

高等学校实验课系列教材

化工实验技术

H U A G O N G S H I Y A N J I S H U

● 张承红 陈国华 主编

EXPERIMENTATION



重庆大学出版社
<http://www.cqup.com.cn>

高等学校实验课系列教材

化工实验技术

张承红 陈国华 主编

重庆大学出版社

内 容 提 要

本书主要包括4部分,即化工过程开发与科学选题、实验设计方法与实验结果分析、化工实验技术基础和化工实验技术实例。介绍化工过程开发的目的、内容、基本方法,选题原则、项目和经费来源、立项,中试放大的方法等,介绍实验误差、实验数据处理、正交实验设计、单因素实验设计和均匀实验设计方法,介绍化工实验室的基本构成、安全知识,实验室常用玻璃仪器、常用仪器设备和实验室的基本操作技能,并精选了5个实验实例来达到综合训练的目的。书末附有化学化工实验室常用的参考资料。

本书适用于高等院校化工及相关专业学生作为专业基础实践课程教材,也可作为从事化工产品开发工作的相关人员的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

化工实验技术/张承红,陈国华主编. —重庆:重庆大学出版社,2007.10

(高等学校实验课系列教材)

ISBN 978-7-5624-4276-9

I. 化… II. ①张…②陈… III. 化学工程—化学实验—高等学校—教材 IV. TQ016

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2007)第 149367 号

高等学校实验课系列教材

化工实验技术

张承红 陈国华 主编

责任编辑:王维朗 曾令维 版式设计:曾令维 王维朗

责任校对:谢 芳 责任印制:张 策

*

重庆大学出版社出版发行

出版人:张鸽盛

社址:重庆市沙坪坝正街174号重庆大学(A区)内

邮编:400030

电话:(023) 65102378 65105781

传真:(023) 65103686 65105565

网址:<http://www.cqup.com.cn>

邮箱:fxk@cqup.com.cn(市场营销部)

全国新华书店经销

重庆升光电力印务有限公司印刷

*

开本:787×1092 1/16 印张:8.5 字数:212千

2007年10月第1版 2007年10月第1次印刷

印数:1—3 000

ISBN 978-7-5624-4276-9 定价:13.80元

本书如有印刷、装订等质量问题,本社负责调换

版权所有,请勿擅自翻印和用本书

制作各类出版物及配套用书,违者必究

前言

化工过程开发即一个化学新产品或新工艺如何从实验室走向工业化的过程,这是化工及相关专业的学生应该了解的基本程序。要能够参与相应的工作,认识化学化工实验室的结构、特点,系统全面地掌握化学化工实验技能是非常重要的。

本书共分4章,第1章为化工过程开发与科学选题,主要介绍化工过程开发的基本程序。内容涉及化工过程开发的目的、内容、基本方法,选题原则、项目和经费来源、立项,中试放大的方法等。第2章为实验设计方法与实验结果分析,主要介绍实验设计方法与实验结果分析、评价。内容涉及实验误差、实验数据处理,着重介绍了正交实验设计、单因素实验设计和均匀实验设计方法。第3章为化工实验技术基础,主要介绍化工实验室的基本构成、安全知识,实验室常用玻璃仪器、常用仪器设备和实验室的基本操作技能。第4章为化工实验技术实例,主要将常用的化学化工实验技能通过5个精选的实验进行综合训练。

本书适用于高等院校化工及相关专业学生作为专业基础实践课程教材,也可作为从事化工产品开发工作的相关人员的参考书。

本书由四川理工学院编写。张承红,陈国华担任主编,其中张承红编写第3,4章,陈国华编写第1,2章,余晓鹏、李莉等参与了第4章(实验3和实验5)的编写。

本书由李明愉,崔益顺审阅,并提出宝贵意见,在此表示诚挚地感谢。

本书是配合实验体系改革的配套教材,编写工作是一个探索与研讨的过程,由于作者水平有限,编写时间仓促,本书的欠缺之处,欢迎读者批评指正。此外,在化工实验技术教学的实践过程中,课程改革得到了我院各相关教研室教师及实验室老师的大力支持,在此表示感谢!

编者
2007年7月

目 录

绪论	1
第1章 化工过程开发与科学选题	3
1.1 化工过程开发	3
1.1.1 化工科学发展史	3
1.1.2 化工过程开发的范围	6
1.1.3 化工过程开发的目的	6
1.1.4 化工过程开发的类型	7
1.1.5 化工过程开发的程序	7
1.1.6 化工过程开发的基本方法	9
1.2 科学选题	10
1.2.1 化工过程开发的选题原则	10
1.2.2 化工过程开发的项目来源	12
1.2.3 化工过程开发的经费来源	14
1.2.4 技术经济资料	14
1.2.5 化工过程开发方案与立项报告	21
1.3 化工过程放大	22
1.3.1 中试放大在化工过程开发中的地位	22
1.3.2 中试放大阶段的任务	23
1.3.3 实验进行中试放大的条件	24
1.3.4 中试放大的方法	24
第2章 实验设计方法与实验结果分析	25
2.1 实验结果分析与评价	25
2.1.1 实验误差	25
2.1.2 有效数字	27
2.1.3 实验数据处理	28
2.1.4 实验结果评价	29
2.2 实验设计方法	30

2.2.1	实验	30
2.2.2	实验设计	30
2.2.3	实验设计方法	31
2.2.4	实验设计的原则	31
2.2.5	实验设计方法基本术语	32
2.2.6	单因素实验设计	32
2.2.7	正交实验设计	35
2.2.8	均匀实验设计法	46
第3章	化工实验技术基础	52
3.1	化工实验室的基本构成	52
3.1.1	实验室的设计	52
3.1.2	实验室的设施	52
3.1.3	实验室的常用仪器	53
3.1.4	实验室常用化学试剂	54
3.1.5	实验室其他常用器材	54
3.2	化工实验室的安全知识	54
3.2.1	电的使用与安全	54
3.2.2	高压气瓶的使用与安全	55
3.2.3	化学药品的安全	55
3.3	实验室常用玻璃仪器的选择与使用	56
3.3.1	玻璃的种类	56
3.3.2	玻璃的性质	57
3.3.3	实验室常用玻璃烧器	57
3.3.4	实验室常用液体计量仪器	59
3.3.5	液体计量仪器的校正	61
3.3.6	漏斗	61
3.3.7	温度计	62
3.3.8	实验室其他玻璃器皿	63
3.4	实验室常用仪器设备的选择与使用	64
3.4.1	实验室加热干燥设备的选择与使用	64
3.4.2	实验室称量仪器的选择与使用	66
3.4.3	实验室其他常用仪器设备	70
3.5	实验室的基本操作技能	71
3.5.1	称量方法	71
3.5.2	溶液的配制	71
3.5.3	加热和冷却	72
3.5.4	过滤	73

3.5.5	蒸馏	75
3.5.6	重结晶	80
3.5.7	萃取	81
3.5.8	干燥	85
3.5.9	薄层色谱法	88
3.5.10	柱色谱法	91
第4章 化工实验技术实例		93
4.1	实验1 常用物性数据测定	93
4.1.1	液体黏度的测定	93
4.1.2	拉环法测表面张力	95
4.1.3	熔点的测定	97
4.1.4	折射率的测定	101
4.1.5	旋光度的测定	103
4.2	实验2 从茶叶中提取咖啡因	107
4.2.1	实验目的	107
4.2.2	实验原理	107
4.2.3	产物纯化过程	108
4.2.4	仪器与药品	108
4.2.5	实验步骤	108
4.2.6	咖啡因的定性检验	108
4.2.7	注意事项	108
4.3	实验3 水的硬度测定	109
4.3.1	实验目的	109
4.3.2	实验原理	109
4.3.3	实验仪器与试剂	110
4.3.4	实验步骤	110
4.3.5	思考题	110
4.4	实验4 用正交实验法配制雪花膏	111
4.4.1	实验目的	111
4.4.2	实验原理	111
4.4.3	实验仪器及试剂	113
4.4.4	实验步骤	113
4.5	实验5 乙酸异戊酯的合成及香水配制(设计性)	114
4.5.1	实验目的	114
4.5.2	设计提示	114
4.5.3	设计要求	114

附录	115
附录 1 重要化合物在水中的溶解度	115
附录 2 基准物质及其干燥温度和时间	116
附录 3 各种冷却剂的性能	117
附录 4 常用酸碱指示剂的配制	117
附录 5 常见化合物的俗名	118
附录 6 常用标准溶液的配制和标定	119
附录 7 常用干燥剂的性能与应用范围	120
附录 8 常用正交表	121
附录 9 常用均匀设计表	123
参考文献	126

绪 论

一、化工实验技术的内容及意义

1. 化工实验技术的教学内容

化工实验技术是承上启下的实践性教学环节,系统地介绍了化工产品及其过程开发与设计,主要内容包括科学选题、科学研究方法、科研论文的撰写、科技成果转让、过程放大及产业化过程实验设计方法、实验数据处理等基本知识。化工实验技术基础,主要内容有化学化工实验室的基本构成、实验室安全、正确选用适当的实验器材,掌握正确的使用方法,了解仪器、设备一般故障的诊断与简单的维护。结合理论课中实验设计方法、实验数据处理以及现场教学等内容,本书精选了5个实验与理论教学相配合,这些实验既包括主要化学、化工实验基本技能,又具有一定专业特色的基础实验,让学生通过该实践过程掌握不同实验设计方法的实际应用及实验技巧。

2. 开设化工实验技术的意义

开设化工实验技术课程主要是激发学生的学习兴趣;规范学生的实验操作技能,培养学生良好的职业习惯和专业素养;培养学生初步的科研能力,使学生参与助研及科技创新活动的积极性得到提高;进一步培养学生独立思考、分析问题和解决问题的能力。

在这一实践教学中,所引入的内容,在培养学生独立思考、独立分析、解决问题的能力将起到积极的作用。

二、本课程的特点及教学目标

1. 化工实验技术的特点

化工实验技术课程可以作为一门承前启后的实践性课程。简略介绍化工过程开发的原则及方法,详细介绍化工过程开发中常用到的实验设计方法,系统、全面地介绍了化学化工实验室构成、特点及实验操作技能。

2. 化工实验技术的教学目标

化工实验技术课程的主要任务是培养学生产品研发能力,良好的专业素养,树立学生工程观念,训练专业实验技能,强调理论与实际结合以提高分析问题、解决问题的能力。它为后继专业课的学习,助研及科技创新活动的开展,以及今后在工作岗位上的独立工作能力奠定良好

的基础。

三、实验教学要求

了解化工过程开发的基本原则和基本方法。掌握实验设计及数据处理方法。了解化学化工实验室的特点,掌握常用化学化工实验操作技能。

第 1 章

化工过程开发与科学选题

1.1 化工过程开发

1.1.1 化工科学发展史

过滤、蒸发、蒸馏、结晶、干燥等单元操作在生产中的应用,已有几千年的历史,但在相当长的时间里,这些操作都是小规模的手工作业。而作为现代工程学科之一的化学工程,则是在 19 世纪下半叶随着大规模制造化学产品生产过程的发展而出现的,法国革命时期出现的 Leblanc 法制碱,标志着化学工业的诞生。经过近百年的发展,化学工程已成为一门独立和完整体系的工程学科。

英国人 G. E. Daiweisi 认为化学工业发展中所面临的许多问题往往是工程问题。各种化工生产工艺,都是由一些基本的蒸馏、蒸发、干燥、过滤、吸收和萃取等单元操作组成的,可以对它们进行综合地研究和分析,化学工程现在已经成为继土木工程、机械工程和电气工程之后的第四门工程学科。G. E. Daiweisi 于 1901 年编著了《化学工程手册》,这也是世界上第一部关于各种化工生产过程共性规律的著作。

1888 年,由 L. M. Norton 教授提议,麻省理工学院开设了世界上第一个定名为化学工程的四年制学士学位课程,即著名的第十号课程。随后,宾夕法尼亚大学(1892 年)、戴伦大学(1894 年)和密歇根大学(1898 年)也相继开设了类似的课程。这些课程的开设标志着培养化学工程师的最初尝试。但这些课程的主要内容是由机械工程和化学构成的,还未具有现代化学工程专业的特点。这样培养出来的化学工程师虽然具有制造各种化工产品的工艺知识,但仍不懂得化工生产的内在规律,因此还不能满足化学工业发展的需要。

1902 年 W. H. Walker 受命彻底改造麻省理工学院化学工程的实验教育,开始了对化学工程教育的一系列改革,使化学工程的发展进入了一个新时期。

Litell 长期从事化工咨询,1908 年他参与发起成立了美国化学工程师协会,并担任该会的主席。1908 年,根据他的建议,麻省理工学院建立了应用化学实验室和化学工程实用学校,让学生接受各种化工基本操作的实际训练。1915 年,他在给麻省理工学院的一份报告中,提出

了单元操作的概念,他指出任何化工生产过程,无论其规模大小都可以用一系列称为单元操作的技术来解决。只有将纷繁复杂的化工生产过程分解为构成它们的单元操作来进行研究,才能使化学工程专业具有广泛的适应能力。这些意见对化学工程产生了深远的影响。

1923年 Walker、Lewis 和 W. H. McAdams 编著了第一本《化工原理》,阐述了各种单元操作的物理化学原理,提出了它们的定量计算方法,并从物理学等基础学科中吸取了对化学工程有用的研究成果(如雷诺关于湍流、层流的研究)和研究方法(如因次分析和相似论),奠定了化学工程作为一门独立工程学科的基础,影响了此后化学工程师的培养和化学工程的发展。继《化工原理》后,一批论述各种单元操作的著作,如 C. S. Robinson 的《精馏原理》(1922年)和《蒸发》(1926年)、Lewis 的《化工计算》(1926年)、McAdams 的《热量传递》(1933年)和 T. K. Sherwood 的《吸收和萃取》(1937年)相继问世。

在阐述单元操作原理时, Walker 等曾利用了热力学的成果。但是化学工程面临的许多问题,例如许多化工过程中都会遇到的高温、高压下气体混合物的 p - V - T 关系的计算,经典热力学并没有提供现成的方法。20世纪30年代初,麻省理工学院的 H. C. Weber 等提出了一种利用气体临界性质的计算方法。虽然从物理化学的观点来看,这种方法十分粗糙,但对工程应用,却已够准确。这是化工热力学最早的研究成果。1939年 Weber 写出了第一本化工热力学教科书《化学工程师用热力学》。1944年耶鲁大学的 B. F. Dodge 教授编著的《化工热力学》的出版,标志着化学工程一个新的分支学科——化工热力学的诞生。

20世纪40年代初,在重大化工过程的开发中,即碳四馏分的分离和丁苯橡胶的乳液聚合、粗柴油的流态化催化裂化以及曼哈顿原子弹工程计划等,化学工程都发挥了重要作用。例如,麻省理工学院的 Lewis 和 E. R. Gilliland 教授提出了流态化催化裂化的设想,之后几所大学同时进行了流化床性能的研究,确定了颗粒尺寸、密度和使颗粒床层膨胀,以造成气固间良好接触和颗粒运动所需的气速间的关系,证实了在催化裂化反应器和再生器之间连续输送大量固体催化剂的可能性。这三项研究的成功,使人们认识到要顺利实现过程放大,特别是高倍数的放大,必须对过程的内在规律有深刻的了解,没有坚实的基础研究工作,是很难做到这一点的。同时,在单元操作经过二三十年的研究已有了一定的基础后,反应器的工程放大对化工过程开发的重要性显得更为突出,这些都为第二次世界大战后化学工程的进一步发展指明了方向。

在《化工原理》中, Walker 等吸取了流体力学、传热学和质量传递的研究成果。到20世纪50年代,人们从本质上更清楚地认识到,所有单元操作都可分解成动量传递、热量传递和质量传递这三种传递过程或它们的结合。对单元操作和反应过程的深入研究,都离不开对传递过程规律的探索。化学工业在发展过程中也提出了许多新课题,例如在聚合物加工中,人们必须处理高黏度物料;在喷雾干燥设备的设计中,必须对流动模型和传热、传质速率作详细分析。到20世纪50年代初,许多大学都开设了流体力学、扩散原理等课程,并出现了把三种传递过程加以综合的趋向。1957年在普渡大学召开的美国工程学科的系主任会议上,传递过程和力学、热力学、电磁学等一起被列为基础工程学科,并制定了这一课程的详细计划。为此,威斯康星大学教授 R. B. Bird, W. E. Stewart 和 E. N. Lightfoot 编写了《传递现象》,它的出版几乎和当年的《化工原理》一样产生了巨大的影响,标志着化学工程发展进入“三传一反”的新时期。

20世纪50年代中期,计算机开始进入化工领域,对化学工程的发展起了巨大的推动作用,化工过程数学模拟迅速发展。由对一个过程或一台设备的模拟,很快发展到对整个工艺流

程甚至联合企业的模拟,在20世纪50年代后期出现了第一代化工模拟系统。用计算机模拟实验,使得对化工系统的整体优化成为可能,并形成了化学工程研究的又一个新领域——化工系统工程。至此,化学工程形成了比较完整的学科体系。

在化学反应工程、传递工程、化工系统工程取得突破性进展的同时,单元操作和化工热力学的发展并没有停滞。传递过程研究和计算机的应用给单元操作带来了新的活力,20世纪50年代初,美国化学工程师协会组织了蒸馏塔板效率的研究工作,对影响塔板效率的主要因素及如何改进塔板结构有了感性认识。浮阀塔板、舌形塔板、斜孔塔板等新形塔板相继问世,通过设计方法的改进,筛板塔重新获得广泛应用。反渗透、电渗析、超过滤等膜分离操作和区域熔炼提纯技术投入了工业应用。液膜分离、参数泵分离等新的分离技术开始进行实验室研究。

高压过程的普遍采用和传质分离过程设计计算方法的改进,推动了化工热力学关于状态方程和多元气液平衡、液液平衡及相平衡关联方法的研究,提出了一批至今仍获得广泛应用的状态方程(如RK方程, Martin-Hou方程)和活度系数方程(如Margules方程、Willson方程、NRTL方程)。

进入20世纪70年代,化学工业的规模不断扩大,并且面临着环境污染和能源紧缺的挑战,化学工程的各分支学科继续生气勃勃地向前发展。在单元操作领域里,固体物料的加工和处理开始得到普遍的注意,正在形成粉体工程的新分支。在化工热力学研究中,状态方程和相平衡关联依然是活跃的课题,提出了PR方程(1976年)、SRK方程(1972年)等形式简单又有足够精确度的新状态方程和基于基团贡献原则的UNIFAC方程(1977年)等活度系数方程。降低能耗的迫切要求,使过程热力学分析获得了很大的发展。高分子化工和生物化工的发展推动了非牛顿型流体传递过程特征的研究,激光测量、流场显示等新技术开始应用于传递过程的研究。化学反应工程不断向复杂领域扩展,20世纪70年代初出现了处理有大量连续组分参与反应的复杂反应体系的集总动力学方法和聚合反应工程、电化学反应工程等新分支。化工系统工作开始对系统综合进行探索,在换热器网络和分离流程的合成方面已取得有实用价值的成果,到20世纪80年代初开发了以ASPEN为代表的第三代化工模拟系统。

但是,由化工热力学、传递过程、单元操作、化学反应工程和化工系统工程构成的学科体系,无论在深度和广度上都已覆盖了传统化学工程的各个领域,所以在传统化学工程的范围内难以期望再会出现过去那种令人激动的突破。近十几年来,化学工程更引人注目的发展是在与邻近学科的交叉渗透中已经或正在形成的一些充满希望的新领域。

第二次世界大战期间发展起来的青霉素生产,开创了化学工程与生物化学结合的新时代,战后各种抗生素和激素的生产迅速扩大。20世纪70年代,分子生物学取得了重组DNA技术等重大成果,开拓了制备生物化学药品和医药品的新领域,已可预见将对人类社会产生重大影响。生物化学工程无论在生化反应还是分离技术方面都在不断取得进展。

化学工程师已经以自己的专长为医学的发展作出了贡献,生物医学工程这一新学科正在形成。人的身体实质上相当于一座构造复杂的小型化工厂,许多生理过程可借助化学工程原理进行分析。传质原理已被用于潜水病的研究,传热原理已被用于体内热调节的研究,停留时间分布的概念可用来分析药物的疗效,在人工心肺机、人工肾的研制中应用了非牛顿型流体流动和渗析的原理。

化学工程与固体物理、结晶化学、材料科学相结合,在化学气相淀积过程的研究中发挥着自已的作用。化学气相淀积是近20年来迅速发展的一种制备无机材料的新技术,在微电子、

光纤通讯、超导等新技术领域中,广泛用于各种功能器件的制造。

正如 100 多年前从化学中分裂出了化学工程一样,今天在化学工程中又在孕育着新的学科。

1.1.2 化工过程开发的范围

化工新技术开发,是从概念的形成,经过科研、设计和建设,使一项新技术、新工艺或新产品付诸实施的整个过程。化工新技术开发应在基础研究、应用研究及各种科技信息的基础上,开展新技术的工艺条件、技术规范、工程放大、技术经济评价等方面的研究,取得化工生产装置设计、制造、建设、操作及销售所需的数据与资料,为实现新技术在工业生产中的应用提供技术服务。

通常化工开发研究范围包括开发基础研究、过程研究和工程研究。

1. 基础研究

开发的基础研究是开发研究的基础,是针对开发项目需要而进行的专用性应用研究及工艺特征研究。包括掌握工艺过程特征、设备结构特征、确定基本工艺条件、选择流程及分析方法、物化性质、催化剂性能、化学及化工热力学、化学反应动力学、传递过程(热量、质量及动量)、冷模实验等基本规律及求取数据的小型实验,因此,基础研究一般在实验室中进行。

2. 过程研究

过程研究主要是为进行新工艺、新产品、新设备等的工程放大实验研究,包括模型实验、微型中间实验、中间实验、原型装置实验、半工业实验及工业实验的全部过程或部分过程。在过程研究中要进行工业化要求的工艺条件、生产流程、设备结构、放大效应、控制方法、物料平衡、能量平衡、材质选择、三废处理、安全技术、中期运转、杂质影响、产品应用、市场开发及数模验证等方面的研究工作,取得整套基础设计用实验数据。因而过程研究一般在模型实验、中试装置或生产厂中进行。

3. 工程研究

主要包括技术经济评价、概念设计、数学模型、放大技术及基础设计等。

①技术经济评价是运用技术经济分析方法来预测和判断研究结果有效程度及经济效益的一种评价工作,而在整个开发研究过程中最少要做三次评价。

②概念设计是依据开发基础研究的结果,文献中的数据,现有类似装置的操作数据和工程经验,按照所开发的新技术工业化规模所做出的预想设计,用以指导过程研究及提出对开发基础研究进一步的实验要求。

③放大是开发研究的核心,放大技术可采用数学模拟放大逐级经验放大、工程理论指导放大及参照类似工业装置放大等方法。

④基础设计是综合各阶段开发研究成果,按照工业化的规模和要求所做的设计,是工程设计的主要依据,是开发研究过程成果的体现。

1.1.3 化工过程开发的目的是

化工过程开发是开发数据完整、技术先进、实用可靠、有经济效益、有竞争能力的单项技术或成套技术,同时培养出一支能掌握现代化开发研究管理办法及研究方法的科技队伍。

1. 工艺改进

主要是对生产部门所采用的现有工艺提供各种技术支持。包括消除薄弱环节(辨明限制生产能力的工序并改进其工艺操作和设备),降低运转费用(通过优化反应条件提高产率,采用较廉价的原料,改变操作方法等),改进产品质量,改善操作条件,消除环境污染,采用更恰当的材质加工设备,改进检测、计量和控制手段等。它们多半属于局部性的技术革新,通常可由工厂本身的研究开发部门承担。

2. 工艺过程开发

即过程开发,既包括创造现有产品的新生产工艺,也包括开发适用于新产品的生产工艺。

3. 产品开发

为了满足人们的要求,提高产品的使用功能,促进产品的更新换代。产品开发针对用户的需要,并密切关注国民经济各部门的技术发展动向,及时提供新材料和新的化学品。

4. 应用开发

为现有产品寻找新的用途,以扩大市场,增加产量,降低成本,并延长某些产品的寿命周期,使之能持续赢利。

1.1.4 化工过程开发的类型

- 1) 新生产工艺(过程)的开发,老生产工艺(过程)的革新;
- 2) 新化学产品(包括催化剂)的开发,老化学产品的革新;
- 3) 新型大型化工装备及材料的开发,老化工设备及材料的革新;
- 4) 新电子计算机应用软件的开发,新生产控制系统的开发;
- 5) 引进化工技术的消化、吸收,创新国产化。

1.1.5 化工过程开发的程序

图1.1是化工过程开发各个阶段的工作程序以及相互关系,但是这些阶段并不是完全不变的,在一些开发过程中可按照开发项目工艺、工程、设备等问题的难易程度和开发者的经验简化或省略某些工作内容。

1) 新设备、新材料、新过程应用软件及新控制系统的开发,可在不同规模的实验过程或工业生产过程中进行实验或验证,取得工程设计用的基础数据及工业应用经验。

2) 选准课题是开发研究的关键,选题要面向经济建设,选题应以科技规划、建设规划、技术改造规划、科技预测、领导部门指令、使用单位委托、应用研究结果及引进实验室研究专利等为依据。选题要符合开发单位的技术优势及开发能力,要有创新思想,要敢于开发新兴技术及面对技术上的竞争。

3) 有了选题设想之后,要做技术经济初步评价,进行技术方案论证和过程评述,确定其开发价值,对已列入建设规划的攻关项目应做初步的开题可行性研究,经过评价或又经可行性研究得出可行结论时,要提出新技术开发计划任务书,报请有关领导部门批准,签订合同并列入开发研究计划;如结论认为不可行,即停止开发。

4) 对已列入开发研究计划的项目,应认真进行开发基础研究。要按照所定研究内容测定有关基础数据,研究分离及反应等过程的本质及规律,预测设备放大效应,初步确定工艺条件、生产流程及设备结构材质,对有条件建立的数学模型应先在试过程中加以验证。对开发基

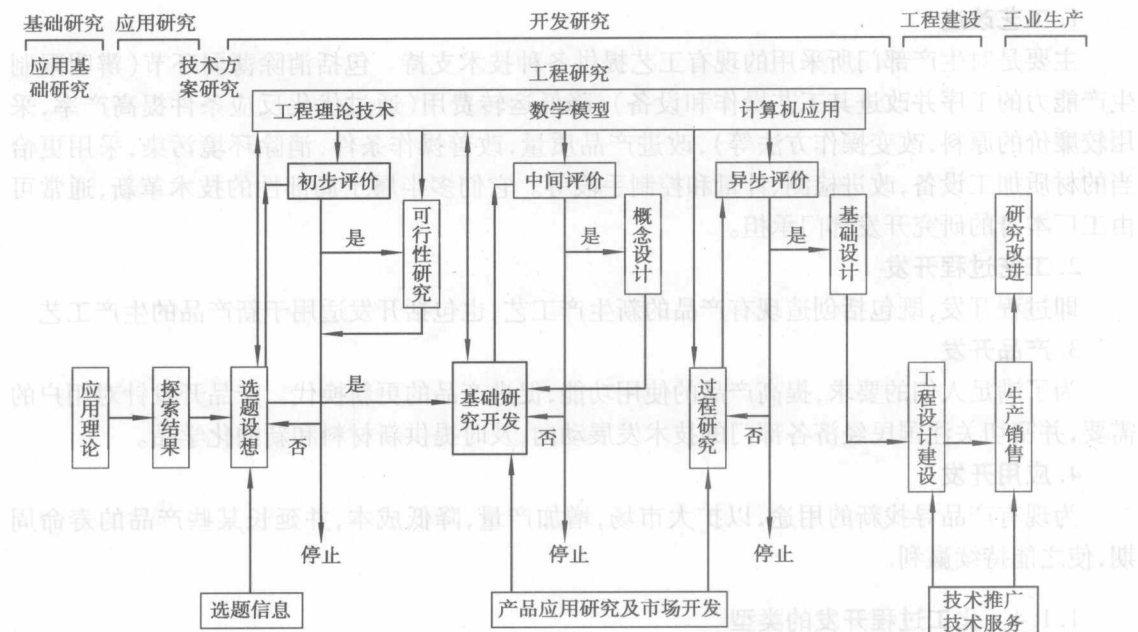


图 1.1 化工新技术开发各阶段工作程序图

基础研究要做深做透,提出完整的研究报告,为下一步研究打下基础。完成开发基础研究之后要做技术经济中间评价,得出可行结论再做概念设计,用以指导过程研究;如评价认为研究工作不够或开发不可行,要返回再进行开发基础研究或停止开发。

5) 要在开发基础研究的基础上进行过程研究,应根据过程研究周期较长、花费人力物力较多的特点,按照概念设计要求安排不同内容、不同规模以及不同放大级数的实验;要以工业化为目的,认真做好过程研究的装置设计(中间实验等设计);要充分利用已有生产经验加速过程研究;要通过研究分析,尽量避免做全流程实验,并使实验装置小型化或模型化;属于新产品开发性质的过程研究,要拿出所开发的化学产品或设备、材料的样机、样品。要在工程研究的指导下进行过程研究的工程放大实验,根据开发项目的技术特征采取不同方法。在使用数学模拟放大方法情况下,实验主要是验证数学模型,修正模型参数;在使用逐级经验放大的情况下,实验主要是寻求设备放大效应,得出放大判据。可以应用数学模拟放大及逐级经验放大相结合的方法实现工程放大;可在工程理论指导下合理安排实验,直接解决工程放大问题,亦可参照类似工艺过程及工业装置实现放大,几种放大方法可交叉运用。过程研究完成之后,要提出完整的研究报告,并做技术经济最终评价,根据可行结论做基础设计;如评价认为研究工作不够或开发不可行,要返回再进行过程研究或停止开发。

6) 在开发研究工作中要重视计算机的应用。对工程研究除自行建立各类数学模型编制专用计算程序外,要充分利用已有的各种通用程序,如常用算法程序、数据处理程序、物化性质计算程序、单元操作程序、流程模拟程序以及化工数据库等。有条件的要结合本单位开发研究重点建立自己专用的数据库及程序库。在实验工作方面,除用计算机进行数据处理等工作外,有条件的要积极应用微处理机进行实验装置的计算机控制,逐步使某些装置实现无人自控操作、参数自动变换、流程数据定时显示记录、自动完成能量与物料衡算等要求。

7) 在化工过程开发研究过程中,要进行产品应用研究及市场开发研究。为了加快某些新

产品的市场开发速度,可进口适当数量的同种产品在国内推广销售,获取这种产品的市场信息。

1.1.6 化工过程开发的基本方法

1. 实验研究方法的应用

长期以来,化学工程更多地依赖于实验研究。但实验研究的结果往往只包含一些个别数据和个别规律,主要反映的是在实验条件下各种现象所独有的特点。如欲将个别数据整理概括再加以推广应用,以达到由此及彼、以小见大的目的,就需要有一套完整的理论和方法,其中包括对安排实验时必然遇到的问题作出正确的回答,例如在实验中要测量哪些物理量;如何整理实验数据以导出结果;实验结果的推广应用限于什么条件和范围等等。

在化学工程领域里,用于达到上述目的的实验研究方法主要有因次分析和相似论方法,这两种方法主要用于传递过程和单元操作的实验研究,都以无因次数群的形式来表达实验结果,可使实验工作大为简化。它们曾对化学工程学科的形成和发展起过重大作用,至今也仍有应用的价值。

对某些复杂的化工过程(如反应过程),既不能利用因次分析和相似论方法来安排实验,也不能通过对过程的合理简化建立数学模型,往往只能求助于规模逐次放大的实验来搜索过程的规律,这种研究方法称为经验放大。在采用逐级的经验放大来开发化工过程时,通常首先进行小型的工艺实验,以确定优选的工艺条件;然后进行规模稍大的模型实验,以验证小型实验的结果;再建立规模更大(如中间工厂规模)的装置,进行逐级搜索;最后才能设计工业规模的大型生产装置。这种放大规律的搜索方法,通常需要经过多层次的中间实验,这种放大方法虽然放大倍数较低、费时费钱,但目前这种方法还不能完全排除。

2. 数学模型方法的应用

对于简单过程可根据对过程机理的了解,利用普遍适用的物理和化学原理,对过程进行数学描述,然后结合具体条件求解方程,以预测过程的结果。但是,对绝大多数化工过程是无法列出数学方程式的,因而这种做法在化学工程研究中的应用是很有限的。

对于化学反应和传递过程同时存在的反应过程,可首先对实际过程作出合理的简化,然后进行数学描述,再通过实验求解模型参数,并对模型的适用性进行验证。这种研究方法称为数学模型方法。实际上数学模型方法在单元操作的研究中早已有所应用,但系统地、自觉地应用则始于化学反应工程,目前已用于化学工程其他领域。

数学模型方法用于过程的开发和放大,其步骤通常为:

- ①将过程分解成若干个子过程,如将反应过程分解为化学反应和各种传递过程;
- ②分别研究各子过程的规律并建立数学模型,如反应动力学模型、流动模型、传热模型、传质模型等;
- ③计算机模拟,即通过数值计算联立求解各子过程的数学模型,以预测不同条件下大型装置的性能,目的是优化设计和优化操作。

进行过程分解的目的:

- ①减少各子过程数学模型所包含的待定模型参数以减少确定模型参数所需的实验工作量和提高求得的模型参数的可靠性。
- ②不同的子过程可以在不同类型的实验装置中进行研究。例如化学反应的规律不因设备