防范风险 提高效率 ——以改变高压吸附仪周边设备为例

张建辉, 余小岚, 张伟庆*

中山大学化学学院, 广州 510275

摘要: 文章列举了高压吸附实验室在日常测试中普遍存在的各种风险, 提出了改变高压吸附仪外围设备的具体措施, 经过实践验证, 这些措施能有效防范风险发生, 同时减轻了工作强度、提高了测试效率。

关键词: 高压吸附; 可燃气体; 气瓶; 风险控制

中图分类号: O64; G642

Risk Prevention and Efficiency Improvement: A Case Study of Changing Peripheral Equipment of High Pressure Adsorption Instrument

Jianhui Zhang, Xiaolan Yu, Weiqing Zhang *

School of Chemistry, Sun Yat-Sen University, Guangzhou 510275, China.

Abstract: This paper enumerates the common risks in the daily test of the high-pressure adsorption laboratory, and puts forward the specific measures to remodel the peripheral equipment of the high-pressure adsorption instrument. Through practical verification, these measures can effectively prevent the occurrence of risks, reduce the work intensity and improve the test efficiency.

Key Words: High pressure adsorption; Combustible gas; Gas cylinder; Risk management

高校实验室压力容器及设备一直是安全管理重点和难点。为此, 人们从制度建设、人员培训、操作规范和定期检查等多方面进行了探讨^[1-3]。现在仍不时发生因高压容器、危险气体使用或管理不当引发的事故^[4], 笔者近年一直在思考和尝试应采取哪些措施才能更好地避免或杜绝这些危险的发生。

高压吸附实验及测试是目前研究储能、环保材料等必不可少的重要方法, 该实验涉及多种危险因素: 测试耗时长、压力高且常用氢气、甲烷等危险气体, 使得实验过程危险重重, 稍有疏忽就可能造成严重事故。此前, 实验室对开展高压实验的研究生要求双人值守, 保证测试过程的安全。最近学院将整体搬迁, 根据过往的经验, 搬迁后的一年内是各种配套设施的磨合期、突发故障的高发期。磨合期内供电、供水、供气 and 网络等可能随时发生断供情况, 造成仪器测试中断, 仪器因突然停机容易造成损坏并可能继而引发其他风险; 在一段时间内工作人员和研究生也面临着适应新环境、新节奏, 摸索新的有效工作方式的问题。在确保安全的前提下, 实验技术人员要想方设法保证仪器

正常运行,保质保量为师生科研服务,把搬迁的不利影响降到最低,这期间实验技术人员会很疲惫,容易出现新的意外风险,针对新的情况应采取更合理、更科学的安全措施。

考虑到高压吸附仪是贵重精密仪器,不便随意改动,于是针对仪器以及周边如空压机、气瓶等高风险设备,笔者查阅了相关规章制度、规定^[5,6]、详细了解其工作原理并尝试从合理配置高压吸附仪周边设备着手,以消除高压吸附实验室内潜在的各种风险,防止发生危险气体泄露而导致的爆炸和燃烧;避免风险发生、减轻工作强度并提高测试效率。

1 高压吸附实验室风险因素及措施要求

根据平时接受的安全知识的学习和培训^[7]及隐患排查的一般思路^[5,6,8,9],结合本实验室现有场地和将要入驻实验室场地及现有设施、仪器和辅助设备使用情况,经过认真核查,找出高压吸附实验室目前存有的6类风险源:不能正常供电、自然通风不良、排风设施故障、空压机供气不足、吸附气瓶及气路漏气或仪器操纵失灵,这些因素都可能致使易燃易爆气体泄漏到室内,累积后可能达到爆燃的程度或因空压机过热引起火灾。

现将风险源、危险因素及可采取措施列成表格(见表1),综合分析后发现除空压机发热因素外,其他5类风险因素都可归结为室内空气中易燃易爆气体含量能达到爆炸下限。

表1 高压吸附实验室无人值守时对风险控制措施的要求

风险源	危险因素及情形	对采取措施的要求
1. 供电	1.1 实验室供电跳闸、停电	1.1 所配钢瓶内吸附气体全部泄漏到室内也不会引起窒息或爆炸
	1.2 电器故障造成电火花	1.2 同上
2. 通风	2.1 通风不良	2.1 同上
3. 排气设施	3.1 排气扇突然不能排风	3.1 在仪器及吸附气路旁装有用不间断电源(UPS)供电的摇摆风扇,防止危险气体局部聚集
4. 空压机及动力气路	4.1 空压机突然不工作	4.1 空压机储气罐适当大,所储动力气在空压机不工作时也能满足仪器连续工作至少16小时
	4.2 漏气	4.2 在空压机上安装温度继电器,设置断电温度,避免因消音棉过热引起火灾
5. 吸附气及气路	5.1 漏气,尤其是压力表	5.1 所配钢瓶内吸附气体全溢出时室内浓度低于爆炸下限
6. 高压吸附仪气路	6.1 气动阀、内部气路漏气	6.1 同上

2 对高压吸附仪周边设备采取的改造措施

对上述6种风险源,按可采取的防范措施分为两类:防止空压机发热,避免各种情况下危险气体在室内的浓度高于爆炸下限,现分别讨论如下。

2.1 连续供应动力气,防止空压机温度过高

高压吸附仪器内的气路控制阀门是用压缩空气推动,空压机是高压吸附实验室必需的辅助设备。一些空压机内有部分气路材质是塑料管,容易老化造成漏气,使空压机连续运行、发热以致引起火灾,我校某实验室就发生过此类事故,要引以为鉴。

我们对此进行了改动:在空压机上加装了温度继电器,当温度超过设定温度后,会自动断电,避免了过热引起的危险。最近又换用了有较大储气罐的空压机,当储气罐达到压力上限、空压机停机后所储压缩空气足够支持高压吸附仪连续工作至少一昼夜,这样可以在当天离开前关闭空压机电源待次日回来后再开启,彻底避免了空压机过热风险。

以上措施只是避免了空压机因连续运转发热引起的火灾,并没有解决供气不足进而产生的风险。若空压机不能提供压力足够的气体时,高压吸附仪的气动阀门就不能正常开启或关闭,管路及储罐

中易燃气体就有可能缓慢逃逸到室内大气中,产生爆燃等安全隐患,对此风险应另外采取措施避免。

2.2 确保室内危险气体浓度始终在安全范围内

若实验室的空间不是足够大、通风不够好、排风不够畅、空压机供气气压不够大,用市场供应的气体钢瓶直接供气时(即使气瓶放在其他房间),一旦发生气体泄漏,仪器室内易燃易爆气体聚集极易达到爆炸下限。这类风险的根源是气体钢瓶中的气体储量过多。因此,从控制供气储量着手才能根本杜绝易燃易爆气体带来的风险。

2.2.1 常用易燃易爆气体的爆炸下限

将高压吸附常用易燃易爆气体种类及市售钢瓶储气量与空气混合后的爆炸下限数据汇总成表2。分析表2数据可知:高压吸附常用的6种气体市场供应的气瓶最小容积是4 L,钢瓶内装满气体或液化气折算成常压室温体积最小约为1.8 m³,从表2可知所列可燃气与空气混合后爆炸下限最低体积比为2.0%。假设在面积约为20 m²、空间约为50 m³的实验室内,直接用市售钢瓶供气,万一发生气体泄漏到室内时,最小规格包装的危险气体其浓度都会达到爆炸下限。

为杜绝此情形的发生,用更小体积的钢瓶或储罐代替市售气体钢瓶或许是一个值得推荐的方法:在确保安全的情况下将市售钢瓶中的气体转入更小的小气瓶或小储罐中,要求即使小储罐充填的气体全部逃逸到室内,也低于该气体的爆炸下限,但小储罐储气太少则不能满足实验需要,因此确定小储罐的体积时两方面都要兼顾到。

表2 吸附仪常用易燃易爆气体的性质及与空气混合后的爆炸下限

气体种类	爆炸下限* V/V	临界温度*/ °C	临界压力*/ MPa	气体所属 种类*	市场常见销售瓶装气规格及容量			在50 m ³ 空间的 浓度(V/V)
					瓶压力/ MPa	瓶体积/ L	折算成常压 体积(25 °C)/m ³	
氢气	4%	-239.9	1.30	压缩气体	13.5	40	≈ 6	≈ 12%
甲烷	5.3%	-82.5	4.64	压缩气体	13.5	40	≈ 6	≈ 12%
乙烷	3%	32.4	4.91	高压液化气	气或液	4	≈ 1.8	≈ 3.6%
乙烯	3.1%	9.9	5.12	高压液化气	气或液	8	≈ 3.8	≈ 7.6%
丙烷	2.1%	96.8	4.27	低压液化气	液化气	8	≈ 2.2	≈ 4.4%

有*的列数据源自文献^[10]

2.2.2 储罐的压力及容积上限

考虑到高压吸附仪器没有增压装置,其实验压力来自于储罐压力,为此,首先要保证储罐有适当高的压力后再考虑可供气体积。高压吸附实验最高平衡压力常设定在6 MPa,据此设定小储罐起始压力最高为10 MPa,出于安全考虑,要求小储罐体积与压力乘积小于1.0 MPa·L^[11],推算得小储罐体积不大于0.1 L即100 cm³,所储气体折算成常温常压下最大约10 L,设此容积值为储罐的上限。假设实验室面积是20 m²,室内空间约50 m³,小储罐内气体全部逸出时最高浓度只是0.02%,远远低于常用危险气体的爆炸下限。即使局部聚集在1 m³空间内其浓度也只有1%,低于表2中的爆炸下限。

2.2.3 保持排风正常,防止危险气体聚集

当空压机供气不足时会造成气动阀失灵或仪器故障失控时都可能发生危险气体从储气瓶经仪器管路逃逸到室内大气中。为了应对高压吸附实验室突然停电,室内不能强制排风,出现室内危险气体局部过浓的情形,应在气罐及仪器附近设置由UPS供电的风扇以加快易燃易爆气体的扩散、稀释。

采取以上措施后能有效防范危险气体逸出带来的爆炸风险和空压机发热引起的火灾。

3 对储罐供气能力估算及实测注意事项

改用小储罐(0.1 L)供气后能否顺利开展和完成实验要进行实测验证,若用小储罐供气不能提供

足够的压力和充足的气体则此工作无实际应用价值。

将小储罐装置在市售钢瓶和仪器间连用，小储罐起到过渡供气的作用。过渡气路和采取的安全设施及仪器工作气路示意图见附图1。

图1 仪器工作原理及供气气路示意图

3.1 对高压吸附用气量及平衡压力估算

改成小储罐供气后，经测算储罐及储罐后外接高压管路容量合计约 115 cm^3 ($V_{\text{罐+管}}$)，储罐初始压力($p_{\text{罐始压}}$)最高允许设为10 MPa。歧管部分空间($V_{\text{歧}}$)约 24 cm^3 (低压传感器关闭时，是仪器参数)，样品仓及联接管路空间($V_{\text{仓}}$)实测值约 11 cm^3 。高压吸附仪的储罐保持压力($p_{\text{罐持压}}$)要高于样品仓能到达的最高平衡压力($p_{\text{平衡}}$)，仪器软件规定了两对应数值(见表3的第3列、第6列)。

根据吸附体积计算原理可以从算式(1)计算出储罐内气体体积与达到最高平衡压力下的体积差值($V_{\text{余}}$)，该差值是可供样品吸附气体最大体积量(STP)。只有该数值大于待测样品绝对吸附量时测试才可能达到平衡，此时用储气罐代替供气钢瓶的措施才有实际意义。

上述参数之间在常温状态下(STP)大致有如关系式(1)，式中 $p_{\text{常压}}$ 设定为100 kPa。

$$p_{\text{常压}} \times V_{\text{余}} = p_{\text{罐始压}} \times V_{\text{罐+管}} - p_{\text{罐持压}} \times (V_{\text{罐+管}} + V_{\text{歧}}) - p_{\text{平衡}} \times V_{\text{仓}} \quad (1)$$

将计算后所得数据排列表3。

当最终压力要求不低于6.3 MPa时，对样品最大吸附量为 $800\text{ cm}^3\cdot\text{g}^{-1}$ 、装样为0.8 g时，供气量不少于 640 cm^3 (STP)，应可以满足吸附用气需求。经用二氧化碳和甲烷气体进行实验验证，测试结果与估算数据基本相符。

表3 储罐及吸附平衡压力不同时可供吸附气体量

填充棒	$p_{\text{罐始压}}/\text{kPa}$	$V_{\text{罐+管}}/\text{cm}^3$	$p_{\text{罐持压}}/\text{kPa}$	$V_{\text{歧}}/\text{cm}^3$	$p_{\text{平衡}}/\text{kPa}$	$V_{\text{仓}}/\text{cm}^3$	$p_{\text{常压}}/\text{kPa}$	$V_{\text{余}}/\text{cm}^3$
无	10000	115	7000	24	6317	11	100	1077
有	10000	115	7000	24	6317	8.6	100	1228
无	4200	115	2500	24	2256	11	100	1106
有	4200	115	2500	24	2256	8.6	100	1160

3.2 对单位质量吸附特别大样品的测试

提高供气体积是对单位质量吸附特别大样品测试的最简单方法。但是,在限定储罐容量、最高供气平衡压力后,若想进一步提高供气体积则要用变通的方式:适当减少样品量或在样品仓中加入填充棒。加填充棒的目的有二:提高测试的准确性;减少死体积以提供更多的气体用于吸附。

填充棒选用实心不锈钢柱,本实验室自制,体积约 2.4 cm^3 ,选用填充棒后样品仓容量减小到约 8.6 cm^3 。从表3第9列的数值($V_{\text{多余}}$)可看到:可供吸附的体积有所增多,在高压时增多更为明显。

3.3 使用储罐供气的注意事项和一些体会

增加储罐及控制气路后,洗气、充气操作要特别小心,为防止意外,储罐及控制气路上的阀门切不可同时处于开启状态。充气时要注意提前调试好调节阀开启程度并间歇充气,对液化气要控制好温度、压力,避免在储罐中液化。操作中要随时做好标牌悬挂以防止误操作,随时观察压力表读数,发现异常及时查找原因并处理。

为便于实验准备,高效开展高压吸附测试,经过一段时间的摸索,要注意选择开始测试的时间,笔者注意到这样安排较为合理:对储罐供气压力比较小的($\leq 5\text{ MPa}$)的测试安排在下午4时开始;对储罐供气压力比较大的($\geq 5\text{ MPa}$)的测试安排在上9时开始,这样测试前的准备也更为从容,测试中的一些关键节点很可能是在工作时间内出现,方便观察和调整。

尽管所选小气罐不在压力容器管制之列,但选购时仍要注意参照相关标准^[12],尤其要注意承压能力、材质和制造工艺,避免引入新的危险源。

在整个测试过程中要特别注意随时关闭市售供气钢瓶阀门以避免一旦大量漏气带来的风险。

3.4 对装置进一步改进的设想

目前高压吸附仪进气速度控制都依赖于事先调好位置的手动针阀,对压力高于 3 MPa 的测试在吸附初始阶段特别容易发生进气速度过快、吸附气体充入歧管过多的情况,发生此种情况后仪器又不得不将过充气体排出,这样既浪费了吸附气体又增加了测试时间,对于用小储罐供气的测试应尽可能避免此种情形。为此,对要求达到较高压力下的测试作了具体要求:必须安排在上9时开始,如上午9时。这样要求是便于测试人员在工作时间内能及时手动调节进气速度、适时逐渐增加小储罐的压力、及时补充气体;待到下午工作时间结束人员离开时,吸附已经进行了较长时间,供气小储罐内的压力与样品腔内压力差已经缩小、进气速度有所变缓,人员离开前再次向小储罐补充气体、增加气压到允许的上限以尽可能保障吸附测试持续到次日上午。

为了更充分利用非工作时间,对压力要求不高的测试建议安排在下午下班前开始,如下午4时,由于下班后无人值守,此时若将仪器上控制进气速度的针状调节阀调节得过小,当吸附到相对较高压力时则容易发生进气速度过缓、测试自动终止的情况;考虑到小储罐气体储量相对充裕、压力相对较大,测试开始前将针状调节阀调得稍大以保证进气速度,使得在无人值守的情况下测试能够进行和完成。

笔者还设想在图1中储罐及控制气路的过滤器与单向阀之间增加一个与时间相关的电控调压阀,希望能“随心所欲”地按时间、压力供气,彻底避免手动针状调节阀带来的安全隐患问题。若仪器厂家从仪器内部着手改动,如将图1中调压阀BG2改为电动并与传感器P1关联且受其控制或许更为理想。

4 结语

对高压吸附实验室供气等周边设施进行改变后,经过试用和调整,改动设施起到了防范和避免易燃易爆气体带来的风险、减轻测试人员工作强度、提高仪器测试效率的作用。做法简单归纳如下:

- 1) 用耐高压小储罐代替市售钢瓶供气,确保室内危险气体远低于爆炸下限;
- 2) 加装空压机控温装置或增大空压机储气罐体积,防止空压机过热和保证对气动阀供气;
- 3) 用UPS给风扇供电,避免危险气体在仪器周边聚集;

4) 根据测试要求确定合理的测试条件和测试开始时间, 便于实验准备和测试中途调整。
上述4点或对同类实验室的管理有些参考作用。

参 考 文 献

- [1] 宁信, 张锐, 王满意, 翟春红. 实验技术与管理, **2018**, 35 (10), 230.
- [2] 高磊. 化工管理, **2019**, No. 7, 65.
- [3] 周宝成. 浙江理工大学学报, **2013**, 30 (6), 957.
- [4] 李志红. 实验技术与管理, **2014**, 31 (4), 210.
- [5] 路贵斌, 姜慧敏. 实验技术与管理, **2008**, 25 (10), 172.
- [6] 杨锐明, 嵇玉群. 实验技术与管理, **2019**, 12 (12), 252.
- [7] 吴超. 安全科学原理. 北京: 机械工业出版社, 2018: 49–56.
- [8] 连雪山. 事故隐患排查、治理与预防. 北京: 中国环境出版集团, 2018: 14–38.
- [9] TSG 21-2016 固定式压力容器安全技术监察规程. [2020-11-10]. <https://www.instrument.com.cn/download/shtml/246693.shtml>
- [10] 郝澄, 汪洋. 气瓶充装与安全. 第2版. 北京: 化学工业出版社, 2013: 22–52.
- [11] 质检总局2014年第114号公告. 特种设备目录. [2020-11-10]. http://www.samr.gov.cn/tzsbj/tzgg/zjwh/201411/t20141103_283535.html
- [12] TSG R7003-2011 气瓶制造监督检验规则. [2020-11-10]. <https://www.instrument.com.cn/download/shtml/175058.shtml>