



高等学校教材

化学工程实验

华东理工大学

天津大学

等合编

四川联合大学

2-33

化学工业出版社

高等学校教材

化学工程实验

华东理工大学
天津大学 等合编
四川联合大学



化学工业出版社
·北京·

(京)新登字 039 号

图书在版编目(CIP)数据

化学工程实验/华东理工大学等编. - 北京:化学工业出版社,1996
高等学校教材

ISBN 7-5025-1593-3

I.化… II.华… III.化学工程-实验-高等学校-教材 IV.TQ02-33
中国版本图书馆 CIP 数据核字(96)第 06064 号

出版发行: 化学工业出版社(北京市朝阳区惠新里 3 号)

社长: 俸培宗 总编辑: 蔡剑秋

经 销: 新华书店北京发行所

印 刷: 北京市通县京华印刷厂

装 订: 北京市通县京华印刷厂

版 次: 1996 年 6 月第 1 版

印 次: 1996 年 6 月第 1 次印刷

开 本: 787 × 1092 1/16

印 张: 12 3/4

字 数: 312 千字

印 数: 1 - 3000

定 价: 10.50 元

编写说明

《化学工程实验》为高等化工院校化学工程专业的专业实验教材,是以化学工程专业指导委员会讨论通过的《化学工程实验》教学大纲为依据,经部分学校代表参加讨论,在调查研究各校教学情况的基础上确定了实验的具体内容和章节的安排,由参加编写的学校分头执笔完成的。全书分为两篇,第一篇为实验,第二篇为实验中的测试技术。第一篇实验部分根据教学大纲的要求汇编了部分院校较成熟的实验,包括化工热力学、传递现象、分离工程与化学反应工程等方面的内容共 19 个实验作为基本实验(学时数 40),考虑到现在各校已开出的实验中,有些与基本实验雷同,亦可以达到相同的教学要求,可用来替代有关基本实验,故在书中列出了这些实验项目的名称。

同时,考虑到有些院校已建成了一些技术较复杂,难度较大的实验,为了充分发挥实验装置的作用和实行因材施教提高教学水平,还列出了一些参考实验项目。

每个实验内容主要由目的要求、原理、装置设备、实验步骤、数据处理及思考与讨论等六部分组成。

基于各校的教学经验,一致认为学生在实验前的预习是至关重要的,为此集中提出预习的要求:明确实验目的与要求;掌握实验原理;了解实验装置及所使用仪器的性能;熟悉实验步骤;设计实验原始数据记录表;然后完成预习报告作为实验报告的组成部分。

在第二篇主要介绍化学工程实验中常用的测试技术以及微机的应用。

参加本书编写的人员有华东理工大学的张至英、骆赞椿、毛之侯、任德呈、范自晖、张鸿喆、唐小琪、张濂、吴俊生;天津大学的刘光永、张福芝、尚臣、辛峰、郭红宇;四川联合大学的涂敏端、何锐章、赖国长、赖素君。本书由北京化工大学施力田、天津大学刘光永审定。

浙江大学、大连理工大学、华南理工大学、北京化工大学为本书编写提供宝贵的资料与帮助,特此表示感谢。

本教材主要对象是化学工程系高年级的学生,对其它专业的学生和工程技术人员也有参考价值。

限于编写人员的水平,必然会存在不少错误,望斧正。

编者 1995 年

内 容 提 要

本书是依据高校化学工程专业教学指导委员会讨论通过的‘化学工程实验’教学大纲进行编写的。全书内容分为两篇：第一篇实验部分汇编了部分院校较成熟的十九个实验，包括化工热力学、传递现象、分离工程、化学反应工程等方面的实验，每个实验内容按实验的目的要求、原理、装置、实验步骤、数据处理等项予以介绍。并列有替代实验和参考实验项目供学校选择。第二篇主要介绍实验中常用的参数测试技术以及微机在测试中的应用。

目 录

第一篇 实验部分

绪论	(1)
第一章 化学工程实验的组织与实施	(2)
第一节 实验方案的拟定	(2)
第二节 试验设计	(6)
第三节 主要实验设备的设计和选择	(12)
第四节 工艺管线和仪表的设计及选择	(21)
第五节 化学工程实验流程的组织	(23)
第六节 实验流程的安装和调试	(27)
第二章 实验	(29)
实验一 液体的表面张力和粘度的测定	(29)
实验二 气体的 $p-V-T$ 关系和压缩因子的测定	(32)
实验三 二元系统汽液平衡数据的测定	(34)
实验四 三元液-液平衡数据的测定	(36)
实验五 液体饱和蒸气压的测定	(40)
实验六 圆管中速度分布测定	(42)
实验七 固体小球对流传热系数的测定	(45)
实验八 极限电流法三传类比实验	(47)
实验九 液液传质系数的测定	(50)
实验十 逆流萃取模拟实验	(53)
实验十一 点效率的测定	(56)
实验十二 填料塔分离效率的测定	(59)
实验十三 共沸精馏制备无水乙醇	(62)
实验十四 连续酯化反应精馏	(66)
实验十五 单釜与三釜串联反应器中的返混实验	(69)
实验十六 用动态法测定甲醇分解动力学参数	(74)
实验十七 气固催化反应速度的测定	(78)
实验十八 气液吸收反应速率的测定	(81)
实验十九 多孔催化剂内扩散系数的测定	(85)
可替代实验项目名称	(88)
参考实验项目名称	(88)

第二篇 测试技术部分

绪论	(89)
第一章 化学工程实验中各类参数的测试方法	(91)
第一节 饱和蒸气压及汽液平衡测试技术	(91)
第二节 流体的热物理性质测试技术	(103)
第三节 非均相物性参数的测试技术	(122)
第四节 催化剂基本物性测试技术	(129)
第五节 动量、热量、质量传递系数测定技术	(142)
第六节 反应动力学的测试技术	(163)
第二章 微机在化工参数测试中的应用	(173)
第一节 概述	(173)
第二节 在数据采集系统中 IBM PC 机有关的硬件和 BASIC 语言接口编程的指令 ...	(178)
第三节 微机在化学工程实验中用于数据采集和控制的示例	(185)

第一篇 实验部分

绪 论

化学工程是一门工程性很强的学科,在石油化工、医药、环保、轻工、生化、冶金等行业都得到广泛应用。化学工程又是一门研究过程共性规律的学科,它包含了化工热力学,化学反应工程、分离工程、传递现象、化工系统工程等内容,它的研究对象小的可以小到分子级大的可大到一个车间乃至全厂,研究它们的内在规律,以解决如何实现从实验室研究到工业生产的问题,因此化学工程是进行新材料、新工艺、新产品、新设备开发中不可缺少的环节。

实验研究是化学工程研究中的主要方法,因此对一个化学工程专业人员而言,如何设计实验和进行实验研究,并能从中得到规律性的东西将是十分重要的,‘化学工程实验’就是为了完成这一基本训练而设立的一门课程。

化学工程的专业课程(化工热力学、化学反应工程、分离工程、传递现象、化工系统工程)是化学工程实验的理论基础。它与化工原理实验、毕业论文、毕业设计等教学环节一起组成完整的工程实验系列。通过这一环节,进一步提高学生进行工程实验研究的能力,分析问题、解决问题的能力,为今后的工作奠定必要的基础。

第一章 化学工程实验的组织与实施

在化学工业中,无论开发新产品、新工艺和新设备,或对旧的工艺方法和设备进行改造,往往都要进行实验。虽然 20 世纪 50 年代即已开始广泛采用数学模型的研究方法,但是实验方法仍占着重要地位。因为建立数学模型所需的基础数据要依靠实验来测定;模型要通过实验来鉴别;模型参数要通过实验来求取;模型的可靠性也要通过实验来加以验证。因此,实验在化学工业和化学工程的发展中仍起着非常重要的作用。

化工工作者常常需要与实验打交道。在大学阶段,为了培养从事实验研究的能力,更好地适应社会的需要,在此将比较系统地介绍化学工程实验的组织 and 实施。

化学工程实验的组织与实施包括以下几项内容:(1) 实验方案的拟定;(2) 实验设计;(3) 主要实验设备的设计和选择;(4) 管道和仪表的设计和选择;(5) 实验流程的组织;(6) 实验流程的安装和调试。

第一节 实验方案的拟定

在组织化学工程实验时,首先要对整个实验过程的进行作一个全面概括的设想和规划,使实验者对实验作到心里有数,要拟定实验方案。一个好的实验方案,对实验有很好的指导和监督作用,可以保证和促进完成预期的实验任务。

实验方案应当是在对实验项目进行系统、周密的调查研究的基础上制定的。在实验项目确定以后,先要查阅有关资料,收集该项目的国内外研究历史、现状和发展趋势,收集有关该项目的研究方法、检测方法以及有关基础数据,尽可能利用前人的研究成果,以避免无意义的重复。

实验方案包括的内容及实验方案的作用表示在图 1-1-1 中。

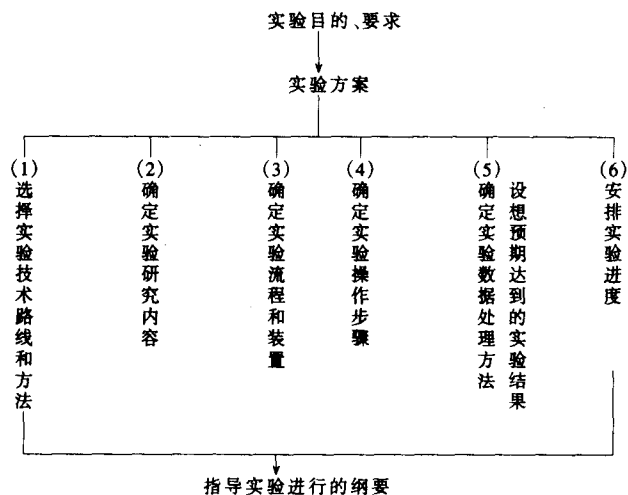


图 1-1-1 实验方案的主要内容及作用

由图 1-1-1 可见,实验目的、要求是制定实验方案的依据,收集资料是制定实验方案

的前提条件，实验方案则是指导实验进行的纲要。

一、实验技术路线和方法的选择

实验研究的目的和要求视课题而有所不同，有的着重于工艺的研究，有的着重于设备参数和过程参数的研究，有的则侧重于物性参数的测定。不同的实验研究目的，选择实验研究方法亦不相同。

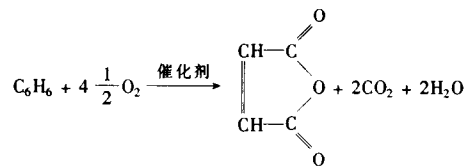
例如要研究填料塔内流体流动状况及其参数，可以采用冷模或热模实验法。

冷模实验是冷态模型实验的简称，它是在没有化学反应的条件下，利用水、空气、砂子和瓷环等廉价的模拟物料进行实验，以探明反应设备传递过程的规律。冷模实验是基于将在反应设备内进行的化工过程分解为化学反应和传递过程，并且认为在设备放大过程中，化学反应的规律不会因设备尺寸而变化，设备尺寸主要影响流体流动、传热和传质等传递过程的规律。因此，用小型装置测得化学反应规律后，在大型装置中只需考察传递过程的规律，把二者结合起来，即可推得所需的结果，这样可使实验大为简化，实验时间和费用大大节省。因此研究填料塔内流体流动状况及其参数采用冷模法时，物料来源简便经济；设备简单，便于观察现象，操作控制方便。但是如果模拟实验的物料性质与实际物料性质（密度、粘度、导热系数等）差别太大，冷模实验结果不足以描述实际传递过程时，则需要采用真实物料进行实验。

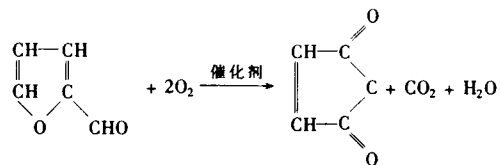
另一个例子是制取顺丁烯二酸酐。这是属于工艺性质的实验。怎样选择实验技术路线和方法呢？

通过查阅资料得知，制备顺丁烯二酸酐有以下几种方法：

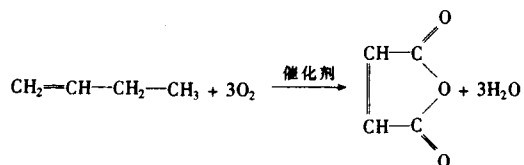
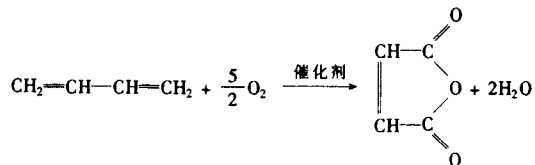
1. 苯氧化法，其主要反应为：

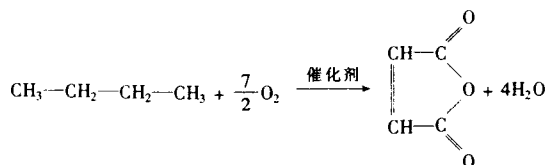


2. 糠醛空气氧化法，其主要化学反应为：



3. 碳四馏分氧化法，其主要化学反应为：





以上三种方法，到底选哪一种呢？首先对三种方法进行仔细的分析评比。第一种方法的收率较高，但原料苯中有两个碳原子生成了二氧化碳，使其具有重要用途的苯原料没有得到充分有效的利用，经济上不合理；第二种方法，原料糠醛的成本高，也不经济；第三种方法，由于丁烷是廉价且容易获得的原料，用它进行气相氧化反应生成顺丁烯二酸酐，可以降低产品成本。实验选择 V-P-O 体系催化剂，用丁烷氧化制顺丁烯二酸酐工艺技术路线。

工艺技术路线选定以后，选择什么实验方法呢？根据过程的复杂程度不同，可以采用一步实验法或分步实验法。一步实验法适合于比较简单的工艺过程。对于比较复杂的工艺过程，常常将过程分解为一些分过程，首先分别对各分过程进行实验，然后再将各分过程联起来进行全流程实验。

二、确定实验研究内容

实验研究内容要围绕实验目的来安排。例如填料吸收塔的研究课题，目的是研究塔内流体流动状况及参数。对于填料塔，最重要的流体流动现象和参数为阻力降与气速和气液比的关系，液泛现象和泛点气速，流体的分布情况等。那么实验内容的安排应紧紧围绕着观察这些现象和测定有关参数，从而求得传质系数和吸收效率。

实验确定泛点气速的方法有两种：一种是从小到大逐渐改变气相流量进行实验，随时观察塔内的操作状况，读取液泛现象出现时的气相流量；另一种是测定如图 1-1-2 所示的填料塔的 $\lg \Delta p - \lg u$ 曲线。图中曲线斜率急剧增大，而趋于无穷大的转折点 F，即为所求液泛点。其对应的空塔气速，即为液泛气速。图中的 L 点，称为载点。

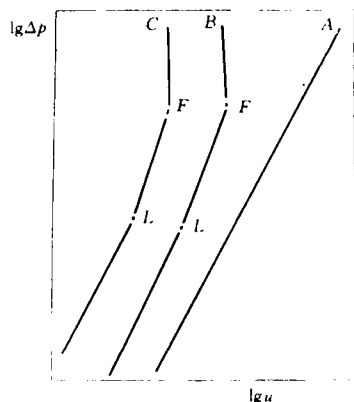


图 1-1-2 填料塔的 $\Delta p - u$ 关系图
 Δp —压力降； u —气体空塔速度

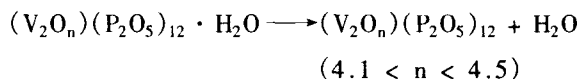
液体在填料塔内的分布情况，关系到填料表面的有效利用率，对塔的传质性能影响极大，液体的分布情况包括液体在塔顶截面上的原始分布是否合理，是否均匀；液流的向壁效应是否严重，液流再分布器的安排是否合理。

对于制顺丁烯二酸酐的研究课题中，催化剂对该反应的影响很大，因此研究内容应主要集中在催化剂的制备和选择、活性测试和催化剂寿命测试等方面。

制备和选择催化剂的主要任务是寻找一种具有高活性和高选择性的物质，并使这种性质保持长久，不易中毒和老化。所制得的催化剂应具有一定的机械强度和耐磨强度、耐热性能。

制备好的催化剂，通常要经过“活化”处理。即在一定的温度和压力下，用一定组成的气体对催化剂进行处理，使其中以某种氧化物、氢氧化物或盐的形态存在的活性组分得到还原或进行相变，以获得催化反应所必需的活性组分和相组成。V-P-O 型催化剂，它是蓝色

块状物，需经破碎、压片、再破碎，选取(20~40)目的样品 30g，装在直径为 18mm，长 600mm 的玻璃反应管中，通入空气在 400℃条件下活化 10h，控制空气流速为 60L/h。活化过程的主要反应为：



在进行活化过程时，要严格掌握活化过程的温度、压力、气体组成和活化操作时间。这对于催化剂的孔结构及活性具有很重要的影响。

为了观察催化剂的活性、选择性随时间变化的情况，考察催化剂失活的原因，常采用在催化剂活性最佳的操作条件下进行催化剂长期运转寿命实验。

三、确定实验装置流程

实验必须在一定的实验装置中进行。根据实验目的，首先选定主要实验设备，然后选择有关辅助设备，再选管道连接方式及操作控制系统。以丁烷氧化制顺丁烯二酸酐的实验为例，其装置流程如图 1-1-3 所示。

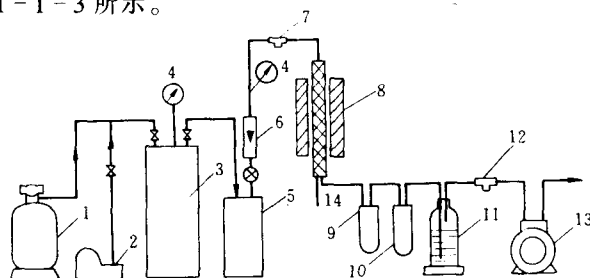


图 1-1-3 丁烷氧化制顺丁烯二酸酐实验装置流程

1—丁烷钢瓶；2—空气压缩机；3—配气罐；4—压力计；5—缓冲罐；6—转子流量计；7—混合气取样口；8—反应器；9、10—样品捕集器；11—水吸收器；12—尾气取样口；13—湿式流量计；14—热电偶（与控温系统联接）

丁烷氧化制顺丁烯二酸酐的反应过程属于气-固催化反应过程，在考虑实验装置时，首先要考虑选择一个合适的催化反应器。由于固定床积分反应器在实验室比较容易制作，操作也简便，可通过分析反应前后丁烷的浓度就能确定丁烷的转化率，通过酸碱滴定法可求出顺丁烯二酸酐的收率，从而方便地计算出顺丁烯二酸酐的选择性，故选择固定床积分反应器作为实验用的反应器。

制顺丁烯二酸酐的原料为丁烷和氧，在考虑实验装置时，要考虑怎样供给这些原料。在实验室，选用钢瓶装丁烷，选空气压缩机压送空气供给所需氧气是较实际。丁烷与空气应按一定比例混合后进入反应器，且要求流量尽可能稳定，故在反应器之前设置了配气罐 3 和缓冲罐 5。

反应后的气体含顺丁烯二酸酐和未反应的丁烷气，需考虑分离和收集，故在流程中设置了水吸收器和捕集器。

为了测温、测压、测流量，流程中安排了测温系统、压力计和流量计。为了取样分析，设置了分析取样口（见图 1-1-3）。

四、确定实验操作步骤

实验操作步骤包括实验怎样开始、结束，如何控温、控压、控制流量以及如何取样进行分析等步骤。

丁烷氧化制顺丁烯二酸酐的实验步骤是：首先对装置进行试漏，装置不漏即可正式进行实验。开启空气压缩机和丁烷贮罐的阀门，使空气与丁烷在配气罐中混合，混合气含丁烷为1.5%，将配好的混合气以标准空速 1500h^{-1} 通入反应器。开启温度控制器，待反应温度达 380°C ，保持温度恒定，同时取下原捕集器，重新接上串联捕集器，开始计时取样，每次取样时间为30min，每10min做一次记录。所取出的原料气及尾气采用气相色谱进行分析。生成的顺丁烯二酸酐的含量，可利用其可溶于水呈酸性的性质，采用水洗涤收集下来后，用NaOH标准碱溶液滴定的方法确定。

五、实验数据的处理方法及设想预期达到的实验结果

在拟定试验方案时就要估计到：通过实验获得哪些数据和信息？这些数据通过什么方法进行处理？实验最终可能达到哪些预期的结果？

以丁烷氧化制顺丁烯二酸酐的实验为例，通过实验，设想可以达到下述研究结果：

1. 获得丁烷转化率与反应温度的关系；丁烷转化率与空速的关系；
2. 获得顺丁烯二酸酐收率与反应温度的关系；顺丁烯二酸酐收率与空速的关系；
3. 获得顺丁烯二酸酐选择性与反应温度的关系；顺丁烯二酸酐选择性与空速的关系。

为了获得丁烷转化率，顺丁烯二酸酐收率和顺丁烯二酸酐选择性等数据，将实验取样分析获得的结果进行如下的处理即得。

$$\text{丁烷转化率 } x = \frac{C_{\text{原料气}} - C_{\text{尾气}}}{C_{\text{原料气}}} \times 100\%$$

$$\text{顺丁烯二酸酐收率 } y = \frac{N_{\text{NaOH}} \left(\frac{V_{\text{NaOH}}(\text{mL})}{1000} \right) \left(\frac{M_{\text{酸酐}}}{2} \right)}{\frac{V'(\text{L})}{22.4} \times C_{\text{尾气}} \times M_{\text{丁烷}}} \times 100\%$$

$$\text{顺丁烯二酸酐选择性 } S = \frac{x}{y} \times 1.69$$

式中 $C_{\text{原料气}}$ 、 $C_{\text{尾气}}$ ——分别表示原料气和尾气中碳4馏分的浓度 (vol%)；

N_{NaOH} ——NaOH摩尔浓度；

V_{NaOH} ——消耗的NaOH毫升数 (mL)；

V' ——尾气取样的总体积 (L)；

$M_{\text{酸酐}}$ 、 $M_{\text{丁烷}}$ ——分别表示顺丁烯二酸酐和丁烷的分子量；

1.69——顺丁烯二酸酐与丁烷分子量之比。

六、安排实验进度

根据实验研究内容，进行实验设计（见下节），确定出要做多少实验，每个实验大概需要多少时间？以时间顺序安排出具体的实验日程，以便督促和检查实验进度。

由上所述，为了指导实验有目的、有计划和有步骤地进行，在正式进行实验之前，拟定实验方案是十分必要的。但要指出的是，实验方案并非一成不变，随着实验的深入进展或情况发生了变化时，就应及时对实验方案进行必要的修改、补充和调整。

第二节 试验设计

在做任何一项试验时，人们总是希望花费的时间最短，花费的财力和物力最少，而获得的数据最可靠，最能说明问题，这就要求在试验前先对实验作合理的安排。实验的各种科学安排方法，统称为试验设计方法。

试验设计的方法很多，如优选法、正交试验法、序贯试验法等。由于介绍各种试验法的专著和书籍较多，在此不一一详述。本节以正交试验法为例，阐述如何用来安排试验和分析试验结果。

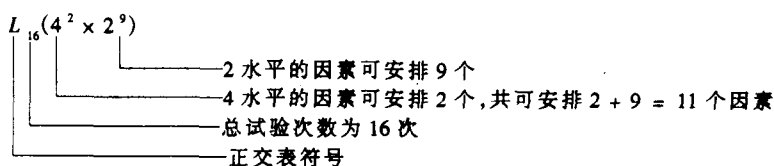
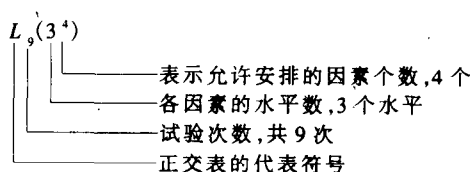
为了便于讨论起见，首先将试验设计中常用的术语和符号定义如下：

(1) 试验指标，是表征试验研究对象的一些特征参数值。如转化率、收率、产品纯度等。

(2) 因素，是对试验指标可能产生影响的原因或条件，称为试验因素或简称因素。如温度、压力、原料组成等。

(3) 水平，是试验时对试验因素所选定的具体状态。如对试验因素（如温度）取三个值，就称温度这个因素具有三水平。如用符号 A 表示温度，则 A_1 、 A_2 、 A_3 中的下标 1, 2, 3 即表示因素 A 的三个水平。

(4) 正交表，使用正交试验法必须应用正交表，有各种正交表。下面举例说明正交表的符号和意义。



正交试验通常包括以下几个步骤：

- (1) 根据试验目的，确定考察指标；
- (2) 确定考察的影响因素和水平；
- (3) 选用正交表；
- (4) 按正交表安排试验；
- (5) 对试验结果进行分析，找出最优化条件。

下面举例加以说明：

试验题目：乙酰胺苯磺化反应试验

试验目的：寻找提高乙酰胺苯磺化反应产品收率的途径

步骤：

- (1) 根据试验目的，确定考察指标为乙酰胺苯磺化反应产品的收率。
- (2) 确定考察的影响因素和水平

影响乙酰胺苯磺化反应的因素很多，其中主要因素有：反应温度、反应时间、硫酸浓度和操作方法。因而确定试验因素为 4。每个因素取 2 水平。试验选定的因素和水平如表 1-1-1 所示。

- (3) 选用正交表。

选用正交表的基本原则是：

表 1-1-1 确定因素和水平表

水平 \ 因素	反应温度 A	反应时间 B	硫酸浓度 C	操作方式 D
一水平	$A_1 = 50^\circ\text{C}$	$B_1 = 1\text{h}$	$C_1 = 17\%$	$D_1 = \text{搅拌}$
二水平	$A_2 = 70^\circ\text{C}$	$B_2 = 2\text{h}$	$C_2 = 27\%$	$D_2 = \text{不搅拌}$

① 根据试验要求选用。试验精度要求高，可选用试验次数多的 L 表；试验费用昂贵的，可选用次数少的 L 表；因素之间有交互作用的，宜选用大表，否则选用小表。

② 根据水平数选用相应的 L 表。如各因素均为 3 水平时，可选用 $L_9(3^4)$ 、 $L_{27}(3^{12})$ ，或 $L_{18}(2 \times 3^7)$ 等正交表。选用 $L_9(3^4)$ 表时，试验次数比较少，只做 9 次实验，但 3 水平的因素只能安排 4 个，试验精度较差。选用 $L_{27}(3^{12})$ 表时，3 水平的因素可以选 12 个，实验次数多，试验精度较高，但费用增加。如果选用混合正交表 $L_{18}(2 \times 3^7)$ 表，可以安排 2 水平 1 个因素，3 水平 7 个因素，试验精度比 $L_9(3^4)$ 表明明显提高，而且比选 $L_{27}(3^{12})$ 表少做 9 个实验。所以正确选用混合水平正交表是一项技术，它可以使正交试验法应用得更加广泛、灵活和有成效。

对于乙酰苯胺磺化问题，在选定的四个因素中，考虑到反应温度，反应时间和硫酸浓度之间可能有交互作用，这三个交互作用以代号 AXB 、 AXC 和 BXC 表示。鉴于存在交互作用的情况，故选用 $L_8(2^7)$ 正交表。

(4) 按正交表安排试验。

用正交表安排试验时，特别对有交互作用的试验要认真进行表头设计。表头设计的顺序是，先安排交互作用强的因素，再安排交互作用弱的因素，最后安排没有交互作用的因素，应尽可能使交互作用和因素不致发生混杂和重叠。

表 1-1-2 正交试验表头设计

列号	1	2	3	4	5	6	7
因素	A	B	AXB	C	AXC	BXC	D

- 乙酰胺苯磺化反应试验有 4 个因素和 3 个交互作用，可以将表头设计成表 1-1-2 所示的形式。

根据此表头设计，安排试验按表 1-1-3 所示进行。

表 1-1-3 选用 $L_8(2^7)$ 正交表进行试验安排

列号	1	2	3	4	5	6	7
因素	A	B	AXB	C	AXC	BXC	D
试验序号	1	$A_1(50^\circ\text{C})$	$B_1(1\text{h})$		$C_1(17\%)$		$D_1(\text{搅拌})$
	2	A_1	B_1		$C_2(27\%)$		$D_2(\text{不搅拌})$
	3	A_1	$B_2(2\text{h})$		C_1		D_2
	4	A_1	B_2		C_2		D_1
	5	$A_2(70^\circ\text{C})$	B_1		C_1		D_2
	6	A_2	B_1		C_2		D_1
	7	A_2	B_2		C_1		D_1
	8	A_2	B_2		C_2		D_2

根据表 1-1-3 的试验安排，对于乙酰胺苯磺化试验总共需作 8 次。第一次试验条件是：反应温度 $A_1 = 50^\circ\text{C}$ ，反应时间为 $B_1 = 1\text{h}$ ，硫酸浓度为 $C_1 = 17\%$ ，操作方式为 D_1 ，采用搅拌方式，即表中试验序号 1 对应横行所列出的各项试验条件。同理，第二次试验则选取试验序号 2 对应的横行所列的实验条件，即 $A_1(50^\circ\text{C})$ 、 $B_1(1\text{h})$ 、 $C_2(27\%)$ 、 $D_2(\text{不搅拌})$ 。依此类

推,其它各次试验采用的试验条件则为该次试验序号对应行的各试验条件。

(5) 试验结果分析。

通过正交试验后,为了分析影响因素的主次,选择各因素的最优水平,必需对试验结果进行分析,可以采用极差分析和方差分析法。

极差分析是最简单、最容易掌握的一种分析法。所谓极差,是指各因素的不同水平的试验结果间的最大差值。极差愈大,表明该因素的影响愈大。以乙酰胺苯磺化反应为例,其试验结果和极差分析列于表 1-1-4 中。

表 1-1-4 试验结果的极差分析

列号	1	2	3	4	5	6	7	试验指标 产率 y %
因素 试验序号	反应温度 A	反应时间 B	硫酸浓度 AXB C	AXC	BXC	操作方法 D		
1	1	1	1	1	1	1	1	65
2	1	1	1	2	2	2	2	74
3	1	2	2	1	1	2	2	71
4	1	2	2	2	2	1	1	73
5	2	1	2	1	2	1	2	70
6	2	1	2	2	1	2	1	73
7	2	2	1	1	2	2	1	62
8	2	2	1	2	1	1	2	67
Σy_I	283	282	268	268	276	275	273	
Σy_{II}	272	273	287	287	279	280	282	
$\Sigma y_I / 4$	70.75	70.50	67.00	67.00	69.00	68.75	68.25	
$\Sigma y_{II} / 4$	68.00	68.26	71.75	71.75	69.75	70.00	70.50	
极差	2.75	2.25	4.75	4.75	0.75	1.25	2.25	
$\Sigma y_I + \Sigma y_{II}$	555	555	555	555	555	555	555	

表 1-1-4 中各列的 Σy_I 等于表中各列水平为 1 对应的产率 y 之和, Σy_{II} 等于表中各列水平为 2 对应的产率 y 之和。例如第 1 列的 $\Sigma y_I = 65 + 74 + 71 + 73 = 283$, $\Sigma y_{II} = 70 + 73 + 62 + 67 = 272$ 。

由表中计算出的极差大小值可以看出,第 3 列和第 4 列的极差值最大,表明硫酸浓度和反应温度与反应时间的交互作用对反应的影响最主要,其次是反应温度和操作方法, AXC 和 BXC 的交互作用影响最小,可以不予考虑。

因为 AXB 的交互作用影响很重要,到底 A 和 B 要怎样组合才可获得最良好的试验效果呢? 将 A 、 B 不同水平的组合排成表,称为交互作用因素二元表,如表 1-1-5 所示。

表 1-1-5 交互作用因素二元表

产率 (y) 反应时间 (B)	温度 (A)	
	$A_1 = 50^\circ\text{C}$	$A_2 = 70^\circ\text{C}$
$B_1 = 1\text{h}$	$(y_1 + y_2)/2 = 69.5$	$(y_5 + y_6)/2 = 71.5$
$B_2 = 2\text{h}$	$(y_3 + y_4)/2 = 72$	$(y_7 + y_8)/2 = 64.5$

y_i —第 i 次试验获得的产率。

从表 1-1-5 可见, A_1B_2 或 A_2B_1 组合条件得到的结果均较好。

综上所述, 找到乙酰苯磺化反应的最佳操作条件为 $A_1B_2C_2D_2$ 或 $A_2B_1C_2D_2$, 即所选择的最适宜试验条件应为

第一套:

反应温度 70℃; 硫酸浓度 27%;

反应时间 1h; 操作方法 不搅拌

第二套:

反应温度 50℃; 硫酸浓度 27%;

反应时间 2h; 操作方法 不搅拌

极差分析虽然比较简单、直观, 但是极差分析没有将试验误差和因素影响区别开来, 因此所提供的分析结果并不是百分之百可靠。在有些试验结果中, 个别误差还比极差大, 尤其是试验次数少, 误差大时, 极差分析结果就很可能不准确, 因而提出方差分析。

方差分析就是将试验误差平方平均值与因素水平引起的差值平方平均值进行比较, 以判断各因素影响的显著程度。

(一) 偏差平方和

(1) 总偏差平方和

设进行 n 项 (或 n 点) 试验, 每项试验重复 k 次, 得到试验结果如表 1-1-6 所示。

表 1-1-6 试验结果表

试验序号	各次试验结果							结果平均值
α	y_1	y_2	y_3	...	y_j	...	y_k	$\bar{y}$
1	y_{11}	y_{12}	y_{13}		y_{1j}		y_{1k}	$\bar{y}_1$
2	y_{21}	y_{22}	y_{23}		y_{2j}		y_{2k}	$\bar{y}_2$
3	y_{31}	y_{32}	y_{33}		y_{3j}		y_{3k}	$\bar{y}_3$
$\vdots$	$\vdots$	$\vdots$	$\vdots$		$\vdots$		$\vdots$	$\vdots$
α	$y_{\alpha 1}$	$y_{\alpha 2}$	$y_{\alpha 3}$		$y_{\alpha j}$		$y_{\alpha k}$	$\bar{y}_\alpha$
$\vdots$	$\vdots$	$\vdots$	$\vdots$		$\vdots$		$\vdots$	$\vdots$
n	y_{n1}	y_{n2}	y_{n3}		y_{nj}		y_{nk}	$\bar{y}_n$

全部试验结果的总和 $T = \sum_{\alpha=1}^n \sum_{j=1}^k y_{\alpha j}$

试验总平均值 $\bar{y} = \frac{T}{nk}$

总偏差平方和 $Q_{\text{总}} = \sum_{\alpha=1}^n \sum_{j=1}^k (y_{\alpha j} - \bar{y})^2$

(2) 误差平方和

各项试验内各次试验结果与该项试验结果平均值 ($\bar{y}_\alpha$) 之差的平方的总和, 称为误差平方和, 用 $Q_{\text{误}}$ 表示。

$$\bar{y}_\alpha = \sum_{j=1}^k y_{\alpha j} / k$$

$$Q_{\text{误}} = \sum_{\alpha=1}^n \sum_{j=1}^k (y_{\alpha j} - \bar{y}_\alpha)^2$$

(3) 因素效应平方和