ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ ИСО 3170-2004

Нефтепродукты жидкие
РУЧНЫЕ МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

Нафтапрадукты вадкія
РУЧНЫЯ МЕТАДЫ АДБОРУ ПРОБ

(ISO 3170:2004, IDT)

Издание официальное

БЗ 8-2004

Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 665.7-404:543.05(083.74)(476) МКС 75.080 IDT

Ключевые слова: нефтепродукты, нефтепродукты жидкие, ручные методы отбора проб

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации (БелГИСС)»

ВНЕСЕН отделом стандартизации Госстандарта Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 29 октября 2004 г. № 51

3 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 3170:2004 Petroleum liquids. Manual sampling» (ИСО 3170:2004 Нефтепродукты жидкие. Ручные методы отбора проб).

Международный стандарт разработан техническим комитетом ИСО/ТК 28 «Нефтепродукты, смазочные материалы и родственные им продукты».

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и стандартов, на которые даны ссылки, имеются в БелГИСС.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Издан на русском языке

Содержание

Введение IV
1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Сущность методов 5
5 Аппаратура 6
5.1 Общие положения 6
5.2 Пробоотборники для резервуаров 6
5.3 Пробоотборники, применяемые для отбора проб из автоцистерн, металлических бочек, барабанов, канистр и бидонов 15
5.4 Пробоотборники для отбора проб из трубопровода 17
5.5 Приемники, сосуды и контейнеры для проб 17
5.6 Укупорочные средства контейнеров для проб 18
5.7 Устройства для охлаждения пробы 19
6 Меры безопасности 19
7 Методы отбора проб однородных жидких нефтепродуктов 19
7.1 Введение 19
7.2 Меры предосторожности 20
7.3 Отбор проб из резервуаров 22
7.4 Отбор проб из трубопровода 27
7.5 Отбор проб из дозирующих (разливающих) устройств 31
8 Отбор проб сырой нефти и других неоднородных нефтепродуктов 32
8.1 Общие положения 32
8.2 Методы отбора проб 32
9 Обращение с пробой 33
9.1 Общие положения 33
9.2 Гомогенизация проб 34
9.3 Проверка эффективности перемешивания 35
9.4 Транспортирование проб 37
10 Отбор проб остаточного содержимого и осадка емкостей 37
11 Отбор проб упакованных нефтепродуктов 37
11.1 Статистические методы отбора проб из упаковок 38
11.2 Отбор проб упакованных нефтепродуктов 39
Приложение А Руководство по мерам безопасности 42
Приложение Б Библиография 45

Введение

Настоящий стандарт может применяться совместно с ИСО 3171.

Целью настоящего стандарта является установление методов отбора проб жидких (полужидких) углеводородов из резервуаров, бочек или трубопроводов ручными методами. Если углеводород является неоднородным и состав его может значительно изменяться или он содержит осадок и воду, то пробы, отобранные ручными методами, не могут быть репрезентативными, но они могут использоваться для определения степени неоднородности продукта, оценки его качественных и количественных показателей.

В настоящем стандарте устанавливаются методы, которые обеспечивают сокращение или исключение потерь легких фракций проб. Такие потери могут произойти во время обращения или транспортирования проб, что делает их нерепрезентативными пробами для общего объема продукта.

Методы, установленные в настоящем стандарте, предназначены для получения проб для следующих целей:

a) определения качества жидких углеводородов;

b) определения содержания воды;

c) определения других загрязняющих веществ, которые не рассматриваются как компоненты поставляемого жидкого продукта.

Если условия отбора проб для целей, указанных в пунктах a), b) и c), противоречат друг другу, то требуется использовать отдельные пробы.

Методы отбора проб неоднородного содержимого резервуара, позволяют определять степень неоднородности продукта и оценивать его качественные и количественные показатели.

Методы отбора проб жидких углеводородов из резервуаров, находящихся под давлением инертного газа, приведены в методах отбора проб из резервуаров, оборудованных паростопорным клапаном.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

Нефтепродукты жидкие
РУЧНЫЕ МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

Нафтапрадукты вадкія
РУЧНЫЯ МЕТАДЫ АДБОРУ ПРОБ

Petroleum liquids.
Manual sampling

Дата введения 2005-05-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает ручные методы отбора проб жидких углеводородов, остаточного содержимого и осадков из резервуаров, железнодорожных и автомобильных цистерн, судов и барж, металлических бочек, барабанов, бидонов, канистр, а также жидких продуктов, прокачиваемых по трубопроводам.

Стандарт применяется при отборе проб нефтепродуктов, сырой нефти и промежуточных продуктов, которые хранятся в резервуарах при атмосферном давлении или близком к атмосферному давлению или перекачиваются по трубопроводам, которые являются жидкостями при температуре окружающей среды до 200 °С.

Приведенные методы отбора проб не предназначены для отбора проб нефтепродуктов, на которые распространяются требования других стандартов, например электроизоляционных масел (МЭК 60475), сжиженных нефтяных газов (ИСО 4257), сжиженного природного газа (ИСО 8943) и горючих природных газов (ИСО 10715).

В настоящем стандарте приведены методы отбора проб и оборудование, применяемые в настоящее время. Однако не следует исключать возможность использования другого оборудования при условии, что такое оборудование позволит отбирать пробы в соответствии с требованиями и методами, установленными настоящим стандартом.

Примечание – В настоящем стандарте обозначение «% (m/m)» применяется для выражения массовой доли.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ИСО 1998 (все части) Нефтяная промышленность. Терминология

ИСО 2859-1:1999 Методы выборочного контроля по качественным признакам. Часть 1. Планы выборочного контроля с указанием приемлемого уровня качества (AQL) для последовательного контроля партий

ИСО 3171:1988 Нефтепродукты жидкие. Автоматический отбор проб из трубопровода

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют следующие термины с соответствующими определениями, установленные ИСО 1998:

3.1 Приемлемый уровень качества AQL (acceptable quality level AQL) – максимальный процент брака (или максимальное количество дефектов на сто единиц), который при выборочном контроле можно считать удовлетворительным как среднее значение процесса.

3.2 Средняя проба из нескольких слоев жидкого продукта (all-level sample) – проба, полученная с помощью устройства, заполнение которого произошло в результате прохождения в одном направлении по всей высоте жидкого продукта, за исключением слоя свободной воды.

Издание официальное

3.3 Автоматический пробоотборник (automatic sample) – устройство, используемое для получения репрезентативной пробы жидкости, протекающей по трубопроводу.

Примечание – Автоматический пробоотборник обычно состоит из пробозаборной трубки, экстрактора пробы, соединенного с ним блока управления, устройства измерения параметров потока и пробоприемника.

3.4 Партия (batch) – совокупность упаковочных единиц, содержащих продукт одного типа и состава, отдельно изготовленный или отдельно поставляемый.

3.5 Донная проба (bottom sample) – точечная проба, отобранная из продукта, находящегося около или на дне емкости или тары (рисунок 1).

3.6 Проба донной воды (bottom water sample) – точечная проба свободной воды, отобранная из-под продукта в емкости.

3.7 Закрытый способ отбора проб (closed sampling) – процесс отбора проб из емкости в закрытых условиях, при котором исключается выход содержимого емкости или его паров наружу.

3.8 Объединенная проба (composite sample) – проба, полученная смешением нескольких точечных проб в соотношении, обеспечивающем получение репрезентативной пробы для данной партии продукта.

3.9 Ковшовая проба (dipper sample) – проба, полученная при помощи ковша-пробоотборника или другой сборной емкости, помещенных по направлению свободного потока так, чтобы отобрать определенный объем продукта от полного поперечного сечения потока через определенные интервалы времени при постоянной интенсивности потока или через интервалы времени, изменяющиеся прямо пропорционально интенсивности потока.

Примечание – Этот метод обычно применяют при отборе проб нефтяного кокса с конвейерных лент.

3.10 Сливная проба (drain sample) – проба, полученная из отводного крана емкости для хранения нефтепродукта.

Примечание – Иногда сливная проба может быть донной пробой, например, при отборе проб из цистерн.

3.11 Проба, отобранная с плавающей крыши (floating roof sample) – точечная проба, отобранная для определения плотности немного ниже уровня поверхности продукта, на котором располагается плавающая крыша.

3.12 Проба смазочного материала (grease sample) – точечная проба, отобранная путем зачерпывания из емкости мягкого или полужидкого продукта или погружением щупа в емкость.

3.13 Целостность пробы (integrity of sample) – состояние, в котором проба является неизменной по объему и составу, т. е. состав пробы остается таким же, как и у жидкого продукта, из которого была отобрана проба.

3.14 Проба из нижнего слоя (lower sample) – проба, отобранная на уровне пяти шестых высоты ниже поверхности продукта (рисунок 1).

3.15 Проба из среднего слоя (middle sample) – проба, отобранная на уровне одной второй высоты ниже поверхности продукта (рисунок 1).

3.16 Перемешивающее устройство (mixer) – устройство, обеспечивающее тщательное перемешивание жидкого продукта в трубопроводе или емкости для получения репрезентативной пробы.

3.17 Открытый способ отбора проб (open sample) – процесс отбора обычных проб из резервуара через открытый замерный люк или замерное место доступа.

Примечание – Если замерный люк емкости герметизирован, необходимо применять другие (закрытые или ограниченные) процедуры отбора проб, чтобы избежать разгерметизации емкости и потери летучих органических соединений (ЛОС).

3.18 Процент дефекта (per cent defective) – количество дефектных единиц продукта, содержащееся в любом количестве упаковочных единиц продукта, разделенное на общее количество упаковочных единиц и умноженное на сто, т. е.

$$\textit{процент брака} = \frac{\textit{число дефектных единиц}}{\textit{число проверенных единиц продукции}} \times 100 .$$

3.19 Переносной пробоотборник (portable sampling device) – устройство, предназначенное для обеспечения герметичного соединения с паростопорным клапаном, содержащее пробоотборник с ограниченной или закрытой системой и оборудованное лентопротяжным механизмом или механизмом намотки троса для спуска и подъема пробоотборника.

3.20 Репрезентативная проба (representative sample) – проба, физико-химические показатели которой идентичны среднеарифметическим значениям показателей отобранного продукта.

3.21 Остаточное содержимое и осадок (residues and deposites) – органические и неорганические вещества, содержащие диспергированную воду, которые отделились от жидкого продукта и выпали на дно емкости, в которой содержится жидкий продукт, или остались в емкости после откачивания жидкого продукта.

3.22 Ограниченный способ отбора проб (restricted sampling) – процесс отбора проб из емкости с применением устройства, предназначенного для существенного сокращения или исключения потерь от испарения, которые могут произойти при открытом способе отбора проб в тех случаях, когда оборудование не полностью герметизировано

3.23 Средняя проба из нескольких уровней емкости (running sample) – проба, полученная с помощью пробоотборника, который отбирает пробу при прохождении в обоих направлениях по всей высоте жидкости, за исключением свободной воды.

3.24 Кондиционирование пробы (sample conditioning) – перемешивание, необходимое для гомогенизации пробы во время обращения с ней при подготовке к отбору проб и (или) анализу.

3.25 Обращение с пробой (sample handling) – кондиционирование, перемещение, разделение и транспортирование пробы.

Примечание – Обращение с пробой включает перемещение пробы из основного пробоотборника в любой вспомогательный контейнер и перенос отобранной пробы в лабораторное оборудование, в котором будет проводиться испытание пробы.

3.26 Объем выборки (sample size) – количество образцов, которое необходимо отобрать из партии в соответствии с планами отбора проб для принятия решения о ее приемке.

3.27 Проба легкой фракции (поверхностная проба) (skim sample) – точечная проба, взятая с поверхности жидкого продукта (рисунок 1).

3.28 Точечная проба (spot sample) – проба, отобранная из определенного уровня емкости или в установленный момент времени из трубопровода при перекачивании.

3.29 Стационарное перемешивающее устройство (static mixer) – перемешивающее устройство, не имеющее подвижных частей и расположенное в трубопроводе или патрубке.

Примечание – Энергия, необходимая для перемешивания жидкости, зависит от кинетической энергии движущейся жидкости.

3.30 Неподвижная трубка (направляющая стойка, неподвижная труба, измерительная трубка в цистерне, вертикальная труба) (still-well) – вертикальная цилиндрическая труба, встроенная в емкость, и позволяющая проводить замеры, несмотря на погрешности, возникающие из-за взбалтывания или перемешивания жидкости.

Примечание 1 – Пробы, отобранные из неперфорированных неподвижных труб или труб без перфорационных отверстий, не могут оставаться репрезентативными при перемещении и хранении.

Примечание 2 – Неподвижные трубы могут также быть на кораблях и баржах.

3.31 Проба уровня всасывания (проба из выпускного отверстия) (suction-level sample) – проба, отобранная с самого нижнего уровня, из которого жидкий продукт откачивается из емкости (рисунок 1).

Примечание – При определении данного уровня делают соответствующий допуск на любые части патрубка емкости, такие как поворотный рукав, перегородка всасывания или изогнутая часть трубы.

3.32 Проба из отстойника (sump sample) – точечная проба, отобранная из отстойника емкости.

3.33 Взвешенная вода (suspended water) – вода в нефти и нефтепродуктах, которая диспергирована в виде маленьких капель.

Примечание – В зависимости от температуры и давления в течение определенного периода времени взвешенная вода может выделяться как свободная вода или стать растворенной водой.

3.34 Проба из выпускного отверстия (проба с боковой поверхности резервуара) (tap sample) – точечная проба, отобранная из выпускного отверстия на боковой поверхности резервуара.

3.35 Исследуемая часть пробы (test portion) – часть пробы, которая вносится в испытательное оборудование.

3.36 Верхняя проба (top sample) – точечная проба, отобранная на 150 мм ниже поверхности продукта (рисунок 1).

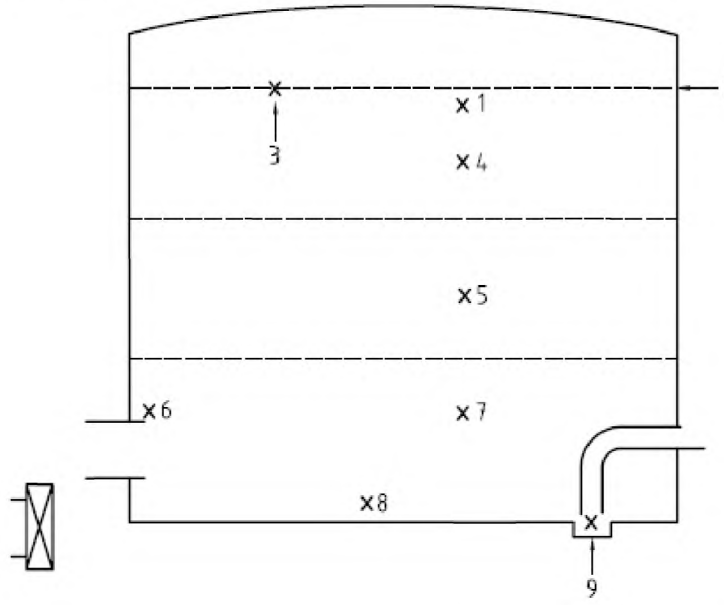
3.37 Общее количество воды (total water) – сумма растворенной, взвешенной и свободной воды в партии нефти или нефтепродукта.

3.38 Незаполненный объем (ullage) – незанятый пробой объем приемника (контейнера) над поверхностью жидкого продукта, выраженный в единицах объема.

3.39 Проба из верхнего слоя (upper sample) – проба, отобранная на уровне одной шестой высоты ниже поверхности продукта (рисунок 1).

3.40 Паростопорный клапан (парораспределительный клапан) (vapor-lock valve) – устройство, соединенное с поверхностью герметичной емкости или емкости высокого давления, позволяющее проводить измерения вручную и (или) отбор проб без уменьшения давления.

3.41 Зонная проба (проба керна, прямоточная проба) (zone sample) – проба, отобранная из части столба жидкости, которая находится на том же уровне, что и пробоотборник, при условии, что он герметично закрыт и находится в одном определенном месте в емкости после его промывки при опускании до этого положения.



1 Верхняя проба;
2 Поверхность продукта;
3 Поверхностная проба;
4 Проба из верхнего слоя продукта;
5 Проба из среднего слоя продукта;
6 Проба уровня всасывания или проба из выпускного отверстия;
7 Проба из нижнего слоя продукта;
8 Донная проба;
9 Проба из отстойника

Рисунок 1 – **Примеры расположения уровней отбора точечных проб**

4 Сущность методов

4.1 Для обеспечения того, чтобы пробы, представленные на испытание, являлись наиболее репрезентативными, следует принять необходимые меры предосторожности. Они зависят от характеристик жидкого продукта, емкости, тары или трубопровода, из которых отбирают пробу, и характера испытаний, которым будет подвержена проба.

В стандарте приведены два основных ручных метода отбора проб:

– метод отбора проб из емкостей (статический отбор проб);

– метод отбора проб из трубопровода (динамический отбор проб).

При получении или поставке партии нефти и нефтепродуктов могут применяться два метода: отбор проб из емкостей и из трубопровода. При использовании обоих методов, пробы, отобранные разными методами, не должны смешиваться.

4.2 Отбор проб из емкостей проводят, когда их содержимое находится в состоянии покоя. Для проведения испытаний обычно отбирают следующие пробы:

a) пробы из верхнего, среднего и нижнего слоя, или

b) пробы из верхнего, среднего слоя и уровня всасывания (из выпускного отверстия).

Если при испытаниях указанных проб выявляется, что содержимое емкости является однородным, они могут смешиваться для проведения последующих испытаний в количествах, пропорциональных объему, который представляет каждая из них.

Если при испытаниях указанных проб выявляется, что содержимое емкости является неоднородным, то отбирают точечные пробы более чем из трех уровней и готовят объединенную пробу, или в случае, если смешивание ухудшает целостность пробы, испытывают каждую пробу отдельно и определяют состав соответствующей объединенной пробы. При вычислениях учитывают соотношение количества продукта, которое представляет каждая проба. Примеры расположения уровней отбора точечных проб приведены на рисунке 1.

Кроме того, для проведения испытаний могут быть отобраны средняя проба из нескольких уровней емкости или средняя проба из нескольких слоев жидкого продукта.

Так как при использовании обоих методов отбирают только одну пробу, они не могут применяться для оценки однородности (или неоднородности) содержимого емкости. Как правило, средние пробы с нескольких уровней емкости и из нескольких слоев жидкого продукта отбирают и используют для определения качества содержимого емкости.

Примечание 1 – Требования безопасности и охраны окружающей среды могут ограничивать те процедуры отбора проб из емкости, которые могут привести к выбросу углеводородов или других ЛОС в атмосферу. В этом случае недопустимо применять открытый способ отбора проб через открытый замерный люк. Если измерительное отверстие резервуара герметизировано и (или) емкость является частью системы, находящейся под давлением, или системы возвращения паров в жидкую фазу, необходимо применять закрытый или ограниченный способ отбора проб, чтобы избежать разгерметизации емкости и потери ЛОС. Если пары содержимого емкости являются опасными, также необходимо применять закрытый или ограниченный способ отбора проб, чтобы свести к минимуму риск воздействия на окружающую среду.

Примечание 2 – Закрытый способ отбора проб – это процесс отбора проб из емкости с помощью пробоотборников для закрытого отбора проб в условиях закрытой системы. Система считается закрытой, если в процессе работы не допускается открывание и (или) выход содержимого емкости наружу. Поэтому ручной отбор проб при закрытом способе обычно осуществляется через паростопорный клапан с применением пробоотборника для закрытого отбора проб, который обеспечивает получение газонепроницаемого уплотнения при эксплуатации. Для обеспечения того, чтобы остаточные пары не выделялись из закрытой системы, могут применяться специальные приспособления для вытеснения любых паров из устройства до отсоединения пробоотборника от паростопорного клапана.

Примечание 3 – Ограниченный способ отбора проб – это процесс отбора проб из емкости с применением пробоотборника для ограниченного отбора проб, которое управляется через паростопорный клапан. Оборудование для ограниченного отбора проб предназначено для существенного сокращения потерь от испарения, которые могут иметь место при открытом способе отбора проб, однако выделение небольшого количества паров все же может произойти, так как оборудование не является полностью герметичным.

4.3 Для получения репрезентативной пробы из партии или части продукта неоднородного продукта, перекачиваемого по трубопроводу, пробу отбирают при помощи автоматического пробоотборника в соответствии с ИСО 3171. В некоторых случаях необходимо использование ручного динамического метода отбора проб. Точечные пробы, отбираемые в данном случае, могут быть нерепрезентативными для партии продукта (7.4).

5 Аппаратура

5.1 Общие положения

Все пробоотборники должны быть герметичными и сконструированы таким образом, чтобы они могли быть использованы по своему назначению и не влияли на первоначальные показатели нефти и нефтепродуктов. Они должны иметь достаточную прочность и внешнюю защиту, чтобы выдерживать внутреннее давление, а также иметь предохранительный клапан, достаточно прочный, чтобы выдержать любую нагрузку. Чистота пробоотборников должна быть подтверждена перед их использованием.

Примечание 1 – В некоторых случаях перед отбором пробы приемник (устройства для отбора проб) необходимо промывать жидкостью, из которой будет отбираться проба (как правило, это возможно только для жидких углеводородов).

Примечание 2 – Различные виды пробоотборников приведены в 5.2 – 5.7. Конкретные технические требования не установлены в указанных пунктах, потому что может быть использовано любое другое устройство описанного типа, пригодное для данных целей.

5.2 Пробоотборники для резервуаров

5.2.1 Общие положения

Классификация пробоотборников для резервуара определяется типом отбираемой пробы:

– точечная проба;

– зонная проба (проба керна);

– средняя проба из нескольких уровней резервуара;

– средняя проба из нескольких слоев жидкости.

Пробоотборники для резервуаров также классифицируются в зависимости от режима функционирования резервуара и способа отбора проб, а именно:

– открытый (обычный) отбор проб;

– ограниченный отбор проб;

– закрытый отбор проб.

Для опускания или подъема пробоотборников в резервуаре не допускается использовать шнуры из синтетического волокна, так как они могут вызывать электростатический разряд.

Примечание – Для подвесных пробоотборников не рекомендуется использовать цепи, т. к. они не обеспечивают непрерывность заземления.

5.2.2 Пробоотборники для точечных и зонных проб

5.2.2.1 Общие положения

Пробоотборники для точечных и зонных проб должны быть сконструированы таким образом, чтобы пробу можно было отобрать на любом требуемом уровне резервуара. Оборудование для использования в этих целях приведено в 5.2.2.2 – 5.2.2.4.

Примечание – Для отбора точечных проб могут использоваться другие устройства. У некоторых из них есть специальные приспособления для открывания, например устройства с клапанами, открывающимися или закрывающимися на необходимом уровне при помощи падающего груза, опускающегося по управляемому присоединенному тросу или имеющие задвижку или откидной клапан, которые закрываются при перемещении пробоотборника вверх. Некоторые устройства имеют паростопорный клапан (пробоотборники для ограниченной и закрытой систем).

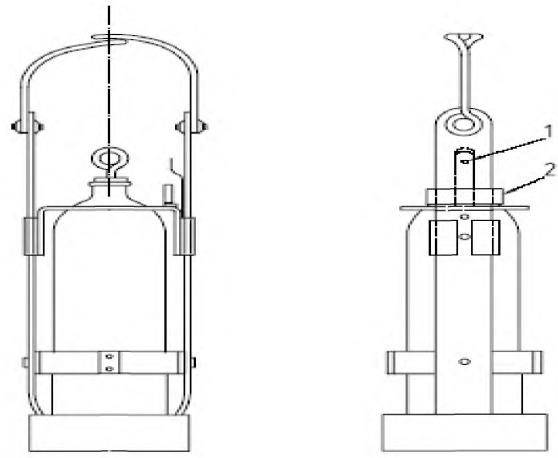
5.2.2.2 Пробоотборники в каркасе

Пробоотборник должен иметь металлический или пластмассовый корпус или каркас, имеющий соответствующую конструкцию для удерживания соответствующего сосуда, как правило, бутылки или другой тары. Такое приспособление должно иметь достаточную массу для быстрого погружения до требуемого уровня резервуара, и обеспечивать заполнение продуктом, из которого отбирают пробу (рисунок 2).

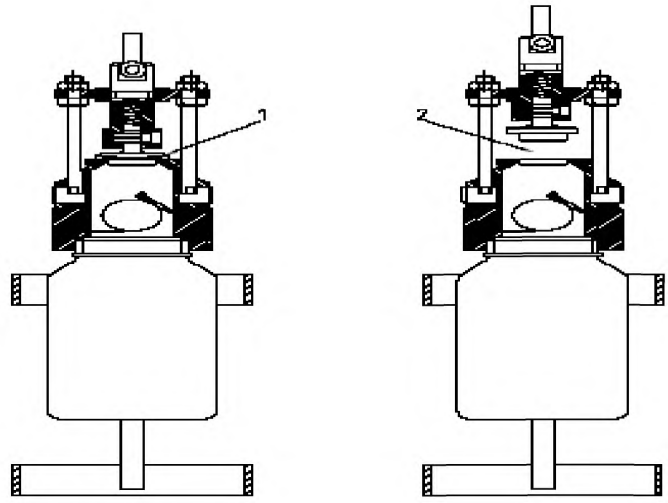
Каркас пробоотборника должен иметь соответствующие размеры для того, чтобы в них помещались бутылки заданного размера. Некоторые конструкции каркасов позволяют использовать бутылки различной вместимости и с разным диаметром горлышка, а также с системой плавающего шарика для закрывания бутылки после ее заполнения.

Примечание 1 – Для отбора точечных проб летучих продуктов предпочтительнее использовать бутылки в каркасе во избежание потерь легких фракций, которые могут произойти при переносе пробы в другой контейнер.

Примечание 2 – Каркас можно не применять, если бутылка надежно прикреплена к утяжеленному проводу. Пробка должна подниматься от горлышка бутыли на расстояние, равное приблизительно 150 мм.



1 Шарнирное соединение;
2 Запирающее устройство



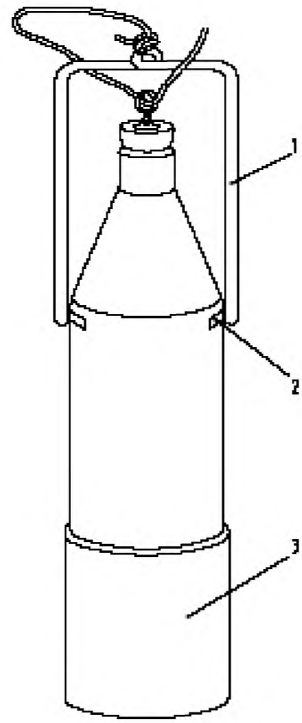
1 Закрытое впускное отверстие для пробы;
2 Открытое впускное отверстие для пробы.

Примечание – Приведенный пробоотборник имеет механизм герметизации для закрывания впускного отверстия по мере заполнения бутылки.

Рисунок 2 – **Пример пробоотборника в каркасе**

5.2.2.3 Утяжеленный пробоотборник (лабораторный стакан)

Пробоотборник (бутылку или лабораторный стакан) утяжеляют для того, чтобы быстро погружать его в продукт, из которого будут отобраны пробы. Опускающее устройство должно прикрепляться к пробоотборнику так, чтобы пробку можно было открыть резким движением. Для предупреждения проблем, связанных с очисткой пробоотборника и (или) загрязнением чувствительных проб, к нему крепят утяжеляющий материал таким образом, чтобы он не соприкасался с пробой.



1 Ручка из проволоки;
2 Ушко для проволоки;
3 Утяжеляющий материал

Рисунок 3 – **Пример утяжеленной бутылки или лабораторного стакана**

5.2.2.4 Пробоотборник для отбора зонных проб (проб керна)

Пробоотборник зонных проб (проб керна) состоит из стеклянной, металлической или пластмассовой трубки, открытой с двух концов, что обеспечивает свободное движение жидкости во время опускания в жидкий продукт. Нижний конец трубки можно закрыть на требуемом уровне с помощью различных устройств:

a) запирающего механизма, который приводится в действие при движении пробоотборника вверх;

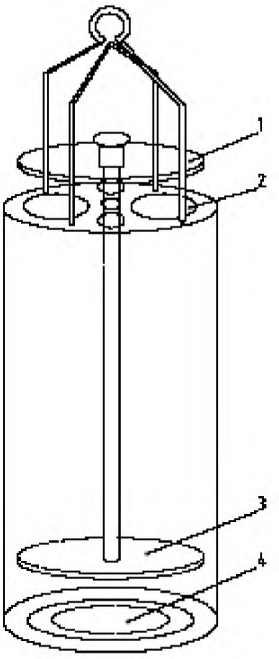
b) груза, опускающегося по управляемому присоединенному тросу, приводящему в действие запирающий механизм;

c) поплавкового спускового запирающего механизма;

d) запирающего механизма, который приводится в действие с помощью удлиненного прутка или резким рывком шнура.

Пробоотборник зонных проб (проб керна) должен быть сконструирован таким образом, чтобы при его медленном опускании можно было производить отбор пробы от вертикального столба жидкости на любом уровне, включая дно резервуара (рисунки 4 и 5).

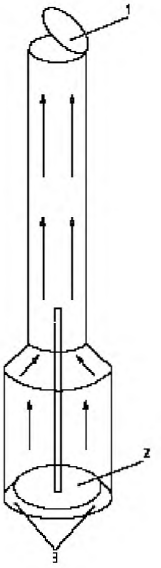
Примечание – Пробоотборник для отбора проб с поверхности раздела, являющийся разновидностью пробоотборника зонных проб (проб керна), предназначен для захвата вертикального столба жидкости с поверхности раздела нефтепродукт/вода на дне резервуара или на любом другом уровне, например, с поверхности раздела нефтепродукт/вода в емкости судна, пробоотборник также может использоваться для отбора зонных проб с любого уровня резервуара (рисунок 6).



1 Верхний клапан, открывающийся по мере опускания пробоотборника в жидкость;
2 Выпускное отверстие для жидкости;
3 Донный клапан, открывающийся по мере опускания пробоотборника в жидкость;
4 Впускное отверстие для жидкости.

Примечание – В данном случае при поднятии пробоотборника оба клапана закрываются. В других пробоотборниках может быть только один клапан (рисунок 6).

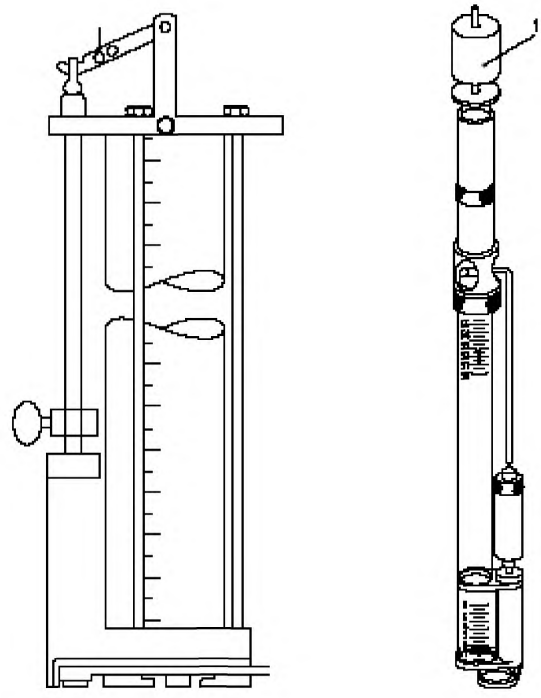
Рисунок 4 – **Пример пробоотборника для отбора зонных проб (проб керна)**



1 Верхний тарельчатый клапан;
2 Донный клапан;
3 Продукт, проходящий через пробоотборник по мере опускания пробоотборника в жидкость.

Примечание – При поднятии пробоотборника оба клапана закрываются.

Рисунок 5 – **Пример пробоотборника для отбора зонных проб (проб керна)**



1 Груз для спускового запирающего механизма

Рисунок 6 – **Примеры пробоотборника для отбора проб керна (пробоотборника для отбора проб с поверхности раздела)**

5.2.3 Пробоотборники для отбора донных проб

Для отбора донных проб применяются пробоотборники, опускаемые на дно резервуара и имеющие клапан или подобный запорный элемент, который открывается при соприкосновении с дном емкости и закрывается при поднятии (рисунок 7).

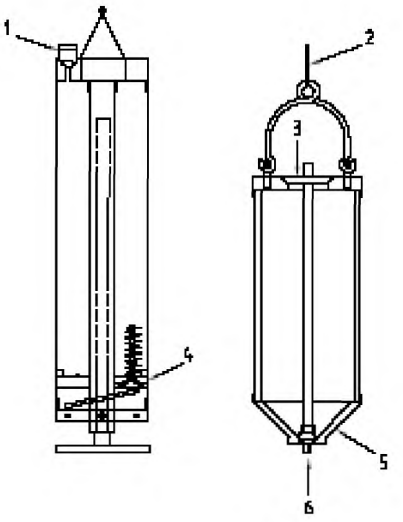
Некоторые конструкции пробоотборников для отбора донных проб могут иметь раздвижное дно, что позволяет проводить отбор проб непосредственно над слоем осадка, который мог бы препятствовать герметичному закрытию пробоотборника.

Примечание – Некоторые конструкции пробоотборника для отбора зонных проб (проб керна) или пробоотборника для отбора проб с поверхности раздела можно также использовать в качестве пробоотборников для отбора донных проб.

5.2.4 Пробоотборники для отбора проб остаточного содержимого или осадка

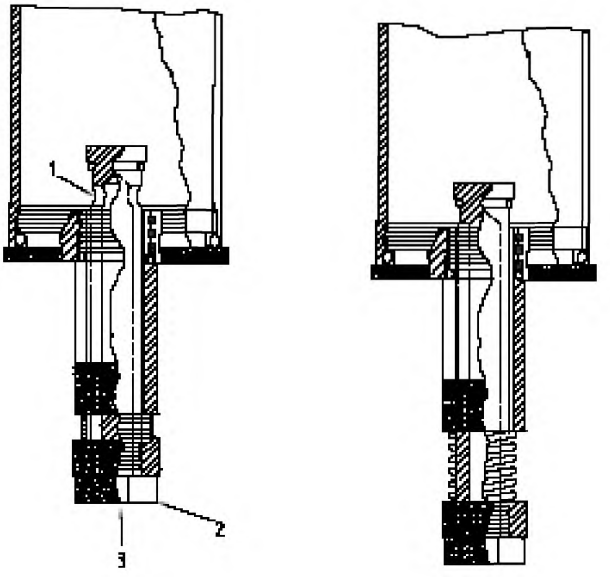
5.2.4.1 Пробоотборники для отбора проб из осадка

Обычно используются два типа пробоотборников проб из осадка. Принцип работы обоих типов пробоотборников заключается в приведении в действие пружинного кулачкового запирающего механизма или всасывающего устройства. Примеры таких пробоотборников приведены на рисунке 8.



1 Шаровидный клапан (выход воздуха);
2 Шнур для опускания;
3 Выпускное отверстие;
4 Подпружиненный впускной клапан;
5 Четыре кронштейна;
6 Утяжеленный впускной клапан.

Примечание – Раздвижное дно регулируемого размера способствует открытию и закрытию впускного клапана.

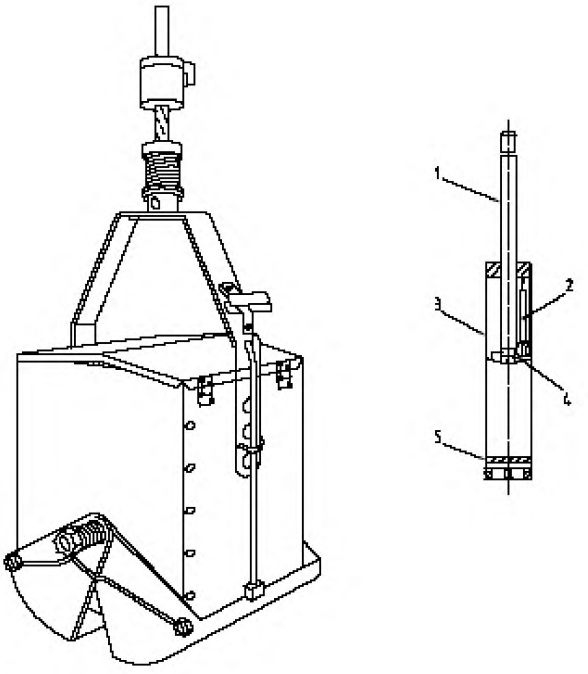


a) Положение «открыто» b) Положение «закрыто»

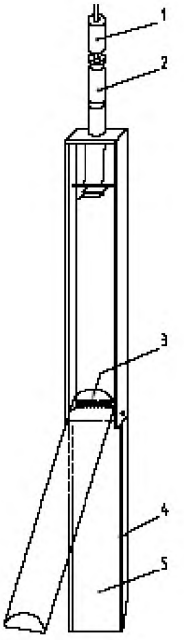
1 Отверстие, через которое проба поступает в пробоотборник;
2 Линия дна;
3 Заливочное отверстие.

Примечание – На данной части рисунка 7 приведен подпружиненный донный впускной и запирающий механизм пробоотборника для отбора донных проб.

Рисунок 7 – **Примеры пробоотборников для отбора донных проб**



1 Погружаемый стержень;
2 Пружинный механизм;
3 Основной цилиндр;
4 Уплотнительный узел цилиндра;
5 Разгрузочный клапан



1 Груз для спускового запирающего механизма;
2 Запирающий механизм;
3 Запирающая пружина;
4 Уплотняющая прокладка;
5 Утяжеленный корпус пробоотборника

Рисунок 8 – **Примеры пробоотборников для отбора проб из осадков или отложений пружинного или плунжерного типа**

5.2.4.2 Напорный (поршневой) стержневой пробоотборник

Напорный (поршневой) стержневой пробоотборник – это полое устройство одинакового диаметра, утяжеленное или оборудованное механическим приводом, предназначенное для проникновения в слой осадка, из которого должны быть взяты пробы.

5.2.5 Пробоотборники для отбора проб из нескольких уровней резервуара

Пробоотборник для отбора средней пробы из нескольких уровней резервуара – это контейнер, оснащенный устройством ограничения заполнения, которое отбирает пробу во время его опускания и подъема из жидкости.

Примечание 1 – Отсутствуют сведения о том, что пробоотборники для отбора средней пробы с нескольких уровней резервуара заполняются с одинаковой скоростью, потому что:

a) вместимость резервуара может быть не пропорциональна глубине;

b) оператор может не суметь поднять (или опустить) пробоотборник с переменной скоростью, необходимой для пропорционального заполнения, которое приблизительно пропорционально квадратному корню значения глубины погружения.

Примечание 2 – Пробоотборником постоянной вместимости для отбора средней пробы с нескольких уровней резервуара может быть пробоотборник в каркасе или утяжеленный пробоотборник. Можно использовать также устройства постоянной вместимости для отбора средней пробы из нескольких уровней резервуара, которые могут иметь несколько отверстий для отбора проб в зависимости от глубины и вязкости продукта.

Примечание 3 – В качестве альтернативных можно также использовать пробоотборники переменной вместимости для отбора средней пробы из нескольких уровней резервуара, в которых объем контейнера для первичной пробы увеличивается в зависимости от расстояния, пройденного по содержимому резервуара. Такие устройства применяют при условии, что осуществляется визуальный контроль их заполнения во время прохождения через жидкость с постоянной скоростью.

5.2.6 Пробоотборник для отбора проб из нескольких слоев жидкости

Пробоотборник для отбора средней пробы из нескольких слоев жидкости представляет собой контейнер, оснащенный устройством ограничения заполнения, которое обеспечивает отбор проб при прохождении через жидкость только в одном направлении.

Примечание 1 – Отсутствуют сведения о том, что пробоотборники для отбора средней пробы из нескольких уровней резервуара заполняются с одинаковой скоростью, потому что:

a) вместимость резервуара может быть не пропорциональна глубине;

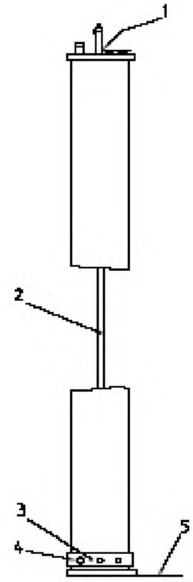
b) оператор может не суметь поднять (или опустить) пробоотборник с переменной скоростью, необходимой для пропорционального заполнения, которое приблизительно пропорционально квадратному корню значения глубины погружения.

Примечание 2 – Эти устройства могут быть аналогичны устройствам, используемым для отбора средней пробы из нескольких уровней резервуара, или это могут быть устройства, специально предназначенные для отбора такой пробы.

Примечание 3 – Пробоотборником постоянной вместимости для отбора средней пробы из нескольких слоев жидкости «восходящего типа» может быть пробоотборник в каркасе (или утяжеленный пробоотборник), который опускается в закрытом положении на дно резервуара, открывается, и отбор проб происходит при подъеме из жидкости.

Примечание 4 – Для отбора средней пробы из нескольких уровней жидкости «нисходящего типа» и «восходящего типа» можно использовать устройства постоянной вместимости, которые оснащены различными открывающими или запирающими механизмами. Они могут быть снабжены дополнительными устройствами ограничения скорости потока на входе, чтобы можно было производить отбор проб на различной глубине с учетом вязкости нефтепродукта. Пример устройства постоянной вместимости для отбора средней пробы из нескольких уровней жидкости «нисходящего типа» представлен на рисунке 9.

Примечание 5 – В качестве альтернативных для отбора средней пробы из нескольких уровней жидкости можно также использовать пробоотборники переменной вместимости. Такие устройства применяют при условии, что осуществляется визуальный контроль их заполнения во время прохождения через жидкость с постоянной скоростью.



1 Клапан для выпуска воздуха, открывающийся по мере заполнения пробоотборника при его опускании;
2 Стержень подвески;
3 Рифленое кольцо с одним отверстием, используемое для выбора необходимого впускного отверстия во внешнем корпусе пробоотборника для изменения скорости заполнения;
4 Ряд впускных отверстий разных размеров в донной части корпуса основного пробоотборника;
5 Линия контакта.

Примечание – Впускные отверстия закрываются поднимающейся внутренней частью дна после того, как она соприкасается с дном резервуара.

Рисунок 9 – **Пример пробоотборника «нисходящего типа» для отбора средней пробы из нескольких уровней жидкости**

5.2.7 Пробоотборники с ограниченной и закрытой системой

Если в целях выполнения требований безопасности и (или) охраны окружающей среды ограничивается использование оборудования открытого типа и процедур открытого способа отбора проб из резервуара, пробы можно отбирать при помощи пробоотборников с ограниченной или закрытой системой, которые управляются через паростопорный клапан. Такие системы используются в герметичных резервуарах, в резервуарах, в которых пространство над жидкостью заполнено инертным газом, и (или) в резервуарах, которые являются частью системы, уравновешивающей давление, или системы, обеспечивающей возвращение паров в жидкую фазу.

Для отбора точечных, зонных проб, проб с поверхности раздела, донных проб, средней пробы из нескольких уровней резервуара и средней пробы из нескольких слоев жидкости в ограниченных и (или) закрытых условиях используются специальные пробоотборники. Пробоотборник соединяется с градуированной пробоотборной трубкой и вставляется в переносное пробоотборное устройство, которое оснащено механизмом намотки. Эта конструкция затем соединяется с паростопорным клапаном, который заменяет традиционный замерный люк, используемый при открытом способе отбора проб. Примеры типового пробоотборника с закрытой системой для соединения с паростопорным клапаном приведены на рисунке 10.

Оборудование для ограниченного способа отбора проб предназначено для значительного сокращения выпуска паров продукта при открытом паростопорном клапане, однако оно не имеет специальных приспособлений для последующих операций, связанных с обращением или перемещением пробы после закрытия паростопорного клапана. Поэтому возможно выделение небольшого количества паров продукта в атмосферу.

Оборудование для закрытого способа отбора проб должно быть герметичным, чтобы предотвратить выпуск паров в атмосферу. Поэтому переносные устройства для закрытого отбора проб обычно оснащаются специальными приспособлениями, чтобы:

– обеспечить герметичность соединений;

– обеспечить возможность переноса пробы во вторичные (для транспортирования) контейнеры для проб без потерь от испарения.

Кроме того, могут быть использованы другие приспособления, которые позволяют:

– удерживать пары в пробоотборнике, чтобы их можно было вытеснить обратно в резервуар или в абсорбирующий фильтр, или

– продувать систему инертным газом.

Примечание – Условия закрытой системы отбора проб не позволяют осуществлять визуальный контроль того, что средняя проба из нескольких уровней резервуара или средняя проба из нескольких слоев жидкости отобраны репрезентативно в приемники для проб, имеющие постоянную вместимость (так как они заполнены не полностью).

5.3 Пробоотборники, применяемые для отбора проб из автоцистерн, металлических бочек, барабанов, канистр и бидонов

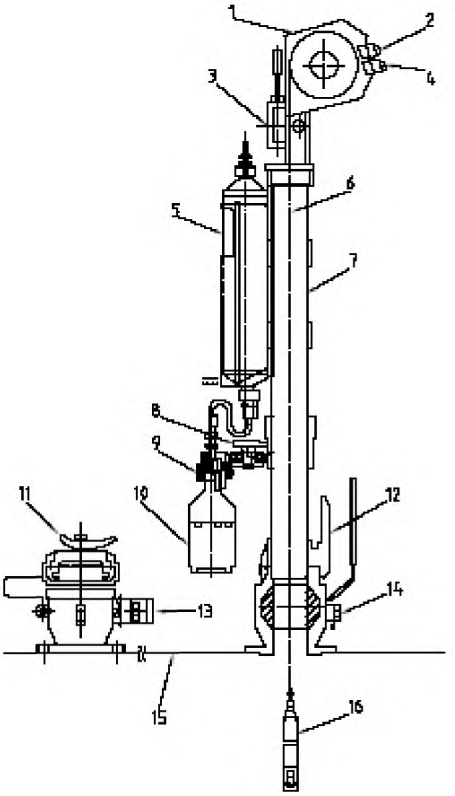
Для отбора проб из автоцистерн, металлических бочек, барабанов, канистр и бидонов обычно используется пробоотборная трубка (рисунок 11). Он представляет собой трубку, изготовленную из стекла, металла или полимерного материала, с соответствующей оснасткой для облегчения в обращении с пробой.

Пробоотборная трубка может быть использована для отбора точечных или донных проб посредством временного закрытия пальцем верхнего отверстия перед помещением ее в автоцистерну, бочку, барабан или бидон до необходимого уровня. Когда пробоотборная трубка достигает заданного уровня, палец убирают с верхнего отверстия, чтобы трубка заполнилась пробой. После заполнения трубки верхнее отверстие снова закрывают пальцем для извлечения пробы из продукта. Пробу переносят во вторичный контейнер для пробы.

Если пробоотборная трубка имеет постоянную площадь поперечного сечения по всей длине, она может также использоваться для отбора зонной пробы или пробы керна по всей высоте жидкого продукта, находящегося в автоцистернах, бочках, барабанах или бидонах. Пробы отбирают, медленно опуская пробоотборную трубку в открытом положении так, чтобы скорость поступления продукта в пробоотборник была равна скорости его опускания. После заполнения пробоотборника, верхнее отверстие герметично закрывают перед извлечением трубки из продукта для переноса пробы во вторичный контейнер для проб.

Пробоотборная трубка более сложной конструкции с запорным механизмом на нижнем конце также может быть использована для отбора репрезентативной зонной пробы или репрезентативной пробы керна.

Не рекомендуется использовать роторный насос или отсасывающее устройство при отборе проб летучих продуктов из-за возможности потерь легких фракций. Не следует производить отсасывание продукта ртом.



1 Механизм намотки;
2 Запорный клапан;
3 Трубчатый уровнемер;
4 Предохранительный клапан;
5 Угольный фильтр;
6 Градуированная трубка;
7 Корпус;
8 Перепускной клапан;
9 Переходной блок;
10 Лабораторная колба;
11 Крышка клапана;
12 Механизм быстрого соединения;
13 Паростопорный клапан в закрытом положении;
14 Паростопорный клапан в открытом положении;
15 Крыша резервуара;
16 Контейнер для отбора проб

Рисунок 10 – **Пример стопорного клапана и пробоотборника с закрытой системой**

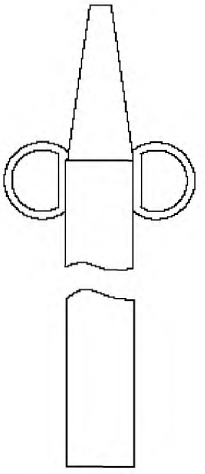


Рисунок 11 – **Пример пробоотборной трубки или пробоотборника донной пробы**

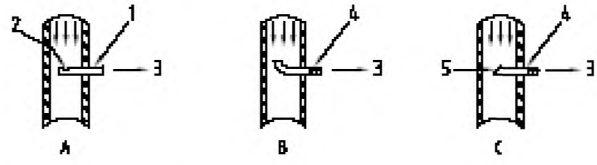
5.4 Пробоотборники для отбора проб из трубопровода

5.4.1 При необходимости используют пробоотборник для автоматического отбора проб из трубопровода в соответствии с ИСО 3171.

5.4.2 Пробоотборник для ручного отбора проб из трубопровода представляет собой зонд для отбора проб со стопорным клапаном. Зонд должен размещаться в трубопроводе так, чтобы точка забора пробы находилась от стенки трубопровода на расстоянии не менее, чем четверть внутреннего диаметра. Отверстие зонда должно быть обращено навстречу потоку продукта, из которого отбирают пробу в трубопроводе (рисунок 12).

При заполнении контейнеров для проб, имеющих постоянную вместимость (например, колб), выпускной клапан зонда должен иметь трубку для подачи продукта, имеющую такую длину, чтобы она могла достать дно контейнера для пробы.

При необходимости заполнения контейнеров для проб, имеющих переменную вместимость (например, цилиндров со свободно перемещающимся поршнем), выпускной клапан зонда должен иметь трубку для подачи продукта и соединительные детали, которые обеспечивают безопасность перемещения зонда, содержимого трубопровода и поступлению пробы в контейнер для проб.



1 Производственный стандартный диаметр;
2 Закрытый конец зонда. Отверстие, направленное навстречу потоку. Трубка или труба диаметром от 6,4 мм до 5 см;
3 К клапану;
4 Трубка или труба диаметром от 6,4 мм до 5 см;
5 Угол 45°

Рисунок 12 – **Примеры зондов пробоотборников для ручного отбора точечных проб из трубопроводов**

5.5 Приемники, сосуды и контейнеры для проб

Контейнерами для проб постоянной вместимости могут быть стеклянные или соответствующие пластиковые бутылки, бутылки с металлическим покрытием или металлические бутылки в зависимости от состава продукта, из которого отбирают пробу. В зависимости от применения может потребоваться, чтобы металлические приемники имели внутри соответствующее покрытие. В этом случае используются металлическая тара или цилиндрические контейнеры, имеющие лаковое покрытые.

Приемники для проб переменной вместимости могут применяться при низком и высоком давлении. Конструкции, применяемые при низком давлении, представляют собой складной пластиковый контейнер, эластичный баллон или сосуд, оснащенный эластичной внутренней диафрагмой. Приемники для проб переменной вместимости, применяемые при высоком давлении, представляют собой сосуды высокого давления с внутренним поршнем, который движется против газового потока по мере того, как проба собирается с другой стороны поршня. Пример типового (цилиндр со свободным поршнем) приведен на рисунке 13.

Примечание – Некоторые конструкции приемников для проб переменной вместимости, используемых при высоком давлении, имеют два поршня, которые перемешивают пробу внутри приемника (до подвыборки), многократно пропуская ее через центральное смесительное устройство (рисунок 14).

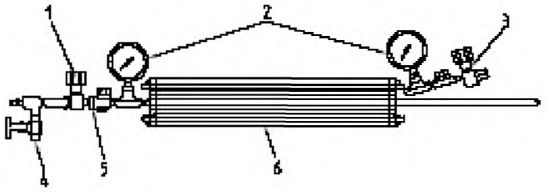
Перед использованием приемники для проб переменной вместимости обычно сжимают, вакуумируют или приводят к номинальному минимальному объему (путем заполнения объема с противоположной стороны диафрагмы или поршня инертным газом). Объем пробы увеличивается в процессе ее отбора в результате сдавливания инертного газа или постепенного уменьшения давления инертного газа.

Размеры приемника (контейнера для проб) зависит от количества продукта, необходимого для анализа и (или) хранения.

Перед использованием приемники, сосуды и контейнеры для проб промывают жидким продуктом, из которого отбирают пробу, чтобы избежать загрязнения проб остатками предыдущих проб и (или) растворителями, которые использовались для очистки приемников.

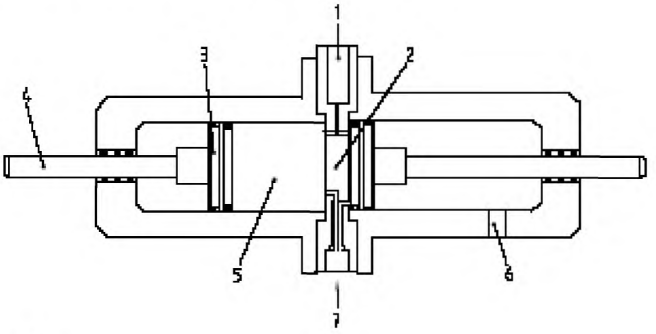
По возможности проба должна транспортироваться в лабораторию в сосуде, в который она была помещена сразу же после ее отбора (первичный приемник для проб), и поэтому рекомендуется применять методы, которые не требуют переноса пробы во вторичный сосуд.

Не следует использовать для длительного хранения пробы пластмассовые контейнеры, если отсутствуют сведения о том, что пластмасса является подходящим (т. е. совместимым с пробой) материалом и не влияет на целостность пробы. Использование контейнеров, изготовленных из нелинейного полиэтилена, может привести к загрязнению пробы и (или) повреждению контейнера для пробы.



1 Клапан для отбора проб;
2 Прибор для измерения давления пробы;
3 Клапан предварительной нагрузки;
4 Выпускной клапан;
5 Сброс давления;
6 Цилиндр с постоянным давлением

Рисунок 13 – **Пример однопоршневого приемника для проб переменной вместимости, используемого при постоянном давлении**



1 Канал для отбора проб;
2 Перемешивающая лопасть;
3 Поршень;
4 Индикаторный стержень поршня;
5 Камера для отбора;
6 Отверстие для выпуска инертного газа;
7 Вводное отверстие для пробы

Рисунок 14 – **Пример двухпоршневого приемника для проб переменной вместимости**

5.6 Укупорочные средства контейнеров для проб

Для укупоривания приемников (контейнеров для проб) постоянной вместимости могут использоваться корковые пробки, пластмассовые или металлические завинчивающиеся крышки. Нельзя использовать резиновые пробки. Пробки должны быть хорошего качества и не содержать посторонних частиц или пыли. Они должны обладать достаточной мягкостью при вкручивании или сжатии и плотно располагаться в горлышке бутылки для предупреждения утечки или испарения. При необходимости можно использовать защитную крышку из соответствующего материала.

При отборе проб летучих жидкостей рекомендуется использовать завинчивающиеся крышки со сжимаемыми уплотнительными вставками, а не пробки.

Не рекомендуется повторное использование корковых пробок для других типов продуктов, так как сложно очистить их полностью, углеводороды могут проникать в пробку и вызывать загрязнение последующих проб. Повторное использование пробок допускается только для продуктов одного типа.

Завинчивающиеся крышки банок или бутылок должны быть снабжены прокладками из коркового материала, покрытого каким-либо другим материалом, устойчивым к воздействию нефтепродукта, или из упругой пластмассы. Корковые прокладки должны быть одноразовыми. Их следует извлекать перед очисткой завинчивающихся крышек, а затем устанавливать новые.

Подобные укупорочные средства могут использоваться для приемников проб переменной вместимости, применяемых при низком давлении, однако при высоком давлении такие приемники должны быть оснащены соответствующими клапанами. Дополнительно необходимо использовать крышки для герметизации мест присоединения клапанов приемников, применяемых при высоком давлении перед транспортированием их от места отбора проб до лаборатории.

5.7 Устройства для охлаждения пробы

Охлаждающий змеевик, изготовленный из бесшовной медной трубки или трубки из другого подходящего металла соответствующего внутреннего диаметра крепится к открытому переносному контейнеру таким образом, чтобы во время использования быть погруженным в воду или смесь воды с кубиками льда. Либо охлаждающий змеевик, по которому циркулирует охлаждающая жидкость, должен крепиться внутри закрытого контейнера.

Впускное отверстие трубки должно быть снабжено фланцем или другим устройством для присоединения пробоотборного клапана. Выпускное отверстие должно быть открытым.

Устройства для охлаждения пробы должны быть хорошо промыты перед тем, как собирать охлажденную пробу.

Необходимо предпринять меры, чтобы гарантировать использование устройства охлаждения пробы по назначению (7.2.3.2).

6 Меры безопасности

Особое внимание следует обратить на характер и степень риска при обращении с продуктом, из которого производят отбор проб, влияющих на характер мер безопасности, которые следует соблюдать. Руководство по мерам безопасности приведено в приложении А.

7 Методы отбора проб однородных жидких нефтепродуктов

7.1 Введение

В настоящем разделе описываются общие методы отбора проб однородных жидкостей. Дополнительные методы, которые применяются для отбора проб сырой нефти, неоднородных нефти и нефтепродуктов, приведены в разделе 8.

Если не указано иное, объединенные пробы должны отбираться в соответствии с методом, подходящим для конкретной цели.

Обычно отбирают пробы из верхнего слоя жидкости, из среднего слоя жидкости и из нижнего слоя жидкости; или пробы из верхнего слоя жидкости, из среднего слоя жидкости и пробу уровня всасывания (пробу из выпускного отверстия).

Минимальное количество проб должно соответствовать таблице 1.

Примечание – Если уровень жидкости менее 4,5 м, допускается отбирать меньше точечных проб, чем указано в таблице 1.

Таблица 1 – **Точечные пробы. Минимальные требования**

Уровень жидкости	Отбираемые пробы		
	Из верхнего слоя	Из среднего слоя	Из нижнего слоя
≤ 3 м		x	
> 3 м и ≤ 4,5 м	x		x
> 4,5 м	x	x	x

7.2 Меры предосторожности

7.2.1 Общие меры предосторожности

7.2.1.1 Проба не должна содержать продуктов, отличных от продукта, из которого отбирают пробу, если пробу переносят из первичного пробоотборника во вторичный контейнер, необходимо предпринять соответствующие меры для сохранения целостности пробы. Также необходимо предпринять соответствующие меры, чтобы исключить загрязнение пробы (например, дождевой водой или при конденсации паров), и по возможности применять метод отбора проб, который не требует переноса пробы и позволяет транспортировать пробу в лабораторию в сосуде, в который она была изначально помещена (в первичном приемнике для проб).

Примечание – При переносе пробы могут возникать:
a) потери легких фракций, приводящие к изменению плотности и давления паров;
b) изменение соотношения компонентов продукта и таких загрязняющих веществ, как вода и осадок.

7.2.1.2 Персонал, производящий отбор проб, должен быть проинструктирован о выполнении соответствующих процедур для конкретных случаев отбора проб. Необходимо выполнять специальные меры предосторожности при отборе проб для проведения испытаний и точно следовать установленным процедурам отбора проб для обеспечения достоверности результатов испытаний.

Специальные дополнительные меры предосторожности не приведены в настоящем стандарте, они должны быть установлены в соответствующих стандартах на продукцию и методы испытаний.

7.2.1.3 Пробы не отбирают из неперфорированных или бесщелевых труб скважин, если содержимое неперфорированных труб не является репрезентативным для общей наливной массы резервуара на одной глубине или находящейся за пределами трубопровода.

Пробы из неподвижных резервуаров, скважин обсадных труб или вертикальных труб отбираются только из трубопроводов, имеющих перфорационные отверстия, позволяющие свободное прохождение потока продукта через трубу.

Примечание – Свободное прохождение потока продукта через трубу обеспечивается рядом перфорационных отверстий диаметром 25 мм и находящихся на расстоянии 300 мм друг от друга.

7.2.1.4 При обращении с пробами необходимо использовать непроницаемые и устойчивые к воздействию отбираемого продукта оборудование, контейнеры, приемники или пробоотборники (5.1).

7.2.1.5 Необходимо тщательно осматривать все устройства для отбора проб, включая укупорочные средства, чтобы удостовериться, что они чистые и сухие.

7.2.1.6 Необходимо оставлять не менее 5 % незаполненного пространства в контейнере для проб с учетом возможности увеличения объема пробы. Если из емкости отбирают точечные пробы, то некоторое количество пробы может быть отлито из пробоотборника, но это должно быть сделано сразу же после его извлечения из емкости.

Примечание 1 – Не рекомендуется проводить декантирование (слив) пробы с целью получения незаполненного пространства, так как это может отрицательно повлиять на репрезентативность пробы, особенно, если имеется свободная вода или эмульсионный слой, но этого не всегда можно избежать.
Примечание 2 – Наличие незаполненного объема необходимо только в приемниках и контейнерах для проб постоянной вместимости, а не в приемниках для проб переменной вместимости.

7.2.1.7 Сразу же после заполнения и закрывания пробоотборника, приемника или контейнера для проб его осматривают, чтобы убедиться, что утечка продукта отсутствует.

7.2.1.8 Если требуется отбор проб большого объема, которые нельзя получить смешением проб более малого объема по причине летучести продукта или из других соображений, содержимое емкости тщательно перемешивают имеющимися средствами (например, циркуляцией с помощью перемешивающего устройства). Однородность продукта подтверждают, испытывая пробы, отобранные из различных уровней в соответствии с 4.2 и 8.2.1. Контейнер для проб должен быть заполнен через впускной клапан, проходящий до дна, боковой патрубок или выпускной клапан циркуляционного насоса.

7.2.2 Пробы для проведения специальных испытаний

Если пробы отбирают для определения веществ, содержащихся в незначительных количествах, например свинца, могут потребоваться специальные контейнеры для проб. Такие пробы отбирают непосредственно в специально подготовленные контейнеры. Используемые для отбора проб вспомогательные устройства и шнур ни в коем случае не должны загрязнять пробу. Для предотвращения случайного загрязнения требуются специальные меры (например, шнур пробоотборника необходимо смочить морской водой на палубе корабля перед тем как использовать его для отбора проб продукта для проведения анализов по определению содержания натрия, что предусмотрено требованиями к поставляемой продукции).

Если проба предназначена для проведения испытаний, к которым предъявляются особые требования, например коррозия медной или серебряной пластинки, пробы отбирают в посуду из темного стекла (или контейнера из другого подходящего материала) и защищают от воздействия света перед испытанием.

Примечание – Любой другой метод отбора пробы может повлиять на результаты испытания на коррозийную стойкость.

Если необходимо провести испытания по таким показателям как содержание воды, стойкость к окислению, содержание растворенных смол и т. д., в этом случае принимают соответствующие меры по обеспечению надлежащей подготовки контейнера для проб и его тщательной очистки от таких загрязняющих веществ, как гудрон или другие химические вещества.

7.2.3 Летучие продукты

7.2.3.1 При отборе проб летучих сырой нефти и нефтепродуктов для исключения потерь легких фракций, например, для определения плотности, давления паров или фракционного состава, продукты не переносят, не смешивают и не переливают из первоначального контейнера (контейнеров). Пробу перемещают и хранят в перевернутом положении для предупреждения потерь легких фракций через укупорочное средство.

7.2.3.2 В зависимости от состава и температуры жидкого продукта, температуры окружающей среды и целей, для которых отбирают пробу, должны быть приняты следующие меры предосторожности:

a) пробу пропускают через охлаждающее устройство в месте отбора проб;

b) контейнер для проб охлаждают до соответствующей температуры перед отбором проб;

c) применяют соответствующие меры для того, чтобы контейнер для пробы оставался холодным, пока он не будет опечатан;

d) применяют соответствующие меры для того, чтобы контейнер для пробы оставался холодным, пока он не будет доставлен в лабораторию.

При необходимости контейнеры для проб могут охлаждаться путем погружения в охлаждающую среду, например колотый лед, однако следует соблюдать особую осторожность, так как охлаждение пробы может привести к частичному выделению парафина и (или) других тяжелых компонентов.

Охлаждение таких проб может привести к выделению парафина или других тяжелых компонентов на стенках контейнера для проб, поэтому последующие отбираемые пробы могут не быть репрезентативными по сравнению с первоначальной пробой. Пробы сырой нефти следует охлаждать до температуры, которая не менее чем на 3 °С выше температуры образования парафина. В случаях, когда температура образования парафина выше температуры окружающей среды, первоначальную пробу необходимо подогреть перед тем, как осуществить отбор проб из контейнера.

7.2.4 Отбор проб с боковой поверхности резервуара и трубопровода

При отборе проб из резервуара или трубопровода должны быть приняты следующие дополнительные меры предосторожности:

a) перед проведением отбора проб с боковой поверхности резервуара или трубопровода тщательно промывают пробоотборную линию для удаления всего предыдущего содержимого пробоотборной линии;

b) при заполнении контейнеров для проб постоянной вместимости выпускной патрубок трубопровода должен иметь такую конструкцию, чтобы он доходил до дна контейнера для проб при отборе проб. При заполнении приемников для проб переменной вместимости должны быть доступны средства для промывки всей линии отбора проб до впускного клапана приемника для проб;

c) если продукт, из которого отбирают пробу, является летучим, необходимо охладить контейнер для проб до соответствующей температуры и при необходимости использовать устройство для охлаждения пробы (5.7), если оно является подходящим для этой цели (7.2.3.2);

d) если пробу отбирают из нефти, имеющей высокую температуру застывания, необходимо предусмотреть термоизоляцию пробоотборной линии или использовать средства для ее обогревания для предупреждения застывания пробы.

7.2.5 Маркировка и транспортирование

7.2.5.1 Тара с пробой должна иметь четкую маркировку; привязывание этикеток является предпочтительным. Маркировочные надписи на этикетках должны быть нестираемыми. Маркировка должна содержать следующую информацию:

– место отбора пробы;

– дата;

– фамилия, инициалы или другая идентифицирующая информация о пробоотборщике;

– характеристика материала;
– количество пробы;
– номер резервуара, номер (и тип) тары, наименование судна;
– тип пробы;
– используемое устройство для отбора проб или пробоотборник;
– любая дополнительная информация об отборе проб.

7.2.5.2 Если пробы будут перемещаться, все соответствующие правила транспортирования должны быть соблюдены. Необходимо принять соответствующие меры для предупреждения загрязнения пробы при открывании, обеспечивая, чтобы используемый упаковочный материал не загрязнял пробу.

7.3 Отбор проб из резервуаров

7.3.1 Неподвижные резервуары

7.3.1.1 Вертикальные цилиндрические резервуары

7.3.1.1.1 Отбор точечных проб

Пробоотборник опускают до тех пор, пока его отверстие не окажется на требуемой глубине, открывают его соответствующим образом и держат на требуемом уровне, пока он заполнится.

Пробоотборник достают и либо сливают небольшую часть пробы обратно в резервуар для образования незаполненного объема перед тем, как опечатать пробу, либо аккуратно переносят всю пробу во вторичный приемник для пробы.

В условиях жаркого климата или в случае, когда существует значительная разница между температурой пробоотборника и температурой продукта, из которого отбирается проба, температуру пробоотборника необходимо довести до температуры содержимого резервуара, медленно поднимая и опуская его в резервуаре в течение 1 – 2 мин на глубину приблизительно ± 300 мм перед срабатыванием впускного механизма.

При проведении отбора проб на разных уровнях пробы последовательно отбирают с верхнего до нижнего уровня для того, чтобы исключить перемешивание продукта в более низком слое.

Зонный пробоотборник (с широкими верхними и донными клапанами, которые обеспечивают приток содержимого резервуара в пробоотборник по мере его спускания), опускают, управляя им, до требуемой глубины. Закрывают клапан(ы), как только спуск пробоотборника прекратится, и сразу же вынимают пробу. Пробу аккуратно переносят во вторичный приемник для проб.

Если конструкция зонного пробоотборника не обеспечивает полное промывание во время опускания, перед тем, как закрыть клапан(ы), рекомендуется два или три раза поднять и опустить пробоотборник после того, как он достигнет места отбора точечной пробы. Подъем и спускание следует осуществлять на расстояние не менее высоты пробоотборника.

При отборе верхней пробы открытый пробоотборник (контейнер для проб) осторожно опускают, пока его горлышко не окажется над самой поверхностью жидкости, и затем позволяют пробоотборнику резко упасть на 150 мм ниже уровня поверхности. Когда пробоотборник заполнится, на что укажет прекращение появления пузырьков воздуха, его извлекают и выполняют действия, установленные для отбора обычных точечных проб.

7.3.1.1.2 Объединенные пробы

Объединенная проба может быть составлена из репрезентативных точечных проб, отборанных из одного резервуара (например, путем объединения точечных проб из верхнего, среднего и из нижнего слоев жидкости), или объединением отобранных репрезентативных точечных проб из отдельных резервуаров, чтобы получить представление о составе большого количества продукта (например, несколько корабельных или баржевых резервуаров с одним и тем же продуктом). Объединенные пробы должны включать весь продукт, собранный в первичном устройстве для отбора проб. Объем пробы, отбираемой первичным устройством для отбора проб, должен быть таким, чтобы все содержимое поместилось бы вместе с содержимым других точечных проб в контейнере для транспортирования. Объединение точечных проб, объем которых уменьшен по сравнению с объемом ранее отобранных проб, выполняют только в лаборатории с необходимым оборудованием для обеспечения соответствующего смешивания и проведения измерений объемов отобранных проб.

Для получения объединенной пробы любого типа отдельно отобранных репрезентативных проб переносят в контейнер для объединенной пробы и аккуратно их смешивают. Отобранные пробы должны иметь объем, прямо пропорциональный тому количеству продукта, которое каждая из них представляет.

Если отобранные пробы, подлежащие объединению, отобраны из резервуара с непостоянной площадью поперечного сечения (или из многосекционных резервуаров), процесс составления проб требует точного расчета и измерения объема этих проб для сохранения репрезентативного характера пробы. По возможности эти действия выполняют в контролируемых лабораторных условиях.

Примечание – Испарение легких фракций, конденсация воды и прилипание осадка к стенке пробоотборника может повлиять на репрезентативность объединенной пробы (проб) (7.2.3).

Объединенные пробы для испытаний не составляют, если они не требуются специально или если это не согласовано между заинтересованными сторонами. В противном случае испытывают отдельные точечные пробы, а общее значение вычисляют по результатам отдельных испытаний с учетом объема каждой пробы.

7.3.1.1.3 Отбор донных проб

Пробоотборник для отбора донных проб опускают до тех пор, пока он не достигнет в вертикальном положении дна резервуара для того, чтобы открылся клапан и началось заполнение пробоотборника. После извлечения пробоотборника его тщательно проверяют на утечку. Если обнаруживается утечка, пробу бракуют, очищают пробоотборник для отбора донных проб и повторно проводят отбор проб. При необходимости содержимое переносят во вторичный контейнер для проб, принимают меры для того, чтобы каждая проба была перенесена полностью, включая любую воду или осадок, которые могут осесть на внутренних стенках первичного пробоотборника для отбора донных проб.

7.3.1.1.4 Отбор проб с поверхности раздела слоев

Пробоотборник опускают с открытыми клапанами, чтобы жидкость могла промыть устройство. На требуемом уровне закрывают клапан(ы) и извлекают пробоотборник из продукта.

Если используется прозрачная трубка, любая существующая поверхность раздела может быть визуально определена через стенку пробоотборника и ее уровень в резервуаре можно определить по отметке на его градуированной стенке. Проверяют, чтобы клапаны были закрыты должным образом; в противном случае делают повторный отбор проб.

Примечание – Пробу можно сохранить для проведения испытания.

7.3.1.1.5 Отбор проб с боковой поверхности резервуара

Данный метод не рекомендуется использовать в случае необходимости перемещения пробы или расчета количества жидкого продукта, и поэтому его используют только в тех случаях, когда не возможно применить никакой другой метод.

Диаметр впускного отверстия вентилей в местах отбора проб должен быть не менее 12,5 мм и они должны быть монтированы на боковой поверхности резервуара через равные промежутки с помощью соединительных деталей и углублены в резервуар не менее чем на 150 мм, за исключением резервуаров с плавающей крышей, для которых указанное не является возможным. Нижняя соединительная деталь должна находиться на одном уровне с нижней поверхностью всасывающей трубы (7.2.4).

До проведения отбора проб промывают выпускной канал или присоединительный патрубок клапана продуктом, из которого будет отобрана проба, после чего наполняют пробой приемник или контейнер для проб.

Предупреждение – При отборе проб под давлением следует аккуратно открывать вентиль. Не следует производить очистку засоренного присоединительного патрубка стержнем при открытом клапане.

Если уровень содержимого резервуара находится ниже верхнего или среднего пробозаборного устройства, из резервуара, имеющего три пробозаборных устройства, пробу отбирают следующим образом:

а) если уровень содержимого находится ближе к верхнему пробозаборному устройству, чем к среднему, берут две трети объема пробы из среднего пробозаборного устройства и одну треть из нижнего;

в) если уровень содержимого находится ближе к среднему пробозаборному устройству, чем к верхнему, отбирают одну вторую объема пробы из среднего пробозаборного устройства и одну вторую из нижнего. Если уровень содержимого находится ниже среднего пробозаборного устройства, все пробы отбирают из нижнего пробозаборного устройства.

7.3.1.1.6 Отбор средней пробы из нескольких слоев жидкого продукта

Различные типы оборудования, применяемого для отбора проб, приведены в 5.2.6. Пробоотборники для отбора средней пробы из нескольких слоев жидкости могут быть «нисходящего» или «восходящего» типа. Так как приемник для проб заполняется, двигаясь в одном направлении по содержимому резервуара, процедуры для отбора проб с помощью пробоотборников «нисходящего» и «восходящего» типов отличаются.

При использовании устройств промышленного производства необходимо соблюдать инструкции изготовителя.

Отбор средней пробы с помощью пробоотборника «восходящего» типа из нескольких слоев жидкости с использованием пробоотборника в каркасе (или утяжеленного пробоотборника) осуществляют следующим образом. Бутылку или сосуд пробоотборника укупоривают и опускают его на дно резервуара (избегая попадания находящейся на дне свободной воды). Шнур резко дергают, чтобы извлечь пробку, и поднимают пробоотборник на поверхность с равномерной скоростью не останавливаясь. Необходимо выбрать такую скорость подъема, чтобы при извлечении из продукта бутылка или сосуд были заполнены не менее чем на 80 %, но не более чем на 90 % вместимости. Бутылку сразу же укупоривают или всю пробу из утяжеленного пробоотборника аккуратно переносят во вторичный приемник для транспортирования проб (5.2.6).

Если при извлечении из жидкости пробоотборник для отбора средней пробы из нескольких слоев жидкости постоянной вместимости заполнен менее чем на 90 %, можно предположить, что отбор был произведен из всех слоев продукта во время продвижения пробоотборника по содержимому резервуара. Если при извлечении из жидкости пробоотборник заполнен более чем на 90 %, проба не может считаться репрезентативной, она не должна использоваться в дальнейшем и должен быть проведен повторный отбор пробы при более высокой скорости подъема пробоотборника.

Примечание 1 – Использование пробоотборников для отбора средней пробы из нескольких слоев жидкости постоянной вместимости нежелательно в случае необходимости перемещения пробы или расчета количества жидкого продукта, так как такие устройства не могут заполняться с одинаковой скоростью. Кроме того, оператор может не суметь опустить или поднять пробоотборник со скоростью, необходимой для пропорционального заполнения, которое приблизительно пропорционально квадратному корню значения глубины погружения.

Пробоотборники для отбора средней пробы из нескольких уровней жидкости переменной вместимости предназначены для заполнения продуктом пропорционально расстоянию прохождения через содержимое резервуара.

Критерии отбора пробы приведены в 5.2.6.

Примечание 2 – Если на дне резервуара образовывается свободная вода, необходимо предпринять меры предосторожности при работе с пробоотборником для отбора средней пробы из нескольких уровней жидкости «нисходящего» типа с открывающимся дном. Некоторые пробоотборники имеют регулируемую выдвижную «лапку» для защелкивания запорного элемента прямо над поверхностью свободной воды.

7.3.1.1.7 Средняя проба из нескольких уровней резервуара

Различные виды применяемого для отбора проб оборудования приведены в 5.2.5.

Примечание – Использование пробоотборников для отбора средней пробы из нескольких уровней резервуара постоянной вместимости нежелательно в случае перемещения пробы или расчета количества жидкого продукта, так как такие устройства не могут заполняться с одинаковой скоростью. Кроме того, оператор может не суметь опустить или поднять пробоотборник со скоростью, необходимой для пропорционального заполнения, которое приблизительно пропорционально квадратному корню значения глубины погружения.

Отбор средней пробы из нескольких уровней резервуара с использованием пробоотборника в каркасе (или с помощью утяжеленного пробоотборника), снабженного при необходимости соответствующим устройством ограничения скорости заполнения, осуществляют следующим образом. Открытый металлический пробоотборник, бутыль или пробоотборник в каркасе опускают с поверхности жидкости на дно резервуара (избегая попадания находящейся на дне свободной воды) и поднимают на поверхность с постоянной скоростью, не останавливаясь при смене направления движения. Необходимо выбрать такой размер впускного отверстия и (или) такую скорость подъема и опускания пробоотборника, чтобы при извлечении из жидкости он был заполнен не менее чем на 80 %, но не более чем на 90 % вместимости. Бутылку сразу же или укупоривают или всю пробу из утяжеленного пробосборника аккуратно переносят во вторичный приемник для транспортирования (5.2.5).

При отборе средней пробы из нескольких уровней резервуара при помощи пробоотборника промышленного изготовления устанавливают размер впускного отверстия, подходящий для отбора проб в зависимости от глубины и вязкости продукта, и соблюдают инструкции изготовителя. Если объем отобранной пробы составляет более 95 % вместимости пробоотборника, пробу бракуют, устанавливают другой размер впускного отверстия и (или) меняют скорость опускания и подъема, чтобы отобрать пробы необходимого объема.

Если при извлечении из жидкого продукта пробоотборник для отбора средней пробы из нескольких уровней резервуара постоянной вместимости заполнен не более чем на 90 %, можно предположить, что продукт заполнял его на всех уровнях при его продвижении по содержимому резервуара. Если при извлечении из жидкости пробоотборник заполнен более чем на 90 %, проба не является репрезентативной и не может быть использована в дальнейшем, производят повторный отбор проб при помощи пробоотборника с впускным отверстием меньшего размера и (или) при более высокой скорости подъема и опускания пробоотборника. Если на дне резервуара имеется свободная вода, необходимо предпринять меры предосторожности при работе с пробоотборниками для отбора средней пробы из нескольких уровней резервуара,

Свободная вода обычно не должна содержаться в таких пробах, но ее количество следует определять отдельно посредством измерений или отбор донных проб следует проводить с помощью пробоотборника для отбора проб с поверхности раздела.

7.3.1.2 Отбор проб из горизонтальных цилиндрических и эллиптических резервуаров

Если не установлено иное, отбор проб следует производить так же, как и отбор точечных проб в соответствии с 7.3.1.1.1 из уровней, указанных в таблице 2. Для получения объединенной пробы в соответствии с 7.3.1.1.2, точечные пробы смешивают в соотношении, указанном в таблице 1.

Примечание – По согласованию сторон может быть достаточным отбор точечной пробы на уровне, соответствующем 50 % объема содержимого резервуара. В качестве альтернативного возможно использование какого-либо другого метода, приведенного в 7.3.1.1.

Таблица 1 – **Отбор проб из горизонтальных цилиндрических резервуаров**

Высота жидкости в процентном соотношении	Уровень отбора проб в процентах относительно дна			Объединенная проба (соотношение частей)		
	Верхний	Средний	Нижний	Верхний	Средний	Нижний
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 Резервуары других геометрических форм

Отбор точечных проб из сферических резервуаров или резервуаров неправильной формы производят в соответствии с 7.3.1.1.1. Определяют уровни, из которых должны отбираться пробы, и учитывают распределение объема по высоте резервуара.

7.3.1.4 Резервуары, оснащенные паростопорными клапанами

7.3.1.4.1 Для отбора проб используют переносной пробоотборник, совместимый с паростопорным клапаном, установленным на резервуаре, или специальный герметичный переходник. Пробоотборник, выбранный в соответствии типом отбираемой пробы (т. е. точечной, зонной, донной пробы, пробы с поверхности раздела, средних проб из нескольких уровней резервуара или из нескольких слоев жидкости), прикрепляют к подвесному устройству на шнуре (тросе). Устанавливают любое дополнительное устройство открывания клапана для отбора проб, а в случае использования пробоотборников для отбора средних проб из нескольких уровней резервуара или из нескольких слоев жидкости, выбирают необходимый размер впускного отверстия.

7.3.1.4.2 Перед тем как снять защитную крышку (колпачок), необходимо убедиться в том, что паростопорный клапан полностью закрыт. Проверяют, чтобы поверхность клапана, соприкасающаяся с поверхностью пробоотборника, не была загрязнена какими-либо посторонними веществами, что могло бы препятствовать правильному креплению пробоотборника и обеспечению герметичности соединения.

Примечание – Непрерывность заземления обеспечивается через контактное соединение пробоотборника с резервуаром, однако также может быть использовано отдельное заземляющее устройство.

7.3.1.4.3 Пробоотборник присоединяют к клапану и проверяют правильность соединения перед тем, как его зажать, чтобы зафиксировать в нужном положении. Если пробоотборник оснащен отдельным заземляющим устройством, его присоединяют к соответствующей части резервуара для обеспечения непрерывности заземления.

7.3.1.4.4 Полностью открывают паростопорный клапан и осторожно опускают пробоотборник в резервуар, разматывая ручку механизма намотки шнура или троса пробоотборника.

В зависимости от типа используемого пробоотборника (т. е. для отбора точечной пробы, средней пробы из нескольких уровней резервуара, средней пробы из нескольких слоев жидкости и т. д.) пробу(ы) отбирают в соответствии с методами, приведенными в 7.3.1.1. При извлечении пробы необходимо убедиться в том, что пробоотборник полностью поднят над паростопорным клапаном перед тем, как закрыть клапан. После извлечения пробы необходимо убедиться в том, что паростопорный клапан полностью закрыт перед тем, как открыть пробоотборник и (или) перенести пробу во вторичный приемник.

7.3.1.4.5 Если проба была отобрана с применением пробоотборника с ограниченной системой, с ней обращаются точно так же, как с аналогичными пробами открытого способа отбора проб (7.3.1.1), и при необходимости переносят ее во вторичный приемник для транспортирования проб.

Если проба была отобрана с применением пробоотборника с закрытой системой, то ее переносят полностью из герметичного корпуса пробоотборника в приемник для транспортирования проб постоянной или переменной вместимости.

Примечание – Перед повторным использованием пробоотборника с ограниченной или с закрытой системой необходимо проверять чистоту внутренних деталей пробоотборника.

7.3.1.5 Герметизированные резервуары с клапанными соединениями в местах отбора проб

Некоторые герметизированные резервуары, такие как сферические резервуары для сжиженного газа и др., могут быть оснащены зондами для отбора проб содержимого с различных уровней резервуара. В качестве альтернативных для отбора проб из герметизированных резервуаров могут использоваться клапанные устройства. Иногда применяют один из методов отбора проб в герметизированные приемники, приведенный в 7.4.3.

7.3.2 Отбор проб из судов и барж

7.3.2.1 Общие положения

Если применение открытого способа отбора проб является приемлемым, то используют методы, приведенные в 7.3.1.1, 7.3.2.2 – 7.3.2.4. При использовании ограниченного или закрытого способа отбора проб применяют методы, приведенные в 7.3.1.4, 7.3.2.2 – 7.3.2.4.

Требования безопасности и природоохранное законодательство могут ограничивать выброс паров углеводородов в атмосферу во время обращения с грузом на суднах и баржах. Это требует ограничения и в некоторых случаях запрещения применения традиционных методов отбора проб грузов через открытые замерные люки или смотровые окна. Поэтому в настоящее время в контрактах на фрахтование судна оговаривается обязательное требование, что все суда должны иметь средства для ограниченного или закрытого измерения и отбора проб, и что доступ к грузам резервуаров должен осуществляться только через паростопорные клапаны.

Паростопорные клапаны следует устанавливать в соответствии с требованиями Классификационного общества по морским судам и администрации соответствующего порта.

Примечание – Общий груз судна обычно распределяется в ряд отделений (отсеки), которые могут отличаться по размеру и форме. Некоторые отсеки резервуара судов и барж могут иметь разное соотношение объема и высоты продукта, и поэтому некоторые типы проб могут не быть репрезентативными. В таких случаях желательно отбирать точечные пробы из каждого отсека; однако ограничение во времени, связанное с перевозками, обычно вызывает необходимость отбора средней пробы из нескольких слоев жидкости или средней пробы из нескольких уровней резервуара.

7.3.2.2 Отбор проб из емкостей, содержащих неинертный газ и негерметизированных

Если применение открытого способа отбора проб является приемлемым, то используют методы, приведенные в 7.3.1.1.

При использовании ограниченного или закрытого способа отбора проб применяют один из методов, приведенных для отбора проб из резервуаров, оборудованных паростопорными клапанами (7.3.1.4).

7.3.2.3 Отбор проб из емкостей, содержащих инертный газ, но разгерметизированных

При отборе проб из емкостей, содержащих инертный газ, но разгерметизированных, применяют методы и меры предосторожности, приведенные в 7.3.2.2.

7.3.2.4 Отбор проб из емкостей, содержащих инертный газ и герметизированных

При отборе проб из емкостей, содержащих инертный газ и герметизированных, применяют соответствующее устройство для ограниченного или закрытого способа отбора проб (5.2.7 и 7.3.1.4).

7.3.3 Отбор проб из железнодорожных цистерн

Если применение открытого способа отбора проб из цистерн является приемлемым, то используют методы, приведенные для горизонтальных цилиндрических резервуаров (7.3.1.2). При использовании ограниченного или закрытого способа отбора проб, применяют один из методов, описанных для отбора проб из резервуаров, оборудованных паростопорными клапанами (7.3.1.4).

Если установлено, что отбор проб из определенного количества цистерн состава, в которых содержится один и тот же продукт, является приемлемым, пробы следует отбирать из тех цистерн, которые выбираются по плану выборочного контроля в соответствии с методами, приведенными в 11.1.4.

7.3.4 Отбор проб из автоцистерн

Если применение открытого способа отбора проб является приемлемым, то используют методы, приведенные для горизонтальных цилиндрических резервуаров или резервуаров других геометрических форм (7.3.1.2 и 7.3.1.3). При использовании ограниченного или закрытого способа отбора проб применяют один из методов, приведенных для отбора проб из резервуаров, оборудованных паростопорными клапанами (7.3.1.4).

7.4 Отбор проб из трубопровода

Иногда необходимо проводить ручной динамический отбор проб из трубопровода, например, для целей верификации и контроля качества. Такие пробы являются точечными пробами, которые могут быть или не быть репрезентативными пробами всего продукта, транспортируемого наливом.

7.4.1 Неоднородные жидкости

Отбор проб осуществляют в соответствии с разделом 8.

7.4.2 Однородные жидкости

Отбор проб однородных жидких продуктов осуществляется из соответствующего пробозаборного устройства трубопровода (5.4.2). Перед отбором пробы промывают линию отбора проб и соединительный патрубок клапана продуктом, из которого будет отобрана проба, после чего заполняют пробой контейнер или преемник, учитывая меры предосторожности, указанные в 5.4, 7.2.4 и 7.4.3.

Содержимое трубопровода может находиться под давлением, поэтому необходимо соблюдать специальные меры предосторожности и использовать оборудование, установленное процедурой (раздел 6). Рекомендуется, чтобы в каждой точке отбора проб был помещен манометр для измерения давления перед отбором проб. Место отбора проб должно иметь маркировку, которую необходимо актуализировать в случае каких-либо изменений.

7.4.3 Отбор точечных проб жидкостей с высоким давлением паров

7.4.3.1 Отбор проб в однопоршневые приемники для проб переменной вместимости

7.4.3.1.1 Сущность метода

Пробы из жидкого продукта отбирают при давлении, равном давлению в трубопроводе; такое же или более высокое давление поддерживается во время транспортирования и последующих отборов проб. Пример типового однопоршневого приемника приведен на рисунке 13. Проба собирается с одной стороны свободнодвижущегося поршня в результате постепенного снижения давления инертного газа с обратной стороны поршня.

7.4.3.1.2 Выбор приемника и испытание его на утечку

Выбирают приемник необходимой вместимости и номинальным рабочим давлением, превышающим давление в трубопроводе. Убеждаются в том, что эластомерный материал уплотнения поршня совместим с жидким продуктом, находящимся в трубопроводе, и может применяться при температуре в трубопроводе. Приемник должен быть чистым и сухим.

Приемник для проб заполняют инертным газом, создавая давление на 100 кПа (1 бар) больше, чем предполагаемое давление в трубопроводе, и испытывают его на утечку. Уплотнительные прокладки поршня приемника испытывают на утечку, воздействуя на каждую сторону по очереди таким же давлением, в то время как другая сторона остается открытой. Если в клапане, фитинге или уплотнительной прокладке обнаруживают утечку, их заменяют и повторно проводят испытание или используют другой приемник для проб.

7.4.3.1.3 Предварительное заполнение приемника

Открывают впускной клапан. Присоединяют приемник к месту подачи инертного газа и медленно создают давление, как минимум, на 100 кПа (1 бар) выше давления в трубопроводе для того, чтобы поршень полностью переместился к торцевой крышке впускного клапана. Закрывают все клапаны и прекращают подачу инертного газа. Предварительно заполненный приемник перемещают к месту отбора пробы.

7.4.3.1.4 Продувка точек отбора проб в трубопроводе и приемника

Впускной клапан предварительно заполненного приемника присоединяют к месту отбора проб.

Если приемник для проб имеет только один впускной клапан, его оставляют закрытым и продувают линию отбора проб и трубопровод до закрытого клапана сливного патрубка (или по другому безопасному сливному устройству, например линии отвода газа).

Некоторые приемники для проб имеют дополнительный торцевой клапан, который позволяет более тщательно продувать ту сторону приемника, с которой поступает проба. При использовании приемника такого типа продувают всю емкость, присоединяя второй клапан к сливному патрубку и открывая оба клапана. После полной продувки системы второй клапан (т. е. выпускной клапан) закрывают и регулируют заполнение, постепенно снижая давление инертного газа с другой стороны приемника (7.4.3.1.5).

7.4.3.1.5 Заполнение приемника

При заполнении приемника для проб с одним впускным клапаном впускной клапан медленно открывают. Приемник с двумя клапанами будет готов к заполнению, как только торцевой впускной клапан закрывают после завершения продувки.

На этом этапе заполнения поршень не должен двигаться, потому что давление газа выше давления в трубопроводе. Если же он будет двигаться, пробу бракуют и используют другой приемник. Во избежание образования трещины осторожно открывают торцевой клапан для впуска инертного газа для постепенного снижения давления инертного газа и заполняют приемник не более чем на 80 % от его номинальной вместимости.

Во время отбора проб разница значений давления с двух сторон поршня (с пробой и инертным газом) не должна превышать 100 кПа (1 бар).

Закрывают впускной клапан, снижают давление на линии отбора проб в трубопроводе, из которого отбирают пробу, до сливного патрубка перед тем, как отсоединить приемник от места отбора проб. Затем присоединяют клапан для впуска инертного газа к месту подачи инертного газа и увеличивают давление инертного газа до значения, как минимум, на 100 кПа (1 бар) выше значения давления в трубопроводе. Приемник для проб отсоединяют и как можно быстрее перемещают в лабораторию.

7.4.3.2 Отбор проб в двухпоршневые приемники для проб переменной вместимости

7.4.3.2.1 Сущность метода

Пробы из жидкого продукта отбирают при давлении, равном давлению в трубопроводе; такое же (или более высокое) давление поддерживается во время транспортирования и последующих отборов проб. Пример типового двухпоршневого (со смесителем внутри) приемника приведен на рисунке 14. Проба собирается со стороны только одного из свободнодвижущихся поршней в результате постепенного снижения давления инертного газа с обратной стороны этого поршня. Во время отбора пробы на второй поршень оказывается значительно большее давление инертного газа, чем давление в трубопроводе, чтобы приемник не переполнился.

Перед проведением отбора первичной пробы для анализа она может быть гомогенизирована путем многократного пропускания всего объема пробы через узкие поперечные отверстия в центральной перегородке. Это достигается путем поочередного снижения давления с обратной стороны каждого поршня (при этом давление пробы поддерживается выше давления насыщения). Эффективность этой многоступенчатой гомогенизации пробы можно подтвердить проведением испытаний ввода (отбора) в контролируемых условиях. Поэтому рекомендуется использовать двухпоршневые приемники для одновременного отбора точечных проб, которые используют для калибровки и поверки автоматических анализаторов содержания воды в трубопроводах высокого давления (например, при добыче нестабилизированной сырой нефти или конденсата для финансового учета или расчета ассигнования).

7.4.3.2.2 Выбор приемника для проб и испытание его на утечку

Рабочий объем (объем пробы) двухпоршневого приемника переменной вместимости составляет только 50 % от всей его вместимости. Используют приемник необходимой вместимости и номинальным рабочим давлением, превышающим давление в трубопроводе. Убеждаются в том, что эластомерный материал уплотняющей прокладки поршня совместим с жидким продуктом, находящимся в трубопроводе, и может применяться при соответствующей температуре в трубопроводе. Приемник для проб должен быть чистым и сухим. Проводят испытания на утечку всех элементов приемника, как указано в 7.4.3.1.2. Если в клапане, фитинге или уплотняющей прокладке обнаруживают утечку, их меняют и повторно проводят испытание.

7.4.3.2.3 Предварительное заполнение приемника

Открывают впускной клапан. Поочередно подсоединяют оба впускных клапана к месту подачи инертного газа и постепенно создают давление, которое, как минимум, на 500 кПа (5 бар) выше давления в трубопроводе для того, чтобы оба поршня полностью переместились к центральному впускному отверстию (разделительной перегородке). Закрывают все клапаны и прекращают подачу инертного газа. Предварительно заполненный приемник перемещают к месту отбора пробы.

7.4.3.2.4 Продувка точек отбора проб в трубопроводе и приемнике

Впускной клапан предварительно заполненного инертным газом приемника присоединяют к месту отбора проб. Присоединяют выпускной канал для пробы (переходной клапан с перегородкой) к закрытому сливному патрубку или другому безопасному сливному устройству.

Полностью открывают клапан выпускного канала приемника и частично открывают впускной клапан приемника (приблизительно на четверть). Медленно открывают клапан в месте отбора пробы на трубопроводе, чтобы полностью очистить место отбора проб на трубопроводе и приемник для пробы. Регулируют скорость потока поступления жидкости в приемник для проб, осторожно открывая впускной клапан, а затем клапан в месте отбора пробы, пока весь объем не будет полностью очищен.

7.4.3.2.5 Заполнение приемника для проб

Клапан выпускного канала приемника закрывают сразу же после завершения продувки. На этом этапе заполнения ни один поршень не должен двигаться, потому что давление инертного газа выше давления в трубопроводе.

Во избежание образования трещин медленно открывают один (но не оба) из торцевых впускных клапанов для поступления инертного газа для постепенного снижения давления инертного газа на одной стороне приемника. Снижение давления инертного газа позволит пробе собраться в рабочей части приемника под действием разности давлений в трубопроводе и инертного газа. Клапан поступления инертного газа следует тщательно отрегулировать для обеспечения надлежащего контроля скорости потока поступления пробы. Во время сбора пробы разница давлений в трубопроводе и рабочего инертного газа не должна превышать 100 кПа (1 бар).

Когда индикатор местонахождения поршня указывает, что приемник заполнен приблизительно на 90 % от вместимости заполняемой части приемника (т. е. примерно на 45 % от номинальной вместимости), клапаны закрывают.

Снижают давление на линии отбора пробы трубопровода через сливной патрубок перед отсоединением приемника от места отбора проб. Затем присоединяют к месту подачи инертного газа впускной клапан и увеличивают давление инертного газа, как минимум, на 100 кПа (1 бар) выше давления в трубопроводе. Выравнивать давление инертного газа с обратной стороны каждого поршня не требуется, но это можно сделать при условии, что конечное давление остается выше давления в трубопроводе. Отсоединяют приемник и сразу же перемещают его в лабораторию.

7.4.3.3 Отбор проб в приемники постоянной вместимости

7.4.3.3.1 Сущность метода

Пробы из жидкого продукта отбирают при давлении, равном давлению в трубопроводе; такое же давление поддерживают во время транспортирования и последующих отборов проб. Необходимо обеспечить наличие незаполненного объема в приемнике постоянной вместимости сразу же после отбора пробы для предотвращения увеличения давления пробы в результате теплового расширения во время транспортирования или хранения.

Если давление паров жидкого продукта, из которого отбирают пробу, близко к давлению в трубопроводе, снижение давления в пробе, связанное с созданием незаполненного пространства, может привести к разделению фаз, что может значительно осложнить последующий отбор репрезентативной пробы. Для обеспечения поддержания пробы при давлении, необходимом для предотвращения разделения фаз, обычно используют приемник для проб переменной вместимости (7.4.3.1 или 7.4.3.2). Для охлажденной жидкости следует учитывать воздействие низких температур на материал уплотнительной прокладки поршней приемника.

Используют четыре вида приемников постоянной вместимости в зависимости от того, оборудованы ли они:

a) одним или более впускными или выпускными клапанами;

b) внутренней трубкой с незаполненным пространством или без него.

Приемники с двумя клапанами легче продувать перед отбором проб, хотя трубка упрощает образование незаполненного объема в приемнике (20 % от всей вместимости) после отбора проб.

Примечание – Внутренняя трубка с незаполненным пространством в приемнике для проб постоянной вместимости может называться трубкой свободного объема для расширения жидкости или трубкой для погружения.

7.4.3.3.2 Выбор приемника и испытание на утечку

Рабочий объем (объем пробы) приемника для проб постоянной вместимости обычно на 20 % меньше номинальной вместимости, что допускает возможность создания необходимого незаполненного объема. Выбирают приемник необходимой вместимости и номинальным рабочим давлением, превышающим давление в трубопроводе. Проводят испытания приемника для пробы и разрывной мембраны на герметичность. Удостоверяются, что приемник чистый и сухой.

Приемник для проб заполняют инертным газом, создавая давление, как минимум, на 100 кПа (1 бар) больше, чем предполагаемое давление в трубопроводе, и испытывают его на утечку. Если в клапане или фитинге обнаруживают утечку, его меняют и повторно проводят испытание или используют другой приемник.

7.4.3.3.3 Промывание мест отбора проб в трубопроводе

Если приемник для проб имеет внутреннюю трубку с незаполненным объемом, определяют, какой клапан соединен с трубкой и присоединяют этот клапан к месту отбора проб. Если у приемника есть второй клапан, то этот клапан присоединяют к закрытому сливному патрубку или другому безопасному сливному устройству. Убеждаются, что все клапаны закрыты.

Непрерывность заземления обычно обеспечивается за счет соединения металлического штуцера приемника с местом отбора проб, однако иногда может потребоваться наличие отдельного заземления.

Промывают линию отбора пробы, пропуская продукт в количестве, составляющем не менее 150 % от вместимости линии (от зонда для отбора пробы в трубопроводе до места отбора пробы) к выпускному клапану в месте отбора проб. Затем выпускной клапан закрывают.

7.4.3.3.4 Промывание контейнера для пробы

Если приемник для проб имеет один впускной клапан, его открывают, чтобы частично заполнить приемник. Затем закрывают распределительный клапан трубопровода, из которого поступал жидкий продукт, и открывают выпускной клапан трубопровода, чтобы промыть приемник. Закрывают выпускной клапан и повторяют частичное заполнение и процесс слива не менее двух раз для более тщательной промывки приемника.

Если приемник имеет два клапана, впускной клапан открывают для частичного заполнения приемника. Затем медленно открывают выпускной клапан приемника. Закрывают распределительный клапан трубопровода, из которого поступал жидкий продукт, и позволяют части содержимого приемника вытечь через выпускной клапан приемника. Закрывают выпускной клапан приемника и открывают выпускной клапан трубопровода для повторного промывания. Закрывают выпускной клапан трубопровода, из которого поступал жидкий продукт, повторяют частичное заполнение и процесс слива не менее двух раз для более тщательного промывания приемника для проб.

7.4.3.3.5 Заполнение приемника

После завершения промывания приемника открывают распределительный клапан трубопровода, чтобы заполнить приемник, затем закрывают впускной клапан приемника. После этого закрывают распределительный клапан трубопровода, из которого поступал жидкий продукт, открывают выпускной клапан трубопровода для снижения давления в трубопроводе. Затем закрывают остальные клапаны трубопровода и отсоединяют приемник.

7.4.3.3.6 Образование незаполненного объема в приемнике для проб для обеспечения безопасности

После заполнения приемника в нем должен быть образован 20 %-ный незаполненный объем. Этого можно достичь, используя приемник, в котором есть трубка с незаполненным объемом, или путем взвешивая приемника для определения количества пробы.

При наличии в приемнике трубки с незаполненным объемом его устанавливают вертикально, чтобы впускной клапан и трубка с незаполненным объемом были вверху.

Примечание 1 – В целях электростатической безопасности приемник целесообразно заземлить перед следующей процедурой частичного промывания.

Медленно открывают впускной клапан приемника, пока жидкость не начнет вытекать. Жидкости дают возможность вытекать до тех пор, пока она начнет быстро превращаться в пар, после этого клапан закрывают.

Если при открывании впускного клапана приемника жидкость не вытекает, значит приемник не был заполнен полностью и проба не будет репрезентативной. В этом случае пробу бракуют и повторяют процедуру отбора проб.

При использовании процедуры взвешивания заполненный приемник взвешивают и вычитают массу приемника, чтобы определить массу отобранной пробы. Вычисляют массу части пробы, которая составляет 20 %, и сливают это количество, медленно открывая впускной клапан приемника.

Примечание 2 – В целях электростатической безопасности приемник целесообразно заземлить перед выполнением продувания.

Впускной клапан приемника закрывают и повторно взвешивают приемник, чтобы убедиться в наличии незаполненного объема. Если масса брутто превышает массу приемника на 80 % от массы первоначально отобранной пробы, следует повторить процедуру слива.

Если не представляется возможным провести взвешивание приемника в месте отбора пробы, необходимо обеспечить, чтобы небольшое количество пробы жидкого продукта сливалось сразу же в целях предотвращения создания избыточного давления в результате расширения пробы при повышении температуры. Процедуры взвешивания и получения незаполненного объема следует выполнять сразу же после транспортирования пробы к месту, где имеются необходимые средства.

7.4.3.3.7 Обращение с пробой

После завершения отбора проб и выполнения вышеуказанных процедур приемник сразу же проверяют на наличие утечки с помощью специальной жидкости для обнаружения утечки, мыльной воды или путем погружения приемника в воду. Если есть утечка, пробу бракуют, ремонтируют или заменяют приемник перед отбором следующей пробы.

Приемник с пробой четко маркируют и готовят его к транспортированию, упаковывая в специальный контейнер, который соответствует установленным правилам транспортирования. Приемник с пробой перемещают в лабораторию или к месту проведения испытания сразу же после отбора проб. При необходимости хранения проба должна быть защищена от воздействия экстремальных температур.

7.5 Отбор проб из дозирующих (разливающих) устройств

Настоящая процедура применяется для отбора проб легкого топлива из установок для розничной продажи. К выпускному отверстию присоединяют шланг, который позволяет перекачивать топливо на дно приемника для проб без разбрызгивания. Если выпускное отверстие оборудовано системой улавливания паров, необходимо установить промежуточное кольцо для удержания патрубка шланга. Приемник для проб медленно наполняют через шланг, пока он не заполнится приблизительно на 85 % вместимости. Убирают шланг и сразу же укупоривают приемник.

При необходимости проведения испытаний пробы на давление паров приемник перед заполнением охлаждают.

8 Отбор проб сырой нефти и других неоднородных нефтепродуктов

8.1 Общие положения

При отборе проб сырой нефти и неоднородных нефтепродуктов из трубопровода лучше использовать автоматический метод в соответствии с ИСО 3171, чем применять приведенные процедуры ручного отбора проб.

Метод автоматического отбора проб из трубопровода применяется для отбора проб сырой нефти и других неоднородных продуктов, так называемой «тяжелой сырой нефти» и остаточного топлива, потому что такие системы автоматического отбора проб, как правило, имеют смесительное устройство, расположенное перед пробоотборником, поэтому содержимое трубопровода перед отбором проб равномерно перемешивается. Отбор проб будет проводиться пропорционально потоку, чтобы учесть любые изменения скорости потока при отборе проб из партии перекачиваемого продукта.

Примечание – При применении ручных методов отбора проб, приведенных в разделе 7, невозможно получение репрезентативных проб по следующим причинам:

a) содержание взвешенной воды в продукте обычно больше на дне емкости. Поэтому средняя проба из нескольких уровней емкости или средняя проба из нескольких слоев жидкости или объединенная проба, состоящая из проб, отобранных из верхнего, среднего и нижнего слоев продукта, не являются репрезентативной пробой для определения общего содержания взвешенной воды;

b) трудно установить поверхность раздела между продуктом и свободной водой, особенно в присутствии эмульсий, осадка или водоносной буровой грязи;

c) уровень свободной воды может изменяться относительно поверхности дна емкости. На дне может скапливаться свободная вода или водно-нефтяная эмульсия, загрязненная слоями буровой грязи или парафина;

d) легкие фракции продукта могут испаряться при использовании ручных методов отбора проб, что влияет на плотность и давление паров пробы.

В настоящем разделе приведены методы, которые следует применять для получения репрезентативной пробы, если возникает необходимость применения ручного метода отбора проб. Эти методы являются дополнительными или используются взамен методов, приведенных в разделе 7.

8.2 Методы отбора проб

8.2.1 Метод отбора проб из резервуара

Для отбора проб из резервуара используют один из следующих методов, установленных в 7.3:

– метод отбора точечной пробы;

– метод отбора средней пробы из нескольких уровней емкости;

– метод отбора средней пробы из нескольких слоев продукта.

По согласованию может быть произведен отбор объединенной, точечной или зонной пробы (7.3.1.2).

Если необходимо оценить содержимое резервуара, вначале отбирают пробы из верхнего, среднего уровней и нижнего уровня (уровня всасывания), перемещают в лабораторию или на место проведения испытаний и определяют отдельно плотность, содержание воды и осадка.

Если значения результатов проведенных испытаний находятся в пределах ± 1 кг/м^3 (плотность) и ± 0,1 % (*V/V*) (содержание воды), проба считается репрезентативной для всего содержимого резервуара и результаты испытаний могут использоваться как средние значения.

Если значения результатов проведенных испытаний не попадают в указанный диапазон, содержимое резервуара, вероятно, состоит из отдельных слоев. В данном случае по возможности отбирают дополнительные точечные пробы через равные промежутки по высоте резервуара и вычисляют среднее значение результатов отдельных испытаний. Поэтому пробы для определения плотности, содержания воды и осадка не должны быть объединенными, а результаты испытаний отдельных проб могут быть математически усредненными.

Примечание – В небольших резервуарах для сырой нефти вместимостью менее 159 м^3 (1000 баррелей), применяемых при поставке нефти, достаточным является отбор одной точечной пробы из среднего слоя нефти.

8.2.2 Отбор проб из трубопровода

8.2.2.1 Общие положения

Для отбора проб из партии продукта, прокачиваемого по трубопроводу, используют методы, описанные в ИСО 3171.

Примечание – При необходимости отбора точечных проб из трубопроводов вручную выбор процедуры зависит от того, будет ли использоваться приемник для проб постоянной или переменной вместимости и от давления паров жидкого продукта, из которого необходимо отбирать пробу.

8.2.2.2 Отбор проб жидкого продукта с низким давлением паров из трубопровода

Приемники для проб постоянной вместимости следует заполнять сразу же после тщательной промывки зонда и линии отбора проб трубопровода. Отбор пробы должен осуществляться при полном погружении, чтобы свести к минимуму потери за счет испарения компонентов легких фракций (5.4.2). Можно использовать устройство охлаждения пробы (5.7).

Приемники для проб переменной вместимости низкого давления (например, разборные мягкие контейнеры, эластичные баллоны или диафрагменные приемники) необходимо промыть перед использованием. При необходимости приемник должен быть вакуумирован. Отбор проб в контейнер следует производить сразу же после промывки зонда и линии отбора проб трубопровода.

8.2.2.3 Отбор проб жидкого продукта с высоким давлением паров из трубопровода

Приемники для проб переменной вместимости высокого давления (например, цилиндры со свободным поршнем) следует заполнять в соответствии с методами, приведенными в 7.4.3.1 или 7.4.3.2. Приемники для проб постоянной вместимости высокого давления следует заполнять в соответствии с методами, приведенными в 7.4.3.3.

Примечание – Не следует использовать приемники переменной вместимости низкого давления (например, разборные мягкие контейнеры, эластичные баллоны или диафрагменные приемники) или приемники постоянной вместимости низкого давления (например, бутылки или цилиндрические сосуды) для отбора проб жидкого продукта с высоким давлением паров из трубопровода. При использовании указанных приемников в результате снижения давления может произойти разделение фаз и будут иметь место потери компонентов легких фракций.

8.2.3 Дополнительные меры предосторожности

Особое внимание уделяют мерам предосторожности в случае:

a) продуктов с высокой температурой потери текучести (7.2.4);

b) летучих продуктов (7.2.3);

c) отбора проб большого объема (7.2.1.8);

d) создания незаполненного объема, наличие которого необходимо в контейнерах для проб постоянной вместимости (7.2.1.6);

e) подготовки проб для транспортирования (7.2.5 и 8.2.4).

8.2.4 Транспортирование пробы

Пробы перемещают в испытательную лабораторию в первичном контейнере без переноса, чтобы сохранить целостность пробы. Если невозможно переместить пробу в первичном контейнере, ее переносят в подходящий вторичный контейнер в соответствии с методом, приведенном в 9.4, и делают запись об этом. Пробы перемещают к месту проведения испытаний как можно скорее или хранят их в прохладном темном сухом месте.

Приемники (контейнеры для проб) постоянной вместимости, если это возможно, следует перемещать и хранить в перевернутом положении, чтобы предотвратить потери от испарения и иметь возможность сразу же обнаружить наличие утечки.

9 Обращение с пробой

9.1 Общие положения

9.1.1 Методы обращения с пробами от места отбора пробы до испытательной лаборатории или места их хранения разработаны для обеспечения сохранения свойств и целостности пробы.

9.1.2 Метод обращения с пробой зависит от того, для каких целей она была отобрана. Используемый метод испытания часто требует специальной процедуры обращения. По этой причине учитывают соответствующий метод испытания для того, чтобы лицу, отбирающему пробу, можно было дать необходимые инструкции по обращению с пробой. Если применяемые методы испытания устанавливают противоречащие требования, проводят отбор отдельных проб и применяют соответствующую процедуру к каждой пробе.

9.1.3 Особые меры принимают в отношении следующих жидких продуктов:

a) содержащих летучие фракции, так как могут произойти потери при их испарении;

b) содержащих воду и/или осадок, так как может наблюдаться расслоение в контейнере;

c) из которых может выделиться парафин, если не поддерживается необходимая температура.

9.1.4 При составлении объединенных проб принимают меры для того, чтобы избежать потерь легких фракций летучих продуктов и чтобы не изменилось содержание воды и осадка. Подготовка объединенной пробы без потерь компонентов сложна, но эти потери по возможности следует избегать.

9.1.5 Пробы летучих продуктов не переносят в контейнеры в месте отбора проб, а перемещают их в лабораторию в первичном охлаждаемом пробоотборнике, в перевернутом положении при необходимости. Необходимо принимать особые меры, если проба содержит летучие фракции и свободную воду.

9.2 Гомогенизация проб

9.2.1 Введение

Процедуры гомогенизации устанавливаются для проб, содержащих воду или осадок, или которые не являются однородными по какой-либо другой причине. Гомогенизацию необходимо осуществлять перед любым перемещением части пробы, например отбором последующих проб или перемещением используемой части пробы. Необходимо предпринять соответствующие меры, чтобы гомогенизация не привела к потере репрезентативности пробы, например вследствие потери летучих компонентов. Процедуры проверки достаточности перемешивания пробы перед переносом из контейнера приведены в 9.3.

При перемешивании вручную пробы продукта, содержащего воду и осадок, невозможно обеспечить равномерное диспергирование воды и осадка. Для гомогенизации проб перед ее перемещением или отбором части пробы необходимо интенсивное механическое или гидравлическое перемешивание.

Выбор метода гомогенизации зависит от типа отбираемой пробы, приемника для пробы и (или) применяемого метода (методов) испытаний. Независимо от используемого метода при гомогенизации должны образовываться небольшие частицы воды для обеспечения однородности и стабильности пробы при дальнейшем обращении с пробой во время последующих отборов проб и проведения испытаний.

Содержание воды в стабильных эмульсиях с небольшими частицами воды невозможно точно определить методом центрифугирования.

В этом случае следует применять методы определения содержания воды, установленные в ИСО 10336, ИСО 10337 и ИСО 9029.

9.2.2 Гомогенизация с использованием механического смесителя с большими лопастями

9.2.2.1 Приемники для проб постоянной вместимости

Невентилируемый механический смеситель с большими лопастями размещают в сосуде для пробы так, чтобы вращающийся элемент находился на расстоянии 30 мм от дна.

Примечание 1 – Обычно используют смеситель с лопастями, вращающимися в противоположном направлении со скоростью 3000 об/мин. Можно использовать смесители другой конструкции, если их характеристики считаются удовлетворительными (9.3).

С целью сокращения потерь летучих фракций сырой нефти или проб других продуктов, содержащих летучие фракции, перемешивание проводят в укупоренном сосуде. Перемешивание проводят до тех пор, пока проба станет гомогенизированной. Для перемешивания достаточно 5 мин, но на продолжительность гомогенизации влияют размеры контейнера для пробы и свойства пробы. Удостоверяются, что проба стала гомогенизированной (9.3). Условия перемешивания должны способствовать достижению однородности пробы и возможности проведения отбора репрезентативной пробы.

Примечание 2 – Смесители с большими лопастями обычно способствуют образованию стабильной эмульсии, и после перемешивания невозможно определить содержание воды методом с использованием центрифуги (ИСО 3734).

При перемешивании не допускается повышение температуры (выше 10 °С). Желательно проводить охлаждение пробы перед гомогенизацией и (или) во время гомогенизации (7.2.3.2).

9.2.2.2 Приемники для проб переменной вместимости

Встроенную внутреннюю систему перемешивания приводят в действие в соответствии с рекомендациями изготовителя. Путем проведения контрольных испытаний по введению и отбору проб в контролируемых условиях (9.3) убеждаются, что используемые условия перемешивания обеспечивают гомогенизацию проб типовых продуктов. Условия перемешивания должны способствовать достижению однородности пробы и обеспечению возможности проведения отбора репрезентативной пробы.

При перемешивании не допускается повышение температуры (выше 10 °С). Желательно проводить охлаждение пробы перед гомогенизацией и (или) во время гомогенизации (7.2.3.2).

9.2.3 Перемешивание с использованием внешнего перемешивающего устройства

Перемешивание с использованием внешнего перемешивающего устройства может применяться для стационарных и переносных контейнеров; для последних применяют быстроразборные устройства. Данный метод может применяться при использовании приемников для проб переменной вместимости, а также больших приемников (контейнеров для проб) постоянной вместимости.

Содержимое прокачивают, используя небольшой насос, через неподвижную мешалку или механизм распыления, установленные в трубе. Применяют смесители различных конструкций, соблюдая инструкции изготовителя по их эксплуатации.

Объем продукта, удерживаемый внешним перемешивающим устройством, насосом и соединениями, следует сводить к минимуму. Это необходимо для того, чтобы сократить увеличение незаполненного объема внутри приемника постоянной вместимости во время перемешивания и таким образом свести к минимуму потери продукта за счет испарения в незаполненное пространство.

Скорость циркуляции потока теоретически должна быть достаточной для перекачивания содержимого за одну минуту. Как правило, время перемешивания составляет 10 мин, однако оно может меняться в зависимости от содержания воды, типа углеводородов, содержащихся в продукте, скорости потока повторной циркуляции, объема пробы и конструкции системы. Путем проведения контрольных испытаний по введению и отбору проб в контролируемых условиях (9.3) убеждаются, что используемые условия перемешивания обеспечивают гомогенизацию проб типовых продуктов. Условия перемешивания должны способствовать достижению однородности и обеспечению возможности проведения отбора репрезентативной пробы.

При перемешивании не допускается повышение температуры (выше 10 °С). Желательно проводить охлаждение пробы перед гомогенизацией и (или) во время гомогенизации (7.2.3.2).

После окончания перемешивания отбирают необходимое количество пробы через специальный клапан в системе циркуляции или через клапан приемника для пробы, пока работает насос.

Иногда можно осуществлять отбор проб через помповое отверстие с мембраной (расположенное ниже по потоку статического перемешивающего устройства), пока производится перемешивание пробы.

Если дополнительные пробы требуется отобрать позже, то после завершения выполнения отбора этих проб содержимое внешней перемешивающей системы следует откачать обратно в приемник (контейнер для пробы), в противном случае оставшуюся часть пробы следует перенести во вторичный приемник (контейнер для пробы) для хранения или уничтожения ее в установленном порядке.

После использования перемешивающее устройство тщательно очищают соответствующим растворителем (растворителями) и затем сушат сжатым воздухом. Необходимо предпринять соответствующие меры для предупреждения опасности загрязнения последующей пробы остатками предыдущей пробы или растворителя, которые могут находиться в перемешивающем устройстве.

Примечание – Первичный пустой контейнер для пробы может использоваться для повторного пропускания растворителя через перемешивающее устройство с целью его очистки.

9.3 Проверка эффективности перемешивания

9.3.1 Общие положения

Независимо от того, какие выбраны методы отбора части пробы от неоднородного продукта, проверяют пригодность выбранной методики перемешивания и времени, необходимого для получения гомогенизированной пробы, которая может быть репрезентативной.

9.3.2 Однородные жидкости

Если после перемешивания проба становится гомогенизированной и стабильной (т. е. перемешаны все смешиваемые компоненты, например присадки для смазочных масел), процедуру перемешивания продолжают до тех пор, пока результаты определения однородности последовательно отобранных проб из контейнера не будут одинаковыми. Таким образом устанавливают минимальное время перемешивания.

Примечание – Если проба остается гомогенизированной и стабильной по истечении этого установленного времени, отбор проб из контейнера можно осуществлять без дальнейшего перемешивания.

9.3.3 Неоднородные жидкости

Если проба не остается гомогенизированной в течение длительного периода времени после перемешивания (т. е. если продукт содержит воду и осадок), используют специальный метод подтверждения эффективности перемешивания, приведенный в 9.3.4.

Примечание – В зависимости от состава продукта может возникнуть необходимость проведения отбора части пробы во время перемешивания.

9.3.4 Испытания, подтверждающие эффективность перемешивания неоднородных продуктов (испытание введения (отбора)

9.3.4.1 Взвешивают пустой приемник (контейнер), используя весы, позволяющие определить массовую долю добавленной воды (9.3.4.5) с точностью не менее 0,01 % (*m/m*).

Примечание – Метод применяется как для приемников постоянной вместимости, так и для приемников переменной вместимости.

9.3.4.2 Заполняют приемник (контейнер) рабочей жидкостью, по составу близкой продукту, из которого будет отбираться проба в необходимом количестве. Содержание взвешенной воды в этой жидкости должно быть менее 0,1 % (*m/m*), однако используемая жидкость не должна содержать свободную воду. Определяют температуру жидкости.

9.3.4.3 Моделирующую жидкость перемешивают с учетом данных условий (частоты вращения перемешивающего устройства, времени перемешивания, скорости потока повторного перемешивания, количества смешиваемых компонентов, времени повторного перемешивания, перепада давления при смешивании, количества клапанов и т. д.). Контролируют, чтобы при перемешивании температура продукта не повышалась более чем на 10 °С.

9.3.4.4 Используя сухой шприц, от продукта отбирают пробу и определяют содержание воды титрованием по методу Карла Фишера (ИСО 10336, ИСО 10337). Затем повторяют отбор и испытание пробы, убеждаются, что результаты испытаний отличаются не более чем на 0,02 % (*m/m*). Если результаты превышают указанное значение сходимости, условия перемешивания ужесточают (в пределах ограничения максимального повышения температуры) и повторно проводят испытания до тех пор, пока сходимость результатов не будет превышать 0,02 % (*m/m*). В качестве альтернативы можно использовать более эффективную систему перемешивания.

9.3.4.5 Повторно взвешивают приемник (контейнер) с содержимым, чтобы определить количество продукта. Добавляют определенное количество дистиллированной воды, чтобы общее содержание воды (связанной и добавленной воды) было, как минимум, на 2 % (*m/m*) выше максимального значения, предполагаемого для аналогичных проб. Если максимальное значение массовой доли воды в пробе не известно, добавляют воду в достаточном количестве, чтобы массовая доля воды составляла не менее 5 % (*m/m*).

9.3.4.6 Перед перемешиванием моделирующей жидкости при условиях, при которых получены сходимые результаты испытаний (9.3.4.4), записывают температуру пробы, содержащей воду. Контролируют, чтобы при перемешивании температура продукта не повышалась более чем на 10 °С.

9.3.4.7 После перемешивания отбирают пробу, используя сухой шприц, и проводят испытания по определению массовой доли воды титрованием по методу Карла Фишера. Затем повторяют отбор пробы и испытания, чтобы оценить сходимость результатов и стабильность эмульсии, полученной в результате перемешивания с учетом выбранных условий.

9.3.4.8 Проверяют сходимость параллельных результатов испытаний и соответствие установленному среднему значению содержания воды (9.3.4.7) и общему заданному содержанию воды (содержанию воды после добавления воды) (9.3.4.5). Максимально допустимое расхождение (*X*) результатов параллельных определений и максимально допустимое расхождение между средним значением результатов параллельных определений и заданным значением массовой доли воды (*Y*) не должны превышать допустимые пределы, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – **Максимально допустимые предельные значения определений содержания воды**

Среднее значение определенной массовой доли воды, % *(m/m)*	Максимально допустимое расхождение результатов параллельных определений (*X*), % *(m/m)*	Максимально допустимое расхождение между средним и заданным значениями массовой доли воды (*Y*), % *(m/m)*
≤ 4,00	0,10	0,10
От 4,01 до 6,00	0,15	0,15
« 6,01 « 10,00	0,20	0,20
> 10	0,25	0,25

9.3.4.9 Если критерии испытания ввода и отбора (таблица 3) соблюдаются, для всех последующих проб, отобранных из одной и той же первичной пробы с одним и тем же или меньшим содержанием воды, используют установленные условия перемешивания.

9.3.4.10 Если определенное содержание воды не соответствует установленным критериям, процедуру повторяют с новой пробой, при этом ужесточают условия перемешивания (например, время и (или) скорость перемешивания, скорость потока) до тех пор, пока критерии не будут соблюдены или ограничение повышения температуры пробы не будет превышено.

Если критерии испытания ввода и отбора по-прежнему не выполняются, проводят испытание, применяя модифицированную процедуру перемешивания, например повторное перемешивание, выполняемое непосредственно перед отбором второй пробы, или непрерывный отбор всех проб во время перемешивания. Можно также использовать систему перемешивания другого типа.

В случае превышения ограничения повышения температуры пробы, предусматривают вариант предварительного охлаждения пробы или охлаждают пробу во время перемешивания, если это возможно (7.2.3.2).

9.3.4.11 Не следует производить отбор проб сырой нефти или проб другого неоднородного продукта для проведения испытаний по определению воды и осадка, если не будут установлены соответствующие методы перемешивания и отбора пробы.

9.3.4.12 При проверке перемешивающей системы содержание воды не определяют по методу с использованием центрифуги (ИСО 3734 или ИСО 9030), так как не нужно полагаться на этот метод, чтобы определить общее содержание воды.

9.4 Транспортирование проб

9.4.1 По возможности перемещения пробы из приемника в приемник (из контейнера в контейнер) следует избегать, пока не появятся соответствующие условия для этого. Если первичную пробу невозможно транспортировать непосредственно в лабораторию, ее необходимо полностью перенести во вторичный контейнер, который нужно транспортировать непосредственно в лабораторию. Полный перенос пробы может быть затруднен вследствие потери летучих компонентов в результате испарения и (или) неполного переноса тяжелых компонентов. В этом случае следует применять такой способ отбора проб, который позволит доставить первичную пробу в лабораторию без перемещения или отбора последующих проб. Если это невозможно, то любое обращение с пробой и (или) перенос ее вне контролируемых лабораторных условий следует сводить к минимуму.

9.4.2 На каждом этапе перемещения, включающем частичный перенос пробы, необходимо гомогенизировать содержимое контейнера, из которого отбирают пробу, используя один из методов, указанных в 9.2.

9.4.3 Эффективность перемешивания для каждой комбинации контейнера и смесителя проверяют одним из методов, указанных в 9.3.

9.4.4 Пробу следует перемещать в течение периода времени, когда она сохраняет однородность. В некоторых случаях (например, во время отбора проб для переноса более чем в один контейнер) может потребоваться продолжение перемешивания и во время операций по переносу пробы.

10 Отбор проб остаточного содержимого и осадка емкостей

Пробы остаточного содержимого и осадка не являются репрезентативными и должны использоваться только для определения природы их происхождения.

Устройство для отбора таких проб выбирают в зависимости от размеров замерного места (мест) доступа и толщины слоя остаточного содержимого и осадка, из которых будут отбираться пробы (5.2.4 и рисунок 8). Следуя инструкциям изготовителя, переносят пробу из устройств в металлический, пластмассовый или стеклянный контейнер, который должен обеспечивать целостность пробы.

Примечание – Остаточное содержимое представляет собой смесь, состоящую из органических и/или неорганических соединений, на дне любой емкости. При температуре окружающей среды остаток имеет высокую вязкость, а также мягкую или плотную консистенцию.

11 Отбор проб упакованных нефтепродуктов

Содержание данного раздела соответствует ИСО 2859-1, ссылка на который дана для более полной информации.

11.1 Статистические методы отбора проб из упаковок

11.1.1 Количество проб, подлежащих отбору

11.1.1.1 Общие положения

Различие состава продукта как внутри отдельно взятой упаковки, так и в разных упаковках, количество упаковок, из которых были отобраны пробы, точность методов испытания может привести к получению недостоверных результатов при определении показателей продукта, что доказано результатами испытаний. Количество отбираемых проб зависит от количества единиц продукции, приемлемого уровня качества (AQL) и уровня контроля.

11.1.1.2 Отбор проб для определения однородности продукта в упаковочной единице

Отбор точечных проб производят из точек, равномерно распределенных по продукту. Проводят испытания каждой пробы по таким показателям, как плотность, цвет и т. д. Любые отклонения в результатах испытаний, превышающие сходимость метода испытания, указывают, что продукт в упаковочной единице не является однородным.

11.1.1.3 Отбор проб для оценки качества партии

Партия состоит из упаковочных единиц с продуктом одинакового состава:

a) упаковки одного вида: если было установлено, что продукт является однородным (11.1.1.2), отбирают одну точечную пробу, но если установлено, что продукт неоднородный, отбирают достаточное количество точечных проб и смешивают их для получения объединенной пробы;

b) упаковки различного вида: точность, с которой может быть проведена оценка качества продукта в отобранных упаковочных единицах, зависит от:

- количества отобранных упаковочных единиц;
- точности используемого метода испытания;
- различия в составе продукта разных упаковочных единиц.

11.1.1.4 Отбор проб из всех упаковочных единиц партии

При отборе проб из всех упаковочных единиц количество проб будет достаточно большим, поэтому погрешность при определении качества продукта будет зависеть от проведения испытаний.

Если проводят испытания каждой отобранной пробы, среднее арифметическое значение полученных результатов испытаний следует считать показателем качества продукта с наиболее низким значением неопределенности. Если приготавливают и испытывают (дважды) объединенную пробу, получают среднее значение показателя качества с более высоким значением неопределенности.

11.1.1.5 Отбор проб от упаковочных единиц части партии

Не всегда возможно производить отбор проб от всего объема поставляемой продукции или партии.

Настоящий стандарт устанавливает планы контроля, в соответствии с которыми определяется количество проб, которые необходимо отобрать из партии, чтобы получать достоверные сведения о качестве содержимого всех упаковочных единиц.

11.1.2 Приемлемый уровень качества (AQL) (3.1)

AQL должен быть равен 2,5 %.

11.1.3 Уровень контроля

Уровень контроля определяет соотношение между объемом партии и объемом выборки (количеством упаковочных единиц в партии и количеством упаковочных единиц, из которых будут отобраны пробы). Уровень контроля должен соответствовать указанному в ИСО 2859-1.

11.1.4 План выборочного контроля

11.1.4.1 Общие положения

План выборочного контроля определяет количество упаковочных единиц из каждой партии, которые должны быть проверены (объем пробы или объемы серий проб), и критерии определения приемки поставленной продукции или партии (приемочное и браковочное числа) (таблицы 4, 5 и 6).

11.1.4.2 План одноступенчатого выборочного контроля

Количество отобранных упаковочных единиц должно быть равно объему выборки, указанному в плане. Если количество дефектных единиц, выявленных в выборке, равно или меньше приемочного числа (Ac в таблице 5), поставленная продукция или партия считается принятой. Если количество дефектных единиц равно или больше браковочного числа (Re в таблице 5), поставленная продукция или партия бракуется.

11.1.4.3 План двухступенчатого выборочного контроля

Количество отобранных упаковочных единиц должно быть равно объему первой выборки, указанной в плане. Если количество дефектных единиц, выявленных в первой выборке, равно или меньше первого приемочного числа (таблица 6), поставленная продукция или партия считается принятой.

Если количество дефектных единиц, выявленных в первой выборке, равно или превышает первое приемочное или браковочное число (таблица 6), поставленная продукция или партия бракуется.

Если количество дефектных единиц, выявленных в первой выборке, находится между приемочным и браковочным числами (таблица 6), осуществляется вторая выборка, объем которой приведен в плане. Количества дефектных единиц, выявленных в первой и второй выборках, складывают. Если суммарное количество дефектных единиц равно или меньше приемочного числа для второй выборки, партия считается принятой. Если суммарное количество дефектных единиц равно или больше браковочного числа для второй выборки, партия бракуется.

Инструкции по использованию планов определения условий приемки партии приводят в каждом плане (ИСО 2859-1).

11.2 Отбор проб упакованных нефтепродуктов

11.2.1 Барабаны и бочки

Барабан или бочку кладут на бок, при этом барабан или бочка должны быть закрыты пробкой. Если у барабана нет боковой пробки, его ставят вертикально и отбирают пробы сверху. Если необходимо провести испытания на наличие воды, ржавчины или других загрязняющих веществ, барабан или бочку оставляют в одном положении на достаточно длительное время для оседания загрязняющих веществ.

Пробку удаляют и помещают ее рядом с отверстием для пробки стороной, загрязненной продуктом, кверху. Верхнее отверстие чистой сухой пробоотборной трубки закрывают большим пальцем и опускают трубку в продукт на глубину приблизительно 300 мм. Большой палец убирают, позволяя продукту течь в трубку. Затем снова закрывают верхнее отверстие большим пальцем и извлекают трубку. Ополаскивают трубку продуктом, держа ее в горизонтальном положении и поворачивая ее так, чтобы продукт контактировал с той частью внутренней поверхности трубки, которая будет погружена в продукт при отборе проб. Не следует трогать руками часть трубки, которая будет погружена в продукт во время отбора проб.

Продукт, использованный для ополаскивания трубки, выливают назад в бочку, трубку высушивают.

Снова помещают трубку в продукт, закрывая большим пальцем верхнее отверстие. (Если требуется отобрать пробу из нескольких слоев продукта, помещают трубку с открытым верхним отверстием). Когда трубка достигает дна, открывают верхнее отверстие и позволяют трубке заполниться. Закрывают трубку большим пальцем, быстро извлекают трубку и переносят содержимое в контейнер. Не допускается контакт рук с какой-либо частью пробы. Контейнер закрывают; барабан и бочку плотно закрывают пробкой.

11.2.2 Бидоны, канистры, банки

Отбор проб из тары вместимостью более 20 л осуществляют таким же образом, как из барабанов и бочек (11.2.1), используя пробоотборную трубку меньших размеров. Для тары вместимостью менее 20 л используют все содержимое в качестве пробы, производя выборку тары в соответствии с ИСО 2859-1.

Таблица 4 – **Планы выборочного контроля. Код объема выборки**

Объем партии	Код одноступенчатой выборки	Код двухступенчатой выборки
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 – 1200	J	E
1201 – 3200	K	E
3201 – 10 000	L	F
10 001 – 35 000	M	F
35 001 – 150 000	N	G
150 001 – 500 000	P	G
500 001 и более	Q	H

Таблица 5 – **Планы выборочного контроля. План одноступенчатого выборочного контроля**

Код объема выборки	Объем выборки	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		

AQL – приемлемый уровень качества.
Ac – приемочное число.
Re – браковочное число.

Таблица 6 – **Планы выборочного контроля. План двухступенчатого выборочного контроля**

Код объема выборки	Выборка	Объем выборки	Объем совокупной выборки	AQL = 2,5	
				Ac	Re
A					
B	Первая	2	2		
	Вторая	2	4		
C	Первая	3	3	*	
	Вторая	3	6		
D	Первая	5	5		
	Вторая	5	10		
E	Первая	8	8		
	Вторая	8	16		
F	Первая	13	13	0	2
	Вторая	13	26	1	2
G	Первая	20	20	0	3
	Вторая	20	40	3	4
H	Первая	32	32	1	4
	Вторая	32	64	4	5
J	Первая	50	50	2	5
	Вторая	50	100	6	7
K	Первая	80	80	3	7
	Вторая	80	160	8	9
L	Первая	125	125	5	9
	Вторая	125	250	12	13
M	Первая	200	200	7	11
	Вторая	200	400	18	19
N	Первая	315	315	11	16
	Вторая	315	630	26	27
P	Первая	500	500		
	Вторая	500	1000		
Q	Первая	800	800		
	Вторая	800	1600		

↓ – Опуститесь в данной колонке, пока не достигнете клетки со звездочкой (*) или приемочными/браковочными числами (Ac/Re). В последнем случае используйте данные числа и объем выборки той же строки слева от данной клетки. Если достигнута звездочка (*), следуйте инструкциям, указанным ниже в сноске. Если объем выборки равен или превышает объем серии или партии, проводят сплошной 100 %-ный контроль.

↑ – Поднимитесь в данной колонке, пока не достигнете клетки со звездочкой (*) или приемочными/браковочными числами (Ac/Re). В последнем случае используйте данные числа и объем выборки той же строки слева от данной клетки (а не объем первичной выборки). Если достигнута звездочка (*), следуйте инструкциям, указанным ниже в сноске.

Ac – Приемочное число.

Re – Браковочное число.

* – Используйте соответствующий план одноступенчатого выборочного контроля (код и AQL для данной клетки) (или в качестве альтернативы используйте данные двухступенчатого выборочного контроля в ближайшей клетке под звездочкой и на строке слева от данной клетки).

Приложение А
(справочное)

Руководство по мерам безопасности

А.1 Общие положения

А.1.1 Применение приведенных ниже требований безопасности является установившейся практикой, но они не являются всеохватывающими. Приведенные требования должны соблюдаться наряду с требованиями, установленными другими нормативными документами по безопасности, действующими в нефтеперерабатывающей промышленности. Приведенные требования безопасности должны соблюдаться, если они не противоречат обязательным требованиям нормативных документов.

А.1.2 Необходимо ознакомить персонал со степенью риска и инструкциями по технике безопасности, которые необходимо соблюдать.

А.1.3 Необходимо соблюдать все требования безопасности.

А.1.4 Необходимо принимать меры предосторожности с целью исключения вдыхания паров продукта при выполнении операций по отбору проб, пользоваться защитными перчатками из материала, стойкого к действию углеводородов, надевать защитные очки для глаз или маски для лица при опасности разбрызгивания продукта. Могут понадобиться дополнительные меры предосторожности при отборе проб нефти с высоким содержанием серы.

А.1.5 Необходимо строго соблюдать инструкции по технике безопасности при работе с этилированным топливом.

А.2 Меры предосторожности при использовании оборудования

А.2.1 Конструкции приемников (контейнеров) по механическим характеристикам должны соответствовать требованиям нормативных документов.

Испытания под давлением и другие работы по проведению контроля должны выполняться в соответствии с требованиями нормативных документов, а результаты этих испытаний регистрироваться. Операции очистки и испытания на герметичность проводят через строго соблюдаемые интервалы времени.

А.2.2 Шнуры, используемые для погружения пробоотборников, должны быть изготовлены из электропроводящих натуральных материалов с антистатическими свойствами, таких как пенька или сезаль. Не допускается применение шнуров из искусственных волокон.

А.2.3 Переносные металлические пробоотборники, используемые в легковоспламеняющихся средах, должны быть изготовлены из неискрящего материала.

Необходимо соблюдать меры предосторожности при использовании оборудования из алюминия, магния или титана, контакт которого с ржавой сталью может вызывать искрение. В некоторых странах ограничено использование оборудования, изготовленного из этих материалов или из сплавов, содержащих в сумме более 15 % (*m/m*) указанных металлов или 6 % (*m/m*) магния.

А.2.4 Персонал, осуществляющий отбор проб, должен использовать такие приспособления для перемещения устройств по отбору проб, чтобы одна рука оставалась свободной.

А.2.5 Применяемые лампы и другие осветительные приборы по исполнению должны соответствовать установленным требованиям.

А.2.6 Персонал должен использовать соответствующую одежду и приспособления, защищающие от вредных воздействий продуктов, из которых отбирают пробы.

А.2.7 Если значение давления паров по Рейду (RVP) продукта, из которого отбирают пробы, находится между 100 кПа (1,0 бар) и 180 кПа (1,8 бар), бутылки с пробами должны быть помещены в металлический корпус или чехол из сетки. При давлении паров по Рейду (RVP) более 180 кПа (1,8 бар) должны использоваться только металлические контейнеры или приемники переменной вместимости, сконструированные с учетом воздействия давления.

А.2.8 Необходимо следить за тем, чтобы не происходило нагревание проб летучих продуктов в сосудах, герметично укупоренных пробками.

А.3 Требования безопасности к местам отбора проб

А.3.1 Для отбора проб необходимо выбирать такие места, где можно проводить отбор проб безопасным способом. Любой возможный риск, связанный с отбором проб, должен быть точно установлен; в местах отбора проб из трубопровода рекомендуется использовать манометр.

А.3.2 Место отбора проб и оборудование для отбора проб должны поддерживаться в соответствующем состоянии и регулярно осматриваться компетентным лицом, результаты осмотра должны фиксироваться.

А.3.3 Необходимо обеспечить безопасный доступ к местам отбора проб, обеспечив соответствующее освещение. Подъемные лестницы, маршевые лестницы, платформы и перила должны поддерживаться в безопасном состоянии и регулярно осматриваться.

А.3.4 Необходимо обеспечить соответствующий требованиям и безопасный слив при опорожнении и промывке пробоотборника.

А.3.5 О потерях от пролива или дефектах оборудования следует немедленно сообщать.

А.3.6 Необходимо следить за тем, чтобы исключить вдыхание паров продукта во время отбора проб.

А.3.7 Отбор проб из резервуаров с плавающей крышей должен производиться с верхней платформы, так как над крышей могут собираться токсичные и воспламеняющиеся пары. Если для отбора проб необходимо спуститься на крышу, следует обеспечить присутствие по крайней мере двух человек с автономными дыхательными аппаратами, пока не будет установлено, что атмосфера над крышей является безопасной.

Один из них или другие наблюдающие должны находиться наверху лестницы, откуда можно наблюдать за пробоотборщиком на крыше. Пробоотборщик должен спуститься на крышу, отобрать необходимые пробы и вернуться на лестницу, затратив как можно меньше времени.

Ниже приводятся некоторые условия, которые влияют на опасность атмосферы:

a) продукт содержит сероводород и (или) летучие меркаптаны;

b) крыша не является полностью плавающей;

c) сальник на крыше является поврежденным.

А.4 Статическое электричество

А.4.1 Необходимо соблюдать следующие меры предосторожности для предупреждения опасности поражения статическим электричеством при отборе проб из емкостей, содержащих легковоспламеняющиеся углеводороды, хранящиеся при температурах выше температуры их воспламенения или в которых образовались легковоспламеняющиеся пары углеводородов или аэрозоля.

А.4.2 Пробы содержимого резервуаров, автоцистерн, железнодорожных цистерн, суден или барж не допускается отбирать во время их заполнения, особенно когда они заполняются чистыми, очищенными, летучими продуктами, способными повысить огнеопасность газовоздушных смесей в незаполненном пространстве емкости.

А.4.3 При отборе проб для предупреждения искрения провод пробоотборника должен быть заземлен путем прямого соединения с корпусом емкости или путем прочного соединения кабеля или шнура, используемых для опускания пробоотборника, с замерным люком емкости или паростопорным клапаном. При отборе проб из трубопровода между трубопроводом и приемником для проб необходимо обеспечить непрерывность заземления при помощи соединительной трубки.

А.4.4 При отборе проб чистых, очищенных, летучих продуктов, в том числе керосина и газойля, которые транспортировались при температуре, равной или выше их температуры воспламенения, или из емкостей, которые содержат газы, существенным является выдерживание времени релаксации, равного 30 мин, после завершения транспортирования или загрузки в каждую емкость или контейнер до введения в них каких-либо приспособлений для отбора проб из электропроводящих материалов, за исключением следующих обстоятельств:

a) отбор проб из резервуаров с неподвижной или плавающей крышей проводится из перфорированной неподвижной трубки или щелевидного гидравлического затвора, которые расположены ниже поверхности жидкости и находятся в неразрывной электрической цепи с гидравлическим затвором резервуара;

b) резервуар снабжен заземленной плавающей крышей;

c) плавающая крыша резервуара должна быть полностью разгруженной и находиться в неразрывной электрической цепи с гидравлическим затвором резервуара;

d) продукт содержит в достаточном количестве добавку, рассеивающую статическое электричество, для обеспечения общей электропроводности более 50 пСм/м и в свободном пространстве емкости не образовываются туман или аэрозоль.

Примечание – Добавки, рассеивающие статическое электричество, могут увеличить электропроводность углеводородных жидкостей до такого уровня, который является достаточным для предупреждения скопления статического электрозаряда; допускается общая электропроводность 50 пСм/м. Время релаксации для связанного заряда в жидкости является таким коротким при данном значении электропроводности, что заряд рассеивается почти сразу после его образования. В результате замер и отбор проб можно произвести даже во время заполнения при условии, что не образовываются нефтяная пыль или аэрозоль в свободном пространстве емкостей. Однако заряженные частицы могут присутствовать в нефтяной пыли и аэрозоли и накапливать статическое электричество, независимо от наличия добавок для рассеивания статического электричества в жидком продукте.

А.4.5 Обувь и (или) одежда, способствующие образованию искрового электрического заряда, не должна применяться там, где присутствуют пары огнеопасных продуктов.

А.4.6 Отбор проб не должен производиться во время атмосферных электрических явлений или гроз с градом.

А.4.7 Для снятия статического заряда оператор должен дотронуться до любой части корпуса резервуара на расстоянии не менее 1 м от любого отверстия для отбора проб перед выполнением любой операции по отбору проб.

Приложение Б
(информационное)

Библиография

[1] ИСО 3007	Нефтепродукты. Определение давления пара. Метод Рейда
[2] ИСО 3165	Продукты химические технические. Правила техники безопасности при отборе проб
[3] ИСО 3733	Нефтепродукты и битумные материалы. Определение содержания воды. Метод разгонки
[4] ИСО 3734	Нефтепродукты. Определение содержания воды и осадка в топочном мазуте. Метод с применением центрифуги
[5] ИСО 3735	Нефть сырая и топливо нефтяное. Определение осадка. Метод экстракции
[6] ИСО 4257:2001	Газы сжиженные нефтяные. Метод отбора проб
[7] ИСО 8943:1991	Охлажденные легкие углеводороды. Отбор проб сжиженного природного газа. Непрерывный метод
[8] ИСО 9029:1990	Нефть сырая. Определение содержания воды. Метод дистилляции
[9] ИСО 9030	Нефть сырая. Определение содержания воды и осадков. Метод с применением центрифуги
[10] ИСО 10336:1997	Нефть сырая. Определение содержания воды. Потенциометрический метод титрования Карла Фишера
[11] ИСО 10337:1997	Нефть сырая. Определение содержания воды. Кулонометрический метод титрации Карла Фишера
[12] ИСО 10715:1997	Газ природный. Руководство по отбору проб
[13] МЭК 60475:1974	Метод отбора проб жидких диэлектриков

Ответственный за выпуск И.А.Воробей

Сдано в набор 03.12.2004. Подписано в печать 05.01.2005. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 5,58 Уч.- изд. л. 3,51 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение
НП РУП «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации (БелГИСС)»
Лицензия № 02330/0133084 от 30.04.2004.
220113, г. Минск, ул. Мележа, 3.

gost.e-ecolog.ru