

高·等·学·校·教·材

# 化学工程与工艺专业实验

郭睿 主编



HUAXUE  
GONGCHENG  
YU GONGYI  
ZHUANYE  
SHIYAN



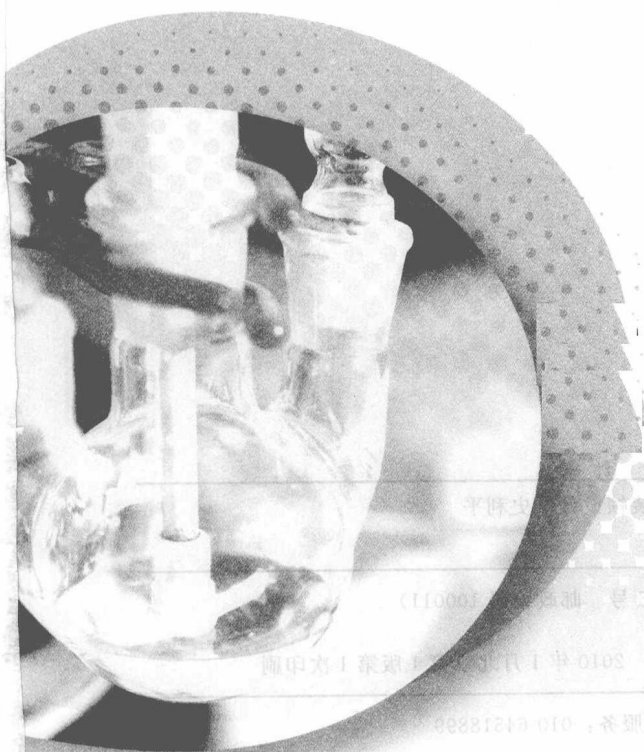
化学工业出版社

高·等·学·校·教·材

# 化学工程与工艺专业实验

郭 睿 主编

唐宏科 赵霞 孙永会 参编



HUAXUE  
GONGCHENG  
YU GONGYI  
ZHUANYE  
SHIYAN



化学工业出版社

·北京·

## 图书在版编目(CIP)数据

化学工程与工艺专业实验/郭睿主编. —北京: 化学工业出版社, 2010.1  
高等学校教材  
ISBN 978-7-122-07166-8

I. 化… II. 郭… III. 化学工程与工艺-专业实验  
IV. TQ016

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2009) 第 213703 号

---

责任编辑: 徐雅妮 姚晓敏  
责任校对: 宋 夏

装帧设计: 史利平

---

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: 北京市彩桥印刷有限责任公司  
787mm×1092mm 1/16 印张 7 $\frac{3}{4}$  字数 184 千字 2010 年 1 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: 16.00 元

版权所有 违者必究

# 前 言

化学工程与工艺专业实验是化工专业实践性教学的重要环节。通过实验使学生能更加深入地了解所学过的化工专业理论知识，培养学生掌握化学工程与工艺专业实验技术和实验研究方法。化学工程与工艺专业实验结合了化工热力学、化学反应工程、化工传递过程、分离过程以及化学工艺等课程，每个学生安排 15~20 个专业实验，要求学生达到以下教学要求：

- ① 掌握化学工程与工艺专业的基本实验技术和操作技能；
- ② 学会使用化学工程与工艺专业实验的主要仪器和设备，熟悉与专业实验相关的计算机数据采集、数据处理和操作控制系统；
- ③ 了解本专业实验研究的基本方法；
- ④ 提高学生分析问题、解决问题的能力，以及创新能力。

化学工程与工艺专业实验不同于理论教学，也有别于基础理论课程的实验，它具有更强的化学工程与工艺专业背景，实验流程较长，装置规模较大，学生要通过较为系统的实验室工作来培养自己的动手能力、分析问题的能力与创新思维，训练参加科学研究的能力。化学工程与工艺专业实验课程安排在基础课与技术基础课程学完以后，与专业课程同时进行。要求学生有数、理、化和化工原理的理论基础，有物理、化学、分析、电工、仪表和计算机操作等基础实验技能。

本书内容包括三部分。

第一部分介绍化学工程与工艺专业实验的基础知识。介绍如何拟订实验方案和如何实施实验方案，实验数据的分析和处理方法，实验常用仪器，实验室安全和环保常识，实验报告的撰写要求。

第二部分介绍化学工程与工艺专业化学工程实验。列举了化学工程方面有代表性的 5 个实验。本书在选择实验实例时，注意实验内容的典型性和先进性以及综合性。实验中汇集了教师多年的教学科研成果，引入了计算机数据采集、数据处理和控制系统。实验力图模拟化工生产过程，使学生受到较全面的实验训练。实验安排上，考虑到专业课程的平衡，化工热力学课程选择了二元体系汽液平衡数据测定、超临界流体萃取高附加值产品等实验；化工传递过程与分离过程课程选择了液膜分离法脱除废水中的污染物；化学反应工程课程选择了连续流动反应器中的返混性能测定、气固相催化宏观反应速率的测定等实验。

第三部分介绍化学工程与工艺专业化学工艺实验。列举了化学工艺方面有代表性的 21 个实验。主要选择了精细化工中各领域有代表性产品的实验室制备过程。

附录部分包括化学工程与工艺专业实验常用数据表、常用仪器设备的原理和使用方法。这些内容都是化工专业本科生和化工领域技术人员必须掌握的。

在安排实验时，建议抓好以下教学环节。

(1) 实验预习 学生应根据实验教材和实验指导书，了解每个实验的目的、原理、流程、装备与控制，对实验步骤、实验数据采集与处理方法有所了解。教师应在实验前，通过多种方式检查学生的预习情况，作为评分依据之一。

(2) 实验过程 在安排实验方案的基础上,精心调节实验条件,细心观察实验现象,正确记录实验数据。指导学生正确使用实验仪器,督促学生严格采集实验数据,养成优良的实事求是的学风。教育学生不得涂改记录,不得伪造数据。实验过程中,教师应重视培养学生根据实验现象提出问题和分析问题的能力。

(3) 实验报告 实验完成后,学生应认真独立撰写报告。实验报告应做到层次分明、数据完整、计算正确、结论明确、图表规范、讨论深入。要重视实验讨论环节,实验讨论是对学生创新思维的训练。

一个完整的专业实验过程相当于一个小型的科学研究过程,预习大体上相当于查阅文献和开题论证,实验操作相当于试验数据的测定,实验报告就是一篇小型论文。参加一次实验,要视为参加科学研究的初步训练,学生应认真对待和参与专业实验的全过程。

本书由陕西科技大学化学工程与工艺教研室教师集体编写,其中化学工程实验 1、2 由赵霞编写,实验 3~5、常用数据表由郭睿教授编写;化学工艺实验 1~7 由唐宏科副教授编写,实验 8~12 由孙永会编写,实验 13~19 由杨建洲教授编写。全书由郭睿教授统稿,杨建洲教授主审。研究生张春生为本书的完成做了大量的资料整理工作,本书的出版还得到了陕西省中职教师培训建设项目的大力支持,在此一并表示感谢。

本书为化学工程与工艺专业以及化工相关专业本科生、化学工艺专业中职教师培训实验教材,也可作为化工实验、化工科研和化工企业科技人员的参考书。

由于编者水平有限,错误在所难免,敬请批评指正!

编者

2009 年 10 月

# 目 录

<b>第 1 章 化学工程与工艺专业实验基础知识</b> .....	1
1.1 实验方案的拟订和实施 .....	1
1.1.1 实验方案的拟订 .....	1
1.1.2 实验方案的实施 .....	4
1.2 实验误差分析和数据处理 .....	7
1.2.1 实验数据的误差分析 .....	7
1.2.2 实验数据的处理 .....	10
1.3 实验室常用仪器及其使用方法 .....	13
1.3.1 常用玻璃仪器 .....	13
1.3.2 金属仪器 .....	16
1.3.3 实验室常用的分析仪器 .....	16
1.3.4 电子电器 .....	19
1.3.5 常见实验装置示意图 .....	21
1.4 实验室安全和环保 .....	24
1.4.1 常见危险品分类 .....	24
1.4.2 安全使用危险品——防爆、防毒和环境保护 .....	26
1.4.3 实验室安全用电 .....	28
1.4.4 实验事故的应急处理 .....	30
1.5 实验报告的撰写 .....	31
1.5.1 实验报告的特点 .....	31
1.5.2 实验报告的内容 .....	32
<b>第 2 章 化学工程实验</b> .....	33
实验 1 二元体系汽液相平衡数据的测定与关联 .....	33
实验 2 超临界流体萃取高附加值产品 .....	35
实验 3 连续流动反应器中的返混性能测定 .....	38
实验 4 气固相催化宏观反应速率的测定 .....	43
实验 5 膜分离法脱除水中的盐 .....	45
<b>第 3 章 化学工艺实验</b> .....	50
实验 1 过氧化环己酮的制备 .....	50
实验 2 从植物中提取天然香料 .....	51
实验 3 丙烯酸树脂乳液胶黏剂的制备 .....	54
实验 4 巯基乙酸铵的制备 (设计性实验) .....	56

实验 5	硫酸化蓖麻油的制备 .....	58
实验 6	羧甲基淀粉胶黏剂的制备 .....	60
实验 7	十二醇硫酸钠的制备 .....	62
实验 8	十二烷基甜菜碱 .....	64
实验 9	聚醋酸乙烯酯乳胶漆的制备 .....	66
实验 10	尼泊金甲酯 .....	69
实验 11	硫代二丙酸二月桂酯的制备 .....	71
实验 12	$\beta$ -萘乙醚的制备 .....	73
实验 13	果胶的制备 .....	74
实验 14	环氧树脂胶黏剂的合成及配制 .....	76
实验 15	增塑剂邻苯二甲酸二辛酯的制备 .....	80
实验 16	葡萄糖酸锌的制备 .....	82
实验 17	餐具洗涤剂的制备 .....	83
实验 18	洗发香波的制备 .....	85
实验 19	乙酰水杨酸的制备 .....	88
<b>附录</b>	.....	91
附录 1	化学工程与工艺专业实验常用数据表 .....	91
附录 2	相平衡数据 .....	98
附录 3	常见实验仪器工作原理及使用方法 .....	99
<b>参考文献</b>	.....	115

# 第1章 化学工程与工艺专业实验基础知识

## 1.1 实验方案的拟订和实施

化学工程与工艺专业实验是培养学生初步了解、学习和掌握化工实验技术、实验设备和实验研究方法的重要环节。专业实验，特别是研究开发型实验，不同于基础实验，其实验目的不仅仅是为了验证一个原理、观察一种现象或是寻求一个规律，而是有针对地解决一个具有明确工业背景的化学工程与工艺问题。在实验的组织和实施方法上与科研工作十分类似，主要包括以下方面：

- ① 优选技术路线，选择实验方法；
- ② 确定实验内容；
- ③ 实验设计；
- ④ 实验设备仪表的设计和选择；
- ⑤ 实验流程的组织；
- ⑥ 实验装置的安装和调试；
- ⑦ 实验数据的测定和采集。

其中①~③为实验方案的拟订，④~⑦为实验方案的实施。

### 1.1.1 实验方案的拟订

在组织化学工程与工艺专业实验前，首先要对整个实验过程进行一个全面的、概括的设想和规划，使实验者心中有数。为此需围绕实验目的，针对研究对象的特征，拟订一个切实可行的实验方案。

实验方案的拟订是从查阅文献、收集资料入手，在尽可能掌握与实验项目有关的研究方法、检测手段和基础数据的基础上，通过对项目技术路线的优选，确定实验内容，设计实验方案。

#### 1.1.1.1 优选技术路线，选择实验方法

化学工程与工艺专业实验实践性极强，所涉及的内容十分广泛。适宜的技术路线与实验方法应建立在系统周密的调查研究基础之上。应认真总结和借鉴前人的研究成果，依靠化学工程理论的指导和科学的实验方法论，并结合实验室现有条件选择合理的技术路线和有效的实验方法。

#### 1.1.1.2 确定实验内容

实验研究内容应围绕实验目的确定，应抓住课题的主要矛盾，有的放矢地开展实验。比如，同样是研究固定床反应器中的流体力学，对轴向床研究的重点是流体返混和阻力问题，而径向床研究的重点则是流体的均布问题。因此，在确定实验内容前，要对研究对象进行认真的分析。实验内容主要包括以下三个环节。

- (1) 实验指标的确定



实验指标是指为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。如精馏过程的产品纯度，动力学研究中测定的反应速率，工艺实验的转化率、收率和选择性等。实验指标与实验目的密切相关。实验目的不同，研究的着眼点不同，实验指标也就不一样。

### (2) 实验因子的确定

实验因子是指那些可能对实验指标产生影响，必须在实验中直接考察和测定的工艺参数或操作条件，常称为自变量。如温度、压力、流量、原料组成、催化剂粒度、搅拌强度等。确定实验因子必须注意：实验因子必须具有可检测性；实验因子与实验指标应具有明确的相关性。

### (3) 因子水平的确定

因子水平是指各实验因子在实验中所取的具体状态，一个状态代表一个水平。如压力分别取 10MPa、20MPa、30MPa，便称压力有三个水平。

选取变量水平时，应注意变量水平变化的可行域。所谓可行域，就是指因子水平的变化在工艺、工程及实验技术上所受到的限制。如在气-固相反应本征动力学的测定实验中，为消除内扩散阻力，催化剂粒度的选择有个上限；为消除外扩散阻力，操作气速的变化有个下限；温度水平的变化则应限制在催化剂的活性温度范围内，以确保实验在催化剂活性相对稳定期内进行。又如在产品制备的工艺实验中，原料浓度水平的确定应考虑原料的来源及生产前后工序的限制。因此，确定各变量的水平前，应充分考虑实验项目的工业背景及实验本身的技术要求，合理地确定其可行域。

#### 1.1.1.3 实验设计

根据已确定的实验内容，拟定一个具体的实验安排表，以指导实验的进程，这项工作称为实验设计。实验设计是数理统计学的重要分支。多数数理统计方法主要用于分析已经得到的数据，而实验设计却是用于决定数据收集的方法。它主要讨论如何合理地安排实验以及对实验数据如何分析等。

化学工程与工艺专业实验通常涉及多变量、多水平的实验设计，由于不同变量、不同水平所构成的实验点在操作可行域中的位置不同，对实验结果的影响程度也不一样。因此，如何安排和组织实验，用最少的实验获取最有价值的实验结果，是实验设计的核心内容。

随着科学研究和实验技术的发展，实验设计方法的研究也经历了由经验向科学的发展过程。其中有代表性的是正交实验设计法、均匀实验设计法、单纯形优化法和序贯实验设计法等。正交实验设计法可以将主要因素和次要因素做出较明确的估计，可利用的正交表有不同的形式，可以有针对性地对因素进行实验研究，应用较多。序贯实验设计法，突破了传统的“先实验，后整理”（即全部实验完成后，再进行分析整理）的安排，提出“边实验、边整理”的更为合理的实验设计方法。以下对这两种方法作简要介绍。

#### (1) 正交实验设计法

正交实验设计法是根据正交配置的原则，从各因子各水平的可行域空间中选择最有代表性的搭配来组织实验，综合考察各因子的影响。

正交实验设计所采取的方法是制定一系列规格化的实验安排表供实验者选用，这种表格称为正交表。正交表的表示方法为  $L_n (K^N)$ ，其中  $L$  为正交表， $n$  为实验次数（实验号）， $K$  为因子的水平数， $N$  为实验因子数（列号）。

例如， $L_8 (2^7)$  表示此表最多可容纳 7 个因子，每个因子有 2 个水平，实验次数为 8，

如表 1-1 所示。表中，列号代表不同的因子，实验号代表第几次实验，列号下面的数字代表该因子的不同水平。由此表可见，用正交表安排实验具有以下两个特点。

① 每个因子的各个水平在表中出现的次数相等。即每个因子在其各个水平上都具有相同次数的重复实验。如表中，每列对应的水平“1”与水平“2”均出现 4 次。

② 每两个因子之间不同水平的搭配次数相等。即任意两个因子间的水平搭配是均衡的。如表 1-1 中第 1 列和第 2 列的水平搭配为 (1, 1)、(1, 2)、(2, 1)、(2, 2) 各两次。

表 1-1 正交表  $L_8(2^7)$

列号 实验号	1	2	3	4	5	6	7
1	1	1	1	1	1	1	1
2	1	1	1	2	2	2	2
3	1	2	2	1	1	2	2
4	1	2	2	2	2	1	1
5	2	1	2	1	2	1	2
6	2	1	2	2	1	2	1
7	2	2	1	1	2	2	1
8	2	2	1	2	1	1	2

由于正交表的设计有严格的数学理论依据，从统计学的角度充分考虑了实验点的代表性、因子水平搭配的均衡性以及实验结果的精度等问题，所以，用正交表安排实验具有实验次数少，数据准确，结果可信度高等优点，在多因子、多水平工艺实验的操作条件寻优、反应动力学方程的研究中经常采用。

在实验指标、实验因子和因子水平确定后，正交实验设计依如下步骤进行。

① 列出实验条件表。即以表格的形式列出影响实验指标的主要因子及其对应的水平。

② 选用正交表。因子水平一定时，选用正交表应从实验的精度要求、实验工作量及实验数据处理三方面加以考虑。

一般的选表原则是：

正交表的自由度  $\geq$  (各因子自由度之和 + 因子交互作用自由度之和)

其中，

正交表的自由度 = 实验次数 - 1

因子自由度 = 因子水平数 - 1

③ 表头设计。将各因子正确地安排到正交表的相应列中。安排因子的次序是，先排定有交互作用的单因子列，再排两者的交互作用列，最后排独立因子列。交互作用列的位置可根据两个作用因子本身所在的列数，由同水平的交互作用表查得，交互作用所占的列数等于单因子水平数减 1。

④ 制定实验安排表。根据正交表的安排将各因子的相应水平填入表中，形成一个具体的实施计划表。交互作用列和空白列不列入实验安排表，仅供数据处理和结果分析用。

## (2) 序贯实验设计法

序贯实验设计法是一种更加科学的实验方法。它将最优化的设计思想融入实验设计之中，采取边设计、边实施、边总结、边调整的循环运作模式。根据前期实验提供的信息，通过数据处理和寻优，搜索出最灵敏、最可靠、最有价值的实验点作为后续实验的内容，周而复始，直至得到最理想的结果。这种方法既考虑了实验点因子水平组合的代表性，又考虑了实验点的最佳配置，使实验始终在效率最高的状态下运行，实验结果的精度提高，研究周期

缩短。在化工过程开发的实验研究中,尤其适用于模型鉴别与参数估计类实验。

### 1.1.2 实验方案的实施

实验方案的实施主要包括:实验设备仪表的设计与选择;实验流程的组织与实施;实验装置的安装与调试;实验数据的测定与采集。实验工作通常分四步进行,首先是根据实验的内容和要求,设计、选用和制作实验所需的主体设备及辅助设备;然后,围绕主体设备构想组织实验流程,解决原料的配置、净化、计量和输送问题,以及产物的采样、收集、分析和后处理问题;根据实验流程,进行设备、仪表、管线的安装和调试,完成全流程的贯通。最后,在流程贯通基础上,进入正式实验阶段,进行实验数据的测定与采集。

#### 1.1.2.1 实验设备仪表的设计和选择

实验设备仪表的合理设计和正确选用是实验工作得以顺利进行的关键。化工专业实验所涉及的实验设备仪表主要分为三大类:一是主体设备,二是辅助设备,三是测量控制仪表。主体设备是实验工作的重要载体,辅助设备则是主体设备正常运行及实验流畅的保障,测量控制仪表是观测和调节主体设备和辅助设备工作状态的重要工具。

##### (1) 实验主体设备设计与选择

化工专业实验的主体设备主要分为反应设备、分离设备、物性测试设备等几大类。随着化工实验技术的不断积累与完善,已形成了多种结构合理、性能可靠、各具特色的专用实验设备,可供实验者参考和选用。

实验的主体设备设计与选择应从实验项目的技术要求、实验对象的特征以及实验本身的特点三方面加以考虑,力求做到结构简单多用,拆装灵活方便,易于观察测控,便于操作调节,数据准确可靠。

根据研究对象的特征合理地设计和选择实验设备,使实验设备在结构和功能上满足实验的技术要求,是首先应该遵循的原则。

如果实验的性质属于探索性的,实验者对所研究的对象知之甚少,希望通过实验来初步了解对象时,设备的设计应以测定快速简便、结果灵敏可信为原则,而不必苛求数据的精确度。例如对化学吸收剂进行初步的筛选,不必准确地测定吸收剂的相平衡关系和传质速率,只需在相同的条件下,对不同吸收剂的吸收速率、解吸速率和吸收能力进行对比实验即可。

在设备的结构设计上,力求做到拆装方便,尺寸可调,一体多用。在材质选择上,力求做到使用安全,便于观察,易于加工。在调控手段上,力求便于操作和自动控制。如设计实验室常用的精馏塔时,在材质选择上,只要操作压力允许,应优先选择玻璃,因为玻璃既便于观察实验现象又便于加工成型。在结构设计上,通常采用可拆卸的分段组装机设计,将精馏塔分为塔釜、塔身、塔头、加料装置等若干部分。其中,塔身又可分为若干段,以便根据需要调整其长短,塔头、塔釜和加料装置则根据磨口尺寸,以便灵活搭配,一塔多用。在回流比的调控手段上,采用可自动控制的电磁摆针式控制方法,通过控制导流摆针在出料口和塔中心停留时间的比值来控制回流比。

##### (2) 辅助设备的选用

专业实验所用的辅助设备主要包括动力设备和换热设备。动力设备主要用于物流的输送和系统压力的调控,如离心泵、计量泵、真空泵、气体压缩机、鼓风机等。换热设备主要用于加热、冷却、冷凝、蒸发和物料的干燥等系统。如管式电阻炉、超级恒温槽、电热烘箱、马弗炉等。辅助设备通常为定型产品,可根据主体设备的操作控制要求及实验物系的特性来选择。选择时,一般是先定设备类型,再定设备规格。

### (3) 测量控制仪表的选择

包括温度、压力、流量、液位、电导以及组成分析仪表等，要求能满足工艺要求，测得的数据准确可靠。其中数字式显示仪表具有显著的优点：

- ① 数字显示结果，直观醒目，读数方便；
- ② 测量速度快，准确度高，误差小，便于与计算机连接；
- ③ 工作可靠，体积小，重量轻。

近年，计算机采集控制系统应用也越来越广泛。因此，数字显示仪表和计算机数据采集控制系统可优先选用。

#### 1.1.2.2 实验流程的组织

实验流程是由实验的主体设备、辅助设备、分析检测设备、控制仪表、管线和阀门等构成的一个整体。实验流程的组织包括原料供给系统的配置、产品收集和采样分析方法的选择、物流路线的设计、仪器仪表的选配等。

##### (1) 原料供给系统的配置

包括原料制备、净化、计量和输送方法的确定，原料加料方式的选择等。

##### (2) 产品的收集与分析

① 产物的收集在实验室中，对常温下可以液化的气体产品、不凝性气体产品、液体产品及固体产品等，应根据其特性采取不同的收集方式。

##### ② 产品的采样分析

产品的采样分析应注意采样点的代表性、采样方法的准确性及采样对系统的干扰。

对连续操作的系统应正确选择采样位置，使之最具代表性。对间歇操作的系统应合理分配采样时间，在反应结果变化大的区域，采样点应密集一些，在反应平缓区可稀疏一些。

对气体样品进行色谱分析时，一般直接在线采样或橡皮球采样。对固体样品应预先干燥并充分混合均匀后再采样。由于实验装置通常较小，可容纳的物料十分有限，所以，分析用的采样量对系统的干扰不可忽视。尤其对间歇操作的系统，采样不当，不仅会影响系统的稳定，有时还会导致实验失败。

#### 1.1.2.3 实验装置的安装与调试

实验装置的正确安装与调试是确保实验数据的准确性、实验操作的安全性和实验布局的合理性的重要环节。流程的安装与调试涉及设备、管道、阀门和仪器仪表等方面。在化工专业实验中，由于所涉及的研究对象性质十分复杂（易燃、易爆、腐蚀、有毒、易挥发等），实验的内容范围较广（涉及反应传递、分离、工艺、设备性能、热力学参数的测定等），实验的操作条件也各不相同（高温、高压、真空、低温等），因此，实验流程的布局、仪器仪表的安装与调试，应根据实验过程的特点、实验设备的多寡以及实验场地的大小来合理安排。在满足实验要求的前提下，力争做到布局合理美观，操作安全方便，检修拆卸自如。

实验装置的安装大致分为三步：①搭建设备安装架，安装架一般由设备支架和仪表屏组成；②在安装架上依流程顺序布置和安装主要设备、辅助设备及仪器仪表；③围绕主要设备，依运行要求布置动力设备和管道。

实验装置安装完毕后，要进行设备、仪表及流程的调试工作。调试工作主要包括系统气密性试验、仪器仪表的校正和流程试运行。

##### (1) 系统气密性试验

系统气密性试验包括试漏、查漏和堵漏三项工作。对压力要求不太高的系统，一般采用

负压法或正压法进行试漏，即对设备和管路充压或减压后，关闭进出口阀门，观察压力的变化。若发现压力持续降低或升高，说明系统漏气。查漏工作应首先从阀门、管件和设备的连接部位入手，采取分段检查的方式确定漏点。其次，再考虑设备材质中的砂眼的问题。堵漏一般采用更换密封件、紧固阀门或连接部件的方法。对真空系统的堵漏，实验室常采用真空封泥或各种型号的真空脂。

对高压系统 ( $p \geq 10\text{MPa}$ )，应先进行水压试验，以考核设备强度。水压试验一般要求水温大于  $5^\circ\text{C}$ ，试验压力大于 1.25 倍设计压力。试验时逐级升压，每个压力级别恒压 30min 以上，以便查漏。水压试验合格后再进行系统气密性试验。

### (2) 仪器仪表的校正

由于待测物料的性质不同，仪器仪表的安装方式不同，以及仪表本身的精度等级和新旧程度不一，都会给仪器仪表的测量带来系统误差，因此，仪器仪表在使用前必须进行标定和校正，以确保测量的准确性。

### (3) 流程试运行

试运行的目的是检查。主要检查：

- ① 设备是否能正常工作，流程是否贯通，管道是否连接到位；
- ② 所有管件阀门是否灵活好用，开闭状态是否合乎运行要求；
- ③ 仪器及仪表是否工作正常，指示值是否灵敏稳定，是否经过标定和校正；
- ④ 开、停车是否方便，有无异常现象。

试运行一般采取先分段试车，后全程贯通的方法进行。

## 1.1.2.4 实验数据的测定和采集

在进行实验数据的测定和采集之前，应对实验设备及操作参数作标定。标定的目的是为了防止和消除设备的使用及操作运行中可能引入的各种系统误差，确保实验数据的准确性。

### (1) 设备参数的标定

在化工专业实验中，由于实验所研究的对象和系统十分复杂，为了达到实验的主要目的，必须对系统作适当的简化，因而提出一些假设条件。而这些假设条件往往要通过固定实验设备的某些参数来实验。因此，实验前，必须对这些参数进行标定，以防止引入系统误差。

例如，精馏实验，正式实验进行之前需标定精馏塔的最小理论板。通常选择一常见体系进行全回流操作，当操作稳定时，可取塔顶产物和釜底产物，分析其组成  $X_D$  和  $X_W$ 。又由文献数据求得平均相对挥发度  $\alpha$ ，再按芬斯克方程：

$$N_{\min} = \lg \left[ \left( \frac{X_D}{1-X_D} \right) \left( \frac{X_W}{1-X_W} \right) \right] \frac{1}{\lg \alpha} - 1 \quad (1-1)$$

计算出最小理论板。

### (2) 操作参数范围的确定

专业实验中，为了满足实验的特殊要求，测得准确可信的实验数据，除了要对设备参数进行标定外，往往还要对操作参数的可行域进行界定，这项工作也必须通过预实验来完成。

比如，用直流等温管式反应器测定本征动力学时，要求消除反应器内催化剂内、外扩散的影响。采取的措施是增大气体流速，减小催化剂粒度。那么，针对一个具体的反应，究竟多大的气速、多小的催化剂粒度才能满足要求呢？这就需要通过预实验来确定。

### (3) 实验调控装置的标定

实验研究中,为了模拟和实现某种操作状态,往往会采取一些特殊的实验手段,而这些手段也有可能引入系统误差,需要通过标定加以消除。如实验室中小型玻璃精馏塔的回流比常采用电磁摆针式控制方法,即通过控制导流摆针在出料口和回流口停留时间的比例来调节回流比。由于采用时间控制,回流是不连续的,在相同的停留时间内,实际回流量与上升蒸汽量、塔头结构、导流摆针的粗细、摆动的距离以及定时器给定的时间间隔之长短等诸多因素有关,所以,时间控制器给出的时间比与实际的回流比并不完全一致。为了避免由此产生的系统误差,精馏塔使用前必须对回流比进行标定。标定的方法是,选择一种标准溶液(如酒精、水、苯),固定塔釜加热量,在全回流下操作稳定后,切换为全采出,并测定全采出时的馏出速度  $U_1$  (mL/h),然后在不同的回流时间比的条件下,测定部分回流时的馏出速度(塔顶出料速度)  $U_2$  (mL/h)。据此,可求得实际回流比为

$$R = \frac{U_1 - U_2}{U_2} \quad (1-2)$$

将实际回流比  $R$  对  $R_0$  (回流时间与采出时间比) 作图,得到校正曲线,以备查用。实际操作时,为避免切换时间间隔太短,摆针来不及达到最佳位置而引入误差,一般以出料时间 3~5s 左右为基准,改变回流时间来计算回流比。

完成了实验设备及操作参数的标定后,就可进入正式实验阶段,进行实验数据的测定和采集。

## 1.2 实验误差分析和数据处理

实验研究的目的,是期望通过实验数据获得可靠的、有价值的实验结果。而实验结果是否可靠,是否准确,必须应用科学的数学方法加以分析、归纳和评价。因此,掌握和应用误差理论、统计理论和科学的数据处理方法是十分必要的。

### 1.2.1 实验数据的误差分析

化工实验数据均为一系列测量的结果,各种测量总是或多或少地包含着一定的误差,评定实验数据误差,设法提高实验的准确度,需进行实验数据的误差分析。

#### 1.2.1.1 误差的分类与表达

##### (1) 误差的分类

误差是实验测量值(包括直接测量和间接测量)与真值(客观存在的准确值)之差。误差的大小,表示每一次测量值相对于真值的不符合程度。它有以下含义:误差永远不等于零,误差的存在是绝对的;误差具有随机性,即实验结果具有不确定性;误差是未知的,因为真值就是未知的。

实验误差根据其性质和来源不同,可分为三类:系统误差、随机误差和粗大(过失)误差。

① 系统误差是由某些固定不变的因素引起的,由仪器误差、方法误差和环境误差构成,即仪器性能欠佳、使用不当、操作不规范以及环境条件的变化引起的误差。系统误差是实验中潜在的弊端,若已知其来源,应设法消除。若无法在实验中消除,则应事先测出其数值的大小和规律,以便在数据处理时加以修正。

② 随机误差是由某些不易控制的因素引起的,是实验中普遍存在的误差,这种误差从统计学的角度看,具有有界性、对称性和抵偿性,即误差仅在一定范围内波动,不会发散,

当实验次数足够多时,正负误差将相互抵消。多次测量数据的算术均值将趋于真值。因此,不易也不必去刻意地消除它。

③ 粗大误差与实际明显不符合的误差,是由于实验者的主观失误造成的误差。这种误差通常造成实验结果的扭曲。在原因清楚的情况下,应及时消除。若原因不明,应根据统计学的  $3\delta$  准则进行判别和取舍 ( $\delta$  称为标准误差)。所谓  $3\delta$  准则,即如果实验测定量  $X_i$  与平均值  $\bar{X}$  的残差  $|X_i - \bar{X}| > 3\delta$ , 则该测定值为坏值,应予剔除。

## (2) 误差的表示方法

① 数据的真值 实验测量值的误差是相对于数据的真值而言的。严格地讲,真值应是某量的客观实际值。然而,在通常情况下,绝对的真值是未知的,只能用相对的真值来近似。在化工专业实验中,常采用三种相对真值,即标准器真值、统计真值和引用真值。

标准器真值,就是用高精度仪表的测量值作为低精度仪表测量值的真值。要求高精度仪表的测量精度必须是低精度仪表的 5 倍以上。

统计真值,就是用多次重复实验测量值的平均值作为真值。重复实验次数越多,统计真值越趋近实际真值,由于趋近速度是先快后慢,故重复实验的次数取 3~5 次即可。

引用真值,就是引用文献或手册上那些已被前人的实验证实,并得到公认的数据作为真值。

② 平均值 化工专业常用的平均值有:算术平均值、均方根平均值、几何平均值和对数平均值。

③ 绝对误差与相对误差 绝对误差与相对误差在数据处理中被用来表示物理量的某次测定值与其真值之间的误差。

绝对误差的表达式为:

$$d_i = |X_i - X| \quad (1-3)$$

相对误差的表达式为:

$$r_i(\%) = \frac{|d_i|}{X} \times 100\% = \frac{|X_i - X|}{X} \times 100\% \quad (1-4)$$

式中  $X_i$ ——第  $i$  次测定值;

$X$ ——真值。

④ 算术平均误差(算术均差)和标准误差(均方根误差) 算术平均误差和标准误差在数据处理中被用来表示一组测量值的平均误差。其中,算术平均误差的表达式为:

$$\delta = \frac{\sum_{i=1}^n |X_i - \bar{X}|}{n} = \frac{\sum_{i=1}^n |d_i|}{n} \quad (1-5)$$

式中  $n$ ——测量次数;

$X_i$ ——第  $i$  次测量值;

$\bar{X}$ —— $n$  次测量值的算术均值。

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n} \quad (1-6)$$

在有限次数 ( $n$ ) 的实验中,标准误差  $\delta$  的表达式为:

$$\delta = \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n-1}} \quad (1-7)$$

算术平均误差和标准误差是实验研究中常用的精度表示方法。两者相比,标准误差能够更好地反映实验数据的离散程度,因为它对一组数据中的较大误差或较小误差比较敏感,因而,在化工专业实验中被广泛采用。

### (3) 仪器仪表的精度与测量误差

仪器仪表的测量精度常采用精确度等级来表示,如 0.1、0.2、0.5、1.0、1.5、2.5、5.0 级电流表、电压表等。而所谓的仪表等级实际上是仪表测量值的最大相对误差(百分数)的一种实用表示方法,称之为引用误差。引用误差的定义为:

$$\text{引用误差} = \frac{\text{仪表指示值的最大绝对误差}}{\text{仪表满量程值}} \quad (1-8)$$

若以  $P\%$  表示某仪表的引用误差,则该仪表的精度等级为  $P$  级。精度等级  $P$  的数值愈大,说明引用误差愈大,测量的精度等级愈低。这种关系在选用仪表时应注意。从引用误差的表达式可见,它实际上是仪表测量值为满刻度值时相对误差的特定表示方法。

在仪表的实际使用中,由于被测值的大小不同在仪表上的示值不一样,这时应如何来估算不同测量值的相对误差呢?假设仪表的精度等级为五级,表明引用误差为  $P\%$ ,若满量程值为  $M$ ,测量点的指示值为  $m$ ,则测量值的相对误差  $E_r$  的计算式为:

$$E_r = \frac{M \times P\%}{m} \quad (1-9)$$

可见,仪表测量值的相对误差不仅与仪表的精度等级有关,而且与满量程值  $M$  和测量值  $m$ ,即比值  $M/m$  有关。因此,在选用仪表时应注意如下两点。

① 当待测值一定,选用仪表时,应兼顾精度等级和仪表量程进行合理选择。不能盲目追求仪表的精度等级,量程选择的一般原则是,尽可能使测量值落在仪表满刻度值的三分之二处,即  $M/m=3/2$  为宜。

② 选择仪表的一般步骤是:首先根据待测值  $m$  的大小,依  $M/m=3/2$  的原则确定仪表的量程  $M$ ,然后,根据实验允许的测量值相对误差  $E_r\%$ ,依式(1-9)确定仪表的最低精度等级  $P$ ,即

$$P\% = \frac{m \times E_r\%}{M} = \frac{2}{3} \times E_r \quad (1-10)$$

最后,根据上面确定的  $M$  和  $P\%$ ,从可供选择的仪表中选配精度合适的仪表。

#### 1.2.1.2 误差的传递

前述的误差计算方法主要用于实验直接测定量的误差估计。但是,在化工专业实验中,通常希望考察的并非直接测定量而是间接的响应量。如反应动力学方程的测定实验中,速率常数  $k = k_0 e^{-E/(RT)}$  就是温度的间接响应值。由于响应值是直接测定值的函数,因此,直接测定值的误差必然会传递给响应值。那么,如何估计这种误差的传递呢?

##### (1) 误差传递的基本关系式

设某响应值  $y$  是直接测量值  $x_1, x_2, \dots, x_n$  的函数,即

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_n) \quad (1-11)$$

由于误差相对于测定量而言是较小的量,因此可将上式依泰勒级数展开,略去二阶导数以上的项,可得函数  $y$  的绝对误差  $\Delta y$  表达式:

$$\Delta y = \frac{\partial f}{\partial x_1} \Delta x_1 + \frac{\partial f}{\partial x_2} \Delta x_2 + \dots + \frac{\partial f}{\partial x_n} \Delta x_n \quad (1-12)$$



此式即为误差的传递公式。式中,  $\Delta x_1, \Delta x_2, \dots, \Delta x_n$  表示直接测量值的绝对误差;  $\frac{\partial f}{\partial x_i}$  为误差传递系数。

### (2) 函数误差的表达

由式(1-11)可见, 函数的误差  $\Delta y$  不仅与各测量值的误差  $\Delta x_i$  有关, 而且与相应的误差传递系数有关。为保险起见, 考虑到各测量值的分误差有相互抵消的可能, 将各分量误差取绝对值, 即得到函数的最大绝对误差为:

$$\Delta y = \sum_{i=1}^n \left| \frac{\partial f}{\partial x_i} \Delta x_i \right| \quad (1-13)$$

据此, 可求得函数的相对误差为:

$$\frac{\Delta y}{y} = \sum_{i=1}^n \left| \frac{\partial f}{\partial x_i} \times \frac{\Delta x_i}{y} \right| \quad (1-14)$$

当各测量量对响应量的影响相互独立时, 响应值的标准误差为:

$$\sigma_y = \sqrt{\sum_{i=1}^n \left[ \left( \frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 \sigma_i^2 \right]} \quad (1-15)$$

式中  $\sigma_i$ ——各直接测量值的标准误差;

$\sigma_y$ ——响应值的标准误差。

根据误差传递的基本公式, 可求得不同函数形式的实验响应值的误差及其精度, 以便对实验结果作出正确的评价。

## 1.2.2 实验数据的处理

实验所得到的结果最初是以数据的形式表达的。要进一步得出结果, 必须对实验数据做进一步处理, 了解各变量之间的定量关系, 以分析实验现象, 找出规律, 指导研究、设计和生产。实验数据的处理是一项技巧性很强的工作。处理方法得当, 会使实验结果清晰而准确, 否则, 将得出模糊不清甚至错误的结论。实验数据处理常用的方法有三种: 列表法、图示法和回归分析法。

### 1.2.2.1 列表法

列表法是将实验的原始数据、运算数据和最终结果直接列成表格表示, 是数据整理的第一步, 为标绘曲线图或整理成数学公式(回归分析)打下基础。根据记录的内容不同, 数据表主要分为两种: 原始数据记录表和实验结果表。其中, 原始数据记录表是在实验前预先制定的, 记录的内容是未经任何运算处理的原始数据。实验结果表记录了经过运算和整理得出的主要实验结果, 该表的制定应简明扼要, 直接反映主要实验指标与操作参数之间的关系。

### 1.2.2.2 图示法

图示法是表达实验结果的常用方法, 其优点是直观清晰, 便于比较, 容易看出数据中的极值点、转折点、周期性、变化率及变化趋势等特性。准确的图形还可以在不知数学表达式的情况下进行微积分计算, 因此得到广泛应用。

图示法的关键是坐标的合理选择, 包括坐标类型与坐标刻度的确定。坐标选择不当, 往往会扭曲和掩盖曲线的本来面目, 导致错误的结论。

坐标类型选择的一般原则是尽可能使函数的图形线性化。即线性函数  $y=a+bx$ , 选用直角坐标纸。指数函数  $y=ab^x$ , 选用半对数坐标纸。幂函数  $y=ax^b$ , 选用对数坐标纸。若变量的数值在实验范围内发生了数量级的变化, 则该变量应选用对数坐标来标绘。确定坐标