

第一章 概 述

从化学工业的发展看，各种新产品、新工艺、新技术，在它们实现工业化之前，大多都是从实验室研究开始的。但是，在实验室研究和工业生产之间，由于处理物料量等许多条件相差悬殊，两者的差别很大。实验室研究成果往往不能真实反映工业生产的情况。例如：

(1) 实验室研究一般为间歇操作；而工业生产则多数为包括若干分离步骤在内的连续操作。关于连续化后可能出现的工艺技术问题，以及在整个生产工艺流程中各工艺步骤之间的配合问题，在实验室研究中难以了解；

(2) 实验室研究一般不考虑物料的综合回收利用；而化工生产则多数应考虑未转化物料的返回利用。由于物料返回循环引起的杂质积累对工艺过程和产品质量的影响，在实验室研究中无法了解；

(3) 由实验室研究所获得的产品，往往是经过精密控制工艺条件、采用较纯净的化学试剂，并在严格物料配比的条件下制备的；而工业生产中的原料纯度和工艺条件控制，都很难达到实验室研究的精度水平，因此，实验室研究获得的产品产率、质量和其性能都不足以作为生产样品的标准；

(4) 实验室研究设备的容量很小，较难对大型工业设备中出现的传热、传质，以及物料的流动与混合等工程因素作充分地考察；

(5) 实验室研究常用的设备多采用玻璃仪器，由于玻璃性脆，在其使用功能上往往受到限制，致使试验操作参数（如温度和压力）的变动范围受到限制，因此，在实验研究中确定的操作参数，未必是工业生产的最佳工艺条件；

(6) 在实验室研究中较少涉及设备腐蚀对生产过程和产品质量带来的影响；而工业生产则必须考虑设备材料被腐蚀及防腐蚀问题。

此外，工业生产还必须从技术经济角度考虑原材料的品级及供应渠道，产品质量及市场销售，能源供应及消耗，建设投资和生产成本，以及“三废”治理和环境保护等等。这些都是在实验室研究中很少考虑的一些问题。因此，将实验室研究成果直接用于大规模生产是不合适的。还必须在实验室研究成果的基础上，采用不同形式的研究方法和手段考察实验室条件下未能获得的各种技术经济信息；同时还应论证该研究结果放大成为工业规模的可行性。只有经过科学论证，确认其工艺技术路线在技术上的可靠性，在经济上的合理性，并能提供设计生产装置的准确数据，才有条件去建立生产装置。这种由实验室研究过渡到建立生产装置的全过程，就是化工新产品、新工艺或新技术的开发过程，统称为“化工过程开发”。

化工过程开发包括了立项前的可行性研究，在实验室条件下进行的小试，放大的模型试验和半工业化的中间工厂试验，以及对由研究确定的工艺技术进行技术经济评价，设计生产装置安装、调试、开车等许多步骤，并涉及化学、化学工艺、化学工程、化工机械、测量与控制以及经济分析和系统优化等许多学科知识，因此，只有把整个开发过程看作一个系统，使系统内各个相

互联和相互作用的要素协调配合，才能合理而有效地完成化工过程开发任务。

虽然化工过程开发的步骤很多，所研究的问题与考察的内容又十分广泛，但归纳起来，主要是放大和优化两项工作。如果能够保证这两项工作顺利地进行，则化工过程开发的整个任务就可以较为圆满地完成。

第一节 化工过程开发步骤

化工过程开发是从立项前的可行性研究开始的，途经试验研究形成技术方案，设计和建设生产装置，开车调试，直到投入正常生产等过程。其步骤可大体概括如下：

一、实验室研究

通常化工过程开发的实验室研究有两项内容，即针对开发项目所作的基础研究部分和小试。这里所指的基础研究，不同于相对应用研究而言的那种基础理论研究，而是指开发研究中，在实验室进行的筛选技术路线和工艺方法，测定有关物性数据和反应动力学及热力学参数，筛选分析方法和研制催化剂等等。这些研究工作是化工过程开发的基础。其研究目的与基础理论研究截然不同，它只是根据技术开发的要求，从试验中收集与过程开发有关的基础数据或技术信息，而不是以探索自然现象来寻找自然规律为目的。虽然在化工过程开发的研究中，有时也可能涉及了解和探索自然规律的一些内容，但这不是研究所要求的任务。

小试是在化工过程开发的基础研究成果上进行的，当筛选的技术路线和方法被确定之后，即可在实验室建立小型试验装置进行工艺模拟试验，由于其规模较小，简称为“小试”。小试研究的对象主要是工艺路线，其中很重要的一项工作是优化工艺条件。在工艺条件试验中，可以考察影响过程的因素，从中找出概念设计所需的数据或判据。

小试的规模虽然与工业生产相距甚远，但一般都对已确定的工艺方法和路线作了模拟试验。从试验的指导思想看，已从实现工业化的要求出发，将技术经济观点引入试验考察之中。这种试验所取得的研究成果，对于指导今后的开发研究工作将具有重要作用。

二、收集资料

化工过程开发所需要的资料是十分广泛的。除了过程放大和设计装置所需的数据和判据外，还有围绕工艺过程评价或项目评估所需要的原料、产品、能源、市场、交通、环保以及地理环境条件等多种信息。其中只有少数是通过试验取得的。其他资料则需通过从文献或互联网调查以及由社会调研来收集。

对于从文献或互联网收集的资料一般都要对它的时效性作出预测后方能采用。对于从社会调研收集的资料，除了对时效作必要的预测外；还应考虑不同地域或不同单位提供资料的差别。因此对资料进行校核是提高所收集信息可靠性的有效措施。

为了便于查阅和应用，对于收集的资料都应加以甄别、分类，并按规定要求和规格整理，使之清晰醒目。

三、概念设计

概念设计又称“预设计”，是根据实验室取得的研究成果，并结合收集的各种技术经济信息，对被开发过程的工业化方案提出一个初步设想。其目的是承前启后，既检验实验室研究成果是否符合技术开发的要求，又对以后开发步骤的研究或设计工作提供指导，如：确定模型试验或中试的内容、重点及规模，初步估算开发项目实施后的技术经济指标和可能带来的风险等等。

概念设计的主要内容有工艺技术路线和工艺方法的说明；工艺流程简图；简单的物料衡算和能量衡算 初步确定原材料和能耗指标 主要设备型式 预计的“三废”排放量及毒害程度 初步估算投资和生产成本以及小试存在的问题和对模型试验或中试提出的建议或设计等。

概念设计是在开发初期提出的。由于此时掌握的技术经济信息尚不够充分和准确，还不能依此设计作为建立生产装置的依据，但设计的内容已涉及工业化实施过程中和实施以后的许多技术经济问题，对以后的深入研究和设计都有指导意义。概念设计虽然只是一个设想的工业化方案，但也必须认真对待。在设计时尤其应注意以下问题：

(1) 设计的重点应放在合理安排工艺流程上，注意流程中各工艺步骤间的配合，不要单纯追求化学反应的优化目标，以免给反应前后处理步骤带来困难；

(2) 应尽可能对已由实验室研究确定的技术路线从理论分析和计算中寻找合理的技术依据。即使其依据是来源于文献或经验估算，虽然不很可靠，但作为评价资料，也是有用的；

(3) 尽可能对全工艺流程系统作物料衡算和能量衡算，以便提供估算投资和成本的所需数据。

四、技术经济评价

技术经济评价的目的是对被开发项目的工艺技术方案进行科学论证，以便为该方案的实施作出决策。

从技术开发的全过程看，技术经济评价工作一直贯穿整个开发工作的始终。具体讲，在不同的开发阶段有以下几种评价方式。

1. 初步评价

初步评价一般是在开发项目立项之前，对该项目决定取舍的一次评价，与可行性研究的内容基本相似，又称之为“立项评价”。评价的依据是从调查和试验研究中收集的资料，在多数情况下一般需作一些探索性试验来补充评价的依据。如果评价对该项目的科学性、实用性和可靠性取得了肯定结论，即可立项并着手进行开发性研究。

2. 中间评价

中间评价是在开发过程中，对各研究阶段的成果所作的评价。通常侧重于技术方案的科学性和可靠性，以及方案在经济上的合理性。

例如对小试和概念设计的评价，对模型试验的评价，对中试的评价，以及对基础设计的评价等等。

评价时，除了判断各开发阶段研究成果的可行性外，还必须对该阶段研究的不足提出改进意见。其评价依据是各开发阶段的研究报告或设计资料，以及所收集的有关技术经济信息。

3. 最终评价

最终评价又称“工业化评价”或“项目评估”，是在技术开发工作后期进行的。其目的是为该项目的投资建设作出抉择。评价依据是由开发研究成果和收集的各种技术经济信息汇总形成的可行性报告。通常由投资方会同各有关部门并聘请一定数量的专家进行评审，如果取得肯定结论，即可投资进行建设。

综上所述，技术经济评价在化工过程开发中是很重要的。通过评价可以形成正确的设计思想，并可发现开发研究和设计工作的不足，尤其是当评价结果对开发项目的技术方案提出质疑时，必须将质疑返回到前一步骤重新研究，待取得补充数据或判据，并依此对技术方案进行修正后，再重新评价。只有通过反复评价，才能确保技术方案的科学性和合理性。

五、模型试验

模型试验一般都是对工业生产中的某些重要过程作放大的工业模拟试验。多数情况下不涉及整个工艺流程和各工艺步骤间的衔接。

模型试验设备一般比实验室研究规模大并具有工业设备的仿真性质。在模型设备中进行研究的主要内容是：考察化工过程运行的最佳条件；考察设备内传热、传质、物料流动与混合等工程因素对于化工过程的影响；观察设备放大后出现的放大效应；寻找产生放大效应的原因；测定放大所需的有关数据或判据等等。从总体看，模型试验考察的重点是工艺和工程问题。

模型试验有冷模试验和热模试验两种形式：

1. 冷模试验

冷模试验是采用物理性质与实际工业生产物料相近的惰性物质进行试验，不发生化学反应，只单纯考察过程的物理规律。如传热、传质以及物料在设备内的流动与混合的规律等。这种考察带有分解过程的性质。即把化学过程和物理过程分解后分别加以考察，有利于寻找产生放大效应的原因。

2. 热模试验

热模试验是用实际生产物料并按实际操作条件进行的试验，属于综合性试验考察。在试验设备内化学过程和物理过程都在同时发生。考察内容主要是工艺条件的优化。这样的试验具有工艺试验性质，便于测取工艺参数和发现放大效应。

在化工过程开发中，如果不需要对工艺技术作全流程考察，往往用热模试验代替中试来测取过程放大的技术信息。这样可以缩小中试规模和降低中试费用。

六、中试

中试是“中间工厂试验”的简称，它是在小试或模型试验之后进行的半工业化规模的模拟试验。在化工过程开发中，是一次较大规模的对开发的技术方案作较全面的试验考察。由于中试规模要比小试大得多，它对工业过程的模拟则较接近于真实，故中试结果可作为基础设计的依据。

中试考察的内容主要有以下几项：

- (1) 检验小试确定的工艺方案和工艺条件；
- (2) 考察工艺系统连续运转的可靠性；

- (3) 考察设备放大后所产生的放大效应的程度，分析产生的原因，寻找消除的办法；
- (4) 确定检测方法；
- (5) 考察物料对设备材质的腐蚀；
- (6) 考察物料循环产生的微量杂质积累带来的影响；
- (7) 提供一定量的产品供应用考察；
- (8) 考察“三废”的生成量、危害程度和治理方法；
- (9) 为估算投资和成本，以及建立生产工作岗位的操作规程提供资料。

中试是化工过程开发研究阶段耗资最大的步骤，也是最重要的步骤。作为化工过程开发的研究成果，如果没有经过中试检验，通常都不能作为工业化生产的依据。为了尽可能减少中试的消耗，在其规模的大小和流程的完整性方面都应慎重考察。只要从考察内容上能满足化工过程开发的要求，一般都应对中试的规模及其完整性作适当地简化。

七、基础设计

基础设计是在最终评价取得肯定结论之后，根据中试研究结果和所收集的资料，对工业生产方案及生产装置型式所作的原则性设计。它是开发研究成果的一种表现形式，并为进一步作工程设计提供依据。

基础设计是工业设计中的一些基础内容，一般不含设备制造和安装方面的图纸，其设计内容要比概念设计详细得多。除了概念设计中所要求的如设计说明书，工艺流程说明及流程图，物料衡算和能量衡算等内容外，还有设备型式和规格的明细表，“三废”排放与治理，检测方法和检测仪表，辅助原材料和公用工程的消耗和要求，测控要求和测控点位置、投资和成本预算等详细设计内容。

基础设计的计算工作量很大，如设备的大小，原材料单耗的高低，以及投资和生产成本的数值等等都需经过精确计算。应在可靠计算数据的基础上提出可靠的计算结果，一般不再采用估算方法来确定数据。

在基础设计过程中也会发现问题，这些问题都应返回中试再进行研究，然后把再研究的正确结果返回基础设计。一旦形成了基础设计之后，其内容都应为经过了充分的研究和评价论证，并已确定的正确结果。因为到此时为止，化工过程开发的研究工作已基本结束，由基础设计所体现的工艺技术方​​案，应为指导工程设计和建立生产装置的主要依据。

八、工程设计

工程设计在设计单位往往称之为“施工图设计”，它是依据基础设计来编制有关工程实施的技术文件。其内容除基础设计所有内容外，还应增加说明设计程序的设计说明书，详细的定型设备型号、规格、零部件及材质的明细表，非定型设备加工制造的图纸和装配图，指导装置安装详细工艺流程图，带控制点的流程图和管线图，设备的平面布置图和立面布置图等等。此外，也有详细的消耗定额、投资和成本概算，“三废”排放量和非排放点说明等文件。

工程设计一般是由工程设计人员来编制的。在进行工程设计时，工程技术人员应对项目的研究有较深刻的了解，通常应参加设计项目的中试和基础设计工作，否则容易造成研究与设计工作脱节。

九、建立生产装置

建立生产装置包括了依据上述设计文件和图纸，购进和制作设备，安装生产装置，按工艺要求进行调试、开车和试生产。其中调试也是一种试验过程，通过调试可以调整工艺参数，同时还可以修改和验证其数学模型。对于新建的生产装置，只有经过调试和试生产之后，才能逐步转入正常的生产运转；而化工过程开发的任务只有到此才算全面完成。

第二节 开发研究选题

开发研究选题是开发工作开展之前的一项重要工作。它关系到开发工作的难易和成败。任何开发项目在进行研究之前都必须编写选题的立项报告，而立项报告应从技术、经济、市场、环境和社会等许多方面对该项目的可行性加以说明，以便提供专家评估和决策者审定。

一、研究课题的性质和来源

凡与化工新产品开发、生产技术改造、新工艺和新技术推广应用等的有关研究项目，都是化工过程开发的课题，属于应用性质的开发研究。大多数是根据国民经济发展需要和市场需求提出的，应有较好的社会效益、经济效益和发展前景。在我国现行体制的情况下，这类研究课题主要有三个来源：

1. 纵向课题

纵向课题是指国家或地方规划内的课题。例如，我国高新技术发展规划，国家资源和环境发展规划，各部、委的行业发展规划，地方省、市的地区发展规划等等。在这些规划内有各种内容的研究和攻关课题，通常按不同渠道向有关研究单位下达。

凡属纵向课题，都是对国计民生及经济发展能发挥重要作用的一些课题，它们的远景目标和近期任务都十分明确，一般都已作过了论证，并取得了肯定结论。接受这种研究课题，研究经费有保障，可以立即着手进行研究，但这类课题对研究水平、成果质量和研究时限的要求较高。

此外，凡属国家或地方规划内的课题，绝大多数都是综合研究项目，在大课题之下，必然要分立若干个子课题。对于承担子课题的研究者来说，在完成课题提出的目标和任务的同时，还必须从全局出发考虑与其他子课题的配合，只有这样才能保证总体目标和任务的完成。

2. 横向课题

横向课题指委托研究课题，一般由企、事业单位根据各自的发展需要提出课题，并委托研究单位进行研究。

这类课题多属于技术改造项目，其中也有新产品开发，但课题的范围一般较小，针对性较强，目标和任务也十分明确，特别注重经济效益和市场竞争能力，研究经费由委托单位提供，也不需要作较全面的可行性论证。研究者在接受课题之后，即可开展研究。

值得注意的是，凡横向课题大多数都是企业或事业单位自身不能解决的一些难题，是企业或行业技术改造的难点，其研究和开发的难度不容忽视，必须从技术、经济、环境和市场等方面综合考察，慎重选择工艺技术路线和技术方法。

3. 自选课题

自选课题是指研究人员根据文献、互联网调查或社会调查自行确定的研究课题。对于这类课题，选择的自由度较大，但应注意以下几个方面：

(1) 应结合当前科学技术发展方向和国家发展规划进行选题，充分考虑国民经济发展的需要。

(2) 如选题来源于文献或互联网，除了考虑国家资源和技术经济政策外，还应着重了解市场需求等经济信息。

(3) 如针对老产品或陈旧工艺的改造选题，则必须针对老产品或老工艺中存在的问题立项。

为确保自选课题的准确和合理，凡自选课题都应编制详细的可行性研究报告，充分估计课题开发的有利因素和不利因素，只有经过较全面的论证，并取得肯定的结论后，方可作立项申请。

二、技术开发项目的立项条件

对于一项技术开发项目是否可以立项，应考虑以下条件。

1. 发展生产和市场需要

无论是新产品、新技术或新工艺开发项目，在立项之前，首先要考察的是项目实施后是否对发展生产有利，是否具有广阔的市场前景和市场竞争能力。

关于发展生产的考察，其考察内容主要是课题的新颖性、先进性和采用技术的成熟程度等。课题内容既要能填补产品或技术的空白，又要所采用的工艺技术便于实现。当课题完成并投入实施之后，可以推动企业或行业经济的发展。如果是过时或陈旧的技术，则不能达到这一要求。

关于市场竞争能力和市场前景，则应从投资、成本、产品质量和产品的应用范围考察。其中成本和质量最为重要，只有成本低和质量高的产品才具有市场竞争能力。

2. 合理的原料路线

对于化工过程开发项目，合理的原料路线是考虑立项的重要条件之一，因为原料质量不符合要求或供应量不足都会影响项目实施后的效益。此外，在化学工业中，原料成本在整个生产成本中所占的比例很大，如果原料选用不当，本来在成本和质量上很有优势的项目，也可能变得毫无竞争能力。

合理的原料路线应当是供应来源稳定而充足，质量符合生产要求，价格合理，储运方便和安全无毒等。

3. 能够生产出合格的产品

能够生产出合格产品的依据主要是所采用的工艺技术路线。作为立项的技术开发项目，选择工艺技术路线既要注意它的先进性，又要考虑它的可靠性。要求在实施时，不要有太多的困难，如果有一定难度也是可以克服的；而且在实施后在操作技术上的难度，也应与操作人员的技术水平相适应。

4. 较好的社会效益和经济效益

在立项时，考虑技术开发项目的社会效益，主要是从对国民经济发展和地区经济发展的意义和作用来考虑的，其中包括了发展生产力，资源的合理利用，促进工农业的发展以及劳动力就业等许多问题。

经济效益则主要考虑项目的投资、盈利和投资回收期。这些数据在立项之初虽不可能取得

准确的数据，但也应收集有关资料进行估算，应做到估算有依据，结论应基本可靠，不要与实际数据偏离太大，否则就失去了评估的价值。

总之，立项前的调研是很重要的，尤其是对于一些运用新技术的大型开发课题，文献或互联网调查和社会调查都必须充分，掌握的国内外资料应详实，还必须作一些简单的探索性试验，只有在此基础上，才能编写出符合评审要求的立项报告。

第三节 过程研究和工程研究的关系

化工过程开发可以划分为开发所需的基础性研究、过程研究和工程研究三种不同内容的研究工作 如图 1-1 所示。其中开发所需的基础性研究部分，如第一节所述，是化工过程开发之初在实验室针对开发项目所进行的基础研究工作，其目的在于为化工过程开发收集所需的技术资料。从研究性质上看，应属于应用研究的范畴，与通常所说的基础理论研究是不同的，不能混淆。

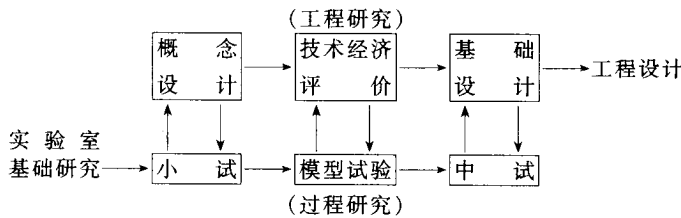


图 1-1 过程研究和工程研究

过程研究是在过程开发的基础研究之后，对已确立的课题所作的一系列的模拟试验研究工作。如模拟小试、模型试验和中试等等。过程研究的重点是了解过程运行的特征和影响过程的因素，优化工艺条件，测定放大数据或判据等。其中特别注重对物料的流动与混合，传热和传质等一些工程因素的考察。因为这些工程因素往往是产生放大效应的主要原因。

工程研究是指化工过程开发工作中的概念设计、基础设计和技术经济评价等步骤。这些步骤的研究方式是综合从不同途径收集的资料，进行分析构思形成技术方案或评价结论。因为研究的侧重点是工业化的实施和实现的问题，故称之为“工程研究”。

工程研究是很重要的化工过程开发步骤，因为开发工作的质量、进度和成本在很大程度上都取决于工程研究的水平。

过程研究和工程研究是两种不同性质的研究工作。前者必须借助于仪器或装置对过程运行的物理和化学规律进行探讨；后者则依赖于人们的知识、经验和思维为化工过程开发提供决策。过程研究是为工程研究进行决策时提供分析判断的信息；而工程研究则是检验过程研究质量的最好方式。两者的关系十分紧密。

一、小试和概念设计的关系

把小试和概念设计相互关联，反映了研究人员在实验室研究时，已开始构思项目的技术方案，从而可以避免在实验室研究中最容易出现不结合实际的单纯理想状态的考察。

在化工过程开发之初，就紧密联系开发目标来考察技术方案的技术可靠性和经济合理性，既

保障了开发项目的试验研究是为了提供过程开发的技术经济信息这一目的来完成，又较容易从试验研究中逐渐形成正确的工艺技术方案。实际上在实验室研究工作完成之后，所作的概念设计可以看成是对实验室研究工作的总结和鉴定。一份正确的概念设计，对于指导以后的过程研究和工程研究都是十分有意义的。

如果在小试完成之后，不经过概念设计即转入中试，而且只把中试作为测取放大数据的手段，交由别的人员来完成，这样就往往因小试研究成果未经概念设计的严格检验而容易造成失误。如果把中试装置的设计建立在概念设计的基础上，因为概念设计既保证了小试的完整与正确，又避免了中试因小试不足而造成的失败。

概念设计的任务一般由试验研究人员来承担，因为只有研究者最了解项目研究的目标和内容，由他们来作概念设计，有利于提高概念设计的可靠性和科学性，避免了因设计者和研究者之间不能沟通而造成设计上的失误。

二、模型试验与技术经济评价的关系

模型试验是考察在实验研究中因受规模和其他条件限制而不能考察的一些内容，如考察放大效应，寻找产生放大效应的原因，测定有关的工艺参数等等。

模型试验之后的技术经济评价，是对试验结果的鉴定。通过评价可以了解试验内容是否适当，试验结果是否正确，以及所形成的技术结论是否科学合理等等。

把模型试验和技术经济评价关联起来，能及时将评价结果和从评价中发现的问题返回模型试验，再进行考察，就可弥补原试验工作的不足。必要时可以调整试验内容，重新拟定试验方案，甚至改变试验的方法进行试验，这样可以确保模型试验的效果和试验结果的正确可靠，从而可避免形成一些不当或错误的技术概念和技术措施。

三、中试和基础设计的关系

在化工过程开发中，有时把中试成果当成成熟的工艺技术，并据此作工业装置设计，这样的开发程序是有缺陷的。因为中试成果未经检验。如果中试设计不当或不够完整，就会造成工业装置设计出现错误。在实际的化工过程开发中，这样的失误并不少见。

为了使中试获得检验，人们把工业装置设计分为基础设计和工程设计两个阶段，并把中试和基础设计联系起来，由研究人员参与这一工作，这样一来就使得中试的任务不仅仅是取得中试结果，更重要的是用基础设计来检验中试结果。如果从基础设计中发现中试提供的数据不全和不准确，则应将发现的问题返回中试，重新进行研究，直到取得满意结果为止。依照这样的开发程序，不仅保证了中试结果的科学可靠；而且也保证了基础设计的正确和完整。无疑对提高以后工程设计的效率和质量，避免造成装置建设时的失误和浪费是非常有益的。

综上所述 按图 1-1 所示的开发程序，在加强了过程研究和工程研究之间的联系之后，沟通了科学研究人员和工程设计人员在化工过程开发工作中的分工与合作。凡从事化工过程开发的研究者，最好能参加开发的全过程，直接参与研究成果转变为生产力的工作，这样，对于研究人员就提出了较高的要求，他们应具备较为广泛的工程技术知识，以便他们从实验室研究阶段开始，就能运用技术经济观点和所掌握的工程技术知识来分析和思考过程开发的工艺技术路线和技术方法，并预测研究项目工业化时可能出现的问题和实施的前景。

实际上，在化工过程开发中首先接触课题并进行工作的是研究人员。当他们从研究中取得对于过程的认识，并形成一定的技术概念后，才以研究总结、试验报告或概念设计的形式传递给工程设计人员，让他们来进行工艺和工程方面的设计。因此，研究人员在化工过程开发中始终处于主导地位，他们的科技知识素养和从事科技开发工作的经验，则是保证过程开发取得成功的关键。

第四节 放大程度和开发周期

放大程度和开发周期是化工过程开发的两个基本概念。前者与被开发项目所采用的技术成熟程度以及开发放大方法有关；后者则与开发工作的难易程度有关，两者是相互联系的。在深入讨论化工过程开发的内容时，要经常运用这两个概念，故提前加以解释。

一、放大程度

放大程度一般是指由实验室小试规模一次放大的倍数，即用放大倍数来表示。由于放大倍数直接关系到模型试验的放大级数和中试的规模，所以任何化工过程开发项目在进行试验研究之初就应当注意这个问题。

实际上，放大倍数一般取决于研究者对被开发过程运行规律掌握的程度和他们从事开发工作的实际经验。如果过程运行规律已经掌握，而实施的工艺技术又比较成熟，则放大倍数可以提高，甚至可以取消中试，由实验室规模直接放大到生产规模。这种高倍数放大成功的实例，国外已报导的有甲苯歧化一次放大 6 000 倍；丙烯二聚一次放大 17 000 倍；石油提升管催化裂化一次放大 80 000 倍等^①。

目前绝大多数的化工过程开发还不能取消中试。因为对许多化工生产过程的运行规律还不能完全掌握，而工业实施又无成熟的经验可供借鉴，在这种情况下，放大倍数一般都不能太高。

从投资和开发速度考虑，当前已有朝着缩小中试规模方向发展的趋势。因为中试的规模小、投资省、建设速度快，而且对试验方法和检测方法修改的灵活性也大；但是放大倍数高，有可能影响放大的可靠性。故在设计中试装置之前，首先要了解可能实现的放大倍数。

在 20 世纪 70 年代，曾有一种微型中间试验工厂出现。这种中试装置可以缩小到能布置在一张试验台上。装置设计采用了一些较为先进的试验方法和测试手段，并用计算机程序实现自控，进行工艺试验既快速又方便。但规模与工业装置相差太大，许多工程因素（如物料的流程与混合，传热和传质等过程）都不能进行探索。由试验取得的结果，只能在一定条件下应用；但作为一种较为先进的研究手段，尤其是在研究催化剂和催化反应过程时，应用较多。

二、放大效应

放大效应是指化工过程放大之后，表现于相同条件下在大小两个设备内进行同一过程的结果不同。例如化学反应器放大后与放大前相比较，在相同的反应条件之下，反应转化率、收率、产品质量都可能不同，这种现象就称之为“放大效应”。

由于化工过程开发的核心问题是放大，过程研究在很大程度上就是寻找产生放大效应的原因和克服的方法。如果能掌握产生放大效应的原因、找到克服的办法并取得过程放大判据或设计数据，则可减少设计工作的盲目性，而提高设计的准确程度。

从化学反应器的放大来看，分析放大效应产生的原因，主要是放大后设备内物料的流动与混合，传热和传质等情况与放大前有所不同，故在化工过程开发的研究中，常采用冷模试验专门考察这些物理过程规律的变化，以便掌握产生放大效应的规律。

三、开发周期

化工过程开发周期是指从立题研究开始直到建成生产装置并投入正常生产所经过的时间，即完成化工过程开发各个步骤的总时间。按照传统的研究方法一级接一级地将过程逐级放大，其开发周期与探索过程规律有关。在过程规律尚未掌握的情况下，放大的倍数不能大，放大级数较多，开发周期长。例如合成氨的开发，最早的研究是从 1795 年由希尔德布兰德 (Hildebrand) 在常压下尝试氮和氢反应开始，至 1913 年由德国巴登苯胺和纯碱制造公司 (BASF) 建立第一套合成氨生产装置。其开发周期长达一百多年，可见开发道路的艰辛和曲折。但该产品的开发带动了高温、高压和催化剂等许多新工艺的问世，在化工过程开发史上，是一个标志着技术进步的里程碑。

进入 20 世纪之后，化工过程开发的周期在逐渐缩短。例如美国的杜邦公司于 1915 年率先开发赛璐珞塑料，1937 年开发氯丁橡胶，1939 年开发尼龙 - 66，这些产品是标志着化学工业由煤化工向石油化工转变的一代新型化工产品的代表。从此石油化工产品如雨后春笋般的被开发，在短短的数十年内，杜邦公司的产品猛增至 1700 多个门类，20 000 多种产品。近五十年来，化工新产品的开发周期，若不计实验室研究阶段的时间，大约已从平均 8 年以上缩短到 3 年左右^①。随着科学技术的发展，今后可能还要缩短一些。

习 题

1. 化学实验室研究与化工生产有何差别？为什么实验室研究成果一般不能作为放大成工业规模的设计依据？
2. 由化学实验室研究成果过渡到工业生产，应经过哪些开发步骤？这些步骤在化工过程开发中各有什么作用？
3. 在化工过程开发程序中，为什么在小试与中试之后，分别加入概念设计和基础设计，它们的作用何在？如果在小试之后直接进入中试，或者在中试之后直接进行工程设计，会给化工过程开发带来哪些弊端？
4. 化工过程开发中的“放大效应”指什么？在什么情况下最易产生放大效应，应如何克服放大效应？

参 考 书

- [1] 陈敏恒、袁渭康著. 工业反应过程的开发方法, 北京: 化学工业出版社, 1985
[2] 陈甘棠, 梁玉衡编著. 化学反应技术基础, 北京: 科学出版社, 1981

^① 陈甘棠, 梁玉衡编著. 化学反应技术基础. 北京: 科学出版社, 1981

[3] 成思危化工新技术开发讲座.中国化工报.科学,教育,1988

[4] 陈震维缩译.德意志联邦共和国乌尔曼工业化学全书.化工过程开发.北京:化学工业出版社,1984

第二章 开发放大方法

化工过程开发采用的研究方法主要是模拟研究法，即用模型来研究化工过程发生的各种现象和规律，从中取得开发放大的依据。

模拟化工过程的模型有“实物模型”和“数学模型”两种形式。前者是采用与生产装置或设备构型相似，但规模小于生产装置或设备的试验装置进行试验；后者是一组描述化工过程动态规律，并采用与过程运行的实际情况相等效的数学方程进行模拟。凡根据模型来模拟生产过程，并从试验所得的结果将过程放大的方法，统称为“模拟放大法”。

化工过程开发常用的模拟放大方法有：经验放大法、数学模型法、部分解析法和相似放大法四种。无论哪一种方法在应用时都比较复杂，而且各有其适应的对象和条件，并不是任一过程都可任意取四种方法之一，就可以获得简捷而有效的开发放大。有时为了取得良好的开发效果，对于一些较复杂的过程往往还需考虑用几种方法的综合，因此，在化工过程开发中如何选择合适的开发放大方法，就成为优化开发过程的一项重要工作。

为了简要阐明四种开发放大方法，本章以化学反应过程的放大来加以说明。

第一节 经验放大法

经验放大法是采用实物模型来模拟放大化工过程的一种沿用已久的方法。它是从实验室小试开始，经过若干级放大的模型装置进行试验，逐渐取得接近于工业生产规模的技术信息和设计数据后，依此将化工过程放大成生产规模。这种放大方法每放大一级都需重新建立模型装置，详细考察模型试验中发生的现象和结果。而设计每一级模型试验的依据，则是前一级模型试验所取得的结果，故纯属于经验性质的研究考察。

一、研究方法

对于化学反应过程开发，需要解决的问题通常是如何合理选择反应器的型式，确定最佳工艺条件和反应器的放大。经验放大法则是通过模型试验来取得反应器的选型，优化工艺条件和设备放大的技术信息和结论。其研究步骤如下：

1. 反应器的选型

反应器的选型通常采用小型装置在实验室进行试验。因为开发工作初期，技术方案尚未确定，不可能投入大量资金制作各种构型的大型设备来用作选型试验。如果采用不同构型的小型反应器在实验室进行研究，则投入资金较少而且变得更方便。尽管小型反应器结构与工业反应器结构不可能完全一致，但其基本形式却是相同的。

由于设备选型试验是以改变反应器的型式和结构来考察整个反应过程。故把这种考察看成“结构变量”试验。

2. 优化工艺条件

优化工艺条件是在设备选型之后进行的，也是采用小型试验装置进行试验。通过改变工艺条件来考察反应结果，从中筛选出最佳条件，通常称之为“工艺试验”。由于试验内容是改变工艺操作条件，故把这种考察看成“操作变量”试验。

从化工过程开发的程序看，由于试验规模放大后，反应器内物料运行的一些物理过程规律会相应改变，故由实验室小试确定的工艺条件，在以后的模型试验或中间工厂试验中，有时也会作相应的调整或改变。但小试确定的最佳工艺条件仍然是研究的基础，以后模型试验和中试的工艺条件优化，都应在小试优化的基础上进行修正。

3. 反应器的放大

在经验放大法中，反应器的放大是用建立模型装置来进行考察的。由于设备放大后，不可避免会带来放大效应。而产生放大效应的原因并不清楚，故一次放大的倍数不宜过高，原则上由实验室小试规模放大至生产规模应经过若干级。而每放大一级都必须重复前一级试验确定的工艺条件，观察放大效应的强弱。然后用调整工艺条件或采取改变设备结构等措施来抑制放大效应，从而找出与设备放大的有关数据或判据。

从试验改变的条件看，由于是改变设备的几何尺寸进行试验，故把反应器放大看成是“几何变量”试验。

以上的讨论是从方法论的角度对研究方法所作的说明。实际上化工过程开发在实验室小试完成之后，是采用冷模试验确定一些传递过程有关参数，然后进行中试取得基础设计数据。如果传递过程较为简单，而有关传递过程参数也有经验数据可取，则冷模试验也可省略，在小试后的概念设计基础上直接进入中试。在今天科学技术高度发展的情况下，化工过程开发技术已积累了许多成熟的经验，放大倍数已有相应提高，放大级数也已相应减少。这不仅缩短了开发周期；而且人力物力消耗也大为节省。

二、特征

从以上研究方法看，经验放大法表现了如下特征：

1. 只注重输入与输出关系，纯属于综合考察性质

无论设备选型、条件优化和过程放大，都是改变输入变量来考察输出的试验结果，对于试验中发生的现象和过程运行的规律则不作深究。这样的研究方法，是把研究对象当作“黑箱”来看待，显然没有把反应器内进行的各种不同性质的过程加以分解，再分别予以研究，没有深入到过程运行规律的内部进行考察，从机理上找到反应器内进行化学反应过程的运行规律。这种考察纯属经验性质的综合考察。

众所周知，工业反应器内进行化学反应的结果，除受反应热力学和动力学等反应自身规律影响外；还受到反应器内物料的流动与混合，传热和传质等外界条件的影响等。如果只考察输入与输出的关系，很难从众多的影响因素中分清主要因素和次要因素，本质因素和非本质因素，以及各种因素对于过程的影响程度。当反应器放大之后，一旦反应结果与放大前的试验结果不符，就只能把这种变化归咎于“放大效应”。至于产生放大效应的原因，则不清楚，只有重新调整试验变量进行考察，观察放大效应的强弱，由此确定克制放大效应的条件。这种研究方法是比较繁杂的，所得试验结果的准确程度也不高，由于试验变量的改变范围不可能很宽，致使搜索试验范围

也受到一定程度限制。

2. 试验程序人为规定

经验放大法的试验程序依次为结构变量试验、操作变量试验和几何变量试验。人为地将三种相互有影响的变量分割开来考察，忽略了它们之间的联系。这样就不免出现前后试验步骤所得试验结果相互矛盾的现象。

例如，由小试选型确定了流化床反应器，有时在放大后的反应结果还不如固定床的反应结果好；由小试确定的工艺条件，在放大后往往还需要改变等等。这些现象的出现，都是因为在小设备内物料混合均匀，传热和传质性能良好，而放大后物料的混匀程度以及传热和传质性能都发生了变化，以致产生了放大效应。

尽管经验放大法在研究程序上有上述缺陷，但该方法简单，事先并不需要对过程作深刻了解；而且所取得的技术信息都来自于试验，经过了实践检验，并非凭空设想。此外，这种研究程序也无法改变，因为不可能用大型设备来作选型试验，否则，就变成先建厂后研究了。

3. 放大是根据试验结果外推

经验放大法中每一级放大都是由前一级试验结果外推确定的。外推只适用于线性规律。在化工过程的运行中，各种规律的绝大多数都是非线性规律。如果不分对象，一律当成线性规律来外推放大，必然会产生偏差。正因为如此，在放大时可建议缩小放大倍数，把局部曲线规律当成直线处理，这样可以提高放大的准确程度。但又势必增加开发费用和延长开发周期。

以上特征完全是从研究方法的利和弊来讨论的。如果考虑化工过程开发技术已积累的实践经验以及化学工程学科的发展和日趋成熟，从事研究和开发的工作人员已可运用理论分析和经验判断解决化工过程开发的许多问题，从开发程序上可以弥补经验放大法的缺陷，故经验放大法至今仍然被广泛应用。

例 2-1 合成氨技术的开发^[2]

合成氨技术的开发是化工过程开发的一个典型范例。在 20 世纪初，德国人哈伯（Haber F）在前人研究的基础上，对氮和氢直接合成氨的反应



作了卓有成效地研究。他发现，该反应在常温常压下基本上不能进行。当提高反应温度至 1000 ℃ 仍维持反应系统为常压，则氮、氢混合气体转变成氨的转化率也小于 0.01%。如果提高反应系统的压力，反应的转化率则相应提高。在此基础上，对该反应过程的热力学和动力学作了研究。测定了合成氨反应的平衡常数，并研制了加速氨合成反应的钨催化剂。这些基础研究对于合成氨技术的工业化起到了决定性的推动作用。

(1) 反应器选型

由氮、氢直接合成氨的反应为强放热的气固相催化反应，需在高温高压条件下才能进行。哈伯选用了固定床管式反应器进行试验，并设计了一套每小时能制备 80 g(氨)的固定床催化反应装置。

(2) 条件优化

在上述小试装置上进行试验，最后确定的工艺条件是：

反应温度：500~600 ℃

系统压强：17.5~20 MPa

催化剂的主要活性组分为钨。

在已确定的工艺条件下进行试验，气体中氨的体积分数可达到 6%。

(3) 预设计工艺流程

哈伯设计的流程要点如下：

由于反应的转化率较低，反应后的气体在分离氨后，剩余的氮、氢混合气应返回利用。

由于反应为强放热，反应后的高温气体应与反应前的原料气换热。这样既预热了反应前的气体，又使反应后的气体降温，使得热能获得了充分利用。

为了把气体中的氨分离出来，采用液氨蒸发吸热冷冻来进一步冷却反应后的气体。

按上述设计要点来设计工艺流程，除了考虑了物料和能量的综合利用外；还考虑了产品的分离方法。从生产的角度看，是比较合理的。

(4) 反应器的放大和工业化

哈伯的试验研究成果由德国巴登苯胺和纯碱制造公司（BASF）接受过来，并作了进一步的开发研究。该公司派德国人波施（Bosch K）为项目负责人，对以下三个问题进行了卓有成效的开发研究。

研制了稳定可靠的廉价催化剂取代了钨催化剂

由于钨易氧化，其氧化物又易挥发，极不稳定，而且当时全世界钨的制备量每年不过几千克，十分昂贵，如果要使合成氨反应工业化，首先要解决的技术问题是研制新型催化剂。

波施领导的研究小组在研究中发现，天然磁铁矿对氨的合成反应具有良好的催化活性，但在高温下其表面容易呈半熔状态而使催化活性下降。为了克服半熔状态，他们在磁铁矿粉中掺入少量碱金属和其他金属，收到了良好效果。为了筛选出最佳催化剂配方，波施等人进行了约 6500 次试验，测试了 2500 个配方，终于在 1911 年找到了含少量钾、镁、铝、钙为助催化剂的铁催化剂。这一催化剂配方与现代合成氨生产中使用的催化剂成分极为相近。

找到能耐 20 MPa 和 500~600 ℃ 的高压高温材质，并设计出合成氨反应器

在工业化的催化剂解决之后，合理设计耐用的反应器，就成为合成氨工业化的又一难题。波施等人为此专门成立了一个高压设备研究车间。并建立了模型试验装置。在筛选催化剂的同时，也考察设备的使用寿命，当模型装置连续转 80 h 后，发现由低碳钢制作的反应器发生了破损，不得不中止试验。查找反应器破损的原因发现，是钢材中的碳与原料气中的氢发生了反应，致使钢材产生“氢脆”，后来采用只含微量碳的纯铁作反应器的衬里，才较好地解决了这一问题。

在反应器结构的设计上，当时的考虑并不如现代这么完整，但已在反应器的内部结构上考虑了反应后的高温气体与反应前的冷原料气换热问题。反应器型式则采用列管式，管内填充催化剂，管间走冷原料气。为了解决开工时的加热热源，在列管式反应器的中心，安装一根中心管，管内绕上电热丝作为补充加热。从反应器出来的热气体，则必须经过换热器降温，并经氨冷器分离出氨后，再与新鲜的原料气混合返回反应器。这种设计已接近了现代使用的连续换热式反应器。

提供廉价的氮气和氢气

哈伯做试验时，氢的来源是由氯碱工业的电解槽放出的，氮则由氢气与空气混合燃烧来制备的。显然，工业化后，这样的原料来源无法获得充足供应。波施等人选用了制备水煤气作为氢的来源，而氮则由深度冷冻空气后分离获得，水煤气中 CO₂ 和 CO 的脱除是先用水洗脱除 CO₂，然后在 2.5 MPa 和 -200 ℃ 下的深度冷冻脱除 CO 至 φ(CO) = 1.5%，最后用苛性钠溶液洗脱剩余的 CO，使之转变成甲酸钠。

波施等人经过了整整 3 年的研究，终于完成一系列技术开发的工程和工艺试验，解决了廉价催化剂，反应器材质和反应器设计，以及原料供应等工业化生产中的关键技术问题，于 1913 年在德国建立了世界上第一套合成氨生产装置，该装置的规模是 30 t(氨)/d。投产后，很快运转正常。

(5) 从合成氨开发获得的启示

对于化工过程开发，在实验室研究阶段，即应充分考虑实现工业化的可行性。哈伯当年的研究，若不是在实验室研究完成之后，预设计了适合于工业化的工艺流程，后来的开发研究就不可能那么目标明确和顺利。

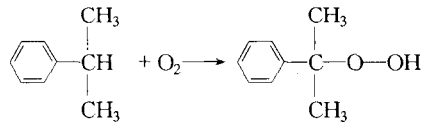
在实验室研究完成之后，还必须解决与工业生产有关的一些技术问题。只有获得解决这些问题的有效

方法后，才能考虑建立生产装置。当年哈伯的试验结果，还不能据此建立生产装置。

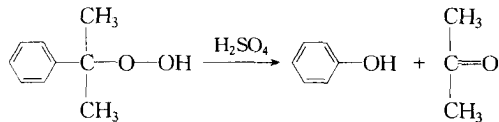
技术开发的成功与科学技术水平有着密切关系。在 20 世纪初，若不是可以实现高温高压技术、空气分离技术和深度冷冻技术，合成氨的工业化也是不可能实现的。随着合成氨技术的开发，又推动了催化剂制备技术，高温高压技术，深冷分离技术等近代化工技术的发展。

例 2-2 用异丙苯为原料生产苯酚和丙酮的早期工艺路线来说明经验放大法中的外推计算。

该工艺过程分为两步。第一步是异丙苯氧化生成过氧化氢异丙苯：



第二步用硫酸作催化剂，使过氧化氢异丙苯在液相中分解为苯酚和丙酮。



其中第二步反应经测定为一级不可逆反应。现以该反应过程的放大来说明经验放大法步骤：

(1) 反应器选型

过氧化氢异丙苯的分解反应为液相反应，反应速率较快。对于这样的反应过程，许多型式的反应器都可应用，如间歇操作搅拌釜、连续操作搅拌釜和连续操作管式反应器等。在这些反应器内均能达到相近的转化率。考虑到管式反应器最简单，操作方便，设备容积的利用率高，且在操作过程中无需保留一定的非生产辅助时间，故在试验时选用了连续操作管式反应器。

(2) 优化工艺条件

选用一根直径为 40 mm，长度为 1202 mm 的不锈钢管（容积约 1.51 L）作反应器进行试验。分别考察反应物浓度，反应温度、催化剂浓度和物料流量等工艺条件对于反应结果的影响。其中除反应物浓度为第一步反应提供的物料所限制外，其余条件均对过氧化氢异丙苯的分解速率和转化率都产生一定程度的影响。例如反应温度低时分解速率较慢，随着温度上升，分解速率加速；但丙酮的挥发增加，甚至形成沸腾状态的气液混合物料，既不利于反应器的稳定操作，又增加了物料损失。此外，催化剂的浓度增加，过氧化氢异丙苯的分解速率也相应增加，但当催化剂浓度增加到一定程度后，过氧化氢异丙苯的分解速率的增加即逐渐减缓。至于反应物料的流量则不宜过大。因为流量过大，缩短了反应物料在反应器内的停留时间，使过氧化氢异丙苯分解不完全，降低了反应的转化率；而流量过小，则使反应器的容积的利用率不高，人为降低了反应器的生产能力。

根据试验结果确定的工艺条件为：

反应物（过氧化氢异丙苯）浓度：3.2 kmol/m³。

反应温度：86 ℃（359 K）

催化剂（硫酸）浓度： $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.07\% \sim 0.1\%$

反应物料流量：0.1 m³/h

按上述反应条件进行反应，过氧化氢异丙苯的转化率为 98.8%。

(3) 反应器放大与校验

校验试验分两级进行，首先不改变反应管直径（40 mm），将反应管延长至 1712 mm，此时反应器的容积约为 2.15 L。按上述最佳工艺条件进行试验，过氧化氢异丙苯的转化率达到 99.8%。比小试时提高了 1%。然后按 2.15 L 反应器的尺寸比例，将反应器容积放大到 10 L，同时将反应物料的流量也相应增大至 0.464 m³/h，仍