

高等学校教材

化学工程 与工艺实验技术

► 张秋禹 主编



化学工业出版社
教材出版中心

高等学校教材

化学工程与工艺实验技术

张秋禹 主编



化学工业出版社
教材出版中心

·北京·

图书在版编目 (CIP) 数据

化学工程与工艺实验技术/张秋禹主编. —北京: 化学工业出版社, 2006. 1

高等学校教材

ISBN 7-5025-8160-X

I. 化… II. 张… III. ①化学工程-化学实验-高等学校-教材②化学: 工艺学-化工实验-高等学校-教材 IV. TQ-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2006) 第 000296 号

高等学校教材

化学工程与工艺实验技术

张秋禹 主编

责任编辑: 何 丽

文字编辑: 贾 婷

责任校对: 洪雅姝

封面设计: 潘 峰

*

化学工业出版社 出版发行
教材出版中心

(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)

购书咨询: (010)64982530

(010)64918013

购书传真: (010)64982630

<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销
大厂聚鑫印刷有限责任公司印刷
三河市前程装订厂装订

开本 787mm×1092mm 1/16 印张 13½ 字数 330 千字

2006 年 2 月第 1 版 2006 年 2 月北京第 1 次印刷

ISBN 7-5025-8160-X

定 价: 24.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责退换

前 言

化学工程与工艺专业是由原化学工程、无机化工、有机化工、煤化工、石油加工、高分子化工、工业催化、精细化工、电化学工程等专业整合而成的宽口径专业。工程实践能力的培养是本专业教学计划的重要内容和主要任务之一。本实验教材是为了满足 21 世纪“化学工程与工艺”专业培养目标而编写的，旨在系统地、全面地反映当代先进的化学工程与工艺相关学科的实验技术成就，使学生和本领域从业人员掌握相关的基本技术和操作技能，了解实验研究的基本方法，培养学生理论联系实际、实事求是的学风，并提高学生分析问题和解决问题的能力。

化工学科是一门实验性非常强的学科，很多新的化合物、新的反应技术等都是通过大量的实验发现的，因此，掌握先进的、科学的实验技术对于化工类专业人才的培养是至关重要的。与课堂教学相比较，实验教学更有利于学生创新能力的培养。实验室是让学生学会从实践中发现问题、解决问题和将已有知识运用到实际中去的重要场所，是培养高素质的、具有创新能力的科学研究与应用人才的实践基地。然而，长期以来，实验教学却被一种固定的模式所束缚。一个班的学生在实验技术人员安排好的相同的仪器上，按详细的步骤去完成实验。无疑，这种呆板的、千篇一律的实验教学方式在一定程度上限制了学生的主动性与积极性，抑制了学生个性的发展，难以激发他们独立思考的兴趣和激情，因而不利于创新人才的培养。

在这种背景下，我们开始了本教材的编写工作。本书主旨主要有以下三点：

① 介绍现代化学工程与工艺实验技术，使学生和从事化学工程与工艺专业方面工作的人员可以更好地进行科学研究和工程实验；

② 介绍一些前沿的化学工程与工艺实验技术，使读者可以掌握本学科领域前沿的发展；

③ 设计一些综合型的和主题型的实验，作为实验教学的参考书，完善实验设计和指导。

化学工程与工艺涉及的专业面广，实验技术内容多，本书不可能一一述及。全书共 5 章。主要介绍化工基础实验技术，现代化学反应工程实验技术，现代分离实验技术，化工近代仪器分析技术及一些典型实验实例，力求反映化学工程与工艺最新的成就，如一些具有省时、能耗小、污染少等特点的现代反应技术，节能降耗和减轻污染的膜分离技术和超临界萃取技术等。

本书可供化学工程与工艺专业的学生及从事该领域工作的人员使用。

本书由张秋禹主编。各章编写分工：西北工业大学张秋禹编写第 1、2、5 章的部分内容，颜红侠编写第 3 章及第 5 章的部分内容，孙乐编写第 2 章及第 4 章的部分内容，西北大学赵斌霞编写第 1 章及第 2 章部分内容，华陆工程公司程惠亭高级工程师（教授级）编写第 1 章部分内容。

由于编者水平有限，书中谬误之处在所难免，恳请读者批评指正。

编者

2005 年 10 月

目 录

第 1 章 化学工程与工艺基础数据测试实验技术	1
1.1 化工实验的一般知识	1
1.1.1 实验室安全常识	1
1.1.2 实验室意外事故的处理和急救	2
1.1.3 实验室常用的急救工具	2
1.1.4 废弃物的处理	2
1.2 化工物性数据的测定	3
1.2.1 密度及其测量	3
1.2.2 黏度及其测量	6
1.2.3 液-气表面张力及其测定	10
1.2.4 熔点的测定.....	14
1.2.5 折射率的测定.....	18
1.3 热力学及相平衡数据测定.....	19
1.3.1 绝热型量热计.....	20
1.3.2 热力学数据测定.....	20
1.3.3 相平衡数据测定.....	23
参考文献	25
第 2 章 化学反应工程实验技术	27
2.1 催化反应技术.....	27
2.1.1 均相配位催化.....	28
2.1.2 非均相接触催化.....	35
2.1.3 相转移催化.....	40
2.2 现代反应工程技术.....	42
2.2.1 超声波及微波合成.....	42
2.2.2 电化学合成技术.....	48
2.2.3 等离子体化学合成技术.....	55
2.2.4 光化学合成技术.....	57
2.3 超细超纯产品的制备技术.....	64
2.3.1 超细粉体制备技术.....	64
2.3.2 超纯试剂制备.....	67
2.4 清洁生产工艺.....	70
2.4.1 清洁生产工艺的开发.....	70
2.4.2 有机物清洁生产工艺.....	72
2.4.3 精细化学品清洁生产工艺.....	73
参考文献	75

第3章 化学分离与提纯实验技术	76
3.1 常规的实验分离方法	76
3.1.1 重结晶	76
3.1.2 蒸馏和分馏技术	81
3.1.3 萃取技术	89
3.1.4 升华技术	92
3.1.5 色谱分离法	93
3.2 固膜分离技术	97
3.2.1 膜材料	97
3.2.2 固膜分离技术	98
3.3 液膜分离技术	104
3.3.1 液膜的类型	105
3.3.2 液膜分离机理	106
3.3.3 液膜组分的选择	108
3.3.4 液膜分离操作	109
3.4 超临界萃取技术	109
3.4.1 超临界流体的性质	110
3.4.2 超临界流体的选择	110
3.4.3 超临界流体的基本过程	111
3.4.4 超临界流体萃取的优缺点	113
3.5 离子交换分离技术	113
3.5.1 离子交换剂及其分类	113
3.5.2 离子交换树脂的选择	115
3.5.3 离子交换树脂的作用原理	116
3.5.4 离子交换的操作	117
3.5.5 离子交换树脂的再生	117
3.6 吸附分离技术	118
3.6.1 吸附类型	118
3.6.2 吸附理论	119
3.6.3 吸附剂	120
3.6.4 影响吸附的因素	122
3.7 泡沫分离技术	122
3.7.1 泡沫分离技术的分类	123
3.7.2 泡沫分离的机理	123
3.7.3 泡沫分离过程	125
3.7.4 影响泡沫分离效果的因素	126
3.8 干燥技术	127
3.8.1 干燥方法	127
3.8.2 液体的干燥	128
3.8.3 固体的干燥	129

参考文献	131
第4章 化工现代仪器分析技术	132
4.1 电化学分析	132
4.1.1 电位分析法	132
4.1.2 库仑分析法	134
4.1.3 伏安与极谱分析法	135
4.1.4 电分析化学新进展	137
4.2 红外光谱法	137
4.2.1 红外吸收光谱法基本原理	137
4.2.2 红外光谱和分子结构的关系	139
4.2.3 影响官能团吸收频率的因素	140
4.2.4 红外光谱法的应用	140
4.2.5 红外光谱仪	141
4.2.6 试样的处理技术	142
4.3 色谱法	144
4.3.1 气相色谱分析	145
4.3.2 高效液相色谱法	150
4.4 毛细管电泳	152
4.4.1 概述	152
4.4.2 毛细管电泳的基本原理	152
4.4.3 毛细管电泳的分离模式	152
4.5 核磁共振	153
4.5.1 核磁共振的基本原理	153
4.5.2 化学位移	154
4.5.3 偶合和分裂	155
4.5.4 影响化学位移的因素	155
4.5.5 核磁共振的应用	156
4.5.6 实用方法和技术	157
4.6 原子分析	158
4.6.1 原子发射光谱法	158
4.6.2 原子吸收光谱法	162
参考文献	166
第5章 实验训练	167
5.1 基础数据测试实验	167
实验一 熔点的测定	167
实验二 旋转黏度计测黏度	170
实验三 燃烧热的测定	171
实验四 液体饱和蒸气压的测定	175
实验五 二元系统汽液平衡数据的测定	177
5.2 反应工程实验	181

实验六	油脂氢化催化剂的制备	181
实验七	C ₆₀ 衍生物的光化学合成和表征	183
实验八	微波辐射合成正溴丁烷	186
实验九	电化学方法合成正十二烷	188
5.3	分离技术实验	189
实验十	从茶叶中提取咖啡碱	189
实验十一	从红辣椒中提取红色素	191
实验十二	离子交换法制备纯水	192
实验十三	液膜分离法脱除废水中的污染物	194
实验十四	采用红外光谱法测定互变异构体系	195
实验十五	利用 NMR 技术测定平衡常数	196
5.4	化工工艺实验	198
实验十六	催化反应精馏法制甲缩醛	198
实验十七	乙酸丁酯的制备	200
实验十八	肉桂酸的合成	202
实验十九	对位红的合成	203
实验二十	抗氧化剂双酚 A 的合成	204
参考文献		205

第1章 化学工程与工艺基础数据测试实验技术

1.1 化工实验的一般知识

1.1.1 实验室安全常识

由于化工实验中经常要用到一些危险化学品、火、水、电等，因此进入化工实验室首先要十分关注安全问题。进行实验前要周密考虑可能发生的事故和发生后采取的安全措施，实验时要严格遵守安全守则，按照规定的步骤、试剂规格和用量认真进行实验，如有更改，须征得指导教师的同意，以免发生意外事故。

为保证实验安全，化工实验室安全守则的主要条款如下。

① 着装整洁，长发应盘起，穿适合的鞋子。

② 要经常注意反应情况是否正常，装置有无漏气、破裂等现象；常压操作，切勿造成密闭系统，否则可能会发生爆炸。

③ 在做有可能发生危险的实验时，应戴防护眼镜、面罩、橡皮手套。一般禁止在实验室接触眼镜，因为在事件发生时，药品有可能隐藏在镜片下伤害眼睛。

④ 有机过氧化物、芳香族多硝基化合物和硝酸酯等，受热或敲击均会爆炸。蒸馏含过氧化物的乙醚时，有爆炸的危险，首先必须除去过氧化物。芳香族多硝基化合物不宜在烘箱中干燥。乙醇和浓硝酸混合在一起，会引起极强烈的爆炸。操作和处理易爆、易燃溶剂时，应远离火源。不能撞击或重压易爆炸的固体，对危险残渣必须小心销毁（如用浓盐酸、浓硝酸分解重金属化合物）。

⑤ 实验室不许存放大量易燃物。

⑥ 不能吸、嗅和品尝实验药品。有毒药品如重铬酸钾、钡盐、砷化合物、汞化合物、氰化合物等无机物，四氯化碳、三氯乙烯等有机化合物更要小心，不得接触伤口（氰化钠沾染伤口会随血液循环至全身，严重可以致死），也不能随意倒入下水道，污染环境。严禁在实验室内饮食，实验完毕应细心洗手。

⑦ 在反应过程中可能生成有毒或有腐蚀性、刺激性气体的实验应在通风橱内进行，必要时在实验室中增加其他报警装置，也可以用气体吸收装置吸收产生的有毒气体。使用后的器皿应及时清洗。

⑧ 使用任何电器前都要仔细阅读使用说明，且使用电器时不能用湿的手或手握湿物去拿插头。为防止触电，电器设备的金属外壳应接地线。实验完毕后应先切断电源，再拆卸装置。

⑨ 熟悉安全用具如灭火器材、砂箱以及急救箱的放置地点、使用方法。安全用具要妥加保护不准移作他用。

⑩ 实验时全神贯注，认真操作，细致观察，积极思考，不得高声喧哗，不得擅自离开实验室。要科学严谨地安排时间，及时、如实地在专用本子上记录实验现象和数据，对反常现象要做出合理解释，对存在的问题要提出改进意见。实验结束，写出报告，要求条理清

楚，结论明确，文字简练，书写工整，绘图规范。

⑪ 台面上待用的仪器应摆放整齐，实验装置要求井然有序、美观；废酸废碱应倒入废液缸，严禁倒入水槽，废纸、火柴梗、废玻璃等固体废物应倒入废物箱，不得扔入水槽或扔在地上。实验完毕，要清洗仪器，放入柜中。值日生应切实负责整理公共器材，打扫实验室，倒净废液缸并检查水、电、煤气是否关妥。

1.1.2 实验室意外事故的处理和急救

① 如遇起火，要保持冷静不能惊惶失措，首先应立即熄灭附近火源并移开附近的易燃物质。少量有机溶剂着火，可用湿布、黄沙扑灭，不可用水灭火。锥形瓶内的溶剂或油浴着火可用湿布或石棉网盖灭。若火势较大则使用泡沫灭火器。电器设备着火，应先切断电源，再用四氯化碳灭火器（狭小和通风不良的实验室忌用，因为四氯化碳高温时生成有毒的光气）或二氧化碳灭火器灭火。使用灭火器应从四周开始向中心扑灭。如果无法控制火情，应尽快离开实验室。

② 衣服着火时，切勿乱跑，乱跑会使空气量增加，加重火势。一般用厚衣服熄火；情况紧急时也可就地打滚，盖上毛毯或用水冲淋，使火熄灭。一般不要面向人使用灭火器。

③ 被玻璃割伤时，用大量的水淋洗，以确保伤口内的玻璃片或化学品被除去。小的伤口可以止血并包扎，大的伤口要用垫子堵住伤口并加压止血，必要时叫救护车。

④ 如果被火或热的容器灼伤，轻者可以握住伤处用冷水冲淋，重者需要医生处理或涂以烫伤膏等。

⑤ 若酸液或碱液溅入眼中或灼伤皮肤，应立即用大量水冲洗至少 15min，然后相应地再用 1%碳酸氢钠溶液或 1%硼酸溶液清洗，最后再用水洗。如溅在皮肤上，除上述处理外还要涂上药用凡士林。

⑥ 皮肤被溴灼伤时，立即用大量水冲洗。继而用石油醚或酒精擦洗，再用 2%硫代硫酸钠溶液清洗，然后用甘油按摩，并敷上烫伤油膏。

⑦ 遇有触电事故，首先应切断电源，然后在必要时进行人工呼吸。

⑧ 酸、碱不慎入口，先用大量水稀释，酸中毒可服用氢氧化铝凝胶和鸡蛋清，碱中毒则服用醋和鸡蛋清。然后都饮用牛奶，不要服催吐剂。

⑨ 吸入少量氯气或溴蒸气，可用碳酸氢钠溶液漱口，然后吸入少量酒精蒸气，并到室外空气流通处休息。

⑩ 中毒患者或其他伤势较重者，经初步处理后应立即送医院急救。

1.1.3 实验室常用的急救工具

(1) 消防器材 泡沫灭火器、四氯化碳灭火器、二氧化碳灭火器、毛毯、黄沙等。

(2) 急救药箱 碘酒、红汞、紫药水、甘油、凡士林、烫伤药膏（如蓝油烃等）、70%酒精、3%双氧水、1%乙酸溶液、1%硼酸溶液、1%饱和碳酸钠溶液、绷带、纱布、药棉、棉花签、橡皮膏、医用镊子、剪刀等。

1.1.4 废弃物的处理

废弃物是现代社会的—个主要的环境问题，安全地去除具有潜在危险性的化学品是化工实验室的责任。除现行的法规以外，每个实验室都应该制定相应的规则和措施以去除废弃化学品。这里给出一些建议，详细的规定请参考一些专门的书籍。

(1) 固体废弃物 一般的固体废弃物包括填料、色谱载体、滤纸、废弃的毛细管及打碎的玻璃仪器等。有毒废弃物应放在一个标识良好的容器内，一般需要经过氧化等特殊处理才

能够废弃。碎玻璃和一些锋利的器具也应该单独放置，以免伤人。

(2) 水溶性废弃物 无论水溶性废弃物的性质如何，将水溶性废弃物直接倒在水池中不是个好习惯。一般来讲，只有无毒、中性、没有气味的水溶性废弃物可以直接用水冲走。强酸强碱必须先经过中和后才能够废弃掉。一些可能同稀酸、稀碱等起反应的废弃物也不能直接倒入水池中。

(3) 有机溶剂 是主要的废弃品，其与水不相容且易燃。废弃的溶剂应该倒在一个有标签的容器内，而不要直接倒入水中。容器从实验室移出后可以采用灼烧的方法去除溶剂。含有卤素的有机溶剂要单独放置在一个容器中。由于有氯化氢释放出来，所以这类溶剂的烧弃过程与普通溶剂不同。燃烧时要注意避免氯化氢中毒。

1.2 化工物性数据的测定

物料的物性是化工过程开发与设计中必不可少的基本数据，无论是反应、分离技术的选择，还是各类化工反应过程及设备的设计计算，都涉及物系的物性数据。虽然，常用物质的物性数据大多可在有关手册中查到，但由于化工过程所涉及的物系十分复杂，特别是常以混合物的形式出现，而且物系所处的温度、压力条件变化较大，所以物性数据常常需要通过实验来测定。

1.2.1 密度及其测量

密度是指在一定的温度和压力下，单位体积的物质（气、液、固态）质量。它是物质的一种属性，它与构成物质粒子的大小、聚集和排列方式以及粒子之间的相互作用力等有密切关系。其单位为 $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$ 。因为一定质量的物质的体积随温度而变化，故在测定时除准确测量该物质的体积和质量以外，还必须测定其密度。在公式中密度常用符号 ρ 来表示。与密度相关的量是相对密度，它是指物质的密度与某基准物质的密度的比值。当气体的相对密度不标注温度时，表示在标准状态下某气体密度与空气密度之比；而液、固体的相对密度不标注温度时，表示在测定温度下某物质密度与水在 4°C 时的密度之比。通常用符号 d_4^t 表示，上标表示物质的温度，下标表示水的温度为 4°C 。

1.2.1.1 气体密度的测定

(1) 称量法 气体密度的测试装置如图 1-1 所示。测试容器是 $100\sim 200\text{mL}$ 的玻璃装置，用玻璃管连接，接口处用厚橡胶管连接（或用磨口连接），可通过真空活塞进行切断。预先将容器充水至悬塞处，采用称重法测出体积 V_1 ，然后在真空条件下测定容器质量 m_0 。之后将容器置于恒温水浴 F 内，通入样品气体，关闭悬塞 A，待温度和压力恒定后，记下温度和压力值，之后关闭活塞 D，使之与系统分离。取出容器，用滤纸拭干后再称重，容器和气体的质量为 m ，由下式求出密度。

$$\rho = \frac{m - m_0}{V} \quad (1-1)$$

(2) 密度天平法 这是一种浮力式密度计，亦称密度天平。实验装置如图 1-2 所示。

在该装置中有一天平，天平横臂的右端是一个玻璃筒 4，左端有指针和平衡重锤 2。从进气口 6 通入干燥的空气，使指针处于平衡位置，由 U 形管压力计测此时的压力 p_a ，然后排空空气，通入被测气体，再使天平达到平衡，测出压力为 p_g ，则被测气体的密度为两者的比值。按下式计算密度。

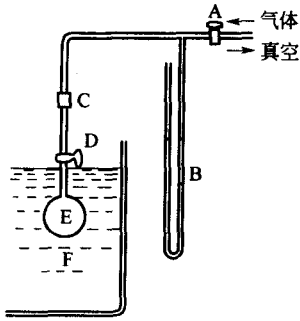


图 1-1 气体密度测定装置

A—悬塞；B—U形水柱；C—橡胶管；
D—活塞；E—测试容器；F—恒温水浴

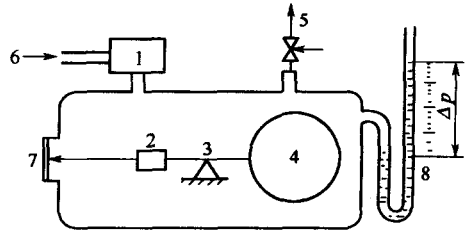


图 1-2 气体密度天平

1—干燥器；2—平衡重锤；3—横臂支点；4—玻璃筒；5—排
气口；6—进气口；7—平衡指示窗；8—U形管压力计

$$\rho_g = \frac{\rho_g}{\rho_a} \quad (1-2)$$

1.2.1.2 液体与固体密度的测试

测量液体与固体的密度的方法有很多，常用的有密度计法、比重瓶法、浮力法等。

(1) 密度计法 这是工业上常用的测量液体密度的方法。其测试装置如图 1-3 所示。

这些容器都有一 U 形管，并在一侧有容器，管上有刻度。当液体注入至某一刻度时，可读出相应的容积。一般要根据液体密度大小选用不同容积的密度计。用前须清洗干净，经干燥后才能使用。测定时先把空容器在恒温浴中恒温，待温度恒定后取出拭干，在天平上称重，而后注入液体重复上述操作，所得两次称重之差即为液体密度。

(2) 比重瓶 此方法可以测定液体或固体的密度，测试原理同上法相同。常用的结构如图 1-4 所示。

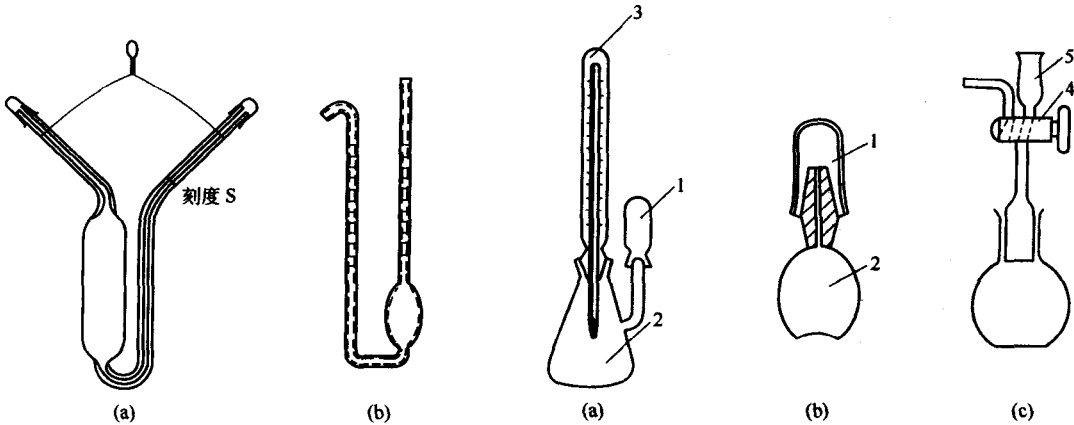


图 1-3 密度计

图 1-4 比重瓶结构图

1—罩帽；2—比重瓶；3—温度计；4—旋塞；5—液体漏斗

比重瓶为玻璃容器，上部带有罩帽和温度计。容积的精度极高，一般可以通过瓶塞中心孔的长短进行调整。充装液体时的多余液体会从孔中溢出。比重瓶洗净干燥应称重，测定液体时要在恒温水浴中恒温，计算时亦要进行浮力校正。

测定固体密度的步骤如下。先测定一支容积比重瓶装满液体时的质量，然后再把经过干燥

的比重瓶内加入固体粉末，称重后加少许液体，并置于真空干燥器内减压，使样品脱气，防止暴沸或飞溅，并使空间完全被液体填充。最后再次注满液体，在水浴内恒温，最后拭干称重。或者采用图 1-4 (c) 所示的比重瓶，直接抽真空后注入液体，按照式 (1-3) 计算固体的密度。

$$\rho_s = \frac{m_s \rho_l}{m_1 + m_s - m} \quad (1-3)$$

(3) 浮力测定法

① 比重计 常用比重计如图 1-5 所示。比重计上部有一细管，内有直读式刻度，下部有一个重心，用于装入铅丸。将其浸入待测液体时，粗管沉入液体内，细管有一部分露出液面，沿液面水平方向与细管接触的弯月面之下月面所对应的读数即为液体的相对密度。通常由数支测量不同相对密度范围的比重计组成，可测相对密度范围为 0.1~2.2，使用时应同时测量液体温度进行校正换算。

② 比重天平法 PZ-A-5 液体比重天平如图 1-6 所示，它有一个体积与质量都很标准的测锤（或称浮码）。测量时，首先将测锤浸没于液体中，然后向天平横梁上的定位 V 形缺口上挂上相应质量的砝码，使天平横梁保持平衡，从横梁上累加的读数即可得出液体的相对密度值。

鉴于目前几乎所有的物理量的测量都已实现了数字化的趋势，也有人尝试采用数显的密度计测量液体密度。图 1-7 所示为一种数显密度计的结构图。其测量原理如下。



图 1-5 玻璃比重计

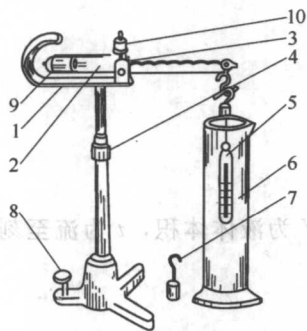


图 1-6 PZ-A-5 液体比重天平

- 1—托架；2—横梁；3—玛瑙刀座；4—支柱紧固螺钉；
5—侧锤；6—玻璃量筒；7—等重砝码；8—水平调节螺钉；9—平衡调节器；10—重心调节器

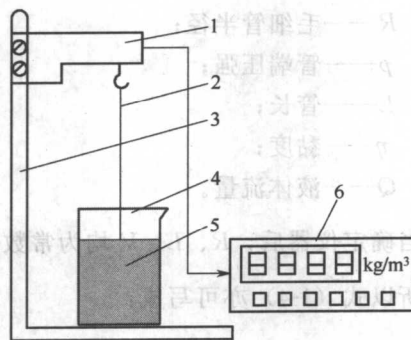


图 1-7 数显密度计结构图

- 1—精密力传感器；2—吊丝；3—支架；4—试样杯；5—专用测量浮子；6—显示仪表

将精密力传感器 1 安装在支架 3 上，然后将系于专用测量浮子 5 上的吊丝 2 挂到精密力传感器 1 的测力点连接环上，这样，当专用测量浮子 5 全部浸没在试样杯 4 中的被测液体中时，浮子所受到的与被测液密度成正比的浮力将通过吊丝传递给精密力传感器，传感器信号输入到显示仪表 6 上，被测值即被显示出来。这里的二次仪表是专门设计的，其参数设定功能可以满足被测液体密度测量的全部要求，如测量范围、分度值等。

数显密度计有以下特点：无人员操作误差及视差；不需毛细修正；测速快，一个样只需几秒钟；量程宽，可按要求设定；精度高，一般可达 0.01%、0.02%、0.05%；便于功能扩展，不易损坏且携带方便、体积小巧。

从发展趋势上看,数显密度计无论是从准确度、量程、实效性上看,还是从其价格、使用寿命等方面看都有一定的优势。无论是从新技术、新方法的自然发展的属性上看,还是从市场需求的外因上看,液体密度的测量无疑会向数字化的方向发展,这是科技进步及社会需求的必然结果。

1.2.2 黏度及其测量

黏度 (μ) 为黏滞系数 (或内摩擦系数) 的习用名称,也称为动力黏度。它由流体内部的黏滞力产生,是流体的一种特性,它与流体的组成及温度有关。过去,黏度的单位常以“泊”(Poise)或“厘泊”(cP)表示。现采用SI制,黏度的单位应表示为 $\text{Pa} \cdot \text{s}$ (帕斯卡·秒), $1\text{P} = 10^{-1} \text{Pa} \cdot \text{s}$ 。

由于物质的黏度受温度影响很大,因此测定黏度时必须准确控制温度。得到的黏度也为某温度下的数值。牛顿流体的剪切应力和剪切速率呈线性关系;而非牛顿流体则不服从这一规律,其黏度与所受剪切应力的大小没有固定的数值。这类液体很多,包括塑性流体、假塑性流体等,它们可以用旋转黏度计测定流动曲线,曲线上的某个点只能代表变化着的黏度的某个数据,亦称表观黏度,而不代表整体流动特性。

目前测量黏度的主要仪器有毛细管黏度计、旋转黏度计及落体式黏度计。

1.2.2.1 毛细管黏度计

此法是实验室中常用的方法。测量原理是液体通过毛细管的流量与管半径的四次方和管出、入口压差成正比,而与管长和黏度成反比,即

$$Q = \frac{\pi p R^4}{8L\eta} \quad (1-4)$$

式中 R ——毛细管半径;
 p ——管端压强;
 L ——管长;
 η ——黏度;
 Q ——液体流量。

当确定仪器后, R 、 L 、 V 均为常数;流量 $Q = \frac{V}{t}$, V 为液体体积, t 为流至刻度时的时间。所以式 (1-4) 亦可写成:

$$\eta = K p t = \frac{K_1 p}{K_2 \left(\frac{1}{t}\right)} \quad (1-5)$$

式中 K ——黏度计常数, $K = \frac{\pi R^4}{8LV}$;

$K_1 p$ ——剪切应力, $K_1 = \frac{R}{2L}$;

$K_2 \left(\frac{1}{t}\right)$ ——剪切速率, $K_2 = \frac{R}{2KL}$ 。

液体由大直径容器流入毛细管时流速增大,液体从管内流出时的动能减小,这样就要考虑动能变化对黏度测定的影响,必须进行修正。

$$\eta = \frac{\pi R^4 g h \rho t}{8LV} - \frac{m \rho V}{8\pi L t} \quad (1-6)$$

式中 m ——比例常数;
 ρ ——液体密度;

$\frac{\pi R^4 gh}{8LV}$ ——黏度计常数。

若用运动黏度表示，公式可写成：

$$\nu = ct - \frac{B}{t} \quad (1-7)$$

式中， $B = \frac{mV}{8\pi L}$ 为黏度计系数； m 为比例常数（动能补偿系数为 0.58）。

设计时已考虑到在测定一般黏度时可不必进行动能影响的校正，只有在测定低黏度或高黏度时才需进行动能校正。

实验室常用的玻璃毛细管黏度计种类很多，其结构如图 1-8 所示。

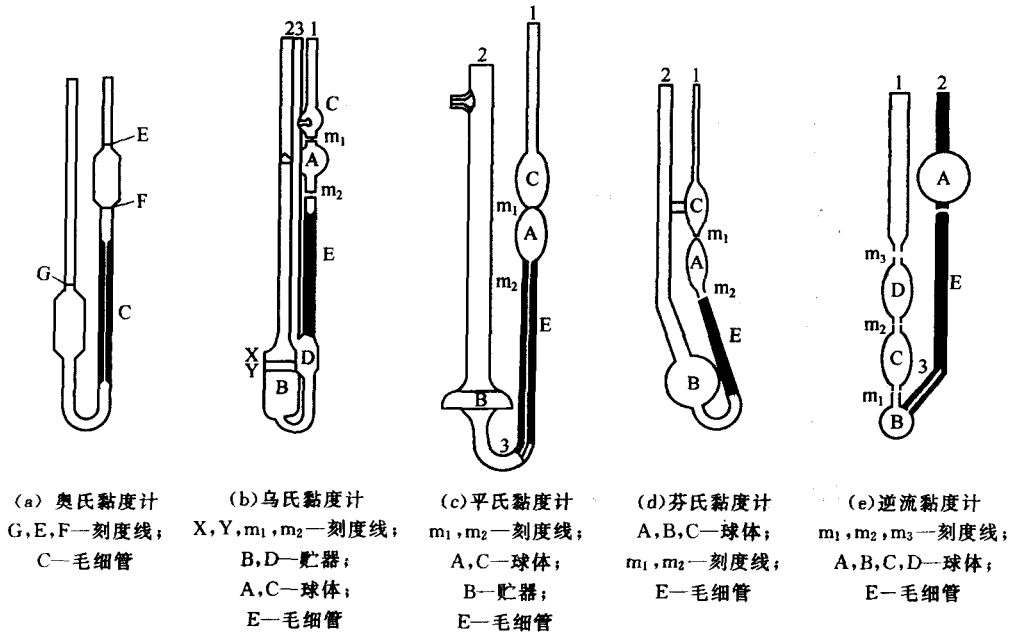


图 1-8 玻璃毛细管黏度计

黏度计中以奥氏（Ostwald）黏度计 [见图 1-8 (a)]、乌氏（Ubbelode）黏度计 [见图 1-8 (b)] 较为常见。

使用奥氏黏度计时，液体经毛细管和 U 形管流入下方的接受器中，操作要保持管的垂直度，管内有 3 条刻度线，注入液体达 G 刻度线位置，上吸右管液体至 E 刻度线上部 5mm 处，然后松开上口，液体经毛细管向下流动，当液面至 E 刻度线开始计时，直至 F 刻度线时停止计时，将测定值代入计算公式得到黏度。这种液体的流动压力是液体的自重，可以用同一毛细管测两种液体，其中一种为已知绝对黏度和密度 (η_0, ρ_0) 的参考液体，测出落下时间 t_0 ，而待测液体的落下时间为 t ，用式 (1-8)、式 (1-9) 可以求出相对黏度。

$$\eta_{\text{相对}} = \frac{\eta}{\eta_0} = \frac{\rho t}{\rho_0 t_0} \quad (1-8)$$

$$\eta = \frac{\eta_0 \rho t}{\rho_0 t_0} \quad (1-9)$$

因此，待测液体的黏度可根据相同条件下待测液体和参考液体流经毛细管的时间求出。通常用水或其他一些已知黏度的液体作为参考液体。

奥氏黏度计或乌氏黏度计结构简单，使用方便，并配有不同型号。使用者可根据待测物质黏度的大小，选用适合的型号。此类黏度计的毛细管长一般约为 30cm，流经毛细管的液体体积约为 10mL，毛细管直径因型号而异，一般以液体流过毛细管的时间在 1~2min 之间为原则来选用黏度计型号。此外选择参考液体时，要尽量使参考液体和待测液体的黏度相近。由于温度对黏度的影响很大，使用奥氏黏度计、乌氏黏度计测量黏度时，黏度计必须置于恒温槽中恒温。

目前在实际生产和研究中也普遍用到一些自动毛细管黏度计，主要有三种类型：VMS 系列自动黏度计；PVS 自动毛细管黏度计；Y-500 系列自动毛细管黏度计。

我国自 20 世纪 70 年代以来成套引进大型石化生产设备，测量高聚物特性黏数所采用的仪器基本上都是 VMS 系列自动黏度计，其配管系统如图 1-9 所示。

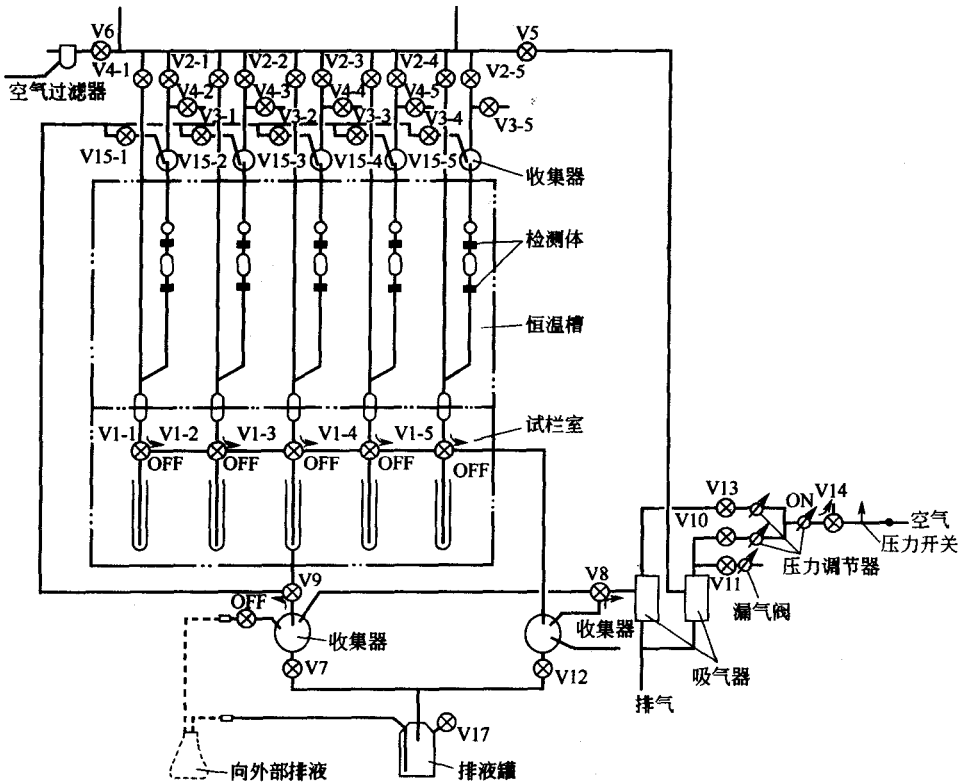


图 1-9 VMS 系列自动毛细管黏度计配管系统图

如图 1-9 所示，V 为电磁阀，压力调节器控制管路的真空度，收集器贮存清洗黏度计的废液或残余液，传感器为全密封式耐水结构的光导纤维。

测量时，先将待测试液装入样品管并置于试样室中，设定好测试条件的参数，然后接通电源，启动仪器测量按钮。开启阀 V1、V3，样品在一定真空度条件下被吸入到毛细管黏度计，经过检测产生的信号，通过光导纤维进入光电转换器，并被放大，成为控制信号。根据洗涤测定程序，由定时器、微计算机、电磁阀控制测量洗涤过程。上部收集器为样品的缓冲收集装置，以防真空度过大或延时过长而导致样品过多；下部收集器为清洗黏度计的废液贮罐。管路的真空度由压力调节器控制。VMS 自动毛细管黏度计操作简单，分析结果准确、可靠。

1.2.2.2 旋转黏度计

由于旋转式黏度计是较精密的仪器，其制造通常比毛细管黏度计复杂，但它具有测量快速方便，数据正确可靠，对于性质随时间而变化的材料的连续测量来说，可以在不同的切变速率下对同种材料进行测量等优点，因而，旋转式黏度计广泛用于测量牛顿液体的绝对黏度、非牛顿液体的表观黏度及流变特性。

(1) 转筒黏度计 其工作原理（见图 1-10）是以一个微型同步（转速几乎不受电压变化影响）电动机为动力。通过联轴器带动转筒旋转，转筒在被测液体中旋转受到了黏滞阻力作用，产生反作用，迫使悬挂安装的电机壳体偏转（电机壳体能做 $0^\circ \sim 90^\circ$ 偏转）。电机壳体和两根一正一反安装的游丝相连，当壳体偏转时，使游丝产生扭转，当游丝的扭矩与黏滞阻力达到平衡时，固定在电机壳体上的拨叉将指针稳定在某一刻度上。刻度与转筒所受的黏滞阻力成正比。因此，将刻度读数乘以特定系数 F （即转筒因子），即表示黏滞系数的量值。

(2) 锥板式黏度计 适用于非牛顿流体特性的测定。锥板黏度计的工作原理如图 1-11 所示。圆锥与平板之间有被测液体，其夹角为 ψ ，钢丝弹簧常数为 k ，旋转角为 θ ，旋转矩为 $k\theta = M$ ，在旋转达到稳态时，角速度为 Ω ，黏度由下式求出。

$$\eta = \frac{3k\theta\psi}{2\pi r^3 \Omega} = \frac{3M\psi}{2\pi r^3 \Omega} \quad (1-10)$$

锥板式黏度计如图 1-12 所示。测量头在上方，板在下方，在锥与板的间隙中加入被测液体，电动机旋转，测量电位器可将旋转角度变成电阻值进一步用仪表指示，当转速也被测试时，可将扭矩和转速电信号同时输入 $x-y$ 记录仪内，这时可测得液体剪切应力和剪切速率的关系曲线。曲线上各点斜率即为该点的黏度。因此它是测定非牛顿流体黏度的理想仪器。

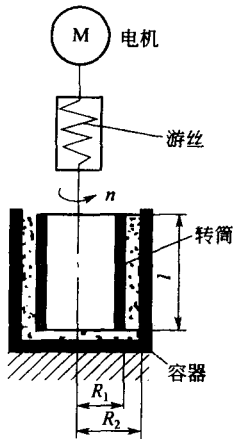


图 1-10 转筒式黏度计的工作原理

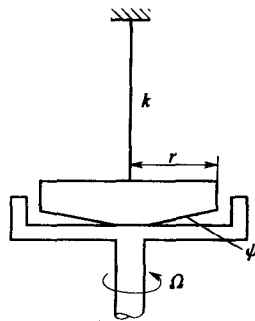


图 1-11 锥板式黏度计的工作原理

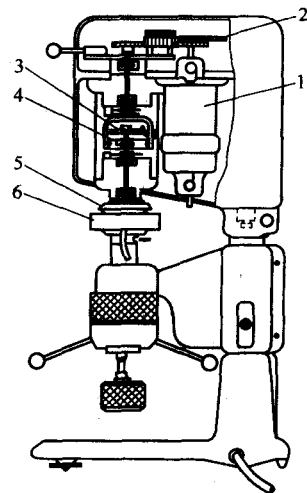


图 1-12 锥板式黏度计
1—电动机；2—变速齿轮；
3—测量扭矩弹簧；4—测角电位器；
5—锥板测量系统；6—保温水套

这两种黏度计的测量原理和仪器结构都比较复杂，测量的技术难度也较大，但适用性较强，既可用于测定牛顿流体的黏度，又可用于测量非牛顿流体的流变特性。目前已有高精度的定型产品出售。