

高等教育“十一五”规划教材

化工实验 研究方法及技术

费德君 主编 涂敏端 曾英 副主编



化学工业出版社

高等教育“十一五”规划教材

化工实验研究方法及技术

费德君 主编

涂敏端 曾英 副主编



化学工业出版社

· 北京 ·

本书旨在介绍化工实验研究全过程所涉及的基本问题, 共分为 6 章, 包括实验方案的拟定及实验流程的组织和实施、实验设计方法、实验数据处理与评价、科技报告和科技论文的撰写、化工基础实验技术、化工现代实验技术。

本书注重系统性、实用性和教学性, 并将现代化工研究的新技术、新方法引入教材, 以拓宽学生视野、增强创新意识。

本书不仅可作为高等学校、高职院校化工类专业的教材, 也可供广大化学、化工科研技术人员参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

化工实验研究方法及技术/费德君主编. —北京: 化学工业出版社, 2008. 3

高等教育“十一五”规划教材

ISBN 978-7-122-02182-3

I. 化… II. 费… III. 化学工程-化工实验-高等学校-教材 IV. TQ016

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2008) 第 022599 号

责任编辑: 徐雅妮 金 杰

装帧设计: 张 辉

责任校对: 李 林

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: 化学工业出版社印刷厂

787mm×1092mm 1/16 印张 12 字数 292 千字 2008 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: 24.00 元

版权所有 违者必究

前 言

高等教育承担着培养人才的重任, 开拓创新能力的培养是人才培养的核心。创新是一个民族进步的灵魂、国家兴旺发达的不竭动力。实验是任何科学技术领域创新的源和本, 要培养具有开拓创新能力的人才, 实验教学具有不可替代的作用。实验教学不是为实验而做实验, 而是通过课堂教学和实践教学向学生传授系统的实验研究方法和实验技术, 对学生进行实验思维方法、实验技术、实验设计、数据处理、想像能力、观察能力、分析能力、表达能力等的全面训练, 是全面培养学生创新意识、创新能力必不可少的途径。

要达到实验教学的目的, 要求作为实验主体的学生充分发挥个人的主观能动性, 不是依赖老师的指导被动地进行实验, 而应掌握一定的实验技术和科学的实验研究方法, 自主安排实验、设计实验、控制实验参数, 并且用现代化手段进行数据采集和数据处理、书写完整的实验研究报告等。该课程的设置, 正是为了在学生进入专业实验及毕业论文之前, 就化工实验研究全过程所涉及的基本问题及实验技术进行系统的培训。具体地说, 本课程应达到以下几个方面的教学目的:

- (1) 使学生掌握科学的实验研究方法;
- (2) 使学生了解基本的化工实验技术;
- (3) 使学生了解化工现代实验技术及化工技术的发展方向;
- (4) 指导学生利用现代化手段进行实验研究;
- (5) 培养学生分析问题和解决问题的能力;
- (6) 提高学生的自学能力、独立思考能力和创新能力。

本教材分为两部分:

第1~4章为第一部分, 介绍化工实验研究方法, 包括实验研究的基本方法、实验流程的组织与实施、实验设计方法、实验数据处理与评价、科技报告和科技论文的撰写;

第5、6章为第二部分, 介绍化工实验技术, 包括化工基础实验技术和现代化工实验技术。

本教材的主要特点:

(1) 系统性强 编者站在打好基础、拓宽视野、增强学生创新意识、创新能力以及对未来工作适应性的高度, 对化工实验研究全过程所涉及的基本问题均作了讲解, 而不是仅局限于指导学生完成实验项目;

(2) 时代感强 教材对计算机软件在实验中的应用、化工前沿性实验技术的应用进行了介绍, 这对于帮助学生拓宽视野、增强创新意识有积极的作用;

(3) 实用性强 教材着重于实际应用, 通过大量实例, 深入浅出地讲解了实验

研究的方法以及实验技术，使读者很容易将书本知识运用到实践中，这也是该教材具有良好教学性的基础。

本教材由费德君主编，涂敏端、曾英担任副主编，党洁修教授审阅。全书共6章，各章执笔者为：第1章涂敏端、赵丰；第2章费德君、孙溶；第3章费德君、陈欣；第4章涂敏端；第5章曾英、桑世华；第6章费德君、应永祥、吴潘、武建勋、党亚固、张志业、夏代宽。

在教材编写过程中，得到了彭少芳教授、党洁修教授、罗澄源教授、梁斌教授以及陈晓东老师、吉旭老师的大力支持和帮助，同时得到了陶旭梅、曾婧等同学的大力协助，在此一并表示感谢。

由于作者水平有限，不妥之处在所难免，望各位专家、同行和读者批评指正。

编者
2008年1月

目 录

1 实验方案的拟定以及实验流程的组织和实施	1
1.1 实验方案的拟定	1
1.1.1 实验技术路线的选择	1
1.1.2 实验研究方法	3
1.1.3 实验流程设计	4
1.1.4 实验内容的确定	6
1.1.5 实验设计	7
1.1.6 实验操作步骤和取样分析方法	7
1.1.7 实验数据的处理方法及预想达到的实验结果	8
1.2 实验流程的组织和实施	8
1.2.1 实验流程的组织	8
1.2.2 实验流程的组织示例	14
1.2.3 实验流程的安装和调试	17
1.3 实验流程制图工具 Visio	19
1.3.1 概述	19
1.3.2 Microsoft Office Visio 基本操作	20
1.3.3 实例演示	24
2 实验设计方法	29
2.1 单因素实验设计法	29
2.2 正交实验设计方法	32
2.2.1 正交表的概念与应用	32
2.2.2 正交实验和级差分析	34
2.2.3 有交互作用的正交实验	37
2.2.4 正交实验的方差分析	40
2.3 其它实验设计方法	45
2.3.1 均匀实验设计方法	45
2.3.2 序贯实验设计方法	48
3 实验数据处理与评价	52
3.1 实验数据的图表化	52
3.1.1 实验数据的表列	52
3.1.2 实验数据的图示	53
3.2 实验结果的模型化	56
3.2.1 回归方程的确定	57

3.2.2	模型参数的估计	60
3.2.3	实验结果的统计检验	64
3.3	数据分析软件简介	67
3.4	Origin 软件的应用	69
3.4.1	Origin 基础	69
3.4.2	Origin 数据窗口	74
3.4.3	简单二维图形绘制	77
3.4.4	曲线拟合与分析	80
3.4.5	在 Word 中引用 Origin 图形	81
3.4.6	Origin 和 Excel 的比较	82
4	科技报告和科技论文的撰写	83
4.1	文献综述的撰写	83
4.1.1	文献综述的格式和内容	83
4.1.2	文献综述的特点和要点	84
4.2	开题报告的撰写	84
4.2.1	开题报告的格式和内容	84
4.2.2	撰写开题报告的要点	85
4.3	实验研究报告的撰写	85
4.3.1	实验研究报告的写作格式	85
4.3.2	撰写实验研究报告的特点和要点	85
4.4	科技论文和科技报告的撰写	85
4.4.1	科技论文和科技报告的格式和内容	86
4.4.2	撰写科技论文和科技报告的特点和基本要求	90
5	化工基础实验技术	91
5.1	基本物性参数测试技术	91
5.1.1	密度的测定	91
5.1.2	黏度的测定	93
5.1.3	表面张力的测定	96
5.2	化工热力学数据测定	99
5.2.1	基础热力学数据测定技术	99
5.2.2	相平衡数据测定	104
5.3	化学反应工程实验技术及设备	109
5.3.1	反应动力学参数的测试技术	109
5.3.2	停留时间分布及其测试技术	113
5.3.3	固体催化剂物性参数测试技术	116
5.3.4	流化床基本特性测定	131
5.4	分离实验技术	132
5.4.1	精馏塔分离能力的测试技术	132
5.4.2	吸收分离能力的测试技术	136

5.4.3	膜分离能力的测试技术	138
5.4.4	结晶分离实验技术	140
5.4.5	流体萃取实验技术	142
5.4.6	吸附分离实验技术	145
6	化工现代实验技术	148
6.1	分子蒸馏实验技术	148
6.1.1	分子蒸馏的基本原理	148
6.1.2	分子蒸馏器类型及发展趋势	149
6.1.3	分子蒸馏技术的特点	150
6.1.4	分子蒸馏技术的应用现状	151
6.1.5	分子蒸馏技术的应用举例	152
6.2	等离子体化工实验技术	153
6.2.1	等离子体的概念和化学反应原理	153
6.2.2	等离子体化工实验技术及其特点	154
6.2.3	等离子体技术的应用现状	159
6.3	纳米微粒制备实验技术	159
6.3.1	微乳化技术的基本原理	160
6.3.2	微乳化反应制备纳米颗粒的具体步骤	161
6.3.3	影响纳米颗粒制备的因素	161
6.3.4	微乳液技术制备纳米材料的应用现状	162
6.3.5	微乳化技术的应用举例	163
6.4	超临界流体实验技术	164
6.4.1	超临界流体特性	164
6.4.2	超临界流体萃取实验技术	165
6.4.3	超临界流体萃取的特点	166
6.4.4	超临界流体萃取应用现状	167
6.4.5	超临界流体萃取实验举例	167
6.5	反应-分离耦合实验技术	168
6.5.1	反应精馏实验技术	168
6.5.2	反应-膜分离耦合实验技术	171
附录		176
附录 1	常用正交表	176
附录 2	F 检验临界值 (F_c) 表	179
附表 3	相关系数 (r_c) 检验表	182
参考文献		183

1 实验方案的拟定以及实验流程的组织和实施

1.1 实验方案的拟定

在进行化工实验之前,为了使实验合理、有效进行,达到预期的目的,必须对实验作一个总的设想和构思,这就需要拟定一个实验方案。

实验方案不是凭空想像出来的,应针对研究项目系统、全面查阅资料,分析研究国内外的研究历史、现状和发展趋势,在前人工作的基础上,结合研究项目的目的和要求制定出来。实验方案是实验工作的指南。实验的成败和是否有效地进行与实验方案是否科学、合理、严密直接相关。

实验方案的主要内容有:

- | | |
|--------------|-----------------------------|
| ① 实验技术路线的选择; | ⑥ 实验操作步骤和取样分析方法的确定; |
| ② 实验方法的确定; | ⑦ 实验数据处理方法的确定及预期达到的实验结果的设想; |
| ③ 实验流程的设计; | ⑧ 实验进度的安排。 |
| ④ 实验内容的拟定; | |
| ⑤ 实验设计; | |

下面将对实验方案的主要内容分别进行介绍。

1.1.1 实验技术路线的选择

化工生产过程是将原料经过化学反应和物理变化转变为产品的过程。化工过程十分丰富多彩。制备一种产品,可以采用不同的原料,即使采用同一种原料也可采用不同的工艺技术。那么,如何选择和确定合理的工艺技术路线呢?应该是具体问题,具体分析,一般可根据以下原则来选择:

- ① 原料价廉、易得;
- ② 有技术优势,比如工艺过程比较简单,操作条件比较温和,操作控制容易等;
- ③ 得到的产品质量好、收率高;
- ④ 有较大的经济效益;
- ⑤ 有利于环保。

应根据实验研究项目的要求,在全面收资调研的基础上,对已有的各种工艺技术路线按照上述原则进行仔细的分析和评比,从中进行选择。

下面举例加以说明。

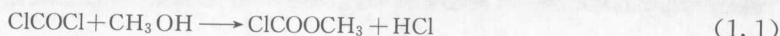
例 1.1 生产碳酸二甲酯的工艺技术路线选择

碳酸二甲酯是一种很有发展前途的化工新产品,其分子式为 $\text{CH}_3\text{OCOOCH}_3$ 。它含有甲基、羰基和甲酯基三种功能团,能与醇、酚、胺、酯及氨基醇等多种物质进行甲基化、羰基化和甲酯基化反应,生成苯甲醚、酚醚、胺基甲酸酯、碳酸酯等有机产品,是一种低毒、高

效,可制取高级树脂、医药和农药,有着广泛用途的中间体,因此已引起化工界的很大关注。现碳酸二甲酯的生产已开发出了许多生产方法,其中有代表性的方法有如下四种。

(1) 光气甲醇法

以光气和甲醇为原料,首先反应生成氯甲酸甲酯



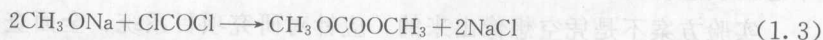
然后,氯甲酸甲酯与甲醇反应,得到产品



(2) 醇钠法

以甲醇钠为主要原料,将其与光气或 CO_2 反应,生成碳酸二甲酯。

① 甲醇钠与光气反应制碳酸二甲酯



② 甲醇钠与 CO_2 反应制碳酸二甲酯



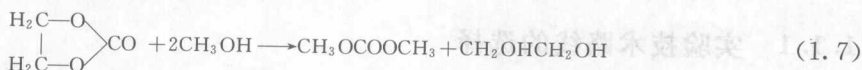
(3) 酯交换法

以碳酸丙烯酯(PC)或碳酸乙烯酯(EC)为原料,在碱催化作用下,与甲醇进行酯交换反应合成碳酸二甲酯(DMC),副产物为丙二醇或乙二醇。

① 以碳酸丙烯酯(PC)为原料制碳酸二甲酯



② 以碳酸乙烯酯(EC)为原料制碳酸二甲酯



(4) 甲醇氧化羰基化法

以甲醇、CO和氧气为原料,在钨系、钼系、铜系催化剂的作用下,直接催化合成碳酸二甲酯。



以上四条工艺技术路线,都可以制得所需的有价值的产品碳酸二甲酯。但是由于采用的原料不同,技术路线不相同,其结果也不相同。第一条工艺技术路线使用了剧毒的原料光气,且副产物盐酸对设备腐蚀严重,要求设备材质高,从环保角度和投资经济效益考虑,这一技术路线不可取。第二条工艺技术路线虽然副产物不是腐蚀性强的盐酸,而是氯化钠,但由于仍然要使用剧毒原料光气,且副产物氯化钠的价值比较低,从环保和经济效益考虑,也不可取。第三条工艺技术路线采用碳酸丙烯酯和碳酸乙烯酯为原料,它们可以从石油化工产品环氧丙烷和环氧乙烷与 CO_2 反应制得,原料来源比较充足,反应过程比较简单易行,对环境无污染,且副产物丙二醇和乙二醇也是有价值的化工产品。与第一、二条技术路线相比较,优点较多,但产物与副产物的分离、精制尚存在一定困难,且原料成本也较高。第四条工艺技术路线,采用甲醇、CO和 O_2 为原料,甲醇和CO可以从煤、石油、天然气等多种自然资源转化制得。原料来源广、易得且价廉,这就可以显著降低碳酸二甲酯生产的原料成本,工艺过程简单,而且无副产物,无污染,因此是十分有发展前途的工艺路线。选择这条

工艺技术路线，需要在研究和选择一种高效低廉的催化剂上下功夫。

1.1.2 实验研究方法

化工过程通常是十分复杂的，既有化学反应，又同时存在动量传递、热量传递、质量传递等过程，所涉及的物系既有气体、液体，又有固体，且时常多相共存，物系的性质在过程中还会发生变化；过程进行的几何边界十分复杂，如塔板、搅拌器、挡板等的几何形状多变，催化剂、填料等填充物的外形也是多变的，使得流动边界复杂且难以确定和描述。化工过程的这些特点就决定了化工研究方法具有自己的特点。

由于化工过程中，反应因素、设备因素和操作因素常常交织在一起，给实验结果的正确判断制造困难，为了要认识其内在的本质规律，必须采用将过程分解与系统简化相结合的实验方法。即在化学工程理论的指导下，将研究对象分解为不同的层次，然后在不同的层次上对实验进行合理的简化，并借助科学的实验逐一进行研究。

按照化学工程的理论，任何一个化工生产过程，均可将影响因素分解为化学因素和工程因素两类。化学因素体现的是反应本身的特性，它对过程的影响可通过本征动力学规律来表达。工程因素体现的是实现反应过程的环境，即反应设备的特性，其影响规律可以通过各种传递规律来表达。本征动力学规律与传递规律是相互独立的。在研究一个具体的反应过程时，应对整个过程按工程因素和化学因素进行不同层次的分解。在每个层次上抓住其关键问题，通过合理简化，开展有效的实验研究。随着过程的分解，实验也分为热模实验法与冷模实验法。

(1) 热模实验法

如果实验的目的是着重于探明化学反应本身的特性，则采用热模实验法。即在消除传递过程影响的条件下采用真实物料，研究反应动力学的规律。例如研究气固催化反应动力学，可以在等温积分或微分反应器中，采取减小催化剂粒度，消除粒内扩散，提高气体流速，消除粒外扩散和轴间返混，采取精确的控温技术，保证器内温度均匀等措施，使传递过程的干扰减至最小，从而测得准确可靠的动力学数据。

(2) 冷模实验法

如果实验的目的是着重于考察反应器内的传递规律。由于传递规律与反应规律无关，便不必使用真实的反应物系和反应条件。因此，可以采用廉价的空气、水、砂石、瓷环等代替真实物系，可以在比较温和的温度压力条件（如常温、常压）下进行实验。这种在没有化学反应条件下进行的实验研究，称为冷模实验法。冷模实验法耗资少，易于实现，是化学工程常采用的实验研究方法。但是，如果冷模实验的物料性质与实际物料性质（如密度、黏度、导热系数等）差别太大，冷模实验结果不足以描述实际过程时，则需要用真实物料进行实验。

对某些比较复杂的有化学反应的过程，不能通过对过程的合理简化得到过程的规律，往往采用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。通常开发一个生产化工产品的项目往往要经过三个阶段的实验研究。

(1) 实验室实验研究阶段

在此阶段先要进行探索性实验，初步确定产品及生产工艺路线，然后进行正式实验。在实验室规模下，对产品及其制造工艺进行深入全面的研究，包括确定工艺流程，主要工艺条件，原料、中间品及产品的规格，确定分析方法，进行材质腐蚀性实验和可能产生的污染及

防治方法的研究等。

(2) 模型实验(或中间实验)阶段

任务是验证工艺路线的可行性,为工业生产装置提供设计数据。确定适用的设备形式和材质,检验控制方法的可靠性。对主要技术指标和催化剂性能等进行验证。解决“三废”处理问题。有时,还需要提供一定的产品进行试用。中间实验的规模取决于中间实验所需要的内容和工业装置预期规模以及放大倍数。

(3) 工业规模实验

有些项目在通过中间实验以后,尚需按工业规模进行实验,以便为项目推进应用提供可靠的依据和数据,实验完全按工业规模进行。

化工实验按操作方式还可分为间歇式、连续式和半连续式三种实验方法。间歇式实验是将原料按一定配比一次加入,反应物也是在原料反应一段时间后一次排出。连续式实验是连续加入原料,连续排出反应物。半连续式实验是介于上述二者之间。间歇式实验的优点是设备简单、一个设备可做多个实验,且操作比较容易,实验比较机动灵活,大多在实验室研究阶段采用。中间实验可以采用间歇式实验方法,也可采用连续式实验方法。工业规模实验一般为连续式。

因此,当拿到一个实验研究课题以后,首先要弄清楚实验的目的和要求,针对实验的目的和要求,对课题进行仔细的分析和分解。看一看哪些任务应在实验室内完成?哪些任务应在中间实验阶段完成?哪些可以采用冷模实验法?哪些需要采用热模实验法?哪些需要连续法进行实验?哪些只需采用间歇法实验即可满足要求?经过仔细的分析和分解后,明确任务,确定具体方法,实验得以比较顺利地进行,少走弯路。

1.1.3 实验流程设计

工艺技术路线确定之后,就需要对实验的流程进行设计。实验能否顺利进行,操作是否方便,实验数据是否准确可靠,在很大程度上依赖于实验流程的设计。

在进行实验流程设计时,首先应画出流程示意图,简明地示出由原料到产品过程中各种物流的流向和经历的加工步骤,从而了解每个操作单元或设备的功能,以及相互间的关系,能量的传递和利用,副产物和三废的排放及其处理方法等重要的工艺和工程信息,为实验方案的实施,设备的选型,流程的组织、安装、调试等提供依据。

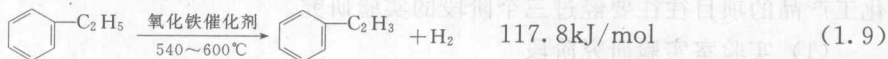
进行实验流程设计,需要有化学、物理的理论基础以及工程知识,结合生产实践,借鉴前人的经验。并运用推论分析、功能分析和形态分析等方法来进行实验流程的设计。

(1) 推论分析法

从产品出发,寻找实现生产出这一产品应具备哪些功能单元,将这些不同功能的单元逻辑地组合起来,形成一个具有整体功能的系统。举例说明如下。

例 1.2 对于乙苯脱氢制苯乙烯的实验流程设计

① 乙苯脱氢制苯乙烯的主要化学反应式为



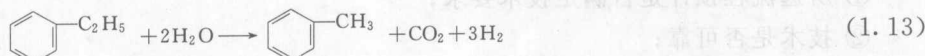
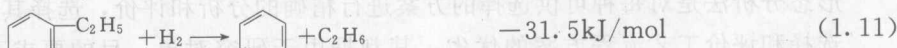
由上述反应可知,乙苯脱氢制苯乙烯的反应是在氧化铁催化剂存在下进行的,为了得到产品苯乙烯,在工艺流程中必须设计一个催化反应器。

② 进行催化反应,需要乙苯作原料,因此需要原料乙苯加料系统。

③ 由于乙苯脱氢制苯乙烯的反应是一个体积增加的反应,按照热力学的理论,降低压力有利于平衡向脱氢方向移动。可以采用添加水蒸气以降低乙苯分压的方法来提高平衡转化率。为此,在流程中应设计水蒸气发生和输送系统。

④ 乙苯脱氢制苯乙烯的反应是在 $540\sim 600^{\circ}\text{C}$ 下进行的,生成的苯乙烯在作为产品送出以前,必须预先冷凝。因此,在流程中要设置苯乙烯冷凝装置。

⑤ 乙苯脱氢制苯乙烯除了有生成苯乙烯的主反应外,还有一些副反应



从上述反应可知,在苯乙烯产品中尚含有苯、甲苯等副产品,一定要设计一个分离器,将主产品与副产品进行分离。

⑥ 反应生成的 CO_2 、 H_2 、 C_2H_4 、 C_2H_6 等气体需冷却后作为尾气排放。

根据以上分析可以设计出乙苯脱氢制苯乙烯的实验流程,如方块图 1.1 所示。

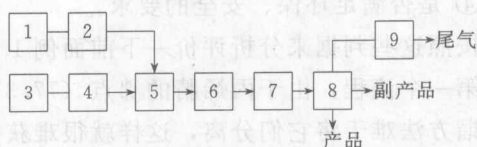


图 1.1 乙苯脱氢制苯乙烯实验流程设计图

1—乙苯贮槽; 2—乙苯计量管; 3—水蒸气发生器;

4—水蒸气计量器; 5—混合器; 6—催化反应器;

7,9—冷凝器; 8—分离器

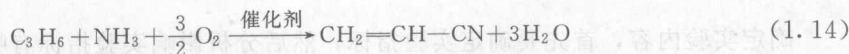
(2) 功能分析法

按照上面的推论分析法可以初步拟出制备一种产品应该由哪些功能单元组合而成。

但组成一个流程的功能单元可能有不同的实施方法和设备可供选择,功能分析法就是要缜密地研究每个单元的基本功能和基本属性,然后组成几个可以比较的方案以供选择。

例 1.3 丙烯氨氧化制丙烯腈生产过程中产物的分离流程

丙烯氨氧化制丙烯腈的主要反应为



在进行主反应的同时还会发生许多副反应,主要副产物有氢氰酸(HCN)和乙腈(CH_3CN),因此必须将主副产物加以分离,副产物氢氰酸也是一种很有用的化工原料。

丙烯腈与副产物的分离可以采用以下两种流程。

① 将丙烯腈和副产物同时从水溶液中蒸发出来,冷凝后,再逐个精馏分离,其流程如图 1.2 所示。



图 1.2 丙烯腈与副产物分离的工艺流程(一)

② 采用萃取精馏法先将丙烯腈和 HCN 解吸出来,乙腈留在水溶液中,然后再分离丙烯腈和 HCN ,其流程如图 1.3 所示。

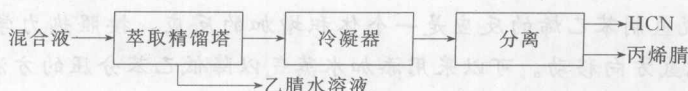


图 1.3 丙烯腈与副产物分离的工艺流程 (二)

(3) 形态分析法

用功能分析法已提出了几种可供选择的工艺流程方案,那么,到底应选择哪种流程方案呢?这就依赖于形态分析法。

形态分析法是对每种可供选择的方案进行精确的分析和评价,选择其中最优方案。

选择和评价工艺流程方案的优劣,其判据由于研究对象、目的要求不同而可能有所不同,但原则上可从以下几方面来考虑:

- ① 所选流程预计是否满足技术要求;
- ② 技术是否可靠;
- ③ 经济上是否合算;
- ④ 是否满足环保、安全的要求。

按照这些判据来分析评价一下前面例 1.3 所述的两个工艺流程。

第一个流程,由于丙烯腈的沸点 (77.3°C) 与乙腈的沸点 (81.6°C) 十分接近,采用普通精馏方法难于将它们分离,这样就很难获得高回收率和高纯度的技术指标,且处理过程复杂,必然增加投资和操作费用,不经济。

第二个流程,利用了乙腈能与水完全互溶,而丙烯腈在水中溶解度很小的性质,用水作萃取剂,可增大两者的挥发度,使精馏分离变得很容易,乙腈进入水相与进入油相的丙烯腈和氢氰酸分离。由于丙烯腈与氢氰酸的沸点相差很大,采用普通精馏方法即可将其分离。采用这一工艺流程,可获得回收率高、纯度极高的丙烯腈。并且由于处理过程简单,投资和操作费用也会较低。

通过以上对比,第二个流程方案比第一个流程方案优点多,因此得到广泛的采用。

1.1.4 实验内容的确定

确定实验内容,首先要确定实验指标,然后分析影响实验指标有哪些因素,找出这些影响因素与实验指标之间的关系。

实验指标,又称目标函数,是指达到实验目的而必须通过实验来获取的一些表征实验研究对象特征的参数。如在化工生产过程中的转化率、产品产量、质量、成本等。实验指标的确定必须紧紧围绕着实验的目的来确定。实验目的不同,研究的着眼点不同,实验指标也不一样。比如,都是进行催化剂的实验研究,如果是侧重于评价催化剂的性能,则往往以催化剂活性、选择性和寿命这三项作为实验指标;如果研究目的是测定催化剂的宏观物理性质,则实验指标就确定为催化剂颗粒直径及粒径分布、机械强度、比表面积和孔结构等。

实验因子,或称实验因素,是指那些可能对实验指标产生影响,可在实验中直接测定的一些独立变量(或参数)。如温度、压力、搅拌强度、原料组成、配比、流量等。

下面举例说明实验内容的确定方法。

例 1.4 确定“丙烯氧化制丙酮四元催化剂的工艺条件”的实验内容

丙烯气相部分氧化制备丙酮,采用磷-钼-铝-锰四元催化剂。要通过实验确定采用这种四

元催化剂制备丙酮的工艺条件，实验内容如下。

首先确定实验指标，选取催化剂的选择性、丙烯转化率和丙酮收率为实验指标。

然后确定实验因子，影响催化剂选择性、丙烯转化率和丙酮收率的因素很多，主要有反应温度、反应压力、接触时间、反应原料气配比等。

确定实验内容如下：

① 反应温度对实验指标的影响实验

② 反应压力对实验指标的影响实验

③ 接触时间对实验指标的影响实验

④ 反应原料气配比的影响实验 (a. 氧烯比的影响实验；b. 水烯比的影响实验)

⑤ 催化剂寿命考察实验

根据上述条件实验，找出了丙烯氧化制丙酮四元催化剂的适宜条件。在此适宜条件下，延长反应时间，提高反应温度，再测定丙烯的转化率和丙酮的收率，以考察催化剂的寿命。

1.1.5 实验设计

实验内容确定，完成实验流程的设计与安装后，即可着手具体的实验研究工作。首先，应确定实验指标、实验因子，进行实验设计，以求用最少的实验次数，得到最佳的实验结果。实验设计一般可分为单因素实验设计、正交实验设计以及序贯实验设计法等。在下一章中将作详细阐述。

1.1.6 实验操作步骤和取样分析方法

从原料到产品的化工生产过程要经过许多步骤才能完成，在实验研究方案中需要拟定出具体的实验操作步骤。例如，原料如何获取？原料是否需要预先进行精制处理？物料用什么仪器或以什么方式加入反应器？产品如何收集？产品是否需要精制？反应过程中排出的废气、废水及废渣如何处理等，在实验方案中都要仔细地考虑和安排。

在实验过程中，为了监控化工反应的进程和物料组成的变化以及为了获得实验的结果，都要进行取样分析。分析试样有原料、中间产物和产品，按其状态来分有固体、液体、气体和料浆等，固体又有块状、粒状和粉状之分。取的样品是否有代表性，分析方法是否正确可靠对实验结果有着十分重要的影响。例如，要确定开采一个矿山，如果取样分析出来的结果，该矿山值得开采，但由于取样不具代表性，或分析方法不正确，实际上矿山并不符合开采要求。如果按照错误的分析结果去开采了这个矿山，将会造成多大的经济损失啊！所以确定正确的取样分析方法十分重要。

要获得正确的分析结果，应当注意以下几点。

(1) 选择分析取样的位置要正确，所取的样品一定要具有代表性

例如，打算开发一个矿床，事先需要进行评估，采样分析的结果应符合这个矿床的平均品位，使偏差不超过规定的范围，否则将带来重大的经济损失。

(2) 要选择正确的取样方法

供分析、检验之用的样品，应有充分的代表性，使样品平均值与总体平均值的偏差不超过一定的范围，这就要求从总体中抽出必要的数量。从经济角度考虑，样品应该尽量少，但从具有代表性的角度考虑，样品越多越好。为了解决这一矛盾，就需要研究取样方法。固体、液体、气体各种样品的取样方法，请参考有关文献和书籍。

(3) 要选择正确的分析方法

许多原料、产品都有标准分析方法，应尽可能选用标准方法进行分析。

(4) 分析取样时，应尽量减少对系统的干扰

因为实验装置一般都比较小，可容纳的物料十分有限。如果分析取样不当，不仅会影响实验结果的可靠性，还会影响系统的稳定，甚至还会导致实验失败。如进行气液平衡实验时，如果不按规定取样，气相取得过多，会使平衡破坏，得不到正确的实验结果，实验失败。

(5) 分析取样的次数

在满足实验需要的前提下，尽可能减少分析取样的次数。这样不仅可减少分析工作量、节省药品的消耗，而且可避免干扰整个系统。目前随着色谱等新型分析技术的发展和电子计算机的广泛使用，使用在线取样分析已经得到广泛的重视和应用。这样大大缩短了取样分析的时间，对过程能及时进行控制和调节。

1.1.7 实验数据的处理方法及预想达到的实验结果

无论是开发一种新工艺或新产品，或对已有工艺或产品进行评比或鉴定，或要测定一些基础物性数据、热力学数据或工程数据，总是希望通过实验获得有关的数据和信息，从中分析总结出有用的规律和结论。因此，在拟定实验方案时就要预先设想出通过实验准备获得些什么结果，设计出实验原始记录的表格。通过实验获得了大量的实验数据，准备采用什么方法将获得的实验数据进行处理，才能揭示出事物内在的规律，获得有用的结论。

处理实验数据的方法主要有两大类，即图表法和数学模型法。

(1) 图表法

将实验数据以表格和图形的形式表示出来，就是图表法。

实验数据表又分两类，一类为实验原始记录表，一类为实验结果表。实验原始记录表是将所有的实验数据，包括中间和最后的实验及计算结果记录于表格中。实验结果表是将实验过程中得出的结论，即变量之间的依从关系以表的形式列出，这就是列表法。将实验的因变量与自变量的依从关系以曲线图的形式表示出来，就是图形表示法。

(2) 数学模型法

数学模型法是将实验结果即各因素间变化的依从关系用一个数学表达式表示出来。这种表示实验结果的方式形式紧凑，且可用电子计算机进行数据的处理，非常方便。

1.2 实验流程的组织 and 实施

要完成实验方案中提出的工艺路线、实验内容等，必须在一定的实验装置中按一定的工艺流程来进行。实验方案的实施，主要包括三个方面的内容：①实验流程的组织；②组成流程各单元实验设备的设计和选用；③实验流程的安装与调试。

1.2.1 实验流程的组织

在进行实验流程的组织时，首先抓住过程的核心——反应过程，从它入手来建立与之相关的各个过程。要进行反应，必然需要设置原料系统，经过反应后得到的反应物往往不是一种，需要设置分离系统将其进行分离处理。主要反应物可能还需要设置精制提纯系统使之纯

化。副产物从环保和资源利用的角度考虑，尚需设置副产物加工处理系统。这样就组织成一个化工实验流程，如图 1.4 所示。

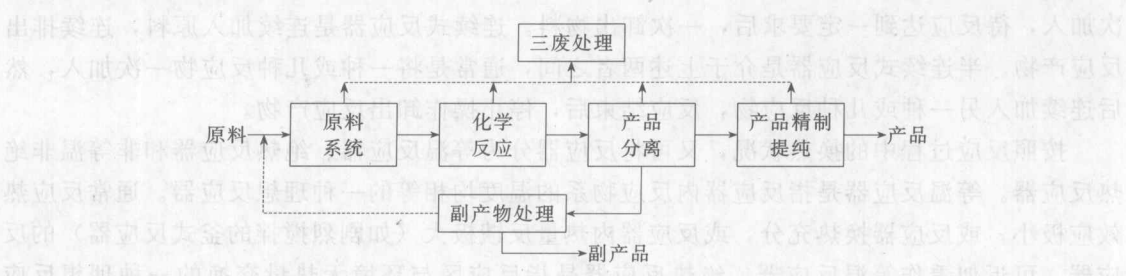


图 1.4 化工实验流程简图

由图 1.4 可见，化工生产流程主要包含原料的预处理系统、化学反应系统、分离系统、产物和副产物的处理几个部分。下面分别加以简述。

1.2.1.1 原料预处理系统

在实验中所用原料有三类：气体原料、液体原料和固体原料。

(1) 气体原料

如 CO、CO₂、O₂、N₂、H₂、SO₂ 等，大多是用钢瓶装的成品，有时可采用化学反应方法制备，如用硫酸和硫化钠制备 H₂S 气体等。气体混合物的制备，是将各种气体分别准确计量后混合而成。

气体的净化通常采用吸附或吸收的方法。如用硅胶和分子筛脱水，用活性炭脱硫，用硫酸脱除酸雾或碱雾等。有些气体中的杂质不易用普通物理方法除去时，还要采用化学方法除去。例如，为了避免原料气中有毒杂质使催化反应器中的催化剂中毒，有时在反应器前预置一段催化剂，使之在活性温度下操作，使毒物杂质在进入反应段之前除去。

(2) 液体原料

如水、乙醇、硫酸等。一般有化学试剂出售，可直接选用。

液体净化常采用精馏、吸附、沉淀等方法。如用精馏法提纯苯，用活性炭吸附脱色，用硫化物沉淀法脱重金属离子等。

(3) 固体原料

如各种矿石、无机盐等。采用矿石作原料，例如用磷矿制磷酸或磷肥时，磷矿需经粉碎、磨细、筛分、计量等工序预处理。

无机盐原料，如食盐、氯化钾等，大多作为工业品或试剂出售，可直接购买。如果要求纯度较高的这类产品作原料时，需经过溶解、重结晶等方法预处理。

1.2.1.2 反应器的选择

反应器是实现反应的设备，根据反应对象和进行的反应类型不同，反应器有多种型式。在化工生产中，按反应器中的物相可分为以下几种型式。

气相单相反应器：管式反应器、喷射反应器、燃烧炉

液相单相反应器：釜式反应器、喷射反应器、管式反应器

固相单相反应器：回转炉

气-固多相反应器：鼓泡塔、鼓泡搅拌釜、填充塔、喷射反应器、曝气池

液-液多相反应器：釜式反应器、喷射反应器、填充塔

固-固多相反应器：搅拌釜、回转窑、反射炉