



高等学校化学化工实验新课程体系系列教材

丛书主编 何红运

# 化学工程与工艺 专业实验

主编 赵海红

湖南师范大学化学化工实验教学中心 组编



湖南师范大学出版社



高等学校化学化工实验新课程体系系列教材

丛书主编 何红运

# 化学工程与工艺 专业实验

主 编 赵海红  
副主编 杨春明  
编 者 赵海红 伏再辉 钟文周  
兰支利 杨春明 李谦和  
赵伟良 肖 毅 尹笃林  
毛丽秋

湖南师范大学化学化工实验教学中心 组编

## 图书在版编目 (CIP) 数据

化学工程与工艺专业实验 / 赵海红主编. —长沙: 湖南师范大学出版社, 2017. 1

ISBN 978 - 7 - 5648 - 2600 - 0

I. ①化… II. ①赵… III. ①化学工程—化学实验—高等学校—教材  
IV. ①TQ016

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2016) 第 194807 号

## 化学工程与工艺专业实验

赵海红 主编

◇策划编辑: 宋 瑛

◇责任编辑: 宋 瑛

◇责任校对: 蒋旭东

◇出版发行: 湖南师范大学出版社

地址: 长沙岳麓山 邮编: 410081

电话: (0731) 88873070 88873071 传真: (0731) 88872636

网址: <http://press.hunnu.edu.cn>

◇经销: 湖南省新华书店

◇印刷: 长沙宇航印刷有限公司

◇开本: 787 mm × 1092 mm 1/16

◇印张: 6

◇字数: 131 千字

◇版次: 2017 年 1 月第 1 版 2017 年 1 月第 1 次印刷

◇书号: ISBN 978 - 7 - 5648 - 2600 - 0

◇定价: 15.00 元

如有印装质量问题, 请与承印厂调换



高等学校化学化工实验新课程体系系列教材

---

## 编辑委员会

主任 何红运

副主任 马 铭 曾 跃

委员 胡瑞祥 谢祥林 徐广宇

徐 琼 陈 超 唐 敏

余丽萍 赵海红 孟 勇

## 前 言

化学化工实验教学是高校化学、化学工程与工艺、制药工程、应用化学、生物、农学、材料、资源循环、医学等多个专业教学体系的重要组成部分;是向学生传授知识,进行科学实验方法和技能训练,提高学生实践能力与分析解决问题的能力,培养学生科学精神与创新意识,形成科学的世界观和方法论的重要教学环节;是全面实施素质教育的有效形式。

为了适应新世纪人才培养的需要,我院于 2008 年组织教师编写出版了本科化学实验(一)、本科化学实验(二)和化学研究与设计性实验三本教材,全套教材内容由浅入深,由易到难,由简单到综合,涵盖了化学类专业各门实验课程基本内容,满足了教育部化学与化工学科教学指导委员会提出的化学类专业实验教学的基本内容要求,融合了我院和部分高等院校实验教学改革的成果,内容丰富,结构新颖、合理。特别是在化学研究与设计性实验教材中,一批凝聚着我院大多教师心血与经验的科研成果转化成的研究设计性实验教学项目,使学生有更自由的空间在更高层次上主动学习,更好地启迪和培养了学生的创新意识和创新能力。该教材已在我校八届学生中使用,在培养高素质人才中发挥了重要作用。但随着科学技术的迅猛发展和生产水平的快速提高,化学与其他学科相互渗透、交叉融合,大大促进了其他学科的发展以及新兴交叉学科的形成,进一步确立了化学中心科学的地位,也促进了化学实验课程体系与教学内容的不断调整、优化与更新。为巩固近年实验教学改革的成果,更好地指导今后的实验教学,我们感到很有必要再重新编写一套化学化工类实验系列教材。

编写本系列教材的筹备工作从 2013 年下学期开始,学院领导对本套教材的编写工作给予了高度重视,成立了编委会,由化学化工实验教学中心国家示范实验室主任何红运教授担任编委会主任兼总主编,并选定了各册教材的主编与副主编。

本系列教材分为基础化学实验、综合化学实验和专业实验三大模块,基础化学实验分为无机化学实验、分析化学实验(含仪器分析实验)、有机化学实验、物理化学实验、化工原理实验和普通化学实验共 6 册,综合化学实验分为综合化学实验(一)和综合化学实验(二)共 2 册,专业实验分为化学工程与工艺、资源循环科学与工程、应用化学、制药工程专业实验和中学化学实验教学研究共 5 册。

本系列教材的特点是:(1)基础化学实验各册仍然保持与各相关学科理论课的讲授相互配合、相互促进,但不相互依赖的特点,实验基础知识和基本操作技能叙述全

面,便于在基础知识还不够全面的低年级学生中组织教学;(2)综合化学实验包含两个以上二级学科内容,从化学不同分支学科的结合上培养学生综合解决问题的能力,从而使他们的科学思维能力和创新意识得到进一步的培养;(3)专业实验结合学生的专业特色选择实验项目,使学生实验后,既具备扎实的综合基础知识,又掌握了某个特殊专业领域的实验研究与实际操作技能,以满足社会对各类特殊人才的需要。

本册教材为《化学工程与工艺专业实验》,是在湖南师范大学2013级本科人才培养方案制定工作的基础上,为适应当今化工学科的发展要求,并根据湖南师范大学化学工程与工艺专业的特点编辑和修改而成。该书内容涉及化工热力学、化学反应工程、化工分离工程、化工工艺学、化工过程仿真以及化工专业综合实验六个方面,在重视传统化学工程与工艺实验的同时,还添加了近3年来湖南省和湖南师范大学对化工学科重点建设建立起的一批化工新技术装置开出的创新实验项目。本实验教材是化工类本科实验教材,也可供化学工程与工艺专业技术人员参考使用。

本册教材由赵海红副教授任主编。参加本册教材编写的人员有:赵伟良(实验一、六),伏再辉、钟文周(实验二、十三、十四),赵海红(实验三、四、十五、十六、十七、十八),杨春明(实验五、十一),李谦和(实验七),肖毅、尹笃林(实验八、十二),兰支利(实验九、十),毛丽秋(附录)。

各册教材初稿完成后,由主编汇总修改,全套教材由何红运教授审阅定稿。

本套教材编写过程中,我们借鉴了兄弟院校教材中许多有益的内容,院学术委员会对该书进行了审阅并提出了许多宝贵的建设性意见,湖南师范大学出版社给予了大力支持,在此一并致谢。

限于编者学识水平和经验,书中难免有错误和疏漏之处,敬请有关专家和读者批评指正。

丛书编委会

2016年12月

## 目 录

实验一	多釜串联连续流动反应器中停留时间分布的测定	(1)
实验二	连续微反装置研究乙醇固定床反应脱水制乙醚	(6)
实验三	二元汽液平衡数据的测定	(10)
实验四	二氧化碳临界状态观测及 $p-V-T$ 关系测定	(14)
实验五	膜分离实验	(18)
实验六	萃取精馏实验	(23)
实验七	催化反应精馏技术制甲酸乙酯实验	(30)
实验八	天然香草醛香料的合成	(33)
实验九	洗洁精的配制及性能测试	(36)
实验十	聚丙烯酸酯乳胶涂料的制备及性能测试	(40)
实验十一	食品添加剂柠檬酸钠的制备	(45)
实验十二	微乳催化苯与双氧水反应生成苯酚	(50)
实验十三	糠醛液相催化加氢制糠醇	(53)
实验十四	可见光催化环己烷氧化合成 KA 油	(56)
实验十五	双塔精馏开、停车过程仿真操作实验	(59)
实验十六	多组分精馏仿真操作实验	(66)
实验十七	半水煤气生产过程仿真操作实验	(72)
实验十八	硫黄制硫酸工艺仿真实验	(75)
附录一	实验报告书写要求	(87)
附录二	实验室安全制度	(88)
附录三	实验室守则	(89)

# 实验一 多釜串联连续流动反应器中停留时间分布的测定

## 一、实验目的

本实验通过单釜与三釜反应器中停留时间分布的测定,将数据计算结果用多釜串联模型来描述返混程度,从而认识限制返混的措施。

1. 掌握停留时间分布的测定方法。
2. 了解停留时间分布与多釜串联模型的关系。
3. 掌握多釜串联模型参数  $N$  的物理意义及计算方法。

## 二、实验原理

在连续流动的反应器内,不同停留时间的物料之间的混合称为返混。返混程度的大小,一般很难直接测定,通常是利用物料停留时间分布的测定来研究。然而在测定不同状态的反应器内停留时间分布时,可以发现,相同的停留时间分布可以有不同的返混情况,即返混与停留时间分布不存在一一对应的关系,因此不能用停留时间分布的实验测定数据直接表示返混程度,而必须借助于反应器数学模型来间接表达。

物料在反应器内的停留时间完全是一个随机过程,须用概率分布方法来定量描述。所用的概率分布函数为停留时间分布密度函数  $E(t)$  和停留时间分布函数  $F(t)$ 。

停留时间分布密度函数  $E(t)$  的物理意义是:同时进入的  $N$  个流体粒子中,停留时间介于  $t$  到  $t + dt$  间的流体粒子所占的分率  $dN/N$  为  $E(t) dt$ 。

停留时间分布函数  $F(t)$  的物理意义是:流过系统的物料中停留时间小于  $t$  的物料所占的分率。

停留时间分布的测定方法有脉冲输入法、阶跃输入法等,常用的是脉冲输入法。当系统达到稳定后,在系统的入口处瞬间注入一定量  $Q$  的示踪物料,同时开始在出口流体中检测示踪物质的浓度变化。

由停留时间分布密度函数的物理含义,可知:

$$E(t) dt = VC(t)/Q(1)$$

$$Q = \int_0^{\infty} VC(t) dt \quad (2)$$



$$\text{所以 } E(t) = \frac{VC(t)}{\int_0^{\infty} VC(t) dt} = \frac{C(t)}{\int_0^{\infty} C(t) dt} \quad (3)$$

由此可见  $E(t)$  与示踪剂浓度  $C(t)$  成正比。

本实验中用水作为连续流动的物料,以饱和 KCl 作示踪剂,在反应器出口处检测溶液的电导值。在一定范围内,KCl 浓度与电导值成正比,则可用电导值来表达物料的停留时间变化关系,即  $E(t) \propto L(t)$ ,这里  $L(t) = L_t - L_{\infty}$ ,  $L_t$  为  $t$  时刻的电导值,  $L_{\infty}$  为无示踪剂时的电导值。

停留时间分布密度函数  $E(t)$  在概率论中有两个特征值——平均停留时间(数学期望)  $\bar{t}$  和方差  $\sigma_t^2$ 。

$\bar{t}$  的表达式为:

$$\bar{t} = \int_0^{\infty} tE(t) dt = \frac{\int_0^{\infty} tC(t) dt}{\int_0^{\infty} C(t) dt} \quad (4)$$

采用离散形式表达,并取相同时间间隔  $\Delta t$ ,则:

$$\bar{t} = \frac{\sum tC(t) \Delta t}{\sum C(t) \Delta t} = \frac{\sum tL(t)}{\sum L(t)} \quad (5)$$

$\sigma_t^2$  的表达式为:

$$\sigma_t^2 = \int_0^{\infty} (t - \bar{t})^2 E(t) dt = \int_0^{\infty} t^2 E(t) dt - \bar{t}^2 \quad (6)$$

也可采用离散形式表达,并取相同  $\Delta t$ ,则:

$$\sigma_t^2 = \frac{\sum t^2 C(t)}{\sum C(t)} - \bar{t}^2 = \frac{\sum t^2 L(t)}{\sum L(t)} - \bar{t}^2 \quad (7)$$

若用无因次对比时间  $\theta$  来表示,即:  $\theta = t/\bar{t}$ ,

$$\text{无因次方差: } \sigma_{\theta}^2 = \frac{\sigma_t^2}{\bar{t}^2}。$$

在测定了一个系统的停留时间分布后,如何来评价其返混程度,则需要用反应器模型来描述,这里我们采用多釜串联模型。

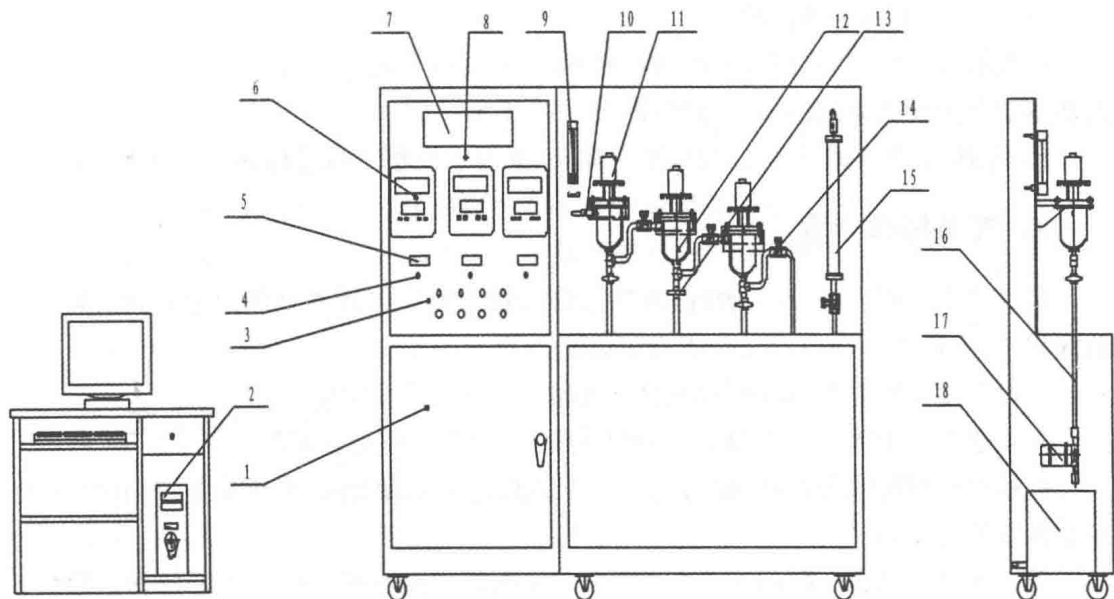
所谓多釜串联模型是将一个实际反应器中的返混情况作为与若干个全混釜串联时的返混程度等效。这里的若干个全混釜个数  $N$  是虚拟值,并不代表反应器个数,  $N$  称为模型参数。多釜串联模型假定每个反应器为全混釜,反应器之间无返混,每个全混釜体积相同,则可以推导得到多釜串联反应器的停留时间分布函数关系,并得到无因次方差  $\sigma_{\theta}^2$  与模型参数  $N$  存在的关系为:

$$N = \frac{1}{\sigma_{\theta}^2} \quad (8)$$

当  $N = 1, \sigma_{\theta}^2 = 1$ , 为全混釜特征;

当  $N \rightarrow \infty, \sigma_{\theta}^2 \rightarrow 0$ , 为平推流特征。

这里  $N$  是模型参数,是个虚拟釜数,并不限于整数。



1. 柜体 2. 电脑控制 3. 开关/指示灯 4. 电机调速器 5. 测速器 6. 电导率仪 7. 产品铭牌  
8. 操作面板 9. 流量计 10. 试踪剂入口 11. 搅拌电机 12. 反应釜 13. 排水阀 14. 电导仪插口  
15. 管式反应器 16. 四分管 17. 微型增压泵 18. 水箱

图 1-1 停留时间分布实验装置图

### 三、实验装置与流程

1. 本实验装置主要由水槽、水泵、釜式反应器、管式反应器、流量计、电导率仪、搅拌机、开关、指示灯、电脑程序控制、柜体、阀门及管道等组成。

2. 水槽:供测停留时间所需的水源,由水泵输送到反应器。

3. 反应釜:由有机玻璃制成,三釜以串联形式存在,在反应釜管道上有 3 个出口,分别为进液口、试踪剂入口、电导探头插口。3 个搅拌釜的内径均为 100 mm,高度均为 120 mm,高径比为 1.2。主流流体(水)自循环水槽的出口,经调节阀和流量计,由第 1 釜顶部加入,再由器底排出后进入第 2 釜,如此逐级下流,最后由第 3 釜釜底排出,经电导池后排入下水道。

4. 管式反应器:在其上部有一电导率插入口,下部则由泵直接将水打入并开有一示踪剂入口,用于测定管式反应的停留时间。

5. 流量计:测定进料量的大小。采用 LZB-6(4~40)L/h 液体流量计,因其本身带流量控制阀,故流量调节阀在流量计上。

6. 电导率仪:采用上海大普仪器厂生产的电导率仪,可以通过它来测定出口示踪剂的含量,并带有 232 通信插口可与电脑连接,在线测定、显示出口示踪剂的含量。

7. 搅拌电机:其操作板置于控制柜上,速度调节和显示均在操作板上进行。

8. 开关、指示灯:按下开关旋钮,指示灯亮,相应的工作开始;顺旋钮上的箭头方向

旋转旋钮则为关。当遇紧急情况需立刻停车,可直接断电,断电后仍须单独关掉各开关,应尽量避免出现这种情况。

9. 电脑程序控制:有相应的电脑控制界面,并可以对数据进行保留,可以按提示查出从实验开始到结束间任一时间的数据。

10. 柜体:在控制柜上可以操作整个实验,并可以观察实验进行的全过程。

#### 四、实验操作步骤

1. 打开高位槽(1)的上水阀,当高位槽出现溢流后打开各分阀及流量计(2)上的阀门,将流量调为 20 L/h,并使流量稳定。

2. 打开搅拌器电源,慢速启动电机,将转速调至所需稳定值。

3. 接通 3 台 DDS-11A 型电导率仪电源,并检查电极是否正常。

4. 检查数模转换器连线,接通电源。若转换器显示值偏离零点较大,调节电导率仪的调零旋钮。

5. 启动计算机,在 WindowsXP 桌面上双击图标启动本采集软件。系统在采集前,先进行“系统整定”,正常后单击“测定操作”进入“实验记录”子窗体。

6. 用针筒在反应器的入口快速注入 3 mL 饱和氯化钾溶液,同时单击“实验记录”子窗体上的“启动”按钮或按下功能键“F5”,此时由计算机实时采集数据。

7. 待反应物浓度不再变化后,单击“停止”按钮或按下功能键“F9”以结束采集。此时可由“视图”菜单选择显示分布函数和密度函数曲线。按“保存”图标保存实验报告,单击“报告”按钮可浏览实验结果。

#### 五、实验数据处理

根据实验结果,可以得到单釜与三釜的停留时间分布曲线,这里的物理量——电导值  $L$  对应示踪剂浓度的变化;走纸的长度方向对应测定的时间,可以由记录仪走纸速度换算出来。然后用离散化方法,在曲线上相同时间间隔取点,一般可取 20 个数据点左右,再由公式(5)、(7)分别计算出各自的  $\bar{t}$  和  $\sigma_t^2$ ,及无因次方差  $\sigma_\theta^2 = \sigma_t^2 / \bar{t}^2$ 。通过多釜串联模型,利用公式(8)求出相应的模型参数  $N$ ,随后根据  $N$  的数值大小,就可确定单釜和三釜系统的两种返混程度大小。

若采用微机数据采集与分析处理系统,则可直接由电导率仪输出信号至计算机,由计算机负责数据采集与分析,在显示器上画出停留时间分布动态曲线图,并在实验结束后自动计算平均停留时间、方差和模型参数。停留时间分布曲线图与相应数据均可方便地保存或打印输出,减少了手工计算的工作量。

#### 六、结果与讨论

1. 计算出单釜与三釜系统的平均停留时间  $\bar{t}$ ,并与理论值比较,分析偏差原因。

2. 计算模型参数  $N$ ,讨论两种系统的返混程度大小。

3. 讨论一下如何限制返混或加大返混程度。

## 七、思考题

1. 为什么说返混与停留时间分布不是一一对应的？为什么我们又可以通过测定停留时间分布来研究返混呢？
2. 测定停留时间分布的方法有哪些？本实验采用哪种方法？
3. 何谓返混？返混的起因是什么？限制返混的措施有哪些？
4. 何谓示踪剂？有何要求？本实验用什么作示踪剂？
5. 模型参数与实验中反应釜的个数有何不同？为什么？

## 八、主要符号说明

$C(t)$ —— $t$ 时刻反应器内示踪剂浓度；

$E(t)$ ——停留时间分布密度；

$F(t)$ ——停留时间分布函数；

$L_i, L_\infty, L(t)$ ——液体的电导值；

$N$ ——模型参数；

$t$ ——时间；

$V$ ——液体体积流量；

$\bar{t}$ ——数学期望,或平均停留时间；

$\sigma_i^2, \sigma_\theta^2$ ——方差；

$\theta$ ——无因次时间。

## 实验二 连续微反装置研究乙醇 固定床反应脱水制乙醚

### 一、实验目的

1. 掌握乙醇脱水的反应过程及反应机理、特点,了解副反应和生成副产物的过程。
2. 掌握微反装置的构造、原理和学习方法,学习反应器正常操作和安装,掌握催化剂评价的一般的方法和获得适宜工艺条件的研究步骤和方法。
3. 学习自动控制仪表的使用,如何设定温度和加热电流的大小,怎样控制床层温度分布。
4. 学习气体在线分析的方法和定性、定量分析,学习如何手动进样分析液体成分。了解气相色谱的原理和构造。掌握色谱的正常使用和分析条件的选择。
5. 学习微量泵的原理和使用方法,学会使用湿式流量计测量液体的流量。

### 二、实验原理

乙醚是一种应用广泛的化工产品。目前在工业生产中主要采用硫酸作用下催化乙醇脱水的方法制备,但该方法存在明显的缺陷,如劳动强度大、设备腐蚀严重、对环境污染严重、生产成本较高等。

本实验采用  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  作为催化剂,在  $200 \sim 300\text{ }^\circ\text{C}$  进行脱水反应。

主反应:  $2\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH} \rightarrow \text{CH}_3\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_3 + \text{H}_2\text{O}$

副反应:  $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH} \rightarrow \text{CH}_2=\text{CH}_2 + \text{H}_2\text{O}$

### 三、实验装置及流程

1. 本实验装置主要由微反装置、气相色谱和色谱工作站、精密微量液体泵、样品筛(60~80目)组成。
2. 所用试剂包括化学纯乙醇、分析纯乙醚、蒸馏水、催化剂 H-ZSM-5 等。

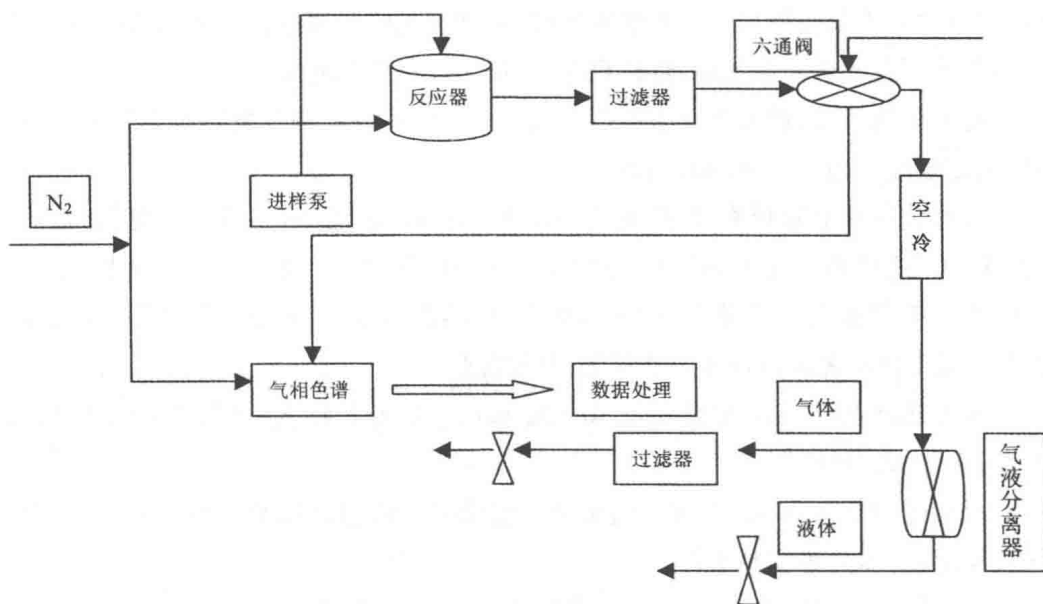


图 2-1 实验流程

#### 四、实验操作步骤

##### 1. 准备工作:

##### (1) 色谱连接

检查作为色谱载气的氮气钢瓶压力是否大于 0.25 MPa, 如果低于该值要更换钢瓶, 检查无误后, 接好色谱载气接口, 处理好色谱尾气接口, 检查色谱柱的连接情况。

##### (2) 催化剂的装填

先准备好催化剂, 然后用干量筒取催化剂 5 mL, 在精密天平上称重并记录。根据反应管的内径, 计算出催化剂所占的高度, 然后根据恒温区曲线确定其在反应管内的最好填充位置。

从装置上拆下反应管, 在反应器的底部放入少量的岩棉, 然后加入适量高度处理过的瓷环和石英砂, 再放入少量的岩棉, 将称量好的催化剂, 缓慢、全部加入到反应器中, 并轻微地振动, 然后记录催化剂的高度, 确定催化剂在反应器中的装填高度, 在装入瓷环或石英砂至反应管口, 然后将反应器顶部密封。

##### (3) 进料泵准备及流量校正

液体物料由高压微量液体泵控制。放在原料瓶中的液体物料, 经过过滤器进入到泵进口, 液体从泵出口经三通阀打入到系统中进入与预热器预热, 液体的流量可以从面板上很方便地设置, 读数从 0.01 ~ 9.99 可以任意选择, 单位为 mL/min。

##### (4) 湿式流量计

把湿式流量计拆下, 拧下背面的溢水口接头, 从顶部往里灌水, 到溢流口刚好有水流出, 拧上接口, 装回流量计, 装好各配件, 连好尾气的出口。

2. 将反应管放入到加热炉中, 连接乙醇的进口, 拧好卡套。把预热器出口与反应

器的进口连接,把反应器出口和六通阀连接,并把玻璃收集瓶放在放液调节阀的出口。

3. 各流程及元件安装无误,连接良好后,插上设备电源开关。

4. 打开钢瓶开关,调节钢瓶输出压力为 0.2 ~ 0.3 MPa,调节色谱两通道压力调节阀,控制尾气流量为 20 ~ 30 mL/min。

5. 打开装置总电源开关,按照实验的要求,调节好色谱条件:载气为氮气,柱箱温度为 140 ℃,进样器温度为 140 ℃,检测器温度为 150 ℃,色谱柱为乙醇脱水专用。

6. 将反应器加热温度设为 260 ~ 380 ℃,预热器温度设为 100 ℃,阀箱温度设为 100 ℃。温度设定无误后打开加热开关,开始加热。

7. 温度达到设定值后,继续稳定 10 ~ 20 min,然后开始加入乙醇,乙醇的加料速度为 0.5 ~ 1.5 mL/min。

8. 反应进行 20 min 后,正式开始实验。记录湿式流量计读数,应每隔一定的时间记录反应温度、压力等实验条件。

反应开始每隔 10 ~ 20 min 旋转六通阀进样一次,进行在线分析,每个温度至少取两个数据,粗产品从分离器中放入量筒内,气体排空。

9. 取少量的液体样品,用气相色谱分析其组成,并计算各组分的百分数。

10. 改变反应温度,每次提高 20 ~ 30 ℃,重复上述实验步骤,则得到不同温度下的原料转化率、产物乙醚收率、副产物乙烯的生成速率等,并根据动力学模型,可以得到反应速率常数。

## 五、实验数据记录及处理

### 1. 数据记录

(1) 实验中,应每隔一定的时间记录反应器和预热器的加热温度、催化剂床层温度,必要时也可轻轻拉动反应器内的测热电偶,测定催化剂床层的温度分布。

(2) 实验中,每次完成一个温度下的实验时,应记录实验前后尾气流量计的体积,同时称量反应时间内得到的液体产物的重量,并用气相色谱进行分析。

(3) 至少分析两次所得液体产物的组成,并用校正因子校正所得的含量,对液体进行物料衡算。

表 2-1 原始记录

时间 min	温度/℃		体积/mL		
	预热器	反应器	乙醇		
			流量/mL/min	时间/min	体积/mL
20	100	280			
20	100	320			

表 2-2 粗产品分析结果

反应温度/°C	乙醇加入量/mL	粗产品							
		水		乙醇		乙醚		乙烯	
		含量%	质量%	含量%	质量%	含量%	质量%	含量%	质量%
280	10								
320	10								

## 2. 数据处理

根据记录的数据,计算出原料乙醇转化率、产物乙醚收率及乙烯的选择性。

$$\text{乙醇的转化率} = \frac{\text{原料中乙醇的量} - \text{产物中乙醇的量}}{\text{原料中乙醇的量}} \times 100\%$$

$$\text{乙醚的选择性} = \frac{2 \times \text{生成乙醚的量}(\text{mol})}{\text{反应的乙醇量}(\text{mol})} \times 100\%$$

$$\text{乙醚的收率} = \text{乙醇的转化率} \times \text{乙醚的选择性}$$

$$\text{乙烯的收率} = \text{乙醇的转化率} \times \text{乙烯的选择性}$$

$$\text{乙烯的选择性} = \frac{\text{生成乙烯的量}(\text{mol})}{\text{反应的乙醇量}} \times 100\%$$

## 六、实验结果分析与讨论

1. 讨论原料乙醇的转化率、产物乙醚的收率、副产物乙烯的收率、乙醇的选择性等参数随反应温度变化的规律,并作图表示。

2. 讨论反应温度变化对反应平衡常数、反应动力学常数变化的影响,并作图讨论。

3. 回归温度和反应平衡常数、反应速率常数的关系式。

## 七、思考题

1. 反应转化率的提高和哪些因素有关?

2. 应如何提高反应的选择性? 怎样使反应的平衡向有利于产物乙醚生成的方向发展?

3. 如何使用和改变气相色谱的条件? 怎样确定最适应的分析条件?

4. 怎样对液体产物进行定性和定量分析? 如何求取校正因子?

5. 怎样对整个反应过程进行物料衡算? 应该注意哪些问题?

6. 实验中哪些简化的处理方法可能造成实验误差? 应该怎样进一步改进?

7. 谈谈在实验中得到的体会。



## 实验三 二元汽液平衡数据的测定

### 一、实验目的

1. 掌握二元体系汽液平衡数据的测定原理及方法。
2. 利用实验数据求出计算活度系数的端值常数。
3. 对实验数据进行热力学一致性校核。

### 二、实验原理

通过测定汽液平衡组成  $x$ 、 $y$  和平衡温度(或平衡压力),求活度系数  $\gamma$ 。

对于低压系统,有

$$k_1 = \frac{y_1}{x_1} = \frac{\gamma_1 p_1^0}{p}, \quad k_2 = \frac{y_2}{x_2} = \frac{\gamma_2 p_2^0}{p}, \quad \text{其中 } p_i^0 \text{ 为饱和蒸汽压。}$$

方法一,在恒温条件(即  $p^0$  一定,为什么?)下,测定系统的压力  $p$  和汽液两相平衡时的  $x$ 、 $y$ ,由上式计算  $\gamma$ ;方法二,在恒压条件(即  $p$  一定)下,测定两相平衡时的平衡温度和平衡组成  $x$ 、 $y$ ,由平衡温度可知  $p^0$ ,由上式计算  $\gamma$ 。本实验采用方法二。

计算活度系数的范拉尔方程的端值常数:

范拉尔方程:

$$\log \gamma_1 = A_{12} \left( \frac{x_2 A_{21}}{x_1 A_{12} + x_2 A_{21}} \right)^2 \quad (1)$$

$$\log \gamma_2 = A_{21} \left( \frac{x_1 A_{12}}{x_2 A_{21} + x_1 A_{12}} \right)^2 \quad (2)$$

(1)、(2)分别可改写为:

$$A_{12} = \log \gamma_1 \left( 1 + \frac{x_2 \log \gamma_2}{x_1 \log \gamma_1} \right)^2 \quad (3)$$

$$A_{21} = \log \gamma_2 \left( 1 + \frac{x_1 \log \gamma_1}{x_2 \log \gamma_2} \right)^2 \quad (4)$$

由(1)、(2)分别可得: