

梁 红 主编

Huaxue Gongcheng yu Gongyi
Zhuanye Shiyan

化学工程与工艺 专业实验



广东省出版集团

广东科技出版社（全国优秀出版社）

化学工程与工艺专业实验

梁 红 主编

廣東省出版集團
廣東科技出版社
· 广 州 ·

图书在版编目 (CIP) 数据

化学工程与工艺专业实验/梁红主编. —广州: 广东科技出版社, 2009. 4

ISBN 978 - 7 - 5359 - 4867 - 0

I. 化… II. 梁… III. 化学工程-化学实验 IV. TQ016

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2009) 第 004915 号

责任编辑: 谢志远 (zyxie1217@sina.com)

封面设计: 陈维德

责任校对: 罗 克

责任印制: LHZH

出版发行: 广东科技出版社

(广州市环市东路水荫路 11 号 邮码: 510075)

E-mail: gdkjzbb@21cn.com

http://www.gdstp.com.cn

印 刷: 广州市官侨彩印有限公司

(广州市番禺区石楼官桥 邮码: 511447)

规 格: 787mm × 1 092mm 1/16 印张 10.5 字数 210 千

版 次: 2009 年 4 月第 1 版

2009 年 4 月第 1 次印刷

定 价: 20.00 元

如发现因印装质量问题影响阅读, 请与承印厂联系调换。

编写人员名单

主 编 梁 红

副主编 陈 姚 郑文芝 李树华

编 委 王正平 刘晓国 陈胜洲
韦星船 邹汉波 尚小琴

前 言

本书是根据教育部关于进一步深化本科教学改革全面提高教学质量的若干意见[教高〔2007〕2号]文中“高度重视实践环节，提高学生实践能力，推进实验内容和实验模式改革及创新，培养学生的实践动手能力、分析问题和解决问题能力”的有关精神，根据化学工程与工艺专业的培养要求，并结合珠江三角洲地区化学工业的发展需要，同时吸纳了教师的研究成果作为实验项目来编写的。

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、石油化工、高分子化工、工业催化、电化学工程等专业归并而成的宽口径专业。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。作为一门重要的专业实践课程，本课程的目的目的是培育学生掌握化学工程与工艺专业实验技术与实验研究方法。

本书共分为三章，第一章专业实验基础，介绍了专业实验的组织与实施、实验数据的处理与实验报告的撰写方法等。第二章化工专业实验，本章选择的部分实验项目为化学工程与工艺专业的一些典型的实验内容，同时选择了一些具有特色的精细化工的实验项目。实验项目中有的侧重于验证专业理论，使学生加深对理论的理解；有的着眼于模拟生产实际过程，以提高学生对工程和工艺的认识。为了将现代化教育手段引入实验教学，还介绍了一些计算机仿真试验。第三章化工研究创新实验，本实验项目是由作者的科研成果转化而来，教学方法采取教师首先给学生实验项目的任务书，学生在教师的指导下及进行文献检索和调研的基础上，提出实验方案，设计实验过程，然后教师和学生共同讨论确定最后的实验方案，由学生独立完成，并对实验数据进行处理、结果分析和归纳总结。实验完成后，学生要准备 PPT 图片，在规定的时间内汇报实验的过程和结果；最后学生以小论文的形式提交实验报告完成整个实验。在整个实验过程中，教师只是起引导作用，使学生获得了独立思考、实践动手、团队合作、演讲汇报、论文撰写等多方面的能力。这类实验学生可根据自己的兴趣选择一个项目来做。化学工程与工艺专业实验课程安排在基础与技术基础课程学完以后，它要求学生有数理化和化工原理的理论基础，有物理、化学、电工、仪表的基本实验技能，通过本课程加强以化学工程与工艺为背景的综合实验训练，同时更要培养学生的实践动手能力、分析问题和解决问题能力。

本书由梁红主编、陈姚、郑文芝、李树华副主编共同制定了编写大纲和要求，梁红编写第三章及第二章的部分内容，陈姚、李树华编写了第二章，郑文芝编写第一章，同时参与本书编写工作的有王正平、刘晓国、陈胜洲、韦星船、邹汉波、尚小琴等，全书由梁红统稿。

由于编者的水平有限，肯定会存在不尽如人意的地方，出现问题和错误也在所难免，敬请同行专家学者和广大的读者批评指正。

编 者

2009年3月

目 录

第一章 专业实验基础	1
第一节 化工专业实验的组织	1
第二节 实验设计	3
第三节 实验方案的实施	8
第四节 数据统计分析	14
第五节 实验报告与科技论文的撰写	18
第二章 化工专业实验	21
实验 1 三元液-液平衡数据的测定	21
实验 2 活度系数的测定-色谱法测无限稀释活度系数	24
实验 3 连续流动反应器中的返混测定	28
实验 4 催化剂的制备及表征分析	32
实验 5 气固相催化宏观反应速率的测定	35
实验 6 固膜分离实验	39
实验 7 表面活性剂的合成	42
实验 7-1 非离子表面活性剂硬脂酸蔗糖单酯的合成及其乳化试验	42
实验 7-2 阴离子表面活性剂十二醇硫酸钠的制备	45
实验 7-3 表面活性剂定性定量测定	47
实验 8 日用化学品的配制与性能测试	51
实验 8-1 润肤霜、洗面奶的配制及性能测试、重金属含量的测定	51
实验 8-2 洗洁精、无磷洗衣粉的配制及洗涤效果测定	55
实验 8-3 肥皂的制备及其泡沫实验	58
实验 8-4 洗发香波的配制及性能测试	61
实验 9 涂料产品的制备与性能测试	65
实验 9-1 环保型脲醛树脂胶黏剂的制备	65
实验 9-2 水溶性丙烯酸树脂的制备	71
实验 9-3 水性丙烯酸金属清漆(涂料)的制备与性能测试	75
实验 10 香料的提取、合成及成分分析	81
实验 10-1 天然植物中香料的提取及成分分析	81

实验 10-2 香料紫罗兰酮的合成	85
实验 11 防腐剂山梨酸钾的制备	88
实验 12 计算机仿真化工实验	90
实验 12-1 脱丁烷精馏工艺流程仿真	90
实验 12-2 碳二加氢工艺流程仿真	95
实验 12-3 吸收解吸工艺流程仿真	102
第三章 化工研究创新实验	111
实验 13 柴油车尾气净化催化剂制备、性能测试及表征	111
实验 14 连续法制备沉淀二氧化硅及产品性能检测与表征	119
实验 15 有机功能水溶性丙烯酸树脂的合成及表征研究	128
实验 16 植物中活性成分的超临界萃取	133
实验 17 还原染料的媒介间接电化学还原反应的研究	138
实验 18 微波萃取藤茶中二氢杨梅素的研究	142
实验 19 淀粉改性方法的研究及产品表征	149
总附录	155

第一章 专业实验基础

第一节 化工专业实验的组织

化学工程与工艺专业实验是初步了解、学习和掌握化学工程与工艺学科实验研究方法的一个重要实践性环节。专业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普遍适用的规律，而应当是为了有针对性地解决一个具有明确工业背景的化学工程和工艺问题。因此，在实验的组织 and 实施方法上与科研工作十分类似，也是从查阅文献、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、实验方案的设计、实验设备的选配、实验流程的组织与实施来完成实验工作，并通过对实验结果的分析与评价获取最有价值的结论。

化学工程与工艺专业实验的组织与实施原则上可分为三个阶段：第一，设计实验方案；第二，实验方案的实施；第三，实验结果的分析与评价。

实验方案是指导实验工作有序开展的一个纲要。实验方案的科学性、合理性、严密性与有效性往往直接决定了实验工作的效率与成败。因此，在着手实验前，应围绕实验目的、针对研究对象的特征，对实验工作的开展进行全面的规划和构想，拟定一个切实可行的实验方案。

实验方案的主要内容包括：实验技术路线与方法的选择，实验内容的确定，实施方案的设计。

化学工程与工艺实验所涉及的内容十分广泛。由于实验目的不同、研究对象的特征不同、系统的复杂程度不同，实验者要想高起点、高效率地着手实验，必须对实验技术路线与方法进行选择。

技术路线与方法的正确选择应建立在对实验项目进行系统周密的调查研究基础之上，认真总结和借鉴前人的研究成果，紧紧依靠化学工程理论的指导和科学的实验方法论，以寻求最合理的技术路线、最有效的实验方法。选择和确定实验的技术路线与方法应遵循如下四个原则。

一、技术与经济相结合的原则

在化工过程开发的实验研究中，由于技术的积累，针对一个课题往往会有多种可供

选择的研究方案。研究者必须根据研究对象的特征，以技术和经济相结合的原则对方案进行评价和筛选，以确定实验研究工作的最佳切入点。

二、分解与简化相结合的原则

在化工过程开发中所遇到的研究对象和系统往往是十分复杂的，反应因素、设备因素和操作因素交织在一起，给实验结果的正确判断造成困难。对这种错综复杂的过程，要认识其内在的本质和规律，必须采用过程分解与系统简化相结合的实验研究方法，即在化学工程理论的指导下，将研究对象分解为不同层次，然后在不同层次上对实验系统进行合理的简化，并借助科学的实验手段逐一开展研究。在这种实验研究方法中，过程的分解是否合理、是否真正地揭示了过程的内在关系，是研究工作成败的关键。因此，过程的分解不能仅凭经验和感觉，还必须遵循化学工程理论的正确指导。

由化学反应工程的理论可知，任何一个实际的工业反应过程，其影响因素均可分解为两类，即化学因素和工程因素。化学因素体现了反应本身的特性，其影响通过本征动力学规律来表达。工程因素体现了实现反应的环境，即反应器的特性，其影响通过各种传递规律来表达。反应本征动力学的规律与传递规律两者是相互独立的。基于这一认识，在研究一个具体的反应过程时，应对整个过程依反应因素和工程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。

过程分解与系统简化相结合是化工过程开发中一种行之有效的实验研究方法。过程的分解源于正确的理论指导，系统简化依靠科学的实验手段。正是因为这种方法的广泛运用，才形成了化学工程与工艺专业实验的现有框架。

三、工艺与工程相结合的原则

工艺与工程相结合的开发思想极大地推进了现代化工新技术的发展，如反应精馏技术、膜反应器技术、超临界技术、三相床技术等都将反应器的工程特性与反应过程的工艺特性有机结合在一起而形成的新技术。因此，如同过程分解可以帮助研究者找到行之有效的实验方法一样，通过工艺与工程相结合的综合思维，也会在实验技术路线和方法的选择上得到有益的启发。

以甲缩醛制备工艺过程的开发为例。从工艺角度分析甲醇和甲醛在酸催化下合成甲缩醛的反应，其主要特征是：①主反应为可逆放热反应，并伴有串联副反应；②主产物甲缩醛在系统中相对挥发度最大。特征①表明，为提高反应物甲醛的平衡转化率和产物甲缩醛的收率，抑制串联副反应，工艺上希望及时将反应热和产物甲缩醛从系统中移走。那么，从工程的角度如何来满足工艺的要求呢？我们结合对象的工艺特征②和精馏操作的工程特性，从工艺与工程相结合的角度去考虑，就会发现采用反应精馏技术是最佳方案。因为它不仅可以利用精馏塔的分馏作用不断移走和提纯主产物，提高反应的平衡转化率和产品收率，而且可以利用反应热作为精馏的能源，既降低了精馏的能耗，又带走了反应热，一举两得。同时，精馏还对反应物甲醛具有提浓作用，可降低工艺上对原料甲醛溶液的浓度要求，从而降低原料成本。可见，工艺与工程相结合在技术路线的选择上带来的巨大优越性。

工艺与工程相结合是制定化工过程开发的实验研究方案的一个重要方法，从工艺与工程相结合的角度思考问题，有助于开拓思路，创造新技术新方法。

四、资源利用与环境保护相结合的原则

进入 21 世纪，为使人类社会可持续发展，保护地球的生态平衡，开发资源、节约能源、保护环境将成为国民经济发展的课题。尤其对化学工业，如何有效地利用自然资源，避免高污染、高毒性化学品的使用，保护环境，实现清洁生产，是化工新技术、新产品开发中必须认真考虑的问题。

第二节 实验设计

实验的技术路线与方法确定以后，接下来要考虑实验研究的具体内容。实验内容的确定不能盲目地追求面面俱到，而应抓住课题的主要矛盾，有的放矢地开展实验，在确定实验内容前，要对研究对象进行认真的分析，以便抓住其要害。

实验设计过程一般由以下步骤：

一、实验课题的目的

课题提出有的来自于研究规划、有的来自于生产实践。任何一个实验课题的提出都要有理论根据。通常要查阅国内外有关文献资料，了解前人在这个领域的工作，考虑自己如何在前人的基础上向前推进。明确实验目的，就是要明确追求什么，要达到什么要求，以后的工作就是围绕这个目的去进行的。

二、确定的测试项目和指标

课题可能是多样的，实验方法也可能是多样的，对研究成果总是要用一系列的技术规格和指标来进行评价。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性的参数。例如，动力学研究中测定的反应速率，工艺实验测取的转化率、收率等。又如，一个工艺过程常用产品质量和收率来评价。

实验指标的确定必须紧紧围绕实验目的。实验目的不同，研究的着眼点就不同，实验指标也就不一样。比如，同样是研究气液反应，实验目的可能有两种，一种是利用气液反应强化气体吸收，另一种是利用气液反应生产化工产品。前者的着眼点是分离气体，实验指标应确定为气体的平衡分压（表征气体净化度）、气体的溶解度（表征溶液的吸收能力）、传质速率（表征吸收和解吸速率）。后者的着眼点是生产产品，实验指标应确定为液相反应物的转化率（表征反应速度）、产品收率（表征原料的有效利用率）、产品纯度（表征产品质量）。

随着检测技术的不断提高，许多先进的检测仪器和方法也引进到科学研究工作中，如扫描电镜、透射电镜、气质联用、液质联用、红外光谱、紫外光谱及 X 射线扫描等。考察的指标一般要求可以量化，有些指标不能量化，也要划分等级。当研究的成果有多

项要求指标时，指标一般又是互相制约的，这时应作适当的考虑，照顾全面。任何研究都要有经济指标。

三、研究路线、确定试验因素及其水平

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。研究工作者对研究的问题要有自己的设想，要选择科研路线。通常，进行科研时应在技术路线上有所创新。研究路线选定后根据自己的专业知识去分析判断哪些因素可能与研究的问题有关，哪些因素要优先考虑，例如，关于某工艺过程的产品收率，通常考虑原料来源、操作温度、操作时间和反应物浓度等。

每个因素又要选择适当的水平，例如温度的影响，要考虑试验的最高和最低温度；中间的间隔要多少，间隔要均分。

确定实验因子还必须注意两个问题。第一，实验因子必须具有可检测性，即可采用现有的分析方法或检测仪器直接测得，并具有足够的准确度；第二，实验因子与实验指标应具有明确的相关性。加入所研究的问题是 new 接触的，很难选择因素和水平，可以从下面几方面着手：

(1) 查阅文献资料。这是最便捷而又必要的，一是可以从前人的工作中得到启发，二是为了避免不必要的重复别人的工作。

(2) 利用已经掌握的理论进行分析、推理和判断，这要靠研究者所掌握的知识深度、广度和判断问题的能力。

(3) 进行简单的预实验。当掌握的资料不充分或是怀疑资料的可靠性时，应进行一些简单的预实验。在选择试验因素及其水平的过程中，分清主次，在不影响试验的前提下，尽可能减少因素数和水平数，减少试验周期，减少试验费用。

四、进行试验设计

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。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，成为实验设计的核心内容。

伴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。其中有代表性的是析因设计法、正交设计法和序贯设计法。现简介如下。

1. 析因设计法

析因法又称网格法，该法的特点是以各因子各水平的全面搭配来组织实验，逐一考察各因子的影响规律。通常采用的实验方法是单因子变更法，即每次实验只改变一个因子的水平，其他因子保持不变，以考察该因子的影响。如在产品制备的工艺实验中，常采取固定原料浓度、配比、搅拌强度或进料速度，考察温度的影响。或固定温度等其他条件，考察浓度影响的实验方法。据此，要完成所有因子的考察，实验次数 n ，因子数 N 和因子水平数 K 之间的关系为： $n = K^N$ 。一个 4 因子 3 水平的实验，实验次数为 $3^4 =$

81 可见, 对多因子多水平的系统, 该法的实验工作量非常之大, 在对多因子多水平的系统进行工艺条件寻优或动力学测试的实验中应谨慎使用。

2. 正交设计法

正交设计法是为了避免网格法在实验点设计上的盲目性而提出一种比较科学的实验设计方法。它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。

在科学研究和工业生产实践中往往需要考虑众多影响因素, 需要研究多个因子对试验指标值的效应。通常因素的水平数常多于两个, 尽管多因素完全方案可以综合研究各因子的简单效应、主效应及因子间的交互效应, 但是当试验因子数增多或因子的水平数增加时, 往往会使试验方案的规模过大而难以全面实施, 当各因素的水平数相同, 均为 m 时, 因素数 k 与试验次数 n 的关系为 $n = m^k$, 例如对于 3 因素 4 水平的试验如果进行每个因素的每个水平全面试验至少为 $4^5 = 1024$ 次试验, 随着因素数的增加, 试验次数增加的更快, 同时带来大量的需要分析试验数据。

正交试验设计 (简称正交设计) 就是在保证因素水平搭配均衡的前提下, 利用已经制成的一系列正交表从完全方案中选出若干个处理组合以构成部分实施方案, 从而减小试验规模, 并保持效应综合可比的特点。在实际操作中, 通过利用正交表科学安排设计实验, 在不影响全面了解对象中诸多因素对其性能指标影响的条件下, 大大减少试验次数, 同时也减少了统计分析的工作量, 达到了提高试验效率的目的。

(1) 正交表类型和特点。

1) 正交表的格式。在正交试验设计中, 常把正交表写成表格的形式, 并在水平数左旁写上行号 (试验号, 即处理号), 在其右上方写上列号 (因素号)。为使用方便, 便于记忆, 正交表的名称一般简记为:

$$L_n = (m_1 \times m_2 \times \cdots \times m_k)$$

其中 L 为正交表代号, n 代表正交表的行数或试验处理组合数, 即利用该正交表安排试验时, 应实施的试验处理组合数; $m_1 \times m_2 \times \cdots \times m_k$ 表示正交表共有 k 列 (最多可安排的因素数), 每列的水平数分别为 m_1, m_2, \cdots, m_k 。任何一个名为 $L_n = (m_1 \times m_2 \times \cdots \times m_k)$ 的正交表都有一个对应的表格, 用于安排试验方案和分析试验结果。

2) 正交表的类型。正交表是一种特殊的表格, 它是正交设计中安排实验和分析测试结果的基本工具, 可分为两种表格, 分别是等水平正交表、混合水平正交表。

a. 等水平正交表。在 $L_n = (m_1 \times m_2 \times \cdots \times m_k)$ 中, 若 $m_1 = m_2 = \cdots = m_k$, 则称为等水平正交表, 简记作 $L_n(m^k)$, 其中 L 为正交表代号, n 为正交表横行数 (需要做的试验次数), m 为水平数, k 为因素数正交表纵列数 (能安排的最多因素数)。常用的等水平正交表如下:

二水平正交表: $L_4(2^3), L_8(2^7), L_{16}(2^{15}), \cdots$

三水平正交表: $L_9(3^4), L_{27}(3^{13}), L_{81}(3^{41}), \cdots$

四水平正交表: $L_{16}(4^5), L_{64}(4^5), \cdots$

五水平正交表: $L_{25}(5^6), L_{125}(5^{31}), \cdots$

表 1-1 是一个常用的等水平正交表。

表 1-1 正交表 $L_9(3^4)$

试验号	列 号			
	1	2	3	4
1	1	1	1	1
2	1	2	2	2
3	1	3	3	3
4	2	1	2	3
5	2	2	3	1
6	2	3	1	2
7	3	1	3	2
8	3	2	1	3
9	3	3	2	1

表 1-1 中 $L_9(3^4)$ 表示 4 因素 3 水平试验，按照正交表设计试验次数为 9 次，如果进行全面试验至少要做 64 次，而正交设计大大减少了试验次数。

b. 混合水平正交表。在中 $L_n(m_1 \times m_2 \times \dots \times m_k)$ ，若 m_1, m_2, \dots, m_k 不完全相等，则称为混合水平正交表。其中最常用的是 $L_n(m_1^{k_1} m_2^{k_2})$ 型混合水平正交表。其中 $m_1^{k_1}$ 表示，水平数为 m_1 的有 k_1 列； $m_2^{k_2}$ 表示，水平数为 m_2 的有 k_2 列。用这类正交表安排试验时，水平数为 m_1 的因素最多可安排 k_1 个，水平数为 m_2 的因素最多可安排 k_2 个。

科学实践中，由于实验条件所限，某因素不能多取水平；有时需要重点考虑的因素可多取水平，而其他因素水平数可适当减少。混合正交表正是用来设计该类试验的，即各因素的水平数不完全相同的正交表。表 1-2 是一张混合水平正交表，此表最多可安排 4 水平因素 1 个和 2 水平因素 4 个。常用的混合水平正交表有： $L_8(4^1 \times 2^4)$, $L_{16}(4^1 \times 2^{12})$, $L_{16}(4^1 \times 2^9)$, $L_{16}(4^1 \times 2^3)$ 。

表 1-2 正交表 $L_8(4^1 \times 2^4)$

试验号	列 号				
	1	2	3	4	5
1	1	1	1	1	1
2	1	2	2	2	2
3	2	1	1	2	2
4	2	2	2	1	1
5	3	1	2	1	2
6	3	2	1	2	1
7	4	1	2	2	1
8	4	2	1	1	2

(2) 正交表的基本性质。

由正交表的定义可以得出，它具有下列性质。

1) 正交性。正交表的正交性主要表现在：

- a. 一列中各元素（即水平）出现次数相等。
- b. 任何两列的同行元素构成的元素对为一个“完全对”，且每种元素对出现次数相同。

由正交表的正交性可以看出：①正交表各列的地位平等，表中各列之间可以相互置换，称为列置换；②正交表的各行之间也可相互置换，称为行置换；③正交表的同一列的水平间也可以相互置换，称为水平置换。上述3种置换称为正交表的3种初等变换。经过初等变换得到的正交表称为原正交表的等价表。实际应用时，可根据不同试验的要求，把一个正交表变换成与之等价的其他变换形式。

2) 代表性。

a. 由于正交表的任一列的不同水平都会出现，试验中包含了所有因素的所有水平。同时，由于正交表的任何两列的所有水平都出现，且相互配合，使得对任意两个因素的所有水平信息及任两个因素间的组合信息无一遗漏。因此，尽管用正交表安排的是部分试验方案，但却能了解到全面试验的情况，在这个意义上说，正交实验可以代表全面试验。

b. 由于正交表的正交性，正交试验的试验点（处理组合）必然均衡地分布在全面试验之中，因而具有很强的代表性，所以，由部分试验寻找的最优条件与全面试验所寻找的最优条件应该有一致的趋势。

3) 综合可比性。由于正交表的正交性，使得任意因素的不同水平具有相同的试验条件，这就保证了在每列因素的各个水平的效应中，最大限度地排除了其他因素的干扰，从而可以综合比较该因素不同水平对试验指标值的影响，把这种特性称为综合可比性。

不可否认正交试验作为部分实施试验，相对于全面实施实验来说，具有减少处理组合数、缩小试验规模、提高试验效率的优点。当然，正交设计也有其不足的一面，如果设计不当，会出现某些因素效应与其他因素的交互效应相混杂的问题。解决该问题的办法是在正交设计中通过巧妙的表头设计，可以达到避免重要因素的效应与重要的交互效应相互混杂的目的。

(3) 正交试验设计的基本步骤。

正交试验设计总的来说包括两部分：一是实验设计，二是数据处理。基本步骤可简单归纳如下。

1) 明确实验目的，确定评价指标。任何一个试验都是为了解决某一个问题是或为了得到某些结论而进行的，所以任何一个正交试验都应该有一个明确的目的，这是正交试验设计的基础。如产品的产量、纯度等试验指标是通常用来表示实验结果特性的值，常常用它来衡量或考核试验效果。

2) 确定因素和水平。影响试验指标的因素很多，试验因素的选择首先要根据专业知识与以往的研究经验，尽可能全面考虑到影响试验指标的诸因素。然后根据试验要求

和尽量少选因素的原则，选出主要因素，略去次要因素，以减少要考察的因素。如果对问题了解不够，可以适当多取一些因素。确定因素的水平时，尽可能使因素的水平数相等，以方便试验数据处理。最后列出因素水平表。

在实际工作中，应根据专业知识和有关资料，尽可能把水平设置在最佳区域或接近最佳区域。如果经验或资料不足，不能保证把因素水平定在最佳区域附近，就需要把水平尽量拉开，尽可能使最佳区域包含在拉开的区间内。然后通过 1~2 套试验，逐步缩小水平范围，以便寻找出最佳区域。

3) 选择适当的正交表。根据因素数和水平数来选择合适的正交表。一般要求，因素数不大于正交表列数，因素水平数与正交表对应的水平数一致，在满足上述条件的前提下，选择较小的表。例如，对于 4 因素 3 水平的试验，满足要求的表有 $L_9(3^4)$ ， $L_{27}(3^{13})$ 等，一般可选择 $L_9(3^4)$ ，但是如果要求精度高，并且试验条件允许，可以选择较大的表。表头设计就是将试验因素安排到所选正交表响应的列中。

4) 明确试验方案进行试验，对试验结果进行统计分析。根据正交表表头设计确定每套试验的方案，然后进行试验，得到以试验指标形式表示的试验结果。对正交试验结果的分析，通常采用两种方法：一种是极差分析法（或称直观分析法）；另一种是方差分析法。通过试验结果分析可以得到因素主次顺序、优方案等有用信息。

第三节 实验方案的实施

实验方案的实施主要包括：实验设备的设计与选用；实验流程的组织与实施；实验装置的安装与调试；实验数据的采集与测定。实施工作通常分 3 步进行，首先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；最后，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，进入正式实验阶段。

一、实验设备的设计和选择

实验设备的合理设计和正确选用是实验工作得以顺利实施的关键。化学工程与工艺专业实验所涉及的实验设备主要分为两大类，一是主体设备，二是辅助设备。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程畅通的保障。

1. 实验主体设备

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，可供实验者参考与选用。将不同实验系统所用主要反应、分离设备归纳如下。

(1) 气—固系统。

直管式等温积分或微分反应器，回转框式内循环无梯度反应器，涡轮内循环无梯度反应器，流化床反应器，吸附分离装置，单板式气体膜分离器。

(2) 气(汽)-液系统。

双磁力驱动搅拌反应器, 湿壁塔, 串盘塔或串球塔, 鼓泡反应器, Old-ershaw 板式精馏塔, 各种填料精馏塔等。

(3) 液-液系统。

各种搅拌釜, 高压釜, 混合澄清槽, 转盘萃取塔, 中空管式膜分离器等。

(4) 气-液-固三相系统。

机械搅拌釜, 涡轮转框反应器, 外循环微分湍流床反应器等。

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 3 个方面加以考虑, 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, 是实验设备设计和选配中首先应该遵循的原则。

比如在气液反应传质系数的测定实验中, 当系统的特征为气膜控制时, 为考察气膜传质系数与气速的关系, 要求实验设备中气速可大幅度调节, 这时选用湿壁塔比较合适。因为该塔可在较大的气液比 (G/L) 下操作, 气速的调节余地较大, 有利于气膜传质系数的测定。同理, 当系统为液膜控制时, 宜选用串球塔。因为该塔液体流量的调节余地大, 且塔构件可促成液体的湍动, 有利于液膜传质系数的测定。当系统为双膜控制或控制步骤不明时, 可选用双磁力驱动搅拌反应器。在此设备中, 两相的运动状态可通过各相搅拌桨的转速来分别调节, 不受流量限制, 可分别测定两相的传质系数。

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。换热设备主要用于温度的调控和物料的干燥, 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。

二、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。

1. 原料系统的配置

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, 以及原料加料方式的选择。分述如下。

(1) 原料的制备。

在实验室中, 液体原料一般直接选用化学试剂配制。气体原料有两种来源, 一是直接选用气体钢瓶, 如 CO , CO_2 , H_2 , N_2 , SO_2 等; 二是用化学药品制备气体, 如用硫酸和硫化铁制备 H_2S 气体, 用甲酸在硫酸中热分解制备 CO 等。气体混合物的制备是将各种气体分别计量后混合而成。为减小原料配比变化对系统的影响, 如能精确控制和计