



中国石油高技能人才培养丛书

化工分析技师培训教程

(专业知识分册)

中国石油天然气集团公司人事部 © 编

石油工业出版社

中国石油高技能人才培养丛书

化工分析技师培训教程

(专业知识分册)

中国石油天然气集团公司人事部 编

石油工业出版社

内 容 提 要

本书为《中国石油高技能人才培养丛书》中的一本,主要讲述了化工分析中涉及的采样、石油化工工艺技术基础知识、石油产品检验项目与分析方法以及合成树脂、对二甲苯(PX)、对苯二甲酸(PTA)、聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)等相关化学物质的特性与化验室安全等内容,并介绍了科技论文的写作。

本书主要用于化工分析技师的培训,也可供工程技术人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

化工分析技师培训教程·专业知识分册/中国石油天然气集团公司人事部编. —北京:石油工业出版社, 2013.12

(中国石油高技能人才培养丛书)

ISBN 978-7-5021-9874-9

I. 化…

II. 中…

III. 化学工业—分析方法—技术培训—教材

IV. TQ014

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2013)第 269112 号

出版发行:石油工业出版社

(北京安定门外安华里 2 区 1 号 100011)

网 址: <http://pip.cnpc.com.cn>

编辑部:(010) 64523582 发行部:(010) 64523620

经 销:全国新华书店

印 刷:北京中石油彩色印刷有限责任公司

2013 年 12 月第 1 版 2013 年 12 月第 1 次印刷

787×1092 毫米 开本:1/16 印张:17.75

字数:450 千字

定价:42.00 元

(如出现印装质量问题,我社发行部负责调换)

版权所有,翻印必究

《中国石油高技能人才培训丛书》

编 委 会

主 任：单昆基

副 主 任：任一村

执行主任：丁传峰

委 员：（按姓氏笔画排序）

王子云	左洪波	吕凤军	刘 勇	刘德如
杨 锋	杨静芬	李世效	李建军	李孟洲
李钟磐	李保民	李超英	李禄松	何 波
张建国	陈宝全	尚全民	周宝银	徐进学
高丽丽	高 强	耿丽枫	崔贵维	韩贵金
傅敬强	霍 良			

前 言

为加快高技能人才知识更新，提升高技能人才职业素养、专业知识和解决生产实际问题的能力，进一步发挥高端带动作用，在总结“十一五”技师、高级技师跨企业、跨区域开展脱产集中培训的基础上，中国石油天然气集团公司人事部依托承担集团公司技师培训项目的培训机构，组织专家力量，历时一年多时间，将教学讲义、专家讲座、现场经验及学员技术交流成果资料加以系统整理、归纳、提炼，开发出首批 15 个职业（工种）高技能人才培训系列教材，由石油工业出版社陆续出版。

本套教材在内容选择上，突出新知识、新技术、新材料、新工艺等“四新”技术介绍，重视工艺原理、操作规程、核心技术、关键技能、故障处理、典型案例、系统集成技术、相关专业联系等方面的知识和技能，以及综合技能与创新能力的知识介绍，力求体现“特、深、专、实”的特点，追求理论知识体系的通俗易懂和工作实践经验的总结提炼。

本套教材是集团公司加快适用于高技能人才现代培训技术和特色教材开发的有益尝试，适合于已取得技师、高级技师职业资格的人员自学提高、研修培训、传承技艺使用，也适合后备高技能人才超前储备知识使用，同时，也为现场技术人员和培训机构提供了一套实践参考用书。

《化工分析技师培训教程（专业知识分册）》由中国石油辽阳石化机电仪培训中心组织编写，刘殿丽任主编，参加编写的人员有于波、郑立梅、韩靖、孙颖、李华文、王明刚、陈金彪、蒋国亮、赵波、荣小晶、李大为、戴红艳、赵晓明、段薇薇、张虹、潘福亮，参加审定的人员有中国石油炼油与化工分公司林炯、兰州石化公司薛珍、抚顺石化公司戴红艳等。

由于编者水平有限，书中错误、疏漏之处在所难免，请广大读者提出宝贵意见。

编者

2013 年 8 日

目 录

第一章 采样	1
第一节 采样的分类	1
第二节 石油化工产品的采样	2
第三节 检验样品的制备	14
第四节 样品的保留	16
第五节 密闭在线采样器	17
第二章 石油化工工艺技术基础知识	20
第一节 原油蒸馏技术	20
第二节 原油热加工技术	25
第三节 催化裂化	27
第四节 催化重整	28
第五节 加氢技术和制氢	33
第六节 炼厂气加工技术	39
第三章 石油产品及其分析方法	41
第一节 石油产品及其分类	41
第二节 石油产品分析方法	43
第四章 合成树脂及塑料	71
第一节 概述	71
第二节 聚乙烯工艺技术简介	72
第三节 聚丙烯工艺技术简介	77
第四节 合成树脂与塑料测试的特点及其影响因素	82
第五节 塑料试样制备、状态调节和试验的标准环境	84
第六节 热塑性塑料常规分析项目及分析方法	90
第五章 对二甲苯 (PX)	104
第一节 概述	104
第二节 对二甲苯工艺技术	105

第三节 PX 分析检验	107
第六章 精对苯二甲酸 (PTA)	128
第一节 概述	128
第二节 PTA 工艺主要生产过程	128
第三节 PTA 产品检验项目及分析方法	130
第七章 聚对苯二甲酸乙二醇酯 (PET)	141
第一节 概述	141
第二节 聚对苯二甲酸乙二醇酯工艺技术	141
第三节 聚对苯二甲酸乙二醇酯分析检验	143
第八章 精己二酸	162
第一节 概述	162
第二节 精己二酸工艺技术	162
第三节 精己二酸分析检验	164
第九章 涤纶短纤维和涤纶长丝	173
第一节 生产工艺简介	173
第二节 涤纶短纤维的检验方法	178
第三节 涤纶长丝的检验方法	180
第四节 涤纶纤维的检验要点	182
第十章 腈纶	186
第一节 概述	186
第二节 腈纶工艺技术	186
第三节 腈纶分析检验	188
第十一章 化验室安全	206
第一节 概述	206
第二节 化学品安全知识	207
第三节 实验室安全管理规程	215
第四节 安全分析	228
第五节 职业性危害、预防与应急处理	232
第六节 突发事件的预防与处理	245
第十二章 未知物剖析	251
第一节 未知物剖析技术的特点	251

第二节	未知物剖析研究的一般程序	252
第三节	一些常用的性能试验和组分的测定方法	254
第十三章	科技论文写作	260
第一节	科技论文的格式	260
第二节	科技论文范文	263
参考文献		273

第一章 采 样

采样是分析检验工作的第一道工序。在石油和石化企业，待测样品通常包括原材料、中控物料、产品和副产品；原料和产品都是大宗物料，中控物料是瞬时的。化验所用样品只有几克甚至更少，而分析结果必须能够代表全部物料的平均水平，因此，准确采集有代表性的样品就显得尤为重要。如果采样方法不正确，所采样品没有代表性，即使分析工作做得再好，也是徒劳的，分析就不可能起到生产工艺的“眼睛”作用，有时甚至会给装置生产控制和企业信誉带来严重后果。

第一节 采样的分类

一、石化企业产品的多样性

对于中国石油下属各个企业及其生产装置，由于协作分工、工艺技术及生产目的的不同，导致所需原料不同，产品也不尽相同。因此，化验员所能遇到的样品是各种各样的。如炼油企业通过加工原油，生产出汽油、柴油和石脑油；芳烃企业以重石脑油为原料，生产出苯、对二甲苯和固体产品精对苯二甲酸（PTA）等；烯烃企业通过裂解轻石脑油，生产出乙烯和丙烯以及固体产品聚乙烯（PE）和聚丙烯（PP）等；尼龙企业以苯为原料，生产精己二酸和尼龙 66 盐；聚酯工业以 PTA 为原料，生产各种用途的聚酯切片，等等。此外，在生产过程中，还有很多副产品如氢气、液化石油气、戊烷、环氧乙烷、石蜡、沥青、硫黄等。各种反应所需的催化剂、添加剂等化工三剂也需要采样分析。同时，生产装置需要大量循环冷却水，装置还要排放大量工业污水和废气等，需要检验的样品名目繁多。这就要求每名化验员要熟练掌握不同产品的理化特性及其采样方法和采样标准。

二、采样分类方法

采样分类方法有很多种，常见的分类方法有以下 4 种。

（一）按样品的形态分

按样品的形态分，采样可分为固体采样、液体采样与气体采样。这是最常见的一种分类方法。如精对苯二甲酸和聚酯切片的采样属于固体采样，铂重整催化剂的采样也属于固体采样。液体采样如苯、对二甲苯和汽油的采样以及 PTA 液体催化剂的采样等。气体采样如炼厂气的采样，有限空间作业的气体采样等。

（二）按石化企业的工艺流程分

按石化企业的工艺流程分，采样可分为原材料采样、中控馏出口采样和产品采样。原材料采样包括大宗原料采样、化工三剂采样，还包括各装置反应器进料控制口采样；可以是储罐采样和槽车采样，原材料要按规定保留样品。中控馏出口采样是指各装置所有馏出

口的采样,也称频率采样,包括中间检查罐采样,一般情况下样品只需保留至下一次频率采样。产品采样是指一个企业的所有主副产品的采样,产品需要全分析并且按规定保留样品。

(三) 按采样目的分

按采样目的分,采样可分为进厂检验采样、出厂检验采样、生产控制采样、检修作业采样和特殊目的采样。进厂检验采样是指以确定进厂物质是否满足合同约定特性为目的采样,包括各种牌号的润滑油进厂分析采样,工艺所需原料进厂分析采样,各种化工三剂进厂分析采样等。出厂检验采样是指所有出厂产品都要进行分析检验以判定产品等级为目的的采样,具有合格证的每批产品才能出厂。生产控制采样是指以满足工艺生产控制为目的的分析采样,包括频率采样和临时加样。检修作业采样是指在装置大检修、窗口检修和临时检修期间,采集有限空间气体分析氧气含量和可燃气体含量,保证检修人员的人身安全和容器动火作业安全的分析采样。特殊目的采样泛指为某一特定目的而进行的采样,如发生生产事故后,常常为调查事故原因而进行的采样,调查质量事故时所进行的采样等。

(四) 按样品的均匀程度分

按样品的均匀程度分,采样又可分为均匀样品采样和非均匀样品采样。石油及其产品大多是均匀的,采样和制样比较简单,按照相关标准执行即可获得有代表性的样品。如石油液体产品采样,不论是大罐采样和槽车采样等,采取例行样就会获得有代表性的样品。非均匀样品的采样和制样比较麻烦,而且人为误差大,如油水分离的样品,采样和分析误差都很大。油气混合的样品更难采样,如拔头油采样,馏程范围为 30 ~ 70℃,选择合适的采样方法尤为重要。

第二节 石油化工产品的采样

石油化工产品种类繁多,包括气体产品、液体产品以及固体产品。气体产品中代表性的有氢气、液化石油气和环氧乙烷等,液体产品代表性的有汽油、柴油、石脑油、苯和对二甲苯等,固体产品主要有精对苯二甲酸(PTA)、聚乙烯、聚丙烯、聚酯、尼龙和合成橡胶等。产品种类不同,采样方法也不尽相同。

一、石油化工产品的采样标准

在石油和石化行业,不同类别的产品采样都有相对应的国家标准或行业标准。通常采样误差又大于分析误差,因此,每名化验员采样时应严格执行相关的采样标准,详见表 1-1。

表 1-1 采样标准

标准号	标准名称	适用范围	主要内容	相关性
GB/T 6678	化工产品采样总则	所有化工产品	采样术语、采样目的、采样基本原则、采样方案、采样技术与采样安全	为其他标准服务
GB/T 3723	工业用化学产品采样安全通则	所有化工产品	安全注意事项	在安全方面,适用于其他标准
GB/T 6679	固体化工产品采样通则	固体化工产品	固体化工产品的采样技术、样品制备和采样报告	

续表

标准号	标准名称	适用范围	主要内容	相关性
GB/T 6680	液体化工产品采样通则	常温至 100℃ 的常压或接近常压的液体化工产品	术语、采样基本要求、采样方案、采样设备和操作方法	
GB/T 4756	石油液体手工取样法	原油、石油及其液体产品；不适用于具有特殊性质的石油产品	术语、取样原则、取样设备、安全注意事项、取样方法与样品制备	GB/T 6680 的补充和延续
GB/T 6681	气体化工产品采样通则	气体、液化气体化工产品	气体采样的基本原理、采样方案、采样设备和采样技术	

有些产品采样还要执行特定标准，如液化石油气采样执行 SH/T 0233—1992《液化石油气采样法》，工业用乙烯采样执行 GB/T 13289—1991《工业用乙烯液态和气态采样法》。

二、芳烃装置产品的采样

（一）芳烃装置主要产品的理化性质

芳烃装置的主要产品有苯（B）、对二甲苯（PX）和邻二甲苯（OX），副产品有氢气（H₂）、液化石油气（LPG）、戊烷（C₅）、抽余油和 C₁₀ 芳烃等，主要原料有重石脑油和外购二甲苯。

石油苯类产品理化特性见表 1-2。

表 1-2 石油苯类产品理化特性

项目	苯	邻二甲苯	对二甲苯
英文名称	benzene	o-xylene	p-xylene
代号	B	OX	PX
密度, g/cm ³	0.879	0.879	0.868
分子式	C ₆ H ₆	C ₈ H ₁₀	C ₈ H ₁₀
相对分子质量	78.11	106.17	106.17
沸点, ℃	80.1	144.4	138.4
冰点, ℃	5.51	-25.2	13.26
爆炸极限 %（体积分数）	1.5 ~ 80	1.1 ~ 6.4	1.1 ~ 7
溶解性	溶于乙醇、丙酮等有机溶剂但不溶于水	溶于乙醇、丙酮等有机溶剂但不溶于水	溶于乙醇、丙酮等有机溶剂但不溶于水
外观	无色透明，易挥发，易燃液体	无色透明，易燃液体	无色透明，易燃液体
气味	芳香香味	—	有类似甲苯的芳香气味
主要用途	苯是合成橡胶、合成树脂、合成纤维、合成药物和农药的重要原料，也可以作动力燃料及涂料，橡胶的溶剂等	—	主要用于生产精对苯二甲酸（PTA）和对苯二甲酸二甲酯（DMT）
毒性	神经毒物	—	—

（二）芳烃装置主要产品的采样

1. 采样器具

样品容器：具塞磨口玻璃瓶（容积为 500mL、1000mL 或 2500mL，视分析项目和留样量而定）。

采样器：加重采样器，详见 GB/T 4756—1998。

防静电采样绳，15m 以上。

其他：采样筐（盛放样品瓶），防静电 F 扳手，废液桶（3L）。

2. 苯类产品的储罐采样

1) 术语解释

活罐：指正处于收付状态的储罐。当储罐处于活罐状态时，罐内含有大量的挥发性介质，严禁取样。

氮封：在储罐内介质的上部空间通入氮气，避免储罐内的介质挥发，减小火灾危险。

内浮顶储罐：内浮顶储罐是带罐顶的浮顶罐，也是拱顶罐和浮顶罐相结合的新型储罐；外部为拱顶，内部为浮顶。内浮顶储罐具有其独特优点：一是与浮顶罐比较，因为有固定顶，能有效地防止风、沙、雨、雪或灰尘的侵入，绝对保证储液的质量。同时，内浮盘漂浮在液面上，使液体无蒸气空间，减少蒸发损失 85% ~ 96%；减少空气污染，降低着火爆炸危险，发生火灾一般不会造成大面积燃烧，易于保证储液质量，特别适用于储存高级汽油和喷气燃料及有毒的石油化工产品；由于液面上没有气体空间，故可减少罐壁罐顶的腐蚀，从而延长储罐的使用寿命。二是在密封相同的情况下，与浮顶相比可以进一步降低蒸发损耗。

2) 储罐采样的准备工作

由于三苯都是神经毒物，苯系物有致癌作用。因此，采样者一定要做好安全防护工作。采样者应佩戴劳动保护用品与防护用品，如护目镜、耐油手套和滤毒半面罩等；准备好采样器具；弄清楚待采大罐的基本情况，如罐量、位号、样品的理化特性、是否有氮封以及是否为“活罐”；准备一个小废油桶。

3) 储罐采样过程

上罐前，采样者应触摸大罐扶手释放静电；在罐顶平台，采样者应站在上风口；侧身打开罐盖，头部不要正对罐口；将系有防静电采样绳的加重采样器缓慢放入罐内；用采集的样品置换采样瓶 3 次；由于苯类样品是均匀的，可以采集例行样品，即加重采样器匀速降落至罐底部，再以同样速度提升回罐顶所采集的样品为代表性样品；一次采两瓶，一瓶用于分析，另一瓶用作保留样品；贴好采样标签。

4) 储罐采样注意事项

大罐采样除应遵循 GB/T 4756—1998《石油液体手工取样法》和 GB/T 3723—1999《工业用化学产品采样安全通则》以及 GB/T 6680—2003《液体化工产品采样通则》3 个标准的要求和注意事项外，还应特别注意以下几点：

（1）认准罐号。

（2）活罐严禁取样。

（3）雷雨、暴风雪天气严禁取样。

（4）氮封罐取样，应先关氮气后再取样，取样时应侧身避免含有油气的氮气熏人

窒息。

- (5) 有拌热罐取样也要侧身，避免油气熏人窒息。
- (6) 置换的样品不能倒在罐外，应倒在废液桶内。
- (7) 采样后将大罐盖上。
- (8) 采样器和采样瓶都要专用。
- (9) 采样者应站在上风口。

5) 储罐采样误差及削减措施

由于苯类液体产品在静止状态时是均匀的，因此采集大罐样品时，可以采集例行样进行分析。例行样采样详见 GB/T 4756—1998。

当分析苯类样品水含量时，不能从罐底取样，否则结果偏大。当分析苯类样品硫含量时，如果硫分析结果太大，应对大罐进行上、中、下三点采样，或单独分析或混成组合样分析。冬天采集冰点低的样品，因结晶，采样瓶和采样器都要专用，采样前都要处理干净，否则结果会异常。

3. 苯类产品的槽车采样

1) 槽车采样的准备工作

采样者应佩戴好劳动保护用品与防护用品，如护目镜、耐油手套和滤毒半面罩等；准备好采样器具；弄清楚待采槽车的基本情况，如槽车数量、栈台位号、样品的理化特性和鹤位是否对齐等。

2) 槽车采样过程

(1) 采样者到达现场后，要核对好车号和产地（罐号等），相同产地的放在一个样品瓶内。

(2) 如果罐位对准，则经栈台上槽车顶部平台逐车采样；如果罐位没对准，则从每节槽车的梯子上槽车顶部平台采样。打开槽车顶盖，侧身将加重采样器缓慢放入槽车底部再拉起，置换样品瓶 3 次，视槽车数量和样品瓶的容积确定各车的采样量，将各车采集的样品混在样品瓶内。

(3) 每车采完样品都要盖好槽车顶盖，然后样品瓶贴好标签。

3) 槽车采样注意事项

(1) 槽车采样必须逐车取样，相同产地槽车样品放入同一采样瓶内，不能弄混。

(2) 采样者要注意采出的样品外观是否异常（如发黏、浑浊等），若发现异常，应及时通知调度。

(3) 采样者到达油品站台后应先逐车核对车号及产地，无误后方可上槽车取样。

(4) 采样者上槽车顶部（特别在雨雪天气时）一定要小心，防止摔倒。

(5) 当槽车不对位时，采样者直接从槽车底部爬上，严防坠落。

(6) 清洗采样瓶时发生的废液倒回槽车内。

(7) 采样后应将槽车顶盖盖好。

(8) 采样者应站在上风口。

4) 事故案例

1998 年，西部某石化公司芳烃厂发生一起重大质量事故。事故经过：该公司外购一批混合二甲苯（30 车），当班调度王某在没有核实车号的情况下，通知栈台配合中心化验室进行采样及分析检验。中心化验室班长徐某和化验工王某是第一次采集外购槽车样品，没有

经验,他们也没有核对产地和车号,并且没有逐车取样,分析合格后栈台卸车。不久,该批外购混合二甲苯被送入芳烃联合装置的吸附分离单元,结果造成吸附分离单元停车。原来30车槽车里有5车乙二醇,乙二醇致吸附剂全部失效,经济损失达2亿元。

4. 氢气的采样

1) 氢气的理化特性

氢气在常温、常压下为无色、无臭、无毒可燃性气体;密度比空气小,标准状况下,1L氢气的质量是0.0899g;氢气难溶于水;在1标准大气压下,温度为 -252.87°C 时,氢气可转变成无色的液体; -259.1°C 时,变成雪状固体。常温下,氢气的性质很稳定,不容易跟其他物质发生化学反应。但当条件改变时(如点燃、加热、使用催化剂等),情况就不同了。如氢气被钨或铂等金属吸附后具有较强的活性(特别是被钨吸附),空气中的燃烧极限:5%~75%(体积分数)。

2) 采样器具

样品容器:球胆、气袋或采样钢蛋。

采样工具:防静电F扳手、防静电活扳手以及氢气减压器。

3) 氢气采样过程

氢气采样分为瓶装氢气采样和输送管道氢气采样,所采的氢气样品称为部位样品或间断样品,详见《气体化工产品采样通则》(GB/T 6681—2003)。

瓶装氢气通常指高纯氢气。采样时,首先在钢瓶上安装氢气减压器,将气袋与氢气减压器连好(注意反口),然后用防静电活扳手缓慢打开钢瓶顶阀,轻轻转动减压器阀杆放出氢气。气袋用氢气置换三次后采集氢气,在置换过程中,气袋口必须在氢气流中。

在石油化工行业,大量氢气通常由炼油厂和芳烃重整装置生产,经氢气提纯装置(PSA)提纯,氢气纯度最高可达99.999%。氢气通常采用管道运输。采集管道中氢气时,应慢慢开启连接装置主管线的采样管线上的采样阀,视采样管线的长度排空几分钟,关闭采样阀,把气袋连接在采样阀上,慢慢开启阀门,置换气袋三次后采集氢气。在置换过程中,气袋口必须在氢气流中。

4) 采集氢气样品注意事项

采集氢气样品应严格执行GB/T 6681—2003,还应注意以下几点:

(1) 采集氢气样品时应关闭手机。

(2) 采集氢气样品时应使用防爆扳手。

(3) 采集高温高压含氢气体时,采样者应侧身缓慢开启采样阀门,避免氢气因流速太快与空气摩擦产生静电而发生火灾。

(4) 采集氢气含量低的含氢气体时,气体排空后务必用滤纸试出样口无油后再采样。

(5) 采集氢气含量低的含氢气体时,最好采用不锈钢采样钢蛋采样,杜绝用球胆采样。

(6) 采集富含硫化氢的氢气样品时,采样者要佩戴自给式空气呼吸器和防护手套。

(7) 采样者应站在上风口。

5) 事故案例

2002年8月27日,化验员韩某采集重整提纯氢气SN255。当时,采样阀有点紧,韩某第一次用力没打开,她再一次用力将阀打开,氢气快速流出,几秒后,喷出的气流开始着

火。面对采样口喷火的紧急情况，她没有慌张，急忙关闭采样阀，火被扑灭。

6) 氢气采样误差及其削减措施

(1) 当分析氢气中微量硫化氢和氯化氢时，应在现场采样分析。拿回化验室分析所得分析结果偏小。

(2) 当分析氢气中微量二氧化碳和氧氮含量时，在气袋置换过程中，要保证气袋口始终置于氢气流下，否则分析结果会偏高。

(3) 在采集氢气样品时，务必排空采样管线内残留氢气，否则分析结果偏差会很大。

(4) 采集低含量氢气样品时应使用钢蛋或气袋采样，不要用球胆采样，否则烃类及其他杂质易被吸附，测量结果会偏低。采样后应尽快分析样品。

5. 戊烷的采样

1) 戊烷的理化特性

戊烷有3种同分异构体：正戊烷（沸点 36℃）、异戊烷（2-甲基丁烷，沸点 28℃）和新戊烷（2,2-二甲基丙烷，沸点 10℃）。戊烷通常指正戊烷，即其直链异构体，相对密度（水=1）为 0.626，饱和蒸气压为 53.32kPa（18.5℃），爆炸极限为 1.7% ~ 9.8%（体积分数），无色液体，有微弱的薄荷香味，极度易燃；微溶于水，溶于乙醇、乙醚、丙酮、苯、氯仿等多数有机溶剂；化工上主要用作溶剂，制造人造冰、麻醉剂，合成戊醇、异戊烷等；高浓度可引起眼与呼吸道黏膜轻度刺激症状和麻醉状态，甚至意识丧失；慢性作用为眼和呼吸道的轻度刺激；可引起轻度皮炎。

2) 采样器具

样品容器：具塞磨口玻璃瓶（容积为 500mL 和 1000mL）。

采样工具：防爆 F 扳手。

其他工具：保温桶和碎冰块、胶带纸。

3) 戊烷采样过程

戊烷常温下呈液态，因此采样应按液态方式采样。但由于戊烷沸点太低，极易挥发，样品在采样、运输和储存的过程中要采取措施防止样品挥发。

首先准备好采样器具，佩戴好劳动保护和防护用品。到达现场采样点后，轻轻打开采样阀，置换采样瓶 3 次后采样。采样后关好采样阀，立即用胶带纸密封瓶口和瓶塞。贴好标签后将采样瓶置于盛有碎冰的保温桶中，碎冰要没过瓶盖。

三、精对苯二甲酸（PTA）装置原料及产品采样

PTA 装置生产所涉及的外购化工原料有醋酸、醋酸钴、醋酸锰、氢溴酸、醋酸正丙酯，最终产品为 PTA 粉末。

（一）PTA 装置主要原料及产品的理化特性

1. 醋酸的理化特性

分子式：C₂H₄O₂，相对分子质量：60.05，无色液体，有刺激性气味，熔点：16.6℃，闪点：41.7℃，沸点：118.1℃，自燃点：516℃，爆炸极限：5.4% ~ 19.9%（体积分数）。

2. 醋酸钴的理化特性

分子式：Co（CH₃COO）₂·4H₂O，相对分子质量：255.13，紫红色晶体，熔点：140℃，易溶于水。

3. 醋酸锰的理化特性

分子式： $\text{Mn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ，相对分子质量：245.10，粉红色晶体，熔点：137℃，易溶于水。

4. 氢溴酸溶液的理化特性

分子式： HBr ，无色或淡黄色透明液体，浓度：48%（质量分数），具有强腐蚀性，沸点：124℃，熔点：-11℃，易溶于水。

5. 醋酸正丙酯的理化特性

分子式： $\text{C}_5\text{H}_{10}\text{O}_2$ ，相对分子质量：102.13，熔点：-95℃，闪点：13 ~ 14℃，沸点：102℃，低毒，微溶于水。

6. PTA 的理化特性

分子式： $\text{C}_6\text{H}_4(\text{COOH})_2$ ，相对分子质量：166.13，熔点：384 ~ 421℃，升华点：402℃，自燃点：680℃，爆炸极限：60% ~ 83%（体积分数）。

（二）PTA 产品的采样

1. 装置馏出口采样

PTA 装置馏出口的采样点位于干燥机出口处，通过自动采样器进行采样。采样器由仪表控制阀进行控制，每间隔 1800s，阀开启一次，每次开启时间持续 5s，PTA 粉末以大约 80kPa 的压力喷出，由封闭的盛样桶收集。采样人员每隔 4h 收集一次样品，收集的样品盛装在聚乙烯雌雄袋内，密封保存。

2. 包装袋取样

采样时用采样探子从包装袋中按一定的角度插入物料。插入时，把探子转动两三次，使物料均匀地进入探子，小心地把探子抽回，再将探子内的样品物料倒入聚乙烯雌雄袋内，密封保存。

3. 采样工具

（1）自动采样器：分为间歇式自动采样器、连续式自动采样器与输送带用的自动采样器。PTA 装置馏出口的自动采样器为连续式自动采样器，样品提取器的管子配有与样品类型相适合的孔，物料通过管子沿管子运动，进入样品收集器内。

（2）采样探子：大致分为开放式和可封闭式采样探子。开放式采样探子是由一根金属管构成，材质是钢、铜、合金等。管子的一端有一个 T 形手柄，另一端有一个锥形钝点，管子的一侧切掉，使金属管呈 U 形。可封闭式采样探子是由两根紧密配合的金属管构成，外管的一侧切一个槽子，内管的一侧相应地切开一组槽子。采样时，内外管的槽子同时开启，旋转内管，使样品进入探子，然后关闭外管槽子，从物料袋中抽出探子，完成取样。

4. 采样误差

（1）PTA 装置馏出口的自动采样器为连续式自动采样器。PTA 样品在输送管道中不断运动，采样器的样品提取器在管道中的位置以及提取器的类型对是否采集到具有代表性的样品起到决定性的作用。

（2）自动采样器控制阀开启的时间及样品喷出的压力直接影响采集样品量的多少。一般要保证每个频率采集的样品量为 1 ~ 2kg。

（3）自动采样器的样品收集器即盛样桶一般都要封闭在收集箱内，这样可以保证样品的清洁无污染。

(4) 用采样探子从包装袋中取样, 探子插入物料中的角度与深度决定了采集的样品是否均匀并具有代表性。为了实现采集的样品均匀且具有代表性, 最好采用多个角度、不同深度取样, 然后将采集的样品充分混合, 作为最终采集的样品。

5. 样品制备

1) 手工混合

采集回来的样品用手工方法进行充分混合, 然后分装成两份, 一份分析用, 另一份作为保留样品。

2) 样品制备误差

当 PTA 样品运动时, 颗粒会带有静电, 使得颗粒之间互相吸附, 造成样品分散不均匀, 为测定带来误差。为避免这种现象, 最好不要在聚乙烯袋内直接混合样品。可以将样品倒在洁净的滤纸上, 用样品勺充分搅拌, 禁止用勺子碾压样品, 造成样品颗粒粉碎, 影响测定。

6. 样品保留

(1) PTA 样品保留在可封闭的聚乙烯雌雄袋中, 注意袋口要封紧, 将封闭好的样品做好标识, 存放在阴凉、通风、干燥的房间内, 远离火种和热源, 不得与氧化剂、酸碱类物品一起存放。

(2) PTA 样品保留期一般为 6 个月。

7. 采样注意事项

(1) PTA 为易燃物质, 遇高热明火或与氧化剂接触有燃烧的危险。采样时, 禁止产生静电、火花等。

(2) PTA 粉尘具有爆炸性。采样时要采取防护措施, 避免样品泄漏和粉尘堆积。

(3) PTA 属于低毒类物质, 对皮肤和黏膜有一定的刺激性作用, 采样时避免直接接触。

(三) PTA 装置液体化工原料采样

PTA 装置生产所需要的外购液体化工原料主要有醋酸, 醋酸钴、醋酸锰、氢溴酸混合液体催化剂, 醋酸钴水溶液, 醋酸锰水溶液, 氢溴酸以及醋酸正丙酯。

1. 槽车采样

常温下, 上述液体化工原料为流动态单相均匀液体, 一般用槽车运输外购进厂。采样时, 可以用采样瓶从槽车顶部进口放入槽车内, 放到所需位置, 采集上、中、下部位样品, 并按一定的比例混合成平均样品, 也可以采全液位样品, 详见《液体化工产品采样通则》(GB/T 6680—2003)。

当采样温度低于 16℃ 时, 醋酸会形成结晶。采样前, 需要加热熔化并用机械搅拌均匀才能采样。

2. 储罐采样

对于立式圆形储罐采样, 例如醋酸和醋酸正丙酯, 可以从储罐顶部进口采样。把采样瓶从罐顶部进口放入, 降到所需位置, 分别采集上、中、下部位样品, 等体积混合成平均样品。

对于无采样口的储罐采样, 例如混合液体催化剂、醋酸钴水溶液、醋酸锰水溶液, 可以从排料口直接采样。采样前必须进行机械搅拌, 罐内物料混合均匀后才能采样。

3. 桶装采样

氢溴酸一般采用塑料桶装, 体积约 200L。在搅拌均匀后, 用采样管采集混合样品。