



中华人民共和国国家标准

GB/T 4756—2015
代替 GB/T 4756—1998

石油液体手工取样法

Method for manual sampling of petroleum liquids

(ISO 3170:2004, Petroleum liquids—Manual sampling, MOD)

2015-12-31 发布

2016-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

订单号: 0100190820046435 防伪编号: 2019-0820-1047-0198-3362 购买单位: 北京中培质联

北京中培质联 专用

目 次

前言	III
引言	V
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原则	5
5 设备	6
5.1 总则	6
5.2 油罐取样器	6
5.3 桶听取样器	20
5.4 管线取样器	21
5.5 样品接收器和样品容器	21
5.6 容器封闭器	23
5.7 样品冷却器	23
6 安全预防措施	23
7 均匀石油液体的取样	23
7.1 引言	23
7.2 预防措施	24
7.3 油罐取样	26
7.4 管线取样	30
7.5 加油机(油枪)取样	34
8 原油和其他不均匀石油液体的取样	34
8.1 总则	34
8.2 方法	35
9 样品调配	36
9.1 总则	36
9.2 样品均化	37
9.3 搅拌效果的检验	38
9.4 样品转移	40
10 油罐残留物/沉积物的取样	40
11 包装取样	40
11.1 包装取样的统计学观点	40
11.2 包装取样法	44
附录 A (资料性附录) 安全预防措施导则	45
附录 B (资料性附录) 商业加油机的手工取样法	47
附录 C (资料性附录) 采集汽油样品的油枪加长管及其使用	49
参考文献	51

订单号: 0100190820046435 防伪编号: 2019-0820-1047-0198-3362 购买单位: 北京中培质联

北京中培质联 专用

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 4756—1998《石油液体手工取样法》，与 GB/T 4756—1998 相比，主要技术变化如下：

- 在范围中增加了从加油机油枪中手工采样的内容(见第 1 章,1998 版的 1.1)；
- 扩展了被取样产品的适用范围,将被取样产品以液体形式储运的温度上限由 100 ℃ 修改为 200 ℃,删除了关于产品雷德蒸气压的规定(见第 1 章,1998 版的 1.2)；
- 精简范围中的内容,删除其中的手工取样法的组成、规定减少或消除轻组分损失的提示、取样方法使用不当的影响、取样目的以及标准中包含确定液体不均匀程度、采集沉积物方法的陈述(见第 1 章,1998 版的 1.3、1.4、1.5、1.6、1.7 和 1.8)；
- 增加 GB/T 2828.1—2012、GB/T 11146、GB/T 27867 和 ISO 1998(所有部分)作为规范性引用文件,删除了 GB/T 1884、GB/T 6533(见第 2 章)；
- 删除了术语和定义中的“主管人员”、“管线”、“包装”、“溶解水”和“游离水”共计 5 项术语(见 1998 版的 3.1、3.4、3.9.3、3.11.1 和 3.11.3)；
- 在术语和定义中增加“自动取样器”、“底水样”、“密闭取样”、“构样”、“泄水样”、“浮顶样”、“脂类样”、“开口取样”、“便携式取样装置”、“受限取样”、“计量管”、“排污池样”、“罐侧样”、“试样”、“蒸气闭锁阀”和“区间样”共计 16 项术语(见 3.3、3.6、3.7、3.9、3.10、3.11、3.12、3.17、3.19、3.22、3.30、3.32、3.34、3.35、3.40 和 3.41)；
- 在设备中增加了“受限和密闭系统取样器”及相关说明(见 5.2.7)；
- 在设备中增加了“可变容积样品接收器”及相关说明(见 5.5)；
- 在均匀石油液体的取样方法中增加了对应液深的点样的最小数目(表 1)(见 7.1)；
- 在均匀石油液体的取样方法中增加了安装蒸气闭锁阀的油罐取样(见 7.3.1.4)；
- 在均匀石油液体的取样方法中增加了带阀门取样点的压力罐的取样(见 7.3.1.5)；
- 在均匀石油液体的取样方法中修改完善了管线的手工取样,规定了高蒸气压液体定点取样的三种方法和样品调配方法(见 7.4,1998 版的 7.5)；
- 在均匀石油液体的取样方法中增加了加油机(油枪)取样的方法(见 7.5)；
- 在原油和其他非均匀石油液体的取样方法中增加了管线取样的内容(见 8.2.2)；
- 修改完善了样品的均化方法,增加了样品接收器的类型和均化中的温升限制,完善了搅拌效果的检验方法和判定指标(见 9.2)；
- 修改了标准的编写结构,将油罐残留物/沉积物的取样专门作为一章(见第 10 章,1998 版的 7.3.5)；
- 修改了标准的编写结构,将包装取样单独作为一章(见第 11 章,1998 版的 7.4)。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 3170:2004《石油液体 手工取样法》。

本标准与 ISO 3170:2004 的技术性差异及其原因如下：

- 在范围第一段中增加从加油机油枪中取样的内容,明确本标准规定了从加油机油枪中进行取样的方法；
- 对于范围第 3 段中涉及其他特殊油品取样的国际标准,凡是有对应国家标准和行业标准的,均进行相应调整,以方便我国标准用户的使用,用“SH/T 0233”代替“ISO 4257”；用“GB/T 20603”代替“ISO 8943”；用“GB/T 13609”代替“ISO 10715”；

——关于规范性引用文件,本标准作了具有技术性差异的调整,以适应我国的技术条件,调整的情况集中反映在第2章“规范性引用文件”中,具体调整如下:

- 用等同采用国际标准的 GB/T 2828.1—2012 代替 ISO 2859-1:1999(见第11章);
- 用等同采用国际标准的 GB/T 27867 代替 ISO 3171:1988(见4.3、5.4和第8章);
- 增加引用了 GB/T 8929 和 GB/T 11146(见第9章)。

——取消7.3.1.1.7第4段,因为部分内容与本条相关内容有矛盾,但在其下一段前增加“对某些例行取样器,应按液体的深度和黏度调节充油限制孔的大小,再按操作要求采集例行样。”,以保留删除段的有用内容;

——对于由若干舱室构成的油船,在7.3.2.1中增加取样舱室选定规则的内容,便于用户在不可能对所有舱室进行取样的情况下,科学确定取样舱室的最小数量,又不至于过度降低取样的代表性;

——取消原7.4.1的内容,将7.4.1的标题由“非均匀液体”改为“总则”,同时将7.4的悬置段作为7.4.1的内容,以适合我国标准的编写要求;

——在均匀液体的管线手工取样中,对于管输交接的批量油品,增加了按输油数量取样和按输油时间取样的技术内容(见7.4.2),增加管线手工取样的可操作性;

——在7.5的最后增加“关于商业加油机油枪取样的详细内容可参见附录B和附录C。”,进一步细化加油机取样的技术内容,增强加油机取样的可操作性;

——对于用管线交接的批量原油和其他不均匀石油液体,增加了采用管线手工取样时在取样设备选型、安装以及取样操作上应采取的措施(见8.2.2.1),由此可最大限度地提高原油和其他不均匀油品管线手工取样的代表性;

——将9.3.4.12修改为“对于搅拌系统的检验,不应采用离心法去测定水含量。”,以适应我国标准的编写要求;

——删除全部“专利权”的相关词条,以符合我国标准的编写要求;

——删除所有压力数据后面用单位 bar 表示的括号中的内容,以符合我国计量单位的使用习惯。

本标准作了下列编辑性修改:

——删除范围中的注,用“注:本标准可能也适用于多数非腐蚀性的液体化工产品的取样,但应严格遵守这些液体化工产品对应的安全措施。”代替;

——在术语“3.1 可接受的质量水平”的定义之下增加“注:本标准中的可接受的质量水平等同于 GB/T 2828.1—2012 中的接收质量限。”;

——增加了资料性附录 B,给出了商业加油机的具体取样方法;

——增加了资料性附录 C,提供了采集汽油样品的油枪加长管的技术要求及其使用方法;

——在参考文献中,凡国际标准有对应我国标准的,修改为我国标准。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会(SAC/TC 280)提出。

本标准由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会石油静态和轻烃计量分技术委员会(SAC/TC 280/SC 2)归口。

本标准由中国石油化工股份有限公司石油化工科学研究院负责起草,中国石油化工股份有限公司洛阳石化工程公司参加起草。

本标准主要起草人:魏进祥、刘峰阳。

本标准于1984年11月首次发布,1998年6月第一次修订,本次为第二次修订。

引 言

本标准旨在实现储油容器内或输油管线中液体/半液体烃类手工取样的标准化。如果被取样烃类具有不均匀的特性,显示在组成上存在明显不同,或者含有沉淀物和水,则手工采集的样品可能不具有代表性,但可由此评估不均匀的程度并进行数质量的计算。

本标准规定的方法可降低和消除样品中轻组分的损失。这种损失可发生于样品的调配或转移期间,因而使样品无法代表散装油品。

本标准意在提供如下目的样品:

- a) 确定液体/烃的特性参数;
- b) 确定水含量;
- c) 确定不属于交接液体的其他杂质。

如果用于 a)、b)、c) 三种目的的取样方法相互冲突,则需分别采集与之适合的样品。

本标准规定的不均匀液体的取样方法可用于不均匀程度的评估以及数质量的计算。

本标准也包括了惰性气体压力下液态烃类的油罐取样法以及配备蒸气挥发控制系统的油罐取样法。

本标准可与 GB/T 27867《石油液体管线自动取样法》组合使用。

北京中培质联 专用

订单号: 0100190820046435 防伪编号: 2019-0820-1047-0198-3362 购买单位: 北京中培质联

北京中培质联 专用

石油液体手工取样法

1 范围

本标准规定了从固定罐、铁路罐车、汽车罐车、船舶、桶、听、泵送液体管线或加油机油枪采集液体或半液体烃类、油罐残留物和沉积物样品的手工取样法。

本标准适用于在常压或接近常压的油罐中储存的或管线输送的,在常温到 200 °C 范围内以液体形式储运的石油产品、原油及中间产品的取样。

本标准不适用于属于其他标准研究对象的特殊石油产品的取样,例如电绝缘油(IEC 60475)、液化石油气(SH/T 0233)、液化天然气(GB/T 20603)以及气态天然气(GB/T 13609)。

本标准包括了现有的取样方法和正在使用的设备类型。对于后续出现的新设备,只要能按本标准的要求和方法进行取样,则也可用于本标准。

注:本标准可能也适用于多数非腐蚀性的液体化工产品的取样,但应严格遵守这些液体化工产品对应的安全措施。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 2828.1—2012 计数抽样检验程序 第1部分:按接收质量限(AQL)检索的逐批检验抽样计划(ISO 2859-1:1999, IDT)

GB/T 8929 原油水含量的测定 蒸馏法(GB/T 8929—2006, ISO 9029:1990, MOD)

GB/T 11146 原油水含量测定 卡尔·费休库仑滴定法(GB/T 11146—2009, ISO 10337:1997, MOD)

GB/T 27867 石油液体管线自动取样法(GB/T 27867—2011, ISO 3171:1988, IDT)

ISO 1998(所有部分) 石油工业 术语(Petroleum industry—Terminology)

3 术语和定义

ISO 1998(所有部分)界定的以及下列术语和定义适用于本文件。为便于使用,以下重复列出了 ISO 1998(所有部分)中的某些术语和定义。

3.1

可接受的质量水平 acceptable quality level; AQL

最大次品百分数(或每百件产品的最大次品数)。用于取样检验时,将最大次品百分数看作是一个过程平均值可获得满意的结果。

注:本标准中的可接受的质量水平等同于 GB/T 2828.1—2012 中的接收质量限。

3.2

全层样 all-levels sample

取样器仅沿一个方向通过除游离水以外的整个液体高度,期间通过累积液样所获得的样品。

3.3

自动取样器 automatic sampler

从管线内流动液体中自动抽取代表性样品所使用的装置。

注:自动取样器通常由取样管、样品抽取器、联合控制器、流量测量装置和样品接收器组成。

3.4

批 batch

所含产品属于同一类型和组成且全部一次制造或一次交付的若干数目的包装。

3.5

底部样 bottom sample

从油罐或容器的底部或靠近底部的产品中采集的点样(见图 1)。

3.6

底水样 bottom water sample

在罐内油品下部采集的游离水的点样。

3.7

密闭取样 closed sampling

在不允许罐内任何液体或蒸气泄漏到大气中的密闭条件下,从罐内采集样品的过程。

3.8

组合样 composite sample

为获得散装油品具有代表性的样品,按确定比例组合一定数目的点样所获得的样品。

3.9

杓样 dipper sample

在自由流动的流体路径中放置杓或其他采集容器,按与固定流速对应的时间间隔或与流速成比例变化的时间间隔,在最大横截面积流的位置采集一定体积产品所获得点样。

注:本方法一般限于从传送带上对石油焦等固态石化产品进行采样。

3.10

泄水样 drain sample

从储罐泄水阀上所获得的样品。

注:泄水样有时可等同于底部样,例如,汽车罐车。

3.11

浮顶样 floating roof sample

为测定浮起浮顶的液体的密度,在液面稍下位置采集的点样。

3.12

脂类样 grease sample

用舀取或挖取方式从容器内获得一定数量的软体或半液体物质所获得的点样。

3.13

样品的完整性 integrity of the sample

完整不变的状态,即保存样品与从散装液体中采集时具有相同的组成。

3.14

下部样 lower sample

在液面下六分之五液深位置采集的点样。见图 1。

3.15

中部样 middle sample

在液面下二分之一液深位置采集的点样。见图 1。

3.16

搅拌器 mixer

为获得具有代表性的样品,在管线或容器内提供均匀液体混合物的装置。

注:也称混合器。

北京中培质联专用

3.17

开口取样 open sampling

通过打开的检尺口或计量口从罐内采集传统样品的过程。

注：如果油罐液面以上的气体空间带有压力，则通常需要使用其他（密闭或受限）方法，以避免油罐泄压和由此产生的挥发性有机组分（VOCs）的损失。

3.18

次品百分数 per cent defective

一批已知数量的产品包含的次品个数除以被检测产品的总数再乘以 100 的所得结果，即：

$$\text{次品百分数} = (\text{次品数} / \text{被检测的产品数}) \times 100$$

3.19

便携式取样装置 portable sampling device; PSD

设计结构能与蒸气闭锁阀气密连接，内含一种受限或密闭系统的取样器，并配备了用于放下和收起取样器的尺带或电缆卷绕机构的取样装置。

3.20

代表性样品 representative sample

具有的物理或化学特性与取样对象总体积的体积平均特性相同的样品。

3.21

残渣和沉淀物 residues and deposits

从液体中分离出来，沉降到装载液体的油罐底部或在液体泵出后残留在罐内的含有水分的有机或无机物质。

3.22

受限取样 restricted sampling

通过可显著降低或减小开口取样期间发生的蒸气损失，但又不属于完全气密类型的设备采集罐内样品的过程。

3.23

例行样 running sample

取样器沿两个方向通过除游离水以外的整个液体高度，期间通过累积液样所获得的样品。

3.24

样品调制 sample conditioning

在样品调配期间，为准备分样和/或分析而均化样品所必需的搅拌过程。

3.25

样品调配 sample handling

样品的调制、转移、分割和运输。

注：样品调配包括样品从初始取样装置到其他容器的转移和子样到实验室分析设备的转移，也称为样品处理。

3.26

样品数 sample size

为按已知取样方案测定样品的可接受性而从一批产品中抽取的样品数目。

3.27

撇取样 skim sample

表面样 surface sample

从液体表面采集的点样。见图 1。

3.28

点样 spot sample

在罐内规定位置或按规定时间从管线液流中采集的样品。

3.29

静态搅拌器 static mixer

位于管线内且没有运动部件的搅拌装置。

注：静态搅拌器的效率取决于搅拌液体所需要的运动液体的动能。

3.30

计量管 still-well; guide pole; still-pipe; sounding-pipe; stand pipe

为进行计量操作而安装在罐内的立式圆筒形立管。

注 1：从未打孔或未开槽的计量管中采集的样品不宜用于贸易交接，见 7.2.1.3。

注 2：液体船舱也可装有计量管。

注 3：计量管可减小因液体波动产生的误差。

3.31

抽吸液位样 suction-level sample

出口液面样 outlet sample

从液态烃泵出油罐的最低液位采集的样品。见图 1。

注：在该液位的确定中，应为罐内配件留出适当的间隙，如旋转臂、抽吸导流板或内部弯头。

3.32

排污池样 sump sample

从排污池内采集的点样。

3.33

悬浮水 suspended water

在油内以细小液滴形式分布的水。

注：经过一段时间，它可能聚集成为游离水，也可能成为溶解水（乳化水），这主要取决于温度和压力等条件。

3.34

罐侧样 tank-side sample; tap sample

从油罐一侧放样阀采集的点样。

3.35

试样 test sample

导入试验分析设备内的样品或子样的一部分。

3.36

顶部样 top sample

从顶部液面下 150 mm 位置获得的点样。见图 1。

3.37

总水 total water

一批货物或部分油品中溶解水、悬浮水和游离水的总和。

3.38

无油空间 ullage

在固定容积样品接收器/容器中液面以上余留的空容量。

3.39

上部样 upper sample

在顶部液面下六分之一液深位置采集的点样。见图 1。

3.40

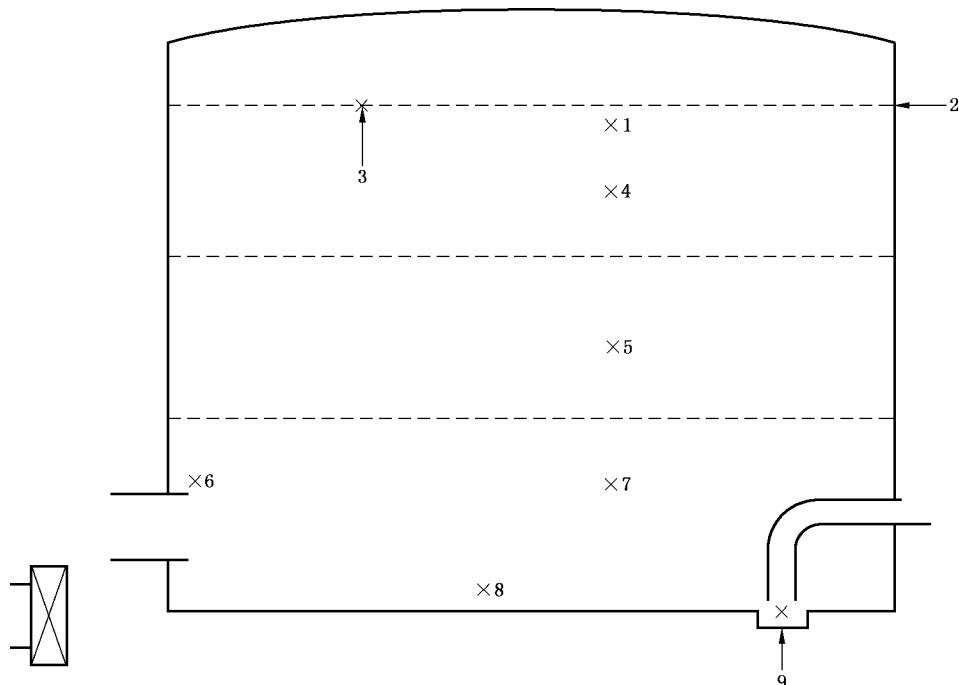
蒸气闭锁阀 vapour-lock valve; vapour control valve

装配到蒸气密闭罐或压力罐的顶部，允许在没有压力损失的情况下进行手工计量和/或取样操作的装置。

3.41

区间样 zone sample; core sample; flow-through sample

将区间取样器放入油罐内某一位置,在液体完全注满后,封闭取样器,此时在取样器总高度内聚集的在液柱部分采集的样品。



说明:

- | | |
|---------|-----------------|
| 1——顶部样; | 6——抽吸液位样或出口液面样; |
| 2——油面; | 7——下部样; |
| 3——撇取样; | 8——底部样; |
| 4——上部样; | 9——排污池样。 |
| 5——中部样; | |

图 1 点样位置示意图

4 原则

4.1 为确保提交检验的样品尽可能代表被取样的液体,本标准规定了必要的注意事项。这些注意事项取决于液体性质、被采样的油罐、容器或管线以及样品的检验项目。

手工取样法主要分为以下两种:

- 油罐取样(静态取样);
- 管线取样(动态取样)。

当接收或发出一批油品时,可选用油罐取样或管线取样,也可二者皆用。当两种方法都用时,不应将这两组样品混合。

4.2 当罐内液体静止时,才可进行油罐取样。在油品分析中,通常采集以下样品中的一种:

- a) 上部样、中部样和下部样;
- b) 上部样、中部样和抽吸液位样(出口液面样)。

如果对样品的检验表明油罐液体是均匀的,可将它们按每种样品代表的体积按比例混合,以进行下

一步的试验。

如果对样品的检验表明油罐液体是不均匀的,应在多于三点的液位采集点样,制备用于分析的组样。当样品组合会损害样品的完整性时,应单独分析每个样品,并计算出相当于组样的结果。在计算中,应考虑到每个样品所代表的油品比例。点样定位如图 1 所示。

其他方法为例行样或全层样。

例行样或全层样方法获得的只是单个样品,不能用于评价罐内液体的均匀性,通常用于确定罐内液体的平均品质。

注 1: 油罐取样可能导致烃类或其他挥发性有机组分(VOCs)释放到大气中,安全和环境法规会限制其使用。对此,通常不适于通过打开的检尺口或计量口进行传统的开口取样。当罐内液面以上的气体空间带压,并且/或者油罐构成蒸气平衡/回收系统的组成部分,使用密闭或受限取样法可避免油罐失压并降低由此带来的 VCSs 损失。当油罐液体的蒸气有害,使用密闭或受限取样法可降低环境影响的风险。

注 2: 密闭取样是在系统密闭的条件下,用密闭取样装置采集罐内样品的过程。当取样不允许油罐的内容物直接暴露和/或释放到大气中时,应建立一个密闭系统,借助蒸气闭锁阀,使用操作时能提供气体密封的密闭取样装置,进行手工密闭取样。为确保残留蒸气不从密闭系统中释放出来,在从蒸气闭锁阀上卸下取样装置前,可提供一种排除装置内残留的蒸气的特殊功能。

注 3: 受限取样是通过蒸气闭锁阀,使用受限取样装置采集罐内样品的过程。受限设备的设计应显著降低或减小开口取样期间发生的蒸气损失,因不是完全气密,仍可允许有少量的蒸气泄漏。

4.3 为从输油管线中获得一批交接液体具有代表性的样品,应按 GB/T 27867 使用自动取样装置进行取样。某些场合,只能用手工法采集动态管线内有限数目的点样,所取样品可能无法代表所输转的散装液体。

5 设备

5.1 总则

为保持油品的初始特性,取样装置的设计应具有防漏特性,在制造中应确保达到设计要求。取样装置应具有足够强度并进行外防护,以承受可能产生的正常的内部压力,而且还应足够坚固,以承受住可能遇到的任何外力作用。在使用前,应确认取样装置达到清洁度要求。

注 1: 对某些情况,在采集实际样品前,宜用被取样的液体冲洗样品接收器/设备(仅适合于液态烃类)。

注 2: 在 5.2 至 5.7 中,描述了各种取样装置,规定了必要的外观要求。由于所述类型任何合适的取样装置都可使用,因而在这些条款中,尚未列出详细的规格要求。

5.2 油罐取样器

5.2.1 总则

油罐取样器的分类基于如下抽取样品的类型:

- 点样;
- 区间样;
- 例行样;
- 全层样。

油罐取样器的分类也基于如下油罐操作和取样的入口模式:

- 开口取样;
- 受限取样;
- 密闭取样。

由于可能产生静电火花,因此不应使用合成纤维材质的绳子在油罐液体中提放取样器。

注: 为确保取样器连续接地,不宜使用金属链悬吊取样器。

5.2.2 点取样器和区间取样器

5.2.2.1 总则

点取样器和区间取样器应具有合适的结构,能在罐内任意规定的位置采集样品。在 5.2.2.2 至 5.2.2.4 中所描述的设备都应满足这个要求。

注:其他点取样装置也可有效使用。某些取样装置具有专门的开启装置,例如,在要求液位,通过并行下落的配重和悬吊缆线的引导来启闭的阀门,或者通过向上移动来启动使其关闭的翼片阀。某些取样装置在设计上可通过蒸气闭锁阀进行操作。

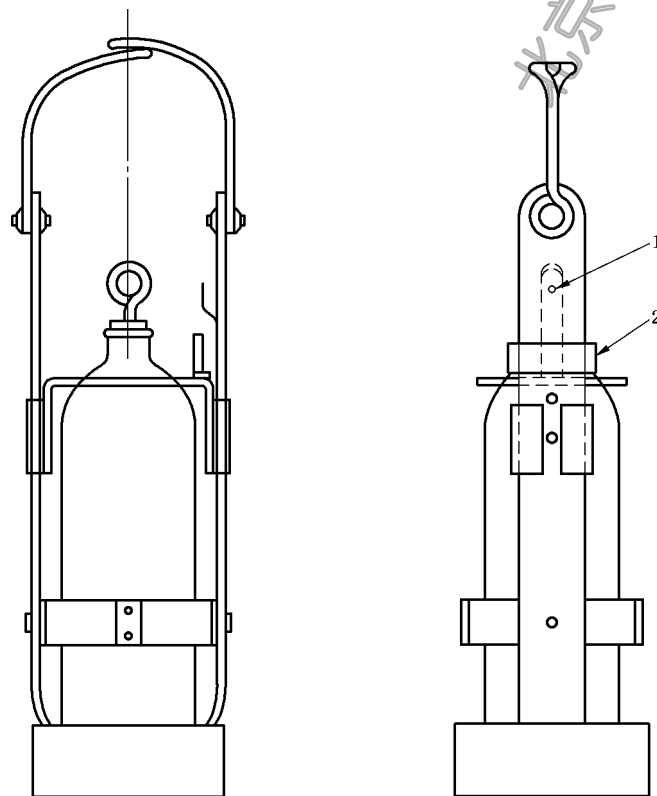
5.2.2.2 取样笼

取样笼应是一种金属或塑料材质的固定架,其结构可固定瓶或桶等合适的容器。加重这种组合设备,使其比较容易地沉入被取样的产品之中,并应设法在指定液位向容器内充入样品(见图 2)。

取样笼应具有合适的尺寸,以放入所需尺寸的取样瓶。某些瓶笼在设计上能接受不同脖颈尺寸(或体积)的取样瓶,并安装了浮球系统,瓶子一旦充满,浮球随即密封住瓶口。

注 1:对于挥发性产品,应优先使用取样瓶笼代替其他单点取样法,可避免样品转移到其他容器时可能发生的轻组分损失。

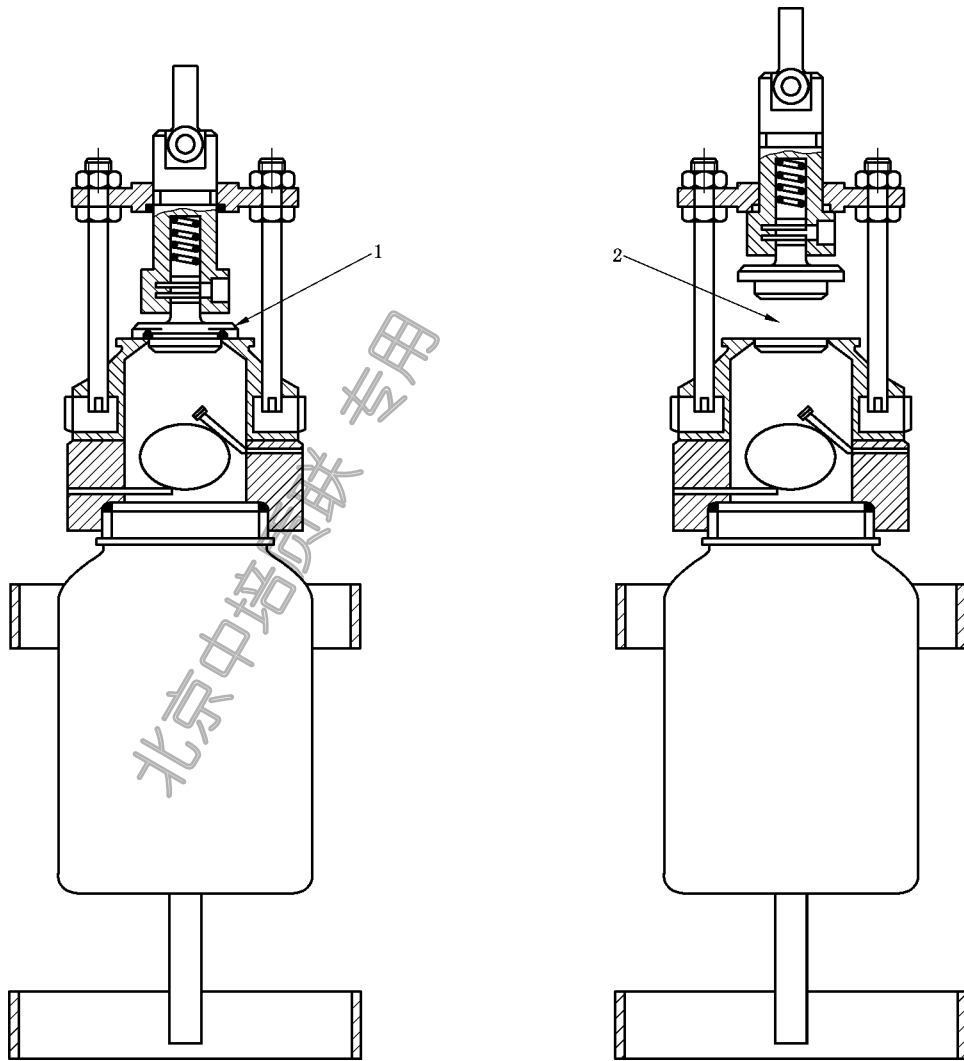
注 2:当一根配重的绳子可牢固地系到样品瓶上时,可不采用取样笼,瓶塞也要被系到距取样瓶颈部大约为 150 mm 的线绳上。



说明:

- 1——链接点;
2——锁片。

图 2 一种样品瓶笼的示例



说明:

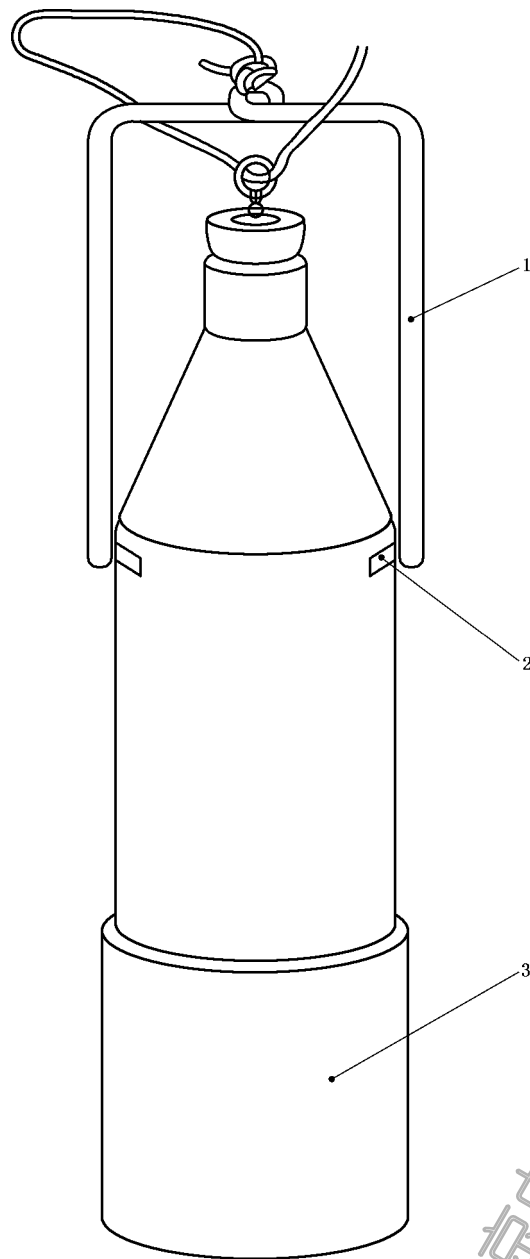
- 1——被封闭的样品入口;
- 2——打开的样品入口。

注: 本实例是一种合适的瓶笼取样器, 其中安装了一种自密封机构, 一旦瓶子充满, 就关闭进口。

图 2 (续)

5.2.2.3 配重取样桶

为取样桶(见图 3)增加额外的配重, 使其比较容易沉入被取样的液体中。按图 3 的方式将悬吊装置连接到桶上, 通过急拉方式打开取样桶的塞子。为避免桶在清洗中出现问题和/或敏感样品的可能污染, 应采用不接触样品的方式将配重固定到桶上。



说明：

- 1——接线提手；
- 2——吊耳；
- 3——配重材料。

图3 一种配重取样桶的示例

5.2.2.4 区间/液芯取样器

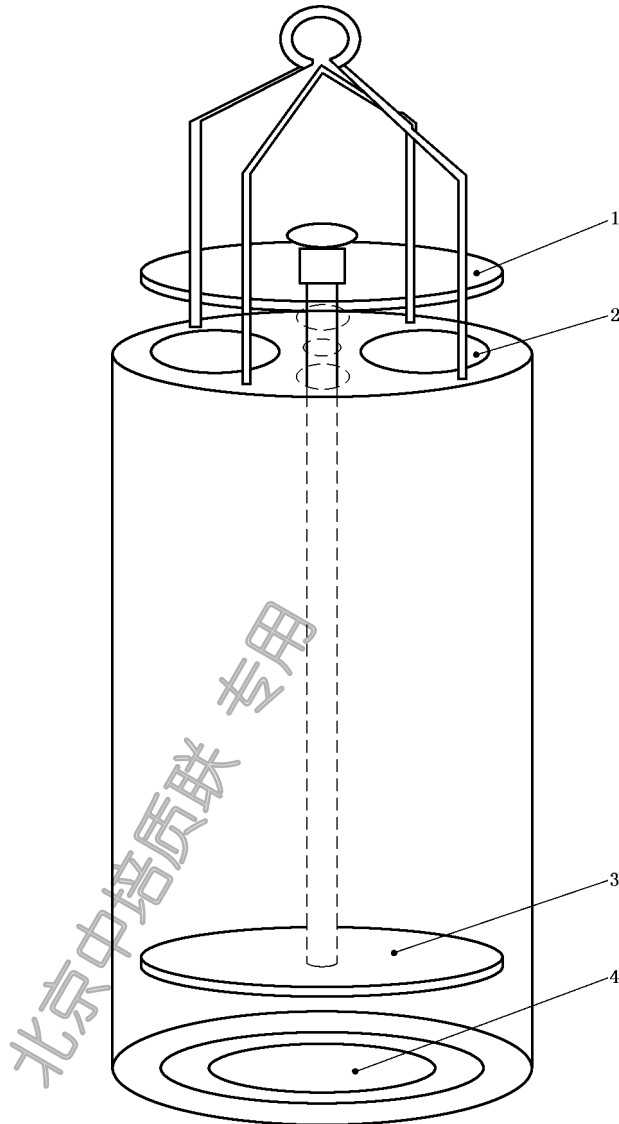
区间/液芯取样器由一根玻璃、金属或塑料材质制成的管子构成，两端打开，在将其向下插入液体期间，液体在其内部能自由流动。在所需液位，可通过下述多种装置关闭取样器的下端口：

- a) 一种由取样器上移激发的关闭机构；

- b) 一种由随悬吊缆线落下的配重来激发的关闭机构；
- c) 一种由浮子控制的触发式关闭机构；
- d) 一种由延伸杆或急拉绳激发的关闭机构。

区间/液芯取样器的设计和制造应使其在缓慢下降的情况下,能够在任意选择的液位,包括油罐底部,采集到一垂直液柱。(见图 4 和图 5)。

注:界面取样器是一种特殊类型的区间取样器,用于在罐底或任何其他选择的液位采集油/水界面位置的垂直液柱,例如油船内压舱水上的浮油界面,但也可用于从罐内任意选择的液位采集区间样(见图 6)。

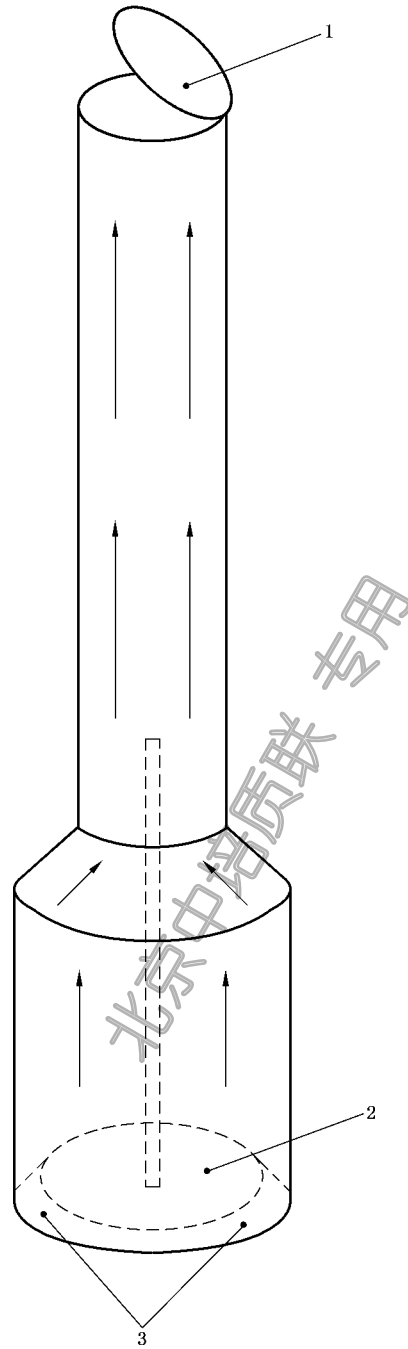


说明:

- 1——当取样器穿过液体下沉时,顶阀打开;
- 2——液体出口;
- 3——当取样器穿过液体下沉时,底阀打开;
- 4——液体入口。

注:在本示例中,当取样器上升时,两个阀门全部关闭。其他例子可能只有一个阀门(见图 6)。

图 4 一种区间取样器的示例



说明：

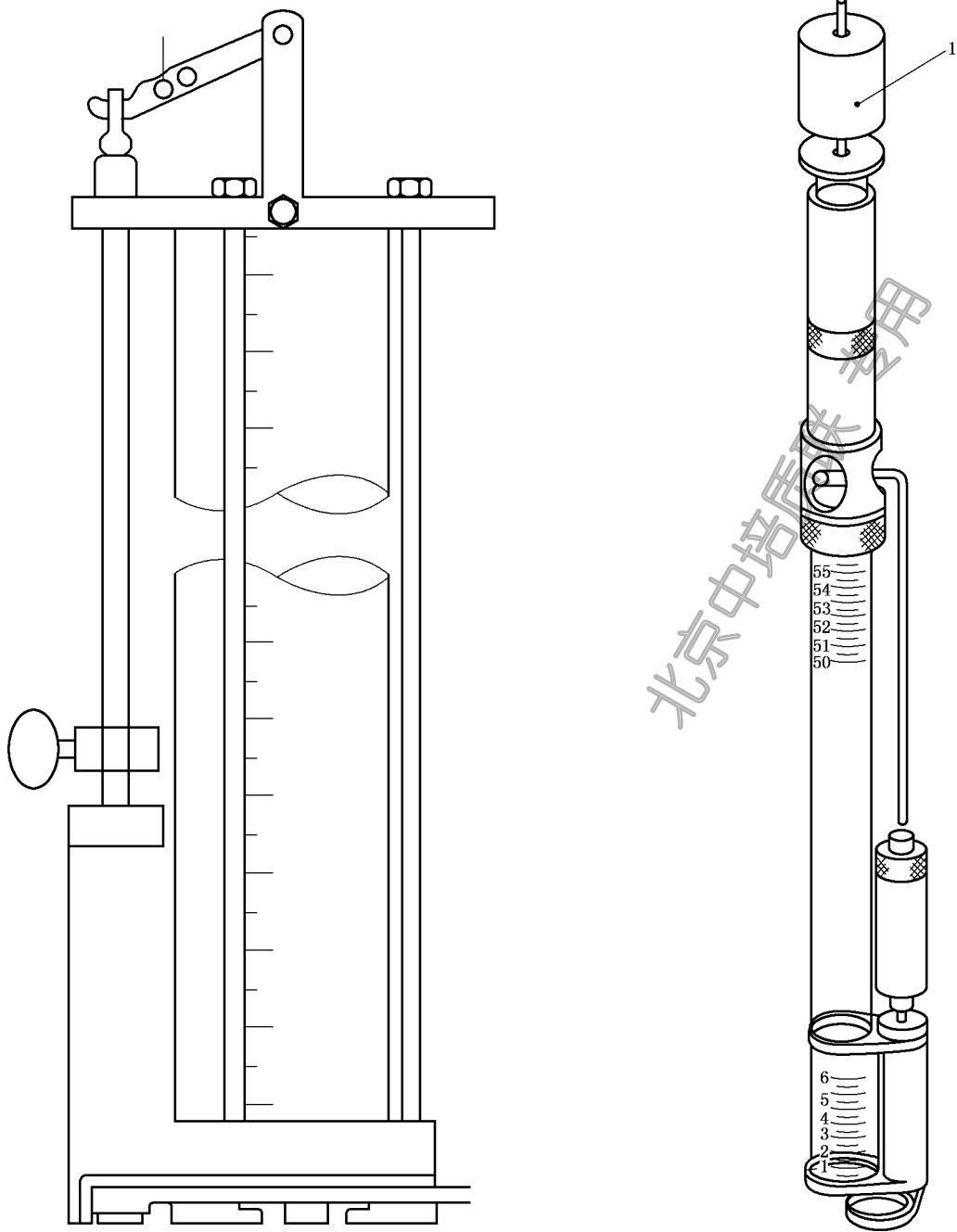
1——上部瓣阀(止回阀)；

2——底阀；

3——当取样器通过液体下沉时,有产品流过。

注：当取样器上升时,两个阀都关闭。

图 5 一种区间/液芯取样器的示例



说明:

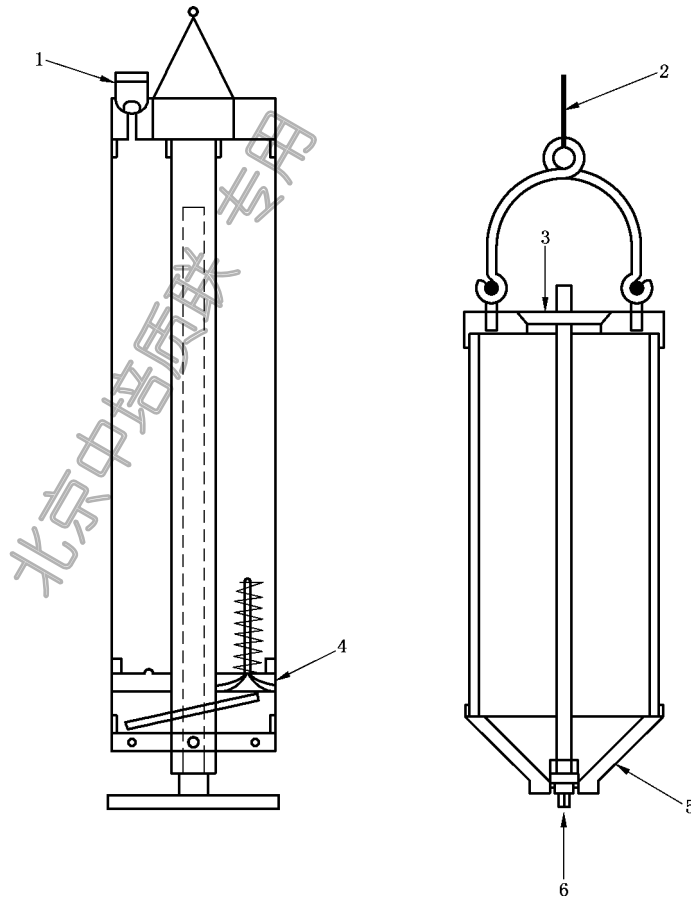
1——触发关闭机构的重物。

图 6 一种液芯/界面取样器的示例

5.2.3 底部取样器

底部取样器是一种放到油罐底部,通过接触油罐底板打开阀门,提升时阀门自行关闭的容器(见图7)。有些取样器具有可伸长的“脚”,允许取样器刚好在一层沉淀物的上面进行取样。

注:某些区间/液芯取样器或界面取样器也可作为底部取样器使用。

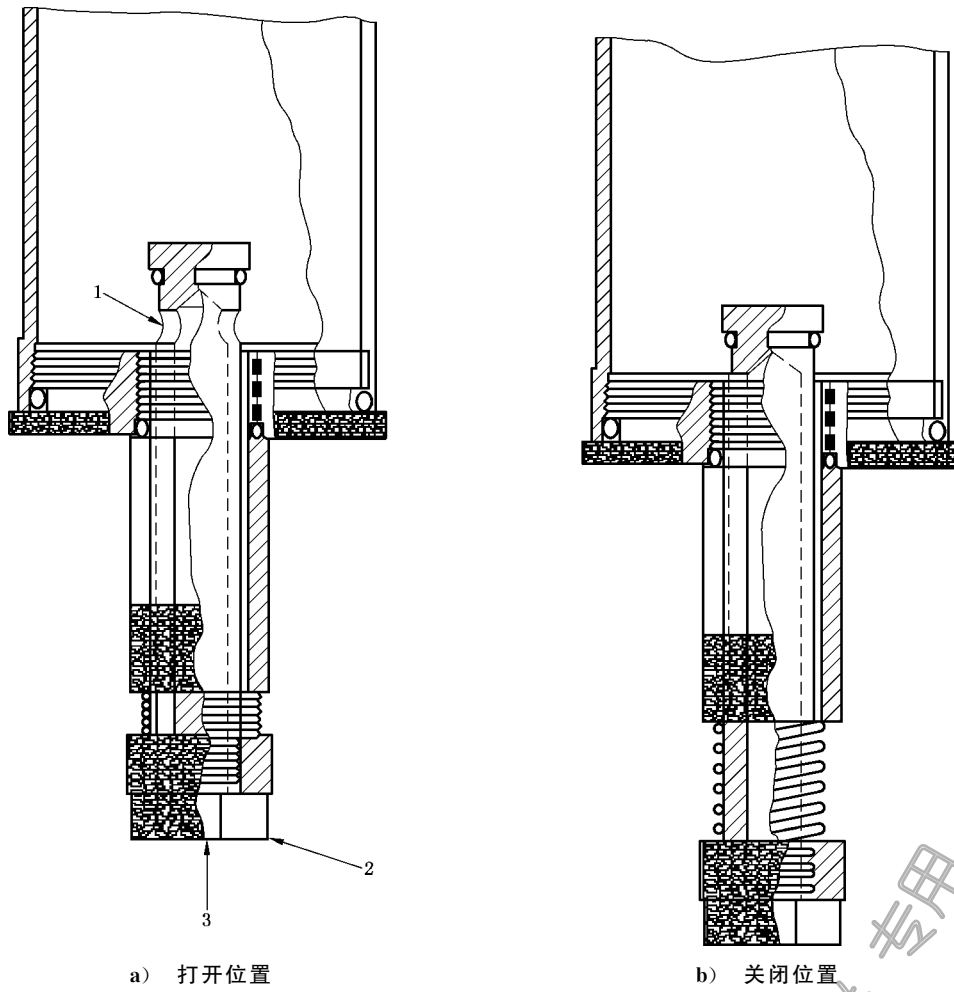


说明:

- 1——球阀/空气出口;
- 2——放线绳;
- 3——空气出口;
- 4——由弹簧压载的入口阀;
- 5——四条加强筋;
- 6——加重式入口阀。

注:可调长度的触脚可启动入口阀的开启和关闭。

图7 一种底部取样器的示例



说明:

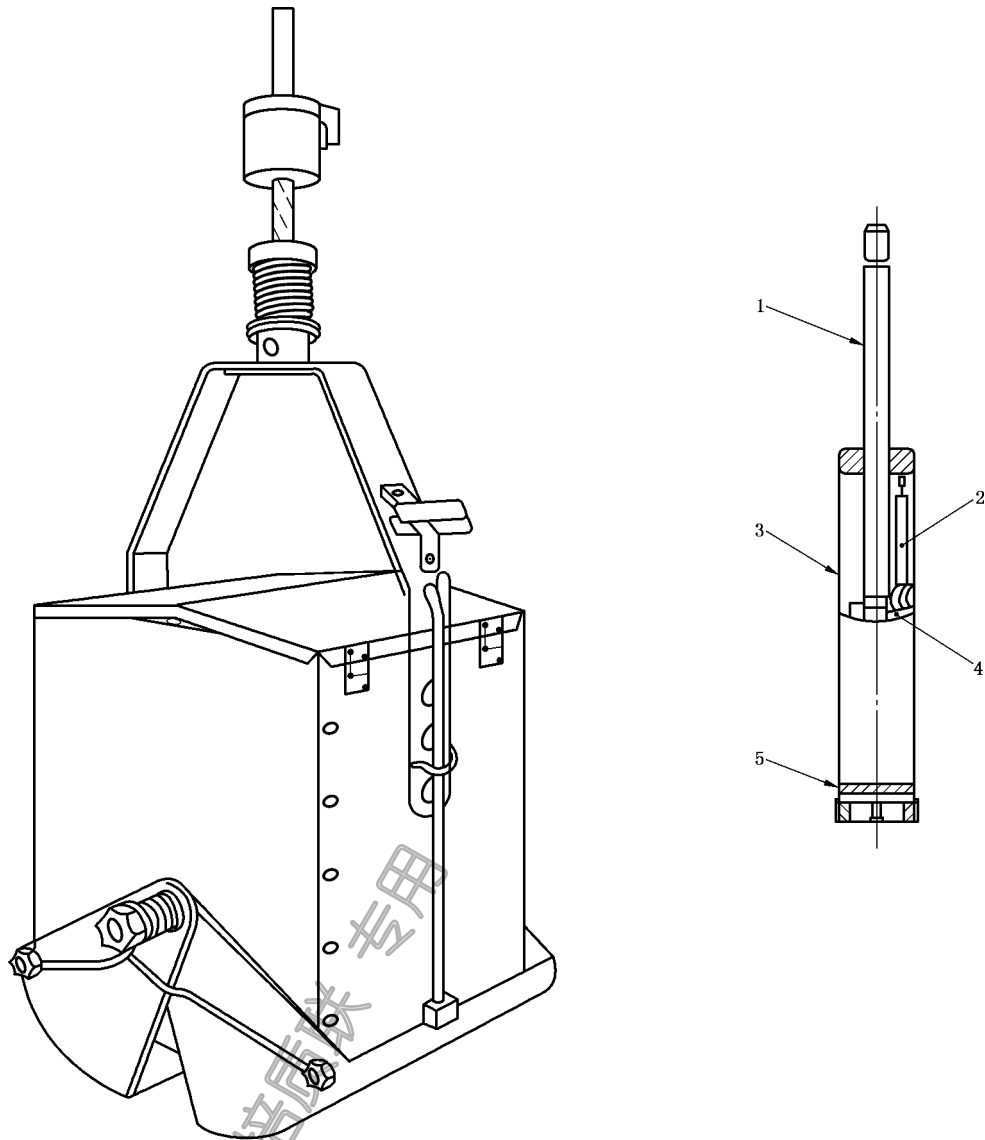
- 1——样品进入取样器的开孔;
- 2——底面;
- 3——充液孔。

图 7 (续)

5.2.4 残渣/沉积物取样器

5.2.4.1 沉积物取样器

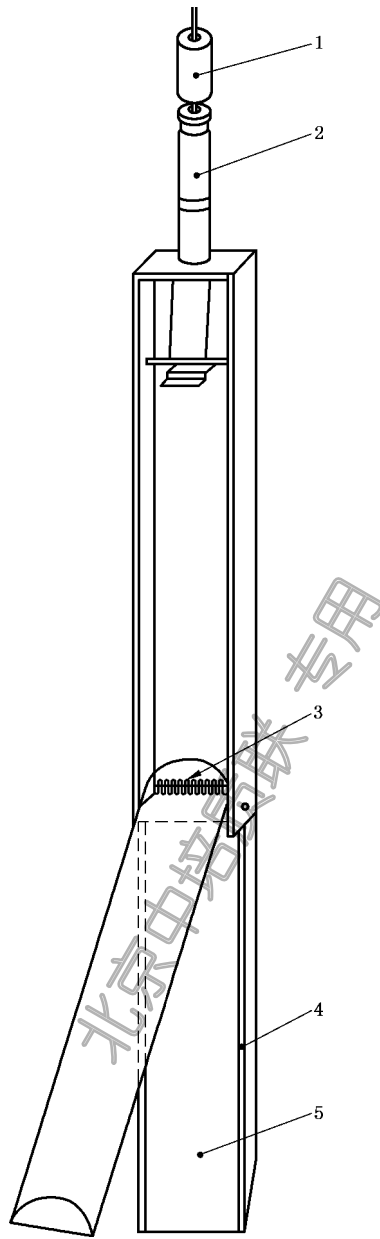
常用的沉积物取样器有两种类型,它们的抓取装置或抽吸装置均采用弹簧驱动。典型示例见图 8。



说明：

- 1——装载杆；
- 2——装载弹簧；
- 3——主圆筒；
- 4——圆筒密封装置；
- 5——卸载阀。

图 8 弹簧驱动式和柱塞式残渣/沉积物取样器的示例



说明:

- 1——启动关闭机构的荷重;
- 2——关闭机构;
- 3——关闭弹簧;
- 4——密封;
- 5——强受力取样器的壳体。

图 8 (续)

5.2.4.2 重锤式取样器

一种通过重力或机械动力钻取被取样沉积物的具有同一直径的管状装置。

5.2.5 例行取样器

例行取样器是一种配备了受限充液装置,在液体中被放下和提升时获得样品的容器。

注 1: 尚无法确立例行取样器按恒速充液的原因是:

- a) 油罐容积可能与深度不成比例;
- b) 操作者不能用均衡充液所需的可变速率提升(或放下)取样器,该速率应与浸没深度的平方根近似成比例。

注 2: 固定容积例行取样器可基于取样瓶笼或配重取样桶,其某些产品提供了一系列能够选择的小孔,以适应于不同的油深和黏度,也可有效使用。

注 3: 可变容积例行取样器,其样品初始接收器的容量随在罐内液体中移动的距离而增加,也可有效使用。只要证明在液体中移动时,取样器能恒速充液,则这种装置就可接受。

5.2.6 全层取样器

全层取样器是一种配备了受限充液装置,在液体中仅沿一个方向移动时获得样品的容器。

注 1: 尚无法确立全层取样器按恒速充液的原因是:

- a) 油罐容积可能与深度不成比例;
- b) 操作者不能用均衡充液所需的可变速率提升(或放下)取样器,该速率应与浸没深度的平方根近似成比例。

注 2: 这些装置可以是类似于用来采集例行样的装置,或者是专门设计用于获得这类样品的专用产品。

注 3: 一种“由底向上”的固定容积全层取样器建立在取样瓶/笼(或配重取样桶)的基础上。取样器在放到靠近油罐底部的位置时打开,取样器在液体中提升时,样品就采集到取样器内。

注 4: 某些专用的“由顶向下”和“由底向上”的固定容积全层取样器配置了不同的启闭开关,也可有效用于全层样的采集。为适应不同的油深和黏度,也可用其他方式限制向内流速。一种“由顶向下”的固定容积全层取样器的典型示例如图 9 所示。

注 5: 可变容积全层取样器也可有效使用。只要证明在液体中移动时,取样器能恒速充液,则这种装置就是可接受的。

5.2.7 受限和密闭系统取样器

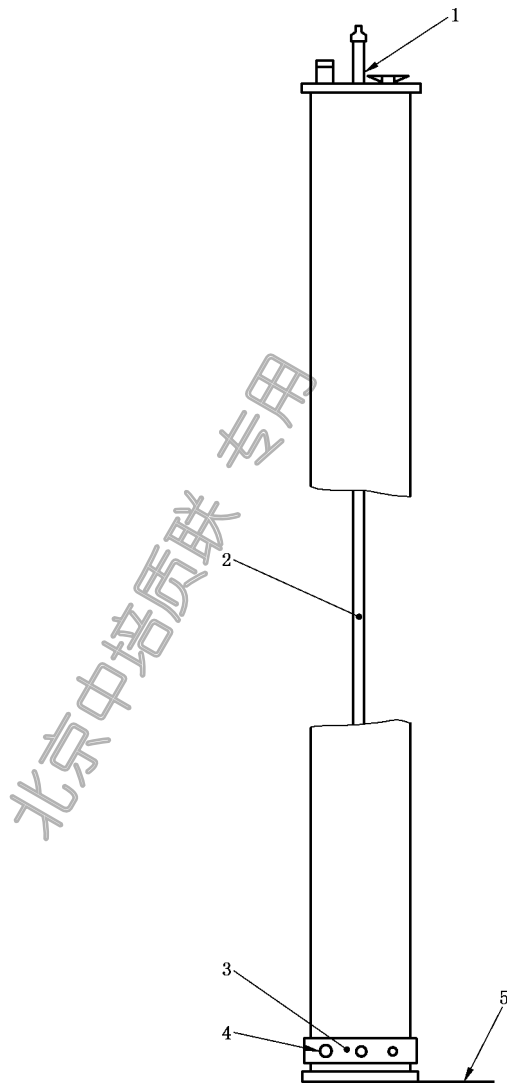
当安全和/或环境制约限制油罐开口取样设备及方法使用时,可用安装在蒸气闭锁阀上的受限或密闭系统取样器采集样品。这种系统特别适用于压力罐、液面上方用惰性气体充满的油罐和/或具有蒸气平衡/回收系统的油罐。

某些取样器,设计用于受限和/或密闭条件下采集点样、区间样、界面样、底部样、例行样和全层样,非常便于使用。它将取样器连接到一条带有刻度的钢带或缆线上,然后插入配有卷绕机构的便携式取样装置(PSD)里,再将整个设备连接到蒸气闭锁阀上,蒸气闭锁阀代替了在开口取样法中使用的传统计量口。密闭取样器和蒸气闭锁阀的典型示例如图 10 所示。

受限设备设计用于充分减少蒸气闭锁阀打开时的蒸气排放,但没有为蒸气闭锁阀一旦关闭后的样品调配或输转操作提供专门的附属装置,因此可能会有少量蒸气排放到大气中。

为防止有任何蒸气排放到大气中,密闭设备应设计成在任何时候都完全气密,通常为便携式密闭取样装置提供一些专用配置,其目的如下:

- 确保气密连接;而且
- 使样品在没有蒸气损失的情况下转移到其他接收器。



说明:

1——在下降期间,随取样器充液而打开的排气口;

2——悬吊杆;

3——为改变充液速度,为选择取样器主壳体上所需入口所使用的带有一个孔的滚花圆环;

4——取样器主壳体底段的不同尺寸入口的分布区域;

5——接触面。

注: 当它接触罐底时,通过底部内段的上升来关闭充液孔。

图9 一种“由顶向下”全层取样器的示例

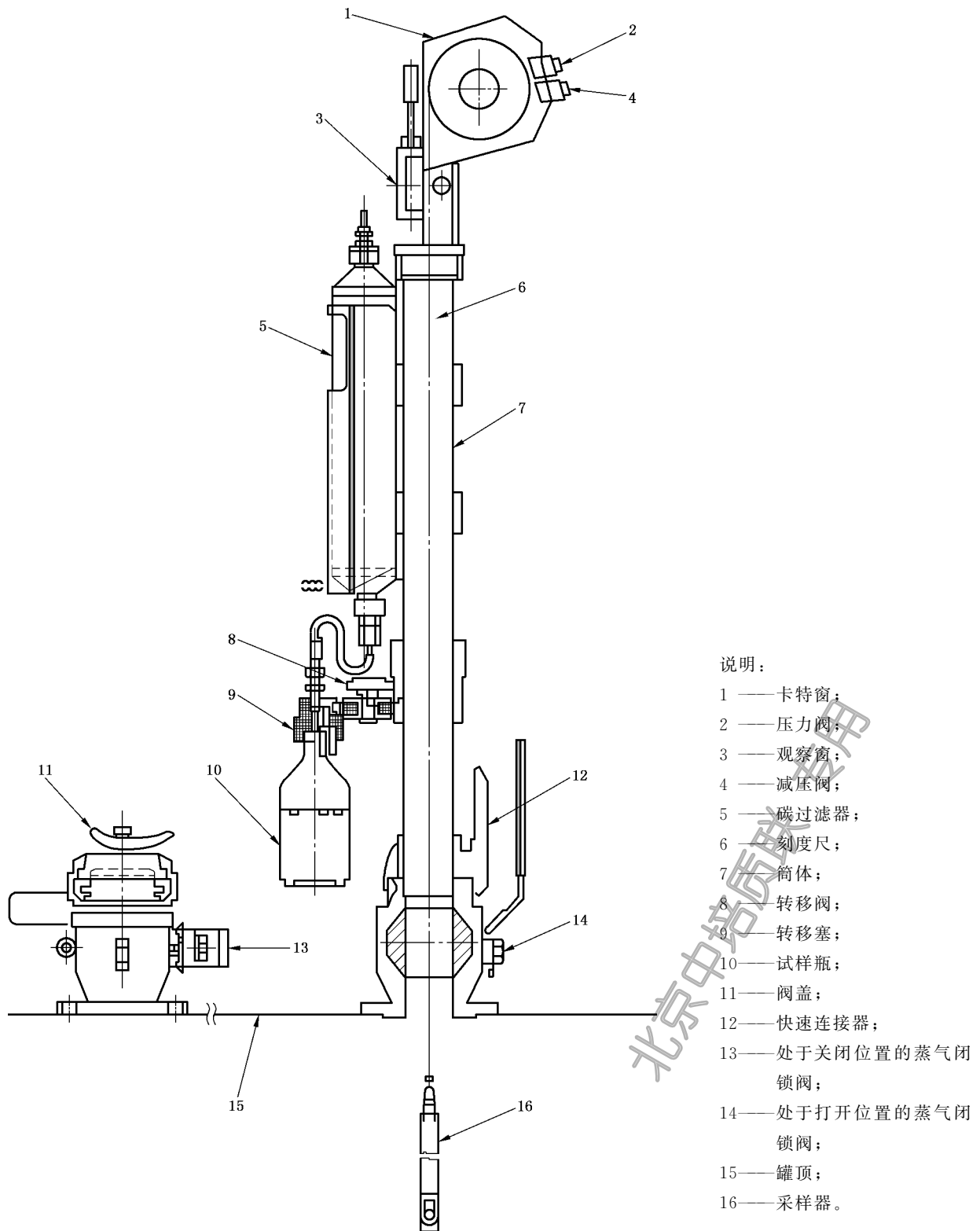


图 10 一种闭锁阀和密闭系统取样器的示例

此外,也可为其提供其他配置,以满足如下需求:

- 将套筒内保留的蒸气排回油罐或吸收罐中;或
- 用惰性气体吹扫本系统。

注:固定容积样品接收器是否取得具有代表性的例行样或全层样(即不完全充满),密闭系统一般不具备可视检验的条件。

5.3 桶听取样器

管状取样器常用于从桶和听中取样(见图 11)。这是一种由玻璃、金属或塑料材质制成的管子。为其安装合适的配件,操控会更为方便。

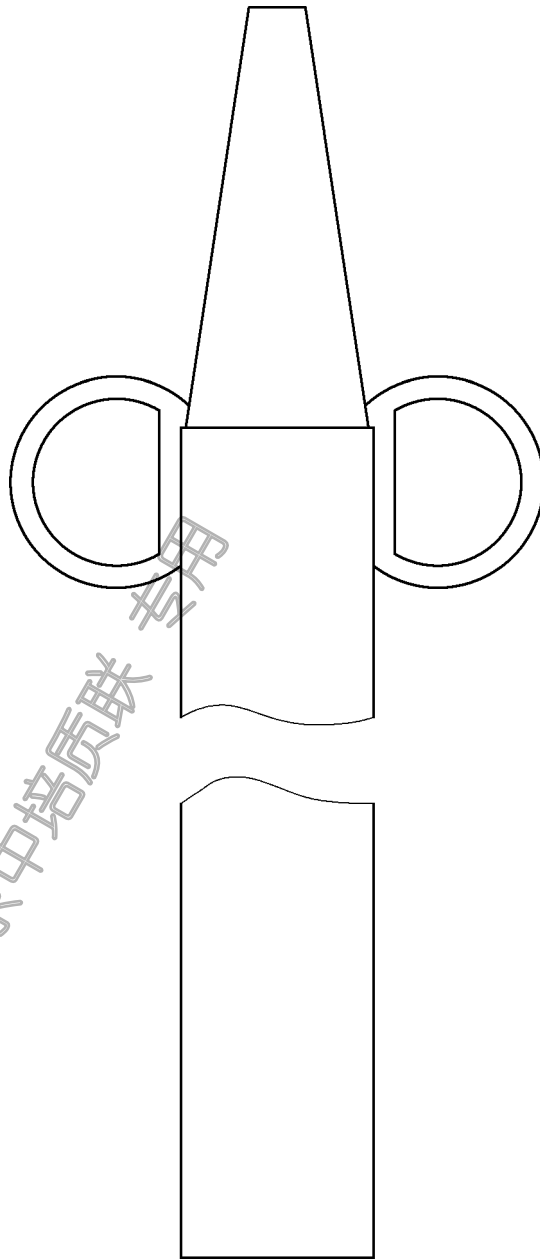


图 11 一种管状取样器的示例

在管状取样器插入桶或听规定的液位之前,用拇指临时关闭上开口,可获得点样或底部样。当管子达到要求液位时,将拇指从上开口移开,使样品充入管内。当充样完成时,再次用拇指封闭上开口,用管状取样器取出样品,然后将样品转移到其他样品接收器。

如果管子在其整个长度上具有一致的横截面积,则也可用它从桶或听内整个液体高度获得区间样或液芯样。从开口位置缓慢放下管状取样器,使样品的流入速率等于取样器的下降速率,就可采集这些样品。当充液完成时,关闭上端口,取出管状取样器,将样品转移到其他样品接收器。

一种更先进的管状取样器具有一个下口关闭机构,可按类似用法采集有代表性的区间样或液芯样。

由于存在轻组分损失的风险,因此建议不用抽油泵或虹吸装置抽取挥发性油品,且不应用嘴去虹吸油品。

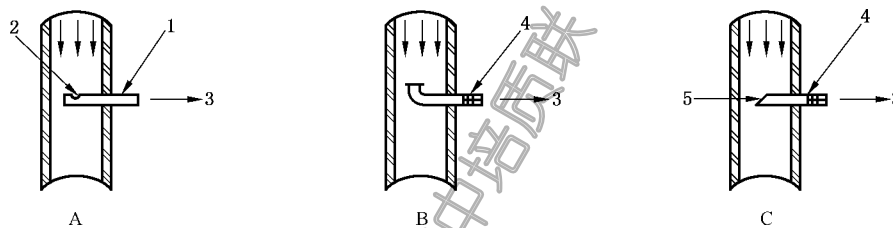
5.4 管线取样器

5.4.1 使用管线自动取样器,应符合 GB/T 27867 的规定。

5.4.2 手工取样器包括一个合适的带有隔离阀的取样管。取样管应深入输液管内,进样点靠近管壁的距离不小于内径的四分之一。取样管的入口应面对管线内被取样液体的流动方向,见图 12。

如果向固定容积样品容器(例如瓶子)内注入样品,取样管的出口阀应加装一个具有足够长度,能到达样品容器底部的出液管,以进行浸没式充样。

如果向可变容积样品接收器(例如浮动式活塞筒)内注入样品,取样管的出口阀应加装一个排液管和连接管,以便对取样管和连接管线进行安全冲洗,并在样品接收器内累积样品。



说明:

- 1——厂家设计的标准直径;
- 2——端口密闭的取样管,开孔朝向上游,管径 6.4 mm~50 mm;
- 3——连接到阀门;
- 4——直径为 6.4 mm~50 mm 的管子;
- 5——45°斜角。

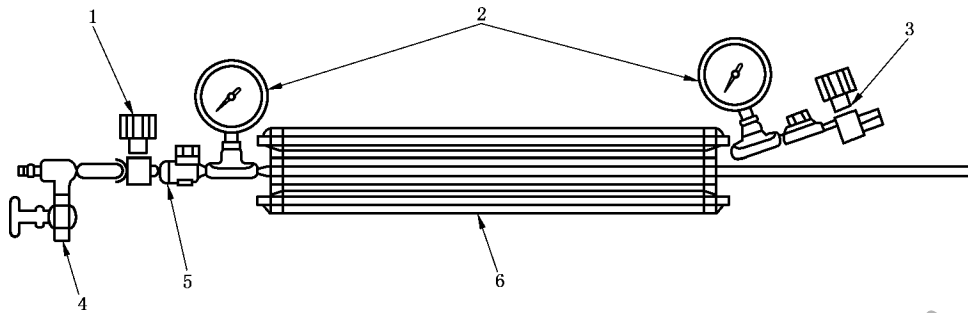
图 12 手工定点管线取样器的示例

5.5 样品接收器和样品容器

固定容积样品容器取决于被取样的产品,可以是玻璃瓶、适用的塑料瓶、有金属包皮的瓶或听。根据不同的使用目的,金属容器可能应内衬合适的镀层。内部涂漆的听或桶或许也适用作为样品容器。

可变容积样品接收器可设计成低压或高压类型。低压类型包括可压缩的塑料容器、气囊和配置弹性内隔膜的容器。高压可变容积样品接收器是带有内部活塞的压力容器,当样品在活塞另一面累积时,活塞会推着气体缓冲器移动,其典型示例(浮动式活塞筒)如图 13 所示。

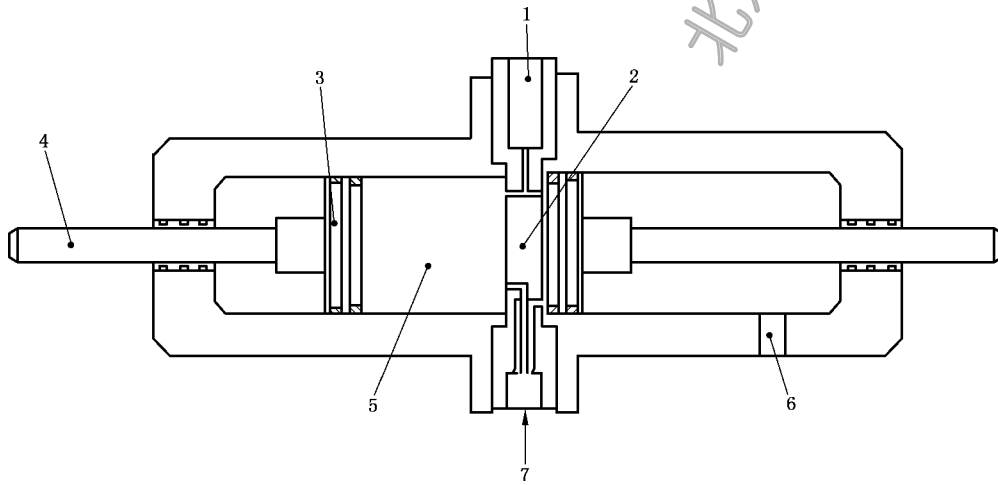
注:某些类型的高压可变容积样品接收器具有两个活塞,在抽取子样前,通过反复推动样品通过中心的搅拌装置,能够在接收器内对样品进行搅拌(图 14)。



说明：

- 1——充样阀；
- 2——样品压力计；
- 3——预装阀；
- 4——排出阀；
- 5——降爆装置；
- 6——恒压筒。

图 13 一种单柱塞可变容积恒压接收器的示例



说明：

- 1——分样口；
- 2——均化紊流器；
- 3——柱塞；
- 4——柱塞指示杆；
- 5——样品室；
- 6——惰性气体端口；
- 7——样品进口。

图 14 一种双柱塞可变容积样品接收器的示例

使用前,可变容积样品接收器通常被压缩、抽空或减小到名义的零容积(通过在隔膜或活塞的反面注入惰性气体)。通过压缩惰性气体或小心降低惰性气体的压力来累积样品,样品体积则随之增大。

样品接收器/容器的容积取决于试验分析所需要的样品量(和/或留样量)。

在每次使用前,宜用被取样的液体冲洗样品接收器和样品容器,以避免先前样品和/或清洗容器所用溶剂的残留物对当前样品的污染。

样品宜用获取它的原始容器运送到实验室,应首选不需要转移样品到其他容器的方法。

塑料容器不应长期用于样品保存,除非已证明塑料适用于被储存的样品(即兼容于样品),以确保样品的完整性不受损害。用非线性聚乙烯制成的容器可导致样品污染和/或样品容器的损坏。

5.6 容器封闭器

对于固定容积的样品容器,可使用软木塞、塑料或金属螺纹盖作为容器封闭器,但不应使用天然橡胶塞。软木塞应具有较好的质量,不应带有松散的碎片或灰尘。软木塞应采用轧平或挤压的方式软化,且刚好可压入瓶口,以防渗漏或蒸发。必要时,应使用一种合适材质的防护盖。

当采集挥发性样品时,建议优先使用带可压缩密封垫圈的螺纹盖代替软木塞。

软木塞不宜重复使用,如果仅限于一种产品使用,还是允许的。

听或瓶的螺纹帽应配带耐油材质的软木片或可压缩的塑料密封圈。软木片应只使用一次。在清洗螺纹帽之前,应取出内部的软木片,而螺纹帽再次使用前,应更换新的软木片。

类似封闭器可用于低压可变容积的样品接收器,但高压可变容积接收器应安装合适的阀门。在将样品从取样点运到实验室之前,可提供附加的密闭盖帽,以密封高压接收器的阀门连接点。

5.7 样品冷却器

冷却盘管由具有合适内径的无缝铜管或其他合适的金属管制成,应装在一开口的便携式容器内,在使用期间,冷却盘管要浸没在容器内的水或冰水混合物中。此外,冷却盘管也可装在密闭的有冷却液循环的容器内。

管的入口应通过法兰或其他合适的连接件连接到取样阀,出口应是打开的。

在采集需要冷却的样品之前,样品冷却器应进行有效冲洗。

注意,样品冷却器应确保正确使用(见 7.2.3.2)。

6 安全预防措施

在取样的整个过程中,应考虑被取样产品的特性和已知危害,并采取针对性的预防措施。安全预防措施的导则参见附录 A。

7 均匀石油液体的取样

7.1 引言

本章规定了采集均匀性液体样品的一般方法,第 8 章规定了采集原油和非均匀液体样品的附加方法。

除非另有规定,否则应按适用于特定用途的规定方法采集多点样品。这些样品通常是上部样、中部样和下部样或者上部样、中部样和出口液面样。

样品最小数目应符合表 1 的规定。

表 1 点样最小规定数

液位(L)/m	取样的点数和位置		
	上部	中部	下部
$L \leq 3$		×	
$3 < L \leq 4.5$	×		×
$L > 4.5$	×	×	×

注：“×”代表采样点。

7.2 预防措施

7.2.1 总则

7.2.1.1 除了被取样的产品以外,样品中不应包含任何其他产品,如果有必要将样品从初始取样器转移到其他容器,应采取相应的预防措施来保持样品的完整性。因此,应采取能避免样品污染的方法(使用软水或蒸馏水),且在可行情况下,取样方法应避免样品转移,使样品通过获得它的原始容器(样品初始接收器)运送到实验室。

注:样品转移的影响经常有:

- 轻组分的损失(影响密度和蒸气压);
- 油和污染物(例如水和沉淀物)相对比例的改变。

7.2.1.2 对于特殊目的的取样,取样人员应详细了解相关方法。当采集样品用于特定试验时,应采取特殊的预防措施,而且为确保获得有意义的试验结果,应严格遵守正确的取样方法。本标准不包括这些附加的预防措施,但应在试验方法或所涉及的产品规格中作出相应规定。

7.2.1.3 未打孔的管内液体通常无法代表管外相同深度或位置的罐内散装液体,不应从未打孔或未开槽的计量管中采集样品。

当计量管上开有孔或槽并能使油品自由流进或流出管子时,才能从其内采集样品。

注:一系列 25 mm 直径、间隔 300 mm 的孔或者两列重叠分布的具有相似宽度的槽通常足以使油品自由流进或流出管子。

7.2.1.4 在样品调配中使用的取样设备、容器、接收器或取样器应具有防渗和抗被调配样品溶解的性能(见 5.1)。

7.2.1.5 全面检查所有取样设备,包括封闭器,确保清洁干燥。

7.2.1.6 容器内应留出至少 5% 的膨胀空间。从油罐内抽取点样,应从样品容器内移出一些样品。当从罐内提出样品容器后,应立即进行此项操作。

注 1: 倾倒不是一种获得空间的好方法,原因是样品的代表性可能会因此失效,特别是存在游离水或乳化层时,这种情况不可能总是得以避免。

注 2: 空间要求只适合于固定容积的样品接收器或容器,不适合于可变容积的样品接收器。

7.2.1.7 取样器、样品接收器或容器在充样并关闭后,应立即进行严格的渗漏检查。

7.2.1.8 如果需要大量样品,而出于挥发性或其他考虑,又不能通过少量样品的累积而获得,则应通过有效方法(如循环或罐侧搅拌器)充分搅拌罐内液体。按照 4.2 和 8.2.1 所述,在足够多的不同液位采集样品,通过对它们的检验来确定罐内液体的均匀性。用连接至罐侧阀门或循环泵排泄阀上的放样管向容器内充入样品,放样管的出口应延伸至容器的底部附近。

7.2.2 用于特殊分析的样品

如果采集样品用于微量元素(例如铅)的测定,可能需要专门准备的样品容器。这种样品应直接采

入所准备的样品容器内。使用的附属设备和取样绳不应污染样品。精心操作,防止意外污染(例如,当盐含量在购买规格中为临界分析时,用采样前在甲板上被海水打湿的采样绳进行取样)。

如果样品检验包含了某些特殊要求,例如铜片或银片腐蚀,应将样品采入暗颜色的瓶子里(或其他合适材质的容器中),且试验前应避光保存。

注:其他采样法可能会影响腐蚀试验的结果。

如果要对脱水性、氧化安定性和胶质等类似性质进行检验,应小心操作,确保提前准备出合适的样品容器,不含任何类似焊剂或其他化学物质的污染物。

7.2.3 挥发性产品

7.2.3.1 当采集挥发性原油和产品的样品时,如果必须要避免轻组分的损失,例如密度、蒸气压或馏程的测定,则不应从样品初始容器转移、组合或累积样品。为避免轻组分通过封闭器的损失,应以容器倒置的方式运输和储存样品。

7.2.3.2 根据液体性质、液体温度、环境温度和取样目的,应采取下述部分或全部的预防措施:

- a) 使样品流过取样点的样品冷却器;
- b) 在取样前,冷却样品容器至合适的温度;
- c) 保持样品容器冷却,直至其被封闭;
- d) 保持样品容器冷却,直至运送至实验室。

如果必要,样品容器可浸没在冰冷的介质(如碎冰)中冷却,但应注意样品冷却是否会导致蜡和/或其他重组分的部分分离。

样品冷却可导致蜡或重组分沉积在样品容器的壁上,后续子样可能不再代表整个原始样品。原油样品不应冷却至其蜡析出温度以上 3 °C 的温度值以下。例如,当蜡析出温度高于环境温度时,在样品分割前,应温热样品。

7.2.4 罐侧及管线取样

如果使用罐侧或管线的取样点,则应采取下述附加的预防措施:

- a) 在采取罐侧或管线样品前,充分(以至少一倍管线体积的液体)冲洗取样管线,确保清除管线内以前存在的所有物质;
- b) 当充装固定容积的取样容器时,样品管线的出口在取样期间应延伸至样品容器的底部,当充装可变容积样品接收器时,应为接收器入口阀前所有样品管线的冲洗提供便利;
- c) 如果被取样的产品具有挥发性,应冷却样品容器到一合适的温度,而且在必要且合适(见 7.2.3.2)时,应使用样品冷却器(见 5.7);
- d) 如果被取样原油具有较高的倾点,可能需要对样品管线进行保温或提供某种方式,对取样管线进行加热,以防油品凝固。

7.2.5 加贴标签与运输

7.2.5.1 样品容器应具有醒目的标签,且优先使用挂签。标签上的标记应不可擦除。建议在标签上记录如下信息:

- 取样地点;
- 取样日期;
- 操作者的姓名或其他识别标记;
- 产品说明;
- 样品代表的数量;
- 罐号、包装号(及类型)、船名;

- 样品类型；
- 使用的取样装置或取样器；
- 取样的其他附加说明。

7.2.5.2 在运输样品时,应遵守相应的运输规定。小心操作,确保包装材料在随后打开时不污染样品。

7.3 油罐取样

7.3.1 固定油罐

7.3.1.1 立式圆筒形油罐

7.3.1.1.1 点样

将取样器放入液体中,直至其开口到达所需要的液深,用适当方式打开取样器,使其保持在需要的液深位置,直到充满为止。提出取样器,在密封样品前,转出取样器中的部分液体,在取样器内建立气体空间,或将全部样品小心转移到其他样品容器。

注:将取样器的部分液体倒回罐内,计量管上的附着物可能随液体流入罐内,应考虑其对后续采样和安全性的影响,必要时可将其倒入其他容器。

对于较热的气候条件或者当取样器的温度和被取样产品的温度存在较大差别时,在打开取样器的开启装置前,应使取样器在大约±300 mm 的高度范围内缓慢升降 1 min~2 min,将其调整到罐内液体的温度。

当在不同的液深位置取样时,应按照从顶部到底部的次序进行取样,以避免较低深度位置液体的扰动。

对于区间取样器(具有必要的打满孔的顶部和底部阀门,当放下取样器时,罐内液体可流过取样器),按可控方式放下取样器,直到其位于需要的液体深度。一旦停止下降,阀门就随即关闭,立即提出样品。小心转移所有样品到其他样品接收器。

当区间取样器的设计无法满足下降期间液体满截面流过取样器时,建议在关闭阀门之前,将取样器在取样位置升降两次或三次,升降距离应至少为取样器的高度。

当采集顶部样品时,小心放下开口的取样器/容器,直到取样器的开口刚好位于液面之上,随后让取样器迅速下降到液面下 150 mm 的位置。当气泡终止指示样品充满时,提出取样器,按普通点样进行后续操作。

7.3.1.1.2 组合样

通过单个油罐内获得的具有代表性的点样的子样(例如组合来自上、中、下三位置点样的子样)可制备组合样,也可通过组合代表各油罐的子样,为源于它们的大宗油品制备组合样(如装有相同产品的若干条船)。组合样应包括未分样的初始取样装置内采集的所有物质。为使初始取样装置的内容物全部加到运输容器中其他子样的体积中,应选择初始取样装置采集的样品量。当组合样品的子样量小于一个子样的总量时,样品组合应只在可确保子样能充分混合与计量的实验室进行。

为制备各种组合样,将代表各样品的子样转移到组合样品的容器内,然后把它们慢慢混合在一起。子样应按照它们各自代表的数量进行体积加权。

当需要组合的子样源于非均匀截面积的油罐(或来自多个油罐)时,组合操作需要对子样进行精心的计算和计量,以保持样品的代表性。这些操作应在可控的实验室条件下进行。

注:轻组分的蒸发以及水/沉淀物在初始取样器上的挂壁可影响组合样的代表性(见 7.2.3)。

除非有特别要求且获得相关各方同意,否则不制备用于试验的组合样。作为物理组合的替代方法,可分别检验各个点样,按每个样品代表的数量计算各试验结果的平均值。

7.3.1.1.3 底部取样

放下底部取样器,直到其垂直静止于罐底之上,阀门随之打开,液体注入取样器内。在提出取样器后,严格检查其渗漏情况。如发现渗漏,应放弃这个样品,清洗底部取样器并再次取样。如有必要,可将初始底部取样器的内容物转移到其他样品容器,但应确保彻底转移所有样品,包括可能粘附在取样器内壁上的水或固体物质。

7.3.1.1.4 界面取样

将打开阀门的取样器放入液体,使液体从其内部流过。在所需深度,关闭阀门,从液体中提出取样器。

如果使用透明管,则可通过取样管的管壁观察到当前界面,通过与之连接的取样尺的读数可确定其在罐内的对应位置。检查阀门是否完全关闭,否则应重复取样。

注:可保留该样品用于试验分析。

7.3.1.1.5 阀门(罐侧)取样

这种方法不是油品交接和库存管理中使用的最好方法,只应在没有其他取样方法可用时使用。

取样点的阀门应具有 12.5 mm 的最小直径,且应按规定间隔安装在油罐的侧面,其连接管应深入罐内至少 150 mm,但不能安装连接管的浮顶罐除外。下部连接管与抽油管底部应位于同一高度(见 7.2.4)。

在采样前,用被取样的产品冲洗阀门连接管,随后将样品采入容器或接收器。

警示——在带压情况下取样时,应小心打开阀门。不要试图用通条捅的方法通过打开的阀门清扫堵塞的连接管。

如果油罐配备了三个连接管,而罐内液体又未达到上部或中部样品连接管,则应按如下要求采集样品:

- a) 液位在中部和上部样品连接管之间,且更接近上部连接管时,应从中部连接管取三分之二的样品,从下部连接管取三分之一的样品;
- b) 液位在中部和上部样品连接管之间,且更接近中部连接管时,应从中部连接管取二分之一的样品,从下部连接管取二分之一的样品。当液位低于中部样品连接管时,应从下部连接管取所有样品。

7.3.1.1.6 全层样

对于现行不同种类设备的描述,参见 5.2.6。全层取样器包括“由顶向下”或“由底向上”两种类型。样品接收器沿一个方向通过罐内液体时充入样品,但“由顶向下”和“由底向上”取样器的操作方法不同。

为通过配备加重取样笼的瓶子(或配重取样桶)获得(由底向上)全层样,应进行如下操作。盖上瓶或桶的塞子,将其放至罐底(避开底部游离水)。急拉绳子,打开瓶塞,按一致的速度在没有停顿的情况下,提升取样器返回至液体表面。当从液体中提升取样器时,选择其移动速度,使瓶或桶注满到 80%,但不超过 90%。立即盖紧瓶塞,或小心将全部样品从配重取样桶转移到其他运载容器(见 5.2.6)。

当从液体中收回固定容积的全层取样器时,如果充满不到 90%,则可假定取样器在通过罐内液体期间,油品从所有深度流入了取样器。当从液体中收回取样器时,如果取样器充满至 90%以上,则样品可能不具代表性,应废弃所取样品,并用更快的提升速度再次取样。

注 1: 使用固定容积全层取样器不是贸易交接和生产库存中最好的取样方法,这种装置不可能按一致的速率充入样品。此外,操作者难于按均衡充样所需要的速率放下或提升取样器,该速率与浸没深度的平方根近似成比例。样品的接受准则参见 5.2.6。

注 2: 对于底部关闭(由顶向下)型的全层取样器,应注意油罐底部是否存在游离水。某些取样器专门设计了一个可调整伸长量的“脚”,刚好可在游离水以上启动关闭机构。

7.3.1.1.7 例行样

对于现有不同类型设备的描述,参见 5.2.5。

注:使用固定容积例行取样器不是贸易交接和生产库存中最好的取样方法,这种装置不可能按一致的速率注入样品。此外,操作者难于按均衡充样所需要的速率放下或提升取样器,该速率与浸没深度的平方根近似成比例。

为通过一个配备加重取样笼的瓶子(或配重取样桶)获得例行样,应进行如下操作,其中必要时,应为其配备一合适的装置来限制充样速度。按一致速度将开口的桶或瓶/笼从液面放到罐底(避开底层游离水),然后再提回至液面,在改变方向时,不得停顿。选择充油限制孔的尺寸和/或提升和放下的速率,使瓶或桶从液体中取出时,充满到大约 80%,但不超过 90%。立即盖紧瓶塞,或者将全部样品小心地从配重取样桶转移到其他运载容器(见 5.2.5)。

对某些例行取样器,应按液体的深度和黏度调节充油限制孔的大小,再按操作要求采集例行样。当固定容积的例行取样器从液体中收回时,如果充满不到 90%,则可假定取样器在通过罐内液体期间,油品从所有深度流入了取样器。如果取样器从液体中收回时,取样器充满至 90%以上,则样品可能没有代表性,应废弃所取样品,并使用更小的限油孔和/或更快的提升和下放速度再次取样。在例行取样器的操作期间,应注意油罐底部是否存在游离水。

这种样品内通常不应包括游离水,但游离水的数量可通过检尺或界面取样器的底部取样专门确定。

7.3.1.2 卧式油罐

在没有其他要求时,应按 7.3.1.1.1 所述,从表 2 规定的位置采集点样。如果准备按 7.3.1.1.2 所述制备组合样,则组合比例应符合表 2 的规定。

注:经各方同意,在装油体积一半的位置采集一个点样也是可行的。作为替代方法,使用 7.3.1.1 所述其他方法也是可接受的。

表 2 卧式油罐的取样

液体深度 (直径百分数)	取样位置 (罐底以上直径的百分数)			组合样 (各部分的比例)		
	上部	中部	下部	上部	中部	下部
100	80	50	20	3	4	3
90	75	50	20	3	4	3
80	70	50	20	2	5	3
70	—	50	20	—	6	4
60	—	50	20	—	5	5
50	—	40	20	—	4	6
40	—	—	20	—	—	10
30	—	—	15	—	—	10
20	—	—	10	—	—	10
10	—	—	5	—	—	10

7.3.1.3 其他几何形状的油罐

对于球形罐和不规则形状的罐,按 7.3.1.1.1 采集点样,按在油罐高度上的体积分布确定采集样品的实际液位。

7.3.1.4 安装蒸气闭锁阀的油罐

7.3.1.4.1 油罐安装了蒸气闭锁阀,应使用与之匹配的便携式取样装置(PSD),也可使用一种合适的气密适配器。根据采集样品的类型(即点样、区间样、底部样、界面样、例行样或全层样)选择合适的取样器,将其连接到 PSD 尺带/线缆的悬挂装置上。启动与取样阀关联的触发装置,对于例行取样器或全层取样器,应选择所需的充油限制装置。

7.3.1.4.2 在打开保护盖之前,确认蒸气闭锁阀完全关闭。检查蒸气闭锁阀的基准面和 PSD 的匹配基准面是否清洁,清除妨碍 PSD 正确落位和气体密封的所有外来物质。

注:这种接触通常可使 PSD 通过罐体连续接地,也可为其提供一根独立的接地线。

7.3.1.4.3 将 PSD 装到蒸气闭锁阀上,在连接固紧之前,应确保 PSD 正确落位,以便将其锁止在正确位置。在 PSD 配备了一条独立接地线的情况下,应将其与罐体上一合适的部件连接,确保连续接地。

7.3.1.4.4 完全打开蒸气闭锁阀,通过逆向转动 PSD 尺带或线缆的卷绕手柄,将取样器小心放入罐内。

根据所用取样器的类型(如点、例行、全层等),按 7.3.1.1 规定的方法进行取样。当取回样品时,取样装置在阀门关闭前应完全提到蒸气闭锁阀以上。样品取回后,在打开 PSD 和/或转移样品到其他容器前,蒸气闭锁阀应已完全关闭。

7.3.1.4.5 当通过受限系统 PSD 获得样品时,应按与开口样品相同的方法(见 7.3.1.1)处理样品,必要时,将其转移到其他的运载容器。

当通过密闭系统 PSD 获得样品时,应通过气密 PSD 的机体将样品完全转移到固定或可变容积的运载接收器中。

注:在重复使用受限或密闭系统 PSD 之前,检验 PSD 机体内部组件(以及取样器)的清洁度是非常重要的。

7.3.1.5 带阀门取样点的压力罐

某些压力罐,如 LPG 球形罐、锥形罐等,可安装能从罐内液体不同深度进行取样的取样管。压力罐上带有阀门的连接管线也可替代用于采样。对于任一种情况,都可使用在 7.4.3 中描述的一种压力接收器采样法进行采样。

7.3.2 油船舱

7.3.2.1 总则

当接受开口取样时,应结合 7.3.2.2~7.3.2.4,使用 7.3.1.1 描述的方法。如果要求使用受限或密闭系统取样,应结合 7.3.2.2~7.3.2.4,使用 7.3.1.4 中描述的方法。

对于一艘由多个舱室构成且装载相同原油和液体石油产品的油船,应尽可能在每个舱室取样。由于各种因素的限制,当不能在所有舱室进行取样时,经交接各方协商,也可按 11.1.4 所述进行随机取样,但应包括首舱。

在船运油品操作期间,安全 and 环境法规可能限制碳氢化合物向大气中的排放。传统方法通过打开的计量口或观测口获取样品,已经限制使用,在某些情况下,甚至禁止使用。因此,在获取油船营运牌照的协议中,都规定了一个共同条件,即油船应具有受限或密闭系统计量和取样设备,且应只通过蒸气闭锁阀进入油舱。

蒸气闭锁阀的安装应符合船级社和相关港口权威机构的要求。

注:一条船通常划分为若干个舱室,其总装容量就是各舱室容量的总和,它们的体积和几何形状可能变化不一。某

些舱室的体积高度比可能不一致,因此某些类型的样品可能没有代表性。对于这种情况,应优先使用每个舱室的点样;然而与船运作业有关的时间限制实际通常需要采集全层样或例行样。

7.3.2.2 非惰性、非压力油舱的取样

当接受开口取样时,应按 7.3.1.1 所述方法进行。

当要求使用受限或密闭系统取样时,应按 7.3.1.4 所述方法进行。

7.3.2.3 惰性非压力舱的取样

取样方法与 7.3.2.2 一致。

7.3.2.4 惰性压力舱的取样

用合适的受限或密闭系统取样装置(见 5.2.7),按 7.3.1.4 所述方法进行取样。

7.3.3 铁路罐车

当接受开口取样时,应按 7.3.1.2 所述方法进行。当要求使用受限或密闭系统取样时,应按 7.3.1.4 所述方法进行。

对于一列装有相同产品的铁路罐车,各方就接受从有限数目罐车中采样达成一致,应按照符合 11.1.4 所述通用方法的取样计划,从据此选择的罐车上取样,但应包括首车。

7.3.4 汽车罐车

当接受开口取样时,应按卧式罐(见 7.3.1.2)或其他几何形状的油罐(见 7.3.1.3)对应的方法进行取样。当要求使用受限或密闭系统取样时,应按 7.3.1.4 所述方法进行。

7.4 管线取样

7.4.1 总则

在诸如仪器检验和质量控制当中,手工获取动态管线样品经常是必需的。这种样品属于定点样品,对大批量输转的油品,它可能具有代表性,也可能不具有代表性。

当涉及油品交接时,管线自动取样的代表性优于管线手工取样。当自动取样器尚未装配或出现故障时,可能不得不使用手工取样,应尽可能有代表性地从管线内手工采集样品。

管线取样与管输液体的均匀性和蒸气压有关,以下给出了均匀液体(7.4.2)及高蒸汽压液体(7.4.3)的取样方法,而不均匀液体的取样方法在 8.2.2 中单独规定。

7.4.2 均匀液体

采用合适的管线取样设备(见 5.4.2)可进行均匀液体的取样。在抽取样品前,首先用被取样的产品冲洗样品管线和阀门的连接部分,然后再将样品抽入到样品容器。在此期间,应适当考虑 5.4、7.2.4 和 7.4.3 中给出的预防措施。

管线内液体的压力可能较大,应采取特殊的预防措施并安装必要的设备(见第 6 章)。在每个取样点的管线上,建议安装在线压力计,以便在取样前能读出管线内的压力。清晰标注管线的运行状态,并应实时更新其发生的任何改变。

当通过手工定点取样确定一批交接油品的品质时,可以按输油数量和输油时间确定取样的次数和间隔。如果按输油数量取样,当输油量不超过 $1\ 000\ \text{m}^3$ 时,在输油开始和结束时各取样 1 次;当输油量超过 $1\ 000\ \text{m}^3$ 时,在输油开始时取样 1 次,以后每隔 $1\ 000\ \text{m}^3$ 取样 1 次。如果按输油时间取样,当输油不足 1 h 时,在输油开始和结束时各取样 1 次;当输油在 1 h~2 h 时,在输油开始、中间和结束时各取样

1 次;当输油时间超过 2 h 时,在输油开始时取样 1 次,以后每隔 1 h 取样 1 次。

注:输油开始指罐内油品流过取样口 10 min,输油结束指停止输油前 10 min。

7.4.3 高蒸气压液体的定点取样

7.4.3.1 采样到单柱塞可变容积样品接收器

7.4.3.1.1 原则

在管线压力下采集液体样品,并在样品的运输和后期分样期间,使其保持在管线压力(或之上)。一种典型的单柱塞接收器如图 13 所示。通过小心降低柱塞反面缓冲区惰性气体的压力,样品就累积在浮动柱塞的另一面。

7.4.3.1.2 接收器的选择和渗漏检验

按所需容量和预计的工作压力选择接收器,其中的压力应超过管线压力。柱塞密封的弹性材料应与管输液体兼容,并能在管线温度下有效操作。接收器应确保清洁干燥。

在接收器两端用惰性气体加压到超过预计管线压力至少 100 kPa,进行渗漏检验。在接收器的每一端依次加压至相同的压力,此时另一端通向大气,对接收器的柱塞密封进行渗漏检查。如果发现阀门、连接件或密封发生泄漏,应将其更换并重新检查或使用其他接收器。

7.4.3.1.3 接收器的预先增压

打开样品入口阀。将接收器惰性气体一侧连接到合适的惰性气体供应源上,缓慢增压,使压力高于管线压力至少 100 kPa,反推柱塞至样品入口的端板位置。关闭所有阀门,断开惰性气体供应源。将预先增压的接收器运送至取样点。

7.4.3.1.4 取样管线和接收器的冲洗

将预先增压后的接收器的样品入口阀连接到取样点上。

当接收器只有一个单独的样品输入管,应使样品入口阀保持关闭,冲洗取样管和入口阀之间的管线,将冲洗液排到密闭的排泄管(或其他安全的处理管路,如带喇叭口的管线)中。

某些接收器提供了附加的端板连接管,能冲洗接收器样品一侧的死区。对于这种接收器,将第二个阀门连接到处理管线并打开全部两个阀门,可冲洗接收器的全部空间。当对系统进行全面冲洗时,关闭第二个阀门(即出口阀),通过慢慢降低接收器另一端的惰性气体的压力来控制样品的充入(7.4.3.1.5)。

7.4.3.1.5 接收器的充样

当为有一个样品入口的接收器充样时,应缓慢打开口阀。对于双入口的样品接收器,在冲洗完成时,只要样品端第二阀门关闭,接收器就开始充样。

由于缓冲区的气体压力高于管线压力,柱塞在此阶段将不会移动。若柱塞移动,应拒绝使用,并换用其他接收器。打开惰性气体一端的阀门,逐渐降低惰性气体的压力,为接收器充样,最大充样量不应超过标称容量的 80%。

在取样期间的任何时候,柱塞样品一侧与惰性气体缓冲区一侧的压差不应超过 100 kPa。

关闭样品入口阀,在从取样点卸下接收器之前,应卸掉取样管线内的压力。最后,将惰性气体入口阀连接到惰性气体供应源上,使惰性气体的压力升高至管线压力以上至少 100 kPa。断开接收器,将其尽快运至实验室。

7.4.3.2 采样到双柱塞可变容积样品接收器

7.4.3.2.1 原则

在管线压力下采集液体样品,并在输送和后期分样期间,使样品保存在(或高于)管线压力。一种典型的双柱塞接收器(内部搅拌)如图 14 所示。通过小心降低其中一个柱塞反面惰性气体缓冲区的压力,样品就累积到该浮动柱塞的另一面。在样品累积阶段,应保持作用在第二柱塞上的惰性气体压力,使其大于管线压力,确保接收器不过量充样。

在从初始样品中抽取用于分析的子样之前,通过给整个样品加压,使其反复通过在中心隔板上精细打出的截面孔,可对样品进行均化。另外通过降低一端惰性气体缓冲区相对于另一端的压力(样品压力应保持在其泡点以上),也可达到同样目的。通过可控的注入/回收试验,可检验这种多相样品的均化效率。建议使用双柱塞接收器采集时间同步点样,该点样可用于高压管线上自动管线水含量分析仪的标定和检验(例如,应用于不稳定的原油或浓缩产品的交接计量)。

7.4.3.2.2 接收器的选择和渗漏检验

双柱塞可变容积接收器的工作(样品)容积仅为总容积的 50%。选择所需容量和预计工作压力的接收器,其中的压力应超过管线压力。柱塞密封的弹性材料应与管线液体兼容,并能在管线温度下有效运转。接收器应清洁干燥。按 7.4.3.1.2 所述进行所有组件的渗漏检验。如果发现阀门、连接件或密封存在泄漏,应将其更换并进行再次检验。

7.4.3.2.3 接收器的预先增压

打开样品入口阀。将两个惰性气体入口阀依次连接到合适的惰性气体供应源上,缓慢为其加压至管线压力以上至少 500 kPa,使两个柱塞全部置换至中心样品入口/隔板的位置。关闭所有阀门,断开与惰性气体供应源的连接。将预先增压的接收器运送至取样点。

7.4.3.2.4 取样管线和接收器的冲洗

将预先增压的接收器的样品入口阀连接至取样点,再将出样口/隔板连接阀连接到一密闭的排泄或其他安全处理管线上。

完全打开接收器的样品出口阀,再部分打开接收器的样品入口阀(转动 1/4)。小心打开管线取样点的阀门,彻底冲洗取样管线和接收器的死区容积。在打开入口阀和取样点的阀门时,应注意控制液体流过接收器的速度,直到有效容积被彻底冲洗完成。

7.4.3.2.5 接收器的充样

在完成冲洗操作时,彻底关闭接收器的样品出口阀。由于缓冲区的气体压力高于管线压力,因此两个柱塞在此阶段不应发生移动。

小心打开其中一端的惰性气体阀门(但不是两个),逐渐降低接收器一侧的惰性气体压力。惰性气体压力的降低将使样品在管线和惰性气体间压差的作用下,累积进入接收器的样品室。小心调整惰性气体的阀门,适当控制样品入口的液体流速。在样品累积期间的任何时候,管线与运行中惰性气体缓冲区的压差不应超过 100 kPa。

当柱塞位置指示器显示接收器在注样端已注样大约 90%(即标称总容量的大约 45%)时,就关闭阀门。

在接收器与取样点的连接断开之前,通过排泄管线卸掉取样管线内的压力。最后,将有效的惰性气体入口阀连接到惰性气体供应源上,使惰性气体的压力增加到管线压力以上至少 100 kPa。没必要去

平衡两惰性气体缓冲区之间的压力,只要最终合成的惰性气体压力保持在管线压力以上即可。断开接收器,将其尽快运送至实验室。

7.4.3.3 采样到固定容积样品接收器

7.4.3.3.1 原则

在管线压力下进行液体采样,样品在运输和分样期间,应保持在接近管线压力。温度膨胀会引起样品压力的增加,在样品的运输和储存期间,为防止由此带来的危险,取样后,应立即在固定容积接收器内建立一定的气体空间。

在被采样液体的蒸气压接近管线压力的情况下,样品压力随蒸气空间的建立而降低,由此可导致相分离,后期难以抽取代表性子样。为防止相分离,通常应使用可变容积样品接收器(7.4.3.1 或 7.4.3.2),使样品保存在足够的压力。如果采用冷冻法储运液体,应考虑低温对接收器柱塞密封的影响。

固定容积接收器主要有四种设计形式,这取决于如下配置:

- a) 一个或更多的入口/出口阀门;
- b) 内部放空管。

两阀接收器有利于取样前的冲洗,而放空管则简化了取样后接收器到正确量值(固定总容积的20%)的放空。

注:固定容积样品接收器的内部放空管也可称为排液管(outage tube)或浸液管(dip tube)。

7.4.3.3.2 接收器的选择和渗漏检验

为留出必要的气体空间,固定容积样品接收器的工作(样品)容积通常应比标称容量小20%。按需要容量和超过管线压力的预计工作压力选择接收器。核实样品接收器的压力试验合格证及安全膜是否有效。接收器应清洁干燥。

用惰性气体为接收器加压至预计管线压力以上至少100 kPa,进行渗漏检验。如果发现阀门或连接件存在渗漏,应将其更换并再次检验,或者使用另外的接收器。

7.4.3.3.3 取样点管线的冲洗

如果接收器安装了内部放空管,应确定那个接收器的阀门与其连接,并将该阀连接到取样点上。如果有第二个阀门,应把那个阀连接到密闭的排泄或其他安全处理的管线上。所有阀门在开始应是关闭的。

通常通过连接取样点的金属管路使接收器接地,但对于某些情况,可能有必要为其提供一根独立的接地线。

将管线体积(从管线的进样口到取样点)至少150%的液体直接置换出排泄口,冲洗取样点阀门之前的样品传输管线,随后关闭出口阀。

7.4.3.3.4 样品接收器的冲洗

对于一个阀的接收器,打开其入口阀,向接收器内部分充入液体。关闭取样管线的控制阀,接着打开管线排泄阀,冲洗接收器。关闭排泄阀,重复部分充液和排泄的过程至少两次以上,尽可能充分地冲洗接收器。

对于两个阀的接收器,打开其入口阀,向接收器内充入部分液体。随后缓慢打开接收器用于排空的出口阀。关闭取样管线控制阀,使接收器的部分液体通过接收器出口阀排泄出去。关闭接收器排泄口的阀门,打开取样管线的排泄阀,进行进一步的排空。关闭取样管线排泄阀,重复部分充液和排空过程至少两次以上,尽可能充分地冲洗接收器。

7.4.3.3.5 接收器的充样

在完成冲洗操作时,打开取样管线控制阀,向接收器内充入样品,随后关闭接收器的入口阀。关闭样品管线起点的阀门(在管线上),打开取样管线的排泄阀,降低取样管线的压力。最后,关闭取样管线的其他阀门,卸下接收器。

7.4.3.3.6 在接收器内提供安全空间

在取样后,应立即在接收器内提供 20% 的气体空间。通过使用一种集成在接收器上的放空管(在安装的情况下)或通过为接收器称重以确定样品重量,都可完成此项操作。

使用放空管的方法,应把接收器连同顶部的样品入口阀(放空管)定位在垂直方向。

注 1: 在进行下一步的部分放空之前,接收器通过接地线接地可更好地满足静电安全需要。

缓慢打开接收器的入口阀,直至观察到有液体溢出。排出过量液体,但当看到排出的液体物快速变成蒸气时,应立即关闭阀门。

如果一开始就没有液体溢出,表明接收器充样不足,样品不具有代表性。对于这种情况,应废弃该可疑样品,并重新取样。

使用称重法,应称出充样后的接收器的重量,并扣除皮重,确定已采样品的总重。计算代表 20% 蒸气空间的样品重量,缓慢打开接收器的入口阀,放掉对应该量的样品。

注 2: 在进行下一步的部分放空之前,接收器通过接地线接地可更好地满足静电安全的需要。

关闭接收器的入口阀,再次称量接收器的重量,检验是否已经建立了安全的蒸气空间。当毛重仍超过皮重与 80% 的初始样品重量之和时,应重复部分放空的操作。

当不能在取样地点称量接收器的重量时,为防止由后期温度升高引起样品膨胀所造成的过压,应确保立即排出少量液相样品。在把接收器运到具有有效设备的地点后,应尽快进行正式的称重和放空。

7.4.3.3.7 样品处理

在上述步骤完成时,立即用渗漏检测液、肥皂水或通过浸在水中的方法检查接收器的渗漏情况。当检测到有渗漏发生时,应废弃这个样品,并在获得其他样品前,对该接收器进行修理或更换。

为样品接收器加贴清晰的标签,按相应运输规定的要求,将其包装在合适的容器内,作好运输准备。按时将接收器运到实验室/实验地点。在需要进行中间储存时,样品应避免受极端温度的影响。

7.5 加油机(油枪)取样

本方法适用于从零售加油机上采集轻质燃料的样品。为油枪配一个加长管,使燃料在没有飞溅的情况下,直接到达样品容器的底部。在油枪配备蒸气回收系统的情况下,需要一个垫片来压住油枪的套筒。通过油枪的加长管向样品容器内缓慢注入样品,直到注满样品容器大约 85% 的空间。移开油枪及其加长管,立即封闭或盖住样品容器。

当为分析蒸气压而采样时,样品容器在注样前应预先冷却。

关于商业加油机油枪取样的详细内容可参见附录 B 和附录 C。

8 原油和其他不均匀石油液体的取样

8.1 总则

如果条件具备,应优先用 GB/T 27867 规定的管线自动取样法代替以下手工法,对原油和非均匀油品进行取样。由于管线自动取样系统通常在靠近取样器的上游配备了搅拌装置,使管线内的液体在取样前就搅拌均匀,因此管线自动取样法适用于原油和其他非均匀油品,例如“重质原油”和残渣燃料油。

管线自动取样系统也通常按流量比例累积样品,因此当对批量传输的油品进行取样时,允许油品流速发生变化。

注:第7章规定的手工采样法可能无法提供具有代表性的样品,其理由如下:

- a) 原油中水的分布浓度在罐底附近一般较高。例行取样器、全层取样器或者上、中、下样品的组合样可能无法提供代表所有水分布浓度的样品。
- b) 原油和游离水之间的界面可能定位困难,特别是存在乳化层或含水沉淀物的情况。
- c) 在罐底表面,游离水的高度可能是变化的。罐底可能覆盖了由沉淀物或蜡聚集成的游离水或水/油乳化液的池子。
- d) 在手工操作中,轻组分容易损失,从而影响样品的密度和蒸气压。

在不得不采用手工取样法时,所取样品可能存在问题,应按本章给出的方法去做,以便采集到符合本标准要求的具有代表性的样品。本章规定的方法是对第7章规定内容的补充或替换。

8.2 方法

8.2.1 油罐取样

油罐取样应使用7.3规定的如下一种取样法:

- 点样;
- 例行样;
- 全层样。

在各方达成一致的情况下,可制备点样或区间样的组合样,见7.3.1.2。

在需要评价罐内液体分层程度的情况下,首先要从液位的上部、中部和下部(或出口处)采集样品,然后把它们送至实验室或试验地点,分别检验密度、水和沉淀物的含量。

当试验结果的变化范围不超过 $\pm 1 \text{ kg/m}^3$ (密度)和 $\pm 0.1\%$ (体积分数)(水含量)时,罐内样品应代表罐内所有液体,采用平均结果。

当试验结果的变化范围超过上述规定的极限值,罐内液体可能存在分层。对这种情况,如果可能,应在相邻取样位置的中间位置采集附加点样,并计算所有试验结果的平均值。当样品用于密度、水或沉淀物的分析时,不对样品进行物理组合,但可对各样品的分析结果进行数学组合。

注:对不超过 159 m^3 的用于自动交接的小型原油罐,在原油中部位置采集一个单独点样一般就足够了。

8.2.2 管线取样

8.2.2.1 总则

对于批量输油的管线取样,应使用GB/T 27867规定的管线自动取样法。

当不得不采用手工取样时,对取样设备的选型、安装以及取样操作应作如下考虑:

- 为使水和沉淀物的分离对取样代表性的影响减到最小,取样管应具有合适的位置和尺寸。
- 取样管要水平安装,防止部分样品可能回流到主管线。
- 取样管最好安装在一段垂直管线内,当安装在水平管线内时,管线内液体的流速应足够高,以提供充分的涡流搅拌。
- 如果无法获得足够的流速,应在取样管的上游安装液流搅拌装置,使分层降低到可接受的水平。
- 取样管应尽量短,在取样前应置换内部液体。
- 当采集半液体样品时,为保持液态并确保精确取样和搅拌,应把取样管线、阀门和样品接收器加热到足够的温度。
- 为控制取样速度,应为取样管装配一个合适的阀门。
- 调节取样管的阀门,以从取样管得到稳定的液流。采样速度应使流过取样管的液体流速大致

等于管线流体的平均线速度。按每小时取出样品的升数测量和记录取样速度。将样品连续或间歇导入取样容器,提供足够数量的试验样品。

——在采集原油和其他石油产品时,每小时或在更短的时间增量内,应采集 250 mL 或更多的样品。经协商同意,可以改变取样周期或取样体积,或者全部改变,以适应一份样品的体积数。重要的是,当流速不变时,取样体积和取样间隔应保持不变。当液体流速改变时,取样的速率和体积应进行相应改变,以便与流速成比例,但实际很难手工完成。

——搅拌组合后的样品,对组合样进行实验分析。

——作为替代方法,可按规定的间隔采集管线样品并单独检验。对各检验结果进行流速改变的调整,计算算术平均值。

注:从管线内手工采集点样的方法取决于使用固定容积的样品接收器,还是可变容积的样品接收器以及被取样液体的蒸气压。

8.2.2.2 低蒸气压液体的管线取样

对于固定容积的样品接收器,在对取样管和管线进行全面冲洗后,直接将样品充入其内。为降低轻组分蒸发损失的风险,应采用浸没式取样。如果可行,应使用样品冷却器(5.7)。

对于低压可变容积样品接收器(例如:可压扁的弹性容器、球胆或隔膜接收器),使用前应放空。在合适的情况下,接收器可采用抽空法。在对取样管和管线进行全面冲洗后,直接将样品采到接收器内。

8.2.2.3 高蒸气压液体的管线取样

对于高压可变容积样品接收器(例如套筒式活塞筒),应按 7.4.3.1 或 7.4.3.2 规定的方法采入样品。高压固定容积样品接收器的采样方法应符合 7.4.3.3 的规定。

注:对于管线内高蒸气压液体的取样,通常不适合使用低压可变容积接收器(例如可压扁的弹性容器、球胆或隔膜式接收器)或低压固定容积接收器(如瓶或听)。如果使用这种接收器,随着压力的降低,相分离可能发生,轻组分也可能损失。

8.2.3 附加预防措施

附加预防措施涉及如下方面:

- a) 高倾点原油(见 7.2.4);
- b) 挥发性原油(见 7.2.3);
- c) 大体积样品的采集(见 7.2.1.8);
- d) 在固定容积样品容器中保留蒸气空间(见 7.2.1.6);
- e) 样品运输(见 7.2.5 和 8.2.4)。

8.2.4 样品运输

为保持样品的完整性,样品不应转移或组合,应使用初始样品容器运送至实验室。当不能用初始样品容器运送样品时,应按 9.4 的规定将其转移到其他合适的容器,并记录转移情况。样品应尽快运送到检验地点或储存在凉爽、黑暗、干燥的适当位置。

在可行的情况下,固定容积样品接收器/容器应倒置运输或储存,以防止来自蒸气空间的蒸气损失,并能及时发现有无泄漏发生。

9 样品调配

9.1 总则

9.1.1 在取样点和分析试样或保存样品的实验室之间,样品调配方法应确保样品的特性和完整性能得

到保持。

9.1.2 样品调配方法取决于取样目的。实验室使用的分析方法经常需要一种特殊的样品调配方法与之结合。取样人员应提前查阅相应的检验方法,以获得关于样品调配的必要说明。当使用的分析方法有不一致的要求时,应单独抽取样品,且对每个样品采取相应的方法。

9.1.3 对于如下因素的影响,应给予特别关注:

- a) 含有挥发性组分的液体会发生蒸发损耗;
- b) 含有水和/或沉淀物的液体在样品容器中存在分离的趋势;
- c) 具有潜在蜡沉积物的液体,如果无法保持足够温度,会产生沉积物。

9.1.4 当制备组合样时,应特别注意挥发性液体中轻组分的损失,且不得改变水和沉淀物的含量。如果可能,应避免制备组合样,因为这很难保证样品的完整性不受损失。

9.1.5 对于挥发性的液体样品,不应在取样现场将其转移到其他容器,但如有必要,应通过经冷却和倒置的初始样品容器,将样品运送到实验室。对于既包含挥发性组分,又包含游离水的样品,应特别小心。

9.2 样品均化

9.2.1 引言

本条款规定了可能含有水和沉淀物,或以其他形式存在的不均匀样品的均化方法。在转移部分样品前,如分割子样或抽取试样,需要对样品进行均化。精心操作,确保均化过程本身不会通过诸如轻组分的损失造成样品代表性的损失。在 9.3 中给出了样品在转移前搅拌效果的检验方法。

为分散样品内的水和沉淀物,用手工法不可能充分搅拌含有水和沉淀物的液体样品。在样品转移或分割前,为均化样品,有必要对液体进行强力的机械或液力搅拌。

样品均化可通过各种方法,而且取决于样品、使用的样品接收器和/或试验方法。无论使用哪种方法,均化系统应产生体积足够小的水滴,以确保在后期调配、分样和分析期间的均匀性和稳定性。

通过离心实验法(GB/T 6533)不能精确分析含有较小水滴的稳定乳化液的水含量,GB/T 11146 和 GB/T 8929 可替代其用于水含量的测量。

9.2.2 用高剪切机械搅拌器进行均化

9.2.2.1 固定容积样品接收器

在样品容器内插入一台不透气的的高剪切机械搅拌器,使旋转元件到达距容器底部 30 mm 以内的位置。

注 1: 带逆向旋转叶片,运行速度约为 3 000 r/min 的搅拌器通常比较合适,也可使用其他性能满意的搅拌器(见 9.3)。

为降低原油或含挥发性组分的其他样品的轻组分损失,在密闭的样品容器内,通过密封压盖操作搅拌器搅拌样品,直到样品完全均化。搅拌时间达到 5 min 有时就够了,然而容器大小和样品特性会影响均化时间。检验样品是否已经变得足够均匀(见 9.3)。为获得均匀样品并分离出有代表性的子样,应选择最佳的搅拌条件。

注 2: 高剪切搅拌器经常产生稳定的乳化液,不能用离心法(GB/T 6533)测定它的水含量。

在搅拌期间,应避免温度的过度上升($>10\text{ }^{\circ}\text{C}$)。如果可行(7.2.3.2),在均化前和/或均化期间,建议对样品进行冷却。

9.2.2.2 可变容积样品接收器

按接收器的操作说明,用内部集成的搅拌系统均化已采入的样品。通过进行可控的注入/回收试验(见 9.3),检验使用的搅拌条件是否能均化典型样品。为获得均匀样品并分离出有代表性的子样,应选择最佳的搅拌条件。

在搅拌期间,应避免温度的过度上升($>10\text{ }^{\circ}\text{C}$)。如果可行(7.2.3.2),在均化前和/或均化期间,建议对样品进行冷却。

9.2.3 用带外部搅拌器的循环系统进行均化

外循环系统既可用于固定式样品容器,也可用于便携式样品容器;对于后者,应使用一种可快速断开的连接器。这种方法可同样适用于某些类型的可变容积样品接收器以及较大的固定容积样品接收器/容器。

用小型泵使液体流过安装在管线内的静态搅拌器或喷射隔板机构进行外循环。对于不同类型循环搅拌系统,应按相应的要求进行操作。

外部搅拌器、泵和连接管的存液体积应保持最小。在搅拌期间,固定容积接收器内蒸气空间的增加量将由此减到最小,因此可使蒸气空间的蒸发损失减到最小。

使用的循环流速应使全部样品每分钟至少循环一次。搅拌时间通常为 10 min,但也会随着水含量、油品内存在的碳氢化合物种类、重复循环流速、总样品体积以及系统设计而改变。通过进行可控的注入/回收试验,检验所使用的搅拌条件是否能均化典型样品。为获得均匀样品并分离出有代表性的子样,应选择最佳的搅拌条件。

在搅拌期间,应避免温度的过度上升($>10\text{ }^{\circ}\text{C}$)。如果可行(7.2.3.2),在均化前和/或均化期间,建议对样品进行冷却。

当全部样品被充分搅拌后,在泵正在运行的同时,从循环管线的阀门或样品接收器的阀门放出需要数量的子样。此外,在样品被重复循环的同时,也可通过喷射隔板的端口(位于静态搅拌器下游)采集子样。

如果随后还需要更多的子样,则在分样完成时,应将外部循环管线中的液体放回到样品接收器/容器,否则,剩余样品作为保留物或废弃物应转移到其他合适的接收器/容器。

使用后,应使用适当溶剂对搅拌液体的循环管线进行彻底清洗,并用压缩空气干燥。循环搅拌管线内的残存样品或清洗溶剂会污染下一个样品,应确保不发生此类风险。

注:使用原始空容器,使溶剂通过外部搅拌管线反复循环,以达到清洗的目的。

9.3 搅拌效果的检验

9.3.1 总则

对于不均匀的混合物,无论选择何种方式从中获取子样,都应检验搅拌技术的适用性和获得均匀样品所需要的时间,进而才能分离出具有代表性的子样。

9.3.2 均匀液体

样品在搅拌后保持均匀稳定(指完全容易混合的组分,如已混入的润滑油添加剂),应继续搅拌并从主样品中抽样,直到连续抽取的样品给出相同的结果,由此建立最短的搅拌时间。

注:此后,如果样品均匀且保持不变,则无需进一步搅拌,就可从主样中转移样品。

9.3.3 不均匀液体

样品在搅拌后无法长时间保持均匀(例如,如果水和沉淀物是混合物的一部分),应使用 9.3.4 规定的搅拌效果检验法。

注:由于产品组分的原因,可能需要在搅拌仍在进行时抽取子样。

9.3.4 不均匀油品搅拌效果的检验试验(注入/回收试验)

9.3.4.1 用具有足够分辨力的天平称量空接收器/容器的质量,使加入水的含量能够测定到 0.01%(质

量分数)或更好。

注：本方法既适用于固定容积的样品接收器，也适用于可变容积的样品接收器。

9.3.4.2 按预计样品量，将被取样的实际液体加入到接收器/容器中。如果可能，该液体中悬浮水的含量应小于0.1%(质量分数)，但所用液体不应存在游离水。记录液体温度。

9.3.4.3 按典型条件(搅拌器的旋转速度、搅拌时间、重复循环流速、搅拌元件的数目、重复循环的时间、搅拌的压差和梭子的数目等)搅拌模拟样品。检验搅拌造成的油品温升是否未超过10℃。

9.3.4.4 用干燥的注射器抽取子样，并通过卡尔·费休法(GB/T 11146)测定原始水含量。重复抽取子样并对其进行分析，确认结果的一致性是否在0.02%(质量分数)以内。如果结果落在此重复性的指标之外，应增加搅拌条件的强度(在最大温升极限内)并重复试验，直到结果的一致性在0.02%(质量分数)以内。此外，也可使用一种更高效的搅拌系统。

9.3.4.5 重新称量接收器/容器及所装液体，确定现有原始油品的数量。加入已知数量的蒸馏水，使总水量(原始水量与加入水量之和)增加到比实际样品预计最大水含量高至少2%(质量分数)的目标水平。如果预计最大水含量未知，则应加入足够数量的水，使总的目标水含量提升到至少5%(质量分数)。

9.3.4.6 用获得可重复的试验结果所使用的搅拌条件(9.3.4.4)搅拌模拟样品，在此之前，应记录含水油品的温度。检验搅拌造成油品温升是否未超过10℃。

9.3.4.7 用干燥的注射器从混合样品中抽取子样，通过相同的卡尔·费休滴定法测量子样的水含量。在测量完成的同时，重复抽取子样和测量步骤，由此评价由选定搅拌条件建立结果的重复性和乳化液的稳定性。

9.3.4.8 检查两次结果的重复性以及获得的平均水含量(9.3.4.7)与总目标水含量(原始水含量与加入水含量之和)(9.3.4.5)的一致性。两次结果的最大允差(X)以及平均结果与目标结果(Y)间的最大允差不应超过表3给出的允差。

表3 测量水含量的最大允差

平均测量水含量 %(质量分数)	两次结果的最大差值(X) %(质量分数)	平均测量水含量与目标水含量 之间的最大差值(Y) %(质量分数)
≤4.00	0.10	0.10
4.01~6.00	0.15	0.15
6.01~10.00	0.20	0.20
>10	0.25	0.25

9.3.4.9 对于具有相同或更小水含量的相同来源的样品，如果满足了注入/回收的试验指标(表3)，则它们的所有后期分样就可使用已证实的搅拌条件。

9.3.4.10 当测量水含量未满足这些指标时，应采用新鲜样品重复本步骤，但要增大搅拌条件的强度(例如搅拌时间和/或速度、流速)，直到满足指标需要或超过样品的温升限值。

当仍未满足注入/回收试验的指标要求时，应采用修改过的搅拌程序再次试验，如在抽取第二子样前立即重新搅拌或在连续搅拌时抽取所有子样。此外，也可使用一种不同类型的样品搅拌系统。

当超过了样品的温升限值时，在实际可行时，应预先冷却样品或在搅拌期间冷却样品(7.2.3.2)。

9.3.4.11 除非用本方法证实了样品搅拌和抽取子样方法的适用性，否则不应为水或沉淀物含量的分析去抽取原油或其他不均匀油品的子样。

9.3.4.12 对于搅拌系统的检验，不应采用离心法去测定水含量。

9.4 样品转移

9.4.1 除非在可控条件下进行,否则应尽量避免在接收器/容器之间的样品转移。当不能将原始样品直接运送到实验室时,应将样品完全转移到一个能直接运送到实验室的其他容器。因为轻组分的蒸发损失和/或较重组分的不完全转移,所以完全转移可能比较困难。对于这种情况,应使用一种可将原始样品直接运送到实验室的取样方法,而不必进行样品转移或分样。如果不可能这样,则在可控实验室条件以外的样品调配和/或转移应尽量少用。

9.4.2 在样品分割转移涉及的每个阶段,应采用 9.2 规定的方法对正从中抽样的容器内的液体进行均化。

9.4.3 用 9.3 规定的方法检验容器和搅拌器的每个组合的搅拌效果。

9.4.4 任何样品转移都应在混合物已知均匀的期间内完成。对于某些情况(特别是分样到不止一个容器的时间段内),在转移期间,应继续搅拌。

10 油罐残留物/沉积物的取样

油罐残留物/沉积物的样品可能不具有代表性,这些样品对于它们的特性和组成应只起引导作用。

根据现有计量口的尺寸和被取样的残留物/沉积物的深度,选择一套合适的取样装置(见 5.2.4 和图 8)。按操作手册使用取样装置,将样品从取样装置转移到可保持样品完整性的金属容器、塑料容器或玻璃容器内。

注:油罐残留物是在油舱或岸罐底部形成的一层有机和/或无机的沉淀物。常温下,这种物质具有高黏性且有软有硬。

11 包装取样

本章基于 GB/T 2828.1—2012,相关细节应参照此标准。

11.1 包装取样的统计学观点

11.1.1 取样数

11.1.1.1 总则

包装内和包装间产品的可变性、被取样的包装数以及试验方法的精密度可能全部贡献给由试验结果表示的在产品特性测定中的误差。抽取样品数取决于产品个数、可接受的质量水平(AQL)和检验水平。

11.1.1.2 评估一件包装内均匀性的取样

从产品内均匀分布的点抽取点样。用基于易评估特性(例如密度、颜色)的简单试验法检测每个样品。在试验结果中,超过试验方法重复性的任何变化都表明包装内的产品是不均匀的。

11.1.1.3 评估一批产品平均质量的取样

一批产品分装在若干包装内,且都是具有单一组成的同一种产品。

- a) 单个包装:如果已证实产品是均匀的(见 11.1.1.2),则可抽取一个单独点样,但如果不是这样,则应抽取足够数目的点样并制备组合样。

b) 多个包装:若干包装内产品平均质量的评价精度取决于:

- 1) 被取样的包装数;
- 2) 所用试验方法的精密度;
- 3) 包装间产品的可变性。

11.1.1.4 全部产品的取样

如果对所有包装进行取样,则肯定涉及最大量的取样,在平均质量测定中的误差将取决于样品检验。

如果每个样品检验一次,则试验结果的平均值代表了一个具有最低不确定度的平均质量。如果制备组合样并进行检验(重复两次),则平均结果也代表了平均质量,但具有更高的不确定度。

11.1.1.5 部分产品的取样

对一批产品进行全部取样不总是可能的。为能决定一批产品需采集的不连续样品的数目,本标准给出了取样方案,目的是获得全部包装内所有产品质量的正确结论。

11.1.2 可接受的质量水平(AQL)

AQL 应为 2.5%。

11.1.3 检验水平

检验水平决定了全部产品数与样品数的关系(每批产品的包装数和需要的样品数),应使用通用的检验水平(见 GB/T 2828.1—2012)。

11.1.4 取样方案

11.1.4.1 总则

取样方案表明了要检验的每批产品的个数(样品数或系列样品数)和决定可接收这批产品的标准(接收数和拒收数)(见表 4、表 5 和表 6)。

表 4 取样方案——样品数编码

批量产品数	一次取样编码	二次取样编码
2~8	A	A
9~15	B	A
16~25	C	B
26~50	D	B
51~90	E	C
91~150	F	C
151~280	G	D
281~500	H	D
501~1 200	J	E
1 201~3 200	K	E
3 201~10 000	L	F

表 4 (续)

批量产品数	一次取样编码	二次取样编码
10 001~35 000	M	F
35 001~150 000	N	G
150 001~500 000	P	G
500 001~	Q	H

11.1.4.2 一次取样方案

检验样品数等于方案中给出的样品数。如果样品中发现的次品数等于或少于接收数(见表 5 中的“Ac”),则应接收这批产品。如果次品数等于或大于拒收数(表 5 中的“Re”),则应拒收这批产品。

表 5 取样方案——一次取样方案

样品数编码字母	样 品 数	AQL=2.5	
		Ac	Re
A	2	0	1
B	3	0	1
C	5	0	1
D	8	0	1
E	13	1	2
F	20	1	2
G	32	2	3
H	50	3	4
J	80	5	6
K	125	7	8
L	200	10	11
M	315	14	15
N	500	21	22
P	800	21	22
Q	1 250	21	22

AQL=接收质量限。
Ac=接收数。
Re=拒收数。

11.1.4.3 两次取样方案

检验样品数等于方案中给出的第一样品数。当在第一样品中发现的次品数等于或少于第一接收数(见表 6)时,应接收这批产品。

表 6 取样方案——两次取样方案

样品数编码字母	样品	样品数	累计样品数	AQL=2.5	
				Ac	Re
A					
B	第一次	2	2		
	第二次	2	4		
C	第一次	3	3		*
	第二次	3	6		
D	第一次	5	5		
	第二次	5	10		
E	第一次	8	8		
	第二次	8	16		
F	第一次	13	13	0	2
	第二次	13	26	1	2
G	第一次	20	20	0	3
	第二次	20	40	3	4
H	第一次	32	32	1	4
	第二次	32	64	4	5
J	第一次	50	50	2	5
	第二次	50	100	6	7
K	第一次	80	80	3	7
	第二次	80	160	8	9
L	第一次	125	125	5	9
	第二次	125	250	12	13
M	第一次	200	200	7	11
	第二次	200	400	18	19
N	第一次	315	315	11	16
	第二次	315	630	26	27
P	第一次	500	500		
	第二次	500	1 000		
Q	第一次	800	800		
	第二次	800	1 600		

↓ = 箭头所在行向下,直到带星号(*)或带接收/拒收数的方框为止。对于后者,使用这些接收/拒收数和该方框左侧同一行的样品数。如果到星号(*),则按如下脚注的说明去做。如果样品数等于或超过批量产品的总数,则进行 100% 的检测。

↑ = 箭头所在行向上,直到带星号(*)或带接收/拒收数的方框为止。对于后者,使用这些接收/拒收数和该方框左侧同一行的样品数(非原始的样品数)。如果到星号(*),则按如下脚注中的说明去做。

Ac=接收数。

Re=拒收数。

*=使用对应的一次取样方案(该方框的编码字母和 AQL)(或者用星号以下最接近方框和该方框左侧行中的二次样品的数据)。

订购号: 0100190820046435 防伪编号: 2019-0820-1047-0198-3362 购买单位: 北京中培质联

当在第一样品中发现的次品数等于或多于第一接收数和拒收数(见表 6)时,应拒收这批产品。

当在第一样品中发现的次品数介于第一接收数和拒收数之间(见表 6)时,应按方案中给出的第二样品数进行检验。累加第一次和第二次样品中发现的次品数。当次品累计数等于或少于第二接收数时,应接收这批产品。当次品累计数等于或大于第二拒收数时,应拒收这批产品。

对应每个方案,应给出决定接收这批产品的使用说明(见 GB/T 2828.1—2012)。

11.2 包装取样法

11.2.1 桶

将桶放好,使带桶盖的侧面朝上。如果侧面没有桶盖,则应直立放置,从顶部取样。如果检测水、锈或其他不溶性的污染物,则桶在该位置应保持足够长的时间,以使污染物沉淀下来。

卸下桶盖,将其沾油的一侧朝上,放在桶口的旁边。用拇指封闭清洁、干燥的取样管的上端口,将其伸入油中大约 300 mm 的深度。移开拇指,让油流入取样管内。用拇指再次封闭上端口,抽出取样管。水平握紧取样管并使之旋转,使油接触到取样时浸没的部分内表面,以达到用油涮洗管子的目的。避免触摸取样期间没于油中的取样管的任何部分。

将涮洗取样管的油品放回到桶中,并使之排净。

用拇指再次按住取样管的上端口,将其再次插入油中(如果需要全层样,则应在上端口打开的情况下插入取样管)。当取样管到达底部时,移开拇指,使取样管充满。将拇指放回原位,快速抽出取样管,将取样管内的液体转移到样品容器中。不要用手接触样品的任何部分。关闭样品容器;复原并拧紧桶盖。

11.2.2 听

对于 20 L 或更大容量的听,用相应的小型取样管,按照从桶中取样的相同方式(11.2.1)进行取样。对于小于 20 L 容量的听,按 GB/T 2828.1—2012 进行听的选择,将其内的全部液体作为样品。

附 录 A
(资料性附录)
安全预防措施导则

A.1 概述

A.1.1 下述安全措施具有普遍的适用性,且进一步完善了操作规程,但所列内容不一定全面,还应结合相应的国家安全法规或石油行业公认的安全标准。对于下述措施,除非与地方或国家法规发生冲突,否则都应严格遵守。

A.1.2 在需要遵守的安全措施中,应提醒操作人员注意潜在危害,并给出相应的补充说明。

A.1.3 严格遵守进入危险区域的所有规定。

A.1.4 小心谨慎,避免取样时吸入石油蒸气。操作人员应戴上不溶于烃类的防护手套。在存在喷溅危险的地方,应配戴眼罩或脸罩。当处理含硫原油时,可能还需采取附加的预防措施。

A.1.5 当处理含铅燃料时,应遵守相应的安全规定。

A.2 设备安全

A.2.1 接收器/容器机械性能的设计应符合相关国家标准的规定。

按国家或行业法规进行压力试验和其他检查工作,记录相应的试验结果。清洗和渗漏检验应定期进行。

A.2.2 提放取样器的绳子应具有导电特性且由天然的抗静电材料(如棉或剑麻)而非人造纤维制成。

A.2.3 在易燃气体环境中使用的便携式金属取样设备应由不打火花的材料制成。

当使用由铝、镁或钛制成的设备时,注意它们与锈蚀的钢碰撞时,可能产生刺激性的火花。不宜使用由这些材质或这些材质的合金制成的取样设备。

A.2.4 为使取样人员能至少空出一只手,应为他们配备一只装设备的提箱。

A.2.5 照明灯或手电筒应符合防爆级别的要求。

A.2.6 为应对被取样产品所造成的危害,应穿戴合适的防护服和防护设备。

A.2.7 被取样产品的雷德蒸气压(RVP)介于 100 kPa 到 180 kPa 之间,所用取样瓶应采用带金属壳或网的安全罩进行防护。如果在 180 kPa 以上,则只能使用合适的专门制造的承压型金属容器或可变容积样品接收器。

A.2.8 对于装在带气密塞儿的容器中的挥发性样品,应小心谨慎,避免受热。

A.3 取样点的安全

A.3.1 取样点的设置应确保能安全取样,与取样相关的任何潜在危害应标注清楚,建议在管线取样点安装压力计。

A.3.2 取样点及设备应进行充分维护和定期检测,并记录检测结果。

A.3.3 取样点应具有足够照明的安全通道。通道的梯子、平台和扶手在结构上应保持在安全状态,并应定期检查。

A.3.4 为满足排水和冲洗需要,应提供足够且安全的排水设备。

A.3.5 设备发生泄漏和故障,应立即报告。

A.3.6 小心谨慎,避免在取样期间吸入石油蒸气。

A.3.7 对于浮顶罐,有毒和易燃的蒸气可能累积在浮顶上部,应尽可能从顶部平台进行取样。当下到浮顶上取样时,应预先证实浮顶上的气体是安全的,否则应有至少两个戴自备呼吸器的人员在场。

第二个或另外一个人应站在扶梯的顶部,从该位置可观察到浮顶上的采样人员。第一个人下到浮顶上,采集需要的样品,在尽可能短的时间内返回扶梯顶部。

浮顶上的气体可能有害的条件如下所述:

- a) 产品包含硫化氢和/或挥发性的硫醇;
- b) 浮顶没有完全浮起;
- c) 浮顶密封不严。

A.4 静电

A.4.1 当装有易燃碳氢化合物的被取样油罐储存在高于它们闪点的温度或者在油罐内已经生成含有碳氢化合物的蒸气或雾时,应采取下述措施来避免静电危险。

A.4.2 在装油期间,特别是正在装入能在液面以上产生易燃蒸气/空气混合物的清洁、挥发的炼制产品时,不应进行储罐、汽车罐车、铁路罐车、油船或驳船内液体的取样。

A.4.3 当进行油罐取样时,通过将罐体直接接地或者通过悬吊中的缆线、绳索或尺带与计量口或蒸气闭锁阀稳定接触,使取样装置保持稳定接地。当进行管线取样时,管线和样品接收器之间通过连接管保持导电连接。

A.4.4 当从罐内采集清洁、精制、具有挥发性的样品(包括煤油和汽油)时,如果它们在接近或高于其闪点的温度已装载完成或者装入有气体存在的油罐,则在将可导电的取样设备放入油罐之前,应在转移或装载完成后,留出一定的静止时间(通常 30 min)。然而当满足如下条件时,无需等待,可直接取样:

- a) 对于固定顶罐或浮顶罐,从延伸到液面以下且与罐壁直接导电的打过孔的计量管进行取样。
- b) 对于固定顶罐,油罐配备了已接地的内浮盘。
- c) 对于浮顶罐,浮顶完全浮起,且与罐壁处于直接导电状态。
- d) 产品包含足够的静电消散添加剂,确保总导电率大于 50 pS/m,而且在液面以上的空间没有油雾形成(见下注)。

注:静电消散添加剂可将碳氢化合物液体的导电性提高到足以避免静电电荷累积的水平;总导电率为 50 pS/m 可以接受。在该导电率下,液体受限电荷的停留时间比较短,以至于在它形成时,电荷几乎就消散掉了。因此,只要液面以上的蒸气空间没有正在形成的油雾,计量和取样就可在不延迟的情况下或者甚至在装油的过程中进行。带电液滴存在于油雾之中并产生静电累积,与液体产品中静电消散添加剂的存在无关。

A.4.5 在易燃蒸气可能存在的地方,不应穿戴能造成火花的鞋套和衣服。

A.4.6 在雷电干扰或冰暴期间,不应进行取样。

A.4.7 为消除取样人员身体上的静电,操作员在取样前应接触罐体上距取样口至少 1 m 的某个接地良好的部件。

附录 B

(资料性附录)

商业加油机的手工取样法

B.1 概述

本附录规定了从商业加油站的加油机上采集汽油和柴油样品的办法。

按本方法采集的样品可用于汽车燃料的质量评价。

B.2 样品容器和封闭器

B.2.1 样品容器

样品容器最好是清洁干燥且尚未使用过的金属容器,由不含铅的材质制成,有密封垫片或焊接口,能承受通常操作时遇到的一般内部压力。容器应配备一个能密封它们的外部附件。容器不应采用基于防锈的油品进行预处理。

注:含铅焊料可用于外部附件的焊接。

B.2.2 封闭器

封闭器应能保持样品的完整性。一种塞入式垫片可附加用于封闭样品容器的开口。封闭器应包括螺旋帽以及与之相配的耐被取样产品腐蚀的垫片,不应使用木质或橡胶垫片。

B.3 安全要求

B.3.1 除附录 A 的有关规定以外,本附录还特别提出如下安全要求。

B.3.2 取样人员应熟悉被取样产品的特性,充分认识到它们的潜在危害并采取相应的安全措施。

B.3.3 为消除取样人员身体上的静电,取样人员在取样前应接触加油机上的某些部件。

B.3.4 对于与加油机连接的油罐,在其收油期间,不应进行取样。

B.3.5 为识别所装样品是汽油或柴油,应在标签上清晰标注样品的名称。

B.3.6 按照国家有关易燃品运输的规定进行样品运输。

注:当运输汽油样品时,宜把它们放在含有冷却介质(如固体二氧化碳或冰)的保温盒内。

B.3.7 按照国家有关规定进行样品的储存。

注:当储存闪点低于环境温度的样品时,应考虑将样品储存在防爆的冰箱内。

B.4 采样步骤

注:当采取汽油样品时,为使轻组分的损失最小,宜采取如下方法。在冰箱内冷却样品容器,然后把它放在装有冷却介质(如固体二氧化碳和冰)的保温盒内。用保温盒把样品容器运到取样现场。在装样、密封并贴上标签后,立即将装样后的样品容器放回到保温盒内并运送到实验室。保温盒可以是一个具有足够强度的木盒,里面衬有约 50 mm 厚的泡沫聚苯乙烯或聚氨酯板。

B.4.1 用棉布细心清洁可能接触样品容器和/或被取样产品的加油枪的各个部件。

B.4.2 在抽取样品前,通过油枪将至少 4 L 油品放入一合适的容器内。

将装有冲洗液的容器运离现场并用安全的方式处理,或将其倒回到现场的储罐内。

B.4.3 检查样品容器的清洁度,将所需编号的样品容器对准被取样的加油机。

B.4.4 记录加油机所显示的读数。

B.4.5 将油枪的出油口插入样品容器(见注),启动加油开关,使油品流入样品容器。操作方式应防止飞溅,减少泡沫形成和轻组分的损失;流入速率能使空气从容器中排出,但不会使油品溢到容器以外。

注:在采集汽油样品时,为加油枪装配一段加长管,进行容器的浸没式充样,可降低轻组分的损失。在附录 C 中给出了一种合适的油枪加长管及其用法。

B.4.6 按加油机显示的读数向样品容器内最多加入占总容积 75% 的油品。

B.4.7 加油后,用合适的封闭器立即封闭样品容器。将容器倒置,在倒立位置保持 30 s,检查容器是否有泄漏发生。如果观察到泄漏,应更换新的封闭器并重新进行泄漏检查。当继续发生泄漏时,应按相关规定处理样品容器及内部液体。用新的样品容器和封闭器再次进行取样。

B.4.8 在样品容器的标签上清晰标注以下信息:

- 取样的地点、日期和时间;
- 取样的油品名称及牌号;
- 取样的加油机名称或位号;
- 取样油品的油罐编号;
- 取样人或操作人;
- 样品识别码。

注:样品标注至少需要如上信息,其他信息如果需要,也可包括进去。

B.4.9 用合适的方式密封样品容器,确保在不破坏密封的情况下,不能移开封闭器和样品标签。

B.4.10 必要时,应多次重复 B.4.3 到 B.4.9,以符合其他的国家规定。

B.4.11 按一式两份完成取样报告。

取样报告的一份应伴随样品,另一份交给加油站的代表。

附录 C
(资料性附录)

采集汽油样品的油枪加长管及其使用

C.1 概述

将挥发性油品(如汽油)采入顶部开口容器的最佳方法是采用浸没式充样。然而,有些油枪不具有到达样品容器底部的足够长度,而且为防止溢流,还安装了油枪口没入液体中时停止供油的切断装置,原理是流入感应端口的空气流的断启动了安全断开装置。因此为进行浸没式充样,应使用足够长度的加长管,它不仅使出油口延伸到样品容器的底部,而且能使空气流入安全断开装置的传感器的端口。

C.2 加长管

加长管可有如下两种方式:

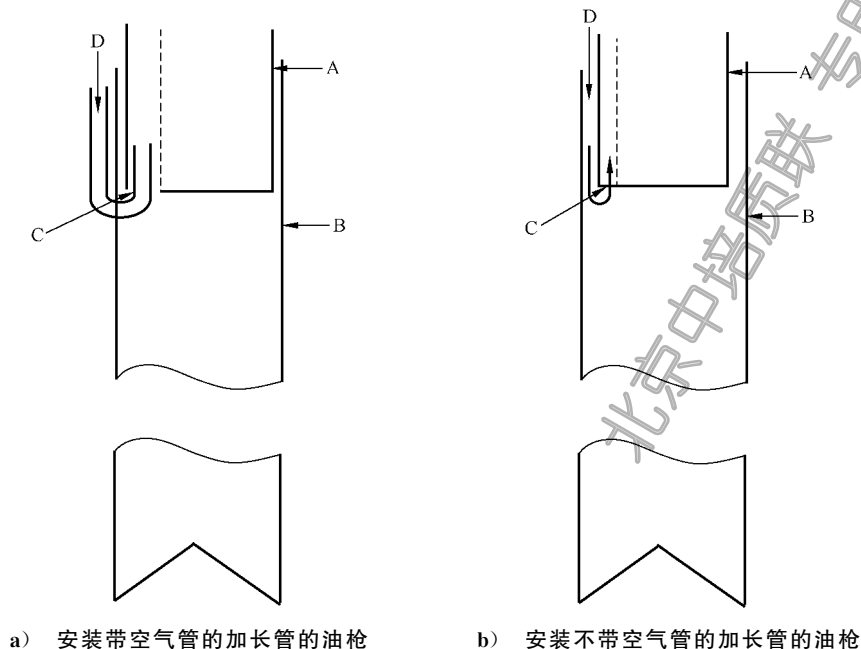
- 安装使空气流入感应端口的空气管;
- 采用宽松式连接,使空气沿油枪和加长管之间的间隙向下流入感应端口。

为防止静电累积,加长管应由导电的材质制成,而铜管更适合作为加长管。

油枪加长管的直径取决于安装到加油机出口的油枪种类,其他尺寸取决于样品容器的深度。

当加长管竖立在样品容器底部时,为使汽油自由流入,应在加长管的底部切削一个“V形”开口,见图 C.1。

图 C.1 给出了两个比较适用的加长管的设计示例。图 C.2 给出了用油枪加长管采样的装配图。



说明:

A——油枪;

B——加长管;

C——安全断开感应端口;

D——到安全断开感应端口的空气流。

图 C.1 加长管的设计示例

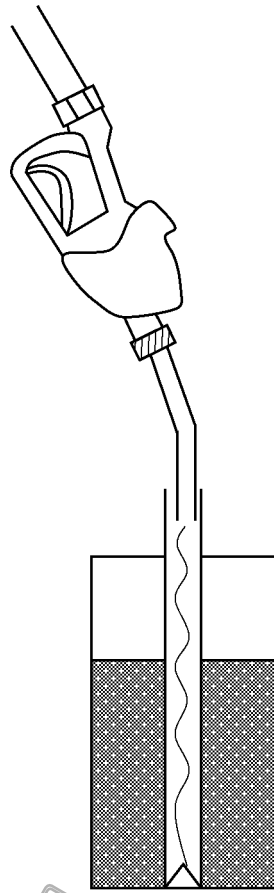


图 C.2 宽松连接油枪加长管的取样装配图

C.3 取样方法

检查加长管是否清洁,按 B.4.2 用油品冲洗油枪和加长管。在进行到 B.4.4 后,将加长管竖直立入样品容器,把油枪插入加长管。如果使用“空气管”型,应确保空气管接入感应端口。启动加油开关。

如果使用宽松连接的加长管,应保持最小流速,防止汽油自油枪周围因涡流溢出。

由于安全断开装置已无法启动,应小心谨慎,避免容器溢流。

在向容器内注入样品后,按 B.4.7 继续进行。

参 考 文 献

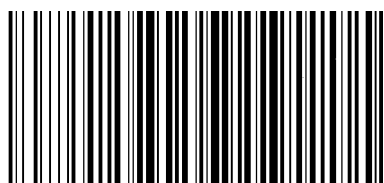
- [1] GB/T 260—1977 石油产品水分测定法
- [2] GB/T 3723—1999 工业用化学产品采样安全通则
- [3] GB/T 6531—1986 原油和燃料油中沉淀物测定法（抽提法）
- [4] GB/T 6533—2012 原油中水和沉淀物测定法（离心法）
- [5] GB/T 8017—2012 石油产品蒸气压测定法（雷德法）
- [6] GB/T 13609—2012 天然气的取样方法
- [7] GB/T 20603—2006 冷冻轻烃流体 液化天然气的取样 连续法
- [8] SH/T 0233—1992 液化石油气采样法
- [9] ISO 3733, Petroleum products and bituminous materials—Determination of water—Distillation method
- [10] ISO 3734, Petroleum products—Determination of water and sediment in residual fuel oils—Centrifuge method
- [11] ISO 9030, Crude Petroleum—Determination of water and sediment—Centrifuge method
- [12] ISO 10336:1997, Crude petroleum—Determination of water—Potentiometric Karl Fischer titration method
- [13] IEC 60475:1974, Method of sampling liquid dielectrics
- [14] EN 14275:2003 Automotive fuels—Assessment of petro and diesel fuel quality—Sampling from retail site pumps and commercial site fuel dispensers
-

 **版权声明**

中国标准在线服务网(www.spc.org.cn)是中国标准出版社委托北京标科网络技术有限公司负责运营销售正版标准资源的网络服务平台,本网站所有标准资源均已获得国内外相关版权方的合法授权。未经授权,严禁任何单位、组织及个人对标准文本进行复制、发行、销售、传播和翻译出版等违法行为。版权所有,违者必究!

中国标准在线服务网
<http://www.spc.org.cn>

标准号: GB/T 4756-2015
购买者: 北京中培质联
订单号: 0100190820046435
防伪号: 2019-0820-1047-0198-3362
时 间: 2019-08-20
定 价: 67元



GB/T 4756-2015

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

石油液体手工取样法

GB/T 4756—2015

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.gb168.cn

服务热线: 400-168-0010

010-68522006

2016年2月第一版

*

书号: 155066·1-52823

版权专有 侵权必究