

化工分离工程实验

杨世芳 主编

曾 嵘 龙华丽 周 艳 祝媛媛 参编



科学出版社

化工分离工程实验

杨世芳 主编

曾 嵘 龙华丽 周 艳 祝媛媛 参编

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本书为化工分离工程及相关课程的实验教材，强调培养学生实验研究的多种能力和素质，增强创新意识。全书内容包括绪论、物理分离过程基础实验、化学分离过程基础实验、分离工程实验、附录。本书着重介绍了化工单元操作实验、化学反应工程实验、化工分离工程实验，还介绍了实验室安全知识及基本操作技能。编写中力求概念清晰，层次分明，叙述简洁、易懂，便于自学。

本书可作为高等学校化学工程与工艺及相关专业本科生的化工实验教材，也可作为化学工程、化学工艺专业硕士研究生实验教材，还可以作为化工、石油、纺织、食品、环境、医药等领域从事科研、生产的技术人员的参考书。

图书在版编目 (CIP) 数据

化工分离工程实验 / 杨世芳主编. —北京: 科学出版社, 2017

ISBN 978-7-03-051201-7

I. ①化… II. ①杨… III. ①分离-化工过程-实验-高等学校-教材
IV. ①TQ028-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2016) 第 311407 号

责任编辑: 丁 里 / 责任校对: 樊雅琼
责任印制: 张 伟 / 封面设计: 迷底书装

科学出版社 出版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码: 100717

<http://www.sciencep.com>

北京中石油彩色印刷有限责任公司 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2017 年 2 月第 一 版 开本: 720×1000 B5

2017 年 2 月第一次印刷 印张: 14 1/4

字数: 323 000

定价: 49.00 元

(如有印装质量问题, 我社负责调换)

前 言

化工分离工程实验是化工类及相关专业的专业基础课，是培养学生的工程观念和工程实践能力的重要实践性课程。要培养具备坚实的理论基础、出色的科学实验能力和创新精神的适应当今经济、科技和社会发展需要的人才，实验教学是一个重要环节。工程实验课在培养高科技人才的基本素质和能力方面具有其他基础课程无法替代的重要作用。因此，如何通过工程实验课培养学生的工程观念，训练实践能力，提高动手能力和分析、解决工程实际问题能力是本书编写的目标和方向。为此，本书在内容的编排、取材上遵循以下原则：

(1) 传递过程是化学工程的重要内容之一，它的许多实验技术如传热、吸收、精馏、萃取和干燥等在化学学科和其他相关学科的基础研究及应用、开发研究中应用广泛，因此这些实验内容在本书中占有较大的篇幅。

(2) 近年来，化学工程学科的发展日新月异，新技术层出不穷，这些新技术对于培养化学和与化学相关学科的创新人才具有重要的意义。本书选编了部分化工新技术实验，如化工流体力学综合实验、反应精馏、萃取精馏、离子交换、膜分离、变压吸附、超临界流体萃取等，以拓宽学生的实验技术知识面。

(3) 对于化学反应工程，除了传统的停留时间分布实验外，为了提高学生从事科学研究的动手能力，增加了一些综合实验，如合成氨动力学参数测定、液相催化空气氧化实验等。这些实验也可以包含催化剂制备和表征、化学反应、产物的定性和定量分析、收率和选择性评价以及建立动力学实验方程等内容，以开放型实验或研究型实验的形式开设。

(4) 化工分离实验与其他化学实验的不同在于实验的工程性。某一实验的操作方法因装置的生产厂家或设计时选定的实验对象不同而异，但是实验原理和设计思路是一致的。对于这一类实验，尽可能包含几种常用的实验装置，即使本书具有较好的通用性，又有利于开拓学生进行实验设计的思路。

(5) 化工分离实验是一门工程技术实践课程。本书结合实验原理和实验装置示意图，给出实验操作要点，以便学生通过预习，拟订实验方案、实验步骤和实验数据记录表格，培养和提高学生的实验设计能力和创新能力。

本书由杨世芳主编，曾嵘、龙华丽、周艳、祝媛媛参加编写，王应席教授主审。管蓉、鲁德平教授及王治国、刘建文、黎明、王飞翼老师对本书的编写提出了许多宝贵意见，在此表示衷心的感谢。

由于编者水平所限，书中很多内容是编者的经验和见解，难免有不妥之处，衷心希望读者批评指正，使本书日臻完善。

编 者

2016年8月于武汉

目 录

前言	
绪论	1
第一章 物理分离过程基础实验	7
实验一 流体机械能转换实验	7
实验二 单相流动阻力的测定	10
实验三 流量计标定实验	15
实验四 离心泵特性曲线的测定	20
实验五 过滤实验	27
实验六 传热实验	34
实验七 填料吸收塔实验	43
实验八 干燥实验	50
实验九 精馏实验	58
实验十 往复振动筛板塔的液-液萃取实验	63
实验十一 化工流动过程综合实验	69
第二章 化学分离过程基础实验	81
实验十二 内循环反应器的无梯度检验	81
实验十三 内循环反应器测定氨合成动力学参数	87
实验十四 电化学合成实验	96
实验十五 连续搅拌釜式反应器液相反应的动力学参数测定	100
实验十六 乙醛氧化法制乙酸	106
实验十七 催化反应精馏法制甲缩醛	110
实验十八 计算机控制多釜串并联返混实验	113
实验十九 醇酸树脂的合成和醇酸清漆的配制	118
实验二十 乙醇脱水制乙烯反应动力学参数测定	121
实验二十一 液相催化空气氧化甲苯合成苯甲酸	126
第三章 分离工程实验	133
实验二十二 液-液萃取分离煤油-苯甲酸混合液	133
实验二十三 二氧化碳吸收与解吸实验	139
实验二十四 非均相物系分离(过滤实验)	144

实验二十五	连续精馏计算机数据采集和过程控制实验	149
实验二十六	多功能膜分离实验	158
实验二十七	萃取精馏实验	161
实验二十八	反应精馏实验	167
实验二十九	离子交换软化实验	172
实验三十	超临界流体萃取实验	176
实验三十一	碳分子筛变压吸附提纯氮气	182
参考文献		189
附录		190
附录 1	实验室安全与环保	190
附录 2	实验室基本操作技能	198
附录 3	有关仪器使用说明	215

绪 论

一、化工分离工程实验的目的和意义

化工分离工程实验是学习、掌握和运用化工分离工程专业课程不可缺少的实践环节,是学生巩固理论知识、从实践中吸取新知识的重要途径。实验课与理论课、习题课、课程设计一样,是教学内容的重要组成部分。因此,学生认真做好实验是非常重要的。作为化工类专业的学生,在学习化工专业课程的过程中,不仅要认真学好基础理论知识,也要认真上好实验课,通过实验学习掌握化工实验的方法、技能和实践知识。化工分离工程实验的目的是:

(1) 配合理论教学,通过实验从实践中进一步学习、掌握和运用学过的基本理论。

(2) 运用化工基本理论分析实验过程中的各种现象和问题,培养学生分析问题和解决问题的能力。

(3) 了解实验设备的结构、特点,学习常用仪表的使用,使学生掌握化工实验的基本方法,并通过实验操作进行实验技能的训练和培养。

(4) 通过实验数据的分析处理,撰写实验报告,训练学生的实际计算能力和组织报告的能力。

(5) 通过实验逐步培养学生良好的思想作风和工作作风,以严谨、科学、求实的精神对待实验与研究工作的。

二、实验的要求

1. 实验准备

实验前必须认真预习实验教材和理论教材有关章节,清楚地了解所做实验的目的、要求、方法和基本原理。在全面预习的基础上写出预习报告(内容包括实验目的、实验原理、预习中的问题),并准备好记录用的表格。否则不能参加实验。

进入实验室后,要详细了解实验装置的流程、主要设备的结构、测量仪表的使用及实验操作方法,并认真思考实验操作步骤、测量记录的内容和测定数据的方法。对实验预期的结果、可能发生的故障和排除方法进行基本的分析和估计。

实验前小组成员必须分工明确,协调一致。检查、调整设备进入可启动状态,然后启动(送电、水、蒸汽等)设备运行。

2. 实验进行中

实验过程中, 应全神贯注地仔细操作, 注意观察现象, 发现问题。实验中要认真仔细地测定数据, 将数据记录在规定的表格中。若实验过程中出现的数据重复性、规律性差, 应分析实验中的问题, 找出原因并加以解决。必要时需要重做实验, 任何草率、不负责任的学习态度都是有害的。

做完实验后, 要对数据进行初步检查, 查看数据的规律性, 有无遗漏或记错, 一经发现应及时补正。实验记录应请指导教师检查, 检查合格后再停止实验, 将设备恢复到实验前的状态。

3. 实验记录

实验记录是处理实验结果的依据, 认真做好实验记录很重要。应按实验内容预先制作记录表格。记录应认真仔细, 整齐清楚。在实验中逐渐养成良好的记录习惯。原始的记录要注意保存, 以便查对核实时使用。根据以往实验的经验, 现提出以下几点参考意见:

(1) 对于稳定操作的过程, 在改变操作条件之后, 一定要等待过程重新稳定, 再开始读数记录。对于不稳定的操作过程, 对过程熟悉之后, 从过程开始, 就进行读数记录(应在实验前计划好记录的时刻或位置等)。

(2) 记录数据应是直读数值, 不要经过运算后再记。例如, 停表读数 1 分 38 秒, 就应记 1'38", 不应记 98"。又如, U 形管压力计两臂液柱高度差应分别读数记录, 不应只记液柱的差值。

(3) 应根据测量仪表的精确度, 正确读取有效数字。例如, 1/10 °C 分度的温度计, 读数是 22.24 °C, 有效数字为四位, 可靠值为三位。读数的最后一位是带有读数误差的估计值, 在测量工作中必须要进行估计。一般读数误差不会超过最小刻度的 ± 0.5 。

(4) 对待实验记录应采取科学态度, 不要主观臆测, 也不要随意舍弃数据。对可疑数据, 除有明显原因, 如错读、错记等使数据不正常可以舍弃之外, 一般应留在数据处理时检查处理。数据检查应根据专业知识, 如热量衡算原则、物料衡算原则或误差理论。

记录数据应注意书写清楚, 记错的数字应划掉重写, 避免采用涂改的方法, 涂改后的数字容易误读或看不清楚。

4. 实验报告

实验结束后, 应及时处理数据, 按实验报告的要求严肃认真地完成实验报告的整理、撰写工作。实验报告是实验工作的总结, 撰写报告是对学生能力的训练。

因此,要求学生独立完成实验报告,避免抄袭行为。

实验报告应包括以下内容:

- (1) 实验题目。
- (2) 实验目的或任务。
- (3) 实验的基本原理。
- (4) 实验设备及流程,简要的操作说明。
- (5) 原始记录表。
- (6) 实验的结果:图表或关系式等,并要求有一组实验数据的计算示例。
- (7) 结果讨论。

实验报告应有分析和说服力。报告内容应简明扼要,书写清楚,正确使用标点符号,图表应整齐地放在适当位置,并装订成册。

实验报告还应写明学生的学号、姓名、专业、年级、实验时间、同组人姓名,并在指定时间交指导教师批阅。

三、实验数据的处理

实验记录的原始数据通常要进行计算,作出图表并通过图表求得经验公式或确定经验公式的系数。因此,取得实验数据后,还要正确地处理这些数据,才能获得应有的结果。关于实验数据的计算和绘制图线方面提出以下几点建议。

1. 数据的计算

(1) 在计算中应注意有效数字和单位换算,按工程计算有效数字的要求进行计算。

(2) 整理数据时可以采用常数归纳法,将计算公式中的许多常数归纳为一个常数看待。例如,计算固定管路中流速改变后的雷诺数的数值时,因为 $Re = \frac{du\rho}{\mu}$, $u = \frac{V}{\frac{\pi}{4}d^2}$, 故 $Re = \frac{4\rho V}{\pi d\mu}$, 而 d 、 ρ 、 μ 在实验中均不变化,可作为常数处理,令 $B = \frac{4\rho}{\pi d\mu}$,

则 $Re = BV$, 计算时先求出 B 值,依次代入 V 值,即可求出相应的 Re 值。

2. 将实验数据整理成图形

根据解析几何原理,可将实验数据的函数关系整理成图形表示。这种表示法形式直观,容易由图线直接看出函数关系的变化规律。在化工分离工程实验中,常采用这种方法整理实验数据。

将实验数据在图上进行标绘时,要注意以下几点:

(1) 对于一般采用的直角坐标，常选横轴为自变量，纵轴为因变量。在两坐标轴侧边要标明变量名称、符号和单位。

(2) 坐标分度的选择要反映实验数据的有效数字位数，即与其精度一致，且方便易读。坐标分度值不一定从零开始，应使图形占满坐标纸幅面较为合适。

(3) 实验曲线以直线最易标绘，使用也最为方便。因此，在处理数据时，尽量使曲线直线化。为此，根据不同情况将变量加以变换或选用不同坐标纸。例如，处理化工分离工程实验的结果经常采用单对数和双对数坐标纸，并且希望所得曲线的斜率接近于 1，来进行分度。

(4) 在化工分离工程实验中，常遇到 $y = ax + b$ 和 $y = ax^n$ 的函数关系。前者在笛卡儿坐标上可标绘成一条直线，后者标绘在笛卡儿坐标上则为一条曲线。

如果将 $y = ax^n$ 等式的两边取对数，则可得 $\lg y = n \lg x + \lg a$ ，此式相当于 $Y = \log y$ ，为一典型的直线方程。

如果将 $Y = \lg y$ 和 $X = \lg x$ 标绘在笛卡儿坐标上，也可以得到一条直线。

为了避免将每个数据都换算成对数值，可以将坐标纸上的分度直接按对数值绘制，如图 0-1 所示。

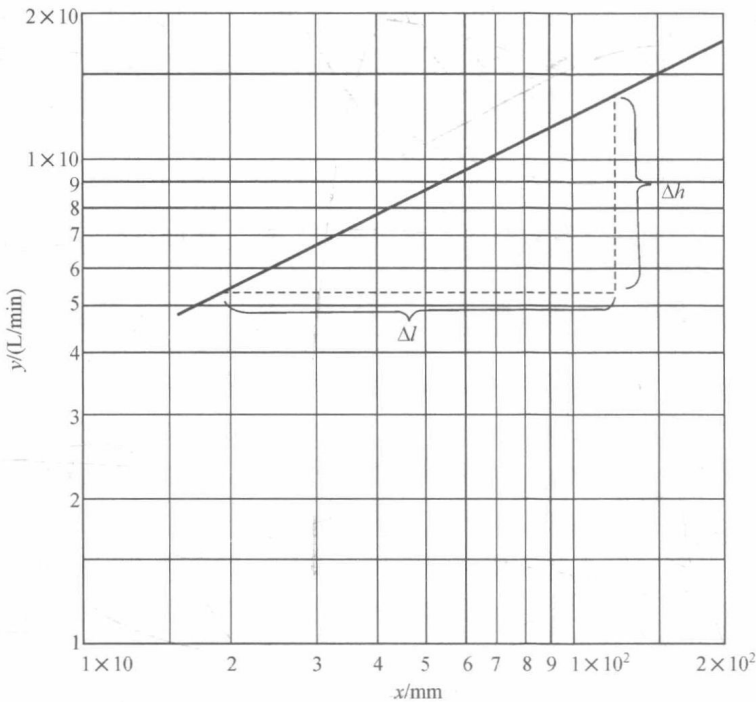


图 0-1 双对数坐标

对于某些函数关系，如 $y = ae^{nx}$ ，则用单对数坐标绘制。

对数坐标有以下特点,应用时需特别注意:

(1) 标在对数坐标轴上的数值为真值。

(2) 坐标的原点为 $x=1$ 、 $y=1$ 而不是零,因为 $\lg 1=0$ 。

(3) 由于 0.01、0.1、1、10、100 等的对数分别为 -2、-1、0、1、2 等,因此在坐标纸上每一数量级的距离是相等的。

(4) 在对数坐标上求取斜率的方法与笛卡儿坐标有所不同,这一点需要特别注意。在笛卡儿坐标上求斜率,可直接由坐标标度来度量,如斜率 $= \frac{\Delta y}{\Delta x}$;而在双对数坐标上求斜率,则不能直接用坐标标度来度量,因为在对数坐标上标度的数值是真数而不是对数。因此,双对数坐标纸上直线的斜率需用对数值来求算,或者直接用尺子在坐标纸上量取线段长度求取。如图 0-1 中所示的直线,其斜率

$$n = \frac{\Delta h}{\Delta l} = \frac{\log y_2 - \log y_1}{\log x_2 - \log x_1} \neq \frac{y_2 - y_1}{x_2 - x_1}$$

式中, Δh 与 Δl 的数值即为用尺子测量得到的线段长度。

(5) 在双对数坐标上,直线与 $x=1$ 的纵轴相交处的 y 值即为原方程 $y = ax^n$ 中的 a 值。若所标绘的直线需延长很远才能与 $x=1$ 的纵轴相交,则可在求得斜率 n 之后,在直线上任取一组数据 x 和 y ,代入原方程 $y = ax^n$ 中也可求得 a 值。

四、实验的误差

实验中各个数量的测量总是有误差的。由于感官和测量仪表不是绝对完善以及实验条件不是绝对不变,因此任何数量的测量都不会是绝对精确的,只能在某种程度上接近真值。换句话说,测量误差总是存在的。测量误差可分为三类:第一类误差是疏忽误差,完全是由于疏忽大意所造成的错误,如读错数字。为了避免疏忽误差,最好对同一个量进行重复而彼此互相独立的测量。对初学实验的学生来说,疏忽误差是容易产生的,应特别注意。第二类误差是系统误差。例如,温度计刻度偏高,则每次测量结果都偏高。通常系统误差的数值或符号(正或负)都比较固定,因此可以通过校准仪器减少或消除系统误差。第三类误差是偶然误差,这是一种不可避免的误差,难以在数值上加以测定。例如,读压差计水银柱的读数时,用肉眼读过几次后,每次的读数之间不免有少许偏差,是在某一个数值附近波动。又如,测量对象本身波动(如液面计水位跳动)也会造成这种误差。尽管偶然误差是一种不可避免的误差,也应设法使误差值尽量减少,以提高实验数据的准确性。

以上误差都会影响实验结果的准确程度。了解实验误差的种类、产生的原因及消除方法有助于提高实验结果的准确性,因此实验中注意分析误差也是一项重

要工作。

五、实验课堂纪律和注意事项

- (1) 准时进实验室，不得迟到或早退，不得无故缺课。
- (2) 遵守课堂纪律，严肃认真地进行实验。室内不准吸烟，不准喧哗说笑或进行与实验无关的活动。
- (3) 实验设备、仪器等未弄清楚使用方法之前，不得开动。与本实验无关的设备、仪器不要乱动。
- (4) 爱护实验设备、仪器。注意节约使用水、电、气及药品。损坏设备、仪器应报告指导教师，填写破损报告单，由实验室审核上报，听候处理。
- (5) 保持实验现场和设备的整洁，禁止在设备及台桌等处乱写、乱画。衣物、书包不要挂在实验设备上，应放在指定位置。
- (6) 注意安全及防火。电机开动前，应观察电机及运转部件附近是否有人在工作。合上电闸时，应谨防触电。注意电机有无异响和发热。精馏实验附近不得有明火。
- (7) 实验结束后，应安排人员打扫实验室卫生，清理完毕后方可离开。

第一章 物理分离过程基础实验

实验一 流体机械能转换实验

一、实验目的

熟悉流动流体中各种能量和压头的概念及其相互转换关系；在此基础上掌握伯努利方程。

二、实验内容

- (1) 压头测量。
- (2) 流量测量。
- (3) 检验阻力损失与流速的关系。

三、实验原理

流体在流动时具有三种机械能，即位能、动能和静压能。这三种能量可以相互转换。当管路条件(如位置高低、管径大小)改变时，它们会自行转化。如果是黏度为零的理想流体，不存在因摩擦碰撞而产生机械能的损失，因此同一管路的任意两个截面上，尽管三种机械能彼此不一定相等，但这三种机械能的总和是相等的。

对流体来说，因为存在内摩擦，流动过程中总有一部分机械能因摩擦和碰撞而消失，即转化为热能。而转化为热能的机械能在管路中是不能恢复的，这样对实际流体来说，两个截面上的机械能的总和也是不相等的，两者的差额就是流体在这两个截面之间因摩擦和碰撞转化成热能的机械能。因此，在进行机械能的衡算时，就必须将这部分消失的机械能加到第二个截面上，其和才等于流体在第一个截面上的机械能的总和。

上述几种机械能都可以用测压管中的一段液体柱高度来表示。在流体力学中，表示各种机械能的流体柱高度称为“压头”。表示位能的称为位压头 $H_{位}$ ；表示动能的称为动压头(或速度头) $H_{动}$ ；表示静压能的称为静压头 $H_{静}$ ；表示已消失的机械能的称为损失压头(或摩擦压头) $H_{损}$ 。

当测压管上的小孔(测压孔的中心线)与水流方向垂直时，测压管内液柱高度

(从测压孔算起)即为静压头，它反映测压点处液体静压强的大小。

当测压孔由上述方位转为正对水流方向时，测压管内液位将上升。增加的液位高度即为测压孔处液体的动压头。这时测压管内液位总高度则为静压头与动压头之和。

任意两个截面上，位压头、动压头、静压头三者总和之差即为损失压头，它表示液体流经这两个截面之间时机械能的损失。

四、实验装置

实验装置由有机玻璃实验管、测压管、活动测压头、水槽、水泵等组成(图 1-1)。实验管上有六个测压点。1、2 点间的有机玻璃管内径为 12.9 mm；3、4 点间的玻璃管内径为 21.2 mm；5、6 点间的有机玻璃管的内径为 13.4 mm。活动测压头的小管端部封闭，管身开有小孔，小孔位置与有机玻璃管中心线齐平，小管又与测压管相通，转动活动测压头就可以测量动、静压头。

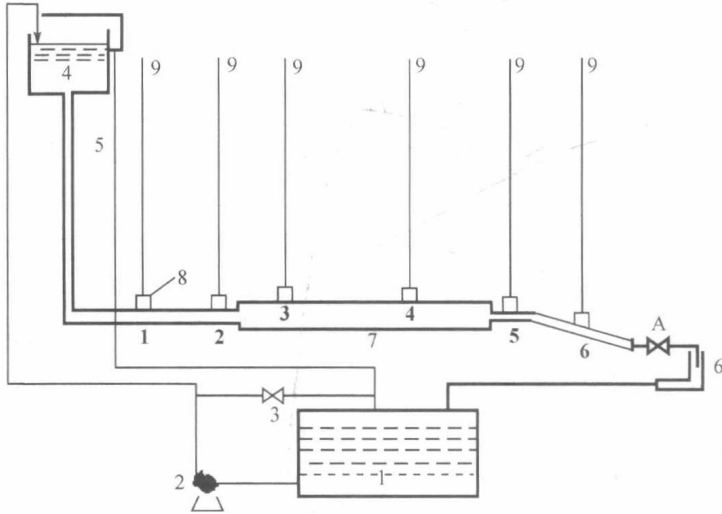


图 1-1 伯努利方程仪

- 1. 水槽；2. 水泵；3. 旁通阀；4. 高位槽；5. 回流管；6. 摆头；
- 7. 有机玻璃实验管；8. 活动测压头；9. 测压管；A. 阀门

五、实验方法

(1) 开动离心泵。关闭阀门 A，观察整个管路是否有空气，排尽空气，旋转测压管，观察并记录任意方向测压管中液柱高度 H_1 、 H_2 。

(2) 将阀门 A 开启至一定大小，观察并记录测压孔正对和垂直于流动方向时测压管的液柱高度 H_3 、 H_4 。用量筒和秒表测定液体的体积流量(测两次取平均值)，

并算出粗细两段管中水的平均流速, 由动压头 $H_{\text{动}} = \frac{u^2}{2g}$, 求出 3、6 处的点速度并作比较。

(3) 继续开大阀门 A, 待流动稳定后测量数据, 测量方法同(2)。

六、实验注意事项

(1) 在向高位槽进水前, 先将旁通阀开到最大以免进水太快, 导致高位槽中的水溢出槽外。然后逐渐关小旁通阀进水, 随时注意高位槽的液位变化。

(2) 调节高位槽液位时, 将阀门 A 开到最大, 保持溢流至少 5 min 不变, 液位就调好了, 此后旁通阀固定不变。

(3) 阀门 A 的最大开度以测压点 6 有读数为限(测静压头时)。

(4) 实验结束时, 先关闭阀门 A, 再停泵。

七、实验记录与数据处理

(1) 压头测量(表 1-1)。

1、2 点处 $d=12.9$ mm, 3、4 点处 $d=21.2$ mm, 5、6 点处 $d=13.4$ mm。

实验水温: _____ °C。

表 1-1 压头测量记录

操作步骤	阀门 A 状态	测压孔轴线	测压点					
			H 值					
I	关	正对水流 (或任意方向)	H_1					
		垂直水流 (或任意方向)	H_2					
II	开	正对水流	H_3					
		垂直水流	H_4					
III	开大	正对水流	H_5					
		垂直水流	H_6					

(2) 流量测量与流速计算(表 1-2)。

表 1-2 流量测量与流速计算

体积流量测定				流速计算			
序号	体积/mL	时间/s	平均流量 /(m ³ /s)	测压点	动压头/m	点速度/(m/s)	平均速度 /(m/s)
I	1			3			
	2			6			
II	1			3			
	2			6			

(3) 检验阻力损失与流速的关系，以其中某号测头为例计算说明。

八、思考题

- (1) 读取数据时，为什么要保持高位槽有溢流？为什么要排除管路中的气体？
- (2) 关闭阀门 A，各测压管旋转时，液位高度有无变化？这一现象说明什么？
- (3) 由各测头的读数计算出的是该点的点速度还是该截面的平均速度？
- (4) 操作时比较阀门 A 开度较小与开度最大的情况下测压点 3 的压头的大小。

为什么？

(5) 测压孔正对水流方向时，各测压管的液位高度的物理意义是什么？

(6) 为什么 H_1 (或 H_2) $>$ H_3 ？为什么距离水槽越远， $(H_1 - H_3)$ 的值越大？这一差值的物理意义是什么？

(7) 测压管正对水流方向，开大阀门 A，流速增大，动压头增大，为什么测压管的液位反而下降？

(8) 将测压孔由正对水流方向转至与水流方向垂直，为什么各测压点的液位下降？下降的液位代表什么压头？

实验二 单相流动阻力的测定

一、实验目的

- (1) 学习直管摩擦阻力 Δp_f 、直管摩擦系数 λ 及局部阻力系数 ζ (阀门)的测定方法。
- (2) 掌握摩擦阻力系数 λ 与雷诺数 Re 之间的变化规律。
- (3) 熟悉压差的测量方法。