

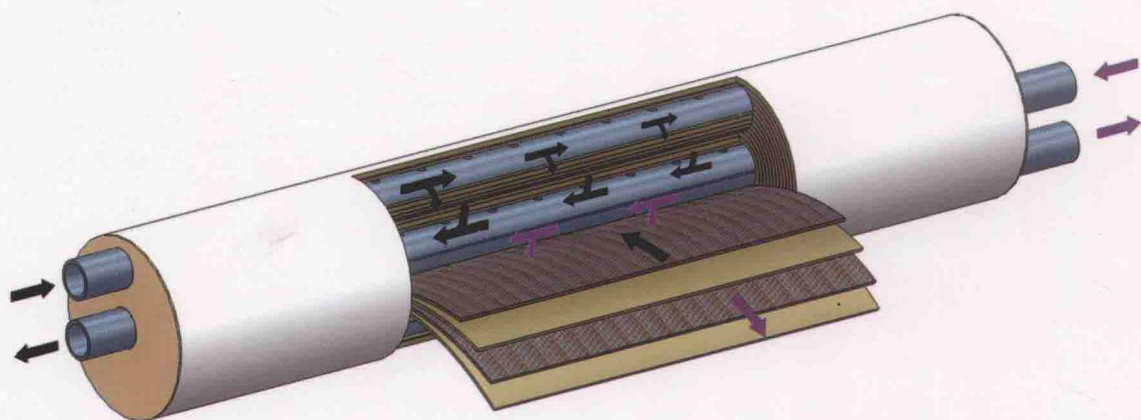
中国科学技术大学
化学实验系列教材

CHEMICAL ENGINEERING EXPERIMENTS

化学工程实验

冯红艳 徐铜文 杨伟华 傅延勋 编著

中国科学技术大学出版社

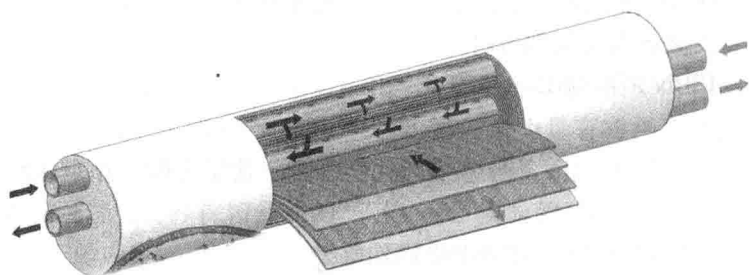


中国
化学实验系列教材

CHEMICAL ENGINEERING
EXPERIMENTS

化学工程实验

冯红艳 徐铜文 杨伟华 傅延勋 编著



中国科学技术大学出版社

内 容 简 介

本书是在傅延勋、杨伟华、徐铜文等编著的《化学工程基础实验》的基础上编写的。第一章为化学工程实验基础知识,介绍了化学工程实验室安全知识和实验数据处理问题;第二章为化学工程基础实验,实验内容涵盖动量传递、热量传递、质量传递和化学反应工程实验;第三章和第四章为化学工程专业实验,实验内容为膜分离实验和膜分离综合实验。

本书可用作普通高校化学、应用化学专业化学工程实验课程的教材,也可以供高分子化学、材料化学、制药工程、生物工程等专业选用,还可以供化学工程技术人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

化学工程实验/冯红艳等编著. —合肥:中国科学技术大学出版社,2014.1

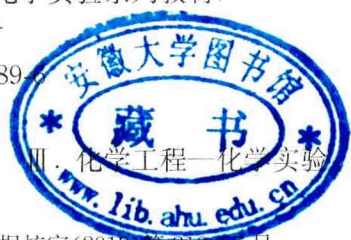
(中国科学技术大学化学实验系列教材)

安徽省省级规划教材

ISBN 978-7-312-03389-6

I. 化… II. 冯… III. 化学工程—化学实验 IV. TQ016

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2013)第 315057 号



- 出版 中国科学技术大学出版社
安徽省合肥市金寨路 96 号,230026
<http://press.ustc.edu.cn>
- 印刷 合肥学苑印务有限公司
- 发行 中国科学技术大学出版社
- 经销 全国新华书店
- 开本 787 mm×1092 mm 1/16
- 印张 12.25
- 字数 306 千
- 版次 2014 年 1 月第 1 版
- 印次 2014 年 1 月第 1 次印刷
- 定价 23.00 元

前 言

化学工程基础实验是中国科学技术大学化学学科唯一的一门工科类基础实验课,是理科化学和应用化学专业的工程技术教育中一个重要的实践性教学环节。理科化学专业的学生毕业后大多数从事应用与开发研究,或者技术转让,所做的工作往往都是些开创性工作,规模不大,体系复杂,但对分离技术要求高。就课程内容而言,学生仅掌握和了解一些常规分离技术(传统的化学工程分离实验)是远远不够的,还必须掌握和了解新型分离技术。因此,本实验教材编写了一些更适合理科专业又具特色的膜分离实验内容,希望学生通过第三章和第四章的学习,可以充分认识到分离过程的重要性。

鉴于“膜分离实验”和“膜分离综合实验”是比“基础实验”更加接近现代化学工程前沿的、更加专业化的实验,本实验教材取名为《化学工程实验》。本实验教材共计4章,编写了28个实验。第一章介绍了化学工程实验的基础知识;第二章编写了化学工程基础实验,实验内容涵盖动量传递、热量传递、质量传递和化学反应工程,共计14个实验;第三章为具有特色又紧跟前沿的膜分离实验项目,共计8个实验;第四章为膜分离综合实验,共包括6个实验。实验内容安排上由基础到专业、由单元操作到综合。在保留经典的“三传一反”实验的基础上,本教材还编写了膜分离实验和膜分离综合实验内容,各专业可以根据需要进行选择。

本实验教材是在傅延勋、杨伟华、徐铜文等编著的《化学工程基础实验》的基础上进行编写的,结合编写老师的教学经验,充分展示了化学工程基础实验室近十几年的教学改革和教学研究成果。化学工程基础实验室自2001年开始,先后在“211”大学建设专项、一流大学建设专项、“985”高校专项的支持下,借力于中国科学技术大学的功能膜研究室的科研平台,打破了理科跟着工科院校建设思路走的做法,建设形成了一些科研成果转化的实验内容。实验项目建设和实验教材的编写主要由冯红艳、徐铜文、杨伟华和傅延勋完成,王晓林博士和蒋晨啸博士也参与了部分实验内容的编写,其中第四章内容来源于王晓林的科研工作,在此表示衷心的感谢。

由于编者水平有限,本实验教材难免存在错误和不妥之处,恳请有关专家和使用本教材的老师和同学提出批评和建议,并反馈给我们,以便再版时改进。

编 者
2013年11月

目 录

前言	i
第一章 化学工程实验基础知识	1
第一节 实验室安全知识简介	1
第二节 实验数据的处理	3
第二章 化学工程基础实验	11
引言	11
实验一 能量转换(伯努利方程)演示实验	15
实验二 节流式流量计性能的测定	20
实验三 离心泵计算机数据采集和过程控制实验	24
实验四 管道流体阻力的测定	32
实验五 板式塔连续精馏实验	36
实验六 板式塔流动特性实验	41
实验七 连续填料精馏塔分离能力的测定	47
实验八 反应精馏法制乙酸乙酯	56
实验九 二氧化碳吸收与解吸实验	60
实验十 传热综合实验	69
实验十一 流化床干燥器干燥曲线的测定	78
实验十二 连续搅拌釜式反应器液体停留时间分布实验	84
实验十三 固体流态化实验	91
实验十四 内循环反应器测定合成氨动力学参数	97
第三章 化学工程专业实验之一:膜分离实验	105
引言	105
实验一 超滤法分离明胶蛋白水溶液	107
实验二 纳滤法分离糖和盐的水溶液	113
实验三 反渗透组合工艺制备超纯水	120
实验四 卷式扩散渗析膜组件回收钛白废酸中的硫酸	124
实验五 电渗析脱除水中的无机盐	128
实验六 双极膜电渗析同时产酸产碱	132

实验七 膜蒸馏海水淡化实验	136
实验八 超滤膜组件的组装及茶叶中茶多酚的分离实验	140
第四章 化学工程专业实验之二:膜分离综合实验	145
引言	145
实验一 乳酸发酵	147
实验二 乳酸发酵液的超滤实验	150
实验三 乳酸发酵液的螯合树脂离子交换实验	153
实验四 普通电渗析浓缩乳酸盐	155
实验五 双极膜电渗析制备乳酸	160
实验六 发酵过程与双极膜电渗析的集成操作	164
附录	169
附录一 常用物理量的单位和量纲	169
附录二 水的物理性质	172
附录三 饱和水蒸气表	174
附录四 水的密度(0~39 °C)	178
附录五 水的黏度(0~40 °C)	180
附录六 干空气的物理性质(101.33 kPa)	181
附录七 某些气体的重要物理性质	183
附录八 某些液体的重要物理性质	184
附录九 乙醇在 101.3 kPa 下的饱和蒸气压表	186
参考文献	187

第一章 化学工程实验基础知识

第一节 实验室安全知识简介

化学工程实验是一门实践性很强的基础课程,实验过程中不免要接触到易燃、易爆、有腐蚀性和毒性的物质,会遇到高压、高温或低温及高真空操作条件,还会涉及用电和实验装置操作方面的问题,故要有效地达到实验目的就必须关注安全问题,掌握一定的安全知识。

1. 化学药品和气体

化学工程实验中接触的化学药品,虽不如化学基础实验那样多,但仍要关注使用安全问题。使用化学药品之前,一定要了解该药品的性能,如毒性、腐蚀性、致癌性、易燃性和易爆性,并搞清楚使用方法和防护措施。例如有毒药品,如铅盐、钡盐、砷化合物、氰化物和 $K_2Cr_2O_7$ 等,不得进入口内或接触伤口,也不能随便倒入下水道。脂溶性有机溶剂,如苯、甲醇、硫酸二甲酯等不仅对皮肤及黏膜有刺激作用,而且对神经系统也会造成损伤,使用时要特别注意。

使用有挥发性的化学试剂,如 HCl , HNO_3 等,应在通风柜中进行。

使用或制备有毒及易燃、易爆气体,如 NH_3 , H_2 , H_2S , Cl_2 , SO_2 , CO , $COCl_2$, Br_2 等,系统一定要严密不漏,尾气要导出室外,并注意室内通风。

2. 高压气瓶

高压气瓶俗称钢瓶,它是一种储存各种压缩气体或液化气的高压容器。气瓶容积一般为 $40\sim 60\text{ L}$ 。最高工作压力为 150 atm ($1\text{ atm} = 1.0133 \times 10^5\text{ Pa}$),最低的也有 6 atm 以上。由于气瓶压力很高,以及储存的某些气体本身又是有毒或易燃、易爆的,因此,使用气瓶时一定要掌握其结构特点和安全知识。

(1) 气瓶运输、保存和使用时,应远离热源(明火、暖气、炉子等),并避免长时间在日光下曝晒,在夏日更应注意。

(2) 气瓶运输过程中,应戴好钢瓶帽和橡胶安全圈,要轻搬轻放,避免跌落撞击。使用时要固定牢靠,防止碰倒,更不允许用槌子、扳子等金属器具敲打气瓶。

(3) 瓶阀是气瓶的关键部位,要正确、精心地保护。

① 在实验室使用气瓶,必须用专用的减压阀,尤其是氢气和氧气的减压阀不能互换。氢及其他可燃气体的瓶阀,连接减压阀的连接管为左旋螺纹,而氧等不可燃气体的瓶阀,连接管为右旋螺纹。这就是为了防止氢和氧两类气体的减压阀混用,以至造成事故。

② 氧气瓶阀严禁接触油脂。

③ 要注意保护瓶阀。开、关瓶阀时一定要搞清楚方向,缓缓转动,选择方向错误或用力过

猛会使螺纹受损,可能冲脱而出,导致发生重大事故。关闭钢瓶时,不漏气即可,不要旋得过紧。

④ 瓶阀发生故障时,应立即报告实验指导教师,严禁擅自拆卸瓶阀上任何零件。

(4) 气瓶安装好减压阀和连接管线后,每次使用前都要在瓶阀附近用肥皂水检查,确认不漏气才能使用。

(5) 气瓶中气体不要全部用尽,剩余压力一般不小于 $1 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$,以供检查。

(6) 气瓶必须严格按期检验。

3. 电器设备

化学工程实验中电器设备较多,某些装置的电负荷较高。因此,注意安全用电极为重要。一方面要健全电器设备的安全措施,另一方面要严格遵守操作规程。

(1) 实验前,要了解实验室总电闸与分电闸的位置,便于出现用电事故时及时切断电源。

(2) 接通电源之前,必须认真检查电气设备和电路是否符合规定要求,对于直流电设备应检查正负极是否接对。

(3) 严禁用湿手接触电闸、开关或任何电器。

(4) 启动电机前,先用手转动一下电机的轴。合上电闸后,立即查看电机是否已转动;若不转动,应立即切断电闸,否则电机很容易烧毁。

(5) 合闸动作要快,要合得牢,若接触不良则容易打火花,熔断保险丝。合上电闸后若发现异常声音或气味,应立即切断电闸。若无异常情况,则用验电笔检查设备是否漏电。

(6) 必须按照规定的电流限额用电。严禁私自加粗保险丝或用其他金属丝代替保险丝。当保险丝熔断后,一定要找出熔断原因,消除隐患,才能更换保险丝。

(7) 操纵电负荷较大的设备时,最好穿胶底鞋或塑料底鞋,尽量不要用两手同时接触负电设备。

(8) 若用电设备是电热器,在通电之前,一定要搞清楚进行电加热所需要的前提条件是否已经具备。例如,在精馏实验中,接通塔釜电热器之前,必须搞清楚釜内液面是否符合要求,塔顶冷凝器的冷却水是否已经打开。电气设备不能直接放在木制实验台上使用,必须用隔热材料隔开,以免引起火灾。

(9) 实验过程中如果发生停电现象,必须切断电闸,以防突然来电时电气设备在无人情况下运行。

(10) 离开实验室前必须把分管本实验的电闸切断。

(11) 电气设备维修时必须停电作业。如接保险丝时,一定要先切断电闸后再进行操作。

(12) 所有电气设备的金属外壳应接地线,并定期检查是否连接良好。导线的接头应精密牢固,裸露的部分必须用绝缘胶布包好或塑料绝缘管套好。

4. 防火安全知识

实验室应配备一定数量的消防器材,要熟悉消防器材的存放位置和使用方法。

(1) 易燃液体(密度小于水),如乙醇、汽油、苯、丙酮等着火,应使用泡沫灭火器来灭火。因为泡沫比易燃液体轻且比空气重,可覆盖在液体上面隔绝空气。

(2) 金属钠、钾、钙、镁、铝粉、电石、过氧化钠等着火,应采用干沙灭火。此外还可用不燃性固体粉末灭火。

(3) 电气设备着火,应用四氯化碳灭火器灭火,但不能用水或泡沫灭火器灭火。因为后者导电,这样易造成灭人触电事故。使用时要站在上风侧,以防四氯化碳中毒。室内灭火后要打开门窗通风。

(4) 其他地方着火,可用水来扑灭。

第二节 实验数据的处理

一、实验数据测量误差和有效数字

(一) 实验数据测量误差及减免方法

由于化学工程实验中使用的各种测量仪器、仪表的结构不同,加上测量方法、学生的实验水平和观察习惯等原因,使测量值与真值(某种物理量客观存在的确定值)之间总会存在一定差别。这种差别称为误差。

误差分为绝对误差和相对误差。

测量值 x 与物理量的真值 X 之差称为绝对误差。有时将绝对误差简称为误差。由于种种原因,各种测量方法都无法得到真值 X ,而只能得到测量值 x ,故实际中常用若干次测量值 x 的平均值 \bar{x} 来代替真值 X 。绝对误差用符号 D 来表示:

$$D = x - X \doteq x - \bar{x} \quad (1.2.1)$$

绝对误差 D 与物理量真值 X 的百分比称为相对误差,用符号 ϵ 来表示:

$$\epsilon = \frac{D}{X} \times 100\% \doteq \frac{x - \bar{x}}{\bar{x}} \times 100\% \quad (1.2.2)$$

产生误差的原因很多,一般分为两类:系统误差和偶然误差。

1. 系统误差

系统误差是由于实验过程中某些经常性的原因所造成的误差。它的特点是:在多次测定中会重复出现,对实验结果分析的影响比较固定,即偏高的总是偏高,偏低的总是偏低。系统误差直接影响分析结果的准确度。其来源及减免方法如下。

(1) 化学试剂误差。化学试剂误差是由于化学试剂纯度不够或引入杂质所造成的误差。

减免方法:使用较纯的化学试剂,避免杂质引入,消除化学试剂带来的误差。

(2) 测试仪器误差。测试仪器误差是由于仪器不够精密或未经校准所造成的误差。

减免方法:改用更精密的仪器或对使用的测试仪器进行校准。

(3) 方法误差。方法误差是由于实验方法不当所造成的误差,例如近似的测试方法或近似的计算公式。

减免方法:选择正确的实验方法。有条件的可对样品进行对照实验,求出校正系数,并将校正系数应用到分析计算中去。

(4) 操作误差。操作误差是由于主观因素造成的误差。例如,对滴定终点的辨别往往不同,有人偏深,有人偏浅。

减免方法:需要加强基本操作训练。

2. 偶然误差

偶然误差是由于某些偶然的因素所造成的误差。它的特点是同一项测定的误差数值不恒定,有时大,有时小,有时正,有时负。偶然误差在实验中往往是无法避免的。例如,温度、湿度或气压的微小波动,仪器性能的微小变化,对几份试样处理时的微小差别等,都可能带来误差。又如,在读取滴定管读数时,估计的小数点后第二位的数值,几次读数不一致。偶然误差直接影响实验结果的精密性(指测量中所得数值的重现性)。

偶然误差由于是偶然原因造成的,其数值大小没有规律性,但在相同条件下,如果进行多次重复测定,所得结果的误差是符合一定规律的,即正误差和负误差出现的概率相等;小误差出现的次数占大多数,而大误差出现的次数极少。

减免方法:应多做几次平行实验,取其平均值。

在化学工程实验中,常用的平均值有下列几种。

(1) 算术平均值。算术平均值 \bar{x} 的计算公式为

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + \cdots + x_n}{n} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad (1.2.3)$$

在化学工程实验和科学研究中,测量的数据一般呈正态分布,从理论上可以证明此时算术平均值为最佳值或最可信赖值,故常采用算术平均值 \bar{x} 代替真值。

(2) 均方根平均值。均方根平均值 \bar{x}_{RMS} 的计算公式为

$$\bar{x}_{\text{RMS}} = \sqrt{\frac{x_1^2 + x_2^2 + \cdots + x_n^2}{n}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n x_i^2}{n}} \quad (1.2.4)$$

均方根平均值主要用于计算气体分子的动能。

(3) 几何平均值。几何平均值 \bar{x}_{G} 的计算公式为

$$\bar{x}_{\text{G}} = \sqrt[n]{x_1 x_2 \cdots x_n} \quad (1.2.5)$$

如以对数形式表示,则为

$$\lg \bar{x}_{\text{G}} = \frac{\sum_{i=1}^n \lg x_i}{n} \quad (1.2.6)$$

当一组测量数据取对数后,所得数据的分布曲线对称时,常用几何平均值。几何平均值常小于算术平均值。

(4) 对数平均值。设有两个测量值 x_1 和 x_2 ,其对数平均值 \bar{x}_{L} 的计算公式为

$$\bar{x}_{\text{L}} = \frac{x_1 - x_2}{\ln x_1 - \ln x_2} = \frac{x_1 - x_2}{\ln \frac{x_1}{x_2}} \quad (1.2.7)$$

在热量、质量传递过程和化学反应中,当测量数据的分布曲线具有对数特性时,常采用对数平均值。对数平均值总小于算术平均值。若 $1 < x_1/x_2 < 2$,可用算术平均值代替对数平均

值,其误差不超过 4.4%。

(二) 有效数字

(1) 实验数据(包括计算结果)的准确度取决于有效数字的位数,而有效数字的位数是与测量仪器与仪表的精度、测量精度、计算精度密切相关的。例如,使用量程为 0~25 MPa 的压力表测量某体系的压力为 10.5 MPa。该压力表的最小刻度间距为 1 MPa。由于仪表指示正好在 10 和 11 之间,读取值为 10.5 MPa,尾数 0.5 是估计的。数据的记录、整理和处理都要求与仪表的读取值的精度相当,有效数字只能取到小数点后一位为止。通过有效数字可以了解所用测量仪器与仪表、测量方法和计算结果可以达到的精度。如果仪表指示正好在 10,为了正确表示仪表测量精度,应该记作 10.0 MPa。由于压力表最小刻度间距为 1 MPa,则计算最大绝对误差只能精确到零点几兆帕,再高是没有意义的。

(2) 非零数字前面的 0,不属于有效数字,而是数字因单位变化造成的结果。在单位变化时,数值发生变化,但有效数字位数保持不变。例如,因使用的单位不同,1.5 mm 可表示为 0.001 5 m,它们都是两位有效数字。

(3) 常见数字后面的 0,有时是有效数字,有时则可能只是单位改变造成的。例如,1 500 是不是四位有效数字并不明确,它有可能表示测量或计算形成了四位有效数字,也可能类似 1.5 mm 表示为 1 500 μm 时的情况,仍然只是两位有效数字。因此,为了明确数字的有效位数,数字应该表示成大于或等于 1 且小于 10 的数字与 10 的幂的乘积的形式。这种方法称为科学计数法。幂的乘积前的数字是一个非零数字,它表示有效数字位数,然后通过 10 的幂的乘积表示出使用不同单位造成的数值大小的变化。例如,1.5 $\times 10^4$ 是两位有效数字,1.50 $\times 10^4$ 是三位有效数字,1.500 $\times 10^4$ 是四位有效数字;而 1.5 mm = 1.5 $\times 10^3 \mu\text{m}$,1.5 mm = 1.5 $\times 10^{-3}$ m。始终都只是两位有效数字。

(4) 实验数据计算中有效数字取几位? 我们介绍几条应遵循的规则。

① 加减法:运算过程中,以小数点后位数最少的为准,其余的数据可以经过四舍五入后比该数据多保留一位小数,而计算结果保留的小数位数则应与小数点后位数最少的数据相同。例如:15.567 + 0.045 6 + 1.22,可化成 15.567 + 0.046 + 1.22,运算后为 16.833,结果应取 16.83。

② 乘除法:运算过程中,以有效数字位数最少的为准,其余的数据可以经过四舍五入后比该数据多保留一位有效数字,所得积或商的有效数字应与有效数字位数最少的数据相同。例如:14.567 $\times 0.034 5 \times 1.5$,可化成 14.6 $\times 0.034 5 \times 1.5$,运算后为 0.755 55,结果应取 0.76。

③ 乘方、开方运算:乘方、开方后有效数字位数与其底数相同。

④ 对数运算:在对数运算中,对数的首数(整数部分)不是有效数字,其尾数(小数部分)的有效数字位数与相应的真数相同。例如有三份溶液,其氢离子浓度($[\text{H}^+]$)分别为 0.020 00, 0.020 和 0.02 mol $\cdot \text{L}^{-1}$,它们的对数值($\lg[\text{H}^+]$)应分别为 $\bar{2}.3010$, $\bar{2}.30$ 和 $\bar{2}.3$,因而它们的 pH 应分别取 1.699 0, 1.70 和 1.7。这些 pH ($-\lg[\text{H}^+]$)的有效数字分别为 4 位、2 位和 1 位,整数“1”不是有效数字。

(5) 对有效数字中多余数字如何取舍? 采用通常的“四舍五入”法,有其弊端,即遇五进位往往导致数据取值偏高,引入了 5 本身的误差。为克服这种弊端,我国科学技术委员会正式颁

布的《数字修约规则》中指出,当有效数字的位数确定之后,其数字修约规则之一就是:四舍六入五单双,即有效数字后面第一位数字为5,而5之后的数不全为0,则在5的前一位数字上增加1;若5之后的数字全为0,而5的前一位数字又是奇数,则在5的前一位数字上增加1;若5之后的数字全为0,而5的前一位数字又是偶数,则舍去不计。例如,将下列数字修约为四位有效数字:

$$16.0341 \rightarrow 16.03$$

$$16.0361 \rightarrow 16.04$$

$$16.0251 \rightarrow 16.03$$

$$16.0350 \rightarrow 16.04$$

$$16.0250 \rightarrow 16.02$$

二、实验数据整理

所谓实验数据整理,就是把所获得的一系列实验数据用最合适的方式表达出来。在化学工程实验中,有如下三种表达方式。

(一) 实验数据整理成表格

该方法整理数据的第一步,为标绘曲线图或整理成数学公式打下基础。该方法简明清晰,它可以直接给出人们实验中各个项目的众多的具体数值,有利于他人从表格中直接查取有关数据(如不能直接从表格中查取,可采用插值法)。

1. 实验数据表格的分类

实验数据表格一般分为两大类:原始数据记录表格和整理计算数据表格。

原始数据记录表格必须在实验前设计好,以便清楚地记录所有待测数据。整理计算数据表格应简明扼要,只表达主要物理量(因变量)的计算结果,有时还可以列出实验结果的最终表达式。

2. 设计实验数据表格应注意的事项

(1) 表头列出物理量的名称、符号和计量单位。符号和计量单位之间用斜线“/”隔开(斜线不能重复使用)或用括号表示。计量单位不宜混在数字中,以免造成分辨不清。

(2) 注意有效数字位数,记录的数字位数应与测量仪器、仪表的精度相匹配,不可过多或过少。

(3) 物理量的数值较大或较小时,要用科学记数法来表示。以“物理量的符号 $\times 10^{\pm n}$ (计量单位)”的形式,将 $10^{\pm n}$ 记入表头。

注意 表头中的 $10^{\pm n}$ 与表中的数据应服从下式:

$$\text{物理量的实际值} \times 10^{\pm n} = \text{表中数据}$$

(4) 为便于引用,每一个数据表都应在表的上方写明标号和表题(表名)。表格应按出现的顺序编号。表格应在正文中有所交代,同一个表格尽量不跨页,必须跨页时,在此页表上须注“续表”。

(5) 数据表格要正规,数据书写清楚整齐。修改时宜用单线将错误的划掉,将正确的写在

下面。各种实验条件及做记录者的姓名可作为“表注”，写在表的下方。

(二) 实验数据整理成图形

实验数据整理成图形的优点是直观清晰,便于比较,容易看出数据中的极值点、转折点、周期性、变化率以及其他特性。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运算,因此得到了广泛应用。

图示法第一步必须是按列表法的要求列出因变量 y 与自变量 x 相对应的 y_i 与 x_i 数据表。

图示法作图必须依据一定的法则,只有遵守这些法则,才能得到与实验点位置偏差最小且光滑的曲线图形。

1. 坐标纸的选择

化学工程实验中常用的坐标系为直角坐标系,包括笛卡儿坐标系(又称直角坐标系)、半对数坐标系(一个轴是分度均匀的普通坐标轴,另一个轴是分度不均匀的对数坐标轴)和对数坐标系(两个轴都是对数坐标轴)。

下列情形建议选用半对数坐标:

- (1) 变量之一在所研究的范围内发生了几个数量级的变化。
- (2) 在自变量由零开始逐渐增大的初始阶段,当自变量的少许变化引起因变量极大变化时,采用半对数坐标纸,曲线最大变化范围可伸长,使图像轮廓清楚。
- (3) 需要将某种函数变换为直线函数关系,如指数函数 $y = ae^{bx}$ 。

下列情形建议选用对数坐标:

- (1) 所研究的函数 y 和自变量 x 在数值上均变化了几个数量级。例如:

$$y = 2, 14, 40, 60, 80, 100, 177, 181, 188, 200$$

$$x = 10, 20, 40, 60, 80, 100, 1\ 000, 2\ 000, 3\ 000, 4\ 000$$

- (2) 需要将曲线开始部分划分成展开的形式。
- (3) 需要变换某种非线性关系为线性关系时,例如,函数 $y = ax^b$ 。

2. 坐标分度的确定

坐标分度是指每条坐标轴所能代表的物理量的大小,即坐标轴的比例尺。如果选择不当,那么根据同组实验数据作出的图形就会失真,从而导致结论错误。坐标分度的选择,要反映出实验数据的有效数字位数,即与被标数值精度一致,并要求方便易读。坐标分度值不一定从零开始,使图形占满全幅坐标纸较为合适。

3. 其他必须注意的事项

- (1) 图线光滑。图线要尽可能通过较多的实验点,或者使曲线以外的点尽可能位于曲线附近,并使曲线两侧的点大致相等。
- (2) 定量绘制的坐标图,其坐标轴上必须标明该坐标所代表的物理量名称、符号及所用计量单位。如离心泵特性曲线的横轴须标明:流量 q_v ($\text{m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$)。
- (3) 图必须有图名(包括图号和图题),以便于引用。必要时还应有图注。
- (4) 不同线上的数据点可用 \triangle 、 \circ 等不同符号表示,且必须在图上说明。

(三) 实验数据整理成经验公式

在化学工程实验中,除了用表格和图形描述变量之间的关系外,还常常把实验数据整理成

数学方程式,即所谓建立数学模型。该方式便于进行微分、积分等数学运算和在计算机上求解,并且在一定的范围内可以较好地预测实验结果。因此这种整理实验数据的方式通常广为人们采用。

1. 经验公式的选择

在化学工程实验中,由于很难用纯数学、物理方法直接推导出数学模型,因此采用半理论方法、纯经验方法和实验曲线图解法来确定相应的经验公式。

(1) 半理论方法。由量纲分析法求出准数关系式,再由实验确定其常数值。例如,动量、热量和质量传递过程的准数关系式分别为

$$Eu = A \left(\frac{L}{d} \right)^a Re^b, \quad Nu = B Re^c Pr^d, \quad Sh = C Re^e Sc^f \quad (1.2.8)$$

其中各式中的常数(例如 A, a, b, \dots)可由实验数据通过计算求出。

(2) 纯经验方法。根据长期积累的经验,有时也可决定整理数据时应该采用什么样的数学模型。例如,生物实验中的细菌培养,设原来细菌数量为 a ,繁殖率为 b ,则细菌总量 y 与时间 t 满足指数关系,即 $y = ae^{bt}$ 。

(3) 实验曲线图解法。将实验数据先标绘在普通坐标纸上,得一直线或曲线。

如果是直线,则根据初等数学可知: $y = a + bx$,其中 a, b 值可由直线的截距和斜率求得。

如果不是直线,可将实验曲线和典型的函数曲线相对照,选择与实验曲线相似的典型曲线函数,然后用直线化方法(即将曲线函数转化成线性函数),并对所选函数与实验数据的符合程度加以检验。如为直线,则可确定其常数值;如偏离直线,则重新直线化。如此反复,直到符合直线关系为止。

2. 常见函数的典型图形及直线化方法

例如:幂函数

$$y = ax^b$$

两边取对数得

$$\lg y = \lg a + b \lg x$$

令

$$X = \lg x, \quad Y = \lg y$$

则得直线化方程

$$Y = \lg a + bX$$

三、实验数据处理

(一) 图解法求经验公式中的常数

经验公式选定后,需要按照实验数据决定公式中的常数。这里简要介绍用图解法求经验公式中的常数。

1. 幂函数的线性图解

当研究的变量间满足幂函数($y = ax^b$)关系时,将实验数据(x_i, y_i)标绘在对数坐标上,其

图形是一直线。

(1) 常数 b 的确定方法。① 先读数后计算。在标绘所得的直线上,取相距较远的两点,读取两对 (x, y) 值,然后按式(1.2.9)计算直线斜率 b ,即

$$b = \frac{\lg y_2 - \lg y_1}{\lg x_2 - \lg x_1} \quad (1.2.9)$$

② 先测量后计算。在两坐标轴比例尺相同的情况下,可用直尺量出直线上 A_1 和 A_2 两点之间的水平及垂直距离,然后按式(1.2.10)计算。

$$b = \frac{A_1 \text{ 和 } A_2 \text{ 两点间垂直距离的实测值 } L_y}{A_1 \text{ 和 } A_2 \text{ 两点间水平距离的实测值 } L_x} \quad (1.2.10)$$

(2) 常数 a 的确定方法。在对数坐标系中坐标原点为 $x=1, y=1$ 。在 $y=ax^b$ 中,当 $x=1$ 时 $y=a$,因此常数 a 的值可由直线与过坐标原点的 y 轴交点的纵坐标来定出。如果 x 和 y 的值与 1 相差甚远,图中找不到坐标原点,则由直线上任一已知点 A_i 的坐标 (x_i, y_i) 和已求出的斜率 b ,按式 $a = \frac{y_i}{x_i^b}$ 计算 a 值。

2. 指数或对数函数的线性图解

当所研究的函数关系为指数函数 ($y = ae^{kx}$) 或对数函数 ($y = a + b \lg x$) 时,将实验数据 (x_i, y_i) 标绘在半对数坐标纸上的图形是一直线。

(1) 常数 k 或 b 的求法。在直线上任取相距较远的两点,根据两点的坐标 $(x_1, y_1), (x_2, y_2)$ 来求直线的斜率。

对 $y = ae^{kx}$, 纵轴 y 为对数坐标

$$b = \frac{\lg y_2 - \lg y_1}{x_2 - x_1} \quad (1.2.11)$$

$$k = \frac{b}{\lg e} \quad (1.2.12)$$

对 $y = a + b \lg x$, 横轴 x 为对数坐标

$$b = \frac{y_2 - y_1}{\lg x_2 - \lg x_1} \quad (1.2.13)$$

(2) 常数 a 的求法。可用直线上任一点处的坐标 (x_i, y_i) 和已经求出的系数 k 或 b ,代入函数关系式后求解。即:

$$\text{由 } y_i = ae^{kx_i}, \text{ 可得 } a = \frac{y_i}{e^{kx_i}};$$

$$\text{由 } y_i = a + b \lg x_i, \text{ 可得 } a = y_i - b \lg x_i。$$

(二) 实验数据的回归分析法

有的因变量与自变量之间并不存在确定的函数关系,但是从大量的统计数据看,它们可能存在某种规律,即存在某种相关关系。从相关变量中找出合适的数学方程式的过程称为回归,得到的数学方程式称为回归方程式或回归模型。回归也称为“拟合”,它是从大量的实验数据中,寻找隐藏在内部的统计性规律的方法。回归分析法与计算机技术相结合,已成为确定经验公式有效的手段之一。这里简要介绍一元线性回归、多元线性回归和非线性回归。

1. 一元线性回归

画出 n 个数据点 $(x_1, y_1), (x_2, y_2), \dots, (x_n, y_n)$ 的散点图, 如果数据 x 与 y 之间大致呈线性关系, 则可以建立因变量 y 与自变量 x 之间的一元线性回归方程

$$\hat{y} = a + bx \quad (1.2.14)$$

式中: \hat{y} —由回归值计算的值;

a, b —回归系数, 可由最小二乘法求解。

2. 多元线性回归

在实际问题中, 自变量往往不止一个, 而因变量只有一个。这类问题就是多元回归问题, 其中最简单的是多元线性回归。如果因变量 y 和 m 个自变量 x_1, x_2, \dots, x_m 之间存在线性相关关系, 则可建立如式(1.2.15)所示的一次回归方程式

$$\hat{y} = b_0 + b_1 x_1 + b_2 x_2 + \dots + b_m x_m \quad (1.2.15)$$

设有 n 组实验测量值, 则

$$(x_{1i}, x_{2i}, \dots, x_{mi}, y_i), \quad i = 1, 2, 3, \dots, n \quad (1.2.16)$$

同样用最小二乘法进行处理, 得到线性方程组。通过对线性方程组的求解, 可得到线性回归系数 $(b_0, b_1, b_2, \dots, b_m)$, 从而得到回归方程式。

3. 非线性回归

在化学工程实验中, 许多实验数据的因变量和自变量之间存在着复杂的非线性关系, 这就需要进行非线性回归得到非线性的回归方程式。非线性函数分为两种: 一种是可以转化为线性函数的, 另一种是不可以转化为线性函数的。非线性函数转化为线性函数后, 就可以按线性回归的方法进行拟合。例如:

指数函数

$$y = ce^{bx} \quad (1.2.17)$$

两边取自然对数, 得

$$\ln y = \ln c + bx \quad (1.2.18)$$

令 $Y = \ln y, c' = \ln c$, 则式(1.2.18)变为

$$Y = c' + bx \quad (1.2.19)$$

指数函数转化为线性函数后, 可以按线性回归方法拟合。

四、计算机数据处理简介

1. 使用 Excel 软件处理数据

电子表格 Excel 具有强大的绘制表格功能和数据计算功能, 能进行方程求解、线性回归和非线性回归, 并且具有绘制图表和简单数据库的功能。电子表格 Excel 简单易学, 不需要学习计算机语言和编程, 对于化学工程实验中复杂的数据计算, 电子表格显示了明显的优势, 化学工程实验中的大部分实验数据都可以使用 Excel 软件进行处理。

2. 使用 Origin 软件绘制曲线及拟合

Origin 是在 Windows 平台下用于数学分析和工程绘图的软件, 功能强大, 应用很广。它最基本的功能是曲线拟合, 是化学工程实验进行数据处理的有力工具。

第二章 化学工程基础实验

引 言

本章就实验内容而言为“三传一反”的化工实验内容,即动量传递、热量传递、质量传递和化学反应工程,共 14 个实验。这些实验涉及化学工程基础的各个方面,既有单元操作方面实验,又有反应工程方面实验;既有验证型实验,又有设计型和研究型实验;既有基础性实验,又有综合性实验。由于实验较多,又具有系统性,故可供各专业学生根据课程设置进行选择。

本章就实验类型而言分为基础实验和综合实验。基础实验可以在传统的授课模式下进行。实验时间比较短、实验步骤比较单一,如能量转换(伯努利方程)演示实验、离心泵计算机数据采集和过程控制实验、二氧化碳吸收与解吸实验、传热综合实验等;综合化工实验一般由若干步骤组成,实验时间较长。例如,反应精馏法制乙酸乙酯,该实验使化学反应与分离操作同时进行,能显著提高转化率,降低消耗。实验以乙酸和乙醇为原料,在酸催化下生成乙酸乙酯的可逆反应。该反应中乙醇、水、乙酸乙酯三个组分可形成二元共沸物,水-酯、水-醇共沸物沸点较低,醇和酯不断地从塔顶排出,从而使转化率提高。若控制反应原料比例,可使组分转化完全。再如内循环反应器测定合成氨动力学参数实验,该实验采用内循环全混流反应器,在保证温度和浓度无梯度条件下,测定常压下氨合成的反应速度常数和表观活化能。通过实验可以初步掌握一种连续流动体系气-固催化动力学的实验研究方法,进而对连续流动实验反应器的基本原理、性能及其特点,以及气-固催化动力学的基本原理加深理解。综合实验可以培养学生处理复杂问题的能力,增强学生的创新意识。

本章的实验项目有近一半的实验,包括板式塔连续精馏实验、离心泵计算机数据采集和过程控制实验、二氧化碳吸收与解吸实验、传热综合实验、连续搅拌釜式反应器液体停留时间分布实验等,采用了计算机自动采集数据、自动数据处理技术,使学生了解计算机技术在现代化工中的应用。

一、化学工程基础实验教学目的

理科院校化学和应用化学等专业人才培养规格是不同于工科的,理科院校不是要把学生培养成工程技术人员,而是科研、开发、教学人员,是为了使他们能与工程技术人员搞好“接力”或是互相“渗透”,使他们的科研成果能尽快地转化为现实生产力。因此理科化学工程基础实验教学有别于工科。我们认为理科化学工程基础实验教学要达到如下目的: