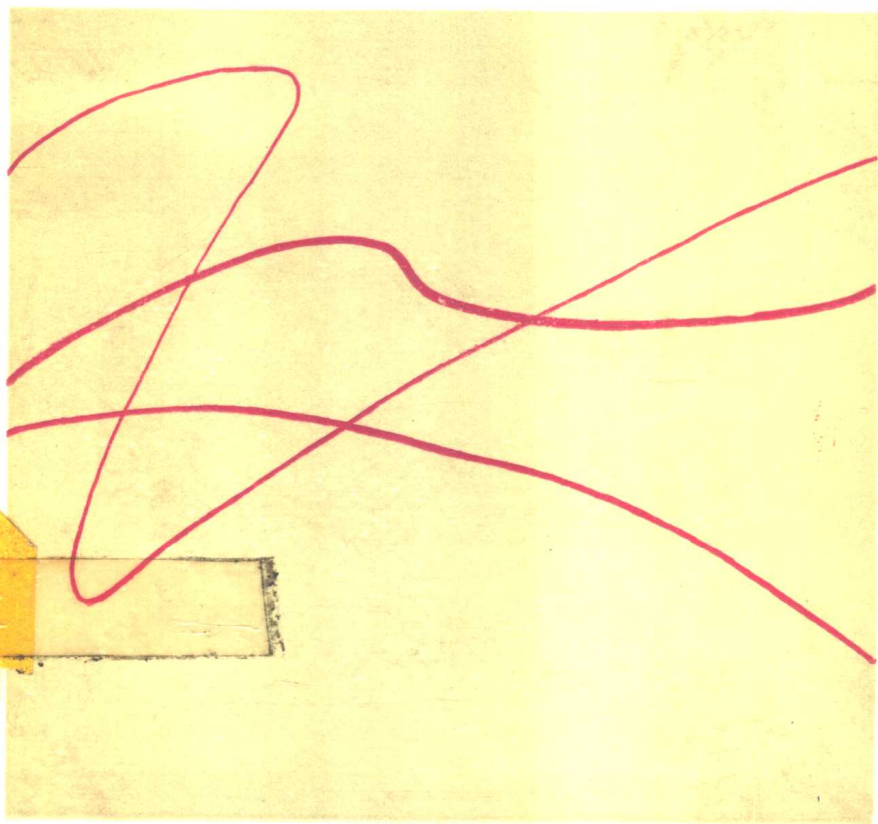


李 兰 编著

现代有机化工 实验和开发技术



科学普及出版社

现代有机化工实验 和开发技术

科学普及出版社

内 容 提 要

本书针对有机化工、石油化工、精细化工实验室技术人员和管理人员的需要, 简单介绍了有机化工实验的特殊性及现代实验室管理要求, 实验预备知识和实验技能训练。重点介绍了各种测量技术, 单元操作技术, 稳压、加料、反应和产品捕集技术, 实验流程的组装和实验方法的评价, 各种反应装置及微型反应装置。最后, 将所述的实验技术和技巧融于10个典型实验的实例中(其中, 重点介绍了液相、气液相、气固相反应技术), 集化学、化工、电工、仪表控制为一体, 从而达到举一反三, 触类旁通的效果。

(京)新登字026号

现代有机化工实验和开发技术

李 兰 编著

责任编辑: 刘 浏

正文设计: 范惠民

*

科学普及出版社出版(北京海淀区白石桥路32号)
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
北京市燕山联营印刷厂印刷

*

开本: 787×1092 毫米 1/32 印张: 15.625 字数: 349 千字

1992年6月第1版 1992年6月第1次印刷

印数: 1-2950册 定价: 11.00元

ISBN 7-110-02340-0/TQ·9

序

随着我国化学工业的发展，有机化工实验及开发技术已成为人们所关注的问题。因为任何一种有机化工新产品的诞生，自始至终都离不开实验，离不开数据，离不开在控制条件下的观测。有机化学基础知识和基本理论的学习及应用，也必须从实验开始。

《有机化工实验及开发技术》一书是北京化纤工学院有机系化工实验室主任、副教授李兰根据她30年的实验经验，并吸收国内外最新技术编写而成。这本书理论联系实际，深入浅出，内容充实而实用，为化工领域的科技人员，为大、中专院校实验教学，为有机化工实验室的青年工作者，提供了一本很好的参考书和工具书。

实验是一项艰苦、细致的基础工作，而长期默默无闻地劳作在实验室的工作人员，以他们辛勤的劳动保证了教学、科研和生产的顺利进行，他们作出了无声的奉献。

长江后浪推前浪，我为象李兰同志这样的中年科技工作者的笔耕成果而高兴，故乐为之序。

林 华

1988年12月18日

01A055/01

前 言

科学的发展，人类物质文明的进步，什么时候都离不开实验技术。新规律的发现必须依靠实验，科学理论必须通过实践来验证，新产品开发必须以实验为依据。目前，我国石油化工、精细化工、煤化工等发展迅速，其中出现的各种科学研究问题和生产实际问题，也只有通过实验才能解决。所以，实验人员必须不断地提高自己的实验技术，掌握先进的实验方法。

为了给实验工作者提供一本现代有机化工实验技术的速成读物。我根据自己多年来从事实验工作的经验，写成此书。为了切合化工实验室技术人员和管理人员的需要，本书除了系统介绍测量、单元操作、稳压、加料、反应、产品捕集技术及相应装置外，还介绍了实验方法的评价，实验流程的组装。最后，将上述实验技巧与技术融于10个典型实验实例中，集化学、化工、电工、仪表控制为一体，力求达到举一反三、触类旁通的效果。北京化纤学院何仁文教授，北京东方化工厂路敏俊、孙振一高级工程师曾给予大力支持，特别是化工界老前辈林华教授给予很多指导和鼓励，在此谨表示深切感谢。限于作者的水平，如有错误和不妥之处，恳切读者批评指正。

李 兰

1989年10月于北京

目 录

第一章 现代有机化工实验常规	1
第一节 实验特点及要求	1
一、有机化工实验的特殊性	1
二、有机化工实验须知	2
三、实验数据及实验结果的表达	8
四、实验结果的数值表示	11
第二节 实验安全及“三废”治理	12
一、实验室的防火、防爆	12
二、安全用电	16
三、实验环境保护及“三废”治理	34
第二章 实验技能	48
第一节 加热技术和加热装置	48
一、实验常用加热方法及加热器	49
二、自制管式电炉	71
三、自制一台1000℃管式电炉并确定电炉的 恒温区的实验	73
第二节 玻璃加工初步技术	79
一、常用玻璃材料介绍	79
二、玻璃加工工具	82
三、喷灯火焰及其调节	84
四、玻璃加工基本操作	85
五、玻璃仪器的选择和使用	92
六、玻璃仪器的清洗与干燥	100

第三章 实验测量技术	105
第一节 流量测量和流量计的校正	105
一、流量测量的基础知识	105
二、流量计的种类和使用方法	107
三、湿式流量计的校正实验	111
四、转子流量计的校正实验	115
五、毛细管流量计的校正实验	120
第二节 质量流量计	125
一、质量流量计和使用场合	125
二、质量流量计的种类	126
三、直接型质量流量计及其应用	127
第三节 温度测量和温度计的校正	139
一、温度和温标	139
二、温度量值的传递	141
三、温度计的种类	147
四、玻璃水银温度计的校正实验	156
五、热电温度计及其校正	159
六、电阻温度计和半导体电阻温度计	198
第四章 实验流程设计与单元操作	216
第一节 实验流程设计及流程的组装	216
一、流程设计原则	216
二、流程的组装	219
三、流程安装中的注意事项	221
四、系统试漏	222
第二节 单元操作技术与实验装置	224
一、原料气制备	225
二、原料气的贮存	232
三、原料气净化与干燥	237
四、气体输送	248

五、液体加料技术和加料器的选择	258
第五章 反应器及反应操作技术	272
第一节 合成反应器	272
一、反应器及反应装置	272
二、均相反应器及反应装置	273
三、气液相反应器及反应装置	275
四、气固相反应器及反应装置	281
第二节 动力学反应器及“微反”装置	287
一、流化砂浴玻璃“微反”装置	289
二、流动积分固定床“微反”装置	290
三、烷基芳烃热加氢脱烷基的“微反”装置	292
四、实用组合式系列“微反”装置	294
第三节 温度控制和温度测量	300
一、温度控制方法	301
二、自制一台恒温水浴装置并实现温度自动控制	310
三、温度指示与调节仪表	319
四、温度测量仪表——直流电位差计	334
第四节 正交试验设计在合成实验中的应用	343
一、正交试验设计的应用	343
二、正交试验设计方法	346
三、正交试验结果的直观分析	353
第六章 实验实例	357
第一节 均相反应的实验	353
一、评价反应温度对石油烃热裂解的影响	358
二、运用正交试验设计法评价丙烯酸异丁酯合成中 的最佳反应条件	366
第二节 气液相反应的实验	377
一、乙烯与氯气直接合成法制备 1,2-二氯乙烷	377
二、气液相苯烃化反应合成乙苯	385

第三节 气固相反应的实验	393
一、醋酸乙烯酯的合成	394
二、邻二甲苯催化氧化合成苯酐	404
第四节 催化剂的制备实验	419
一、烃-氮成型法制备 γ - Al_2O_3 催化剂	420
二、表面涂层法制备V-Ti-S ₂ 氧化物催化剂	429
三、固体催化剂比表面积测定——连续流动色谱法	435
主要参考资料	450
附录	
一、安全实验	451
二、某些物理常数及换算	459
三、部分物理化学常数的数值	464
四、玻璃温度计规格	467
五、常用正交表	469
六、常用热电偶分度表	482

第一章 现代有机化工实验常规

第一节 实验特点及要求

一、有机化工实验的特殊性

有机化工实验，实践性强，涉及多种学科和技术。因此，作为有机化工实验的工作者，应是多面手。首先要有坚实的理论基础，有无机化学、有机化学、物理化学等基础化学的实验技能，须懂得电工技术、热工技术、自动化仪表、计算机等，有选择和评价仪器设备的能力，有自制和改进实验装置的能力，有在技术上可行、经济上合算的经济衡量能力，并具有“环境保护”观念。有机化工实验的特点如下：

1. 流程长，实验技术复杂 有机化工实验是以基础化学实验为基础的。有机化工实验流程往往是由若干个基础单元实验的综合。因此，有机化工实验具有流程长、操作复杂的特点。例如，合成某产品的实验流程，包括原料净化、化学反应、产品的分离和分析等。

2. 电工仪表和设备多 由于流程长而复杂，所以涉及的仪器设备也多。在现代化工实验中，温度控制、压力控制、流量控制及加料、加热等操作，都离不开电器仪表和设备。因此，实验人员必须具备一定的电工知识，学会在不同场合正确选择并使用仪器设备。在必要时，会自制或组装某

些仪器（例如玻璃仪器）。

选用的仪器设备，必须满足实验精度要求。例如，进行化学动力学实验时，要求控温精度达到 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。这时只能选用P. 1. D调节的精密温度控制器。如果选用了普通二位式控温器，就得不到预期的结果。反之，对于普通实验或控温精度要求不高的实验，选用精密温度控制器虽然能得出预期的实验结果，但实验操作繁杂，且是一种浪费（仪器精密度愈高，价格愈贵）。

3. 实验安全性较为突出 有机化工实验所接触的物料（原料、中间产物及产物）和各种化学药品，多数是有机物，在常温常压下呈气态（如烯烃、炔烃、环氧乙烷等）或液态易挥发物。它们与空气混合容易形成易燃易爆气体。还有的是在高温高压、低温低压条件下操作以及气体钢瓶的使用，一不小心，都可能发生事故。

电器仪表多，操作不当会引起火灾或触电事故。因此，有机化工实验中防燃烧、防爆炸、防触电，尤为重要。

4. 实验产生的“三废”多 有机化工实验中的气体或液体挥发物或多或少都对人体有害。因此，实验产生的废气、废液、废渣不能随地倾倒。否则，会造成环境污染。所以，从实验室建立时就应当有治理“三废”的措施。

二、有机化工实验须知

（一）实验环境

一个现代化实验室，应当在用房分配和室内布局上具有合理性与整体性。根据实验目的和特点，可将实验用房分为教学实验室、科研室、预备室、高温操作室、药品室（危险品贮存室要另设）、仪器设备贮存室、仪器分析室、计算机

室等。

经常使用的气体钢瓶和消防器材等，应放在指定的安全场所。易燃易爆化学药品，不用时立即送到危险品贮存室。不能将危险品、气体钢瓶与明火操作的高温装置共处一室。

为了实验安全和操作方便，大型实验室（例如教学实验室）的内部布置可参见图1-1-1。这种实验室应当面积大、采光好；实验矮台和分析高台应间隔摆放。靠墙的一边应安装靠壁铁架，以便组装实验流程用。有条件的实验室，应当在实验室中安装“落地式”通风柜，便于把有毒实验放在其中“隔离”进行。

（二）实验前的预习

（1）明确实验目的，做好实验前的预习。实验前，应当认真了解实验目的、实验原理、实验中应当查阅及参考的文献资料，以及实验中必须采用的仪器和实验手段等。

（2）列出实验用的主要仪器设备清单，标明它们的规格、数量、性能。简单绘出实验流程图，写出实验装置要点。

（3）写出实验过程的主要环节（即实验流程中包括的主要操作单元）、主要反应条件及产品分离方法。

（4）按实验流程图组装实验仪器设备，经导师和有关人员检查并认为一切无误后，才能开始做实验。

（三）做好实验记录

实验前，应事先准备专用记录本或笔记本。不能记录在零散纸片上。若实验规模大或周期长，应准备几个记录本，并顺序编上号码和页码，以便查对。实验记录应完整、真实、简要明确和字迹整洁。实验应严格按操作规程进行，仔

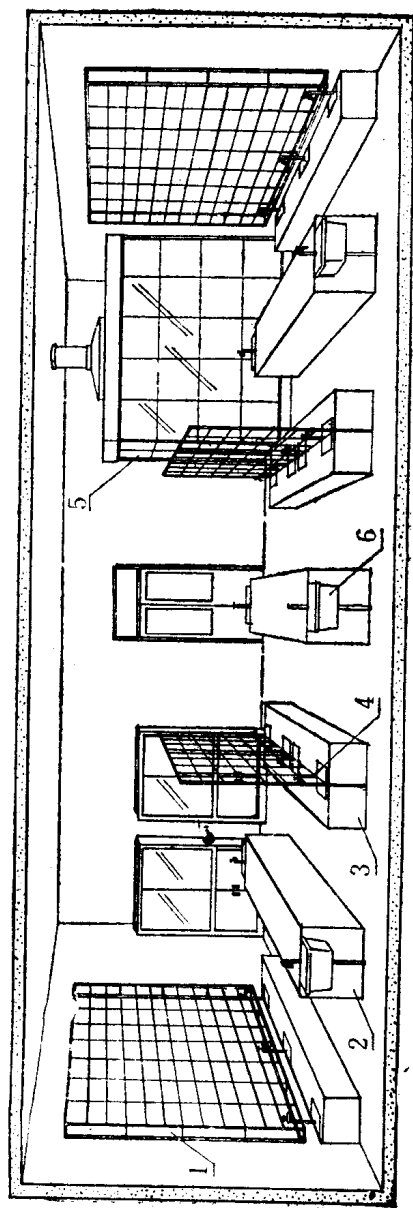


图 1-1-1 有机化工大型实验室布局

1. 靠壁铁架; 2. 分析实验台; 3. 实验操作台; 4. 实验铁柜;
5. 落地式通风柜; 6. 水池

细观察并及时记录，不漏掉任何异常现象和细枝末节。如出现异常现象，应及时检查是否按着预先规定的程序进行，找出产生异常的原因，并及时加以解决。实验要领和简单的操作方法也要记录下来，以便事后检查。

一般来说，实验记录可分为以下两种。

1. **原始记录** 它包括 (1) 实验题目的名称、目的、理论依据、初步考察、参考文献、实验装置和注意事项等。(2) 原始数据，例如实验进行的室温、大气压力、原始纯度、分析样品的纯度等。(3) 使用仪器的分辨率和精确度，以及测量仪器的量程范围及规格型号。

2. **实验记录** 主要记录实验过程中的数据及观察内容等。记录栏目中应设有实验编号、日期、参加者姓名等项。记下实验编号便于事后查找方便；记下环境因素，是因为有些实验会受到外界环境的影响，或者在换算中常常涉及到大气压力、室温或湿度。对于日后核对实验结果时，这些数据常常很重要。

如果实验中使用两种以上仪器，应把仪器的名称、规格、型号记录下来。如果实验过程中换用某些仪器的某些零部件（例如气相色谱仪中色谱柱、热导池等的更换），也应详细记录。

实验者可以用缩略语记录，但为避免日后自己也弄不清楚，应尽可能使用通用的缩写及略语。所有测量数据及观察所得，均应及时记录，切忌追记。追记往往出现错误。

对于频繁使用的仪器，可以制作一个便于填写测定条件的表格。如果有特制的专用记录纸则更理想。表1-1-1是气相色谱分析记录专用表格，供参考。

在表格中记录的应是原始数据。若是经过计算的数值，

色谱柱长——米	载气——
汽化室温度——℃	流量——毫升/分
柱恒温箱温度——℃	桥流——毫安
鉴定器温度——℃	进样量——微升
衰减——档	实验日期 年 月 日
	实验者——

则应同时注上原始数据，并写明计算过程。对记录的数据及单位，应当加以核对。

如有书写错误，应立即更正。无论是更正数字还是更正实验内容叙述，都应注明更正原因，更正日期和更正人。

在记录过程中，不能只记录自己期望的数据；与预料相反的数据（或事实），很可能导致意想不到的重大发现。所以，不能随意放弃与期望相反的数据。

记录要详细，数据应多取一些，这样有助于对实验全过程进行综合分析，得出正确结论。

3. 写好实验报告 实验报告是进行实验总结的依据。它记述了实验进行的情况，分析了实验中出现的問題，并在整理归纳实验结果的同时，进行必要的理论性思维，由此才能将实验中得到的感性认识提高到理性认识，才会有重要发现。因此，认真写好实验报告是非常重要的工作。

根据实验的类型，实验报告可分为以下三种。

(1) 性质类型实验报告。它包括5个方面：①实验题目；②实验目的和要求；③实验原理；④操作记录；⑤讨论。

(2) 合成（工艺）类型实验报告应当把所有的原始数据和需要观察的项目写入报告，例如原料纯度、用量、比重；

步 骤	实验中出现的现象	解释和反应方程式

室温、压力、湿度；实验中出现的偏差；颜色变化、温度变化、气体流量变化情况；转化率、收率、空速、催化剂负荷等。

这种类型的实验报告书写格式如下：

①实验题目（将合成实验名称用系统命名或习惯命名写入）；②实验目的；③实验原理；④实验装置及实验流程（画出装置及流程简图），并列出实验用主要设备和仪器参考规格的清单；⑤实验方法；⑥实验结果整理：应把文献数据，例如沸点、密度、熔点、折光率记入报告，并以表格形式记下实验过程中实测数据，列出反应方程式，药品用量及计算单位（用国际单位制），所使用的仪器型号、分辨率及精确度。

此外，还应把各工艺条件之间的关系用表格、图解或数学方程式等表示出来。

（3）测试与校正类型实验报告：测试与校正类型实验报告与上两类书写形式大致相同，但重点应放在实验装置，实验用仪器设备的型号、精确程度及测试和校正达到的标准。例如校正热电偶时，根据国家计量标准，只能用一级标准热电偶来校正二级标准热电偶，用二级标准热电偶校正三级标准热电偶。而通常实验所用热电偶，一般用三级标准热电偶进行校正就可以了。

外界条件是影响测试和校正的重要因素，也是换算过程中必不可少的数据，所以必须准确地记录室温、大气压等

数据。

仪器及设备的性能、精度及型号都对测试与校正有很大影响，不能不作记录；装置图及操作程序也应尽量详细记录。

无论是哪种类型的实验报告，其最后部分应是对整个实验过程的讨论。它包括将实验过程中产生的异常现象加以分析并找出原因；将实验中计算结果与文献中的数据加以对比，以判断本次实验的进展程度；对物质分析方法和手段作简要的介绍。

三、实验数据及实验结果的表达

(一) 列表法

列表法表达数据，具有直观、简明的特点。实验的原始数据一般以此方法记录。表的名称应简明而完整，应清楚地表达表中数据的量纲。此外，还应说明获得数据的有关条件。表格的纵列一般为试验号，横列为测量因素。记录数据应符合有效数字规则，并使小数点对齐，以便于数据的比较和分析。

(二) 图解法

图解法可以使测量数据间的关系表达得更为直观。在许多测量性质的实验中（如流量和温度的测量），利用绘制图形，可以求出同一条件下未知量（流量及温度等）的数值。

1. 利用变量间的函数关系图形，求出未知量的值 如在流量测量中，以自变量流量作为横坐标，应变量（即液柱变化高度）为纵坐标，绘制出函数曲线。即由测得的流量求出相应的液柱差高度。