

普通高等教育“十一五”国家级规划教材
配套实验教材

化学工程基础实验

第2版

李德华 主 编
吴正舜 副主编

HUAXUE
GONGCHENG
JICHU SHIYAN

非外借



化学工业出版社

普通高等教育“十一五”国家级规划教材

配套实验教材

化学工程基础实验

第2版

- 李德华 主 编
- 吴正舜 副主编



化学工业出版社

· 北京 ·

《化学工程基础实验》(第2版)在保持第一版体系结构不变的情况下,为适应相关高校化工原理实验采用多种型制实验装置的需要,对有关化工基础实验与综合实验部分的内容作了全面修订。全书保留了化学工程基础实验的基本知识(实验误差的估算与分析、实验数据处理方法、常用数值计算方法、实验设计方法计算机数据处理软件 Excel 的基本功能和科技绘图、origin 科技绘图与数据分析等),化工基础实验参数测量技术,计算机仿真实验(7个)等内容;修改了化工基础实验(包括8个基础实验和8个综合实验),借以突出工程实验的特点,强调工程观念的培养,注重化工实验的共性问题。实验内容涉及化工单元操作中的流体的流动与输送、传热、吸收、精馏、萃取、干燥、超临界流体萃取,以及有关化学反应工程基本原理中物料粒子在反应器中的停留时间分布的测定(脉冲示踪法、阶跃示踪法)等。

《化学工程基础实验》(第2版)可作为高等院校化学、应用化学、环境工程、生物工程、制药工程以及食品工程等专业学生的化学工程基础实验或化工原理实验课程教材,也可供有关部门的专业技术人员参考使用。

化学工程基础实验

图书在版编目(CIP)数据

化学工程基础实验/李德华主编.—2版.—北京:化学工业出版社,2019.7
普通高等教育“十一五”国家级规划教材配套实验教材
ISBN 978-7-122-34120-4

I. ①化… II. ①李… III. ①化学工程-化学实验-高等学校-教材 IV. ①TQ016

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2019)第 051115 号

责任编辑:刘俊之
责任校对:宋 玮

装帧设计:韩 飞

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:三河市延风印装有限公司

装 订:三河市宇新装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张11 $\frac{3}{4}$ 字数303千字 2019年6月北京第2版第1次印刷

购书咨询:010-64518888

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

《化学工程基础实验》(第2版)是根据教育部化学类专业教学指导委员会制定的、普通高等学校本科化学和应用化学专业化学工程基础教学的基本要求,并参考全国高校化工原理课程教学指导委员会提出的实验教学基本要求,结合以培养学生在实验研究过程中所必需的能力和素质为目的,以强化创新能力为重点的思想,在保留《化学工程基础实验》第一版中化学工程基础实验的基本知识、化工基础实验参数测量技术以及参考由北京东方仿真软件技术有限公司仿真实验等内容的基础上,结合目前国内相关理工院校较多采用的实验装置,如:天津大学化工学院化工基础实验中心,以及莱帕克(北京)科技有限公司开发的配套化工实验装置,且经过多年、众多教师参与教学探索实践而编写的。

编者借《化学工程基础实验》(第2版),使学生在理论学习的基础上,通过化工实验从实践上掌握单元操作的过程与设备原理,进而完成相应设计型和操作型过程与设备计算,以提高学生分析问题和解决实际问题的能力。

《化学工程基础实验》(第2版)从仿真实验、常规验证性实验(基础实验)、综合实验三个方面筛选化工原理实验,包括:流体的流动与输送、传热、吸收、精馏、萃取、固体流态化、干燥、超临界流体萃取,以及化学反应过程——化学反应器基本原理中的脉冲示踪法和阶跃示踪法测定基本反应器中物料粒子的停留时间分布等。内容实用,可操作性强。

《化学工程基础实验》(第2版)既可以和李德华编著、化学工业出版社出版的普通高等教育“十一五”国家级规划教材《化学工程基础》(第三版)配套使用,又可以供单独设置化学工程基础实验或化工原理实验课程之用。

本书由吴正舜编写第4章化学工程实验中的综合实验部分,李德华编写全书其余部分,并负责修订、统稿。

化工实验装置是学生进行化工实验的物质基础,同时,也可以体现一个实验室的综合水平。实验指导教师对实验装置性能、实验操作技能,及其与理论知识的融会贯通与传授,使学生在实验过程中愉悦地掌握所学知识,并获得一定的成就感,这些都离不开教师们的辛勤探索和付出。

近年来,参与修订本书承担所涉及相关化学工程实验、实训的指导教师有:华中师范大学化学学院艾智慧、朱先军、陈义锋、伍强贤、曹郁、邓红涛、肖旺、吴正舜、李德华等;武汉工商学院环境与生物工程学院柯斌清、周锦兰、廖庆玲、刘勇、刘瑶等。对他们为本书编写修订工作的支持和提出的宝贵建议,谨表诚挚谢意。对书中所引用文献资料的作者和单位,表示衷心感谢。

书中不妥之处,敬请批评指正。

李德华
2019年2月

第一版前言

在理科化学和应用化学专业的工程技术教育中, 化学工程基础实验作为化学化工类创新人才培养过程中重要的实践环节, 起着十分重要的作用。化学工程基础实验与化学工程基础课堂教学、化学工业实习等教学环节相互衔接、彼此照应, 构成了一个有机整体。隶属工程实验范畴的化学工程基础实验因其具有较强的直观性、实践性、综合性和创新性, 因此, 既用来验证各化工单元的操作过程的机理、规律, 帮助学生巩固和强化在化学工程基础课程中所学基本理论, 又可用以培养学生一丝不苟、严谨的工作作风和实事求是的工作态度。

本书根据教育部所属化学类专业教学指导委员会制定的普通高等学校本科化学和应用化学专业化学工程基础教学的基本要求编写, 以培养学生在实验研究过程中所必需的能力和素质为目的, 以强化创新能力为重点, 在我校自编并经多年实践的《化学工程基础实验》讲义的基础上, 对其中的实验进行了相应的组合与改革, 充实了部分实验内容, 并将化学工程基础实验与计算机仿真、模拟及处理结合起来, 突出“三传一反”中的最基本的单元操作实验, 如: 流体的流动与输送、传热、吸收、精馏、干燥、固体流态化、超临界流体萃取, 以及化学反应器基本原理中的脉冲示踪法和阶跃示踪法、测定基本反应器的停留时间分布等。特别是基本反应器停留时间分布测定的实验内容, 包括实验装置的设计、制作等, 是我校从20世纪80年代初开始, 经过多年的探索和研究完成的。因其结构简单、组装方便、价格低廉、实验直观, 深受兄弟院校好评。此外, 其他实验采用了不同厂家生产的实验设备, 特别是有些装置由计算机联机控制, 方便学生能够在遵循相同的实验原理的基础上, 明了实验装置的设计理念, 开拓思路, 同时, 也可以比较好地解决实验教材的通用性。

本书既可以和李德华编著、化学工业出版社出版的普通高等教育“十一五”国家级规划教材《化学工程基础》(第二版) 以及其他版本的《化学工程基础》教材配套使用, 又可以供单独设置化学工程基础实验课程之用。

参加本书编写的有李德华(第1章, 第2章, 第3章, 第4章基础实验部分、综合实验部分的实验四和实验六以及附录等), 吴正舜(第4章综合实验部分的实验二、实验三和实验五), 陈义锋(第4章综合实验部分的实验一)。全书由李德华负责统稿、修订。

本书得到了华中师范大学教务处和化学学院领导的支持, 在此表示诚挚的谢意。对书中所引用文献资料的作者和单位, 谨表衷心感谢。

由于时间仓促, 书中不妥之处在所难免, 恳请广大读者批评指正。

李德华

2008年4月

目 录

绪论	1
0.1 化学工程基础实验课的教学目的	1
0.2 化学工程基础实验课的教学要求	1
0.3 化学工程基础实验预习报告和实验报告的基本内容	2
0.4 化学工程基础实验室的安全防护知识	2
第1章 化学工程实验基础知识	7
1.1 实验误差和有效数字	7
1.1.1 误差的基本概念	7
1.1.2 有效数字	9
1.2 实验数据的采集	10
1.2.1 测量仪器的主要性能指标	10
1.2.2 实验数据的人工采集	10
1.2.3 实验数据的计算机自动采集与控制	11
1.2.4 采集和控制示例	12
1.2.5 智能仪表结构、工作方式及其主要优点	13
1.3 实验数据处理方法	14
1.3.1 列表法	14
1.3.2 图示法	15
1.3.3 数学方程表示法	17
1.3.4 数据处理程序	20
1.3.5 异常值及其剔除	20
1.3.6 实验数据的回归分析与曲线拟合	22
1.4 常用计算方法	30
1.4.1 数值计算的基本特点	30
1.4.2 方程求根	31
1.4.3 插值	40
1.4.4 数值积分	43
1.5 实验设计方法	46
1.5.1 正交设计法	46
1.5.2 均匀设计法	51
1.6 计算机数据处理软件简介	53
1.6.1 Microsoft Excel 软件的功能	53
1.6.2 Microcal Origin 软件的功能及应用	55

第2章 化学工程基础实验参数测量技术	61
2.1 流体温度的测量	61
2.1.1 热膨胀式温度计	62
2.1.2 压力式温度计	64
2.1.3 热电阻温度计	64
2.1.4 热电偶	65
2.2 压力的测量	68
2.2.1 气压计的构造与操作	69
2.2.2 流体压力测量仪表的类型	70
2.3 流量的测量	73
2.3.1 差压式流量计	73
2.3.2 转子流量计	76
2.3.3 涡轮流量计	77
2.3.4 湿式流量计	78
2.3.5 皂膜流量计	78
第3章 计算机仿真实验	79
实验一 管内流体流动阻力仿真实验	80
实验二 离心泵性能仿真实验	81
实验三 管内强制对流传热过程仿真实验	82
实验四 填料塔吸收过程仿真实验	83
实验五 筛板精馏塔过程仿真实验	84
实验六 转盘萃取塔仿真实验	86
实验七 洞道式干燥过程仿真实验	87
第4章 化学工程实验	89
4.1 基础实验	89
实验八 流体流动阻力的测定	89
实验九 流量计性能测定	93
实验十 气-汽对流传热实验	98
实验十一 填料塔吸收实验	103
实验十二 板式塔精馏实验	109
实验十三 固体流态化实验	114
实验十四 流化床干燥操作	118
实验十五 洞道干燥速率的测定	124
4.2 综合实验	130
实验十六 流体流动过程综合实验	130
实验十七 离心泵性能的测定	133
实验十八 双套管传热实验	137
实验十九 吸收与解吸实验	141
实验二十 筛板精馏实验	147

实验二十一	管式反应器停留时间分布与流动特性的测定	153
实验二十二	多釜串联反应器停留时间分布与流动特性的测定	159
实验二十三	超临界流体萃取实验	162
附录		166
附录一	常用正交设计表	166
附录二	常用均匀设计表	168
附录三	铜-康铜热电偶分度表	171
附录四	我国高压气体钢瓶标记	171
附录五	水的蒸气压	171
附录六	水在不同温度下的密度和黏度	172
附录七	干空气的物理性质	173
附录八	乙醇、正丙醇有关计算参数	173
	(1) 乙醇、正丙醇气化热和定压比热容	173
	(2) 乙醇-正丙醇折射率与液相组成之间的关系	174
附录九	部分液体的折射率 (25℃)	174
附录十	阿贝折光仪	175
附录十一	DDS-11A 型电导率仪	177
参考文献		180

绪 论

《化学工程基础》是紧密联系化工生产实际、实践性很强的一门工程技术基础课程。《化学工程基础实验》则是学习、掌握和运用这门课程必不可少的重要环节，它与理论教学、课程设计等教学环节构成了一个有机整体。通过实验，可以增加学生的感性知识；掌握一些常用物理量的测定方法；深化理论知识，使理论与实际结合起来；培养学生具有一定的设计试验方案的能力，对实验采集的原始数据进行分析与处理，从而得到实验结果，并运用文字表达完成技术报告的能力等，为学生今后从事科学研究与开发工作打下良好的基础。

化学工程基础实验与一般化学实验不同之处在于其具有明显的工程特点，有些实验具有工程或中间实验的规模，所得结论对于化工单元操作设备的设计具有重要的指导意义。

0.1 化学工程基础实验课的教学目的

化工基础实验是化学工程基础课程的重要组成部分，是理论联系实际的重要环节。其教学目的的主要如下。

① 巩固并验证学生所学的有关单元操作和反应工程的基本理论，培养学生从事应用和开发研究的能力，即：对实验现象的敏锐观察能力；运用各种实验手段正确采集、科学分析和归纳实验数据并实事求是地得出合理结论的能力；对所研究的问题具有旺盛的探索精神和创造能力。

② 通过化工基础实验的基本技能训练，使学生熟悉典型化工单元操作工艺流程和设备，以及化工常用仪器、仪表的使用方法和测控技术（包括操作变量 T 、 p 、 q_V 等，设备特性参数包括阻力系数、传热系数、传质系数、研究特性曲线的测试等），以提高学生从事实验研究的能力。

③ 培养学生运用所学的基础理论知识分析和解决有关化工实际问题的能力，并完整地撰写实验报告。

0.2 化学工程基础实验课的教学要求

由于化学工程基础实验设备较大，又涉及流体的流动与输送、传热与传质等，实验装置的控制点（如 T 、 p 、 q_V 等）较多，操作比较复杂。因此，为了使每个实验都能达到预期的教学目的，使实验数据处理结果能够揭示过程的基本规律，要求学生必须以严谨的科学态度和实事求是的学风、独立钻研与分工协作相结合的精神进行实验。具体要求如下。

① 根据实验安排，认真阅读实验教材和化工基础的相关内容，弄清实验的目的、原理和要求，写出实验的预习报告。实验预习报告须经指导教师检查认可后，学生才能进行实验。

② 对照实验装置和流程，熟悉实验操作步骤、设备构造、仪表使用方法和实验中有关注意事项。

③ 根据实验操作条件，进一步确定待测参数的实验点数目及其间距大小，做到严格准确。

④ 做好实验的组织工作,使之既有分工又有协作,既能保证实验质量,又能使每个学生得到全面训练;小组共同完成的实验,注重培养团队协作精神。

⑤ 在实验过程中,应保持设备的正常启动和运转。实验数据尽可能在条件正常、过程稳定时读取,不仅要记录数值,而且还须注明其单位,保证实验数据的正确和可靠。若发现不正常情况,应立即报告指导教师。

⑥ 实验数据采集完毕,应交指导教师检查记录结果,经教师同意后方可停止实验。

⑦ 实验结束后,应检查水、电、气,将设备恢复原状,清理现场,并征得指导教师同意后才能离开实验室。

⑧ 认真计算和处理实验数据。

⑨ 实验报告是学生完成实验的最终书面总结,实验报告的格式和基本内容与科研论文要求基本相同。因此,实验报告既是对实验工作本身以及实验对象进行评价的主要依据,又是对学生撰写毕业论文、毕业设计和科研论文的一个基本训练,因此,学生必须根据小组分工情况,列出各自的实验点数据处理计算示例,独立完成实验报告。

0.3 化学工程基础实验预习报告和实验报告的基本内容

无论是实验预习报告还是实验报告,都应当做到层次分明、观点正确、文理通顺、字迹清晰、图表规范、内容充实可靠。

实验预习报告的内容包括:①实验名称;②实验目的;③实验原理;④实验装置及流程;⑤实验操作要点,实验数据布点、数目及间隔;⑥设计原始数据记录表格。

实验报告:实验报告是实验工作顺利结束之后,以实验数据的准确性和可靠性为基础,将实验结果整理成一份书面形式的材料。其部分内容与预习报告的①~④项要求相同。值得注意的是,实验报告首页应将同组人员的姓名列出。除了前四项之外,其它内容还有:⑤实验方法和操作步骤。⑥实验数据。实验数据又包括:a.实验数据记录(标明温度、大气压等实验条件);b.实验数据整理。整理时可以选取某一组实验数据为例,列出其详细计算过程。同组人员应分别取不同的数据进行计算,以便于对整组实验数据进行分析。⑦实验结果分析与讨论。根据实验规定的任务,明确书写本次实验的结论。至于是采用图示法还是列表法,可按实际情况而定。对于实验结果,可做出相应的评价,分析误差大小以及引起误差的原因等,对实验中存在的问题做出必要的讨论和建议。

0.4 化学工程基础实验室的安全防护知识

实验室的安全防护是关系培养参与实验的学生的良好实验素质,保证实验得以顺利进行以及学生和国家财产安全的大事。现在,化学工程基础实验室经常会遇到高温、低温、高压(各种高压储气钢瓶)、低气压(各种真空系统)、高电压、高频、高位水槽、带有辐射线的实验装置以及电器设备,还会使用到易燃、有毒和腐蚀性的试剂等,因此,参与实验的人员应当具备一定的安全防护知识,以及一旦发生事故后所应采取的应急措施。

(1) 实验室一般急救规则

① 烧伤急救

a. 对于普通的轻度烧伤,可涂抹清洁的凡士林软膏于患处,并包扎好;略重的烧伤可视烧伤情况立即送医院处理;遇有休克的伤员应立即通知医院前来抢救、处理。

b. 化学烧伤时,应首先清除残存在皮肤上的化学药品,用清水多次冲洗,同时视烧伤

情况立即送医院救治或通知医院前来救治。

c. 眼睛受到任何伤害时，应立即请眼科医生诊断。遇到化学灼伤时，应立即用蒸馏水冲洗眼睛，冲洗时须用细水流，绝不能直射眼球，然后送医院救治。

② 创伤的急救

a. 较小的创伤，可用消毒纱布把伤口清洗干净，并用 3.5% 的碘酒涂在伤口周围，包扎起来。若出血较多时，可用压迫法止血，同时处理好伤口，敷上止血消炎粉，然后予以包扎。

b. 较大的创伤或者动、静脉出血，甚至骨折时，应立即用急救绷带在伤口出血部位的上方扎紧止血，用消毒纱布盖住伤口，立即送医院救治。注意，止血时间较长时，应每隔 1~2h 适当放松一下，以免肢体缺血而坏死。

③ 中毒的急救 对中毒者的急救，主要在于把患者送往医院或医生到达之前，尽快将患者从有毒物质区域中移出，并尽量弄清致毒物质的性质，以便协助医生排除中毒者体内毒物。如遇中毒者呼吸停止、心脏停搏时，应立即施行人工呼吸、心脏按压，直至医生到达或送到医院为止。

④ 触电的急救 当有人触电时，应立即切断电源或设法使触电人脱离电源。患者呼吸停止或心脏停搏时，应立即施行人工呼吸或心脏按压，竭尽全力抢救，尽快送医院救治。

(2) 高压钢瓶的安全防护 高压钢瓶是一种贮存各种压缩气体或液化气体的高压容器。钢瓶容积一般为 40~60L，工作压力多在 15MPa，瓶内压力很高，加之贮存的某些气体又是有毒或易燃、易爆的，故使用高压钢瓶一定要掌握其构造特点和安全知识，以确保安全。

我国曾颁布了气瓶颜色标志 (GB 7144—2016)，规定了各类气瓶的颜色及其色标，表 0-1 所列为实验室常用的各类气瓶的颜色及其标识。

表 0-1 常用的各类气瓶的颜色及其标识

充装气体	化学式(或符号)	体色	字样	字色	色环
空气	Air	黑	空气	白	P=20, 白色单环 P≥30, 白色双环
氦	He	银灰	氦	深绿	
一氧化氮	NO	白	一氧化氮	黑	P=20, 白色单环 P≥30, 白色双环
氮	N ₂	黑	氮	白	
氧	O ₂	浅(酞)蓝	氧	黑	P=20, 大红单环 P≥30, 大红双环
氢	H ₂	浅绿	氢	大红	
二氧化碳	CO ₂	铝白	液化二氧化碳	黑	P=20, 黑色单环
一氧化氮	NO ₂	白	液化二氧化碳	黑	
氨	NH ₃	浅黄	液氨	黑	

注：色环栏内的 P 是气瓶的公称工作压力，单位为兆帕 (MPa)。

为了确保安全，在使用钢瓶时，一定要注意以下几点。

① 储气钢瓶在运输、保存和使用时，应远离热源（明火、暖气、炉子等），并应使钢瓶免遭日光暴晒，尤其在夏天更应注意，以避免气体因受热膨胀，使瓶内压力大于工作压力，导致爆炸。

② 钢瓶即使在温度不高的情况下受到猛烈撞击或不小心将其碰倒跌落，都有可能引起爆炸，因此，运输过程中，要轻搬轻放，避免跌落撞击，使用时要固定牢靠，防止碰倒，更不允许用金属器具敲打钢瓶。

③ 使用钢瓶时，必须采用专用的减压阀和压力表，特别要防止氢和氧两类气体的减压

阀混用而造成事故。

④ 瓶阀是钢瓶的关键部件,必须保护好。开关瓶阀时一定要按规定方向缓慢转动。旋转方向错误或用力过猛会使螺纹受损,导致瓶阀冲脱而出,引起事故。关闭瓶阀时,不漏气即可,不要关得过紧。使用完毕或搬运钢瓶时,关闭瓶阀,并装上保护瓶阀的安全帽。

⑤ 每次使用钢瓶之前都要在瓶阀附近做漏气检查。对于储有易燃、易爆或有毒气体的钢瓶,除了保证严密不漏气外,最好单独放置在远离实验室的隔离间内。例如氢气瓶可采用紫铜管连接后,再引入实验室内,并安装防止回火的装置。

⑥ 一般钢瓶使用到压力为 0.5MPa 时,应停止使用,因为压力过低时,一方面会给充气带来不安全因素,另一方面容易造成空气倒灌。

(3) 实验室用电安全 化工基础实验室中的电器设备较多,而且某些设备的电负荷也较大,因此,在接通电源之前,必须认真检查电器设备和电路是否符合规定要求,必须清楚整套实验装置的启动和停车操作顺序以及紧急停车的方法。实验室应安装空气开关,其作用是当通过开关的电流超过一定值时,其自身会发热(利用双金属片受热弯曲的原理)导致开关里面的脱扣装置脱扣,从而切断电源,保护电路不因过大的电流而烧毁。实验室安全用电非常重要,对电器设备必须采取安全措施,同时,参与实验的操作人员也应当严格遵守以下有关操作规定。

① 进行实验之前必须了解室内总电闸与分电闸的位置,以便出现用电事故能及时切断电源。

② 在对电器设备进行检查和维修时,必须切断电源方可作业。

③ 带金属外壳的电器设备必须接地,并定期检查接点是否良好。

④ 电器设备导线的接头应连接牢固,降低接触电阻。裸露的接头部分必须用绝缘胶布包好,或者套上绝缘套管。

⑤ 所有电器设备应当保持干燥清洁。在其运行时不能用湿布擦拭,更不能有水落于其上。

⑥ 电源或电器设备上的保护熔断丝或保险管,都应按规定电流标准使用,严禁私自加粗保险丝或采用铜或铝丝代替。当保险丝被熔断后,一定要查找原因,消除隐患,然后再换上新的保险丝。

⑦ 电热设备不能直接放在木制实验台上使用,必须采用隔热材料垫架,以免引起火灾。

⑧ 外接电源因故停电时,必须关闭实验使用的所有电闸,并将电压表、电流调节器等调至“零位状态”,以防止因突然供电,电器设备在较大功率下运行,造成电器设备损坏。

⑨ 合电闸时动作要快,要合得牢。若合闸后发现异常声音或气味,应立即拉闸,进行检查。如发现设备上的保险丝或保险管损坏,应立刻检查带电设备上是否有问题,切忌不经检查便在换上保险丝或保险管后就合闸,从而可能导致设备损坏。

⑩ 离开实验室前,必须把本实验室的总电闸拉下。

(4) 汞的安全使用 化学工程基础实验中,压差计中的汞往往是被人们所忽视的毒物。实验中如果操作不慎,压差计中的汞可能被冲洒出来。汞蒸气的最大安全浓度为 $0.1\text{mg}/\text{m}^3$,而 20°C 时汞的饱和蒸气压为 0.0012mmHg ,超过安全浓度 100 倍。所以,使用汞时必须严格遵守安全用汞操作规定。

汞是一种累计性的毒物,一旦进入人体很难被排除,累计多了就会中毒,因此,一方面实验装置中尽量避免采用汞;另一方面操作必须谨慎,开关阀门要缓慢,防止汞从压差计中冲走。此外,实验操作前应检查压差计和仪器连接处是否牢固,及时更换已老化的橡皮管或塑料管。橡皮管或塑料管的连接处一律用金属丝结扎牢,以免在实验时脱落使汞流出。操作

时要小心,不要碰破压差计。一旦汞从压差计中冲洒出来,应尽可能地用吸管将汞珠收集起来,再用金属 Zn 片在汞溅落处多次刮扫,最后用硫黄粉覆盖在有汞溅落的地方,并摩擦之,使汞变为 HgS ,也可用 KMnO_4 溶液使汞氧化。擦过汞的滤纸或布块必须放在有水的陶瓷缸内,统一处理。

(5) 实验室用水安全 化学工程基础实验中,使用循环水系统的场合较多。为了维护大型实验装置的水循环系统的正常运行,应保证循环水箱、循环水泵或高位水槽的严密、完好、畅通。如果发生跑、冒、滴、漏等故障,应及时进行维修。切忌将水渗漏或冲进电器设备。实验室中任何个人不得擅自拆卸、改装供水管道或安装取水龙头。实验完毕,必须及时关好水闸、水龙头和电闸。

(6) 防止火灾发生 实验室使用的许多药品和试剂是易燃的,着火是实验室最易发生的事故之一。一旦起火,应保持沉着镇静。为防止火势蔓延,应立即熄灭所有火源,关闭实验室内的总电源,尽快搬走易燃物品。同时,立即着手灭火。无论使用那种灭火器材,都应当从火焰的四周向中心扑灭,保持 3m 距离,将灭火器的喷出物对准火焰的根部。表 0-2 列出了常用灭火器的种类及其适用范围。

表 0-2 常用灭火器种类及其适用范围

名 称	药液成分	适 用 范 围
泡沫灭火器	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ 和 NaHCO_3	用于一般失火及油类着火。因为泡沫能导电,所以不能用于扑灭电器设备着火。火后现场清理较麻烦
四氯化碳灭火器	液态 CCl_4	用于电器设备及汽油、丙酮等着火。四氯化碳在高温下生成剧毒的光气,不能在狭小和通风不良实验室使用。注意四氯化碳与金属钠接触将发生爆炸
1211 灭火器	CF_2ClBr 液化气体	用于油类、有机溶剂、精密仪器、高压电气设备
二氧化碳灭火器	液态 CO_2	用于电器设备失火及忌水的物质或有机物着火。注意喷出的二氧化碳使温度骤降,手若握在喇叭筒上易被冻伤
干粉灭火器	NaHCO_3 等盐类与适宜的润滑剂和防潮剂	用于油类、电器设备、可燃气体及遇水燃烧等物质着火

① 如果小器皿内着火(如烧杯或烧瓶)可盖上石棉板或瓷片等,使之隔绝空气而灭火,绝不能用嘴吹。

② 当可燃液体燃着时,应立即拿开着火区域内的一切可燃物质,关闭通风器,防止扩大燃烧。若着火面积较小,可用湿抹布、铁片或砂土覆盖,隔绝空气使之熄灭。覆盖时动作要轻,避免碰翻或打破盛有易燃溶剂的玻璃器皿,导致更多的溶剂流出而助长火势。

③ 如果衣服着火,切勿奔跑而应立即在地上打滚,或迅速将着火的衣服脱下浸入水中,或用其他湿物件包住起火部位,使之隔绝空气而灭火。

④ 如果油类着火,要用沙或灭火器灭火,也可以撒上干燥的固体碳酸氢钠粉末扑灭。

⑤ 使用易燃有机溶剂(如乙醚、丙酮、乙醇、苯、甲苯等)时,应特别小心。不要将它们大量放在实验台上,更不要放在靠近火焰处。低沸点的有机溶剂不准在火上直接加热,只能使用水浴,利用回流冷凝管加热或蒸馏。有机溶剂着火时,应用砂土扑灭,绝对不能用水,否则会扩大燃烧面积。

⑥ 如果电器着火,应切断电源,然后再用二氧化碳灭火器或四氯化碳灭火器灭火。四氯化碳的导电性很差,可以用来扑救电器设备着火,亦可用于扑救少量可燃液体着火,使用

时要站在上风。但是,四氯化碳在高温时会生成剧毒光气,不能在狭小和通风不良的实验室里使用。为保护自然环境和人身安全,目前,我国已禁止生产和使用四氯化碳灭火器。

高等学校应该成为全社会环境保护的典范。目前,实验室的环保就是对化学反应后产生的废液、废气和废渣的正确回收和处理。当然,从环境与可持续发展的要求出发,教师的首要任务就是在实验内容的设计过程中遵照原子经济性的规律,尽量选择无公害、无毒或低毒的化学药品做实验。探索提高反应效率的方法和设计可替代、更环保的反应和流程,最终最小化或消除有害物质的形成,保护生态环境。

第 1 章 化学工程实验基础知识

1.1 实验误差和有效数字

1.1.1 误差的基本概念

化学工程基础实验和其他化学课程的实验一样,是通过仪器、仪表对所研究的对象进行直接的或间接的观察、测量,将所得的原始数据经过加工处理,寻找有关变量之间规律的过程。然而,实验中由于仪器、仪表、测量方法、实验人员的观察态度和方法等原因,使得实验观测值和真值之间总是存在一定的差异——误差。

1.1.1.1 真值与平均值

某物理量客观存在的确定值称为真值。当测量次数无限多时,若正、负误差出现的概率相同,那么,测量结果的平均值,可以无限趋近于真值。一次实验中的测量次数总是有限的,对于有限的测量次数,其测量值的平均值只能近似地接近于真值。

化工基础实验中常用的平均值有以下几种。

(1) 算术平均值 设 $x_1, x_2, x_3, \dots, x_i, \dots, x_n$ 代表各次测量值, n 代表测量次数; x_i 代表第 i 次的测量值, 则算术平均值为:

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + \dots + x_n}{n} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad (1-1)$$

(2) 几何平均值 几何平均值是将 n 个测量值连乘, 再开 n 次方求得, 即

$$\bar{x} = \sqrt[n]{x_1 \cdot x_2 \cdot x_3 \cdot \dots \cdot x_n} \quad (1-2)$$

例如, 在精馏操作实验中相对挥发度 α 的求取, 一般可采用塔顶和塔底相对挥发度 α_a 、 α_b 的几何平均值。

$$\alpha = \sqrt{\alpha_a \alpha_b}$$

(3) 对数平均值 当物理量的分布曲线具有对数特性时, 一般采用对数平均值表示量的平均值, 其表达式为:

$$\bar{x} = \frac{x_1 - x_2}{\ln \frac{x_1}{x_2}} \quad (1-3)$$

对于不同的过程, 式中 x_1 、 x_2 有不同的物理意义。如求圆筒壁的对数平均半径时, x_1 、 x_2 分别表示圆筒壁半径 r_1 、 r_2 , 则 \bar{x} 表示为 r_m ; 在表示对数平均温差时, x_1 、 x_2 分别表示 ΔT_1 和 ΔT_2 , 而 \bar{x} 则表示 ΔT_m 。

平均值计算方法的选择, 取决于一组观测值的分布类型。一般情况下, 观测值多属正态分布, 故通常采用算术平均值。

1.1.1.2 误差的分类及表示方法

误差是指实验测量值与真值之差。实验中的误差, 按照其产生的原因和性质, 可以分为

三类, 即系统误差、随机误差和过失误差。

系统误差是由某些固定不变的因素引起的。例如, 在同一条件下进行多次测量时, 其误差的大小和正负均保持恒定不变, 或随测量条件的变化而有一定规律的变化等。引起系统误差的原因有环境因素、测量仪器的因素、测量方法和测量人员习惯等。随机误差是由某些难以控制的因素造成的, 例如, 进行多次测量时, 误差时大时小, 符号时正时负等。减小随机误差的方法是增加测量次数。过失误差主要是由于实验人员的粗心大意, 如记录错误、操作失误等引起, 这种误差与实际结果明显不符, 相差较大, 应该在整理实验数据时剔除。

误差有多种表示方法, 化工实验中常用的误差有绝对误差、相对误差、算术平均误差和标准误差等。

(1) **绝对误差** 在测量集合中某次观测值 x_i 与其真值之差的绝对值称为绝对误差。实际测量中以最佳值——平均值 \bar{x} 代替真值, 则绝对误差 d_i 可表示为:

$$d_i = |x_i - \bar{x}| \quad (1-4)$$

(2) **相对误差** 绝对误差 d_i 与真值 (或最佳值 \bar{x}) 之比称为相对误差 d_{ri} , 常以百分数 (%) 来表示, 即

$$d_{ri} = \frac{d_i}{\bar{x}} \times 100\% \quad (1-5)$$

(3) **算术平均误差** 通常将各项测量的误差的平均值定义为算术平均误差, 即

$$\delta = \frac{\sum_{i=1}^n |x_i - \bar{x}|}{n} = \frac{\sum_{i=1}^n |d_i|}{n} \quad (1-6)$$

(4) **标准误差 σ** 为了衡量观测数据的精密度, 一般采用标准误差 (简称标准差) 表示各项测值 x_i 对最佳值 \bar{x} 的偏离程度, 其表达式为:

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n d_i^2}{n}} \quad (n > 30) \quad (1-7)$$

化工实验中, 由于只做有限次的测定 ($n < 30$), 故标准误差 S 可用下式计算:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n d_i^2}{n-1}} \quad (1-8)$$

标准误差是用以说明在一定条件下, 等精度测量集合所属的每一个观测值对其算术平均值的离散程度。如果标准误差值小, 则该集合中误差较小的观测值就占优势, 各次观测值对其算术平均值的分散度就小, 测量的可靠性就大, 即测量的精度高, 反之精度就低。

1.1.1.3 精确度与准确度

有了误差的概念以后, 可以简要地说明精确度和准确度的问题。

精确度用以表示测量中观测值重现性的程度。精确度的高低取决于随机误差的大小。如果观测值彼此接近, 则测定的精确度高; 相反, 若数据分散, 则精确度就低, 说明随机误差的影响较大。由于平均值反映了观测值的集中趋势, 因此, 各观测值与平均值 (最佳值) 之差, 即绝对误差 d_i 的大小也就体现了精确度的高低。

准确度表示观测值与真值相接近的程度, 即测量的正确性或可靠性。其高低反映了系统误差和随机误差对观测值综合影响的大小, 误差越小, 准确度越高。

在实验过程中，精确度高的实验观测值，其准确度不一定就高，同样，准确度高的观测值其精确度也不一定高。为说明二者的区别，特以靶子的中弹情况予以说明，如图 1-1 所示。

科学实验研究中，考察一个实验方法的好坏，首先应着重考察实验数据的准确度，其次考虑实验数据的精确度。

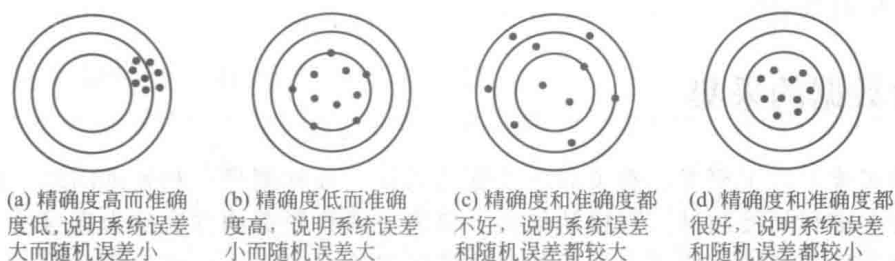


图 1-1 精确度与准确度的关系示意图

1.1.2 有效数字

正确地确定实验数据的有效位数，是研究数据误差的内容之一，因为在数据处理时要求数据的有效数字和误差相匹配。有效数字的位数的多少，是和仪器、仪表、测量以及计算的精度有关的。例如，某 U 形管压差计的标尺的最小刻度是以 mm 为单位，其读数可以读到 0.1mm (估计值)。当测试系统压强时，其读数为 45.6mm (水银计压差示数)，则最后的一位数字 6 即为估计值。如果将之读成 45.64mm，则易使人误解此数据精度较高，而实际上这最后一位数字 4 是没有价值的，因此，数据的读取、记录均不应超越仪器仪表所允许的精度范围。有效数字的读取原则是，仪器、仪表上刻度确定的基准单位以上的位数均为直读可靠数字，两刻度之间的一位估计值，也可视为有效数字，如上述数字 45.6 表示三位有效数字。

不同位数的有效数字在运算时，其结果值究竟应取多少位？一般可按下述规则取舍。

(1) 加减法。此时运算结果的有效数位，应以参加运算的数据中小数位数最少的为基准。运算过程中，其余数据经过适当的舍入处理，使之成为比该基准数据多保留一位小数（这多取的一位数字为安全数字）的数据，加减之后的结果值保留的小数位数则应和选取的基准数相同。例如： $1.23 + 0.0456 + 12.345$ 可将之化为 $1.23 + 0.046 + 12.345 = 13.621$ ，结果取 13.62。

(2) 乘除法。在运算过程中，以有效数位最少者为基准，其余数据经适当舍入处理成比该数多保留一位有效数字，所得的积或商的有效数位应与基准数据的相同。例如： $1.2 \times 0.0345 \times 56.789$ 可化成 $1.2 \times 0.0345 \times 56.8 = 2.35152$ ，结果应取 2.4。

上述所讲适当舍入处理，是指当有效数字位数确定之后，其数字应按照“四舍六入五单双”的数字修约规则进行，即“四舍六入五考虑，五后非零必进一；五后皆零视奇偶：五前为奇应进一，五前为偶则舍去”。

例如：将下列数字修约为四位有效数字： $45.0342 \rightarrow 45.03$ ，此时，欲进位的数字 ≤ 4 时舍去； $45.0578 \rightarrow 45.06$ ，即欲进位的数字 ≥ 6 时则进位。而当遇着 5 时，则考虑如下：有效数字后面第一位数字是 5，而 5 之后的数不全为 0，则在 5 的前一位数字上加 1 (进位)，如 $45.0458 \rightarrow 45.05$ ；若 5 之后的数字全为 0，而 5 的前一位又是奇数，则在 5 的前一位数字上加 1。如 $45.0150 \rightarrow 45.02$ ；若 5 之后全为 0，而 5 的前一位是偶数，则把 5 舍去不计，如 $45.0450 \rightarrow 45.04$ 。

(3) 在所有计算式中，常数 (如 π , e 等) 的有效数字的位数，可以认为是没有限制的，