

如何提高采样工作的安全性和可靠性

吴 娜

国家能源集团宁夏煤业有限责任公司煤制油化工质检计量中心 宁夏银川 750411

摘要: 化工产品采样总则(GB/T 6678-2003)、液体化工产品采样通则(GB/T 6680-2003)规定了化工产品采样规则及操作规程,在化工厂开、停车期间常会遇到工艺介质流速、温度、组份及含量发生明显变化的情况,而在上述国标中未曾明确、具体地涉及,为此,本文进行了相关方面的研究。

关键词: 采样误差;工艺波动;介质;置换;冲洗

前言:

化工产品的采样工作非常重要,一般来说,采样误差对分析数据的影响远比分析误差严重,如果采样工作做得不好,分析工作将毫无意义。本文就化工厂开停车期间或工况波动时因工艺原因(如置换、冲洗等)而造成工艺介质采出时介质高温、高压、低温、流量不稳、流速不稳的情况以及置换采样管线经置换冲洗后可燃气、氧含量及残存有毒有害气体的潜在危险状况下,如何做好安全采样进行研究论证。

论述部分

化工产品采样前,必须做好个人防护措施,根据所采样品的特性选取合适的采样工具,严格按照设计并经实践后论证安全的采样线路规范操作,以保证所采得样品的代表性、典型性以及提高整个采样工作过程的安全性。

一、个人防护措施

1. 液体化工产品采样时的个人防护措施

对于有毒介质,应佩戴隔绝式呼吸器,如根据样品毒性特点,选择佩戴半面罩、全面罩、长管呼吸器、正压式空气呼吸器;对于易燃易爆介质,应穿防静电工作服及防静电工作鞋,身携带便携式可燃气体检测仪,对讲机等通信设备;对于酸碱等腐蚀性介质,应穿戴酸碱防护服、防护鞋、防护手套等防腐产品;对于高温介质,应穿戴高温防护用品,如隔热手套与乳胶手套相结合的方式,必要时应连接冷却螺旋管;对于低湿介质,应穿戴低温防护用品,如棉手套;对于有粉尘的介质,应佩戴防尘口罩、眼罩、耳塞等护具。

2. 气体化工产品采样时的个人防护措施

对于易燃易爆介质,应穿防静电工作服及防静电工作鞋,随身携带便携式可燃气体检测仪、对讲机等防爆型设

备;对于有毒介质,应佩戴隔绝式呼吸器,随身携带便携式有毒气体检测仪、对讲机等防爆型通信设备。

二、采样工具的选择

根据样品特性,如分析样品的化学性质、物理性质、生物性质,选择合适的采样工具。

1. 常用采样工具参数一览表

表1 液体采样工具

	相关参数	优点	缺点
硬质玻璃瓶	最低耐受温度仅为-20℃,最高使用温度是80℃,经过改性可以达到100℃。	1.内表面易清洗,且可以事先灭菌。	1.不能在骤冷或骤热的情况下使用; 2.对微量钠离子、二氧化硅的测定有干扰。
聚乙烯塑料瓶	熔点:327℃,沸点:400℃	1.耐高温、耐寒性强; 2.抗酸碱以及多数有机溶剂; 3.不易变形,且寿命较长。	1.使用前,需要反复清洗干净且干燥处理。
聚丙烯塑料瓶	熔点:189℃,沸点:213-369℃	1.耐高温、耐寒性强; 2.抗酸碱以及多数有机溶剂; 3.不易变形,且寿命较长。	1.使用前,需要反复清洗干净且干燥处理。
钢瓶	1.承受压力可达20MPa; 2.容量可达500毫升。	1.流量可调; 2.耐腐蚀、耐高温; 3.阀门配有防爆泄压装置,安全性强。 4.气密性高; 5.便于清洗; 6.基本不变形,使用寿命长; 7.有效防止气体样品中微量元素的吸附。	

作者简介: 吴娜(1984-),分析工,煤制油化工质检计量中心,主要从事中间控制分析研究工作。

表2 气体采样工具

	相关参数	优点	缺点
乳胶球胆	1.使用温度: -10℃至80℃; 2.承受压力一般≤0.3MPa。	1.携带轻便; 2.可拉伸。	1.气密性差,小分子组份易渗透; 2.易老化,寿命短;
锡箔袋	1.使用温度-30℃至120℃(Teflon接口)、-10℃至600℃(塑料接口); 2.最佳使用压力为500Pa。	微量组分可在一定时间内保持恒定; 化学性质稳定,耐腐蚀,基本不渗透; 3.气密性相比球胆好。	1.不能调节流量; 2.易被坚硬的东西划破。
玻璃注射器		1.流量可调;	1.易破损; 2.气密性差; 3.承受压力一般较低,操作需要人员协调性好。
钢瓶	1.承受压力可达20MPa; 2.容量可达500毫升。	1.流量可调; 2.耐腐蚀、耐高温; 3.阀门配有防爆泄压装置,安全可靠性强。 4.气密性高; 5.便于清洗; 6.基本不变形,使用寿命长; 7.有效防止气体样品中微量元素的吸附。	

2. 液体化工产品采样工具的选择

对于性质稳定、组分组成均匀的水样,可以选择聚乙烯塑料瓶采样。特殊地,对于要求分析COD的样品,因微生物影响,必须使用玻璃瓶提前清洗并灭菌处理后再采样。对于易聚合液体样品,如高纯TOX、高纯DOX,因样品低温易自聚,且考虑到室外温度极度低的情况下,采回的样品需在高温烘箱中热处理,应采用广口玻璃采样瓶,外加一优质不锈钢保温桶可有效隔绝外界温度对样品外观形态以及水分含量的影响。对于其它易聚合液体产品,甲醛含量≥45%(m/m)的三聚甲醛半成品可选用聚四氟乙烯、聚丙烯材质的塑料瓶采样,同样地,外加一优质不锈钢保温桶可有效隔绝外界温度对样品外观形态的影响。

对于易燃、易挥发液体,用钢瓶代替玻璃瓶、塑料瓶。塑料瓶不耐受撞击和压力,玻璃瓶存在同样的情况且易碎,在现场使用需格外小心。在我国北方夏季高温

35℃以上或冬季-20℃以下,无论从玻璃瓶、聚乙烯塑料瓶的安全特性出发,还是基于液体挥发、聚合、凝结的考虑,这两种材质的采样工具都不如钢瓶结构坚固、隔绝外界干扰因素的性能优越。

对于低温或超低温产品,如液氧、液氮,做好个人防护措施原则下,采用优质不锈钢保温桶采样,必要时可加一较采样保温桶容积大些的不锈钢保温桶,以此预防样品因外界温度高造成样品低沸点烃类组分逸出,从而导致液氧中烃类数据偏低的情况。明显地,此时千万不能选取玻璃瓶,液氧的温度为沸点为-183℃,常温常压下,致使玻璃因骤冷而炸裂,酿成不良后果。

实践表明,钢瓶在预防外界温、湿度变化、光照、空气中二氧化碳、氧气对容器内样品组分和待测项目的干扰,以及对样品在运送以及保存过程中的振荡,比起其它采样工具,具有明显改善,也在一定程度上保证了采样人员的人身安全。与此同时,还应充分考虑样品的各种特性,综合情况下选择合适的采样工具,必要时可以采取多种采样工具组合的方式进行采样工作,保证采样工作的安全性和可靠性。

3. 气体化工产品采样工具的选择

化工气体产品大都一般都带正压,极个别情况下为负压(如反洗、水洗置换),采样工具一般为球胆、锡箔袋、玻璃注射器、钢瓶四类。

正压气体的采样,对于煤制甲醇工艺生产的粗煤气、合成气、净化气、变换气等都应优先选择钢瓶采样。究其原因,粗煤气、变换气中含有2%(v/v)左右的硫化氢,乳胶球胆会有一定吸附,锡箔袋耐腐蚀性好但气密性较钢瓶差,而玻璃注射器气密性较差,空气中二氧化碳、氧气的影响较为显著。以下是一组玻璃注射器、球胆、锡箔袋与钢瓶采取同一粗煤气样品后,用Agilent GC7820色谱仪分析所得硫含量数据对比。

采样工具	硫化氢%(v/v)			硫化氢平均值 %(v/v)	相对标准偏差 %
	玻璃注射器	0.08	0.07	0.06	0.07
球胆	0.11	0.11	0.10	0.11	6.43
锡箔袋	0.12	0.12	0.11	0.12	5.89
钢瓶	0.12	0.12	0.12	0.12	0

对于纯化气、仪表空气、事故氮气、精脱硫塔合成气、CO₂排放尾气、富硫气、酸性气等组份相对简单且相应组分纯度较高的气体、不含硫或含微量硫组份的气体、含硫等腐蚀性强的气体需要采样工具具备气密性好、吸附性弱,耐腐蚀性能好。因此,可以选用锡箔袋、钢

瓶等采样工具。

对于分析组分为永久性气体的样品, 可选用钢瓶、锡箔袋、球胆等采样工具。

负压气体采样, 需要借助一专门抽气泵或抽气装置(如双联球)将管线内气体抽出至采样容器内, 需反复多次置换抽气泵或采样器, 以尽可能取得有代表性的样品。

无论正压气体还是负压气体, 我们都应该根据实际情况需要, 甚至考虑分管路部位、分时刻进行采样工作。

4. 采样线路设计的安全性(以液体产品采样线路设计为例)

(1) 液体单阀采样器采样路线设计

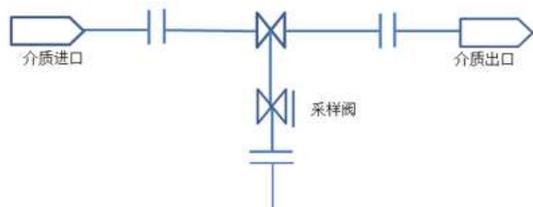


图1 液体采样简易流程图

(2) 设计后的液体采样流程图

进行以下设计及改造后的采样流程图, 其具体采样操作如图所示:

①采样前, 先打开排液阀对管线内的残余液体进行排空后, 关闭排液阀;

②依次打开进口阀、减压阀、循环阀、排空阀, 对管线进行置换;

③关闭循环阀, 打开钢瓶进口针阀、钢瓶出口针阀, 对采样钢瓶进行置换;

④关闭钢瓶出口针阀, 待压力表示数稳定、基本无变化时, 说明钢瓶内物料已采满, 关闭钢瓶进口阀、进口阀1#;

⑤打开循环阀, 排除管线内残存的液体, 待压力表示数为零时, 说明已排尽, 依次关闭进口阀2#、减压阀、循环阀、排空阀;

⑥打开排液阀, 将气液分离罐中的液体排净后关闭排液阀;

⑦确认所有阀门关闭后, 离开。

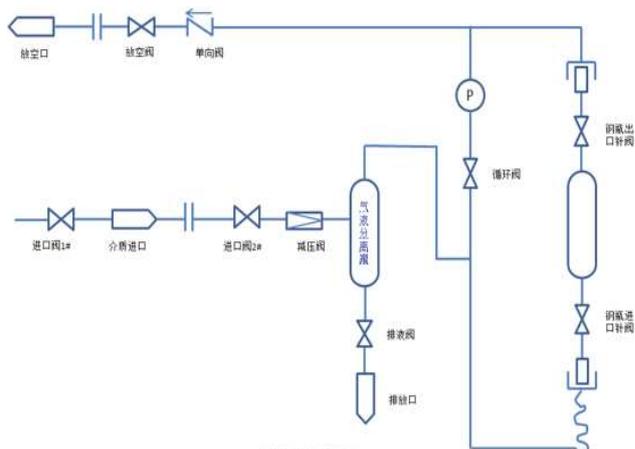


图2 设计后的液体采样流程图

5. 设计前后采样流程图说明

对比液体单阀采样器采样路线设计(图1)和设计后的液体采样流程图(图2), 图1中采样前只需打开采样阀, 连接采样器即可, 基本没有考虑采样的安全性以及样品的特殊性要求, 因此, 可以进行图2有关项的设计及改造, 以控制物流流速、流量、压力, 充分考虑样品的特殊性要求以及提高采样工作整体的安全性。

三、结论

安全采样是采样工作的基础和保障, 做好个体防护措施, 根据样品特性以及分析组分的要求选择合适的采样工具, 并严格按预先设计好并实践检验合理的样品流程采样, 正确、规范地操作, 是所采得样品具有代表性的保障, 也为后续分析工作的准确性奠定可靠基础。

参考文献 (References):

[1]陈笑. 浅谈液体油品采样技术与采样安全[J]. 内蒙古石油化工, 2014(06): 21-27.
[2]陈笑. 浅谈化工产品检验采样的重要性[J]. 内蒙古石油化工, 2012(06): 120-125.
[3]程志臣, 王俊岭, 杨燕军, 冯顺利, 黄肖尉. 浅谈实验室采样过程中的HSE管理[J]. 石油化工环境保护, 2005(04): 30-35.