

高等学校教学用书

工业化学实验

甘景鎬 刘廷沛編

高等教育出版社

高等学校教学用书



工业化学实验

甘景鎬 刘廷沛 編

高等教育出版社

本书系配合师范学院工业化学编写小组编写的“工业化学”教材的一本实验指导书,供师范学院工业化学课程实验用,亦可供中学化学教师参考。

书中共列实验 40 个,可供学校根据设备等具体情况选用。每个实验除指出了实验方法及所用设备外,前面均有简要的理论基础的说明,后面附有思考题。

工业化学实验

甘景藻 刘延沛编

高等教育出版社出版 北京宣武门内大街 26 号

(北京市书刊出版业营业登记证出字第 051 号)

人民教育印刷厂印装 新华书店发行

统一书号 15210·899 开本 859×1168 $\frac{1}{32}$ 印张 6 $\frac{3}{16}$

字数 146,000 印数 0001—8,000 定价 (7) 元 0.75

1960 年 3 月 第 1 版 1960 年 3 月 北京第 1 次印刷

編者的話

三年前我們接受教育部委托，編写师范学院工业化学教材試用本，其中有一册是实验教材。实验的目录和主要内容經過我們小組于1957年夏季在湖南师范学院集体討論(参加人有北京师范大学王璉，东北师范大学沈鴻福，山东师范学院刘廷沛，湖南师范学院魏文梯、李克斌，华南师范学院朱季禕，福建师范学院甘景鎬以及当时在福建师范学院工业化学进修班进修的昆明师范学院李庆元、西安师范学院王荣棣和江西师范学院倪慧珍)定下内容并拟訂分工执笔。两年来教学改革进一步开展，原有的教学大綱虽然未必适合于当前需要，但此项实验的編写工作在我们主觀看来仍有需要，为着提供今后教学改革中討論、印証的根据和适应目前高等学校化学工艺学(工业化学)实验科目的需求，暫由执笔人甘景鎬在原拟定大綱的基础上，結合当前要求，进行重新編写，作为試用本。希望通过这项极不成熟的内容，广泛地向全国有关部門征求意见，逐渐改削成为可供师范学院工业化学实验教学参考的一种資料。由于我們(特别是执笔人)对于教学改革的体会极为粗淺，理論修养也差，究竟本课程实验作业与課堂講授如何能更好地符合教育与生产劳动相結合的要求，不但經驗少而且体会也淺，恳切希望兄弟院校同志们同学们大量地提供宝贵意見，以作参考。

本书共列实验40个，分量一般說是多了一些，但当前各校設備情况不同，教学大綱的具体内容也有出入，为着提供各校選擇試用，我們在1957年討論时即考慮要多写一些实验内容，提供选用。

本书内容除实验第14、15、和21主要内容由山东师范学院刘廷沛执笔外，其余实验均由福建师范学院甘景鎬执笔。

本書內容大半均經有關院校在教學實踐中根據我們實際情況進行試教試行。但本書主要部分，特別是理論基礎部分，許多系從有關參考資料摘錄或改編，執筆人對於原書作者、譯者、與各院校有關老師深致謝意。

本書內容系初次試編，特別是在最近一年來廣泛展開的教學改革中更顯得不能符合客觀需求，執筆人熱誠希望讀者們給予批評指正。賜教處請由北京宣武門內承恩寺七號高等教育出版社編輯部轉。

編者

目 录

实验 1	热电偶温度计的校准	1
实验 2	湿式流量计的校准	6
实验 3	流速计的校准	10
实验 4	工业用水简单分析和水的软化	14
实验 5	气体分析	26
实验 6	液体燃料分析	33
实验 7	煤的分析	51
实验 8	气体燃料发热量的测定	56
实验 9	硫酸制造——催化氧化法	63
实验 10	硫酸制造——塔式法	69
实验 11	水煤气制造及其分析	73
实验 12	氨的催化氧化	76
实验 13	食盐氨溶液的碳酸化	81
实验 14	电解食盐水	86
实验 15	电镀(镀锌)	90
实验 16	氧化铝的制备	93
实验 17	湿法制取硫酸铵	97
实验 18	过磷酸钙制造	101
实验 19	气硬性石灰的煅制和性质的检定	104
实验 20	水玻璃的制造	108
实验 21	水泥	114
实验 22	玻璃	117
实验 23	碳钢的热处理	119
实验 24	金属显微分析	122
实验 25	炼铜	127
实验 26	原油的常压蒸馏	132
实验 27	石油产品的催化裂化	135

实验 28	石油产品的高温热解	140
实验 29	煤的干馏	144
实验 30	酒精催化分解制取丁二烯	147
实验 31	酚醛塑料	151
实验 32	聚苯乙烯的制备	156
实验 33	造纸	162
实验 34	硝化纤维素的制造	166
实验 35	颜料的制造	169
实验 36	调合漆的制造	173
实验 37	油的氢化	178
实验 38	糖的精制	183
实验 39	酒精的酿造	186
实验 40	制革	189

实验 1 热电偶温度计的校准

实验目的

用标准的热电偶温度计将实验室热电偶温度计进行校准。

理论基础

热电偶温度计是工业上测量温度，特别是高温，所用的仪表。它的测量范围一般的从 200°C 到 1000°C ，个别情况下（如用镍铬-镍铝热电偶或铂铑热电偶时），还可以测量较 1000°C 更高的温度。热电偶温度计的特点是不但能相当准确地量出温度，而且可以在很远的距离通过导线把测到的温度记录下来，这就使我们有可能进行远距离测量，也便于进行远距离操纵。在运用开关移接时，还可以将几个热电偶的记录连到一个开关板上，间断地来了解不同地区或不同设备的温度。

热电偶高温计的作用是以热电效应作为理论基础的。把两根由不同金属或合金丝的末端焊接起来，假设在焊接地方加热，就会在这两种不同金属组成的线路中，产生热电势。例如如图 1-1 中 A 和 B 两条金属丝组成了线路。当焊接点 1 受热时，线路中就出现了电流。我们在习惯上把 1 端叫做热端，把 2 端叫做冷端。当加热 1 时，电流从 B 丝流向 A 丝；反之，将 2 被加热时，电流由 A 丝流向 B 丝。这种电流叫做热电流；这种电动势（指在不同温度下，焊接处所产生的不同电位差）叫做热电势。这样由两种不同的金属丝所组成的系统，就叫做热电偶。

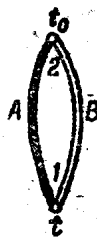


图 1-1. 两条金属丝组成的热电线路示意图。

假设冷端的温度保持一定，热电偶电动势 E 就和热端的温度 t 有关；就是说：

$$E = f(t)$$

所以只要用适当仪表量出指定情况下产生的电动势，就可以测得热端的温度。因为这样产生的热电势的绝对值很小（每升高 100°C ，仅增进 $0.6\text{--}7$ 毫伏特），所以测量用的仪表一般是用很精密的电位计或毫伏特计。

常用的热电偶有表 1-1 种所列的几种。

在实际测量时，常用直接读数的仪器与热电偶相连接，这样就组成了热电偶温度计。它的连接方法如图 1-2 所示。

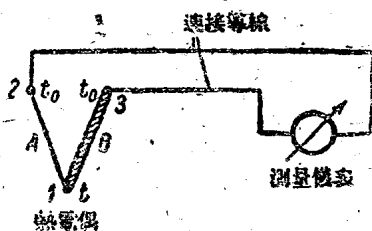


图 1-2 热电偶高温计线路：

A, B —热电偶；1—热端；2, 3—冷端。

图中 (A, B) 是热电偶，1 是热端直接与要测温度的对象接触，（为着使热电偶不受腐蚀，一般要用瓷套管保护，不使它直接和被测热源接触）；2, 3 是热电偶的冷端，用导线和测量仪表相连接。

如用电位计做测量仪表，可以准确量出热电动势，但用毫伏特计测量时，常因热电偶所产生的电能中，一部分被连接的导线所消耗；以及 1) 冷端温度变化，2) 毫伏特计本身的温度系数影响，3) 外界温度变动时，连接导线和热电偶的电阻有所变动，都会引起误差；因此测得的热电动势的量，常小于热电偶产生的热电动势。此外，热电偶在使用过程中也可以被腐蚀或受污而引起误差。因此，在制造一个新的热电偶或一对热电偶使用经过一定时间后，必须进行校准。

校正热电偶时，可以采用两种方法：

1) 定点校准法——是利用有固定熔点的极纯金属（例如纯锡）或极纯的化合物（例如沸腾的纯硝酸钠）来校正热电偶高温计。

表 1-1. 几种常用的热电偶

符 号	+	—	使 用 极 限		实 用 范 围		备 注
			温度(°C)	电 动 势 (毫伏特)	温度 (°C)	电动势 (毫伏特)	
П П а В	铂	铂-铑 (Pt 90% Rh 10%)	0—1750°	0—18.55	0—1600	0—16.75	贵金属型,主要用于 测温高温,和作为标准 用。
Х А М А	镍-铬 (Ni 90% Cr 10%)	镍-铝 (Ni 95% Al 5%)	—100—1400°	—3.49—55.81	0—1200	0—48.85	常用的非贵金属型,有 更大的抗氧化性。
Ж М И С	铁	康 铜 (Cu 56% Ni 44%)	—200—1000°	—8.27—53.22	0—600	0—33.27	常用的低温非贵金属 型,可应用于还原气氛 中。
М М С С	铜	康 铜	—200—400°	—5.54—20.87	—100— 300	—3.35— 18.86	可应用于较潮湿的气 氛中。

的一个定着点。测量时将冷端保持在冰水中,保持一定温度,并用电位计精密测定。这种办法测量准确,但手續较为麻烦,在本实验中不详细叙述和采用这种方法。

2) 与标准热电偶比较法——将待测的热电偶的热端与作为标准用的热电偶的热端放入同一的加热器(如电炉)中,比较连接两个热电偶的仪表的读数并进行校正。陆续变更加热器的温度(例如调节电炉的温度)测得一系列的读数,然后绘成校正曲线。这是本实验所采用的方法。

实验设备

标准热电偶温度计,待校正的热电偶温度计,管式电炉,冰水浴。

实验方法

将待测定的热电偶温度计的热电偶(镍-康铜的)1的热端部分放入瓷套管中(见图1-3),另将标准热电偶温度计的热电偶

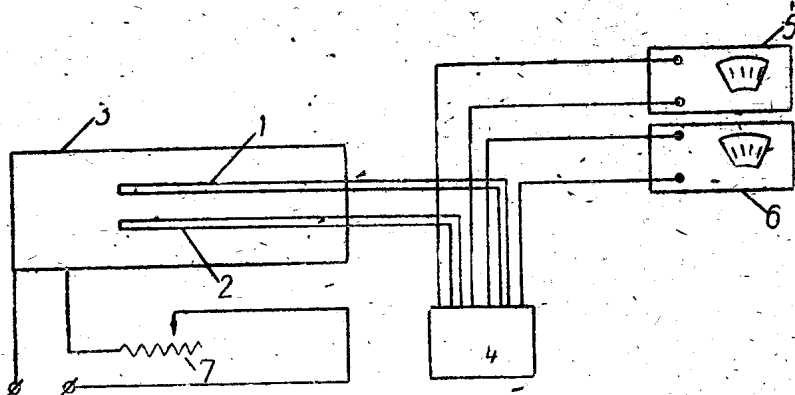


图1-3. 将标准热电偶温度计进行校正的线路:

1—镍-康铜热电偶; 2—铂-铂铑热电偶; 3—管式炉;
4—冰水浴; 5, 6—仪表; 7—变阻器。

(鉑-鉑銠的) 2 也用瓷套管套住。将两个套管用銅片綁牢放入管式炉 3 中。炉的两个出口都用石棉塞住, 防止冷热空气对流。将两个热电偶的冷端都放入冰水浴 4 里, 再分別接到讀数的仪表 5, 6。調节管式电炉的变阻器 7, 使炉温逐漸上升, 每隔 50°C 讀数一次, 一直讀到温度上升到 800°C 。讀数时, 利用自动温度調节設備, 使温度讀数稳定。

将标准温度计的讀数作横坐标, 将待校正的温度计的讀数作纵坐标, 繪成校正工作曲綫。

实验中应注意下列事項:

- 1) 冷端与热端都要事前保持洁淨。
- 2) 接綫处应紧密接触。
- 3) 綫路未接妥前, 管式炉勿通电流。
- 4) 注意温度计的正負极(热电偶温度计的导綫, 一般习惯上紅色的接正极, 綠色或黑色的接負极)。
- 5) 冷端的温度应保持不变。

思考題

1. 热电偶温度计有什么优点?
2. 热电偶和它所连接的仪表, 是否可以互换? 为什么?

参考书刊

1. 柏·亚·柯培列夫著: 普通化学工艺学实验指南, 赵鑣等譯, 第272—279頁, 高等教育出版社, 1955。
2. 丘陵編: 化学工艺实验(高等学校交流讲义), 第5—26頁, 高等教育出版社, 1956。

实验 2 湿式流量计的校准

实验目的

校准实验室和工业常用的湿式流量计。

理论基础

化工生产过程中对于流体流量的测定，不仅是检查生产过程

结果的一种手段，而且是决定如何控制生产过程的一种重要参考资料。由流量计的读数，能明确地指示出：在已知时间间隔内，流过某些设备（例如管道）一个定点的流体总重量或总体积。而且在配搭某些设备的情况下，我们也可能把一定时间间隔内的总流量，累积计算起来。对于测量流体数量来说，主要采用的方法是容积法和流速法，而重量测定却只是次要的。

如下图(图 2-1) 布置实验设备。这是一个最简单的量测气体流量的办法(气量计)。它的主体部分是两个玻璃瓶。玻璃瓶 1 用两孔橡皮塞塞紧并用

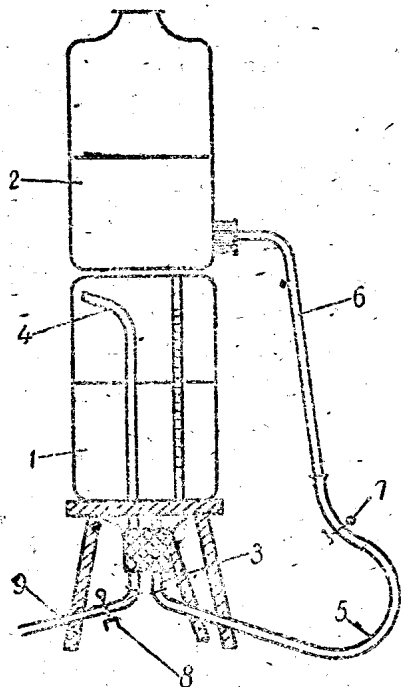


图 2-1. 简单的气量计:

1—计量瓶; 2—平衡瓶; 3, 4, 6—玻璃管;
7, 8—夹子; 5, 9—橡皮管。

細鉄絲綁牢在瓶頸上。兩孔中的一個孔插入了一根長的玻璃管4，通到瓶底。另一根玻璃管3只是插到橡皮塞下底稍為露出的地方。玻璃管的彎曲程度和配置方法如圖所示。玻璃瓶1倒置在三足架上。玻璃管4下端露出的部分接一段橡皮管9，并用夾子8夾住。玻璃管3下端用一根較長的橡皮管5接到玻璃管6上。玻璃管6用橡皮塞接在底部有孔的玻璃瓶2的口上。瓶2叫做平衡瓶，它可以移動，也可以支持在某些木架上。在橡皮管5上，同樣地配附一個夾子7。為着達到量氣的目的，在計量瓶1外面要粘貼一條繪圖方格紙（坐標紙）。

使用時，先把水裝滿了玻璃瓶2，然後打開全部夾子，水便從高水位的瓶2灌滿了瓶1。收集氣體時，把氣源（貯氣筒或氣體發生器）和管4相接。把瓶1移到較瓶2低的位置，用排水法收集氣體。收集後閉住橡皮管的夾子8，提高平衡瓶，調整它的位置使兩個玻璃瓶的液面位於同一水平，讀取繪圖方格紙上事先已經校好的毫升數。[實驗前校正毫升數時可以把瓶2倒下來（正放），用量筒量入水，然後在繪圖方格紙上記出標志]。

在儀器廠里也可以購到已經做成的漏斗氣量計（圖2-2），這是由漏斗1和瓶2構成的氣量計。漏斗管伸到靠近瓶底，漏斗管和瓶口接觸部分用磨砂加工使其緊密吻合。靠近瓶底的出口3，一般用磨砂塞塞住，必要時也可以用來通氣。瓶肩旁的口4，是排氣孔，用橡皮塞配一旋塞5以調節氣流。當用氣時只是從漏斗1漏入了水，就可以使氣體排出。

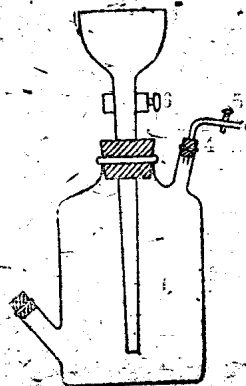


圖2-2. 帶漏斗的氣量計：

- 1—漏斗；2—玻璃瓶；
- 3—磨砂塞出口；
- 4—瓶肩旁口；5、6—旋塞。

在許多工業化學實驗中都可採用上述兩種簡單的儀器，來量測參加反應氣體的

体积或是某些反应所产生的气体的体积。

工厂和实验室中所常用的流量计,除教本^①中(上册第43→44页)所叙述的转子流量计以外,就是湿式流量计。

湿式流量计的构造如图2-3,其内部系由4个小室所组成。

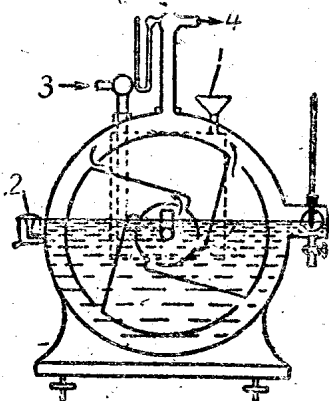


图 2-3. 湿式流量计:

1—加水口; 2—漏斗;

3—气体入口; 4—气体出口。

每个小室都有两个出气口,一个通到大气,另一个和中心圆形小室相通。四个小室的总容积是5升。组成小室的金属壳可以绕轴旋转。当气体通入中心小室以后,就按次通入四个小室中的一个。由于压力不断增大,金属壳就绕轴旋转;当旋转到一定角度时,气体就换通入另一个小室中,这样就在通气过程中造成了不停的旋转动作。由于这个旋转动作带动了流量计盘面指针,就这样地量出通过的气体的体积(每旋转一周等于5公升;也可以用齿轮组来累计),这种仪表的读数是否正确,要经校准。

以用齿轮组来累计),这种仪表的读数是否正确,要经校准。

实验设备

湿式流量计,湿式流量计校准器,烧杯(250毫升),量筒,手罐,橡皮管。

实验方法

详细观察湿式流量计的构造。调节流量计基座下面的螺丝,

^① 此处及本书以后其他各处所脱教本,均指师范学院工业化学编写小组编“工业化学”,高等教育出版社出版(上册1958年,下册1959年)。

使整个仪表调节到水平位置(由仪表上部水准管的位置来观察)。从加水孔1加入了水。水的高度要做准确的调节。方法是拿一张硬纸片,把它的边缘靠在漏斗2水平线的几毫米处,它的象应该是一条直线;如果直线是向上弯的,表示水量不足;如果向下弯,表示水已过量,就要调节到成水平为度。用橡皮管把湿式流量计的进气口和手阀遮起来。鼓入空气,观察湿式流量计,金属壳转动的情況。校准湿式流量计所用的仪器如图2-4。校准时,把旋塞4打

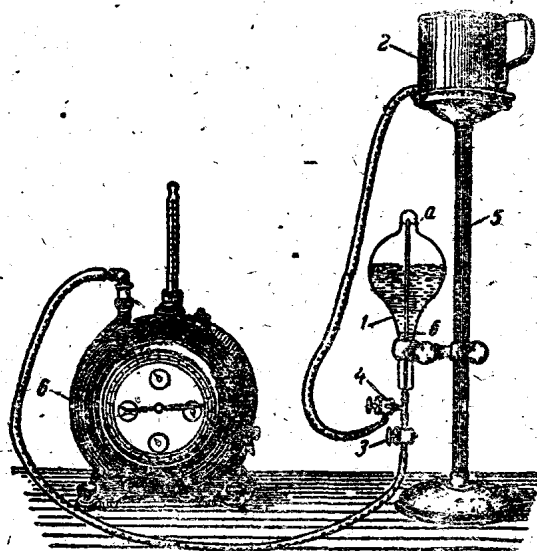


图2-4. 校准湿式流量计的设备:

1—具有一升容量的特种玻璃瓶; 2—平衡器; 3, 4—旋塞;
5—支架; 6—湿式流量计。

开,把旋塞3旋到通大气的位罝;这样平衡器2里的水就流入玻璃瓶1中。当水平面达到瓶中刻度a处时,关闭旋塞4,也旋轉旋塞3,使和流量计6接通;记下指针的位置。取下平衡器2,玻璃瓶1里的水平面就降下来,到达刻度b处时,关上了旋塞4,再记指针的位置。

重复进行 5 次, 按下列计算式算出校正系数。

$$\text{校正系数} = \frac{5 \text{ 升}}{5 \text{ 次指针旋转所指的升数}}。$$

思考题

1. 在采用简单气量瓶量测气体体积时, 应该注意哪些问题? 读得数据有哪些不准的地方?
2. 除上述几种方法外, 还可以采取哪些简单的办法来量测气体体积?

参考书刊

1. 西·伊·謝普金著: 化工仪表, 刘豹译, 化学工业出版社, 1957。
2. 柏·亚·柯培列夫等著: 普通化学工艺学实验指南, 赵鑑等译, 高等教育出版社, 1955。
3. 丘陵编: 化学工艺实验, 高等教育出版社, 1956。

实验 3 流速计的校准

实验目的

锐孔流速计的校准。

理论基础

在一个导管中如果设法使导管一段(局部)的断面缩小, 就可以造成流束的节流。这种节流装置中最简单的方式就是使用锐孔板, 也就是把一个中心开有圆孔的薄圆板安置在导管中; 但要使板孔和导管在同一轴线上, 例如图 3-1 所示。因为管内流动着的流体在锐孔板部位突然缩小, 就在板孔前后产生了压力差。产生的压力差和管内流体的流速有关, 其结果就使附连的压力计上受到