实验与安全技术.....	( 4 )
<b>第二章 实验室操作基本知识</b> .....	( 5 )
第一节 实验室的安全操作.....	( 5 )
一、危险药品分类.....	( 5 )
二、安全使用危险药品.....	( 6 )
三、安全使用压缩气体钢瓶.....	( 6 )
四、易燃物品的安全使用.....	( 8 )
五、实验消防.....	( 8 )
六、实验防毒与防污染.....	( 9 )
第二节 实验室的安全用电.....	( 10 )
一、保护接地和保护接零.....	( 10 )
二、实验室用电的导线选择.....	( 11 )
三、实验室安全用电注意事项.....	( 12 )
第三节 温度测量技术.....	( 13 )
一、热电偶测温法.....	( 13 )
(一) 热电偶测温原理.....	( 13 )
(二) 热电偶材料.....	( 13 )
(三) 镍铬-镍硅热电偶.....	( 14 )
(四) 热电偶冷端处理.....	( 16 )
(五) 热电偶与仪表的配套使用.....	( 17 )
(六) 热电偶的标定.....	( 19 )
(七) 热电偶测温的误差分析.....	( 21 )
二、铂电阻测温.....	( 21 )
(一) 铂电阻测温特点.....	( 21 )
(二) 铂电阻温度计的标定和误差分析.....	( 21 )
三、玻璃管温度计.....	( 22 )

<b>第四节 气体流量的测量技术</b>	.....	( 24 )
一、湿式气体流量计	.....	( 24 )
二、转子流量计	.....	( 26 )
三、皂膜流量计	.....	( 28 )
四、锐孔(毛细管)流量计	.....	( 29 )
五、质量流量计	.....	( 30 )
<b>第五节 压力测量技术</b>	.....	( 32 )
一、液柱压力计	.....	( 32 )
二、弹簧管压力计	.....	( 33 )
<b>第三章 化工物性数据测试技术</b>	.....	( 34 )
第一节 蒸气压与气液平衡数据测定	.....	( 34 )
一、蒸气压的测定	.....	( 34 )
二、气液平衡数据测定	.....	( 40 )
第二节 粘度测试技术	.....	( 44 )
一、粘度与测试技术应用	.....	( 44 )
二、粘度测定方法	.....	( 45 )
三、高压粘度测定	.....	( 50 )
四、粘度计的校准	.....	( 50 )
第三节 表面张力与界面张力测试技术	.....	( 51 )
一、表面张力测定	.....	( 51 )
(一) 静态法测表面张力	.....	( 51 )
(二) 动态法测表面张力	.....	( 52 )
二、界面张力的测定	.....	( 54 )
<b>第四章 化工反应实验技术</b>	.....	( 56 )
第一节 固体催化剂的实验室制备与性能测试技术	.....	( 56 )
一、固体催化剂的总体设计与制备中的成型	.....	( 56 )
(一) 固体催化剂的设计	.....	( 56 )
(二) 催化剂制备与成型	.....	( 60 )
二、催化剂物性测试方法	.....	( 64 )
(一) 催化剂物性测试内容	.....	( 64 )
(二) 催化剂密度测定	.....	( 65 )
(三) 催化剂孔径、孔径分布及孔容测定	.....	( 69 )
1. 孔径与孔径分布的测定	.....	( 69 )
2. 孔容测定	.....	( 71 )
(四) 比表面积测试技术	.....	( 72 )
1. BET 方程	.....	( 72 )
2. 静态低温氮吸附容量法	.....	( 74 )
3. 静态吸附重量法	.....	( 76 )
4. 流动色谱法	.....	( 76 )

(五) 粒度测试技术	( 77 )
(六) 催化剂机械强度测试技术	( 80 )
1. 压碎强度	( 81 )
2. 磨损测定	( 81 )
3. 碰撞强度试验	( 82 )
4. 磨损指数测定	( 82 )
<b>第二节 气固相催化微反应器——色谱技术</b>	( 83 )
一、概况	( 83 )
二、脉冲反应技术	( 83 )
(一) 注射脉冲进样法	( 84 )
(二) 转动阀脉冲进样法	( 84 )
三、尾气技术	( 85 )
(一) 微型反应器	( 86 )
(二) 加料系统	( 88 )
(三) 旋转阀门	( 89 )
<b>第五章 精馏实验技术</b>	( 95 )
<b>第一节 精馏技术在混合物分离中的作用</b>	( 95 )
一、精馏作用	( 95 )
二、精馏过程的原理	( 95 )
三、精馏操作的类型和特点	( 94 )
<b>第二节 实验室精馏装置的选择</b>	( 95 )
一、实验室精馏实验的规模	( 95 )
二、装置的选择	( 96 )
(一) 塔型的选择	( 96 )
(二) 塔头及其选择方法	( 97 )
(三) 预热器	( 14 )
(四) 塔釜	( 14 )
(五) 填料塔及填料选择	( 105 )
(六) 实验室玻璃筛板塔与泡罩塔	( 107 )
<b>第三节 塔的安装、调试、运转</b>	( 107 )
一、安装	( 107 )
二、调试	( 108 )
三、实验室布置与设备固定方式	( 109 )
<b>第四节 塔性能的基础实验</b>	( 110 )
一、塔内持液量的测定	( 110 )
二、回流比的校对	( 111 )
三、塔理论板数测定	( 111 )
<b>第五节 精馏塔的计算机控制</b>	( 112 )
一、精馏操作的控制系统	( 112 )

二、检测控制与仪表的选择	( 113 )
三、机型和转换器接口选择	( 114 )
<b>第六章 高压实验技术</b>	( 116 )
第一节 高压实验概述	( 116 )
一、什么是高压	( 116 )
二、高压实验的压力单位	( 116 )
三、高压化学反应中的压力作用	( 118 )
四、高压实验技术的应用	( 120 )
第二节 高压实验的流程及装置	( 121 )
一、用于化工反应的实验室流程	( 121 )
二、用于物性测定的流程	( 123 )
三、高压实验设备	( 123 )
(一) 高压实验室使用的反应器	( 123 )
(二) 干燥、冷凝与气液分离设备	( 126 )
(三) 高压混合与预热设备	( 126 )
(四) 高压实验用的阀门	( 127 )
(五) 高压实验的供压设备	( 130 )
第三节 高压密封、管路连接和高压设备的选择	( 134 )
一、高压设备的密封	( 134 )
二、高压管路的连接和密封	( 136 )
三、高压设备的选择与设计	( 138 )
四、高压容器和系统的试压验收	( 142 )
第四节 高压实验室的安全防护与布置	( 143 )
一、安全防护	( 143 )
二、高压实验室的布置	( 144 )

## 下篇 实 验

<b>一、基础实验</b>	( 146 )
实验一 温度计、流量计、压力计的标定	( 146 )
实验二 圆管内边界层流速分布的测定	( 149 )
实验三 气相色谱法快速测定 C <sub>6</sub> ~C <sub>9</sub> 芳烃混合物	( 154 )
<b>二、物性测定实验</b>	( 158 )
实验四 液体粘度与表面张力测定	( 158 )
实验五 二元气液平衡数据的测定	( 160 )
实验六 色谱法测定无限稀释溶液的活度系数	( 162 )
实验七 (参考实验) 饱和气流色谱法测定无限稀释溶液的活度系数	( 165 )
<b>三、催化剂制备及性能测定实验</b>	( 169 )
实验八 催化剂载体——活性氧化铝的制备	( 169 )

实验九 (参考实验) 沸石催化剂的制备	(174)
实验十 催化剂成型	(178)
实验十一 四氯化碳法测催化剂的孔容积	(182)
实验十二 色谱法测定固体催化剂的表面积	(184)
实验十三 (参考实验) 固体表面酸度和酸强度的测定	(186)
实验十四 (参考实验) 催化剂的程序升温脱附	(189)
实验十五 (参考实验) 催化剂的程序升温还原	(191)
<b>四、反应与反应器性能测定实验</b>	(194)
实验十六 甲苯催化歧化制苯和二甲苯	(194)
实验十七 正丁烷氧化制顺丁烯二酸酐	(197)
实验十八 异丁烷脱氢制异丁烯	(202)
实验十九 (参考实验) 乙苯脱氢制苯乙烯	(205)
实验二十 乙醇气相脱水制乙烯反应动力学	(207)
实验二十一 苯液相加氢制环己烷	(211)
实验二十二 合成表面活性剂	(214)
实验二十三 (参考实验) 合成Span和Tween型表面活性剂	(216)
实验二十四 串连流动反应器停留时间分布的测定	(217)
实验二十五 流化床基本特性的测定	(220)
实验二十六 (参考实验) 气液固三相流化床特性及气含率、固含率的测定	(223)
<b>五、分离与精制实验</b>	(225)
实验二十七 填料塔液相轴向混合特性的测定	(225)
实验二十八 填料精馏塔理论塔板数的测定	(230)
实验二十九 共沸精馏	(232)
实验三十 反应精馏法制醋酸乙酯	(236)
实验三十一 超过滤膜分离	(239)
<b>六、大型综合实验</b>	(241)
实验三十二 氯代芳烃催化加氢及产物分离精制	(245)
<b>目 录</b>	(248)
<b>附录 1 铂铑 10-铂热电偶分度表</b>	(248)
<b>附录 2 铂铑 30-铂铑 6 热电偶分度表</b>	(253)
<b>附录 3 镍铬-镍硅(镍铬-镍铝)热电偶分度表</b>	(254)
<b>附录 4 铜-康铜热电偶分度表</b>	(259)
<b>附录 5 镍铬-康铜热电偶分度表</b>	(261)
<b>附录 6 铂热电阻 (P<sub>100</sub>) 分度表</b>	(264)
<b>附录 7 铜热电阻分度表</b>	(267)
<b>附录 8 二甲苯、三甲苯的某些物理性质</b>	(268)
<b>附录 9 Antoine 方程</b>	(268)
<b>附录 10 正己烷、正庚烷的 Antoine 常数和折光指数</b>	(269)
<b>附录 11 不同温度下的 CCl<sub>4</sub> 的密度</b>	(269)

附录12	77~84K 氮、氧饱和蒸气压	( 270 )
附录13	光导测试装置示意图及其使用说明	( 269 )
附录14	正庚烷 - 甲基环己烷浓度 - 折光率 - 理论板数的关系	( 271 )
附录15	乙醇 - 苯系统折光率与组成的关系	( 271 )
附录16	乙醇 - 苯系统气 - 液平衡数据	( 272 )
附录17	乙醇 - 水 - 苯系统在25℃下的平衡组成	( 272 )
附录18	聚乙烯醇 (PVA) 的比色分析方法	( 272 )
附录19	色谱分析甲苯歧化产物的校正因子	( 272 )

# 上篇 实验技术

## 第一章 緒 论

### 第一节 化工过程开发与实验技术

#### 一、过程开发的意义

工业技术发展几乎都是与生产技术开发或者说过程开发紧密相连的。过程开发推动了生产的进步，对化学工业也不例外。

化工领域的过程开发是指从实验室取得一定效果之后（包括采用某种新原料、新产品、新催化剂、新设备等），将其过渡到第一套工业装置的全部过程。由于它涉及到化学工业的化工工艺、化学工程、化工装置、设备材料、操作控制、技术经济等各个领域，包括了从实验研究到工程设计以及最终施工建厂、投入生产的所有过程。所以，它是一个综合性很强的专用技术。

化学工业发展过程中，化学工程理论的发展大大缩短了从实验室向工业规模过渡的进程。尤其在化工数学模型化和电子计算机广泛应用的时代，把开发推向一个新的高度，能使某些过程从实验室规模一次放大至数千倍甚至一万倍以上，并直接用于生产。最典型的实例是精馏过程的放大。但是，绝大多数的开发还达不到这种程度。

任何一种过程开发的第一个阶段都是从实验室开始的。这一工作是最基本的。通常对选择工艺路线、反应方式、分离方法和步骤等各种方案进行对比，用所得的最佳数据去证实所选方案的可靠性，以此确定开发工作是否进行下去。从这一意义上讲，实验阶段是开发工作的起点。因为实验室研究成功的项目并不等于工业上能付诸实现，把实验室取得的成果过渡到工业生产还要进行一系列开发工作（包括模型装置和中间试验装置的设计与实验）。当然，这时的开发工作属于以工业生产为目标的工程阶段。

鉴于目前化工过程开发处于从经验向科学过渡阶段，相似放大已不能满足复杂过程的要求。数学模拟放大是当前最重要的放大手段。可是，不管是经验、半经验或数学模型的放大方法，其数据的来源都是从实验中取得。故掌握实验技术，掌握进行实验的操作技能，是快速、准确、有效地进行化工开发工作的基础。本课程目的在于，将有关化工开发的实验技术较全面系统地介绍给学生，使学生掌握较多的实验理论和技术，提高实践能力，为胜任化工产品的过程开发工作打下基础。

#### 二、化工开发的内容

化工开发工作应从何处着手？它的范围如何？步骤是什么？与实验技术有何联系？这些问题都是化工开发所需说明的。

从广义上讲，化工开发是对某一产品进行全面的开发以满足国民经济的需要；从狭义上讲，开发产品过程中的每个局部问题的处理和解决都应视为开发。不过化工开发中存在技术风险，主要表现在工艺发展前途和竞争状况等方面。所以，化工开发必须工艺先进、

经济合理、技术可靠。若对其他技术领域也有价值，则将更有开发意义。

通常将开发过程分为过程研究和工程研究两类。过程研究包括小试、中试、冷模试验等实验内容，以及有关问题的实验室研究工作。工程研究是在实验室研究的基础上进一步从工程的角度收集整理有关技术资料，进行概念设计以及开发中的各种评价和基础设计。小型实验若不能揭示过程的各种特征，则工程研究就很难有应用的可能性。实验基础不牢固，往往导致实践的失败。因此，实验室研究工作的深度和广度并不亚于过程研究本身。它是整个化工开发的重要组成部分。例如，各种分析方法的研究，催化剂的开发，反应动力学数据测定，化学物质的物性数据测定，设备材质腐蚀性能研究，新型结构装置研究，单元过程的工程数据测定（包括传热、传质、流体力学性质等），全流程或部分流程试验，等等。进行这类工作的研究者要有足够的工程经验和理论水平，并掌握一定的实验技术。这样就能在小试中通过现象的积累而形成概念，以致完成概念设计和基础设计。开发应尽可能利用数学模型，经试验再修正，最终完成设计。这能给最佳化打下良好基础。化工开发的过程如图 1—1 所示。

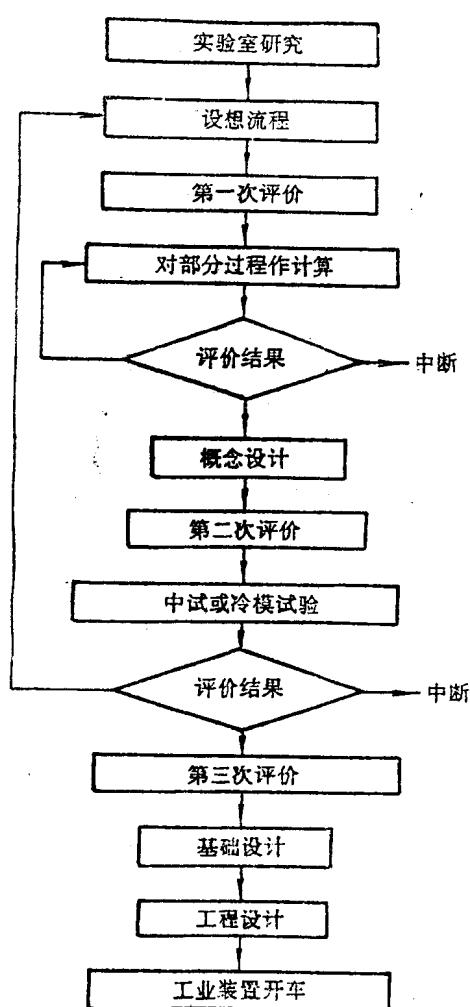


图 1—1 过程开发的步骤和循环框图

图 1—1 所示内容只代表一个大致过程，并非每一个开发过程都必须这样。由于化工反应过程的放大其传递现象不能按小型设备取得的数据进行预测，因此必须用相当规模的模型试验去测定工程数据。故二次、三次评价基本上是中型试验。而第一次评价差不多全部是小型试验。实验进行过程中应把资料上所不能解决的问题都予解决，这样形成的概念设计是可靠的。对评价结果（不管哪一个评价结果）若达不到理想的设计目的，则开发就要中止。因此，尽可能在前期做好各种评价，以避免出现开发最终中止现象。

### 三、化工开发实验技术

化工开发的实验技术包括实验中的主观和客观所具备条件。前者指在探求客观事物存在的规律中采用什么样的方法以期用最少的实验获得可靠而明确的结论；后者是指在研究过程中选择什么样的装置、以什么样的手段获得过程和工程研究中所需的数据。

在实验中，采用普遍适用于各类研究对象的与对象特性无关的实验简化方法，如网络法、正交设计法、因次分析法、序贯设计法等。但真正大幅度简化还必须考虑特殊对象，不能随意采用上述方法安排实验。若采用数学模型使实验分解和简化，往往能快速获得最优结果。

在安排实验计划时，必须涉及实验方法论，应注意工程与实验的特性。获得一般规律并具有普遍适用性为目的与仅为解决特定的工程问题为目的是不同的，故采用的方法亦不同。

化工开发实验属于工程实验，尤其工业反应和产物分离提纯的开发实验，不应采用追求普遍适用性为目的的实验方法。否则，会使实验进入纯理论研究而不能快速解决实际工程问题。

化工开发的实验过程仅有正确的方法而不能采用先进的实验装置和巧妙的实验手段，也照样得不到可靠的数据。所以，当选定一种研究课题后，必须构思一条完成该项任务的研究方案，查阅有关文献和资料，选择流程，确定研究的设备而后才能展开工作。由于化工技术进展迅速，范围广泛，内容复杂，选择并建造优良的实验条件，将成为开发成功的关键。因此，实验技术显得格外重要。实验技术所概括的内容，大部分指实验研究的技术问题。我们把这一内容做为加强学生实践能力的学习之补充，予以重点介绍。

当前，化工开发研究方面所采用的实验技术有：基础研究的物质物性常数测定技术（包括纯物质或混合物的各种物性数据）、分析测试技术（包括化学分析与仪器分析）、催化剂制备与性能测试技术、化工反应技术（包括气液和气固反应、气固相催化反应、微型反应色谱、无梯度反应、程序升温脱附、激光反应、生化反应技术，等等）、分离技术（包括精馏、离子交换、膜分离、吸附分离、萃取、层析等分离技术）、高压实验技术、真空与超真空实验技术、放射性物质的反应与测试技术、以及与实验有关的自动控制技术等。实践中将根据研究内容选择相应的实验技术。

陈敏恒教授曾把实验过程大体分为两个阶段。即预实验和系统实验阶段。预实验目的是对研究对象有一个定性，最多是半定量的全面认识。这个阶段没有全面的计划，通过实验提出新问题，组织新的实验。一般把预实验分为三种情况：（1）为认识研究对象的规律和特征而专门设计的认识实验；（2）为弄清影响实验结果的各种因素而专门组织的析因实验；（3）对实验结果进行理论思考加工后再进行验证的鉴别实验。预实验是为概念设计服务的。

系统实验是为基础设计而进行的定量实验，有慎密的实验计划，使实验有系统地进行。实质上是以解决放大问题为目的，既是实验方法问题，也是选择放大路径的问题。

许多研究工作是遵循由小到大的试验原则，也未必按上述说法进行。例如某化工产品的工艺开发。开发的首要任务是进行催化剂研究。一旦该催化剂经初步评价认为有工业化前景时，工作即可以进入开发的其他阶段。这时需进行反应动力学数据测定，以便进行反应器放大。在这之前，又必须确定反应器的类型。只有这种实验结束后才能建立中试装置。

物料分离问题，一般讲困难较少。在小型模试之后即可建立中试装置。有些物质分离不经中试也可放大，因为这些过程基本上属物理过程。化学过程则不然，就反应器放大而言，比前者困难得多。虽然化学反应本身并不随装置变化而发生改变，但工程性的传递过程则会影响化学反应。这就必须进行放大实验，在有些情况下甚至需多级模拟放大才能保证放大的成功。这就是说，反应器放大只有经过测定物质的传递数据后才能最后确定反应器尺寸。

分析方法研究应放在首位，它对工艺过程开发很重要。有些物料需要有新的分析方法。对化工开发过程重要的是分析方法的可靠性和经济性。凡能选用标准方法的尽量使用标准方法。反应过程中必须选用适当分析方法对物料变化进行监督，这也是控制最优化的

基本量度。分析数据的可靠性关系到化工开发的前途，因此有关分析方面的实验技术是极为重要的。

物性数据包括相平衡、临界参数、热物性数据及传递参数和安全技术等方面特性数据。大部分数据可通过查阅手册，利用经验或半经验公式计算获得。当前，各种数据库已存储了所有公开发表的数据。如还不能满足要求则须进行直接测定。测定方法应尽可能利用文献推荐的装置或标准装置进行。如测定方法复杂又需自行设计，则应把问题和热力学性质适当简化，以便能适合已知的测定方法。相平衡数据测定是化工开发的重要实验技术内容，其方法很多，可通过多种实验方法测定。

动力学数据测定中，对机理研究的测定技术不应列入化工开发的实验内容。因为有许多催化剂在工业上已成功地应用，虽然机理并未搞清，但也能有效地放大，这已被众多的实例所证实。如果通过机理模型测定反应动力学速度方程并应用反应器模拟放大，则不属此例。

单元操作实验是开发过程的重要内容之一。因为试验条件下的许多准数方程未必普遍适用，要进一步在开发实验中给予修正。如传热中对流给热是主要的，但在固体物料参与下有升华、凝固现象存在时，所有的间接传热都与热传导有关。传质问题比传热更复杂。实验中同时测定浓度差、温度差、压力差是非常困难的。必须以符合工艺传质设备的试验为依据，利用传热类似性和双膜理论、渗透理论测定传质阻力，利用湿壁塔或自由液体射流技术测定气液间传质系数，再考虑各种因素在模型装置上进行调整和计算。这样，就能达到工业规模的分离效果。

总之，化工开发实验技术是提供开发新工业装置数据的手段。精通实验技术是搞好开发工作的基本条件。

## 第二节 化工开发实验与安全技术

化工实验是一门实践性很强的技术。而实践过程中又必须遵守一些共同的不可违反的安全技术。由于化工开发实验涉及内容十分广泛，对研究人员来说，应有足够的安全知识才能保证工作顺利进行。因为在实验过程中要接触具有易燃、易爆、有腐蚀性和毒性或放射性等物质和化合物，同时还要在高压、高温或低温或高真空条件下操作。此外，还要涉及用电和仪表操作等方面的问题，故要能有效地达到实验目的就必须精通安全技术。

实验与安全是不可分的。安全要贯彻在整个实验过程之中，掌握实验技术也要掌握安全技术。这是由化学工业的特殊性所决定的。化工安全技术是一门独立的学科。对于化工实验应真正了解下述安全问题：（1）由于对化学危险物质使用不当会造成严重事故；（2）为防止可燃物燃烧、爆炸引起危害，必须有良好通风，电气和实验设备布局与安装都应符合规范等级要求；（3）设备设计错误与操作失误会带来严重危害，装置应力计算必须校对，操作失误不仅会造成设备损坏，同时也会因事故造成人员伤亡。往往在实验后期接近成功之时，由于操作的失误会使前功尽弃。故不允许不经安全技术教育的人进行实验操作。

## 参 考 文 献

- [1] 陆震维译。化工过程开发。北京：化学工业出版社。1984
- [2] 陈敏恒。工业反应过程的开发方法。北京：化学工业出版社。1985
- [3] 金克康，云南化工技术，1984(1)：51

## 第二章 实验室操作基本知识

### 第一节 实验室的安全操作

#### 一、危险药品分类

实验室常用的危险品必须合理地分类存放。易燃物品不应当和氧化剂放在一起，以免发生着火燃烧的危险。当两者放在一起时，一旦发生火灾，危害性极大。对不同的危险药品，在为扑救火灾选择灭火剂时，必须针对药品特性选用，否则不仅不能取得预期效果，反而会引起其它的危险。例如，着火处有金属钾、钠存放，不能用水灭火，否则会引起爆炸；轻质油类着火时也不能用水灭火，否则反而会使火灾蔓延；着火处若放有氰化钾，绝不能用泡沫灭火剂，因灭火剂中酸能与氰化钾反应而生成剧毒的氰化氢。因此，了解危险品性质与其分类十分必要。这样，才能在存放中确保安全。危险药品大致可分为下列几种类型：

##### （一）爆炸性物品

常见的爆炸性物品有硝酸铵（是硝铵炸药的主要成分）、雷酸盐、重氮盐、三硝基甲苯（TNT）和其他含有三个硝基以上的有机化合物等。

这类物质对热和机械作用（研磨、撞击等）都很敏感，爆炸威力一般都很强，特别是大量干燥的爆炸物爆炸时威力更强。少量潮湿的爆炸物比较稳定，它们爆炸时一般不需空气中的氧助燃，并常产生有毒和刺激性气体。

##### （二）氧化剂

氧化剂包括高氯酸盐、氯酸盐、次氯酸盐、过氧化物、过硫酸盐、高锰酸盐、铬酸盐及重铬酸盐、硝酸盐、溴酸盐、碘酸盐、亚硝酸盐等。它本身一般不能燃烧，但在受热、受日光直晒或与其他药品（酸、水等）作用时，能产生氧，起助燃作用并造成猛烈燃烧。如过氧化钠与水作用，反应剧烈并能引起猛烈燃烧。强氧化剂与还原剂或有机药品混合后，能因受热、摩擦、撞击发生爆炸。如氯酸钾与硫混合可因撞击而爆炸；过氯酸镁是很好的干燥剂，若被干燥的气流中存在烃类蒸气时，其吸附烃类后就有爆炸的危险。

通常，人们对氧化剂的危险性认识不足，这常常是发生事故的原因之一，必须予以足够重视。

##### （三）自然物品

带油污的废纸、废橡胶、硝化纤维、黄磷等，都属于自然性物品。它们在空气中能因逐渐氧化而自燃，如果热量不能散失，温度逐渐升高到该物品的燃点时，就会发火燃烧。因此，对这类有自然性的废弃物，不要在实验室内堆放，而应当及时清除，以防发生意外。

##### （四）遇水燃烧物

钾、钠、钙等轻金属遇水时能产生氢和大量的热，以致发火爆炸。电石遇水能产生乙

块和大量热，不能及时冷却有时也能着火，甚至会引起爆炸。

#### (五) 易燃液体和可燃气体

在有机化工实验室里大量接触容易挥发、易燃烧、达到一定浓度遇明火即着火的物质。若在密封容器内着火，甚至会造成容器超压破裂而爆炸。易燃液体的蒸气一般比空气重，当它们在空气中挥发时，常常在低处或地面上飘浮。因此，可能在距离存放这种液体的地面上相当远的地方着火。着火后容易蔓延并回传，引燃容器中的液体。所以使用这种物品时必须严禁明火、远离电热设备和其他热源，更不能同其他危险品放在一起，以免引起更大危害。

#### (六) 易燃固体

松香、石蜡、硫、镁粉、铝粉等都属于易燃固体。它们不自燃，但易燃。燃烧速度一般较快。这类固体若以粉尘悬浮物分散在空气中，达到一定浓度时，遇有明火就可能发生爆炸。

#### (七) 毒害性物品

凡是少量的药品就能使人中毒受害的物品都称为毒品。中毒途径有误服或吸入呼吸道或皮肤被沾染等。其中有的蒸气有毒，如汞；也有固体或液体有毒，如钡盐、农药。根据毒品对人身的毒害程度分为剧毒药品（氯化钾、砒霜等）和有毒药品（农药等）。使用这类物质应十分小心，以防止中毒。实验室所用毒品应有专人管理，建立保存与使用档案。

#### (八) 腐蚀性物品

这类物品有强酸、强碱。如硫酸、盐酸、硝酸、氢氟酸、苯酚、氢氧化钾、氢氧化钠等。它们对皮肤和衣物都有腐蚀作用。特别是在浓度和温度都较高的情况下，作用更甚。使用中防止与人体（特别是眼睛）和衣物直接接触。灭火时也要考虑是否有这类物质存在，以便采取适当措施。

#### (九) 压缩气体与液化气体

该类物品有三种：（1）可燃性气体（氢、乙炔、甲烷、煤气等）；（2）助燃性气体（氧、氯等）；（3）不燃性气体（氮、二氧化碳等）。

该类物品的使用与操作有一定要求，有关内容在安全使用压缩气体一节中专门介绍。

## 二、安全使用危险药品

实验室内领用易燃易爆药品应根据实验的需用量按照规定数量领取。不能在实验场所存放大量该类物品。存放易燃品应严禁明火，远离热源，避免日光直射。有条件的实验室应设专用贮放室或存放柜。

危险性物品在实验前应结合实验具体情况，制定出安全操作规程。在进行蒸馏易燃液体、有机物品或在高压釜内进行液相反应时，加料的数量绝不允许超过容器的三分之二。在加热和操作过程中，操作人员不得离岗，不允许在无操作人员监视下加热。对沸点低的易燃有机物品蒸馏时，不应使用直接明火加热，也不能加热过快，致使急剧气化而冲开瓶塞，引起火灾或造成爆炸。

进行这类实验的操作人员，必须熟悉实验室中灭火器材存放地点及使用方法。

## 三、安全使用压缩气体钢瓶

压缩气体通常都是充装在耐压钢瓶中。瓶内有一定压力。氢、氧、氮等压缩气体最高

压力可达15MPa。若受日光直晒或靠近热源，由于瓶内气体受热膨胀，压力迅速上升，当超过钢瓶耐压强度时，容易引起钢瓶破裂而发生爆炸。另外，可燃性压缩气体的泄漏也会造成危险。如氢气泄漏或含氢尾气排放时，当氢气与空气混合后浓度达到4%~75.2% (vol%) 时，遇明火会发生爆炸。氢与氧、氯与乙炔、氧与油脂相遇会发生危险事故。为此，压缩气体钢瓶要用不同颜色以区分，并标明气体名称。标注方法见表 2—1。

表2—1 气体钢瓶的标志

气瓶名称	外表面颜色	字样	字样颜色	横条颜色	阀门出口螺纹
氧气瓶	天兰	氧	黑		正扣
氢气瓶	深绿	氢	红	红	反扣
氮气瓶	黑	氮	黄	棕	正扣
氦气瓶	棕	氦	白		正扣
压缩空气瓶	黑	压缩空气	白		正扣
石油气体瓶	灰	石油气体	红		反扣
氯气瓶	草绿	氯	白	白	正扣
氨气瓶	黄	氨	黑		正扣
丁烯气瓶	红	丁烯	黄	黑	反扣
二氧化碳气瓶	黑	二氧化碳	黄		正扣
乙烯气瓶	紫	乙烯	红		反扣
其他可燃性气体气瓶	红	气体名称	白		反扣
其他非可燃性气体气瓶	黑	气体名称	黄		正扣

按规定可燃性气体钢瓶与明火距离应在10m以上。使用钢瓶时必须牢靠地固定在架子上、墙上或实验台旁。运送钢瓶时，应戴好钢瓶帽和橡胶安全圈。输送或使用时都应严防钢瓶摔倒或受到撞击，以免发生意外爆炸事故。

使用氧气钢瓶时，任何情况下都应严禁在钢瓶附件或连接管路上粘附油脂等物。氧气钢瓶的阀门和减压阀都不能用可燃性（橡胶）垫片联接。因为在急速的氧气流冲击下，可能着火，甚至引起爆炸。

使用压缩气体钢瓶必须连接减压阀或高压调节阀，不经上述部件直接与钢瓶连接是十分危险的。因为在钢瓶上安装的阀门是截止阀，它不能调节气体的流量和压力。这就常常会因不能控制气体排出量而造成大量气体冲出，从而造成一系列安全事故。例如，压力不能控制则使系统内的设备超压破裂；大量氧气冲出引起着火事故；大量氢或可燃气体冲出引起爆炸；大量氮气或二氧化碳冲出使实验室缺氧，致使工作人员呼吸困难甚至窒息。

当压缩气体钢瓶使用到瓶内压力为0.5MPa时，应停止使用。压力过低会给充气带来不安全因素，当钢瓶内压力与外界大气压力相同时，会造成空气的进入。对危险性气体来说，由于上述情况在充气时发生爆炸事故已有许多教训。乙炔钢瓶规定剩余压力与室温有关，详见表 2—2。