ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ГЛИЦЕРИН ТЕХНИЧЕСКИЙ

Методы отбора проб

СТ РК ИСО 2096 – 2008

(ISO 2096:1972 Glycerols for industrial use – Methods of sampling, (IDT)

Издание официальное

Комитет по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан (Госстандарт)

Астана

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН Товариществом с ограниченной ответственностью "Sonar Consulting and Trading Company ltd" на основе аутентичного перевода стандарта, указанного в пункте 3, который выполнен Федеральным Государственным Управлением «Стандартинформ» Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии.

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ приказом Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан от 6 ноября 2008 г. № 576 – од

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 2096:1972 "Глицерин технический. Методы отбора образца" (ISO 2096:1972 "Glycerols for industrial use – Methods of sampling" IDT).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им государственные и (или) межгосударственные стандарты.

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2013 год
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 5 лет

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета по техническому регулированию и метрологии Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

Содержание

1	Область применения	1
2	Методы отбора проб глицерина во время наполнения	2
3	Метод отбора проб глицерина из бочек	3
4	Методы отбора глицерина из цистерн	5
5	Протокол отбора проб	9

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ГЛИЦЕРИН ТЕХНИЧЕСКИЙ
Методы отбора проб

Glycerols for industrial use – Methods of sampling

Дата введения 2009-07-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы отбора проб технического глицерина, неочищенного и очищенного, во время наполнения, содержащегося в бочках, а также в передвижных или стационарных цистернах.

1.2 Общие положения

1.2.1 Приготовление представительной пробы представляет значительные трудности из-за неоднородности партий, которая может привести к осаждению твердых частиц, находящихся во взвешенном состоянии (в случае неочищенного глицерина) или образованию слоев разной плотности во время хранения, особенно при замерзании глицерина после заполнения бочек или цистерн и последующем оттаивании.

1.2.2 Рекомендуется отбирать пробы во время наполнения (см. раздел 2) или непосредственно после наполнения емкости при условии однородности продукта.

1.2.3 Для отбора проб глицерина, хранившегося некоторое время, следует применять один из методов, приведенных в настоящем стандарте, в зависимости от контейнера, в котором хранился продукт, и от состояния продукта, определяемого путем отбора проб из разных участков.

1.2.4 Смешанную пробу делят не менее чем на три части, каждую из которых помещают в специальный сосуд и закрывают пробкой. Сосуд опечатывается пробоотборщиком. Одна часть пробы предназначена для заказчика, другая – для поставщика, третья – для проведения анализа в спорных случаях.

1.3 Меры предосторожности

1.3.1 Ввиду большой гигроскопичности глицерина важно, чтобы пробы были защищены от влаги и влажного воздуха. Контейнеры, используемые для хранения и смешивания, должны быть воздухонепроницаемыми. Их следует открывать лишь при заполнении и отборе проб. Отбор проб рекомендуется производить под навесом, а контейнеры тщательно защищать от дождя и других внешних воздействий.

1.3.2 Лабораторные пробы следует наливать в склянки, изготовленные из стекла, стойкого к действию химических веществ, и снабженные притертыми пробками. В некоторых случаях эти склянки можно закрывать навинчивающейся крышкой с полиэтиленовой или алюминиевой прокладкой. Склянки с пробами, предназначенными для лабораторных испытаний, запечатываются (сургучом) пробоотборщиком.

1.3.3 Если пробы содержат осадок или взвесь, склянки следует заполнять лишь на две трети их вместимости для облегчения смешивания. В противном случае склянки заполняют полностью.

1.3.4 Вся аппаратура должна быть чистой и сухой во время применения.

Издание официальное

2 Методы отбора проб глицерина во время наполнения

2.1 Метод периодического отбора проб

2.1.1 Сущность метода

Последовательно отбирают пробы равными порциями через равные промежутки времени в течение всего процесса наполнения. Отобранные пробы смешивают, гомогенизируют, после чего отбирают лабораторные пробы.

2.1.2 Аппаратура

2.1.2.1 Пробоотборник (снабженный ручкой) вместимостью от 300 до 500 мл, изготовленный из латуни или нержавеющей стали (для очищенного глицерина).

2.1.2.2 Цилиндрический контейнер соответствующей вместимости, изготовленный из того же материала, что и пробоотборник (см. 2.1.2.1) или, что предпочтительнее, из стекла, снабженный герметически закрывающейся крышкой. Контейнер используется для хранения и смешивания последовательно отобранных проб.

2.1.3 Проведение отбора проб

Число отбираемых проб и периодичность отбора устанавливают в соответствии с количеством продукта и скоростью наполнения. Отбор продукта (см. 2.1.2.1) производят пробоотборником на выходном конце трубы для наполнения. При этом устанавливаются одинаковые интервалы отбора проб.

Каждый раз перед отбором проб пробоотборник (см. 2.1.2.1) после сушки в перевернутом виде промывают глицерином, пробы которого отбирают. Помещают последовательно отобранные пробы в контейнер (см. 2.1.2.2), каждый раз закрывая его крышкой. Быстро перемешивают содержимое контейнера шпателем из нержавеющей стали или, что предпочтительнее, вращая закрытый контейнер вокруг его собственной оси. Отбирают лабораторные пробы и сразу же наливают в каждую склянку по 500 г, соблюдая меры предосторожности, указанные в 1.3.2 – 1.3.4.

2.2 Метод непрерывного отбора проб

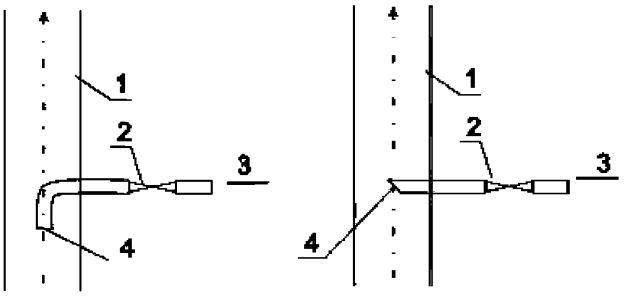
2.2.1 Сущность метода и область применения

Отбирают аликвотную часть продукта, пропуская определенную часть продукта через специальное устройство, присоединенное к трубе для наполнения. Смешивают отобранный продукт, после чего отбирают лабораторные пробы. Метод может быть применен лишь для глицерина, в котором отсутствует взвесь.

2.2.2 Аппаратура

2.2.2.1 Пробоотборник непрерывного действия из нержавеющей стали, включающий в себя следующие части:

а) трубчатый элемент, изогнутый под углом 90° или скошенный под углом 45°, установленный в вертикальной части трубы по продольной оси; при этом давление потока, направленного вверх, создается насосом, а внутренний конец трубчатого элемента направлен вниз (см. рисунок 1);



1 – направление потока; 2 – регулирующий клапан; 3 – к коллектору; 4 – место отбора проб.

Рисунок 1 – Варианты конструкции пробоотборника

б) кран трубчатого элемента для регулирования потока, присоединенный к трубчатому элементу;

в) гибкая трубка, соединяющая регулирующий кран с коллектором (см. 2.2.2.2), на дно которого она опускается, проходя через впускную трубку.

2.2.2.2 Цилиндрический коллектор соответствующей вместимости из нержавеющей стали или стекла, который герметически закрывается и имеет впускную трубку и вентиляционное отверстие для того, чтобы воздух мог выходить из коллектора по мере наполнения последнего продуктом, что исключает попадание влаги в пробу.

2.2.3 Проведение испытания

Соответствующую позицию крана пробоотборника (см. 2.2.2.1), а также вместимость смесителя (коллектора) (см. 2.2.2.2) выбирают в зависимости от количества продукта, от которого отбирается проба. Рекомендуется на 1 т глицерина отбирать пробу массой около 1 кг; максимальная масса суммарной пробы не должна превышать 50 кг. Глицерин пропускают в течение всего периода наполнения, не изменяя позицию крана.

Всю пробу смешивают и отбирают лабораторные пробы в соответствии с требованиями 2.1.3.

3 Метод отбора проб глицерина из бочек

3.1 Область применения

Данный метод в общем виде может быть применен только для глицерина, не содержащего твердого осадка на дне бочек, из которых производится отбор проб.

3.1.1 Особый случай

Отбор проб неочищенного глицерина, содержащего твердый осадок на дне бочек, из которых производится отбор проб.

3.2 Сущность метода

Отбирают по одной пробе из каждой бочки по всей ее высоте с помощью пробоотборника трубчатого типа, вставляемого в отверстие бочки.

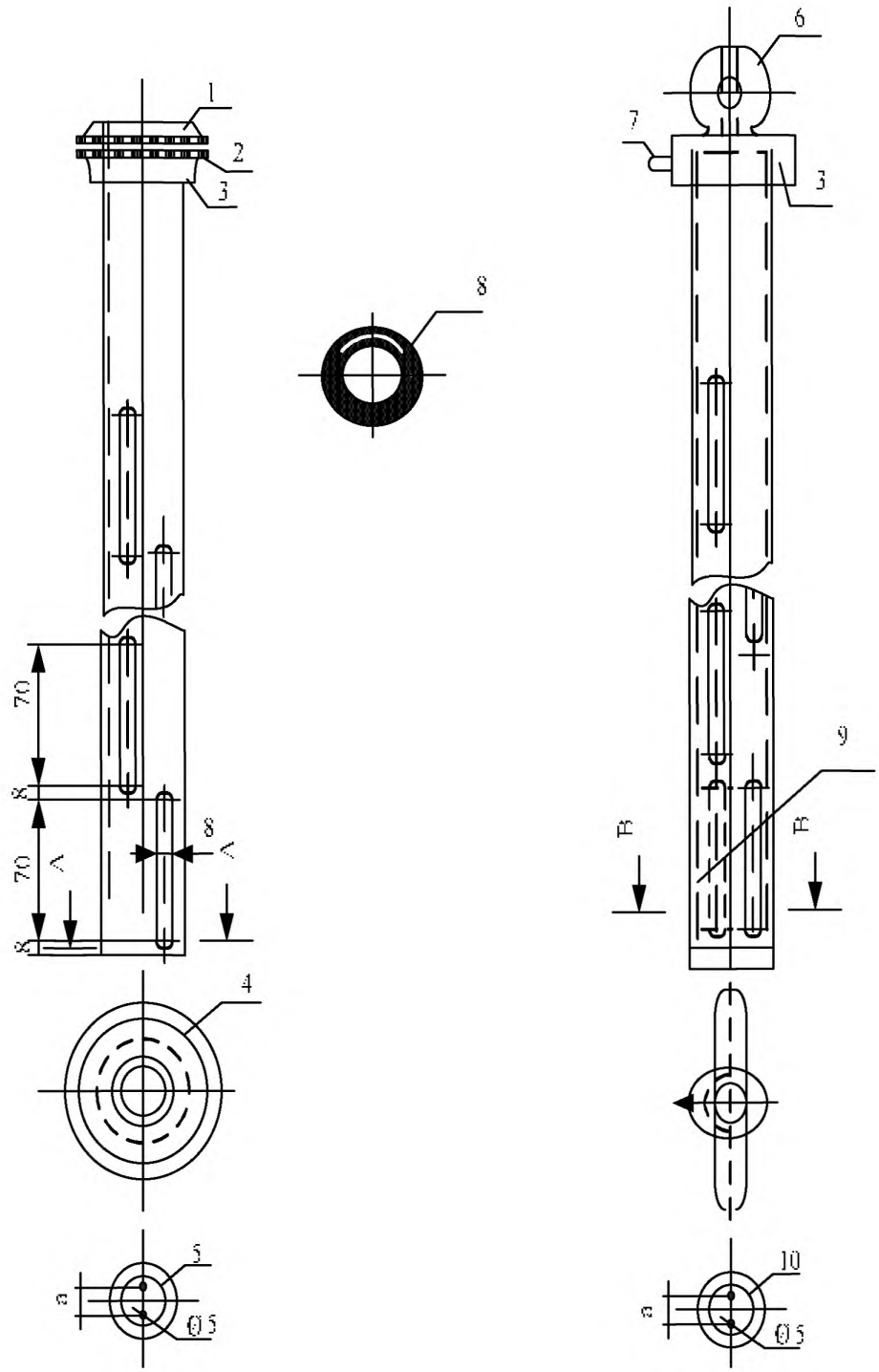
Отобранные пробы смешивают, гомогенизируют и отбирают лабораторные пробы.

Для отбора каждой суммарной пробы следует брать не более 100 бочек.

3.3 Аппаратура

3.3.1 Пробоотборник трубчатого типа (рисунок 2), состоящий из двух цилиндров, внутреннего и наружного, изготовленных из латуни или, в случае отбора проб очищенного глицерина, из нержавеющей стали или другого химически стойкого материала. Внутренний цилиндр должен плотно входить в наружный. Оба цилиндра имеют продольные отверстия, расположенные в определенном порядке по всей длине и на 1/4 одно от другого по окружности. Отверстия могут совпадать или закрываться при вращении внутреннего цилиндра, которое осуществляется рукояткой, снабженной

стрелкой. Стрелка указывает относительные положения отверстий на шкале, имеющейся на наружном цилиндре.



1 – наружный цилиндр; 2 – кольцевая канавка; 3 – наконечник, напаянный на цилиндр; 4 – диск; 5 – сечение А—А; 6 – внутренний цилиндр; 7 – стрелка; 8 – поперечный разрез, показывающий положение отверстий в закрытом пробоотборнике; 9 – дополнительное отверстие для выпуска, расположенное против отверстия для наполнения; 10 – сечение В—В.

Рисунок 2 – Пробоотборник трубчатого типа

В положении для наполнения эти отверстия образуют два ряда отверстий, позволяющих производить одновременное наполнение пробоотборника продуктом, отбираемым на всех уровнях бочки.

Оба цилиндра имеют у основания высверленные отверстия, совпадающие, когда стрелка указывает на выпуск; при этом продольные отверстия остаются закрытыми. Длина трубчатого пробоотборника должна быть пропорциональна глубине отбора проб, а его вместимость должна составлять примерно 0,1 % вместимости бочки.

3.3.2 Втулка, вставляемая в отверстие бочки, из которой отбирается проба.

3.3.3 Цилиндрический коллектор, изготовленный из того же материала, что и пробоотборник, или, что предпочтительнее, из стекла. Вместимость коллектора 1,5 л на 1 т отбираемого продукта.

3.4 Проведение отбора проб

3.4.1 Общий случай

Если с момента заполнения бочек прошло некоторое время, то следует убедиться, не образовался ли твердый осадок на дне бочки, который обнаруживается с помощью щупа с плоским концом. При наличии такого осадка его преобразуют в суспензию, нагревая продукт и перемешивая его, поворачивая лежащую бочку вокруг своей оси.

Пробоотборник трубчатого типа вводят через втулку, вставленную в отверстие бочки до дна бочки. Открывают продольные отверстия, приводя стрелку в положение наполнения. После того, как пробоотборник наполнится, закрывают отверстия и вынимают пробоотборник, наружная часть которого очищается путем трения о втулку, вставленную в отверстие бочки.

Примечание – Время необходимое для наполнения пробоотборника, изменяется в зависимости от вязкости продукта, на которую оказывает влияние температура окружающей среды. Ее следует проверять предварительно.

Наполненный пробоотборник вводят в коллектор (см. 3.3.3), поворачивают стрелку в положение «выпуск», освобождают пробоотборник от содержимого и повторяют данную операцию для всех отобранных проб поочередно. Между проведением каждой операции коллектор должен быть закрыт. Содержимое коллектора перемешивают и отбирают лабораторные пробы, как описано в 2.1.3.

3.4.2 Особый случай

Если твердый осадок все же остается в бочке после операций, описанных в 3.4.1, отбор суммарного представительного образца с помощью пробоотборника трубчатого типа (см. 3.3.1) невозможен. В этом случае отбирают пробы жидкой фазы, как описано в 3.4.1, и пробы твердого осадка. Для отбора проб твердого осадка освобождают жидкую фазу, взвешивают бочку с осадком, после чего растворяют осадок известным количеством воды и отбирают пробы этого раствора. Объем осадка определяют по разности первоначально взятой массы и массы бочки после полного освобождения.

Примечание – В протоколе отбора проб следует упомянуть о наличии любого нерастворимого вещества.

4 Методы отбора глицерина из цистерн

4.1 Общие положения

Трудно выбрать единственный метод, приемлемый для всех случаев отбора проб глицерина в цистернах. Форма последних, а также условия помещения определяют выбор одного из следующих методов:

- локализованный отбор проб пробоотборником;
- локализованный отбор проб утяжеленной пробоотборной бутылкой;
- непрерывный отбор проб.

Локализованный отбор проб требует более продолжительного времени, но в результате такого отбора получают более типичные пробы, чем при непрерывном отборе проб. Если в цистерне имеется твердый осадок, невозможно отобрать представительные пробы; вышеупомянутый отбор проб относится лишь к жидкой фазе. Толщина осадка определяется пробоотборником с длинным стержнем или ленточным пробоотборником, на конце которого имеется плоский груз. Данное определение должно быть отражено в протоколе испытаний.

4.2 Метод локализованного отбора проб пробоотборником

4.2.1 Сущность метода

Последовательно отбирают пробы с поверхности жидкости, с разных уровней и со дна резервуара пробоотборником цилиндрического типа с открытым концом; эти пробы представляют собой локализованные количества, типичные для данного уровня.

Последовательно отобранные пробы смешивают, гомогенизируют и отбирают лабораторные пробы.

4.2.2 Аппаратура

4.2.2.1 Цилиндрический пробоотборник с открытым концом (рисунок 3) соответствующем вместимости, изготовленный из латуни или (в случае отбора проб очищенного глицерина) из нержавеющей стали. Пробоотборник состоит из следующих частей:

а) вертикального цилиндрического корпуса, открытого с двух концов; основание корпуса может при проведении операции закрываться посредством системы рычагов, действующих на резиновый клапан;

б) двух отрезков шнура или двух цепочек, снабженных метками, расположенными на равном расстоянии одна от другой, предназначенных для регулирования и контроля положения пробоотборника.

Такая конструкция пробоотборника позволяет производить отбор пробы на расстоянии около 10 мм от дна резервуара.

4.2.2.2 Коллектор, аналогичный описанному в 3.3.3.

4.2.3 Проведение отбора проб

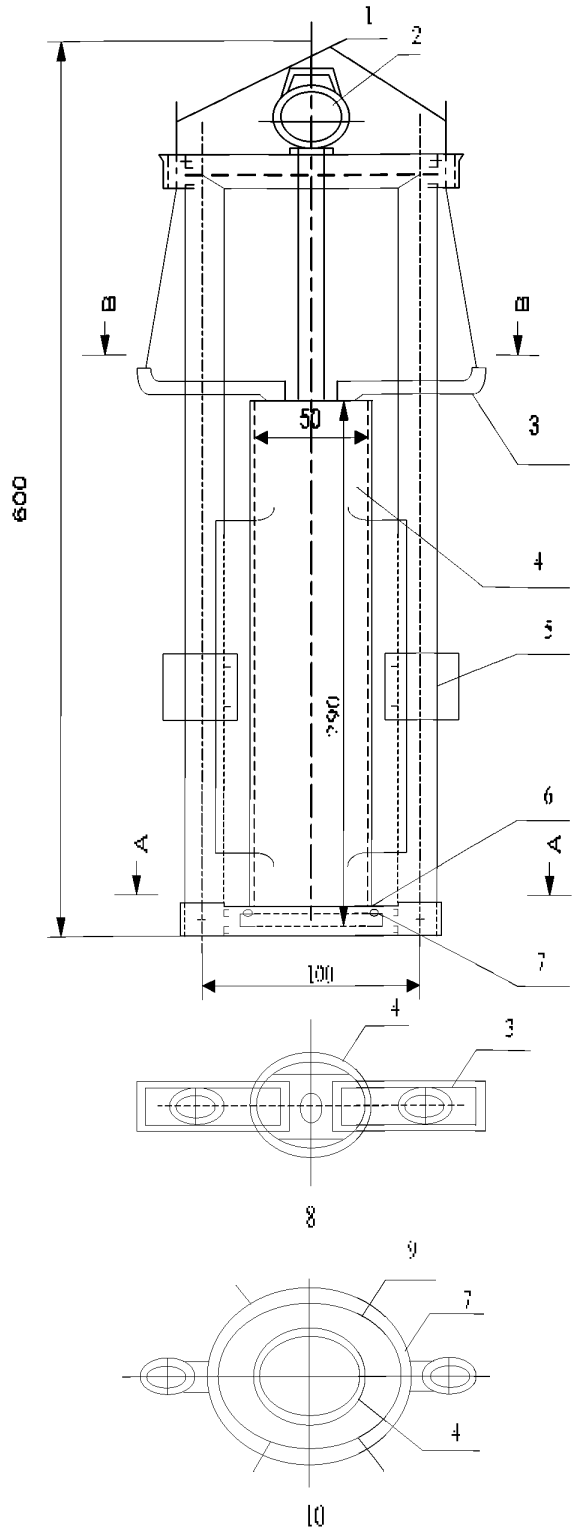
Определяют число проб и различные уровни, с которых отбираются пробы, распределенные по всей высоте заполненной цистерны в зависимости от ее формы и количества отбираемых проб. Рекомендуется, чтобы проба массой 1 кг отбиралась на глубине, соответствующей каждому последующему слою, содержащему 1 т глицерина; максимальная масса суммарного образца не должна превышать 50 кг.

Отбор проб следует производить следующим образом.

С помощью шнура (цепочки), прикрепленного к цилиндрическому корпусу пробоотборника, погружают последний вертикально в наполненную глицерином цистерну со скоростью, позволяющей глицерину протекать через цилиндр в направлении от основания вверх так, чтобы в любой момент содержимое пробоотборника было типично для достигнутого уровня жидкости.

При достижении определенной глубины закрывают клапан, сильно натягивая шнур (цепочку), который соединен с рычагами, затем вынимают пробоотборник, используя тот же шнур. Тщательно вытирают наружные стенки пробоотборника.

Отобранные пробы помещают последовательно в коллектор, закрывая его после каждого добавления очередного образца, смешивают суммарную пробу и производят отбор лабораторных проб в соответствии с требованиями 2.1.3.



1 – шнур (цепочка); 2 – ушко, выполненное за одно целое с корпусом цилиндра; 3 – рычаг; 4 – цилиндрический корпус; 5 – направляющая; 6 – отверстия диаметром 6 мм; 7 – резиновый клапан; 8 – сечение B—B; 9 – четыре отверстия для отбора проб со дна цистерны; 10 – сечение A—A.

Рисунок 3 – Цилиндрический пробоотборник с открытым концом

4.3 Метод локализованного отбора проб утяжеленной пробоотборной бутылкой

4.3.1 Сущность метода

Метод аналогичен методу, предусматривающему использование пробоотборника (см. 4.2.1); последний заменяется утяжеленной пробоотборной бутылкой или любым другим простым приспособлением, которое может заполняться в цистерне на определенном уровне.

4.3.2 Аппаратура

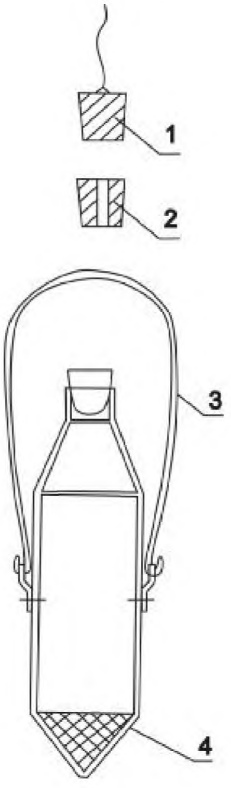
4.3.2.1 Утяжеленная пробоотборная бутылка (рисунок 4), изготовленная из латуни или (в случае отбора проб очищенного глицерина) из нержавеющей стали, или стекла. Бутылка снабжена съемной пробкой. Перемещение бутылки осуществляется при помощи шнура или цепочки.

4.3.2.2 Коллектор, аналогичный описанному в 3.3.3, изготовленный из того же материала, что и пробоотборная бутылка.

4.3.3 Проведение отбора проб

Определяют число порций, а также количество отбираемой пробы, как описано в 4.2.3. Далее выполняют операции, указанные ниже.

Утяжеленную пробоотборную бутылку с пробкой устанавливают в соответствующее положение для введения на заданную глубину, вынимают пробку, ждут наполнения бутылки, а затем вынимают ее. Тщательно вытирают наружные стенки.



1 – пробка, применяемая при локализованном отборе проб; 2 – пробка, применяемая при непрерывном отборе проб; 3 –металлическая ручка; 4 – свинцовый или бронзовый груз.

Рисунок 4 – Утяжеленная пробоотборная бутылка

Пробы отбирают также и со дна цистерны. При этом пробу отбирают в бутылку, установленную в горизонтальное положение, или в небольшую утяжеленную пробоотборную бутылку с плоским дном высотой в несколько сантиметров и вместимостью, пропорциональной глубине слоя осадка. Последовательно отобранные пробы помещают в коллектор, закрывая его каждый раз после добавления очередного образца. Смешивают суммарную пробу и производят отбор лабораторных проб в соответствии с требованиями 2.1.3.

4.4. Метод непрерывного отбора проб во время движения открытого пробоотборника.

4.4.1 Сущность метода

Производят отбор представительных проб продукта посредством непрерывного перемещения открытого пробоотборника, постепенно наполняющегося по мере его продвижения на разные уровни жидкости в цистерне. Затем представительные пробы смешивают и отбирают лабораторные пробы.

4.4.2 Аппаратура

4.4.2.1 Утяжеленная пробоотборная бутылка (см. 4.3.2.1).

4.4.2.2 Пробка, используемая при непрерывном отборе проб (см. рисунок 4), для утяжеленной пробоотборной бутылки. Пробка имеет отверстие соответствующего диаметра, позволяющее глицерину медленно поступать в бутылку во время ее перемещения в цистерне.

4.4.2.3 Коллектор, аналогичный описанному в 3.3.3, изготовленный из того же материала, что и утяжеленная пробоотборная бутылка.

4.4.3 Проведение отбора проб

Отбирают число проб, достаточное для составления требуемого количества продукта. Рекомендуется, чтобы масса суммарного образца, отбираемого от 1 т глицерина, составляла 1 кг. Максимальная масса суммарной пробы не должна превышать 50 кг. Медленно опускают в глицерин утяжеленную пробоотборную бутылку, снабженную пробкой, до достижения дна резервуара, затем также медленно поднимают бутылку (скорость подъема такая же, как и скорость опускания) так, чтобы при появлении на поверхности бутылка была неполностью заполнена глицерином. Тщательно вытирают наружные стенки. Производят отбор проб также и со дна цистерны, как указано в 4.3.3, выполняя операции, описанные в данном пункте, с целью получения лабораторного образца.

5 Протокол отбора проб

Протокол отбора проб должен включать следующие данные:

а) ссылку на применяемый метод;

б) часть партии, составляющую суммарную пробу, число отдельных проб, включенных в суммарную пробу, а в случае необходимости, массу твердого осадка, наличие нерастворимого вещества и т. д.;

в) число приготовленных лабораторных проб с указанием их характеристик (упаковка, масса, назначение и т. д.), а также наличие отдельных проб, если они имеются, содержащих осадок, с указанием выполненных операций;

г) необычные явления, отмеченные в процессе отбора проб;

д) операции, не предусмотренные настоящим стандартом или необязательные.

УДК 661.188.1:543.052:620.113 **МКС 71.080.60** **КПВЭД 73.10**

Ключевые слова: глицерин, отбор проб

Басуға _____ ж. қол қойылды Пішімі 60х84 1/16
Қағазы офсеттік. Қаріп түрі «KZ Times New Roman»,
«Times New Roman»
Шартты баспа табағы 1,86. Таралымы ____ дана. Тапсырыс ____

«Қазақстан стандарттау және сертификаттау институты»
республикалық мемлекеттік кәсіпорны
010000, Астана қаласы, Орынбор көшесі, 11 үй,
«Эталон орталығы» ғимараты
Тел.: 8 (7172) 240074

gost.e-ecolog.ru