

符青灵 王 森 主编

在线分析仪表工 工作手册

ONLINE ANALYTICAL INSTRUMENTS
WORKING MANUAL



化学工业出版社

符青灵 王 森 主编

在线分析仪表工

常州大学
藏书章
工作手册



化学工业出版社

· 北 京 ·

图书在版编目 (CIP) 数据

在线分析仪表工工作手册/符青灵, 王森主编. —北京: 化学工业出版社, 2013. 5
ISBN 978-7-122-16864-1

I. ①在… II. ①符…②王… III. ①分析仪器-技术手册 IV. ①TH83-62

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2013) 第 060048 号

责任编辑: 宋 辉

文字编辑: 汲永臻

责任校对: 蒋 宇

装帧设计: 关 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: 北京永鑫印刷有限责任公司

装 订: 三河市万龙印装有限公司

850mm×1168mm 1/32 印张 21 字数 594 千字

2013 年 7 月北京第 1 版第 1 次印刷

购书咨询: 010-64518888 (传真: 010-64519686) 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: 88.00 元

版权所有 违者必究

前言

本书是专为从事在线分析仪表现场维护工作的技术工人编写的工具书。本手册的突出特点是书中的内容融入了我与我的同事们从事在线分析仪表现场维护工作的大量心得与体会,贴近现场技术工人的实际需要。本书适合的读者还包括:从事在线分析仪表技术管理工作的工程技术人员、从事在线分析仪表系统集成的技术人员、大专院校与技工学校相关专业的学生等。

(一)

本手册共6章,各章主要内容简介如下:

第1章介绍与在线分析仪表工作有关的基础知识,包括一些基本概念、工作现场常见毒物的性质与防护、分析小屋联锁报警系统、蒸气压的有关问题等。

第2章介绍了目前常用的一些在线分析仪器,如气体组分分析仪、水质分析仪、环境监测分析仪的原理与结构。

第3章介绍了在线分析仪表应用的部分典型工况与样品条件。介绍的工艺装置包括炼油企业的常减压蒸馏、催化裂化、化工企业的裂解、聚合、化肥行业的煤气化、合成氨等。

第4章不仅介绍了包括催化再生烟气样品处理系统、S-Zorb装置闭锁料斗排气样品处理系统在内的几个有代表性的样品处理系统,还介绍了几种常见的样品处理系统组成和汽油调合装置的在线分析仪表系统。

第5章的维护作业指导书介绍了对色谱分析仪、CEMS系统、硅酸根离子分析仪等分析仪表系统进行维护作业时的安全注意事项、分析系统投用、停用、校验步骤与仪表的定期维护计划等内容。

第6章收集了编者在实际工作中遇到过的在线分析仪表与系统

故障处理部分典型案例，包括裂解气的样品处理系统改进、熔融指数分析仪的修复、色谱分析仪故障处理等，其中大部分内容是对样品处理系统的改进。

(二)

本手册各章的编写人员：

第1章 符青灵、王森、金义忠；

第2章 王森、符青灵、简宏；

第3章 王森、符青灵；

第4章 符青灵、王森；

第5章 符青灵、何伟君、马锁良、罗海涛、黄鹤、钟洋、梁永祥；

第6章 符青灵、曹志成、杨金城、郝成立、陈茂龙、崔福军、岳茂平、马伟、吴予平、马明华、王明泉、魏正森、刘军华、郭建明、杨新乔、孙浩丰、马锁良、马亚军。

参与本手册编辑的其他人员还有：葛文学、张英涛、黄汉荣、李为民、郑卫权、罗新、刁天耀等。

(三)

本手册能顺利完成，首先得益于我在广州石化长期从事在线分析仪表技术工作的经历，得益于广州石化各级领导与同事的鼓励、鞭策和指导，我对此深怀感激。在本书的编写过程中，得到了王森老师的无私帮助，广州石化组织劳人部王京华部长对部分章节进行了审阅并提出了很好的建议，在此一并表示真诚的感谢。在这里也要对提供仪表技术资料的生产厂家表示诚挚的谢意。最后我要对我的妻子和女儿说：感谢你们在本手册的编辑过程中一直以来对我的陪伴、关怀和照顾，你们永远是我最近的爱人。

由于水平的限制，手册中肯定存在一些不足之处，恳请读者批评指正。

符青灵

目 录

第1章 基础知识 1

1.1 在线分析有关概念	2
1.2 仪表的防爆与防护	8
1.3 几种常见毒物及防护	17
1.4 标准气体与辅助气体	39
1.5 有关饱和蒸气压的几个问题	50
1.6 分析小屋的连锁报警系统	56
1.7 仪表的校验	64
1.8 操作安全注意事项	65

第2章 常用在线分析仪器原理结构简介 67

2.1 红外线气体分析器	68
2.2 氧分析器	87
2.3 热导式气体分析仪器	124
2.4 过程气相色谱仪	132
2.5 半导体激光气体分析仪	164
2.6 微量水分仪	173
2.7 可燃性、有毒性气体检测报警器	191
2.8 烟气排放连续监测系统 (CEMS)	211
2.9 工业电导仪	237
2.10 工业 pH 计	248

2.11	溶解氧分析仪	264
2.12	硅酸根、磷酸根、联氨分析仪	274
2.13	COD、TOC、氨氮与 UV 法在线分析仪	284
2.14	紫外荧光法、X 射线荧光法总硫分析仪	297
2.15	在线馏程分析仪	311
2.16	倾点分析仪	316
2.17	基于振动式传感器的在线分析仪器与应用 系统	321

第3章 在线分析仪表应用的典型工况与样品条件 333

3.1	石油炼制工艺流程简介	334
3.2	原油的初加工——常减压蒸馏装置	344
3.3	催化裂化装置	347
3.4	新建硫黄回收装置工艺流程简介	353
3.5	重油催化再生烟气脱硫装置	359
3.6	催化重整装置工艺流程	362
3.7	S-Zorb 装置介绍	364
3.8	环氧乙烷与乙二醇工艺	367
3.9	合成氨、甲醇生产工艺	373
3.10	空分装置	385
3.11	锅炉用水和循环冷却水水质监测	390
3.12	乙烯装置工艺流程简述	400
3.13	转炉煤气回收	402
3.14	PTA 装置	404
3.15	丁二烯抽提装置	407
3.16	烯烃聚合装置	410
3.17	水煤浆加压气化制气工艺	414

第4章 典型样品处理系统及操作维护 421

4.1	重油催化裂化装置再生烟气取样和样品
-----	-------------------

处理系统	422
4.2 乙烯裂解气取样和样品处理系统	431
4.3 硫黄回收装置反应尾气比值分析仪样品 系统	436
4.4 S-Zorb 装置闭锁料斗排气样品系统	442
4.5 催化重整装置再生烟气氧含量分析系统	447
4.6 丁二烯装置样品处理系统	452
4.7 合成氨装置转化、变换高温高含水样品 处理系统	456
4.8 炼铁高炉炉顶气取样和样品处理系统	460
4.9 几种基本的样品处理系统	464
4.10 汽油调合装置在线质量监测系统	470

第5章 典型在线分析仪表与系统维护作业指导书 — 481

5.1 聚乙烯装置循环气在线色谱分析系统维护 作业指导书	482
5.2 汽油调合装置在线总硫分析仪维护 作业指导书	490
5.3 烟气排放连续监测系统维护作业指导书	500
5.4 在线氧化锆分析仪维护作业指导书	512
5.5 在线氨氮分析仪维护作业指导书	518
5.6 倾点分析系统维护作业指导书	527
5.7 全馏程分析系统维护作业指导书	531
5.8 可燃气体监测报警器作业指导书	540
5.9 气体检测系统维护作业指导书	543
5.10 聚丙烯装置熔融指数仪维护作业指导书	547
5.11 在线硅酸根离子分析仪维护作业指导书	554

第6章 在线分析仪表及系统故障处理实例 — 561

6.1 颗粒物监测仪的两类故障	562
-----------------------	-----

6.2	乙烯裂解气在线分析系统存在问题	565
6.3	乙烯裂解气在线质谱分析取样系统常 见故障及改进方案	571
6.4	MAXUM-II 色谱分析仪故障	576
6.5	西门子工业色谱仪 50 阀的维修	580
6.6	高温气体分析成套系统的改进	587
6.7	Prima DB 质谱仪稳定运行的技术措施	590
6.8	880-NSL 尾气分析仪故障	597
6.9	HZ3810 型气相色谱仪故障分析与处理	599
6.10	热值分析仪点火故障的检查与处理	603
6.11	W802 型硫化氢 (总硫) 分析仪故障处理	606
6.12	氨厂甲烷化样品预处理装置的改进	610
6.13	广州石化进口倾点分析仪的修复改造	614
6.14	制硫装置烟气二氧化硫分析系统的改造	617
6.15	半水煤气氧含量分析仪预处理系统的改造	621
6.16	甲烷红外分析仪在制氢装置上的应用与 改进	625
6.17	聚丙烯在线熔体流动指数分析仪的恢复和 调试	629
6.18	烟气排放连续监测系统常见故障	638
6.19	在线硅酸盐连续分析仪故障及维护	641
6.20	在线蒸气压分析仪样品回收系统的改进	647
6.21	几种常见分析仪表故障	654

第1章

基础知识

1.1 在线分析有关概念

(1) 重复性

重复性 (repeatability) 是指由一个分析者用确定的试样, 在较短的时间间隔内和相同的条件下, 连续测量所得到结果的一致程度。重复性仅取决于仪器或系统的原理、设计及制造质量, 是分析系统本身的特性。

(2) 准确度

准确度 (accuracy) 是指多次测量 (一般是三次) 的平均值 $\bar{x}$ 与 (约定) 真值 μ 的符合程度, 以相对误差表示的准确度用式 (1-1) 表示:

$$\text{准确度} = \frac{\bar{x} - \mu}{\mu} \times 100\% \quad (1-1)$$

用作分析器衡量标准的标准气体, 其不确定度的最佳范围是 0.2%~1%, 根本达不到“真值”的标准, 只能勉强看作“约定真值”。

准确度不但取决于仪器和系统的重复性误差及稳定性 (漂移), 还受标准气体不确定度的制约。分析器作为计量仪器, 其检测准确度最受关注。

(3) 线性误差

线性误差 (linearity error) 又称非线性误差, 是指仪器实际读数与通过被测量的线性函数求出的读数之间的最大差异。

(4) 校准

校准 (calibration) 是指分析器分析一种或两种已知浓度与特性的标准物质 (例如标准气体或标准溶液), 然后将分析结果与标准物质的真值对照, 并对分析器进行调节, 以使分析结果与标准物质匹配一致的一组操作。

(5) 漂移

漂移 (drift) 是指分析器在工作条件下, 分析一个给定浓度的

标准物质, 在规定的时间内示值的变化。漂移的时间间隔可在 15min、1h、7h、24h、7d、30d、3 个月、6 个月等中选取。

(6) 代表性

代表性 (representativeness) 是指从一批物料中取样时, 对于被测变量, 样品能代表该批物料的程度。

(7) 滞后时间

滞后时间 (delay time, T_{10}) 是样品处理系统的一个技术指标。

样品保持在规定流量下流动, 从被测浓度或特性在系统入口端产生一阶跃变化时刻起, 到分析器入口的变化通过并保持超出其稳定态差值 10% 时刻的时间间隔。

一个具体的样品传输和处理系统的滞后时间很难在现场进行测定, 一般是按照标准规定的计算方法通过计算得到的。

(8) 响应时间

T_{90} 指在线分析器指示启动到最终值的 90% 的时间间隔。

整个分析系统的响应时间 (response time) 由样品处理系统的滞后时间和仪器的响应时间两部分组成。通常来说, 仪器的响应时间是无法改变的, 要加快系统的响应时间只能减少样品处理系统的滞后时间。

(9) 分压

分压 (partial pressure) 是含有气体混合物的密闭系统中总压力的一部分, 是单一组分的压力。

(10) 死体积

死体积 (dead volume) 是指样品处理系统某些部件的死空间, 如样品传输管道拐角处一条管子过长的堵头、样品容器中样品无法流动的死角落等, 在该处样品无法流动或流动速度过于缓慢。不适当的死体积易于造成样品组成的掺混污染问题, 或者会使样品传输滞后时间大为增加, 这是非专业性设计经常表现出的典型弊端。

(11) 再现性

再现性 (reproducibility) 是指在改变了的测量条件下, 对同一被测量的测量结果之间的一致性。

重复性和再现性的区别是显而易见的。虽然都是指同一被测量的测量结果之间的一致性，但其前提不同。重复性是在测量条件保持不变的情况下，连续多次测量结果之间的一致性；而再现性则是指在测量条件改变了的情况下，测量结果之间的一致性。

在线分析数据与实验室分析数据进行比对时，宜采用实验室分析方法的再现性指标对在线分析数据的准确性进行衡量。

(12) 水的露点

特定压力条件下，工艺介质中的水蒸气在一定温度下会冷凝出液滴，这个最先出现冷凝液时的温度就是该状态下水的露点（dew point）。

(13) 喷射器

喷射器（ejector）是利用流体（蒸气、水、空气等）的高速喷射功能来泵送另一种流体的装置或部件，它通过流体的高速喷射造成负压以抽吸另一种流体。利用蒸汽作动力源抽吸样品的喷射器也可称为蒸汽喷射泵，同样也有水喷式抽气泵或空气喷射泵。

喷射泵也可当做洗涤器使用，使样品和洗涤液更充分地直接混合。

(14) 旁路过滤器

旁路过滤器（bypass filter）是一种自吹洗过滤器，利用样品流的洗涤作用，带走或吹洗掉被滤下的污染物，如粉尘等。所以也称自洁式过滤器，仅占总体积中较小比例如（1/5）~（1/3）的流体流经过滤介质（过滤元件），因此才称为“旁路”。

(15) 终端过滤器

终端过滤器（end filter）是一种用于从气体中分离出液体或固体（或液体和固体），或从液体中分离固体的设备，全部流体都必须通过过滤介质，如过滤膜、过滤布、金属丝过滤网等。终端过滤器位于样品处理系统的下游，样品进入分析器之前的位置，常常并不是真正的终端，因此习惯上称后级过滤器或末级过滤器。

(16) 单向阀

单向阀（check valve）是一种止逆阀，实际上可使流体在一个方向上无约束流动，如果有相反方向的流动时，即自动关闭。

(17) 安全阀

安全阀 (relief valve) 是一种常闭阀门, 通常是以弹簧加压的。安全阀在某一设定的压力下开启, 避免系统或部件形成过高的压力。

(18) 薄膜

薄膜 (membrane) 是一种具有统一微小尺寸孔隙的惰性物质, 这些孔隙允许气体分子传输通过, 而粉尘和液体分子的传输受到约束和制约, 因为液体分子的表面张力会引起分子的凝结和凝聚, 形成尺寸远大于分子的分子群 (分子团或分子链), 薄膜常用于过滤, 习惯上也称为过滤薄膜。

(19) 吹扫

为防止过滤器发生堵塞, 常用压缩空气等介质对过滤器实施与样品流向相反的吹扫 (purge), 习惯上称为反吹或反吹扫。

(20) 气密性

样气处理系统和部件都不可能绝对无泄漏, 一般应经过气密性 (gas tightness) 试验, 并测定其气密性指标。气密性是在某特定试验压力下, 在规定时间内试验压力降低的数值。

(21) 层流

层流 (laminar flow) 是指流体不经过整体混合, 流经管子或管道的流动状态, 物质的运动方向朝着流动方向, 几乎没有垂直方向的流动。层流就是不发生湍动, 并以平行的层次流动。

(22) 湍流

湍流 (turbulence) 是指流体流经管道时, 速度的方向和幅度发生很大变化的不规则流动方式, 且流体能够完全充分混合。样品最好在湍流区或它的下游取样。层流状态的流体达到临界速度时, 会变为湍流。

(23) 堵塞

对一种物相的杂质过滤时, 过滤器的过滤孔被杂质堵塞 (blocking), 对样品流的阻力急剧增大。样品流的凝聚也可能使样品输送管线或部件发生堵塞。

(24) 阻火器

阻火器 (flame arrester) 应用在易燃气体监测过程当中的多孔隙屏障, 该多孔隙屏障透气但火焰无法通过和传播, 其目的在于遏制易燃气体混合物可能引起的燃烧或爆炸。阻火器采用铜、不锈钢或蒙耐尔合金粉末烧结而成。

(25) 检定 (验证)

检定 (验证, verification) 是由法制计量部门或法定授权组织按照检定规程, 通过实验, 提供证明来确定测量器具的示值误差满足规定要求的活动。

检定与校验的区别是: 校验是通过调整使仪器测量准确, 而检定是核实仪器是否准确的过程。

(26) 焦耳-汤普森热衰减效应

样品气压力急剧降低会形成热衰减而可能导致样气出现冷凝, 这一现象称为焦耳-汤普森热衰减效应 (Joule-Thomson effect)。

(27) 记忆效应

① 气相、液相或固相中, 由于两种或更多相结合的物流的不完全混合而出现分层或条纹现象。这种记忆效应 (memory effect) 和物流切面上组成变化一样可在物料结合处的下游检测出来。

② 样品处理系统的材料, 对样品中的气相或液相组分的选择性吸附或吸收。随后样品中物质浓度减低或物理条件变化时, 气体或液体会发生解吸或释放。这就是样品处理中原先较高浓度组分的“记忆效应”。

(28) 体积效应 (富集效应)

体积效应 (富集效应, enrichment effect) 是指从样品中除去一些组分, 导致样品中被测浓度升高的效应, 将产生体积误差 (富集误差)。例如干法取样的样气处理系统, 排除样气中的水分后, 就会引起被测组分浓度升高。这种浓度升高在业界是认可的, 属于干基测量, 不必进行计算和修正还原。

(29) 稀释效应

稀释效应 (dilution effect) 是由于向样品流中注入惰性组分而形成稀释流, 导致被测组分浓度或特性变化的效应。

(30) 亨利定律

亨利定律 (Henry's law) 为一种物理化学原理, 溶液上部大气压中的物质平衡分压与液体中该物质的浓度有关, 这个浓度与平衡分压的比等于亨利定律恒量。

(31) 壁效应

壁效应 (wall effect) 是液体在管道中流动时, 由管道内壁的粗糙产生的对液体的摩擦效应。

聚集在器壁上的赃物、堆积物等会影响样品的代表性, 降低样品传输的反应速度, 微量分析时这种影响会显得很严重。

(32) 吸收

吸收 (absorption) 是指一种或多种特定元素或化合物的分子聚集在相界, 通常是固体物表面, 甚至深入到固体的体内, 并与含有特定元素或化合物的流体接触或发生化学反应。

(33) 吸附 (作用)

吸附 (作用) (adsorption) 是指使物料中某一种特定组分在液相或固相表面上的浓度比其实际浓度为高的过程。

(34) 黏附

黏附 (adhesion) 是指两个接触表面由于摩擦或其中一种物质的“黏性”而引起的附着现象。

(35) 扩散

扩散 (diffusion) 是指气体分子向未被占据的空间渗透, 依靠的是分子自然运动而不是抽气泵或风机等的驱动。

(36) 在线气体分析器 (过程气体分析器)

在线气体分析器 (on-line gas analyzer) 又称过程气体分析器 (process gas analyzer)。是一种和源流气体相连接自动地长期连续给出输出信号的分析器, 其输出信号是混合气体中一种或多种组分的含量。

试样流从源流气体中提取并输送到分析器测量的称取样式在线气体分析器。直接在源流体中测量的叫插入式 (原位式) 在线气体分析器。

(37) 组分

组分 (component) 是指样品中可独立发生变化的化学成分。

(38) 被测组分

被测组分 (component to be measured) 是指在线气体分析器将要对其含量进行测量的一种或多种组分。

(39) 背景组分

背景组分 (background components) 是指源流体中除开被测组分之外的所有其它组分, 它包括不相关组分、障碍组分和干扰组分。

(40) 干扰组分

干扰组分 (interfering components) 是指会引起在线气体分析器产生干扰误差的背景组分, 干扰组分与被测组分在某种特性上相似或接近。

1.2 仪表的防爆与防护

► 1.2.1 爆炸危险场所的划分

国际上各主要工业国家对爆炸性危险场所的划分, 基本上可分为两种意见。一种以 IEC (国际电工委员会) 为代表, 包括德国、英国、意大利、日本、澳大利亚等国, 对气体划分为 0 区、1 区、2 区, 对粉尘划分为 10 区、11 区。

另一种为美国、加拿大等北美国家的划分, 以 NEC (美国国家电气规程) 的定义为代表, 对气体划分为 1 区、2 区 (没有 0 区), 对粉尘也划分为 1 区、2 区。IEC “区” 的英文为 Zone; NEC “区” 的英文为 Division。两者之间的对应关系大致如下。

气体: IEC 0 区、1 区——NEC 1 区

IEC 2 区——NEC 2 区

粉尘: IEC 10 区——NEC 1 区

IEC 11 区——NEC 2 区

我国对爆炸性危险场所的划分采用与 IEC 等效的方法。国家