

(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102175504 A

(43) 申请公布日 2011. 09. 07

(21) 申请号 201110028518. 2

(22) 申请日 2011. 01. 26

(71) 申请人 南京工业大学

地址 210009 江苏省南京市鼓楼区新模范马  
路 5 号

(72) 发明人 林锦国 程明霄 赵天琦 蒋书波  
曹玲燕

(74) 专利代理机构 南京天翼专利代理有限责任  
公司 32112

代理人 黄明哲

(51) Int. Cl.

G01N 1/34 (2006. 01)

G01N 21/65 (2006. 01)

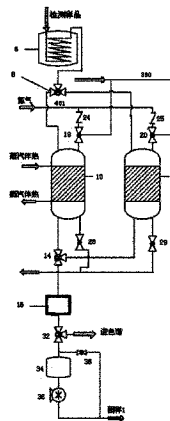
权利要求书 2 页 说明书 7 页 附图 4 页

(54) 发明名称

在线拉曼光谱仪的预处理装置、系统及装置  
和系统的预处理方法

(57) 摘要

在线拉曼光谱仪的预处理装置、系统及装置  
和系统的预处理方法,在拉曼光谱检测仪对 PX 装  
置的样品进行检测之前,对检测样品进行预处理,  
采用吸附处理反应罐对检测样品吸附除杂,至少  
两个吸附处理反应罐轮流进行吸附和吹扫处理,  
使得整个预处理过程不受吸附处理反应罐吸附饱  
和程度的影响,可以持续不间断进行。本发明具有  
高回收率、低成本、少投入、无污染等优点,考虑  
到了现场样品收集、冷却处理、去除不饱和烃过程  
以及回样处理的过程,本发明可应用于不同领域,  
如石化、冶金、矿业电力、炼钢等,对用户需求的  
适应性强,效果明显,稳定性好。



1. 一种在线拉曼光谱仪的预处理装置,用于PX装置,其特征是预处理装置包括一个冷却罐、至少两个吸附处理反应罐、吹扫气体管道和时序控制器,每个吸附处理反应罐设有样品输入口、气体输入口、样品输出口和气体输出口,PX装置的检测样品输入冷却罐,冷却罐的输出端通过多通阀分别与所述多个吸附处理反应罐的样品输入口连接,多个吸附处理反应罐的样品输出口通过多通阀连接在线拉曼光谱仪的采样头,吹扫气体管道通过气动阀连接吸附处理反应罐的气体输入口,每个吸附处理反应罐的气体输入口对应一个气动阀,气动阀对应配设有驱动气体管道,所述时序控制器连接所述多通阀和气动阀,按照设置的时序控制多通阀和气动阀,通过多通阀切换不同吸附处理反应罐的样品输入口和样品输出口的通断,通过气动阀切换吹扫气体管道与吸附处理反应罐气体输入口的通断。

2. 根据权利要求1所述的在线拉曼光谱仪的预处理装置,其特征是预处理装置还包括回样装置,回样装置包括三通阀和回流管路,多个吸附处理反应罐的样品输出经过在线拉曼光谱仪采样头后,输入一三通阀,三通阀的剩余两路,一路输出至色谱分析仪;一路输出至回流管路,所述回流管路包括:通过缓冲罐、计量泵回流至PX装置,或直接通过安全阀门回流至PX装置。

3. 根据权利要求1或2所述的在线拉曼光谱仪的预处理装置,其特征是吸附处理反应罐外环绕包覆有保温管道,保温管道外包覆保温材料,保温管道内为伴热蒸汽,吸附处理反应罐的结构为:样品输入口的气体输入口设在同一侧,样品输出口和气体输出口一侧,样品和气体的输入输出口之间设有两层金属网,金属网之间设有两层磁球颗粒层,两层硅胶层、两层分子筛以及一层白土层,以白土层为中间层,白土层两侧依次为分子筛层、硅胶层和磁球颗粒层;吸附处理反应罐的气体输出口连接电磁阀。

4. 根据权利要求1或2所述的在线拉曼光谱仪的预处理装置,其特征是冷却罐采用水冷,冷却罐内的检测样品通道为螺旋型通道,检测样品与冷却水的流通方向相反;吹扫气体管道在吸附处理反应罐的气体输入口处设有止回阀。

5. 权利要求1-4任一项所述的在线拉曼光谱仪的预处理装置的预处理方法,其特征是实现拉曼光谱仪检测样品的实时在线连续预处理,其中吸附处理反应罐的处理包括:用硅胶、分子筛、白土对PX装置的检测样品中的水分、不饱和烃进行吸附,用氮气作为吹扫气体对吸附后的白土进行吹扫,将附着在白土上的不饱和烃吹扫出来;时序控制器采用PLC,根据时序定时控制多通阀和气动阀的通断,控制各个吸附处理反应罐的工作状态:

样品处理:控制多通阀的输出,选择吸附处理反应罐,通入PX装置的检测样品,同时气动阀连通驱动气体管道与所述吸附处理反应罐的气体输入口,吸附处理反应罐对输入的检测样品的不饱和烃进行吸附,吸附预处理后的检测样品输送给拉曼光谱仪的采样头;

氮气吹扫:控制多通阀的输出,断开PX装置的检测样品向吸附处理反应罐的输送,同时气动阀连通吹扫气体管道与所述吸附处理反应罐的气体输入口,氮气将附着在白土上的不饱和烃吹扫出来;

所述样品处理和氮气吹扫工作状态在不同的吸附处理反应罐之间轮流进行。

6. 根据权利要求5所述的预处理方法,其特征是时序控制器每12小时切换吸附处理反应罐的工作状态。

7. 权利要求1-4任一项所述的在线拉曼光谱仪的预处理装置组成的预处理系统,其特征是多套PX装置时,每一套PX装置对应一套预处理装置,多套预处理装置共用驱动气体管

道、吹扫气体管道和时序控制器,构成预处理系统。

8. 权利要求 7 所述的预处理系统的预处理方法,其特征是实现拉曼光谱仪检测样品的实时在线连续预处理,其中吸附处理反应罐的处理包括:用硅胶、分子筛、白土对 PX 装置的检测样品中的水分、不饱和烃进行吸附,用氮气作为吹扫气体对吸附后的白土进行吹扫,将附着在白土上的不饱和烃吹扫出来;时序控制器采用 PLC,根据时序定时控制所有多通阀和气动阀的通断,控制各预处理装置中各个吸附处理反应罐的工作状态:

样品处理:控制多通阀的输出,选择吸附处理反应罐通入 PX 装置的检测样品,同时气动阀连通驱动气体管道与所述吸附处理反应罐的气体输入口,吸附处理反应罐对输入的检测样品的不饱和烃进行吸附,吸附预处理后的检测样品输送给拉曼光谱仪的采样头;

氮气吹扫:控制多通阀的输出,断开 PX 装置的检测样品向吸附处理反应罐的输送,同时气动阀连通吹扫气体管道与所述吸附处理反应罐的气体输入口,氮气将附着在白土上的不饱和烃吹扫出来;

每一套 PX 装置的预处理装置中,所述样品处理和氮气吹扫工作状态在不同的吸附处理反应罐之间轮流进行,并保证预处理装置至少有一个吸附处理反应罐处于样品处理工作状态。

## 在线拉曼光谱仪的预处理装置、系统及装置和系统的预处理方法

### 技术领域

[0001] 本发明所属于石油化工自动化监控技术领域,用于拉曼光谱仪实时在线监测 PX 装置中组分时的预处理,实现对 PX 装置中检测样品进行有效地荧光消除,为在线拉曼光谱仪的预处理装置、系统及装置和系统的预处理方法。

### 背景技术

[0002] 传统流程工业使用压力、流量、温度等间接参数对装置进行控制。现在我们已经将在线拉曼监测器引入到某石化 PX 装置,完全可以进行直接针对产品的具体指标进行直接反馈控制。将对流程工业的未来产生深远的影响。

[0003] 在线拉曼光谱仪可用在精细化工、石油炼制和石油化工等所有工业领域。对所有工艺阶段中的液体、部分固体和气体化学组成进行分析。应用于石化行业的拉曼光谱仪探头安装在恶劣环境中直接进行在线分析。它高度的应用灵活性使之既可分析原料,又可分析经部分处理的流路样品和成品以及过程副产品。该仪器检测范围广,包括常见的无机物和有机物,能对生物大分子、天然与合成材料、矿石、活体动植物组织、水污染样品、化学反应催化剂等实现检测。在不破坏样品,不需样品制备的情况下即可进行样品的检测,拉曼散射的强度通常与散射物质的浓度呈线性的关系,这为样品的定量分析提供了理论依据。拉曼光谱方法的检测灵敏度非常高,可用于低浓度样品检测。尤其是对水环境中有机成分和生物大分子等,有很低的检测限,一般可达 mg/L 或 m mol/L。分析速度快,可在秒级时间内完成分析。仪器的故障率极低,完全能适应闭环控制的要求。可以实时获得装置的产品参数,大大加快流程工业的新产品研制速度。不用进行传统的工业实验就可根据仪表的结果进行小规模高附加值产品生产,此类应用在国外已经相当普遍。

[0004] 国外若干化工和石油公司如杜邦、英国石油公司、陶氏化学等已经把这种技术用于蒸馏、分离、聚合物等生产过程的控制中。国内镇海石化在法国 IFP 公司设计的对二甲苯吸附分离装置中,根据原设计引进了国内现场唯一一套在线拉曼光谱仪,该仪器价格高达近 800 万,而依据此仪器的控制系统价格达到了 2000 万。根据现场反映,此仪器彻底实现了现场数据的实时采集,第一次在国内实现了装置上不完全依赖传统的压力、流量、温度的传统调节方式,实现了装置调优。2006-2009 年期间本课题所在项目组对在线拉曼光谱仪进行了一系列研究,该项目于 2009 年被立项为国家“863”。在线拉曼光谱仪技术在我国是一个有待发展的高新技术,而在线拉曼光谱仪的研制方面国内基本处于空白,因此开发具有我国自主知识产权的实时在线分析技术适应国家对石化工业发展的要求,可加快实现石化工业装备的国产化进程,增加国内工艺技术与设备技术的核心竞争力,打破高档在线分析仪器被国外仪器垄断的现状,振兴民族仪器工业。

[0005] 拉曼光谱仪根据光学系统的不同,可以分为两大类,一类为色散型激光拉曼光谱仪,另一类则为傅立叶变换拉曼光谱仪。拉曼光谱仪所采集的光谱数据除样品的自身信息之外,还包含了其它的无关信息,如电噪声、CCD 暗电流噪声、样品荧光背景和杂散光等。这

些噪声信号会对光谱有用信息产生干扰,有些情况下还会非常严重。在使用可见激光作为激发光源的拉曼光谱仪中,激光照射样品物质所造成的荧光背景干扰会给光谱信号带来噪声,甚至在某些情况下样品物质的有用拉曼散射信号会被荧光背景所覆盖。

[0006] 在大部分的工业应用中,分析的样品中包含各种杂质。在拉曼光谱分析中,经常遇到荧光的干扰,荧光能影响某些分析方法的准确性和灵敏度。作为一种可见激发的结果,这些杂质形成一个强大的荧光背景在此造成拉曼光谱是叠加。因为背景荧光经常影响,拉曼测量的准确性降低。荧光拉曼光谱图没有明显的拉曼峰,不易分辨出有效的拉曼峰值,也就无法从中解读出样品组分信息。

## 发明内容

[0007] 本发明要解决的问题是:在线拉曼光谱仪运用于 PX 装置中时,存在荧光干扰,需要对检测样品进行预处理,消除荧光干扰。

[0008] 本发明的技术方案为:一种在线拉曼光谱仪的预处理装置,用于 PX 装置,预处理装置包括一个冷却罐、至少两个吸附处理反应罐、吹扫气体管道和时序控制器,每个吸附处理反应罐设有样品输入口、气体输入口、样品输出口和气体输出口,PX 装置的检测样品输入冷却罐,冷却罐的输出端通过多通阀分别与所述多个吸附处理反应罐的样品输入口连接,多个吸附处理反应罐的样品输出口通过多通阀连接在线拉曼光谱仪的采样头,吹扫气体管道通过气动阀连接吸附处理反应罐的气体输入口,每个吸附处理反应罐的气体输入口对应一个气动阀,气动阀对应配设有驱动气体管道,所述时序控制器连接所述多通阀和气动阀,按照设置的时序控制多通阀和气动阀,通过多通阀切换不同吸附处理反应罐的样品输入口和样品输出口的通断,通过气动阀切换吹扫气体管道与吸附处理反应罐气体输入口的通断。

[0009] 进一步的,预处理装置还包括回样装置,回样装置包括三通阀和回流管路,多个吸附处理反应罐的样品输出经过在线拉曼光谱仪采样头后,输入一三通阀,三通阀的剩余两路,一路输出至色谱分析仪;一路输出至回流管路,所述回流管路包括:通过缓冲罐、计量泵回流至 PX 装置,或直接通过安全阀门回流至 PX 装置。

[0010] 吸附处理反应罐外环绕包覆有保温管道,保温管道外包覆保温材料,保温管道内为伴热蒸汽,吸附处理反应罐的结构为:样品输入口的气体输入口设在同一侧,样品输出口和气体输出口一侧,样品和气体的输入输出口之间设有两层金属网,金属网之间设有两层磁球颗粒层,两层硅胶层、两层分子筛以及一层白土层,以白土层为中间层,白土层两侧依次为分子筛层、硅胶层和磁球颗粒层;吸附处理反应罐的气体输出口连接电磁阀。

[0011] 作为优选方式,冷却罐采用水冷,冷却罐内的检测样品通道为螺旋型通道,检测样品与冷却水的流通方向相反;吹扫气体管道在吸附处理反应罐的气体输入口处设有止回阀。

[0012] 上述的在线拉曼光谱仪的预处理装置的预处理方法,实现对拉曼光谱仪检测样品的实时在线连续预处理,其中吸附处理反应罐的处理包括:用硅胶、分子筛、白土对 PX 装置的检测样品中的水分、不饱和烃进行吸附,用氮气作为吹扫气体对吸附后的白土进行吹扫,将附着在白土上的不饱和烃吹扫出来;时序控制器采用 PLC,根据时序定时控制多通阀和气动阀的通断,控制各个吸附处理反应罐的工作状态:

[0013] 样品处理 :控制多通阀的输出,选择吸附处理反应罐,通入 PX 装置的检测样品,同时气动阀连通驱动气体管道与所述吸附处理反应罐的气体输入口,吸附处理反应罐对输入的检测样品的不饱和烃进行吸附,吸附预处理后的检测样品输送给拉曼光谱仪的采样头;

[0014] 氮气吹扫 :控制多通阀的输出,断开 PX 装置的检测样品向吸附处理反应罐的输送,同时气动阀连通吹扫气体管道与所述吸附处理反应罐的气体输入口,氮气将附着在白土上的不饱和烃吹扫出来;

[0015] 所述样品处理和氮气吹扫工作状态在不同的吸附处理反应罐之间轮流进行。

[0016] 优选时序控制器每 12 小时切换吸附处理反应罐的工作状态。

[0017] 上述的在线拉曼光谱仪的预处理装置组成预处理系统,多套 PX 装置时,每一套 PX 装置对应一套预处理装置,多套预处理装置共用驱动气体管道、吹扫气体管道和时序控制器,构成预处理系统。

[0018] 预处理系统的预处理方法为 :实现对拉曼光谱仪检测样品的实时在线连续预处理,其中吸附处理反应罐的处理包括 :用硅胶、分子筛、白土对 PX 装置的检测样品中的水分、不饱和烃进行吸附,用氮气作为吹扫气体对吸附后的白土进行吹扫,将附着在白土上的不饱和烃吹扫出来 ;时序控制器采用 PLC,根据时序定时控制多通阀和气动阀的通断,控制各个吸附处理反应罐的工作状态 ;

[0019] 样品处理 :控制多通阀的输出,选择吸附处理反应罐,通入 PX 装置的检测样品,同时气动阀连通驱动气体管道与所述吸附处理反应罐的气体输入口,吸附处理反应罐对输入的检测样品的不饱和烃进行吸附,吸附预处理后的检测样品输送给拉曼光谱仪的采样头 ;

[0020] 氮气吹扫 :控制多通阀的输出,断开 PX 装置的检测样品向吸附处理反应罐的输送,同时气动阀连通吹扫气体管道与所述吸附处理反应罐的气体输入口,氮气将附着在白土上的不饱和烃吹扫出来 ;

[0021] 每一套 PX 装置的预处理装置中,所述样品处理和氮气吹扫工作状态在不同的吸附处理反应罐之间轮流进行,并保证预处理装置至少有一个吸附处理反应罐处于样品处理工作状态。

[0022] 在线拉曼光谱仪运用于 PX 装置中实时检测的物质为 PX 装置中的 PX、OX、MX、PDEB 等组分的含量,因此除此以外的一些不饱和烃等组分不是需要检测的物质,同时这些不饱和烃类物质又容易造成荧光效应,产生影响拉曼谱图的干扰。但是 PX 装置在使用在线拉曼光谱仪进行样品检测时,由于需要实时在线检测,预处理的工作不能对拉曼检测产生影响或延迟,否则在线拉曼光谱仪就失去了其在线检测的意义。另外,对于 PX 装置,对样品的整个处理过程,安全、以及防止污染泄漏也是一个必须考虑的问题。

[0023] 芳烃中往往含有不饱和烃(烯烃),不宜用化学方法除去,也不能采用加氢的方法去加工成为烷烃。最佳的选择是采用物理吸附法,在为数众多的催化剂中筛选后,本发明选择颗粒白土作为吸附剂,并增加硅胶和分子筛除去水分和一些大分子杂质,消除荧光影响。在 PX 装置中白土的作用主要是脱除反应过程中不饱和烃,保证芳烃产品的质量,也就是提高检测样品的纯度,消除荧光干扰,保证检测精度。白土吸附了一定量的不饱和烃等杂质之后,会达到饱和而不进一步吸收,需要更换才能继续进行预处理工作,而对于在线检测,整个过程是不能因为白土的更换而中断的,本发明中,特别设置了两个以上的吸附处理反应罐,通过时序控制器改变其工作状态,定时对吸附处理反应罐通入氮气进行吹扫工作,将附

着在白土上的不饱和烃吹扫出来。被吹扫后的白土重新获得吸附不饱和烃杂质的活性,进入下个循环的不饱和烃等杂质的吸附阶段。这样不但实现了预处理的连续工作,不影响在线拉曼检测的进行,并且吸附处理反应罐实现自动清洁,无需频繁更换。整个预处理装置可以自动持续工作。

[0024] 本发明的特点有:

[0025] 1、为在线拉曼光谱仪提供了一种预处理装置,易于实现,结构小巧;通过 PLC 定时顺序控制,吸附处理反应罐轮流工作,实现持续自动工作,不影响在线拉曼光谱仪的检测工作;

[0026] 2、本发明特别设置了回样装置,利用回样装置将取出来的样品重新送回 PX 装置中,百分之百零排放;

[0027] 3、吸附处理反应罐包括硅胶、分子筛和白土层,消除荧光干扰效果好,硅胶层先除去水分,也延长了分子筛和白土层的使用寿命,提高除杂效果,保证检测精度。

[0028] 本发明实现对 PX 装置中检测物质进行有效地荧光消除工作,为在线拉曼光谱仪实时准确检测 PX 装置中的组分铺平了道路,对于在线拉曼检测的精度提高具有重要意义,同时本发明采用至少两个吸附处理反应罐,吸附处理反应罐轮流进行吸附和吹扫处理,使得整个预处理过程不受吸附处理反应罐吸附饱和程度的影响,可以持续不间断进行,而回样装置保证了检测样品不对外界产生污染;本发明具有高回收率、低成本、少投入、无污染等优点,综合考虑到了现场样品收集、冷却处理、去除不饱和烃过程、实时连续性以及回样处理等过程,不仅仅是简单对检测样品的除杂,进一步提高了整个在线拉曼检测的检测质量和检测效率。本发明可应用于不同领域,如石化、冶金、矿业电力、炼钢等,对用户需求的适应性强,效果明显,稳定性好。

## 附图说明

[0029] 图 1 是本发明装置一个具体实施例的结构原理示意图。

[0030] 图 2 是本发明装置组成的系统的一个具体实现的结构原理示意图。

[0031] 图 3 是本发明方法 PLC 顺序控制流程图。

[0032] 图 4 是本发明的吸附处理反应罐内部示意图。

[0033] 图 5 是本发明三通阀工作原理图。

## 具体实施方式

[0034] 本发明装置应用于石化行业 PX 装置上拉曼光谱仪检测前的预处理,由于拉曼光谱检测不破坏样品,不需大量样品制备,只需少量有代表性的样品即可,一般样品可装于毛细管内直接测定。即使在大型装置中也只需要获取少量的样品即可,因此本发明装置的结构上体积较小。

[0035] 以下结合较佳实施例,对依据本发明提供的具体实施方式、特征及其功效,详细说明后,为了简单清楚地目的,下文恰当的省略了公知技术的描述以免那些不必要的细节影响对本技术方案的描述。

[0036] 如图 1,在本实施例中,采用两个吸附处理反应罐,对应的多通阀为三通阀,吸附处理反应罐采用物理吸附法,本发明优选颗粒白土作为吸附剂。预处理装置包括一个冷却罐

6,两个吸附处理反应罐 10、11,吹扫气体管道 401 和时序控制器 5,每个吸附处理反应罐设有样品输入口、气体输入口、样品输出口和气体输出口,PX 装置的检测样品输入冷却罐 6,冷却罐 6 的输出端通过三通阀 8 分别与所述两个吸附处理反应罐的样品输入口连接,两个吸附处理反应罐的样品输出口通过三通阀 14 连接在线拉曼光谱仪的采样头 16,吹扫气体管道 401 通过气动阀 19、20 连接吸附处理反应罐的气体输入口,每个吸附处理反应罐的气体输入口对应一个气动阀,这里一定要用气动阀,因为普通的电磁阀等不能直接在 PX 系统里面使用,气动阀配设有驱动气体管道 300,驱动气体管道 300 提供气动阀工作所需的压缩空气,压缩空气可现场获得,所述时序控制器 5 连接所述三通阀和气动阀,按照设置的时序控制三通阀和气动阀,通过三通阀切换不同吸附处理反应罐的样品输入口和样品输出口的通断,通过气动阀切换驱动气体管道和吹扫气体管道与吸附处理反应罐气体输入口的通断。

[0037] 预处理装置还包括回样装置,回样装置包括一三通阀 32 和回流管路,多个吸附处理反应罐的样品输出经过在线拉曼光谱仪采样头后,输入三通阀 32,三通阀 32 的剩余两路,一路输出至色谱分析仪;一路输出至回流管路,所述回流管路包括:通过缓冲罐 34、计量泵 36 回流至 PX 装置,或直接通过安全阀门 38 回流至 PX 装置。检测样品进行拉曼光谱仪在线实时检测后,由于拉曼光谱在线检测是在不破坏样品原有组成及分子构成等情况下进行的,因此可以将进行完拉曼在线检测后的样品通过三通阀,通入色谱进行其它分析检测,也可以通过回流管路装置回流至 PX 装置。缓冲罐 34 作用是样品在进行检测过后进行回样之前的聚集装置,当样品达到一定数量后开始回样,并且利用计量泵 36 进行计量操作,慢慢回流到原 PX 装置中,这里的回样点需要选择压力较小的点进行进样,保证安全,如果采样检测后样品流速过快压力过大,再进入缓冲罐前样品气体可以通过安全阀门 38 直接进行回样。

[0038] 本发明吸附处理反应罐直径 140mm,高度:260mm,由于在氮气吹扫过程中温度越高吹扫效果越好,即可以更好的恢复白土的吸附不饱和烃等杂质的活性,优选吸附处理反应罐外部环绕包覆有保温管道,保温管道外包覆保温材料,保温管道内为伴热蒸汽,保温管道中伴热蒸汽通常情况下是在氮气进行吹扫中开启。如图 4,吸附处理反应罐内部的结构为:样品和气体的输入输出口之间设有两层金属网,金属网之间为两层磁球颗粒层,两层硅胶层以及两层分子筛,中间为白土层,白土层夹在两层磁球颗粒层、硅胶层以及分子筛之间;吸附处理反应罐的气体输出口连接电磁阀。检测样品气体从冷却罐流出经三通阀的选择进入吸附处理反应罐中,检测样品经过与白土进行物理反应,样品中的不饱和烃及部分杂质成分留在了白土中,其他饱和烃进入到下个进程中。在下个时序中,氮气经过气动阀进入吸附处理反应罐,对已经完成脱离样品中非饱和烃和杂质的白土进行吹扫。吹扫结束后,白土又恢复其原来的活性,进入到再下一个循环。如此重复利用吸附处理反应罐中的白土。

[0039] 冷却罐采用水冷,冷却罐内的检测样品通道为螺旋型通道,检测样品与冷却水的流通方向相反,冷却罐直径为 80mm,高度为 400mm,材质为不锈钢材料。冷却水从罐底进入冷却罐,流经冷却罐一圈后流出,检测样品通过螺旋型通道流出冷却罐,在这一过程中,保证检测样品的充分冷却;保证一定的检测速度情况下,可以通过调整检测样品流动速度和提高冷却水的流速来对冷却效率进行控制。吹扫气体管道在吸附处理反应罐的气体输入口



处设有止回阀 24、25；驱动气体管道、吹扫气体管道以及样品在预处理装置中的流通管道管壁厚度均为 2mm，管内直径为 4mm，管道为不锈钢材料。吹扫过程中，氮气由现场已有的氮气但其产生装置提供，止回阀所用类型为旋启式止回阀，通过止回阀，防止氮气通入后因压力问题回流。气动阀型号为：JL0611PPL-25P 型，其工作电压为 220V 工作温度为 220℃。完成一次 2 小时的氮气吹扫工作使白土重新获得吸附不饱和烃的能力。氮气携带着不饱和烃等杂质通过管道送入到现场火炬装置中进行燃烧处理，减少直接排放对大气带来的危害。

[0040] 进一步的，多套 PX 装置时，每一套 PX 装置对应一套预处理装置，多套预处理装置共用驱动气体管道、吹扫气体管道和时序控制器，构成预处理系统，如图 2。

[0041] 本发明装置不仅可以有效地消除容易产生荧光影响的不饱和烃，而且在检测完之后，利用回样装置将取出来的样品重新送回 PX 装置中，整个环节安全高效且对环境及人员几乎没有任何危害。

[0042] 本发明现场阀序控制是由 PLC 控制器进行时序控制完成的。时序结构主要分为两个过程：样品处理过程和氮气吹扫过程：

[0043] 样品处理：控制多通阀的输出，选择吸附处理反应罐通入 PX 装置的检测样品，同时气动阀连通驱动气体管道与所述吸附处理反应罐的气体输入口，吸附处理反应罐对输入的检测样品的不饱和烃进行吸附；

[0044] 氮气吹扫：控制多通阀的输出，断开 PX 装置的检测样品向吸附处理反应罐的输送，同时气动阀连通吹扫气体管道与所述吸附处理反应罐的气体输入口，氮气将附着在白土上的不饱和烃吹扫出来；

[0045] 所述样品处理和氮气吹扫工作状态在不同的吸附处理反应罐之间轮流进行。

[0046] 本发明对每个 PX 装置都设有至少两个吸附处理反应罐，这是由于白土颗粒在吸收一定量的不饱和烃等杂质后，将失去活性，不能继续分离样品中的不饱和烃等杂质，需要更换，本发明使用氮气进行吹扫，使其回活性。为保证预处理过程的持续不间断，时序控制器通过阀序控制达到自动完成白土吸附和氮气吹扫的切换，其时序控制参考图 3。时序为一个吸附处理反应罐进行白土吸附分离样品中的不饱和烃等杂质 12 小时后，切换至另一吸附处理反应罐，即如图 2 中，三通阀 8、14、9、15 阀为每 12 小时进行一次流路切换，气动阀 19～22 和电磁阀 28～31 为氮气吹扫阀序，当三通阀 8、14、9、15 转向吸附处理反应罐 10、13 时，阀门 19、28、22、31 关闭，此时吸附处理反应罐 10、13 内进行白土吸附分离样品中的不饱和烃等杂质 12 小时。在这期间同时气动阀 20、电磁阀 29、气动阀 21、电磁阀 30 打开，吸附处理反应罐 11、12 内进行两小时的氮气吹扫，其余时间关闭吹扫。进入下个时序，当三通阀 8、14、9、15 转向吸附处理反应罐 11、12 时，吸附处理反应罐 10、13 在 10 分钟的缓冲时间后开始进行 2 小时的氮气吹扫，2 小时后关闭吹扫装置，同时吸附处理反应罐 11、12 进行白土吸附分离样品中的不饱和烃等杂质 12 小时。依次进入下一个循环。白土虽然经氮气吹扫可以恢复活性，但多次重复使用后仍然会有一定的降低，吸附处理反应罐使用一段时间之后，可以视白土的活性状况进行更换，具体可以根据经过白土前后的物料的溴值来进行判断是否更换，一般是半年左右更换一次。

[0047] 其中所述的三通阀参考图 5，通过一个汽缸驱动两个三通阀，由于预处理装置中，吸附处理反应罐所连接的三通阀的时序是一样的，实际现场中用一个汽缸驱动吸附处理反应罐连接的三通阀门进行转动，选择流路。汽缸设定时间为每 12 小时转动一圈，即三通阀

设为每 12 小时选择一条流路。

[0048] 在经过详细的较佳实施例的说明之后,对于本技术较为熟知的人士可以清楚地理解,在不脱离上述申请专利范围与指导思想的前提下,可以在经过适当的变化与修改,同样可以达到对在线拉曼光谱仪检测的样品进行实时预处理的效果。

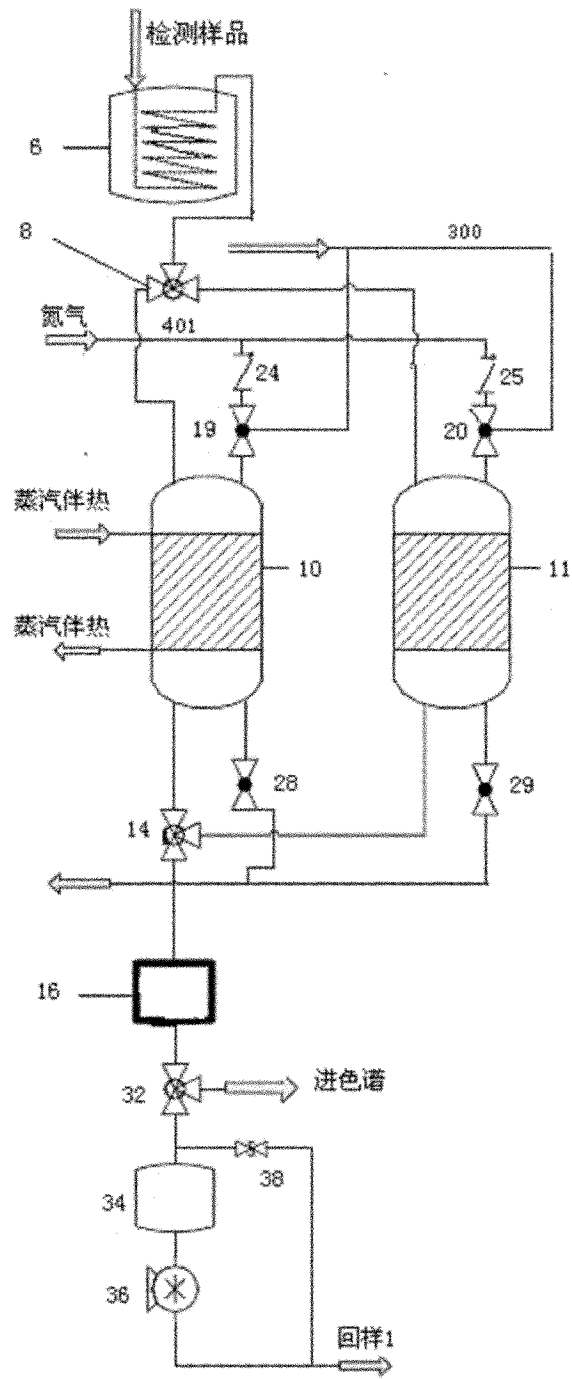


图 1

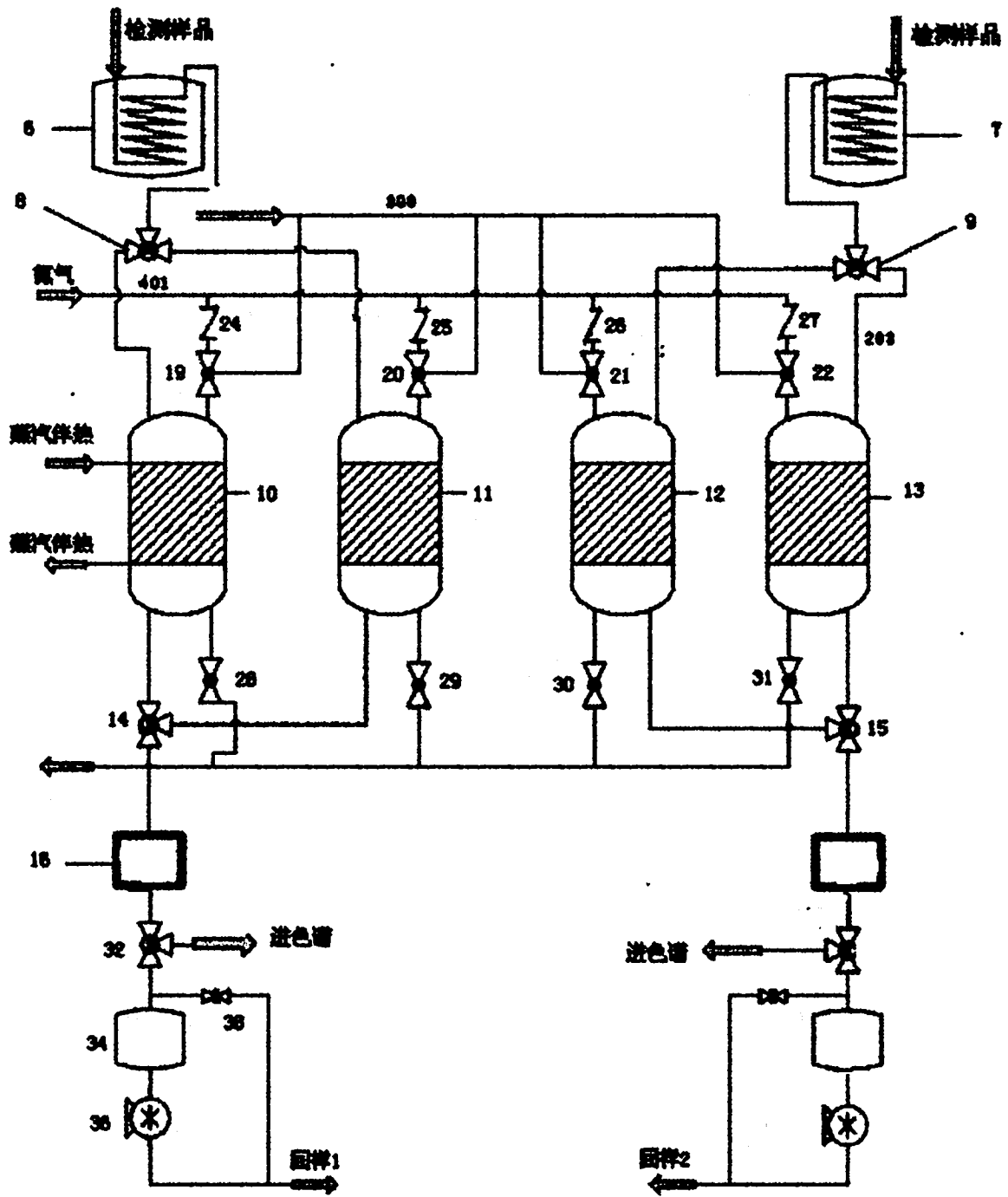


图 2

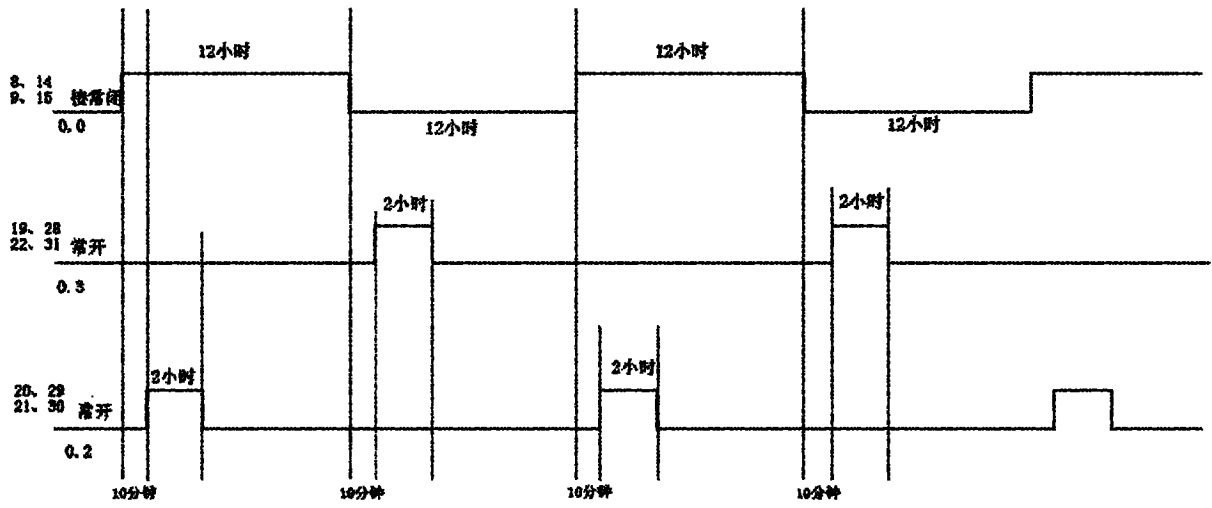


图 3

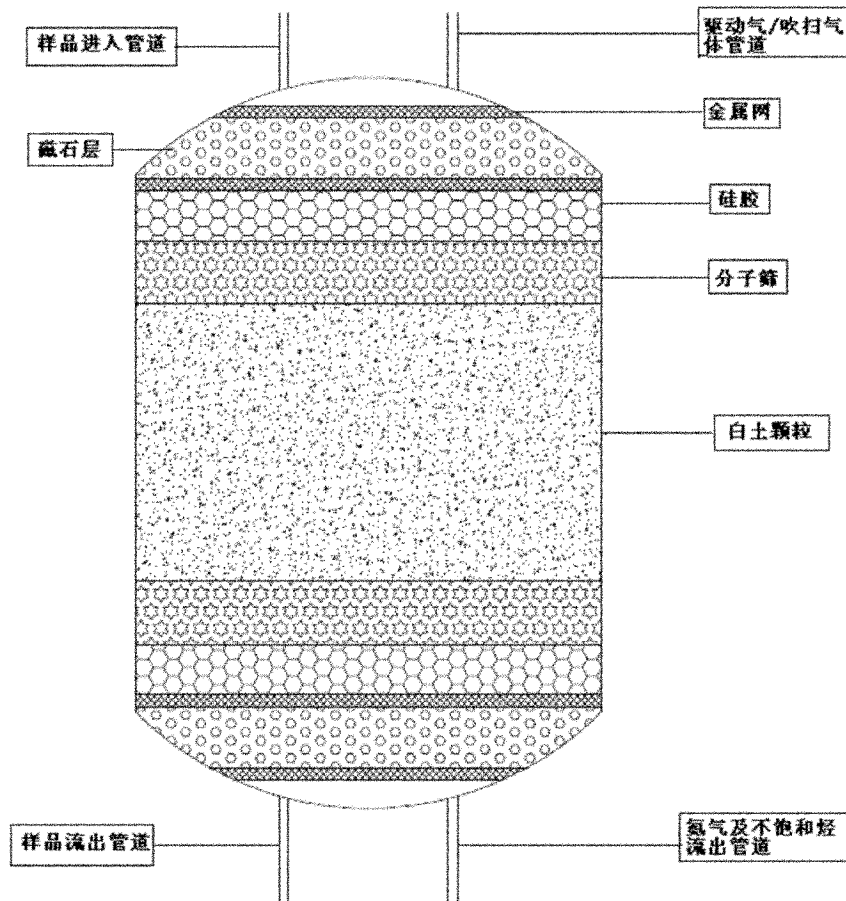


图 4

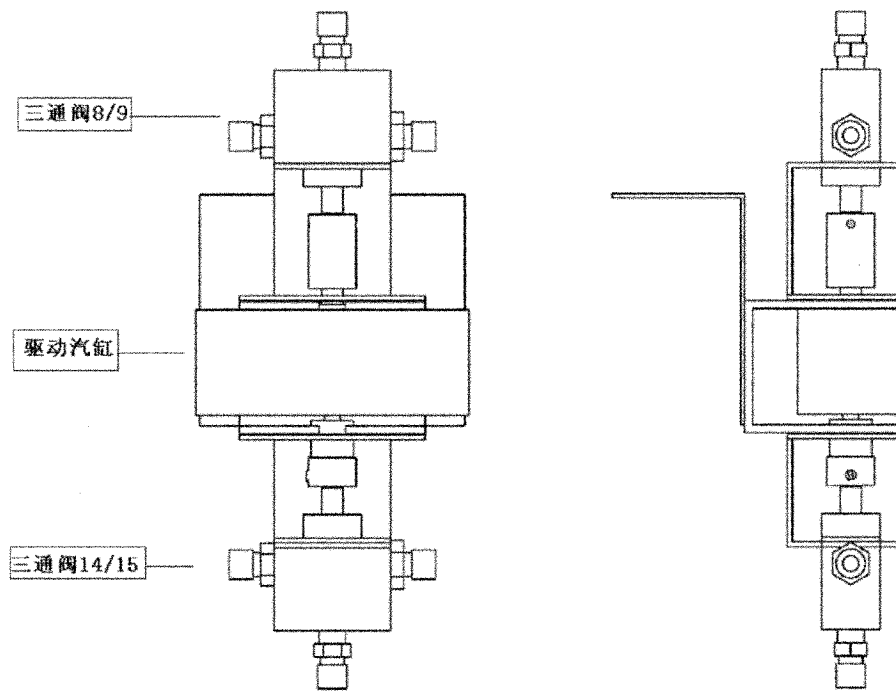


图 5