

普通高等教育“十三五”规划教材

化工综合

HUAGONG ZONGHE
SHIYAN YU SHIXUN

实验与实训

李德江 胡为民 李德莹 主编



化学工业出版社



普通高等教育“十三五”规划教材

化工综合实验与实训

李德江 胡为民 李德莹 主编



化学工业出版社

· 北京 ·

本书包括化工原理实验、化工设备基础实验、化工热力学与化学反应工程实验、化工分离实验、化工实训与仿真、精细化工产品生产实训六章内容,共计 28 个实验。

本书内容接近工厂实际生产条件,能够达到训练学生工程能力的目的。可作为化学化工、制药工程、生物工程、食品工程等理工科专业的实验课教材,也可供相关工程技术和研发人员参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

化工综合实验与实训/李德江,胡为民,李德莹主编.

北京:化学工业出版社,2016.6

普通高等教育“十三五”规划教材

ISBN 978-7-122-26934-8

I. ①化… II. ①李…②胡…③李… III. ①化学工业-
化学实验-高等学校-教材 IV. ①TQ016

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2016) 第 088980 号

责任编辑:魏巍 甘九林 赵玉清

装帧设计:关飞

责任校对:宋玮

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)

印刷:北京云浩印刷有限责任公司

装订:三河市瞰发装订厂

710mm×1000mm 1/16 印张 10½ 字数 201 千字 2016 年 9 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:28.00 元

版权所有 违者必究

前言

工程意识与工程实践能力是工程师最重要、最基本的素质之一，也是当今高等工程教育的薄弱环节之一。工程教育必须注重加强学生工程意识的培养，使他们能独立思考各种工程问题，具备工程简化能力，建立合理、经济、简便解决实际工程的能力，使学生成为合格的高级工程技术人才，以培养出知识面宽广且具有较强创新能力的人才。化工综合实验与实训作为化工类创新人才培养过程中重要的实践环节，在化工教育中起着重要的作用，它具有直观性、实践性、综合性和创新性，而且还能培养学生具有一丝不苟、严谨的工作作风和实事求是的工作态度。因此，本书以培养实验研究过程中所需的各种能力和素质为目的，以强化创新能力为重点，对化工实验进行了相应的改革，充实了实验内容。

本书作为化工专业实验教材，具有如下特点：(1) 将实验研究过程中所需要的各种能力，通过不同的实验来培养，而工作作风和态度的培养则贯穿于每个实验环节；(2) 实验内容通过必做和选做的结合，来达到因材施教的目的；(3) 实验内容尽可能接近工厂实际生产条件，以训练学生工程实践能力。

本书共六章，由三峡大学李德江、胡为民、李德莹主编。参加编写的人员分工如下：李德莹、晏佳莹编写第一章；张争光、席祖江编写第二章；刘杨、陈卫丰编写第三章；胡为民编写第四章、第五章；李德江、代忠旭、胡玉林编写第六章。全书由李德江统稿。

由于编者水平有限，编写时间仓促，书中难免有不妥之处，恳切希望读者批评指正。

编者

2016年1月

目 录

第一章 化工原理实验 / 1

实验 1 流体流动阻力的测定	1
实验 2 离心泵特性曲线的测定	5
实验 3 过滤实验	8
实验 4 换热器的操作及传热系数的测定	13
实验 5 填料吸收塔的操作及吸收传质系数的测定	17
实验 6 精馏实验	23
实验 7 液-液萃取塔的操作及传质单元高度的测定	28
实验 8 干燥实验	33

第二章 化工设备基础实验 / 37

实验 9 化工管路拆装实训	37
实验 10 安全阀泄放性能测定	42
实验 11 薄壁容器内压应力测定	45

第三章 化工热力学与化学反应工程实验 / 53

实验 12 三元液-液相平衡数据的测定实验	53
实验 13 乙苯脱氢制备苯乙烯	57
实验 14 管式反应器流动特性测定实验	61

第四章 化工分离实验 / 66

实验 15 变压吸附实验	66
实验 16 纳滤反渗透实验	72

第五章 化工实训与仿真 / 78

实验 17	传热过程综合实训	78
实验 18	流体输送综合实训	88
实验 19	精馏操作实训	97
实验 20	高分子化工产品生产加工实训	109
实验 21	尿素工厂仿真生产实训	117

第六章 精细化工产品生产实训 / 140

实验 22	1-苯基-1-丙酮的工业化生产	140
实验 23	苯甲醚的工业化生产	143
实验 24	2,4-二羟基二苯甲酮的工业化生产	145
实验 25	2-羟基-4-甲氧基二苯甲酮的工业化生产	148
实验 26	2-羟基-4-甲氧基二苯甲酮-5-磺酸的工业化生产	151
实验 27	三氯甲苯的工业化生产	153
实验 28	4-乙酰氧基氮杂环丁酮 (4-AA) 的工业化生产	155

参考文献 / 160

第一章

化工原理实验

实验 1 流体流动阻力的测定

一、实验目的

1. 学会测定流体流经直管和管件时阻力损失的实验流程设计思路及测定摩擦系数的工程意义。
2. 学会用量纲分析方法解决工程实际问题。
3. 了解与本实验有关的各种流量测量仪表、压差测量仪表的结构特点和安装方式，掌握其测量原理，学会正确使用。识别管路中各个管件、阀门的作用。

二、实验内容

1. 测定流体流过直管的阻力，确定摩擦系数与雷诺数 Re 的关系。
2. 测定阀门的阻力系数 ξ 。

三、实验原理

流体在由直管和管件（三通、肘管、大小弯头）、阀门组成的管路中流动时，由于黏性剪应力和涡流的存在，不可避免地要消耗一定的机械能。流体在直管中流动造成机械能损失称为直管阻力损失。而流体流经阀门管件等的局部障碍所造成的机械损失，称为局部阻力损失。

直管阻力损失，表现在水平均匀管路中两截面的压强降低，即

$$h_f = \frac{p_1 - p_2}{\rho}$$

因为影响阻力损失的因素很多, 即 $h_f = f(d, l, \mu, \rho, u, \epsilon)$, 所以, 采用量纲分析指导下的实验研究方法。根据量纲分析法, 将 $h_f = \frac{\Delta p}{\rho} = f(d, l, \mu, \rho, u, \epsilon)$ 组合成无量纲式:

$$\frac{\Delta P}{\rho u^2} = \varphi\left(\frac{du\rho}{\mu}, \frac{l}{d}, \frac{\epsilon}{d}\right) \tag{1-1}$$

变换式(1-1), 得
$$\frac{\Delta P}{\rho} = \frac{l}{d} \varphi\left(Re, \frac{\epsilon}{d}\right) \cdot \frac{u^2}{2} \tag{1-2}$$

由式(1-2) 可知
$$h_f = \frac{\Delta P}{\rho} = \lambda \cdot \frac{l}{d} \cdot \frac{u^2}{2} \tag{1-3}$$

式(1-3) 中的 λ , 即为直管摩擦系数, 它可表示成 $\lambda = \varphi\left(Re, \frac{\epsilon}{d}\right)$ 。它只是雷诺数及管壁相对粗糙度的函数, 确定它们之间的关系, 只要用水作物系, 在实验室规模的装置中进行实验即可得知 λ 值, 就可计算任何物系的流体在管道中的阻力损失, 使实验结果具有普遍意义。

局部阻力损失, 用局部阻力系数法表示, 可写成 $h_f = \xi \frac{u^2}{2}$ 。

四、实验装置及流程示意图 (图 1-1)

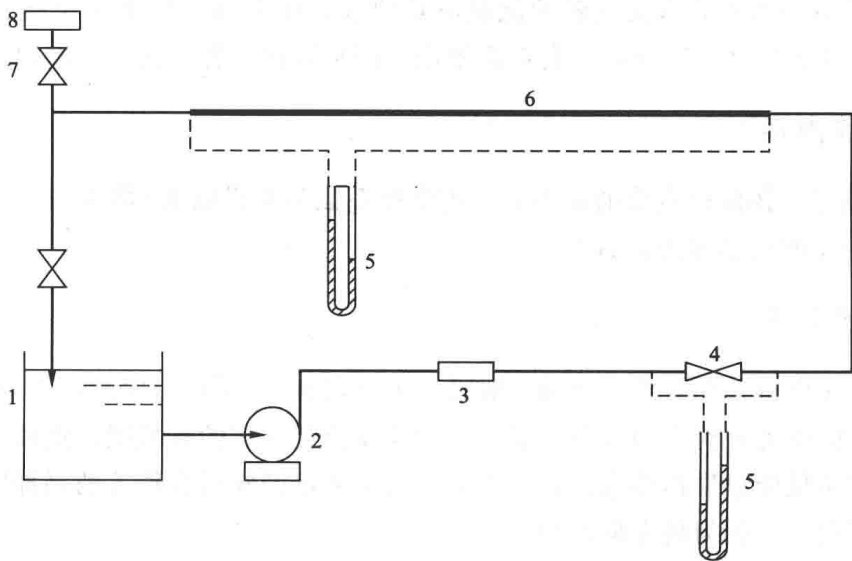


图 1-1 阻力实验流程示意图

1—水槽; 2—泵; 3—涡轮流量计; 4—局部阻力阀; 5—U 形压差计;
6—待测管道; 7—放气阀; 8—平衡阀

五、实验操作要点

(一) 排气

1. 总管路排气

关闭出口控制阀，压差计平衡阀、局部阻力闸阀全开，启动泵。全开出口控制阀，让水流动 10~15s 后再将其关闭，再打开总管路排气考克，让水排出 10~15s 后关闭排气考克。

2. 测压导管排气

打开压差计的平衡阀，将 U 形压差计上方两个排气的考克轮流开启、关闭数次。

3. 压差计排气

关闭压差计上方的平衡阀，将 U 形压差计上方的两个排气考克轮流开启、关闭数次。

(二) 检验排气是否彻底

将控制阀开至最大，再关至为零，看 U 形压差计读数，若左右读数相等，则判断为系统排气彻底；若左右读数不等，则重复上述步骤（一）。

(三) 局部阀开度的调节

排气工作完成后，把全开着的闸阀逐渐关闭，记录其旋转的圈数。再逐渐将闸阀旋开，估计压差计水银不会冲出时，打开出口控制阀至最大，再逐渐开大闸阀，直至压差计水银所显示的直管压降和局部压降大约相等为止。

(四) 测试

上述步骤完成后，依次从大到小调节流量并测得相应的涡轮流量计转速、直管阻力压差及局部阻力压差。

六、实验注意事项

1. 压差计排气时眼睛要注视着 U 形压差计中的指示剂水银液面的上升，防止指示剂冲出。

2. 由于系统的流量计量采用涡轮流量计，其小流量受到结构的限制，因此，从大流量做起，实验数据比较准确。

3. 在安排测试点时，大流量稀一些，小流量密一些。压差计读数的数据记录应该为原始数据。

七、原始数据记录

(一) 设备参数

1. 蜗轮流量变送器编号：_____。
2. 蜗轮流量变送器仪表常数：_____。
3. 管道材质：_____。

(二) 原始数据记录

1. 常数记录

管长：_____；管径：_____；水温：_____。

2. 实验记录

按照实验要求设计实验记录表。

八、实验报告

1. 将实验数据整理成 $\lambda-Re$ 数据表，在双对数坐标纸上绘制 $\lambda-Re$ 曲线。
2. 确定阀门的阻力系数。
3. 实验结果讨论与分析。

九、思考题

1. 为了确定 $\lambda-Re$ 的函数关系要测定哪些数据？宜选用什么仪器仪表来测定？如何处理数据？
2. 为什么要进行排气操作？如何排气？为什么操作失误可能将 U 形管中的水银冲走？
3. 在进行测试系统的排气工作时，是否应关闭系统的出口阀门？为什么？
4. 如何检验测试系统内的空气已经被排除干净？
5. 在 U 形压差计上设置“平衡阀”有何作用？在什么情况下它是开着的？又在什么情况下它应该是关闭的？
6. 不同管径、不同水温下测定的 $\lambda-Re$ 数据能否关联到一条曲线上，为什么？
7. 以水为工作流体测定的 $\lambda-Re$ 曲线能否用于计算空气在管内的流动阻力，为什么？
8. 你在本实验中掌握了哪些测试流量、压强的方法？它们各有什么特点？

实验 2 离心泵特性曲线的测定

一、实验目的

1. 了解离心泵的工作原理、结构和性能，熟悉离心泵的操作。
2. 学会离心泵特性曲线的测定方法，正确掌握用作图法处理实验数据。

二、实验内容

测定并绘制离心泵在一定转速下的特性曲线。

三、实验原理

离心泵是一种液体输送机械，它借助泵的叶轮高速旋转，使充满在泵体内的液体在离心力的作用下，从叶轮中心被甩至边缘，在此过程中液体获得能量，提高了静压能和动能。液体在离开叶轮进入壳体时，由于流动截面积的增大，部分动能变成静压能，进一步提高了静压能。泵是输送流体的机械，使用时须根据生产要求的扬程和流量，参照泵的特性，即在一定转速下，根据泵的流量、扬程、功率和效率，选择适用的泵。

由于实际使用时，泵的叶片是有限的，且液体在流动中摩擦及各种局部阻力、流量变化而引起各种损失，理论扬程和实际扬程之间有差值，但这个差值难以计算，因此，对每台泵的特性必须实测。实测时，在泵的进出口管上装有真空表和压强表，根据真空表和压强表读数可计算泵的扬程 H_e 。计算式为：

$$H_e = H_{\text{压}} + H_{\text{真}} + h_o + \frac{u_2^2 - u_1^2}{2g}$$

式中 h_o ——两测压表中心之间的垂直距离，m；

$H_{\text{压}}$ 、 $H_{\text{真}}$ ——压强表所测的读数 m-H₂O；

u_2 、 u_1 ——出口和进口管中液体的流速，m/s。

实测时，由功率表测得功率，并算出效率，即泵的有效功率 N_e 和轴功率 $N_{\text{轴}}$ 之比。其中

$$N_e = \frac{H_e V_e \rho}{102} \times 100\%$$

将一定转速下运转时测得的各种流量对应的扬程、轴功率、效率等值，整理后，对流量作图，即可得离心泵的特性曲线。

四、实验装置及流程示意图（图 2-1）

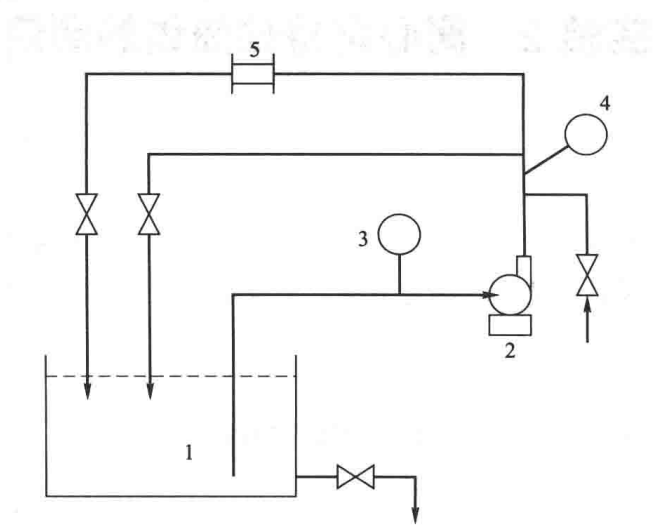


图 2-1 离心泵特性曲线测定实验装置流程示意图
1—循环水箱；2—离心泵；3—真空表；4—压力表；5—流量计

五、实验操作要点

- 1. 准备工作**
关闭出口阀及功率表开关。
- 2. 灌泵**
打开引水阀及泵的排气阀，给泵灌水直至与排气考克相连的管路中流出的水无气泡。
- 3. 测试**
启动泵，打开功率表开关，打开出口阀直至最大，流量从大到小变化测得数组数据。布点时大流量密一些，可测得最高效率值，小流量稀一些。每次流量变化后，稍隔数分钟，读取转速、功率、真空度、压力等数据，记在原始数据表格中。

六、实验注意事项

1. 泵启动前要灌泵。
2. 启动泵前要先关闭出口阀，待启动后，再逐渐开大，而停泵时，也要先关闭出口阀。

七、原始数据记录

- (一) 设备参数**
 1. 蜗轮流量计：_____。

2. 仪表常数：_____。

3. 功率表常数：_____。

4. 泵转速：_____。

(二) 原始数据记录

按照实验要求设计实验记录表。

八、实验报告

1. 在同一张坐标纸上绘制一定转速下的 H_e-Q 曲线、 N_e-Q 曲线、 $\eta-Q$ 曲线；并且在图上注明离心泵的型号和转速。
2. 实验结果讨论与分析。

九、思考题

1. 离心泵启动前为什么要先灌水排气？本实验装置中的离心泵在安装上有什么特点？
2. 启动泵前为什么要先关闭出口阀，待启动后，再逐渐开大？而停泵时，也要先关闭出口阀？
3. 离心泵的特性曲线是否与连接的管路系统有关？
4. 离心泵流量增大时，压力表与真空表的数值将如何变化？为什么？
5. 离心泵什么情况下会出现汽蚀现象？
6. 离心泵在其进口管上安装调节阀门是否合理？为什么？

实验 3 过滤实验

一、实验目的

1. 了解过滤器的构造，掌握板框式过滤器的操作方法。
2. 掌握过滤过程的简化工程处理方法及过滤常数的测定。

二、实验内容

测定恒压操作条件下过滤常数 K 、 q_e 。

三、实验原理

过滤是借助一种能将固体物截留而让流体通过的多孔介质，将固体物从液体或气体中分离出来的过程。因此过滤在本质上是流体通过固体颗粒层的流动，所不同的是这个固体颗粒层的厚度随着过滤过程的进行不断增加，因此在势能差不变的情况下，单位时间通过过滤介质的液体量也在不断下降，即过滤速度不断降低。过滤速度 u 的定义是单位时间、单位过滤面积内通过过滤介质的滤液量，即

$$u = \frac{dV}{A d\tau} = \frac{dq}{d\tau} \quad (3-1)$$

式中 A ——过滤面积， m^2 ；

τ ——过滤时间， s ；

V ——通过过滤介质的滤液量， m^3 。

在恒压条件下，过滤速度 u 与 τ 成反比，累计滤液量 V （或 q ）与时间 τ 成正比。过滤速率 $\frac{dq}{d\tau}$ 与时间 τ 之间的关系如图 3-1 所示，单位面积的累计滤液量 q 和时间 τ 的关系如图 3-2 所示。

影响过滤速率的因素有势能，滤饼厚度，滤饼及悬浮液性质，滤液温度，过滤介质阻力等，难以用严格的流体力学方法处理。比较过滤过程与流体经过固定床的流动情况可知：过滤速率即为流体经过固定床的表观速度 u 。同时，液体在由细小颗粒构成的滤饼空隙中的流动属于低雷诺数范围。

因此，可利用流体通过固定床压降的简化数学模型，寻求滤液量 q 和时间 τ 的关系，在低雷诺数 ϵ 下，可用康采尼（Kozeny）的计算式，即

$$u = \frac{dq}{d\tau} = \frac{\epsilon^3}{(1-\epsilon)^2 a^2} \times \frac{1}{K' \mu} \times \frac{\Delta p}{L} \quad (3-2)$$

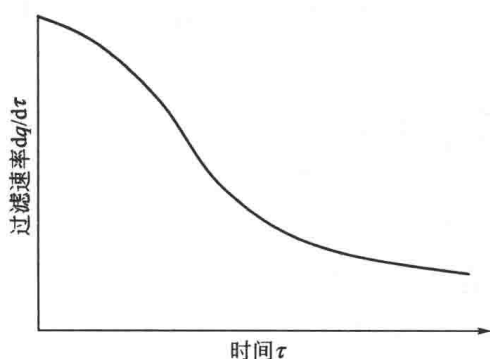


图 3-1 过滤速率与时间的关系

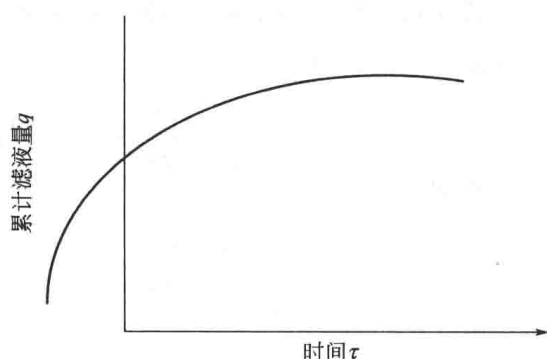


图 3-2 累计滤液量与时间的关系

对于不可压缩滤饼，由上式可以导出过滤速率的计算式为

$$\frac{dq}{d\tau} = \frac{\Delta p}{r\phi\mu(q + q_e)} = \frac{K}{2(q + q_e)} \quad (3-3)$$

$$q_e = \frac{V_e}{A} \quad (3-4)$$

式中 Δp ——压降，Pa；

V_e ——形成与过滤介质阻力相等的滤饼层所得的滤液量， m^3 ；

r ——滤饼的比阻， m^{-2} ；

ϕ ——体积分数， m^3 固体/ m^3 悬浮液；

μ ——黏度， $Pa \cdot s$ ；

K ——过滤常数， m^2/s 。

在恒压差过滤时，上述微分方程积分：

$$\int_0^q (q + q_e) dq = \frac{K}{2} \int_0^\tau d\tau \quad (3-5)$$

即可得：

$$q^2 + 2qq_e = K\tau \quad (3-6)$$

由上述方程可计算在过滤设备、过滤条件一定时，过滤一定滤液量所需的时间，或过滤条件一定时为了完成一定生产任务，所需要过滤设备的大小。利用上述方程计算时，需要知道 K 、 q_e 等常数，而 K 、 q_e 常数只有通过实验才能测定。

在用实验方法测定过滤常数时，需将上述方程变换成如下形式：

$$\frac{\tau}{q} = \frac{1}{K}q + \frac{2}{K}q_e \quad (3-7)$$

因此实验时，只要维持操作压强恒定，计取过滤时间和相应的滤液量。以 $\frac{\tau}{q}$ 作图得一直线，读取直线斜率 $\frac{1}{K}$ 和截距 $\frac{2}{K}q_e$ 即可求取常数 K 和 q_e ，或者将 $\frac{\tau}{q}$ 的数据用最小二乘法求取 $\frac{1}{K}$ 和 $\frac{2}{K}q_e$ 的值，进而求取常数 K 和 q_e 。

若在恒压过滤之前的 τ_1 时间内已通过单位过滤面的滤液 q_1 ，则在 τ_1 至 τ 及 q_1 至 q 范围内积分：

$$\int_{q_1}^q (q + q_e) dq = \frac{K}{2} \int_{\tau_1}^{\tau} d\tau \quad (3-8)$$

整理得：

$$\frac{\tau - \tau_1}{q - q_1} = \frac{1}{K} (q - q_1) + \frac{2}{K} (q_1 + q_e) \quad (3-9)$$

或：

$$\frac{\tau - \tau_1}{q - q_1} = \frac{1}{K} (q + q_1) + \frac{2}{K} q_e \quad (3-10)$$

上式表明， $q + q_1$ 和 $\frac{\tau - \tau_1}{q - q_1}$ 为线性关系，从而能方便地求出过滤常数 K 和 q_e 的值。

四、实验装置及流程示意图

实验装置由配料桶、供料泵、过滤器、滤液计量筒等组成。可进行过滤、洗涤和吹干三项操作过程。

碳酸钙 (CaCO_3) 的悬浮液在配料桶内配成一定浓度后，由供料泵输入系统。为防止沉淀，料液在供料泵管路中循环。浆液经过滤机过滤后，滤液流入计量筒。过滤完毕后可用洗涤水洗涤。图 3-3 为过滤常数测定实验装置流程示意图。

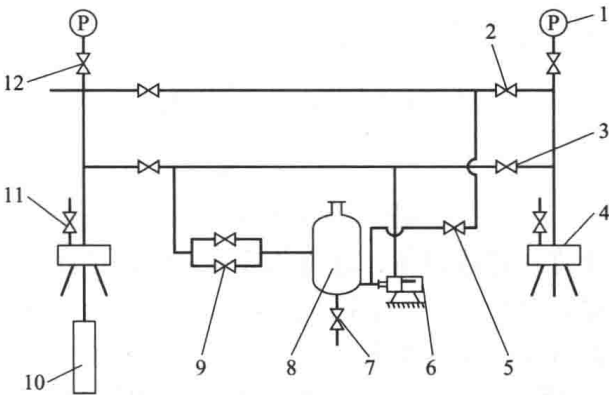


图 3-3 过滤常数测定实验装置流程示意图

1—压力表；2—清洗水阀；3—进料阀；4—过滤器；5—进水阀；6—泵；7—排料阀；
8—料槽；9—压力调节阀；10—计量筒；11—放空阀；12—压力表开关

五、实验操作要点

1. 过滤器安装

将已配制好的一定波美度的轻质碳酸钙悬浮液倒入料液桶，安装好过滤器，

注意安装顺序为由上至下：底座、滤板、滤布、框（凹面在上，凸面在下）、分布板、盖板，随后对称拧紧四个螺栓。

2. 滤液计量的准备

在计量筒中倒入一定量的清水，使滤液计量筒中有读数，记下液面高度，以便确定测量基准。关闭料液出口阀，打开循环管路上方形管路中上方的阀门，关闭下面的阀门，启动泵，系统开始打循环。

3. 非恒压操作

系统打循环数分钟后，一人缓慢打开料液阀及压力表开关，让压力慢慢上升，同时，用滤器上的放气阀放气。另一人两手各执一秒表，在有第一滴滤液滴出时，迅速启动一个秒表，待控制压力阀的人通知压力恒定时，双手同时摁下秒表，即停止第一个秒表和启动另一个秒表，并记下滤液上升的高度和所用的时间，这时所得的数据为非恒压（恒速）操作的时间 τ_1 和 H_1 ，经处理后可得 q_1 。

4. 恒压操作

在恒压的条件下，每上升 2cm 或 1cm，交替启动、停止两只秒表，计时计量，至滤液每上升 1cm 时间超过 180s 时结束。恒压操作时，循环管路上两个阀门的开度调节好以后，在操作过程中，系统的操作压力能一直保持恒定（约 0.08MPa）。

5. 结束工作

实验结束时，打开放气阀，先给过滤器泄压，然后再拆卸、清洗过滤器。滤饼回收后，可重复使用。

六、实验注意事项

1. 本实验用碳酸钙（ CaCO_3 ）悬浮液的浓度约在 8.0°Bé ，用供料泵使其循环搅匀，并可防止产生沉淀。启动泵之前必须了解泵的性能，掌握其操作方法。

2. 滤布在装上设备之前要用水先浸湿。

3. 实验操作压强一般可视配制的滤浆浓度选定，压强选得太高将使得过程进行太快，来不及读数；若选得太低则实验时间增加，一般在上述浓度时压强可选 0.08MPa 以下。

4. 实验初始阶段不是恒压操作，而是接近恒速操作。因此可采用两只秒表交替计时，记下时间和滤液量，并确定恒压开始时间 τ_1 和相应滤液量 q_1 。

5. 当滤液量很少，滤饼已充满滤框，过滤时间超过 3min 时，过滤阶段可结束。