

普通高等教育“十三五”规划教材

HUAGONG ZHUANYE ZONGHE SHIYAN

化工专业 综合实验

周晨亮 赫文秀 主编



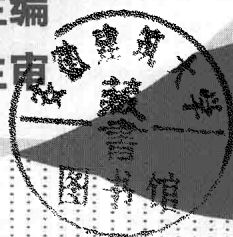
化学工业出版社

普通高等教育“十三五”规划教材

HUAGONG ZHUANYE ZONGHE SHIYAN

化工专业 综合实验

周晨亮 赫文秀 主编
王亚雄 刘全生 主审



化学工业出版社

· 北京 ·

本书包含十七个实验项目：反渗透膜分离实验；变压吸附实验；二元气液平衡数据的测定；多功能玻璃连续精馏实验；连续流动反应器中返混测定；计算机控制填料塔返混性能实验；液液传质系数的测定；常压微反实验；计算机控制小型乙苯脱氢反应及分离实验；多功能反应实验；一氧化碳中温-低温串联变换反应实验；计算机控制气固相催化反应加压固定床实验；高压釜式反应器实验；煤中铬、镉、铅含量的测定；煤中汞元素含量的测定；煤中硒元素含量的测定；煤中锗含量的测定。

本书可供高等学校化学工程与工艺专业及相近专业作为实验指导书，也可供从事化学工程、化工设备和化工企业的工程技术人员参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

化工专业综合实验/周晨亮，赫文秀主编. —北京：化学工业出版社，2018.3

普通高等教育“十三五”规划教材

ISBN 978-7-122-31269-3

I. ①化… II. ①周…②赫… III. ①化学工业-化学实验-高等学校-教材 IV. ①TQ016

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2017) 第 328944 号

责任编辑：廉 静

文字编辑：孙凤英

责任校对：宋 夏

装帧设计：王晓宇

出版发行：化学工业出版社（北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100011）

印 装：三河市延风印装有限公司

787mm×1092mm 1/16 印张 7½ 字数 162 千字 2018 年 3 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询：010-64518888（传真：010-64519686） 售后服务：010-64518899

网 址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定 价：32.00 元

版权所有 违者必究

前言

Foreword

化工专业综合实验是化学工程与工艺专业（以下简称：化工专业）最重要的实验课程，是从基础理论课程教学提升到实践教学的重要环节。鉴于内蒙古自治区能源化工产业密集和现代化工产业的迅猛发展，在对能源化工企业充分调研的基础上，针对教学过程中化工专业实际需要，从培养学生对化工专业课程中各知识要点的融会贯通出发，按照化工专业本科课程教学体系的基本要求编写而成。

本课程与大学基础化学实验相比，在如下方面具有显著的差异：（1）与专业课程联系紧密；（2）工程性导向性高；（3）仪器设备系统性与成套性强；（4）实验全面丰富；（5）实验过程自动化程度高；（6）实验的灵活性及可设计性高。

本教材由内蒙古科技大学化学与化工学院化学工程与工艺系教师编写。参加本教材编写的人员及分工如下：实验一～三：兰大为和丁健；实验四～七：吴刚强；实验八～十：王亚雄、徐喜民和于戈文；实验十一～十三：杨启山和郎中敏；实验十四～十七由韩晓星编写。全书由周晨亮、赫文秀任主编，内蒙古科技大学王亚雄教授和内蒙古工业大学刘全生教授主审。

本书可供高等学校化工专业及相近专业作为实验指导书，也可供从事化学工程、化工设备和化工企业的工程技术人员参考。

本书中所有实验是内蒙古科技大学化学工程与工艺系全体教师和实验室人员多年的共同努力、逐步完善的结晶，同时也参考和吸取了许多兄弟院校的宝贵经验。由于编者水平有限，书中难免有疏漏和不足之处，恳请读者指正，以便今后改进。

编者

2018年01月19日

第一部分 化工基础实验 / 001

实验一 反渗透膜分离实验 / 001

- 一、实验背景 / 001
- 二、实验目的 / 001
- 三、实验原理 / 002
- 四、实验设备及流程图 / 004
- 五、实验步骤及方法 / 005
- 六、实验数据 / 005
- 七、注意事项 / 007
- 八、思考题 / 008

实验二 变压吸附实验 / 009

- 一、实验背景 / 009
- 二、实验目的 / 010
- 三、实验原理 / 010
- 四、实验设备及流程图 / 012
- 五、实验步骤及方法 / 014
- 六、实验数据 / 014
- 七、注意事项 / 014
- 八、思考题 / 015

实验三 二元气液平衡数据的测定 / 016

- 一、实验背景 / 016
- 二、实验目的 / 018
- 三、实验原理 / 018
- 四、实验设备及流程图 / 019
- 五、实验步骤及方法 / 019
- 六、实验数据 / 021
- 七、注意事项 / 023
- 八、思考题 / 023

实验四 多功能玻璃连续精馏实验 / 024

- 一、实验背景 / 024
- 二、实验目的 / 025
- 三、实验原理 / 026

四、实验设备及流程图	/ 026
五、实验步骤及方法	/ 027
六、实验数据	/ 032
七、注意事项	/ 032
八、思考题	/ 032
实验五 连续流动反应器中返混测定	/ 033
一、实验背景	/ 033
二、实验目的	/ 034
三、实验原理	/ 035
四、实验设备及流程图	/ 036
五、实验步骤及方法	/ 036
六、实验数据	/ 038
七、注意事项	/ 038
八、思考题	/ 039
实验六 计算机控制填料塔返混性能实验	/ 040
一、实验背景	/ 040
二、实验目的	/ 040
三、实验原理	/ 040
四、实验设备及流程图	/ 041
五、实验步骤及方法	/ 043
六、实验数据	/ 044
七、注意事项	/ 044
八、思考题	/ 045
实验七 液液传质系数的测定	/ 046
一、实验背景	/ 046
二、实验目的	/ 047
三、实验原理	/ 047
四、实验设备及流程图	/ 048
五、实验步骤及方法	/ 049
六、实验数据	/ 050
七、注意事项	/ 051
八、思考题	/ 052

第二部分 反应与分离实验 / 053

实验八 常压微反实验	/ 053
一、实验背景	/ 053
二、实验目的	/ 054
三、实验原理	/ 054
四、实验设备及流程图	/ 054
五、实验步骤及方法	/ 056

六、实验数据	/ 056
七、注意事项	/ 058
八、思考题	/ 058
实验九 计算机控制小型乙苯脱氢反应及分离实验	/ 059
一、实验背景	/ 059
二、实验目的	/ 059
三、实验原理	/ 059
四、实验设备及流程图	/ 061
五、实验步骤及方法	/ 063
六、实验数据	/ 063
七、注意事项	/ 064
八、思考题	/ 064
实验十 多功能反应实验	/ 065
一、实验背景	/ 065
二、实验目的	/ 066
三、实验原理	/ 066
四、实验设备及流程图	/ 067
五、实验步骤及方法	/ 068
六、实验数据	/ 069
七、注意事项	/ 070
八、思考题	/ 070
实验十一 一氧化碳中温-低温串联变换反应实验	/ 071
一、实验背景	/ 071
二、实验目的	/ 071
三、实验原理	/ 071
四、实验设备及流程图	/ 073
五、实验步骤及方法	/ 074
六、实验数据	/ 074
七、注意事项	/ 075
八、思考题	/ 075
实验十二 计算机控制气固相催化反应加压固定床实验	/ 076
一、实验背景	/ 076
二、实验目的	/ 078
三、实验原理	/ 078
四、实验设备及流程图	/ 078
五、实验步骤及方法	/ 079
六、实验数据	/ 080
七、注意事项	/ 081
八、思考题	/ 082
实验十三 高压釜式反应器实验	/ 083

- 一、实验背景 / 083
- 二、实验目的 / 083
- 三、实验原理 / 083
- 四、实验设备及流程图 / 085
- 五、实验步骤及方法 / 085
- 六、实验数据 / 086
- 七、注意事项 / 087
- 八、思考题 / 087

第三部分 煤质分析实验 / 088

实验十四 煤中铬、镉、铅含量的测定 / 088

- 一、实验背景 / 088
- 二、实验目的 / 089
- 三、实验原理 / 089
- 四、实验设备及试剂 / 089
- 五、实验步骤及方法 / 090
- 六、实验数据 / 091
- 七、注意事项 / 092
- 八、思考题 / 092

实验十五 煤中汞元素含量的测定 / 093

- 一、实验背景 / 093
- 二、实验目的 / 093
- 三、实验原理 / 093
- 四、实验设备及试剂 / 094
- 五、实验步骤及方法 / 095
- 六、实验数据 / 097
- 七、注意事项 / 098
- 八、思考题 / 098

实验十六 煤中硒元素含量的测定 / 099

- 一、实验背景 / 099
- 二、实验目的 / 099
- 三、实验原理 / 100
- 四、实验设备及试剂 / 100
- 五、实验步骤及方法 / 101
- 六、实验数据 / 102
- 七、注意事项 / 103
- 八、思考题 / 103

实验十七 煤中锗含量的测定 / 104

- 一、实验背景 / 104
- 二、实验目的 / 104

三、实验原理	/ 104
四、实验设备及试剂	/ 105
五、实验步骤及方法	/ 108
六、实验数据	/ 109
七、注意事项	/ 111
八、思考题	/ 111

参考文献	/ 112
------	-------

Part 01

第一部分

化工基础实验

实验一 反渗透膜分离实验

一、实验背景

反渗透又称逆渗透，一种以压力差为推动力，从溶液中分离出溶剂的膜分离操作。因为它和自然渗透的方向相反，故称反渗透。根据各种物料的不同渗透压，就可以使用大于渗透压的反渗透压力，即反渗透法，达到分离、提取、纯化和浓缩的目的。当把相同体积的稀溶液和浓溶液分别置于一容器的两侧，中间用半透膜阻隔，稀溶液中的溶剂将自然地穿过半透膜，向浓溶液侧流动，浓溶液侧的液面会比稀溶液的液面高出一定高度，形成一个压力差，达到渗透平衡状态，此种压力差即为渗透压。若在浓溶液侧施加一个大于渗透压的压力时，浓溶液中的溶剂会向稀溶液流动，此种溶剂的流动方向与原来渗透的方向相反，这一过程称为反渗透。

1960年美国加利福尼亚大学的 S. Loeb 和 S. Sourirajan 等人以醋酸纤维素为原料，加入适当添加剂，采用相转移法，制成了不对称膜，该膜厚度为 $100\sim 200\mu\text{m}$ 。该膜由致密层和支撑层构成，起分离作用的主要是致密层，致密层厚度只有 $0.1\sim 0.2\mu\text{m}$ 。在 100atm ($1\text{atm}=101325\text{Pa}$ ，下同) 下，每平方米的膜在 1h 内透水量能够达到 10L ，使得将该膜用于实际海水脱盐成为可能。由于反渗透膜技术具有高效、快速、节能、经济等特点，且全世界范围内对于环保和能源的要求越来越高，使得关于反渗透膜的研究越来越受到世界各国的重视。自 1970 年起，反渗透膜的脱盐能力基本上以每年 25% 的速度递增。我国自 20 世纪 70 年代初开始着手反渗透膜相关科学的研究工作，各大科研院所和使用单位协同进行，在基础理论研究、膜和组件的生产制造、实际应用更新等方面，均取得了迅速的进展和值得称赞的成绩。

二、实验目的

1. 熟悉反渗透膜分离的基本原理及基本操作。
2. 了解反渗透的影响因素如温度、压力、流量等对脱盐效果的影响。
3. 学会测定纯水渗透通量和纯水渗透系数；测定纯水渗透通量与操作压力的变化

关系；测定盐（溶质）的脱除率与操作压力的变化关系。

三、实验原理

对透过的物质具有选择性的薄膜称为半透膜，一般将只能透过溶剂而不能透过溶质的薄膜称为理想半透膜。当把相同体积的稀溶液（例如淡水）和浓溶液（例如盐水）分别置于半透膜的两侧时，稀溶液中的溶剂将自然穿过半透膜而自发地向浓溶液一侧流动，这一现象称为渗透。当渗透达到平衡时，浓溶液侧的液面会比稀溶液的液面高出一定高度，即形成一个压差，此压差即为渗透压。渗透压的大小取决于溶液的固有性质，即与浓溶液的种类、浓度和温度有关而与半透膜的性质无关。若在浓溶液一侧施加一个大于渗透压的压力时，溶剂的流动方向将与原来的渗透方向相反，开始从浓溶液向稀溶液一侧流动，这一过程称为反渗透。反渗透是渗透的一种反向迁移运动，是一种在压力驱动下，借助于半透膜的选择截留作用将溶液中的溶质与溶剂分开的分离方法，它已广泛应用于各种液体的提纯与浓缩，其中最普遍的应用实例便是在水处理工艺中，用反渗透技术将原水中的无机离子、细菌、病毒、有机物及胶体等杂质去除，以获得高质量的纯净水。反渗透膜分离技术广泛应用于海水淡化和苦咸水处理等工程中。在解决水源和环境保护方面将有广阔的前景。

反渗透膜原理示意图如图 1-1 所示。

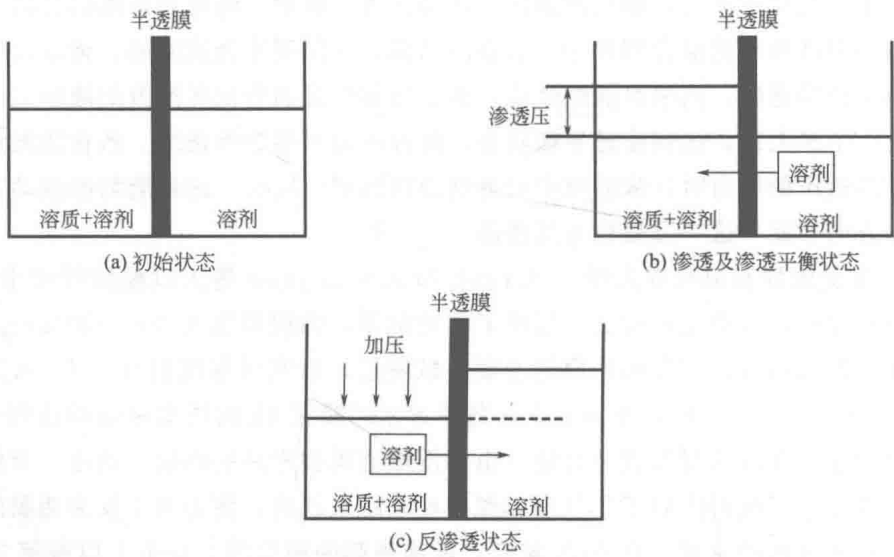


图 1-1 反渗透原理示意图

如图 1-1(a) 所示，用半透膜将溶剂与溶液（溶剂+溶质）分开，则溶剂将从溶剂一侧通过膜向溶液一侧透过，结果使溶液一侧的液位上升，直到某一高度，此过程即为渗透过程。如图 1-1(b) 所示，当渗透达到动态平衡状态时，半透膜两侧存在一定的液位差或压力差，此为指定温度下溶液的渗透压 N 。如图 1-1(c) 所示，当溶液一侧施加的压力 P 大于该溶液的渗透压 N ，可迫使渗透反向，实现反渗透过程。此时，在高于渗透压的压力作用下，溶液中溶剂的化学位升高，超过溶剂的化学位，溶剂从溶液一侧反向地通过膜透过到溶剂一侧，这就是反渗透脱盐的基本原理。

通常,膜的性能是指膜的物化稳定性和膜的分离透过性。膜的物化稳定性的主要指标是:膜材料、膜允许使用的最高压力、温度范围、适用的 pH 范围,以及对有机溶剂等化学药品的抵抗性等。膜的分离透过性指在特定的溶液系统和操作条件下,脱盐率、产水流量和流量衰减指数。根据膜分离原理,温度、操作压力、给水水质、给水流量等因素将影响膜的分离性能。

反渗透膜在特定的溶液系统和操作条件下,主要通过溶质分离率、溶剂透过流速以及流量衰减系数三个参数来标明使用性能。

1. 溶质分离率又称截留率,对盐溶液又称脱盐率,其定义式如下:

$$K = \left(1 - \frac{C_3}{C_2}\right) \times 100\% \quad (1-1)$$

通常实际测定的是溶质的表观分离率,定义为:

$$R_E = \left(1 - \frac{C_3}{C_1}\right) \times 100\% \quad (1-2)$$

式中 C_1 ——被分离的主体溶液浓度;

C_2 ——高压侧膜与溶液的界面浓度;

C_3 ——膜的透过液浓度。

2. 溶剂透过速度,对水溶液体系又称透水率或水通量,并以下式定义:

$$J = \frac{V}{St} \quad (1-3)$$

式中 V ——透过液的容积或重量;

S ——膜有效面积;

t ——运转时间。

单位:在实验室范围 J 通常以 $\text{mL}/(\text{cm}^2 \cdot \text{h})$ 为单位,工业生产上常以 $\text{L}/(\text{m}^2 \cdot \text{d})$ 为单位。

3. 膜流量衰减系数,是指膜因压密和浓差极化而引起的膜透过速度随时间衰减程度,衰减系数的定义式为:

$$J_t = J_1 t^m \quad (1-4)$$

式中 J_t 、 J_1 ——膜运转 t (h) 和 1h 的透过速度;

t ——运转时间。

对式(1-4)两边取对数得以下线性方程:

$$\ln J_t = \ln J_1 + m \ln t \quad (1-5)$$

式(1-5)通过双对数坐标系作直线,可求得直线的斜率 m 。

理想的反渗透膜应耐化学和微生物侵蚀,使在运行过程中膜的分离性能和机械性能保持稳定。因此,反渗透净水工艺不是单一的反渗透脱盐过程,还应包括预处理过程,就是通过一些物化手段去除原水中的悬浮物和胶体等杂质,使其满足反渗透膜处理的进水要求,保护反渗透膜的正常使用。同时,经过反渗透膜脱盐,水的脱盐率可超过 95%,但透过液中还存在一定浓度的离子,其电导率、TOC (total organic carbon, 有机总碳) 指标一般还达不到高纯水要求,工业上通常采用混床树脂处理,对水中剩余的

阴阳离子进行交换，使水进一步得到净化。最后，采用紫外杀菌，可降低水中的 TOC。

四、实验设备及流程图

实验设备流程图如图 1-2 所示，实验设备实物图如图 1-3 所示。

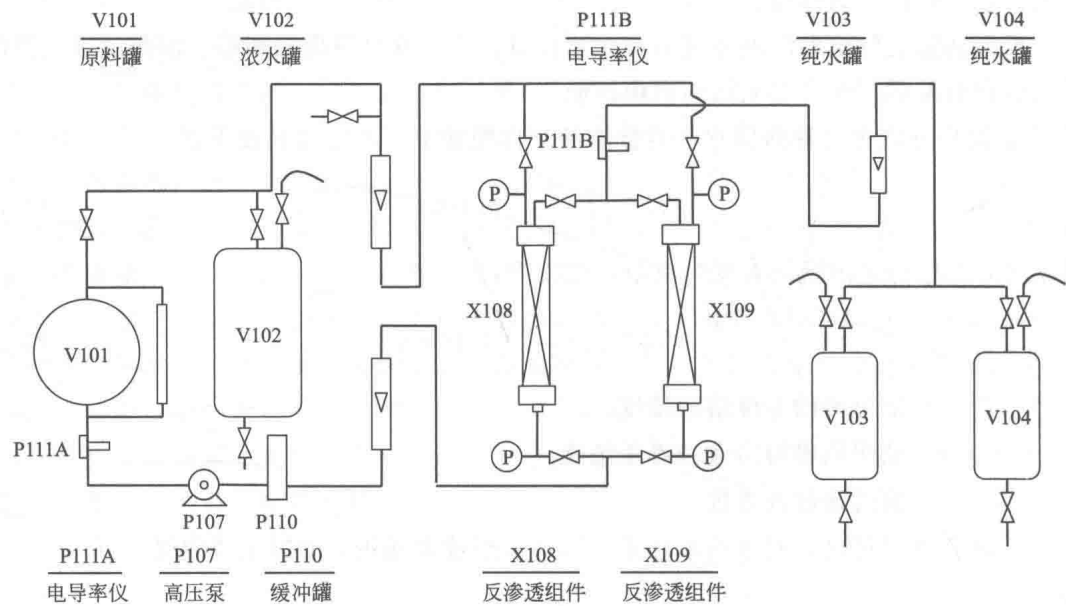


图 1-2 反渗透膜实验设备流程图

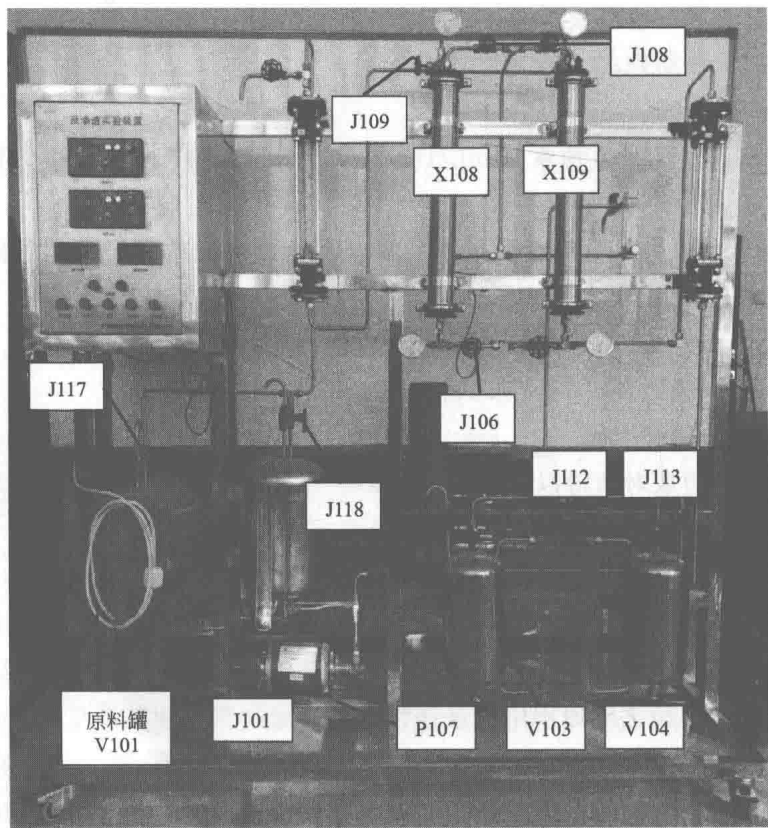


图 1-3 反渗透膜实验设备实物图

五、实验步骤及方法

1. 将原料罐 V101 加满料液。打开原料罐的出水阀 J101 (J102)，使高压泵 P107 充满料液。
2. 打开总电源，使数字显示仪表通电预热。
3. 以反渗透组件 X108 为例。将反渗透组件 X108 的进水阀门 J106、纯水阀门 J108、浓水调节阀 J109 全开；反渗透组件 X109 的进水阀门 J105、纯水阀门 J107、浓水调节阀 J110 全关；将高压泵的回流调节阀 J104 全开，打开浓水回流阀门 J117 (J118)，纯水罐 V103 (V104) 的纯水阀门 J112 (J113)。
4. 启动高压泵，缓慢关闭高压泵的回流调节阀 J104。调节进水阀 J106 (J105) 使系统达到一定压力，进行检漏，直至不漏为止。然后进行正常运行。用浓水调节阀 J109 (J110) 调节纯水产量，从流量为 0~30L/h 测取 5~6 组数据，记录膜进口压力、温度、浓水流量、淡水流量；同时分别读取两个电导率仪的电导率。
5. 一个实验结束时，缓慢调节浓水调节阀 J109 (J110) 至全开，然后将高压泵的回流调节阀 J104 全开，最后关闭高压泵。
6. 做加温实验时，将两个原料储罐的控温仪表打开，控制加热温度分别为 20℃、30℃、40℃，给原料储罐的原料液加热。然后重复步骤 3。
7. 启动高压泵，在高压泵的回流调节阀 J104 全开状态下加热，直至温度达到设定温度值。然后继续步骤 4、5 的操作。
8. 实验全部结束时，关闭所有的数字显示仪表，切断电源。

六、实验数据

(一) 实验数据记录

系统达到正常运转状态之后，即可进行实验操作；实验条件及数据：本实验用自来水为原料，进行反渗透除盐实验。

按操作方法进行操作，实验结果如下：

1. 进口压力的影响。压力对常温反渗透性能的影响如表 1-1 所示。

表 1-1 压力对常温反渗透性能的影响

操作条件：泵无回流 温度：室温_____℃ 浓水回流至浓水罐

时间	指标	原水	纯水	浓水	进口压力/MPa
	流量/(L/h)				
	电导率/(μS/cm)				
	流量/(L/h)				
	电导率/(μS/cm)				
	流量/(L/h)				
	电导率/(μS/cm)				

2. 溶液温度的影响。温度对常压反渗透性能的影响如表 1-2 所示。

表 1-2 温度对常压反渗透性能的影响

操作条件：泵无回流 压力：_____ MPa 浓水回流至浓水罐

时间	指标	原水	纯水	浓水	温度/℃
	流量/(L/h)				
	电导率/(μS/cm)				
	流量/(L/h)				
	电导率/(μS/cm)				
	流量/(L/h)				
	电导率/(μS/cm)				

3. 加热条件下，操作压力的影响。温度和压力对反渗透性能的影响如表 1-3 所示。

表 1-3 温度和压力对反渗透性能的影响

操作条件：泵无回流 浓水回流至浓水罐

时间	指标	原水	纯水	浓水	温度/℃	进口压力/MPa
	流量/(L/h)					
	电导率/(μS/cm)					
	流量/(L/h)					
	电导率/(μS/cm)					
	流量/(L/h)					
	电导率/(μS/cm)					

(二) 实验数据处理

根据大量实测数据经统计分析整理得出不同水型总含盐量 (C) (mg/L) 与电导率 (σ) (μS/cm) 和水温 (t) (℃) 之间存在下列关系式：

I - I 价型水： $C=0.5736 \times e^{(0.0002281t^2-0.03322t)} \sigma^{1.0713}$

II - II 价型水： $C=0.5140 \times e^{(0.0002071t^2-0.03385t)} \sigma^{1.1342}$

重碳酸盐型水： $C=0.8382 \times e^{(0.0001828t^2-0.03200t)} \sigma^{1.0809}$

不整齐价型天然水： $C=0.4381 \times e^{(0.0001800t^2-0.03206t)} \sigma^{1.1351}$

对于不清楚水的离子组成，暂不能确定其水型时，可做如下考虑，当常温下电导率小于 1200μS/cm 时，可按重碳酸盐型水处理，电导率小于 1500μS/cm 时，可按 I - I 价型水处理，其余则按不整齐价型水处理。本实验中，原水及浓水按重碳酸盐型水处理，纯水按 I - I 价型水处理，处理结果如表 1-4～表 1-6 所示。

表 1-4 进口压力对膜性能的影响

指标	原水	纯水	浓水	进口压力/MPa	纯水回收率/%	脱盐率/%
流量/(L/h)						
浓度/(mg/L)						
流量/(L/h)						
浓度/(mg/L)						
流量/(L/h)						
浓度/(mg/L)						

表 1-5 溶液温度对膜性能的影响

指标	原水	纯水	浓水	温度/℃	纯水回收率/%	脱盐率/%
流量/(L/h)						
浓度/(mg/L)						
流量/(L/h)						
浓度/(mg/L)						
流量/(L/h)						
浓度/(mg/L)						

表 1-6 温度和压力对膜性能的影响

指标	原水	纯水	浓水	温度/℃	进口压力/MPa	纯水回收率/%	脱盐率/%
流量/(L/h)							
浓度/(mg/L)							
流量/(L/h)							
浓度/(mg/L)							
流量/(L/h)							
浓度/(mg/L)							

(三) 绘图

根据（二）中所得数据绘制各操作条件下纯水电导率和脱盐率关系图，示意图如图 1-4 所示。

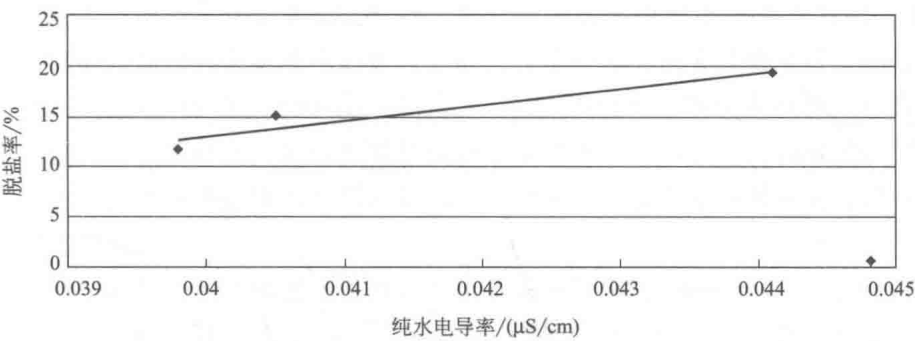


图 1-4 纯水电导率与脱盐率关系示意图

七、注意事项

- 1. 调节反渗透实验装置时需要缓慢增加膜的压力，避免压力大起大落，不能调节转子流量计旋钮。
- 2. 当开启高压泵后，要缓慢关闭回流阀，使操作条件处于无回流状态。
- 3. 在实验过程中，应时刻注意储水罐中水位的变化。在加热实验中，水位应不低于储水罐的一半。
- 4. 遇到下列情况之一者，应立即停车处理：离心泵发出异常声响；电机电流超过额定值持续不降；仪表设备缺相电。

八、思考题

1. 在本工艺流程中，反渗透膜是关键组件。那么，反渗透膜在桶内是如何安装的？在各种不同的安装方法中，如何实现原水分为纯水和浓水？
2. 反渗透膜是耗材，膜组件受污染后有哪些特征？如何对污染后的反渗透膜进行再生处理？
3. 反渗透膜在使用过程中应该注意哪些注意事项，这些注意事项对反渗透膜会产生怎样的影响？
4. 查阅课外资料，什么是浓度极差？有什么危害？