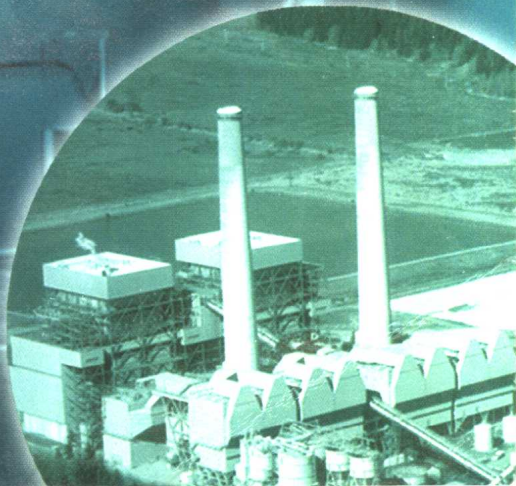
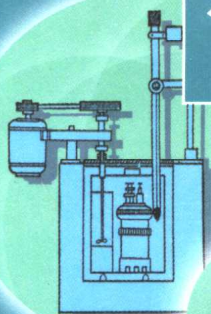


高等院校化学课实验系列教材

化工基础 实验

武汉大学化学与分子科学学院实验中心 编

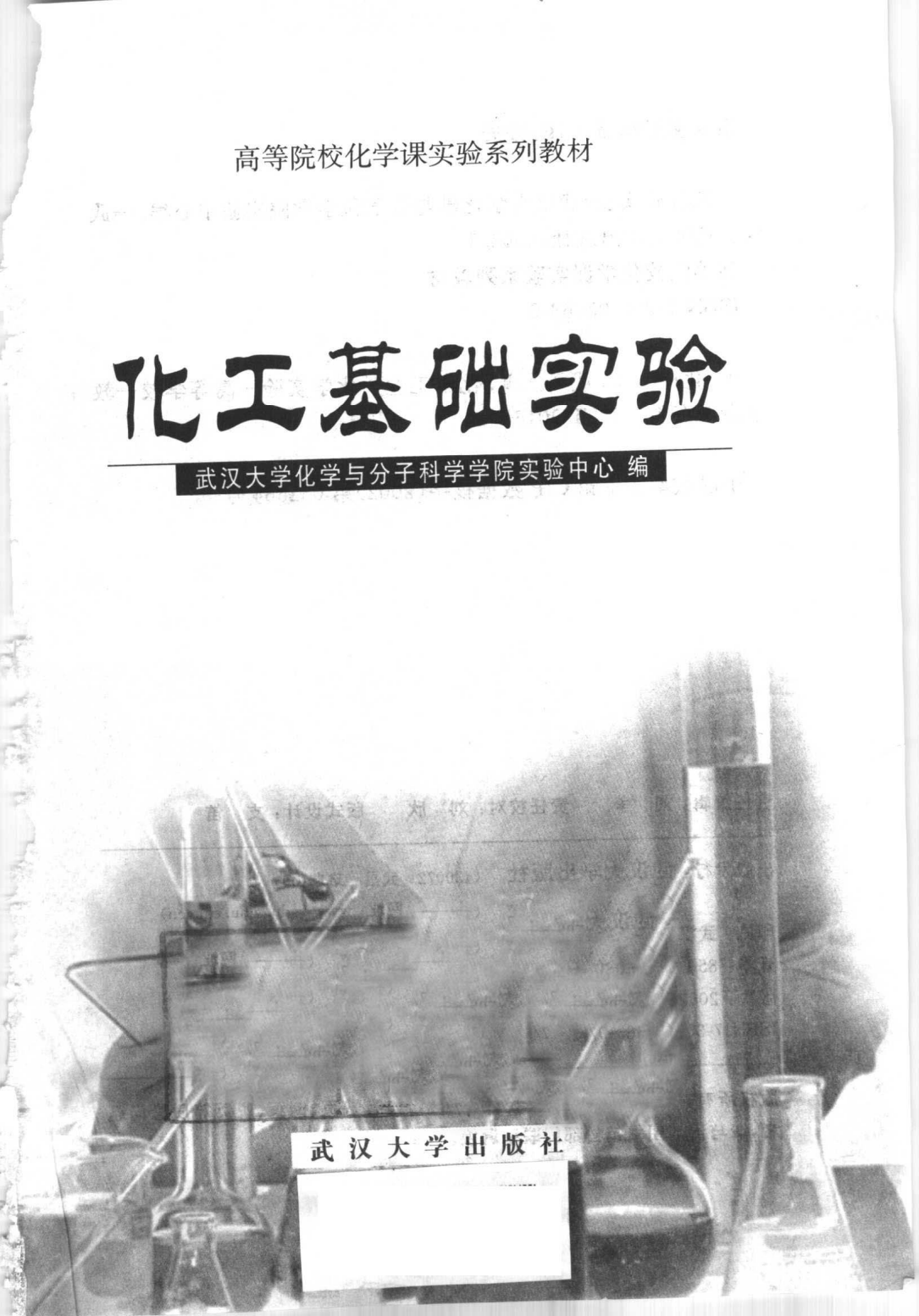


全国优秀出版社
武汉大学出版社

高等院校化学课实验系列教材

化工基础实验

武汉大学化学与分子科学学院实验中心 编



武汉大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

化工基础实验/武汉大学化学与分子科学学院实验中心编. —武汉: 武汉大学出版社, 2003. 1

高等院校化学课实验系列教材

ISBN 7-307-03663-0

I. 化… II. 武… III. 化学工业—化学实验—高等学校—教学参考资料 IV. TQ016

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2002)第 052564 号

责任编辑: 刘 争 责任校对: 刘 欣 版式设计: 支 笛

出版发行: 武汉大学出版社 (430072 武昌 珞珈山)

(电子邮件: wdp4@whu.edu.cn 网址: www.wdp.whu.edu.cn)

印刷: 武汉大学出版社印刷总厂

开本: 850×1168 1/32 印张: 8.625 字数: 219 千字

版次: 2003 年 1 月第 1 版 2003 年 1 月第 1 次印刷

ISBN 7-307-03663-0/Q·74 定价: 12.00 元

版权所有, 不得翻印; 凡购买我社的图书, 如有缺页、倒页、脱页等质量问题者, 请与当地图书销售部门联系调换。

前 言

在理科化学专业的工程技术教育中,化工基础实验是一个重要的实践性教学环节。随着我国经济的快速发展,理科化学专业应用型人才的培养目标转向培养面向国民经济建设主战场,从事应用和开发研究的开拓型人才,因此,我们拓宽思路,对化工基础实验内容进行了大幅度地改革与调整,设计了一套适合于理科教学要求的并具有一定特色的化工基础实验。在数年的教学实践的基础上,编写了本教材。

本书着重培养理科化学专业学生的工程意识、工程实验的设计与研究的方法、技术经济观点和化工过程开发的能力,增强学生的创新能力。本书的主要内容有:第一章,化工实验方法和实验数据处理;第二章,测量技术;第三章,实验部分;以及附录。

本书的实验部分在内容设计时注意考虑了以下几个方面:

(1) 知识性。对于化工原理部分,引入了较全面的化工单元操作实验;对于反应工程部分,除停留时间分布函数测定实验外,增加了多相催化实验、无梯度反应器测定催化反应动力学实验。

(2) 时代性。为了使课程跟上时代的发展潮流,引入纳米 CaCO_3 的制备实验、超临界干燥实验、喷雾干燥实验、反应精馏实验和膜分离实验等化工新技术实验,并增加了计算机接口实验。

(3) 综合性。在部分实验中,将“化工基础”、“化工制图”、“化工过程开发”等课程的内容综合起来,培养学生处理复杂问题的能力。

(4) 设计和研究性。将部分实验改为设计型和研究型实验,

培养学生自行设计实验的能力和动手能力。

本教材由黄驰、周新花、郑穹、方鹏飞编写。其中,第一章:郑穹、黄驰,第二章:黄驰,第三章:黄驰、周新花、方鹏飞,全书最后由黄驰统稿。郑洁修教授和曹正修教授对全书进行了审阅,付出了辛勤的劳动,提出了大量修改意见;喻鹏和张敏承担了部分文字工作;柳焕英、段和平和许崇文老师承担了部分实验的准备工作;本实验教材还得到武汉大学化学与分子科学学院领导及实验中心领导和有关老师的关心和支持,在此一并表示感谢。

由于时间仓促,错误和纰漏之处在所难免,希望读者批评指正。

编 者

2002年5月于武昌珞珈山

目 录

第 1 章 化工实验方法和实验数据处理	1
1.1 实验方法的分类	1
1.2 均分实验方法	2
1.3 优选实验方法	2
1.3.1 单因素实验黄金分割法	2
1.3.2 正交设计法	3
1.3.3 均匀设计法	8
1.4 实验数据的测量值、误差和有效数字	13
1.4.1 实验数据的测量值和误差	13
1.4.2 有效数字	15
1.5 数据的整理方法	17
1.5.1 表格法	17
1.5.2 作图法	17
1.5.3 数学模型	18
1.6 回归分析	19
1.6.1 一元线性回归	19
1.6.2 多元线性回归	21
1.6.3 非线性回归	22
1.6.4 逐步回归法	24
1.7 计算机数据处理简介	25
1.7.1 使用 Excel 软件处理数据	25

1.7.2 使用 Origin 软件,绘制曲线及拟合	27
第 2 章 测量技术	32
2.1 温度测量与控制	32
2.1.1 温度与温标	32
2.1.2 热膨胀式温度计	33
2.1.3 电阻温度计	34
2.1.4 热电偶温度计	35
2.1.5 非接触式测温仪表	40
2.1.6 温度的控制	41
2.2 压强测量	42
2.2.1 压强的概念	42
2.2.2 压强的一些术语	43
2.2.3 压强仪表的分类	43
2.2.4 常用的压强仪表	44
2.2.5 压强的控制	47
2.3 流量测量	50
2.3.1 体积流量计	50
2.3.2 质量流量计	61
第 3 章 实验部分	65
实验一 气体流量计的使用和校正	65
实验二 离心泵特性曲线、孔板流量计的校正及流体流动阻力的测定	74
实验三 汽-气对流传热膜系数及特征数关联式的测定	83
实验四 填料吸收塔的操作及吸收传质系数的测定	92
实验五 筛板精馏塔的操作与塔效率的测定	102
实验六 共沸精馏制无水乙醇	114
实验七 反应精馏法制乙酸乙酯	121

实验八 过滤实验.....	130
实验九 液-液萃取操作实验	136
实验十 干燥操作和干燥速率曲线的测定.....	144
实验十一 流化床连续干燥操作实验.....	151
实验十二 喷雾干燥实验.....	163
实验十三 超滤膜分离实验.....	168
实验十四 超临界干燥法制备纳米材料.....	175
实验十五 纳米碳酸钙的制备.....	181
实验十六 连续流动反应器停留时间分布函数的测定.....	187
实验十七 2,6-二氯甲苯氮氧化制备 2,6-二氯苯腈实验 ...	197
实验十八 乙醇气相脱水制乙烯宏观反应速率的测定.....	202
附录	209
附录 1 常用物理量的单位和量纲	209
附录 2 常用正交设计表	212
附录 3 常用均匀设计表	219
附录 4 常见热电偶、热电阻分度表	229
附录 5 水和水蒸气的物理性质	253
附录 6 空气的物理性质	261
附录 7 部分二元或三元物系的气液平衡组成	263

第一章 化工实验方法和实验数据处理

1.1 实验方法的分类

精心设计的实验是人们认识客观世界的一种有效方法。而实验内容是观察和跟踪全过程发生的现象,并测取有关过程运行的数据。化工实验也是如此,它是对某些未知的化学化工过程进行的研究工作。

化工实验按其性质和要求,可分为预实验和系统实验两大类。

预实验包括:为了认识研究对象的特征和规律而专门设置的认识实验,为了弄清实验的各种影响因素而专门设计的析因实验,以及为证明某种设想或利于分辨而专门安排的验证实验。预实验阶段不能预先制定完整的实验计划,因为往往要通过分析前段实验提出的问题,才能再组织下面的新实验,因此,实验方案和装置都会随实验考查的深入而不断变动。

系统实验是为了定量研究实验对象,准确测取所需实验数据,而必须制定较周密的实验方案,并设计和建立专门的实验装置,严格按照计划进行的实验。

在化工基础实验中,主要安排一些认识基本化工过程的基础性实验。对这样的实验,学生应选择安排好实验点,仔细操作装置并观察实验现象,做好记录,正确测取有关数据。然后经过科学的分析和整理,得出正确合理的结论,这样才能达到实验目的。

从实验方法来看,化工实验的设计有同时法和序贯法之分。

同时法是把所有可能要进行的实验尽量同时安排下去,然后从一系列的实验结果中找出最优实验条件。同时法的实验次数多,只要有足够的人力、经费、实验仪器和设备,就能在短时间内完成实验任务。

序贯法是根据前面实验结果来安排后面的实验,故所需实验次数可以减少,能充分发挥仪器、设备的作用,节省费用。但总的实验时间较长。若采用优选法,通过对少数几次实验的结果的比较,就可以迅速找出使某种指标最优的有关因素值。

在实验设计中,究竟应选用同时法还是序贯法,或者是二者的结合,是非常重要的。当情况不够明朗时,采用序贯法比较合适。而对于情况明朗的总结性工作,则可按同时法,在条件允许变化的研究范围内,均匀设计实验点,进行实验取值,分析整理实验数据后得出结论。最后,作出反映全貌的图表或曲线。

1.2 均分实验方法

化工基础实验多数是采用均分实验方法。这种方法是将某种影响因素(下称为因子)的实验范围均匀划分,确定若干个实验点,来进行实验。此时,对于具体实验点,并不追求它的实验结果一定要好,但是每一点都要做实验,以便取得研究对象在整个实验条件范围内的完整数据和可能呈现的规律性。显然,该影响因素及实验条件范围的确定必须合理,系统的工作才有意义。

均分实验的结果多用实验数据图表或曲线来表示。

1.3 优选实验方法

1.3.1 单因子实验黄金分割法

黄金分割法是用于单因子实验设计的一种方法。具体做法是

在实验范围 (a, b) 中选择 0.618 位置和 0.382 位置,有:

$$x_1 = a + 0.618(b - a) \quad (1-3-1)$$

$$x_2 = a + 0.382(b - a) \quad (1-3-2)$$

将其作为实验点进行实验。比较实验结果,可能出现两种情况。第一种是 x_1 处优于 x_2 处,就将 a 到 x_2 实验范围舍去。然后将新的实验点安排在新的实验范围(x_2 到 b)的 0.618 位置,即在 $x_3 = x_2 + 0.618(b - x_2)$ 处进行实验。而 x_1 处就相当于在新的实验范围的 0.382 位置,已有实验结果,可直接和 x_3 处的实验结果进行比较。另一种可能是 x_2 处实验结果优于 x_1 处实验结果,则将 x_1 到 b 实验范围舍去,而将新的实验点 x_3 安排在 a 到 x_1 的 0.382 位置,即 $x_3 = a + 0.382(x_1 - a)$,其结果再与 x_2 处结果进行比较,又可舍弃一段。如此类推,实验点的优化的范围愈来愈小,直至得到满意的结果。

1.3.2 正交设计法

1.3.2.1 正交设计法及其特点

正交设计法是一种运用数理统计原理来科学地安排多因子实验的方法,可按一定规律分析和处理实验结果,从而能较快地找到最佳实验条件,而且可判断多因子中何种因子是主要因子,以及判断这些因子之间的交互影响的关系。

正交设计法称研究问题的结果为指标,待考察的影响因素为因子。因子习惯用大写英文字母 A、B、C 等来表示。因子的具体值称为水平,分别用阿拉伯数字表示。将表示水平的阿拉伯数字记在因子英文字母的右下角位置,如 A_3 表示 A 因子的第 3 水平。根据需考察的因子数和水平数,选取正交表来设计应进行实验的计划。正交表的记法为 $L_n(q^s)$,“ L ”表示正交,“ n ”表示实验次数,“ q ”表示水平数,“ s ”表示因子数。例如, $L_9(3^4)$ 正交表,表示最多可安排四因子三水平实验,用 9 次实验即可代替按因子和水平组合的全面实验方法的 81 次实验。实际应用时,可根据实验情

况选用合适的正交表。对于均匀水平的正交表,在设计表头时,任意两列、任意两行之间均可以互换,而且同一列任意两种水平记号之间也可以互换。

正交设计法在实验点设计上遵循了“均匀分布,整齐可比”的原则,即它们的正交性。这样在实验数据的处理上比较方便。以下将简要介绍正交设计实验的数据处理过程。

1.3.2.2 正交设计实验的数据处理过程

正交设计实验结果称为指标,其数据处理过程一般较简单,现以处理利用 $L_9(3^4)$ 正交表安排的四因子三水平的 9 次实验结果为例(各因子之间无交互影响时),进行具体说明。实验结果如表 1-3-1 所示。

表 1-3-1 按 $L_9(3^4)$ 正交表设计实验的结果

序号	水平	因 子				结果 y_i
		A	B	C	D	
1		1	1	1	1	31
2		1	2	2	2	54
3		1	3	3	3	38
4		2	1	2	3	53
5		2	2	3	1	49
6		2	3	1	2	42
7		3	1	3	2	57
8		3	2	1	3	62
9		3	3	2	1	64
平 均						50

数据处理时,首先,计算指标结果 y_i 的总平均值:

$$\bar{y} = \frac{\sum y_i}{n} = \frac{y_1 + y_2 + y_3 + y_4 + y_5 + y_6 + y_7 + y_8 + y_9}{9} = 50$$

(1-3-3)

其次,计算某个因子在某一水平下,各指标(结果)和的平均值,称为因子的“水平和均值”,用带相应因子及水平下标的英文字

母 K 来表示。例如：

$$K_{A1} = \frac{y_1 + y_2 + y_3}{3} \quad K_{A2} = \frac{y_4 + y_5 + y_6}{3} \quad K_{A3} = \frac{y_7 + y_8 + y_9}{3}$$

$$K_{B1} = \frac{y_1 + y_4 + y_7}{3} \quad K_{C1} = \frac{y_1 + y_6 + y_8}{3} \quad K_{D2} = \frac{y_2 + y_6 + y_7}{3}$$

某一因子在某一水平下的水平和均值 K 是统计结果。例如， K_{A1} 是指因子 A 处于水平 1 时，因子 B、C、D 处于不同条件下所做的 3 次实验的平均结果，故只反映 A_1 的影响，而不说明因子 B、C、D 的影响。水平和均值 K_{A1} 、 K_{A2} 、 K_{A3} 之间的差异，可反映因子 A 的改变对指标结果的影响。

因子的水平和均值与指标的总平均值的差值称为某一因子的某一水平的效应。如 A 因子 1 水平的效应为：

$$a_1 = K_{A1} - \bar{y} \quad (1-3-4)$$

因子各水平的效应的平方和，则称为该因子的“离差”，用英文字母 S 来表示。离差 S 表示因子对指标的影响。例如：

$$S_A = a_1^2 + a_2^2 + a_3^2 \quad (1-3-5)$$

具体分析结果见表 1-3-2。

表 1-3-2 利用 $L_9(3^4)$ 正交表 9 次实验结果数据处理列表

	A	B	C	D	总均值 $\bar{y} = 50$
水平和均值	$K_{A1} = 41$	$K_{B1} = 47$	$K_{C1} = 45$	$K_{D1} = 48$	
水平和均值	$K_{A2} = 48$	$K_{B2} = 55$	$K_{C2} = 57$	$K_{D2} = 51$	
水平和均值	$K_{A3} = 61$	$K_{B3} = 48$	$K_{C3} = 48$	$K_{D3} = 51$	
效应	$a_1 = -9$	$b_1 = -3$	$c_1 = -5$	$d_1 = -2$	
效应	$a_2 = -2$	$b_2 = 5$	$c_2 = 7$	$d_2 = 1$	
效应	$a_3 = 11$	$b_3 = -2$	$c_3 = -2$	$d_3 = 1$	
离差 S	206	38	78	6	

从表 1-3-2 中效应一栏可以看出：每一因子各水平效应之和均为零，这是按正交表设计实验的特点。因此，通过计算每一因子各水平效应之和是否均为零，可以验证所设计的实验点搭配是否

均衡,是否具有正交性。因子各水平效应的大小可以反映各水平对指标的影响程度。效应越大,对指标的影响越好。

本例中各因子效应最大的水平应为: A_3 、 B_2 、 C_2 、 D_2 或 D_3 。

离差科学地反映了因子对指标影响的大小。本例中因子 A 的离差最大,说明因子 A 是影响反应的主要因子,而因子 C 和 B 其次,因子 D 对指标的影响最小。通过正交设计实验及数据分析,不仅可以很快找到最佳实验点,还可了解各因子对指标影响的大小程度和顺序,这就有助于在进一步研究中,抓住主要矛盾,作出更合适的对策。

在数据整理的基础上,用各因子实际水平值为横坐标,水平和均值为纵坐标,作指标变化趋势图,观测因子水平变化与指标之间的关系,进一步了解各因子的水平应向什么方向取值才能得到更好的结果,从而设计进一步实验可能的方向,迅速找到问题的最佳条件。

1.3.2.3 正交设计实验的交互影响

在化学实验中,化学反应条件之间通常是相互影响的。如果因子 A 的水平为 1 时,实验结果随因子 B 的变化呈一种规律,当因子 A 的水平为 2 时,实验结果随因子 B 的变化又呈另一种规律,这就说明因子 A 和 B 之间有交互影响,记为 $A \times B$ 。

当使用正交设计表安排正交实验时,首先要确定各因子之间是否有交互影响。确定的方法是运用交互影响的定义,使用 $L_4(2^2)$ 正交表进行实验。先在因子 A 的水平为 1 时,测得实验结果对因子 B 的变化,作图为一一直线;然后在因子 A 的水平为 2 时,测得实验结果对因子 B 的变化,作图为另一一直线。当两直线相交时,说明它们之间存在很强烈的交互影响;当两直线平行时,说明它们之间不存在交互影响;当两直线近似平行时,则可能存在交互影响,但交互影响不强烈。

另一种判断方法是按 $L_4(2^3)$ 正交表进行两因子实验,方案如表 1-3-3,第 3 列为交互影响。

表 1-3-3

 $L_4(2^3)$ 正交表及交互影响

实验号	因子 A	因子 B	$C = A \times B$
1	1 水平	1 水平	1
2	1 水平	2 水平	2
3	2 水平	1 水平	2
4	2 水平	2 水平	1

可运用离差分析来判断 $A \times B$ 的大小。当 $A \times B$ 的离差比 A 和 B 的离差小许多时,可以认为在实验范围内,因子 A 和 B 的交互影响较小,也就可以忽略 A 和 B 的交互影响。通过这种检验方法,即可以判断各因子之间是否有交互影响。

当某些因子之间的交互影响可以忽略时,正交表中对应的交互影响列上出现空缺,则可利用空出来的列安排与其它因子无交互影响的因子,从而达到减少实验次数的目的。这就是正交实验法可用部分实验正确代替按因子和水平组合的全面实验的基本道理。

如果因子之间的交互影响不能忽略,则需要按正交设计进行全面实验。但按正交设计的全面实验与按因子和水平组合的全面实验有所不同,前者可以了解各因子的影响程度大小和因子之间交互影响的大小,充分体现了正交设计的优越性。

1.3.2.4 正交设计实验的注意事项

进行正交设计实验时,首先要进行表头设计和确定各因子之间的交互影响,然后在正交表中合理安排各因子。正交表及其表头设计一般由数理工作者按照数理统计原理制出,实验者只要正确地选用这些表,即可安排实验方案。

正交设计只是实验方案设计,不能代替实验本身。通过实验取得的实验结果正确与否非常重要,如果实验结果不准确,将会导致数据处理后的结论错误。由正交设计实验结果得出的结论,有时应进行印证,而正交实验的结论也只适应于所取因子和水平的实验范围,不能盲目外推。

对于复杂问题,不应期望“毕其功于一役”,仅通过一轮正交实验就能解决问题。通常的做法是:先根据有关专业知识和实践经验,选取 2~5 个因子,并在间隔适当的 2~3 个水平上,利用简单的 $L_4(2^3)$ 正交表、 $L_8(2^7)$ 正交表或 $L_9(3^4)$ 正交表,分别进行实验。通过实验及结果的分析,筛除无影响或影响很小的因子,了解影响规律不明的因子,确定主要影响因子,以及了解因子之间的交互影响,进一步明确各因子水平的优选方向和追加扩大的范围,以利于完善系统实验的设计。水平的选取和追加扩大范围可依照单因子法处理。

在因子的选取和数据处理上,正交设计法还有一些技巧,如采用逐步回归分析法对正交实验结果进行回归分析。该方法的特点是用正交设计使实验数据点分布均匀合理,通过回归分析得到在实验范围内合理的回归方程。这种方法的优点是在安排实验方案时不考虑交互影响,可以在正交表的每一列上都安排因子,因为通过回归分析,在回归方程里可以体现出因子之间的交互影响。这样就可以用较少的实验次数考察较多的因子以及不同的水平实验,从而提高了实验效率。具体方法可以参阅有关文献。

1.3.3 均匀设计法

上述正交设计法,是一种广泛应用的实验设计方法,和单因子实验法相比,其优点之一就是实验的次数大大减少。但是考察的因子数和水平数较多,特别是水平数较多时,正交实验设计法的实验次数仍然较多。例如考察 5 个因子的影响,每个因子若有 5 个水平。用因子和水平组合搭配方法进行实验,需 $5^5 = 3125$ 次;用正交表设计实验,也至少要进行 25 次,实验工作量仍然很大。正交设计方法的实验次数之所以不能减至更少,是因为在正交设计方法中,同时考虑了实验点的均衡分散性和整齐可比性,每一列中,同一水平的实验至少出现 2 次。为了改进正交设计法,进一步减少实验次数,我国数学家方开泰和王元于 1978 年首先提出均匀

设计法。均匀设计法是只考虑实验点在实验范围内的均匀散布,而没有考虑整齐可比性的一种实验设计方法。

均匀设计是用“均匀设计表”来安排实验,常用的均匀设计表见附录3。均匀设计表名称的表示方法为 $U_n(q^s)$ 或 $U_n^*(q^s)$,其中“ U ”表示均匀设计,“ n ”表示要做 n 次实验,“ q ”表示每个因子有 q 个水平,“ s ”表示该表有 s 个因子,加“ $*$ ”表示该均匀设计表有更好的均匀性,应优先选用。

1.3.3.1 均匀设计法的特点

与正交设计法相比,均匀设计法有如下特点:

(1)实验工作量更少,是均匀设计实验的一个突出的优点。每个因子的每一个水平仅做一次实验。如要考察3个因子的影响,每个因子5个水平。若用正交设计法,宜选用正交表 $L_{25}(5^3)$,需做25次实验。若用均匀设计方法,可用表1-3-4所示的均匀设计表 $U_5(5^4)$ 来安排实验,只需进行5次实验,比正交设计法的实验工作量少得多。

表 1-3-4

均匀设计表 $U_5(5^4)$

列号 实验号	1	2	3	4
1	1	2	3	4
2	2	4	4	3
3	3	1	2	2
4	4	3	1	1
5	5	5	5	5

(2)在正交设计表中各列的地位是等同的,当无交互影响时,其因子可以任意安排在任一列。而在均匀设计表中,各列的地位不一定是等同的,各种因子安排在表中的哪一列不能随意,需根据实验中要考察的实际因子数,依照附在每一个均匀设计表后的“使用表”来确定。例如为了使用均匀设计表 $U_6^*(6^4)$ (见表1-3-5),应根据 $U_6^*(6^4)$ 表的使用表(见表1-3-6)安排实验,表中 D 表示