

前 言

本标准是等效采用国际标准 ISO 3170:1988《石油液体手工取样法》对 GB/T 4756—84(91)进行修订的。

本标准与 ISO 3170 的不同点是：

1、在本标准的 5.4 中引用了 ISO 3171:1988《石油液体自动管线取样法》中有关取样头的安装位置和安装方法的具体内容。

在本标准的 8.1 中增加了 API MPMS(美国石油学会石油计量标准手册)的 8.1 和 14.8 中的有关自动管线取样法重要性的内容。

2、本标准根据我国实际情况变更了如下内容：

a) 变更了 3.8.1 定义中的含意,7.3.3 铁路罐车、7.3.4 公路罐车和 8.2.1 中的“在平均值的重复性范围内”的规定。

b) 在 4.2 中增加了“(对于原油和重质油等,应先放出底部游离水)”；在 7.5 管线取样中增加了对取样间隔的规定。

本标准自实施之日起,代替 GB/T 4756—84(91)

本标准由中国石油化工总公司提出。

本标准由中国石油化工总公司石油化工科学研究院技术归口。

本标准由中国石油化工总公司石油化工科学研究院起草。

本标准起草人:金德玺。

本标准于 1984 年 11 月首次发布,1991 年 3 月复审确认。

ISO 前言

本国际标准应与 ISO 3171《石油液体自动管线取样法》联合使用。

本国际标准的目的是要使得从油罐、鼓形桶或管道中采取液体或半液体烃类样品的条件标准化。如果被取烃类样品在组成或水和沉淀物含量方面明显地表明不均匀,则手工采取的样品不应期望其具有代表性,但是用它能够评价该物质的不均匀程度以及估计其质量和数量。

应该认识到,在许多国家中,本国际标准所涉及的一些或全部条款已是那些国家的法律规定的强制性法规,这样的法规必须严格地遵守。当该法规和本国际标准有抵触时,应服从前者。

中华人民共和国国家标准

GB/T 4756—1998
eqv ISO 3170:1988

石油液体手工取样法

代替 GB/T 4756—84(91)

Petroleum liquids—Manual sampling

1 范围

1.1 本标准规定了用手工法从固定油罐、铁路罐车、公路罐车、油船和驳船、桶和听、或者从正在输送液体的管线中(见 4.3)获得液态烃、油罐残渣和沉淀物样品的的方法。

1.2 本标准适用于从油罐中贮存的或是由管线输送的液体石油产品、原油和中间产品中采取样品,其罐内压力应为常压或接近常压,并且,被取样的石油或液体石油产品在从接近环境温度直到 100℃时应为液态。

本标准规定的取样方法不适用于特殊石油产品的特殊性质分析的取样。对于这类石油产品特殊性质分析样品的采取应该按其他有关标准的规定进行,例如电气绝缘油、液化石油气、液化天然气、沥青和化学产品以及雷德蒸汽压高于 180 kPa(1.8 bar)的不稳定原油的取样都有相应的特殊要求。

1.3 两个基本的手工取样法是:

- a) 油罐取样;
- b) 管线取样。

当接收或发运一批油品时,不是采用油罐取样就是采用管线取样,或者是两者都采用。如果使用两种方法时,所取得的两组样品不应被混合。

1.4 本标准还规定了减少或消除样品中轻组分损失的方法。在样品处理或转移期间,可能出现上述损失,而使得样品失去代表性。

1.5 如果将适用于采取贮存的或移动的均匀石油液体的代表性样品的方法用于采取在组成和沉淀物和(或)水分含量方面有明显差别的不均匀液体的样品时,所取得的样品可能没有代表性。

1.6 本标准规定的取样方法适用于采取用于下列目的的样品:

- a) 确定油品质量;
- b) 确定油品中水含量;
- c) 确定所转移的液体中的其他污染物。

如果对于 a)、b)和 c)目的的取样条件有冲突时,必须单独取样。

1.7 本标准还规定了用于确定罐内不均匀油品的不均匀程度,并估计其质量和数量的取样方法。

1.8 本标准还包括了罐内残渣和沉淀物的取样方法,以及在惰性气体压力下的液态烃的取样技术。

2 引用标准

下列标准包括的条文,通过引用而构成本标准的一部分。除非在标准中另有明确规定,下列引用标准应是现行有效标准。

GB/T 1884 原油和液体石油产品密度和相对密度的实验室测定法(密度计法)

GB/T 6533 原油中水和沉淀物测定法(离心法)

GB/T 8929 原油中水含量测定法(蒸馏法)

3 定义

本标准采用下列定义。

3.1 主管人员 competent person

通过训练,在经验上、理论上和实践知识上能够发现装置或设备的故障或缺点,并能对其进一步使用的可能性做出权威性判断的人员。

注1:此人应具有足够的权威性,以保证他的建议起到必要的作用。

3.2 完整样品 integrity of the sample

样品处于没有被改变的完整状态,即所保存的样品和从散装液体中取得时具有相同的组成。

3.3 混合器 mixer

为了取得代表性样品,在管道内或容器中保持液体均匀混合的装置。

3.3.1 静力混合器 static mixer

设置在管道内或管线中的没有运动部件的混合装置。混合液体所需要的能量来自于运动液体的动能。

3.4 管线 pipeline

用于输送液体的管道的任意一段。无障碍管道没有任何内部附件,例如静力混合器或孔板。

3.5 残渣和沉淀物 residues and deposits

与油水分离并分散在水中的有机或无机物质。

a) 从液体中降落到油罐底部的物质;

b) 罐内液体输净后而留在罐内的物质。

3.6 样品准备 sample conditioning

在制备分析样品时,必须进行均化,并成为稳定样品。

3.7 样品处理 sample handling

指样品准备、转移、划分和运输。它包括从取样器(接受器)中将样品转移到容器和从容器中将样品转移到进行分析的实验室仪器中。

3.8 样品类型 sample types

3.8.1 全层样 all-levels sample

取样器在一个方向上通过整个液层,使其充满约四分之三(最大85%)¹⁾流体时所取得的样品。

3.8.2 底部样 bottom sample

从油罐或容器的底表面(底板)上的物料中所取得的点样(见图1)。

3.8.3 组合样 composite sample

按规定的比例合并若干个点样所得到的代表整体物料的样品。一般类型的组合样是按下列之一合并而成(见第4章和7.3.1.1.2):

a) 等比例合并上部样、中部样和下部样;

b) 等比例合并上部样、中部样和出口液面样;

c) 从非均匀油品中,在多于3个液面上所取得的一系列点样,并按其所代表的油品数量成比例掺合而成;

d) 从几个油罐或油船船舱中所取得的单个样品,每个样品都与其中盛装的油品总量成比例;

e) 在规定的间隔从管线内的流体中采取的一系列等体积的点样。

采用说明:

1) 因ISO 3170:1988未规定“应充满约四分之三(最大85%)”,实际操作困难。此处系采用ASTM D4057—88《石油和石油产品手工取样法》的3.1.4中的规定。

3.8.4 代表性样品 representative sample

样品的物理或化学特性与被取样的总体积的体积平均特性相同的样品。

3.8.5 例行样 running sample

将一个容器从油品顶部降落到底部,然后再以相同的速度提升到油品顶部,提出液面时容器应充满约四分之三,这样取得的样品即为例行样。

3.8.6 点样 spot sample

在油罐内规定的位置上或者是在泵送操作期间在规定的时间内从管线中取得的样品。

3.8.7 出口液面样 suction-level sample

从油罐内输出液体的最低液面取得的样品。确定这个液面时,对于罐内附件(例如摇臂、抽出挡板或内部弯头)可有适当的允差(见图1)。

3.8.8 上部样 upper sample

在石油液体的顶表面下其深度的六分之一液面处所取得的样品(见图1)。

3.8.9 中部样 middle sample

在石油液体的顶表面下其深度的二分之一液面处所取得的样品(见图1)。

3.8.10 下部样 lower sample

在石油液体的顶表面下其深度的六分之五液面处所取得的样品(见图1)。

3.8.11 顶部样 top sample

在石油液体的顶表面下 150 mm 处所取得的点样(见图1)。

3.8.12 撇取样(表面样) skim sample(surface sample)

从石油液体表面取得的样品(见图1)。

3.9 统计学术语 statistical terms

3.9.1 AQL(可接受质量水平) AQL(acceptable quality level)

最大的次品百分数(或是每百个单元中次品的最大数目)。对于取样检验来说,一般作为过程平均值可以认为是满意的。

3.9.2 批 batch

同一类型和组成并同一批生产的或同一批交付的包装产品的总体。

3.9.3 包装 package

任意型式的容器,例如桶、筒、听或瓶子。

3.9.4 次品百分数 percent defective

在任一给定数量的产品单元数中所含的次品单元数除以产品的总单元数再乘 100,即:

$$\text{次品百分数} = \frac{\text{次品单元数}}{\text{产品总单元数}} \times 100$$

3.9.5 样品数 sample size

按给定的取样方案,为确定一批产品的可接受性而要从中抽取的样品的数量。

3.10 无油空间 ullage

对于本标准,是指在样品接受器或容器中的液体表面上方留出的空容积,以体积表示。

3.11 水 water

3.11.1 溶解水 dissolved water

在常温下与油形成溶液而存在于油中的水。

3.11.2 悬浮水 suspended water

以细小水滴的形式悬浮在油中的水。

注2:在一定时间内,它可以聚集成为游离水或成为溶解水,这种变化取决于当时的温度和压力。

3.11.3 游离水 free water

与油分开存在的一层水,其典型的是位于油层下面。

3.11.4 总水 total water

石油货物中的溶解水、悬浮水和游离水的总和。

4 取样原则

4.1 为了保证用于评价的样品尽可能地代表被取样的油品,而给出必须的注意事项。这些注意事项是根据液体的特性、被取样的油罐、容器或管线和对样品所进行的试验的性质而定。

4.2 当罐内油品静止时,才能进行油罐取样(对于原油和重质油等,应先放出底部游离水)²⁾。油品分析通常取下述样品之一:

- a) 上部样、中部样和下部样;
- b) 上部样、中部样和出口液面样。

如果对这些样品的试验表明罐内油品是均匀的,就可以将这些样品等比例地合并,并进行下一步的试验。

如果对这些样品的试验表明罐内油品是不均匀的,就必须在多于3个液面上采取样品,并制备用于分析的组样。如果掺合会损害样品的完整性,就单独分析每个样品,并计算每个样品所代表油品的比例。

其他方法是:

- c) 例行样;
- d) 全层样。

4.3 为了从管线中输送的一批非均匀物料中取得代表性样品,应使用自动取样装置取样。有时,可能必须手工取样,但这些都是点样,其对整批物料可能没有代表性。

5 仪器

5.1 综述

取样设备的设计和结构应确保其可以保持油品最初的特性。该设备应有足够的强度和外部保护,以承受所产生的正常内部压力,或者配有足够坚固的安全阀,以承受可能遇到的任何处理。使用前,应确认该设备的清洁度。

注3: 在5.2~5.7条中概括地叙述了各种取样设备,规定了一些基本型式,但没有给出详细规格,因为凡是5.2~5.7条中各种型式的适宜设备都可以使用。

5.2 油罐取样器

5.2.1 分类

油罐取样器根据如下被取样品分类:

- 点样;
- 底部样;
- 油罐沉淀物或残渣样品;
- 例行样;
- 全层样。

为了在油罐中降落和提升取样器具,应使用导电的、不打火花材料制成的绳或链。

注4: 绳应是不能产生静电的良好导体。

5.2.2 点取样器

采用说明:

2) 系保留 GB/T 4756—84(91)《石油和液体石油产品取样法(手工法)》的内容。

这些取样器具应能在罐内任何规定的液面处采取样品,下列种类的器具均可使用。

5.2.2.1 取样笼

它是一个金属或塑料的保持架或笼子,能固定适当的容器。装配好后应加重,以便能在被取样的油品中迅速下沉,并在任一要求的液面充满容器(见图2)。

对于挥发性产品,为避免轻组分损失,最好使用在其中装有合适尺寸瓶子的取样笼,因为当从加重的取样器中把样品转移到其他容器中时,可能会出现轻组分损失。

注5:如果能把样品瓶牢固地拴在加重的取样绳上,就可以不使用取样笼。这时,瓶塞就应拴在取样绳上距离样品瓶颈约150 mm处。

5.2.2.2 加重的取样器(见图3)

取样器应加重,以便使它能迅速地沉降到被取样的油品中。如果用取样器采取上部样、中部样、下部样和出口液面样时,应将取样器拴到降落装置上,并通过突然拉动降落装置来打开取样器的塞子。如果用于采取例行样时,应使用图4所示的特殊塞子。为了避免每次取样后都要清洗取样器,所有的加重物质都应固定在取样器的外部,使其不与样品接触。

某些取样器有特殊的开启装置,例如有一个能在任何要求的液面处启闭阀的装置,这个装置是由悬挂钢绳导向,并由重物降落,或者是一个能在取样器开始向上运动时关闭的翼阀或瓣阀。

5.2.2.3 界面取样器

由一根两端开口的玻璃管、金属管或塑料管制成,其在通过液体降落时液体能自由地流过。通过下述装置可使其下端在要求的液面处关闭:

- a) 由取样器向上运动起作用的关闭机构;
- b) 通过悬挂钢绳(降落吊索)导向的重物降落起作用的关闭机构。

界面取样器可以用于从选择的液面采取点样,也可以用于采取检测污染物存在的底部样。

界面取样器应在缓慢降落时可用于收集罐底上或其他任何选择的液面处的垂直液柱(见图5)。

5.2.3 底部取样器

降落到罐底时通过和罐底板接触能够打开阀或类似的启闭器,而在离开罐底时能关闭阀或启闭器的取样器(见图6)都是可用的。

5.2.4 残渣或沉淀物取样器

5.2.4.1 抓取取样器

这种取样器是一个带有抓取装置的坚固的黄铜盒,其底是两个由弹簧关闭的夹片组,取样器机构是由吊缆放松。取样器顶上的两块轻质板盖是为了防止在从液体中提升取样器时样品被冲洗出来(见图7)。

5.2.4.2 重力管或撞锤管取样器

它是加重的或者配备机械操纵装置的一根具有均匀直径的管状装置,以便穿透被取样的沉淀层。

5.2.5 例行取样器

例行取样器是一个加重的或放在加重的取样笼中的容器,如需要时,可装有一个限制充油配件(见图4)。在通过油品降落和提升时取得样品(见图2和图3),但不能确定它是在均匀速率下充满的。

5.2.6 全层取样器

这种取样器有液体进口和气体出口,在通过油品降落和提升时取得样品,但不能确定它是在均匀速率下充满的。取样器实例见图8。

5.2.7 气体闭锁装置

这种装置是用于从压力罐,特别是从使用惰性气体系统的那些油罐中采取样品。它有一个装在阀顶的气密外壳,与罐顶的连接见图9。装在取样笼中的样品容器或图9所示的特殊取样器通过气密窗拴到降落齿轮上。然后关闭窗口,打开顶阀,将样品容器或取样器降落到产品中要求的深度,充装样品,将取样器升起。在通过窗口取出取样器之前,要先关闭阀。

5.3 桶和听取样器

图 10 所示为通常使用的管状取样器。这是一个由玻璃、金属或塑料制成的管子,如需要时,可配有便于操作的合适的配件。它能够插到桶、听或公路罐车中所要求的液面处抽取点样或插到底部抽取检查污染物存在的底部样。在下端有关闭机构的管状取样器,还可以用于通过液体的竖直截面采取代表性样品。

另外,使用尺寸适宜的小取样笼、油桶泵或虹吸装置代替也可以。

5.4 管线取样器

管线手工取样器是由一个适当的管线取样头与一个隔离阀组成。取样头应安装在竖直线管中,其开口直径应不小于 6 mm。取样头的开口应朝向液流方向,其样品进入点到管线内壁的距离应大于管线内径的 1/4(见图 11b)。取样头的位置离上游弯管的最短距离为 3 倍管线内径,但最好不超过 5 倍管线内径,离下游弯管的最短距离为 0.5 倍管线内径。如果取样头安装在水平管线中,则应安装在泵输出侧(样品进入点到管线内壁的距离见图 11a),取样头到泵出口的距离为 0.5~8 倍管线内径。取样器应有一根输油管,其长度应能达到样品容器的底部,以便于浸没充油³⁾。

5.5 容器

样品容器应是玻璃瓶、塑料瓶、带金属盖的瓶或听。其应用取决于被取样物料的性质。上述容器的容积一般为 0.25~5 L,但当特殊试验、大量样品或进一步细分样品等需要时,也可以使用更大的容器。塑料容器不能用于贮存样品,因为扩散作用,它不能保持样品的完整性。另外,非线性聚乙烯制成的容器还会引起样品污染和(或)样品容器损坏。

5.6 容器封闭器

软木塞、磨砂玻璃塞、塑料或金属的螺旋帽都可以用于封闭样品瓶。不应使用橡胶塞。软木塞应质量良好,不应有松片或灰尘。软木塞应通过滚压或挤压使其软化,以便良好地压进瓶颈中,防止样品渗漏或蒸发。必要时,应使用适宜材料的保护罩。挥发性液体不应使用软木塞,因为其蒸气会渗入软木塞,引起样品污染,这时应使用惰性气体密封。

软木塞不应再次用于不同类型的产品,因为烃类渗进软木塞后要彻底地清洗它是很困难的,因而会引起其后的样品的污染。软木塞的再次使用,只限于同一类型的产品。

听或瓶子的螺旋帽应配有软木或其他耐油材料的垫片。垫片只能使用一次,应在清洗螺旋帽之前除去,清洗后配上一个新垫片。

5.7 样品冷却器

冷却盘管是由无缝铜管或其他合适的金属管制成,其内径为 6~10 mm,固定于开式便携容器中。使用时,应完全浸没在冰水混合物中。

管的进口端应装有法兰或能与取样阀连接的其他合适配件。出口端应是开口的。

6 安全注意事项

6.1 综述

6.1.1 下述安全注意事项都是通常应用的,并已有良好实践,但并不包罗万象。下列事项还应与相应的国家安全规程或石油工业认可的规则一起应用,无论何时执行这些注意事项都不应与必须遵守的地方的或国家的安全规程相冲突。

对于被取样物料的性质和已知危险都应给予仔细地考虑,因为它会影响需要遵守的安全注意事项的细节。

6.1.2 应使取样人员知道取样工作中的潜在危险,并进行遵守安全注意事项的教育。

采用说明:

3) 引自 ISO 3171:1988《石油液体自动管线取样法》。

6.1.3 应严格遵守包括进入危险区域的全部安全规程。

6.1.4 在取样期间应注意避免吸入石油蒸气,戴上不溶于烃类的防护手套。在有飞溅危险的地方,应带上眼罩或面罩。在处理含硫原油时,应附加必要的注意事项。

6.1.5 在处理加铅燃料时,应仔细地遵守安全规程。

6.2 设备

6.2.1 关于设备的机械性能,应根据有关国家标准或国际标准适当地设计接受器或容器。

压力试验和其他检验工作应由主管人员按照当地的规程进行,试验结果应作记录。应定期进行清洗和渗漏检验。

6.2.2 降落取样器具用的绳子应是导体。它不得完全用人造纤维制造,最好用天然纤维,例如马尼拉麻或剑麻制造。

6.2.3 用在可燃性气氛中的便携式金属取样器具应用不打火花的材料制造。

6.2.4 取样者应有运载取样器具的托架,以便至少有一只手是自由状态。

6.2.5 用于电分级区域的照明灯和手电筒应是被批准的类型。

6.2.6 为了防护与被取样物料有关的全部已知危险,取样者应穿戴上适当的衣服和装备。

6.2.7 如果被取样产品的雷德蒸气压(RVP)在 100 kPa(1.0 bar)和 180 kPa(1.8 bar)之间,样品瓶应用一个金属盒保护起来,直到样品废弃为止。如果超过了 180 kPa,只应使用制造时包括所涉及压力的金属取样器(见 1.2)。

6.2.8 不应在气密性容器中加热挥发性样品。

6.3 取样点

6.3.1 取样点应能够以安全的方法取得样品。与取样有关的任何潜在危险都应清楚地注明,并建议安装压力表。

6.3.2 应由主管人员经常保养和定期检查取样点和取样设备,并记录检查结果。

6.3.3 到取样点的安全通路应有充足的光线。保持通路梯、楼梯、平台和栏杆在结构上的安全状态,并由主管人员定期检查。

6.3.4 为了排放和冲洗的需要,应装有足够的和安全的排放设施。

6.3.5 设备上的任何泄漏或故障都应立即向主管人员报告。

6.3.6 取样时,应注意避免吸入石油蒸气。

6.3.7 浮顶油罐,只要可能,都应从顶部平台取样,因为有毒的和可燃的蒸气会聚集在浮顶上方。当必须下到浮顶取样时,除非浮顶上方的大气经过检验证明是安全的,至少应有两个人戴上呼吸器在现场。

第二个人或其他人员应站在楼梯头处,在那里他们可以清楚地看到浮顶上的取样者。取样者下到浮顶取样后,应尽快回到楼梯头处。

可使浮顶上方的空气变得危险的某些条件是:

- a) 产品含有硫化氢和挥发性硫醇;
- b) 浮顶没有完全起浮;
- c) 浮顶密封失效。

6.4 静电

为了避免静电危险,在罐内可燃烃类的贮存温度高于其闪点时,或者在罐内已产生烃蒸气的易燃气氛或油雾时,应遵循下列注意事项。

6.4.1 贮油罐、公路罐车、铁路罐车、油船或驳船在装油期间不应取样,尤其是在装新精制的挥发性产品时,会使油罐上部空间的易燃蒸气-空气混合物增加。

6.4.2 取样时,为防止打火花,在整个取样过程中应保持取样导线牢固地接地,接地方法一是直接接地,一是与取样口保持牢固的接触。

6.4.3 当采取在接近或高于其闪点温度下充装的新精制的挥发性产品(包括煤油和粗柴油)的样品时,

必须在完成转移或装罐 30 min 后,才能向油罐中引入导电的取样器具。

如果有下列情况之一,可以在装油后 30 min 之内取样:

- a) 浮顶油罐,在开槽的计量管内取样;
- b) 固顶油罐,装有接地的浮盖;
- c) 产品含有足够的抗静电添加剂,保证总电导率大于 50 pS/m,并在无油空间没有油雾或细粒形成(见注 6)。

注 6: 抗静电添加剂能够增加烃类液体电导率,避免静电荷聚集。总电导率应大于 50 pS/m。在这个电导率下,液体中聚集的电荷的释放时间是很短的,电荷几乎在形成时就消失。因此,只要在没有油雾或细粒形成,就可以不用延长甚至正在充油时都可以进行检尺和取样。带电荷的小滴能存在于油雾或细粒中,且会产生静电荷的聚集,与液体产品中抗静电添加剂的存在无关。

6.4.4 在可能存在易燃气体的区域不得穿能打火花的鞋。建议在干燥地区不要穿胶鞋。

6.4.5 应穿防静电的衣服,不得穿人造纤维制品的衣服。

6.4.6 在大气电干扰或冰雹暴风雨期间不得进行取样。

6.4.7 为了使人体上的静电荷接地,在取样前,取样者应接触距离取样口至少 1 m 远的油罐上的某个导电部件。

7 操作方法

7.1 引言

在这一章中,一般的方法是用于采取均匀油品的样品,而在第 8 章中的附加方法则是用于采取原油和非均匀油品的样品。

除非另有规定,对于特殊的应用应该使用详述的方法收集多个点样。

7.2 注意事项

7.2.1 一般注意事项

7.2.1.1 样品不应包括不是被取样的物料,如必须把样品从取样器转移到容器中时,必须遵守适当的注意事项,以保持样品的完整性。

注 7: 转移样品一般会有下列影响:

- a) 轻组分损失(影响密度和蒸气压);
- b) 油品有关性质和污染物改变,例如水和沉淀物。

7.2.1.2 取样人员应完全了解取样方法。为了保证样品尽可能地代表被取样的物料,并适用于要求的试验,必须正确而清楚地确定取样和处理方法。当采取用于某些试验的样品时,需要特别地小心,并应严格遵守正确的取样方法,以确保试验结果有意义。这些额外的注意事项不是本标准的一部分,而应列于有关的试验方法或产品规格中。

7.2.1.3 不应从未打孔的静止管、导向柱或立管中采取样品,因为未打孔管中的内含物对油罐中相同深度或管外相对位置的大量内含物一般没有代表性。

静止管、导向柱或立管样品只应从已打孔的管中采取,因为管内外的油品可以自由流动。

注 8: 一行直径 25 mm、间距 300 mm 的孔一般就足够管内外油品的自由流动了。

7.2.1.4 为了处理样品,所使用的取样器具、容器和接受器都应是不渗透的,并能抗溶剂作用(见 5.1)。

7.2.1.5 严格检查取样器具,包括封闭器,确保其清洁和干燥。

7.2.1.6 容器中应留有至少 10% 用于膨胀的无油空间。用倾倒的办法获得 10% 的无油空间不是一个好办法,因为这样会使样品失去代表性,特别是有游离水或乳化层存在时。如果从油罐中采取点样时,必须从样品容器中倒出一些样品,这个操作应在从油罐中提出样品容器时立即进行。

7.2.1.7 在充装样品之后,立即封闭接受器或容器,检验其是否渗漏。

7.2.1.8 由于挥发性或其他考虑而需要大体积样品时,可以不用采取大量小样品的办法获得,而用适

当的方法(例如循环、罐侧混合器)来完全混合罐内的油品,再按 4.2 和 8.2.1 所述,在足够数量的不同液面上采取样品,通过试验来确定罐内油品的均匀性。将取样管子的进口伸到容器底附近,通过罐侧阀门、循环泵放料阀或通过虹吸管充装样品容器。

7.2.2 特殊分析用样品

如果样品用于测定痕量物质时,例如铅,可以在试验方法中建议专门准备样品容器。将样品直接取进准备好的容器中。使用的辅助设备和取样绳决不能污染样品。

如果对样品要作的试验有某些特殊要求时,例如铜片或银片腐蚀试验,则要把样品取进棕色的玻璃瓶中,以使样品在试验前避光。用任何其他方法取样,都可能影响腐蚀试验结果。

如果需要做象水分离特性、氧化稳定性、潜在胶质等这类性质的试验时,要仔细地确保样品容器已适当的准备好,要完全没有污染物,例如焊剂或其他化学物质。

7.2.3 挥发性物质

7.2.3.1 当采取挥发性原油和产品样品时,如果必须避免轻组分损失时,例如用于密度、蒸气压或蒸馏测定,不能从初始的样品容器转移或合并油品。运输和贮存样品时,应将样品容器倒置,避免通过封闭器损失轻组分。

7.2.3.2 根据液体的性质和温度、环境温度和所需样品的目的,必须注意下列注意事项:

- a) 在取样点通过样品冷却器输出样品;
- b) 将样品容器冷却到适当温度;
- c) 保持样品容器冷却,直到密封好为止。

如果需要时,可将样品容器浸没在冷却介质(例如碎冰)中冷却。

7.2.4 罐侧和管线取样

如果使用罐侧或管线取样点,要采取下列附加的取样注意事项。

- a) 在采取罐侧或管线样之前,要彻底冲洗取样管线,确保除去管线中以前的存留物。
- b) 取样期间,样品管线出口应伸到样品容器底附近。
- c) 如果被取样的物料是挥发性的,要将样品容器冷却到适当的温度。如果需要时,要使用一个在线冷却器。
- d) 如果被取样油品是高倾点的,必须给取样管线保温,或者对取样管线提供加热设施,防止油品凝固。

7.2.5 贴标签和运输

7.2.5.1 给样品容器贴上清楚的标签,最好是捆扎标签。标签应包括下列各项,并要使用永久的记号。

- 取样地点;
- 取样日期;
- 取样者姓名或其他标记;
- 被取样物料的说明;
- 样品所代表的数量;
- 罐号、包装号(和类型)、船名;
- 样品类型;
- 使用的取样装置。

建议在工作手册上作好详细记录,以便保存。

7.2.5.2 如果分发样品,必须注意要符合相应的规章。如果使用吸收性的包装材料,则要用纸、塑料或粘胶纤维帽包住软木塞或瓶颈,防止在瓶口处污染样品,并要保证所使用的材料不会污染样品。

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

降落取样器或瓶和笼,直到其口部达到要求的深度,用适当的方法打开塞子,在要求的液面处保持取样器具直到充满为止。当采取顶部样品时,要小心地降落不带塞子的取样器,直到其颈部刚刚高于液体表面,然后,突然地把取样器降到液面下 150 mm 处,当气泡停止冒出表明取样器充满时,将其提出。

当在不同液面取样时,要从顶部到底部依次取样,这样可避免扰动下部液面。

7.3.1.1.2 组合样

制备组合样,是把有代表性的单个样品的等分样转移进组合样容器中。

注 9: 轻组分的蒸发和水或沉淀物粘附到初始的取样器壁上,都会影响样品所代表的性质(见 7.2.3)。

除非有特殊规定或者是经过有利害关系的团体同意,才能制备用于试验组合样。否则,就应对单个的点样进行试验,然后由单个试验结果和每个样品所代表的数量按比例计算整体的试验值。

7.3.1.1.3 底部样

降落底部取样器,将其直立地停在油罐底上。提出取样器之后,如果需要将其内含物转移进样品容器时,要注意正确地转移全部样品,其中包括会粘附到取样器内壁上的水和固体。

7.3.1.1.4 界面样

降落打开阀的取样器,使液体通过取样器冲流。到达要求液面后,关闭阀。提出取样器。

如果使用的是透明的管子,可以通过管壁目视确定界面的存在,然后由量油尺上的量值确定界面在油罐内的位置。检查阀是否正确关闭,否则要重新取样。

注 10: 为了试验,可以保留样品。

7.3.1.1.5 罐侧样

这个方法不是最好的方法,因此,只有在没有其他方法可利用时才使用。

取样阀应装到油罐的侧壁上,其连接的取样管至少伸进罐内 150 mm。浮顶罐因不可能安装取样管除外。下部取样管应安装在出口管的底液面上(见 7.2.4)。

取样前,应用被取样的产品冲洗取样管。然后,将样品放进容器或接受器中。

注意: 在压力下取样时,打开取样阀门时要小心。不能用通条通过打开的阀去清理堵塞的管路。

如果罐内油品液面低于上部取样管时,油罐取样如下:

a) 如果油品液面靠近上部取样管时,从中部取样管采取三分之二样品,从下部取样管采取三分之一样品。

b) 如果油品液面靠近中部取样管时,从中部取样管采取二分之一样品,从下部取样管采取二分之一样品。

c) 如果油品液面低于中部取样管时,从下部取样管采取全部样品。

7.3.1.1.6 全层样

这个方法不是最好的方法,因为不能确定取样器是在均匀的速率下充满的。也不能确保取样器的自由下降或有规律的提升是有效的,以及取样器从油品中提出时而没有完全充满(见 5.2.6)。

7.3.1.1.7 例行样

这个方法不是最好的方法,因为不能确定取样器是在均匀的速率下充满的。为了取得例行样,要使用一个配有加重取样笼的瓶子(图 2),如需要时,还要装一个限制充油速率的配件(见图 4)。以匀速将取样瓶和笼子从油品表面降到罐底,并再提出油品表面,不能在任何点停留。当从油中抽出取样瓶时,取样瓶应充入大约 75% 油品,但不能超过 85%(见 5.2.5)。

7.3.1.2 卧式圆筒形和椭圆形油罐

应按照 7.3.1.1.1 所述,在表 1 中指定的液面上采取样品,作为点样。如果需要按照 7.3.1.1.2 所述合并成组合样时,将它们按表 1 中表明的比例进行合并。

表 1 卧式圆筒形油罐的取样

液体深度 (直径的百分数)	取样液面 (罐底上方直径的百分数)			组合样 (比例的份数)		
	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 其他型式油罐

球形油罐和不规则形状油罐的取样按 7.3.1.1.1 所述。在确定要取样的液面高度时,应考虑到在容器整个高度上的油品体积分布。

7.3.2 油船或驳船上的油舱

7.3.2.1 综述

油船的总装载容积,一般划分成若干个不同大小的舱室。按照 7.3.1.3 所述从每个舱室采取点样。对于装载相同石油或液体石油产品的油船,也可以按照 7.4.1.5 所述进行随机取样⁴⁾。

如果需要组合样时,按照 7.3.1.1.2 所述制备。

7.3.2.2 不充惰性气体的非增压油船的取样

使用立式圆筒形油罐的取样方法(见 7.3.1.1)。

7.3.2.3 充入惰性气体的负压油船的取样

为了防止氧气进入油舱,要按取样的次序打开油舱。使用取样管或检尺管,按 7.3.1.1 所述进行取样。

注 11: 为了减少氧气进入油舱,因取样而打开油舱的次数应不多于末站/港口/油船规章规定的次数,这个次数与油船的结构有关。

7.3.2.4 充入惰性气体的增压油船的取样

为了取样,要使用一套适宜的装置(见 5.2.7)。

7.3.3 铁路罐车⁵⁾

7.3.3.1 把取样器降到油罐车罐内油品深度的二分之一处。以急速的动作拉动绳子,打开取样器的塞子。待取样器内充满油后,提出取样器。

7.3.3.2 按照 7.3.1.3 所述从每个油罐车采取样品。对于整列装有相同石油或液体石油产品的油罐车,也可以按 7.4.1.5 所述进行随机取样,但必须包括首车。

7.3.4 公路罐车⁶⁾

见 7.3.3。

7.3.5 油罐残渣或沉淀物取样

罐底残渣是在油船底上或油罐底上的一层有机或无机的沉淀物。在环境温度下,这种物质是软的粘

采用说明:

4)、5)、6) 系保留 GB/T 4756—84(91)《石油和液体石油产品取样法(手工法)》的内容。

稠物,它不能被抽出。

油罐残渣或沉淀物样品没有代表性,只用于考虑它们的性质和组成。

所应用的取样方法取决于油罐残渣层的厚度。残渣层的厚度不大于 50 mm 时,抓斗是最好的取样器具。对于它的使用,应按照制造厂的操作说明,因为抓斗的尺寸必须与作为取样口的舱口或人孔大小相适应。

残渣层厚度大于 50 mm 时,应用穿孔器的方法。该方法对于软残渣的取样是使用一个重力管取样器,而对于硬残渣的取样是使用一个撞锤管取样器,或是任何其他合适的取样器具。这些器具的直径通常较小,能通过一般的检尺口和取样口伸进油罐中。当使用这种器具时,应按照制造厂的操作说明使用。

将样品从取样器具转移到能保持样品完整性的金属、塑料或玻璃容器中。

7.4 包装取样

7.4.1 包装取样的统计学观点

7.4.1.1 前言和定义

本条中所使用的一些统计学术语见 3.9 条。

7.4.1.2 取样数目

7.4.1.2.1 综述

在每个包装之内和其之间的物料的变化性、被取样的包装的数目和试验方法的精密度都会影响到由试验结果表明的物料性质在测定上的误差。所要采取的样品数目,取决于产品的单元数、可接受的次品的百分数(AQL)和检验水平。关于取样数目的下列建议给出一个所涉及误差的定性评价。

7.4.1.2.2 评价一个包装内均匀性的取样

从物料中均匀分布的点上采取点样。根据容易评价的特性,例如密度、颜色等,通过简单的试验来检验每个样品。如果试验结果的差值超过了试验方法的重复性,则表明该包装中的物料是不均匀的。

7.4.1.2.3 评价一批产品平均质量的取样

一批是由同一组成的产品的若干包装构成。

a) 单个包装

如果物料是均匀的(见 7.4.1.2.2),就取单个点样。如果是不均匀的,就取足够数目的点样,合并它们做为代表性样品。

b) 多个包装

估计若干包装范围内物料平均质量的准确性取决于:

- 1) 被取样的包装的数目;
- 2) 所使用的试验方法的精密度;
- 3) 每个包装之间物料的变化性。

建议对交付的全部包装进行取样,以消除这些误差的主要来源。

7.4.1.2.4 全部货物的取样

如果对全部包装进行取样,就必然涉及取样的最大数量,而平均质量测定上的误差将取决于样品的试验。

如果对每个样品都进行检验的话,试验结果的平均值将是具有最低不确定度的平均质量的量值。如果是制备代表性样品并对其进行检验的话,试验结果将是具有更高不确定度的平均质量的量值。

7.4.1.2.5 批的部分取样

采取整批货物的样品几乎是不可能的,取样方案给出的从一批货物中采取不连续样品的数目能得到关于全部包装的总货物的质量的有效结论。

7.4.1.3 AQL

用于本标准的 AQL 应是 2.5%。

7.4.1.4 检验水平

检验水平是确定一组或一批数量和样品数量之间的关系(每批的包装数与要求的样品数)。用于本标准的应是标准检验水平。

7.4.1.5 取样方案

7.4.1.5.1 综述

取样方案是表明每批货物要被检验的产品的单元数(样品数量或样品数量的系列)和确定该组或该批货物的可接受性的准则(接收数和拒收数)(见表 2)。

7.4.1.5.2 一次取样方案

被检验的样品单元数应等于取样方案给出的样品数。如果在样品中发现的次品数目等于或少于接收数目(见表 2b 中的“Ac”),则该组或该批货物应认为是可接受的。如果次品数目等于或大于拒收数目(见表 2b 中的“Re”),则该组或该批货物应被拒收。

7.4.1.5.3 二次取样方案

被检验的样品单元数应等于由取样方案给出的第一样品数。如果在第一样品中发现的次品的数目等于或少于第一接收数(见表 2c),该组或该批货物应认为是可接受的。如果在第一样品中发现的次品的数目等于或大于第一拒收数(见表 2c),则该组或该批货物应被拒收。

如果在第一样品中发现的次品的数目是在第一接收数和拒收数之间时(见表 2c),应检验由取样方案给出数量的第二样品。累计在第一样品和第二样品中发现的次品数目。如果次品的累计数等于或小于第二接收数,则该组或该批货物应认为是可接受的。如果次品的累计数等于或大于第二拒收数,则该组或该批货物应被拒收。

注 12: 在每个取样方案中都给出了关于确定该批货物的可接受性的取样方案的使用说明。

表 2 取样方案

表 2a 样品数编码

批量	一次取样	二次取样
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
10 001~35 000	M	F
35 001~150 000	N	G
150 001~500 000	P	G
≥500 001	Q	H

表 2b 一次取样方案

样品数编码	样品数	AQL=2.5	
		Ac	Re
A	2		
B	3		
C	5	0	↓ 1
D	8		↑
E	13		
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		
Q	1 250		

表 2c 二次取样方案

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

↓——箭头向下直到有星号(*)的方框或达到有接收-拒收数(*Ac* *Re*)的方框。在后者的情况下,要使用这些数目和同一行到这个方框左面的样品数。如果达到星号(*)时,应按照脚注中的说明。如果样品数等于或超过这组或这批的大小时,要做100%的检验。

↑——箭头向上直到有星号(*)的方框或达到有接收-拒收数(*Ac* *Re*)的方框。在后一种情况中,要使用这些数目和同一行到这个方框左面的样品数(不是最初的样品数)。如果达到星号(*)时,应按照脚注中的说明。

Ac——接收数。
Re——拒收数。

*——对应于一次取样方案使用(这个方框的编码字母和AQL)(或改换使用最靠近星号下的方框中那一行左面的二次取样数字)。

7.4.2 包装取样方法

7.4.2.1 鼓形桶和桶

将鼓形桶或桶有桶口的一侧朝上放置。如果鼓形桶没有侧面桶口,应使它直立,并从桶顶取样。如果要求检测水、锈或其他不溶性污染物时,要使桶或鼓形桶在这个位置保持足够长的时间,使污染物沉淀下来。

取下桶盖,把它放在桶口旁边,沾油的一面朝上。用拇指封闭清洁、干燥的取样管的上端,把它伸进油中约 300 mm 深。移开拇指,让油进入取样管。再用拇指封闭上端,抽出取样管。持管子接近水平位置并将其转动,使油能接触到取样时被浸没那部分的内表面,用这样的方法冲洗管子。要避免抚摸管子在取样操作期间浸没到油中的任何部分。舍弃冲洗油,让管内液体流净。

用拇指封闭上端,再把管子插进油中(如果要求取全层样时,插入管子时要敞开上端)。当管子到达底部时,移开拇指,让管子进满油。再用拇指封闭顶端,迅速抽出管子,并把油转移进样品容器中。不能让手同样品的任何部分接触。封闭样品容器,放回桶盖并拧紧。

7.4.2.2 听

从容量为 20 L 或大于 20 L 的听中取样时,按照与鼓形桶和桶相同的方法(见 7.4.2.1),使用一根相应的更小直径的管子。对于容量小于 20 L 的听,使用它的全部内含物作为样品,按照 7.4.1 所述或按照另外的规定选择听。

7.5 管线取样

7.5.1⁷⁾ 管线样分为流量比例样和时间比例样两种。推荐使用流量比例样,因为它和管线内的流量成比例。

7.5.2 取样应在适宜的管线取样器中进行(见 5.4.2)。取样前,要用被取样的产品冲洗样品管线和装有阀的连件。然后把样品放进样品容器或接受器中,并要考虑 5.4 和 7.2.4 中给出的注意事项。

注 13: 管线的内含物可能有相当大的压力,因此,必需有特殊程序的注意事项和设备(见 6.3)。建议在管线上的每个取样点装上压力表,以便能在取样前读出压力。管线公用设施应清楚地标明,适时地维修保养。

7.5.3⁸⁾ 对于输油管线中输送的石油或液体石油产品,应按照下列规定从取样口采取流量比例样,而且要把所采取的样品以相等的体积掺合成一份组合样(见表 3)。

表 3

输油数量, m ³	取 样 规 定
不超过 1 000	在输油开始时 ¹⁾ 和结束时 ²⁾ 各 1 次
超过 1 000~10 000	在输油开始时 1 次,以后每隔 1 000 m ³ 1 次
超过 10 000	在输油开始时 1 次,以后每隔 2 000 m ³ 1 次
1) 输油开始时,指罐内油品流到取样口时; 2) 输油结束时,指停止输油前 10 min。	

对于时间比例样,可按照下列规定从取样口采取样品,并把所采取的样品以相等的体积掺合成一份组合样(见表 4)。

表 4

输油时间, h	取 样 规 定
不超过 1	在输油开始时 ¹⁾ 和结束时 ²⁾ 各 1 次
超过 1~2	在输油开始时,中间和结束时各 1 次
超过 2~24	在输油开始时 1 次,以后每隔 1 h 1 次
超过 24	在输油开始时 1 次,以后每隔 2 h 1 次
1) 输油开始时,指罐内油品流到取样口时; 2) 输油结束时,指停止输油前 10 min。	

8 原油和其他非均匀石油液体的取样方法

8.1 综述

采用说明:

7)、8) 系保留 GB/T 4756—84(91)《石油和液体石油产品取样法(手工法)》的内容。

对于原油和非均匀石油液体,连续自动管线取样是最好的方法。一般只有在自动取样器出现故障或需要维修时,才会需要手工采取样品⁹⁾。采取时间比例样品,只能在流速恒定下使用¹⁰⁾。

本方法可用于原油和其他非均匀油品,例如“重质原油”和残渣燃料油。第7章所述的手工取样方法,由于下列原因,将不能提供代表性样品。

a) 油中分散水的浓度一般在靠近罐底处较高。例行样或者是上部、中部、下部样的组合样,不能提供一个代表分散水浓度的样品。

b) 确定油和游离水之间的界面位置是困难的,特别是在乳化液、乳化层或带有水的油泥存在时。

c) 在罐底表面上的游离水液面会变化。罐底常常被油泥层或蜡层所围住的游离水或水-油乳化液的池子所覆盖。

d) 在手工操作中,轻组分很容易损失,从而影响样品的密度和蒸气压。

因为会出现必须使用手工法取样的情况,所以应遵守本章中给出的方法,以便在技术允许时可抽出代表整体的样品。规定的方法是附加到或代替第7章所规定的那些条款。

8.2 取样方法

8.2.1 油罐取样,要使用7.3中规定的下列方法之一:

- 取点样;
- 取例行样;
- 取全层样。

8.2.2 如果使用取点样方法,应先从上部、中部和出口液面采取样品,把它们送到实验室,用标准方法(GB/T 1884和GB/T 8929)测定密度和水分,检验油罐内含物的均匀性。

如果这些检验结果与其平均值的差值在表5¹¹⁾范围之内时,则样品可以看作代表整体。如按其他标准方法测定密度和水分,这些检验结果与其平均值的差值在该方法的重复性范围之内时,则样品可以看作代表整体。

如果不是如此,或如果不可能在完成取样之前检验样品时,就要从油罐的出口液面底部测量到液体表面,以每米间隔抽取样品(见图1)。如果出口管降到一个容量小于1500 L的小集油池中,就取油罐底部最低处样品。

检验这些样品,并使用这些试验结果去计算油罐内含物的性质。

表 5

	油品	差值, g/cm ³
密 度	透明,低粘度	0.001 2
	不透明	0.001 5
水 分	水含量, %	差值, %
	0.0~0.1	见图 12“再现性”
	大于 0.1	0.11

8.2.3 要特别注意下列注意事项:

采用说明:

9) 引自 API MPMS 8.1《石油和石油产品手工取样法》。

10) 引自 API MPMS 14.8《液化石油气测量》。

11) ISO 3170:1988《石油液体手工取样法》中规定为“重复性范围之内”,因实际上不易达到,故改为“再现性范围之内”(表5)。

- a) 高倾点油(见 7.2.4);
- b) 挥发性油(见 7.2.3);
- c) 大体积样品的收集(见 7.2.1.8);
- d) 在样品容器中要留出无油空间(见 7.2.1.6);
- e) 样品的运输(见 7.2.5 和 8.2.4)。

8.2.4 用初始的样品容器把原油样品运输到实验室,不能转移或合并,以便保持样品的完整性。如果不可能用初始容器运输样品,则要按照 9.4 规定的方法把它转移到适当的容器中,并记录转移情况。如果可行,要倒置运输和贮存样品容器。

8.2.5 应严格遵守第 9 章中的样品处理要求。

9 样品处理

9.1 综述

9.1.1 在样品提取或抽出点和实验室试验台之间或和样品贮存点之间的处理样品的方法都应保证保持样品的性质和完整性。

9.1.2 处理样品的方法应取决于取样的目的。要使用的实验室分析方法常常会要求一个要同它结合的特殊处理方法。由于这个原因,参考适当的试验方法,并把涉及样品处理的必要说明交给取样者。如果要应用的分析方法有不一致的要求,就要分开抽取样品,并对每个样品采用合适的取样方法。

9.1.3 对于下列各项要特别注意:

- a) 含有挥发性物质的液体,因为会出现蒸发损失;
- b) 含有水和(或)沉淀物的液体,因为水和(或)沉淀物在样品容器中有分离的倾向;
- c) 具有潜在蜡沉淀的液体,如不保持足够温度,可能出现沉淀物。

9.1.4 制备组合样时,要特别注意,挥发性液体不能损失轻组分,也不能改变水和沉淀物的含量。这是一个很难的操作,如有可能,应尽量避免进行这一操作。

9.1.5 不能在取样地点把挥发性液体的样品转移到其他容器中,而应在初始的样品容器中把样品运输到实验室。如果必需就地转移,则要冷却和倒置样品容器。样品含有挥发性组分和游离水时,必须特别小心。

9.2 样品的均化

9.2.1 引言

本条叙述了含有水和沉淀物或其他任何方式的不均匀样品,在从样品容器转移到更小的容器或实验室仪器之前,进行均化的方法。9.3 条给出了转移前检验样品是否被混合好的方法。

手工搅拌含有水和沉淀物的液体样品,是不能充分地分散样品中的水和沉淀物的。为了在转移或细分样品之前均化样品,必须使用剧烈地机械混合或液力混合。

均化可以使用不同方法。但不论使用哪种方法,都建议均化系统要使水滴小于 $50\ \mu\text{m}$,而又不能小于 $1\ \mu\text{m}$ 。因为小于 $1\ \mu\text{m}$ 的水滴会形成稳定的乳化液,从而不能使用离心法测定水分含量。

9.2.2 用高剪切机械混合器均化

把一个高剪切力的机械搅拌器插进样品容器中,使旋转元件距离容器底不超过 30 mm。把搅拌器的旋转叶片控制在大约 3 000 r/min 通常是适宜的,其他的装置,如果性能良好,也可以使用。

为了减少原油或含有挥发性化合物的其他样品的轻组分损失,要通过装在样品容器上的密封压盖操纵搅拌器,把样品搅拌到完全均匀为止。一般搅拌 5 min 就足够了,但是容器的大小和样品的性质影响均化时间,因此需要检验样品是否已均匀(见 9.3)。

注 13: 高剪切混合器常常产生稳定的乳化液,而使得不能用离心法(GB/T 6533)测定搅拌后的水含量。

在混合期间要避免温度显著升高。

9.2.3 用外部搅拌器循环

本方法可用于固定安装的样品容器和便携式容器。对于后者,要使用一个快速拆卸的连接器。使用一个小泵,通过安装在小内径管道上的静力混合器,在外部循环内含物。外部混合器可以有不同型式的设计,但要遵循制造厂的操作说明。

使用的循环流速要足以使内含物每分钟至少循环一次。典型的混合时间是 15 min,但这将根据水含量、烃的类型和系统的设计而改变。当全部样品被完全混合时,不停泵,从循环管线上的阀放出要求数量的样品。然后抽空容器,泵入溶剂并彻底清洗整个系统,直到除净烃的全部痕迹为止。

9.3 混合时间的检验

9.3.1 无论选择什么方法从非均匀混合物中取得子样,都要检查混合方法的适用性和得到合适的混合样品所需要的时间。

9.3.2 如果样品在混合后保持均匀和稳定(例如,像掺合了添加剂的润滑油各组分是完全可溶的),应继续进行混合,直到从样品主体相继抽出的样品得出相同的试验结果时为止。这样确定最短的混合时间。

注 14: 当样品在这个时间以后是均匀的,并保持这种状况,不用进一步混合,就可以进行从主体转移。

9.3.3 如果样品混合后在短时间内不能保持均匀时(例如,水和沉淀物是混合物的一部分),就要使用特殊的方法按 9.3.4 所述检验混合时间。

注 15: 由于烃的特性,细分样品时必须在不断混合下进行。

9.3.4 要确保抽出的样品装到容器中约四分之三,按一已知的时间均化样品,做好均化记录。在这个时间内,按时抽出一小部分,立即用标准方法试验每小份的水含量(见 9.3.5)。当试验结果恒定时,记录得到的值作为空白水含量。

加入 1%~2% 准确测量过数量的水,用与空白均化时间相同的时间进行均化,然后取样。如果所测定的水含量之间能较好的吻合(在标准方法的重复性范围之内),就再加入 1%~2% 准确测量过数量的水,重复这个操作。如果试验结果仍然有较好的吻合,就认为这个混合时间足够了。

如果试验结果未能较好的吻合,则废弃它们。回到方法开始,并使用更长的混合时间。

9.3.5 当离心法(GB/T 6533)不能可信地给出总水含量时,对于混合系统的这个检验,不能用其测定水含量。

9.4 样品的转移

9.4.1 如果样品接受器不是便携式的,或者不能方便地把样品直接从接受器取进实验室试验仪器中时,为了运输到实验室,要把代表性样品转移到便携式容器中。

9.4.2 在转移样品的每一步,重要的是要使用 9.2 中规定的方法之一均化被取样的容器中的内含物。

9.4.3 对于容器和混合器的每一次结合,都要使用 9.3 中规定的方法之一检验混合时间。

9.4.4 要在已知混合物是均匀和稳定的期间内完成样品转移。这个期间很短,要在不超过 20 min 的时间内完成转移。

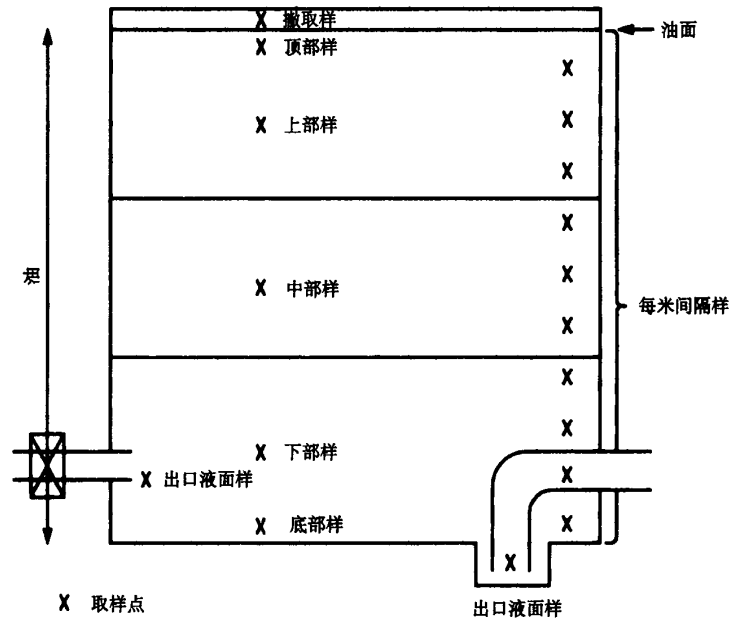


图 1 取样位置示例

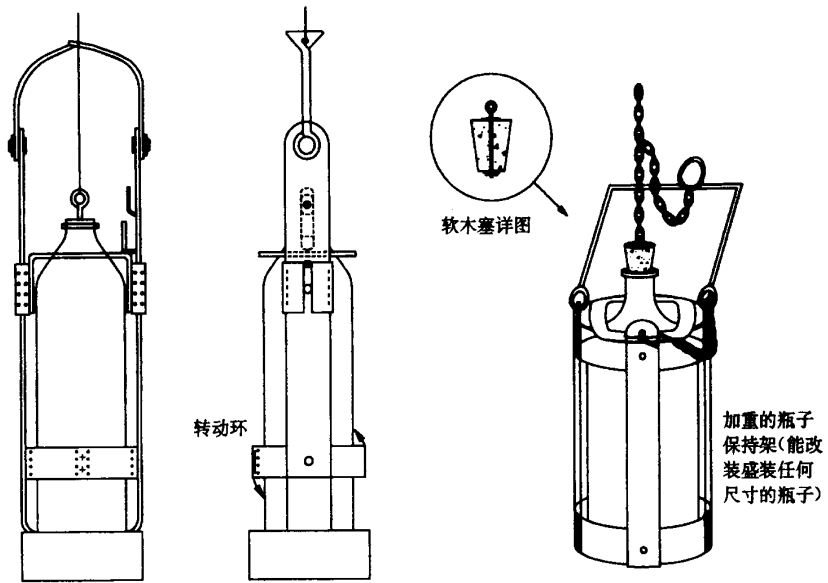


图 2 取样笼示例

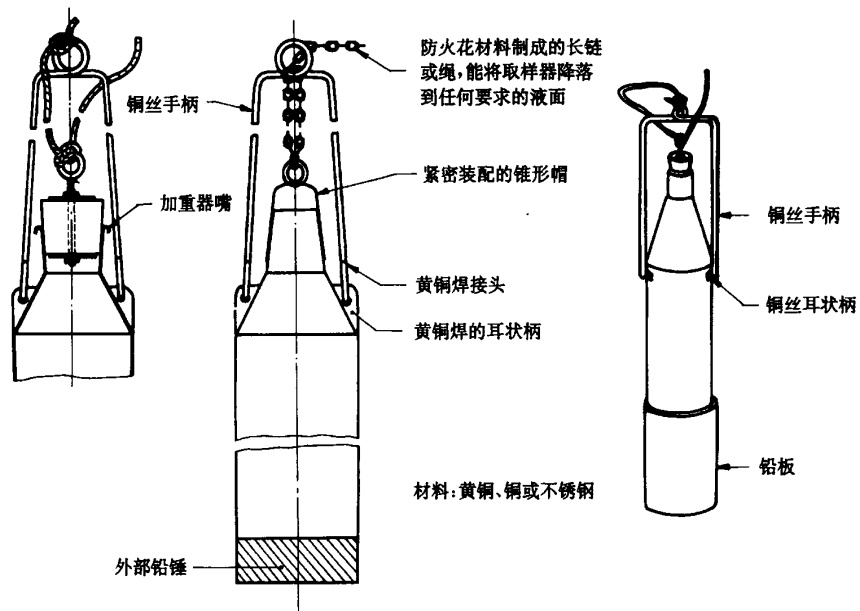
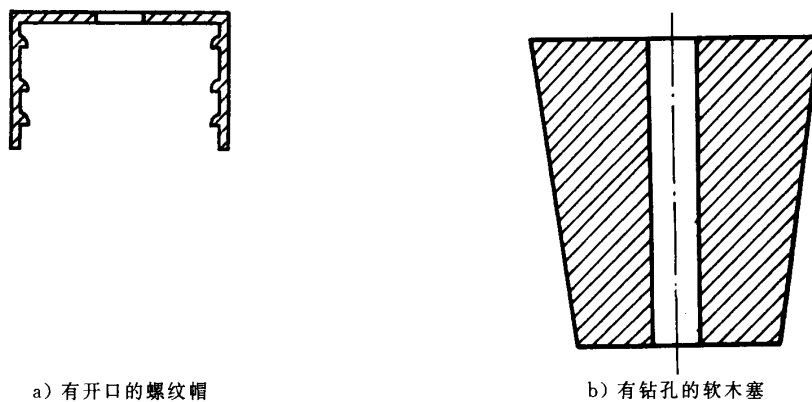


图 3 加重的取样器示例



a) 有开口的螺纹帽

b) 有钻孔的软木塞

注: 开口的尺寸取决于液体的粘度、液体的深度和容器的尺寸。

图 4 例行样取样器的限制充油配件

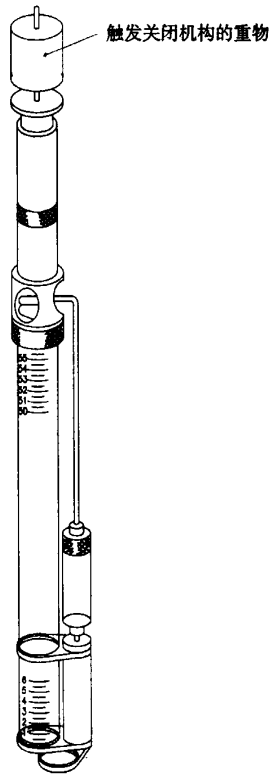
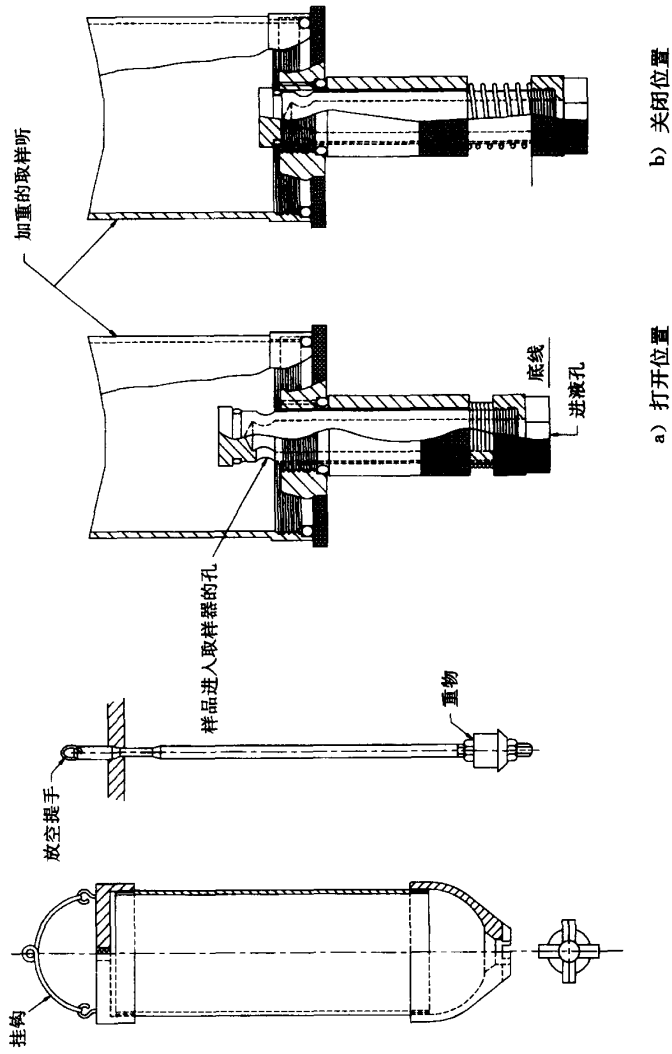


图 5 界面取样器示例



b) 关闭位置

a) 打开位置

(由加重取样器的重物打开的取样器)

注：取样器应有足够的质量，可在15℃、密度为1 000 kg/m³的液体中下沉。

图6 底部取样器示例和开闭机械装置详图

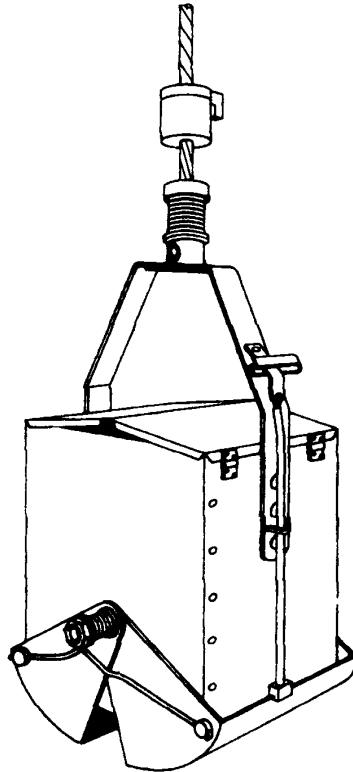
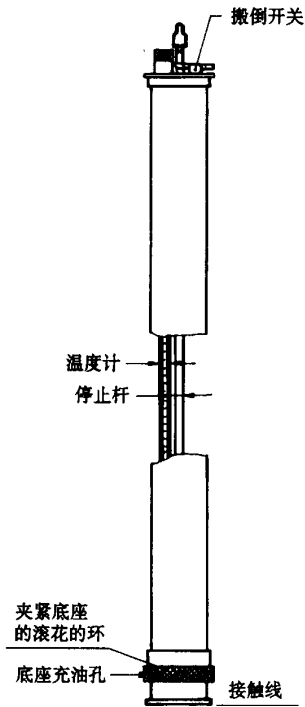


图 7 沉淀物取样器



注：充油孔由取样器接触罐底时被其底座的升起所关闭。

图 8 全层取样器示例

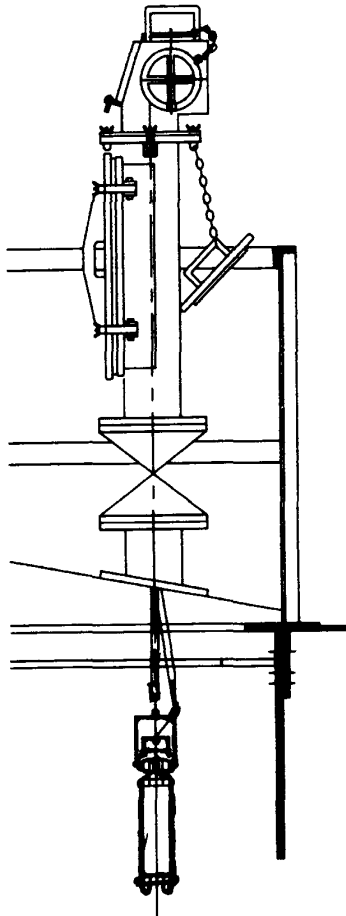


图 9 气体闭锁装置示例

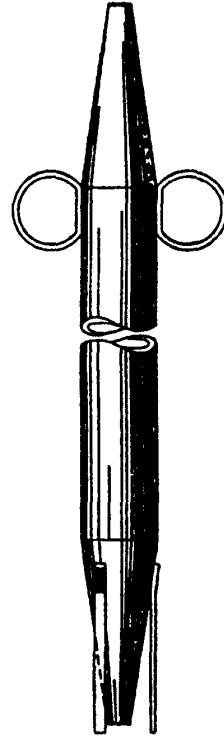


图 10 取样管示例

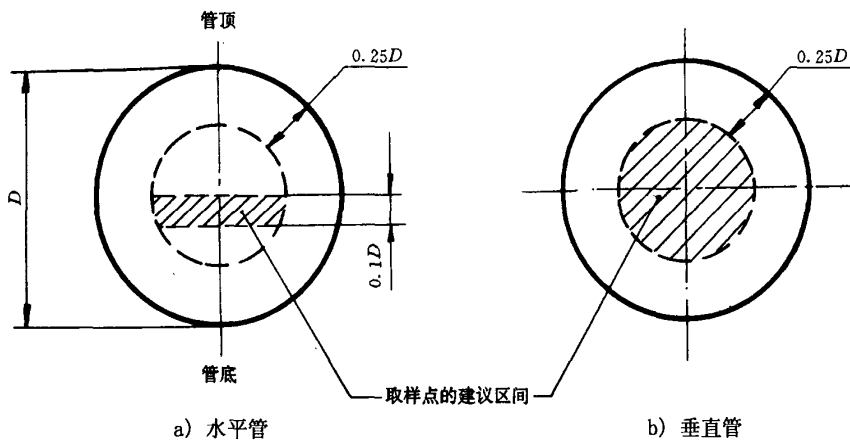


图 11 取样点的位置

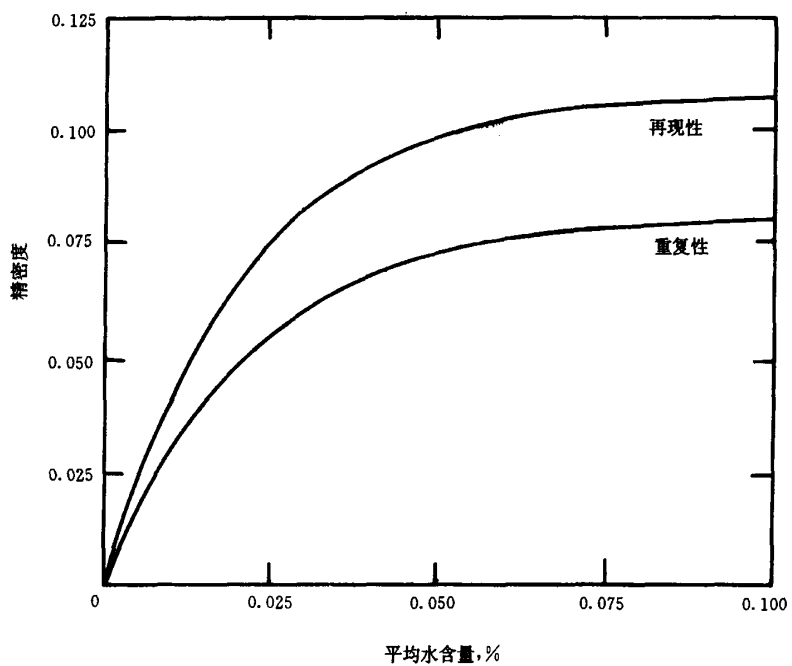


图 12 原油水含量精度