

Международный стандарт ИСО 3170 устанавливает процедуры для ручного отбора проб жидких нефтепродуктов. Требования ИСО 3170 следует применять в сочетании с требованиями ИСО 3171.

Существует два основных метода ручного отбора проб:

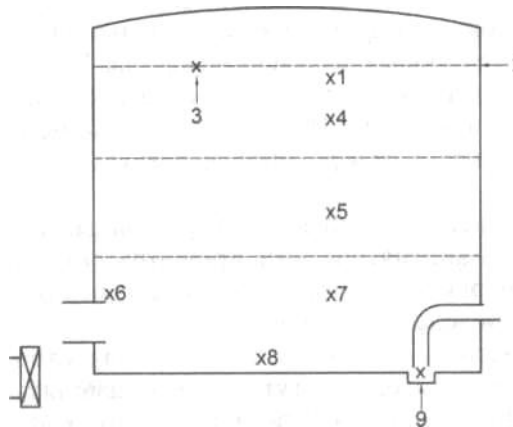
- Отбор из бака ( статический отбор проб);
- отбор из трубопровода (динамический отбор проб).

Если используют оба метода отбора, то два набора проб не следует смешивать.

Отбор из бака начинают, когда содержимое бака находится в покое. Для анализа обычно отбирают следующие типы проб:

- а) пробы с верхнего, среднего и нижнего слоя жидкости, или
- б) пробы с верхнего, среднего слоя жидкости и выпускная проба.

Если исследование этих проб показывает, что содержимое бака гомогенно, их можно объединить для дальнейших исследований.



**Рис. 6.1. Примеры точечных проб** 1 — поверхностная проба; 2 — поверхность жидкости; 3 — проба из верхнего слоя с пеной; 4 — проба из верхнего слоя жидкости; 5 — проба из среднего слоя жидкости; 6 — уровень всасывания или выпускная проба; 7 — проба с нижнего слоя жидкости; 8 — донная проба; 9 — выпускная проба

Если исследование этих проб показывает, что содержимое бака не гомогенно, возможно следует отобрать точечные пробы более чем с трех слоев, либо приготовить составную пробу для анализа, либо, если смешение снижает представительность пробы, каждую пробу анализируют отдельно и рассчитывают состав, соответствующий составной пробе. Примеры позиций для отбора точечных проб приведены на рис. 6.1.

Другие методы отбора проб заключаются в получении пробы с нескольких уровней резервуара или средней пробы из нескольких слоев жидкости.

Поскольку оба эти метода дают единичную пробу, они не годятся для оценки гомогенности содержимого бака. Пробу с нескольких уровней резервуара или среднюю пробу из нескольких слоев жидкости обычно отбирают и используют для определения среднего качества содержимого бака.

### Приборы и оборудование

Все устройства для отбора проб должны быть сконструированы таким образом, чтобы не было течей, и чтобы они отвечали своему назначению, не изменяя исходных характеристик пробы. Они должны быть достаточно прочными и защищенными снаружи, чтобы противостоять внутренним давлениям, которые могут возникнуть, и достаточно прочными, чтобы выдержать необходимую обработку при очистке. И их чистоте следует убедиться перед использованием. В некоторых случаях желательно сполоснуть резервуар/пробоотборник отбираемой жидкостью прежде, чем отбирать саму пробу (хотя обычно практикуют споласкивание не отбираемыми жидкостями, а жидкими углеводородами).

**Пробоотборники для отбора проб из бака.** Пробоотборники для отбора проб из бака классифицируют в соответствии с типом отбираемой пробы, а именно:

- точечная проба;
- зональная/стержневая проба;
- средняя проба с нескольких уровней резервуара
- и
- средняя проба из нескольких слоев жидкости.

Пробоотборники для отбора проб из бака классифицируют также в соответствии со способом и целью отбора, а именно: открытый (традиционный) отбор; ограниченный отбор; закрытый отбор проб.

Для опускания или подъема пробоотборника из бака не следует использовать шнуры из синтетических волокон, т.к. они могут вызвать электрический разряд. Для погружения пробоотборников не рекомендуется использовать цепи, т.к. нельзя гарантировать отсутствие рывков при подъеме пробы.

**Пробоотборники для точечных и зональных проб.** Пробоотборники для



точечных и зональных проб должны быть сконструированы таким образом, чтобы можно было осуществлять отбор пробы на любом заданном уровне в баке.

Клеть для отбора проб — это металлический или пластмассовый держатель, сконструированный для удерживания подходящего контейнера, обычно бутылки или флаги. Устройство в сборе должно быть утяжелено, чтобы быстро погружаться в отбираемый продукт; отбор должен осуществляться на любом заданном уровне (рис. 6.2).

Размер клетки должен подходить для желаемого размера бутылки. Существуют запатентованные конструкции клетки для пробоотборной бутылки с samozакрывающимся механизмом после заполнения бутылки.

Необходимо отметить, что использование клеток для пробоотборных бутылок предпочтительней по сравнению с другими пробоотборниками для точечных проб для летучих продуктов. Применение клеток позволяет избежать потери легких фракций при транспортировании пробы в другой контейнер. От использования клетки можно отказаться, если пробоотборная бутылка крепко прикреплена к погружной штанге.

Если используют утяжеленный пробоотборный бидон (химический стакан), погружающее устройство должно быть прикреплено к бидону таким образом, чтобы пробка открывалась при резком рывке. Чтобы избежать проблем при очистке бидона и/или возможного загрязнения чувствительных проб, любые утяжеляющие материалы должны быть прикреплены к бидону таким образом, чтобы они не входили в контакт с пробой (рис. 6.3).

**Пробоотборник для зональных/грунтовых проб.** Зональный/грунтовый пробоотборник должен состоять из трубки, сделанной из стекла, металла или пластмассы, открытой с обоих концов для свободного протекания

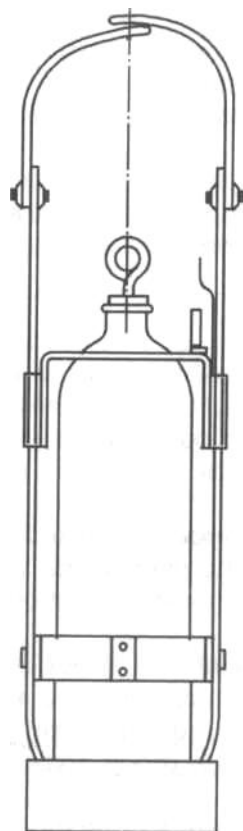


Рис. 6.2. Пример пробоотборной бутылки с клетью

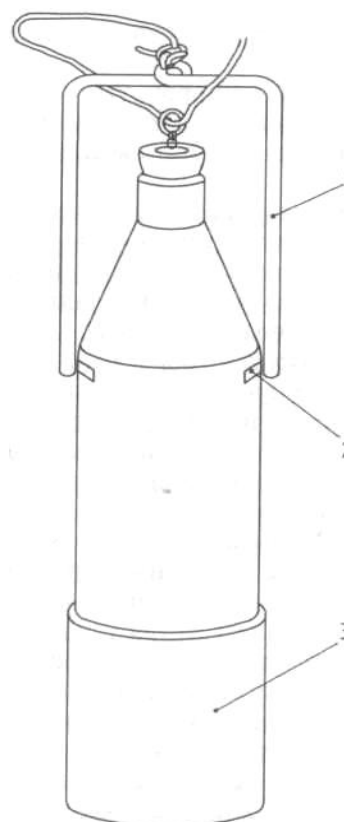


Рис. 6.3. Пример утяжеленного бидона  
1 — проволочная рукоятка; 2 — проволочные тяги; 3 — утяжеляющий материал

жидкости во время погружения. Закрытие нижнего конца на желаемом уровне достигается с помощью различных устройств.

Пробоотборник для грунтовых/зональных проб должен быть разработан и сконструирован таким образом, чтобы при медленном погружении его можно было использовать для захвата вертикального столба жидкости на любом выбранном

уровне, включая дно бака (рис. 6.4).

Межграничный пробоотборник — это разновидность зонального/ грунтового пробоотборника, который сконструирован для захвата вертикального столба жидкости на границе раздела нефть/вода на дне бака или на любом другом выбранном уровне, например, на границе раздела нефти и балластной воды в корабельном баке. Межграничный пробоотборник можно также использовать для отбора зональных проб с любого выбранного уровня внутри бака.

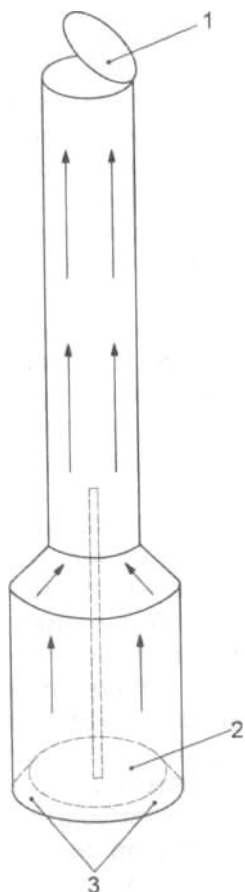


Рис. 6.4. Пример пробоотборника для зональных/грунтовых проб  
1 - верхний откидной клапан; 2 - лонный клапан; 3 — продукт протекает через пробоотборник по мере его погружения в жидкости

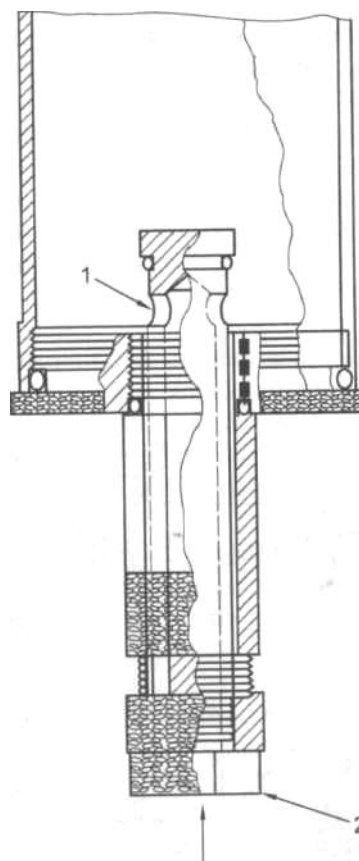
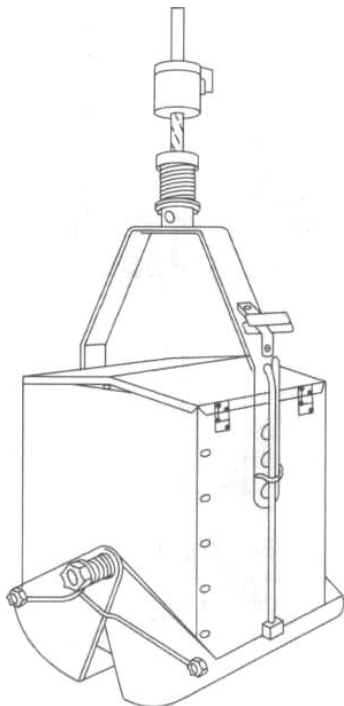


Рис. 6.5. Пример донного пробоотборника(открытое положение)  
1 - отверстие для входа пробы в пробоотборник; 2 — линия дна; 3 — наливное отверстие

*Донные пробоотборники.* Донные пробоотборники — это приемники, которые можно опускать до дна бака, где при контакте с дном бака клапан или подобное закрывающее приспособление открывается и закрывается при подъеме (рис. 6.5). У некоторых конструкций донных пробоотборников имеется расширяемая «нога» для осуществления отбора над слоем осадка. Некоторые конструкции пробоотборников для зональных/ грунтовых или грунтовых/межграничных проб можно использовать в качестве донных пробоотборников.

*Пробоотборники для осадков/отложений.* Обычно для отложений используют пробоотборники двух типов: захватного или всасывающего. Пример пробоотборника приведен на рис. 6.6. Для проникновения в слой отложения для отбора пробы используют гравитационный/поршневой пробоотборник грунта, представляющий собой трубчатое устройство, либо утяжеленное, либо снабженное механическим приводом для проникновения в слой отложения.

Рис. 6.6. Пример захватного пробоотборника для осадков/отложений



*Пробоотборники для отбора средней пробы с нескольких уровней.* Пробоотборник для отбора средней пробы с нескольких уровней представляет собой контейнер, снабженный устройством для ограничения заполнения, чтобы получать пробу на разных уровнях.

При применении этих пробоотборников не было установлено, что эти устройства заполняются с равномерной скоростью, потому что:

- а) объем бака не пропорционален глубине или
- б) оператор не может поднимать (или опускать) пробоотборник с такой скоростью, чтобы заполнение было приблизительно пропорционально корню квадратному от глубины погружения.

Пробоотборник для отбора средней пробы с нескольких уровней может быть изготовлен на основе пробоотборной бутылки в клетке или утяжеленного бидона. Патентованные устройства для отбора средней пробы с нескольких уровней изготавливают с серией различных отверстий для отбора с различных глубин и жидкостей с различной вязкостью.

В качестве альтернативы можно использовать пробоотборник и для отбора средней пробы с нескольких уровней, у которых емкость первичного приемника пробы повышается с расстоянием, пройденным через содержимое бака. Такие устройства можно

применять при условии, что они движутся через жидкость с равномерной скоростью.

*Устройства для отбора средней пробы из нескольких слоев жидкости.*

Устройства для отбора средней пробы из нескольких слоев жидкости представляют собой контейнеры, снабженные ограничителем заполнения, которые получают пробу при движении через жидкость только в одном направлении.

При применении этих пробоотборников не было установлено, что эти устройства заполняются с равномерной скоростью, потому что:

- а) объем бака не пропорционален глубине или

б) оператор не может поднимать (или опускать) пробоотборник с такой скоростью, чтобы заполнение было приблизительно пропорционально корню квадратному от глубины погружения.

Устройства для отбора средней пробы из нескольких слоев жидкости могут быть подобны устройствам для отбора средней пробы с нескольких уровней, или это могут быть специально разработанные устройства. «Восходящие» пробоотборники для отбора средней пробы с нескольких слоев жидкости могут быть на основе пробоотборной бутылки в клетке (или утяжеленного бидона для отбора проб), которые опускают в закрытом положении на дно бака, открывают, и проба собирается при подъеме пробоотборника через жидкость.

Патентованные «восходящие» или «нисходящие» пробоотборники для отбора средней пробы с нескольких слоев жидкости, снабженные различными механизмами для открывания или закрывания, имеются в продаже. При отборе проб могут быть предусмотрены дополнительные меры для ограничения скорости втекания жидкости в зависимости от различных глубин и емкостей.

В качестве альтернативы могут применяться пробоотборники для отбора средней пробы с нескольких слоев жидкости переменного объема. Такие устройства можно применять при условии, что они движутся через жидкость с равномерной скоростью.

*Пробоотборники ограниченных и закрытых систем.* Сегодня по соображениям безопасности и охраны окружающей среды ограничено использование оборудования и процедур для отбора проб из открытых цистерн и баков. Для исключения выбросов в атмосферу пробы можно отбирать с использованием пробоотборников ограниченных или закрытых систем, управляемых через газозапорный кран. Такие системы, в частности, подходят для использования в герметизированных баках, баках с инертным незаполненным пространством и таких, которые являются частью системы с выравнивающимся давлением.



В продаже имеются патентованные пробоотборники для отбора точечных, зональных, межслойных, донных проб, средних проб с нескольких уровней резервуара и средних проб со всех уровней в условиях ограниченного или закрытого отбора. Пробоотборник соединен с градуированным тросом или кабелем и вставлен в портативное устройство, снабженное механизмом намотки. Все устройство затем соединяется с газозапорным клапаном, заменяющим традиционный замерный люк, используемый при операциях открытого отбора.

Устройства ограниченного отбора сконструированы таким образом, чтобы значительно снизить выделение паров при открытом газозапорном клапане. Но у этих устройств нет специальных приспособлений для последующих обработки или транспортирования пробы после закрытия клапана. Следовательно, в этом случае возможно небольшое выделение паром в атмосферу.

Закрытое оборудование сконструировано герметичным, чтобы полностью предотвратить выделение паров в атмосферу. Переносные устройства для закрытого отбора проб обычно снабжены специальными приспособлениями для обеспечения: герметичных соединений;

переноса пробы во вторичный резервуар (для транспортирования) без потерь газообразных веществ.

Кроме того, могут быть предусмотрены другие устройства, которые позволяют: задерживать пары в кожухе, чтобы отправить их обратно в бак или в поглощающую канистру,

или

продувать систему инертным газом.

Следует учитывать, что в условиях закрытого отбора проб не видно, насколько представительны пробы с нескольких уровней резервуара или со всех уровней жидкости в резервуарах для отбора проб фиксированного объема (т.е. что они не полностью заполнены).

*Пробоотборники для бочек и канистр.* Обычно для отбора проб из бочек и канистр используют грунтовые пробоотборники (рис. 6.7). Это трубка из стекла, металла или пластмассы с соответствующей оснасткой для облегчения обработки.

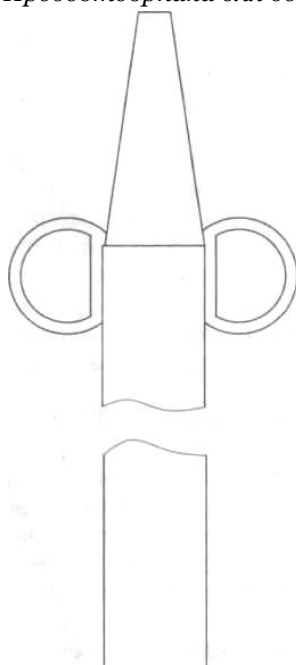


Рис. 6.7. Пример грунтового пробоотборника

Для получения точечных или донных проб можно использовать грунтовый пробоотборник, затыкая верхнее отверстие большим пальцем перед погружением его в бочку или банку на желаемый уровень. Когда пробоотборник оказывается на желаемом уровне, палец убирают и дают трубке заполниться пробой. Когда трубка заполнится, вновь затыкают верхнее отверстие большим пальцем. Пробу затем переносят во вторичный резервуар.

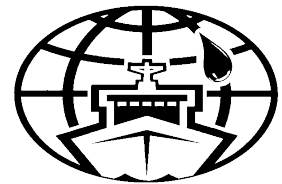
При условии, что трубка имеет одинаковое поперечное сечение по всей длине, ее можно использовать для получения грунтовых/зональных проб по всей высоте жидкости внутри бочки или канистры. Такие пробы отбирают, медленно погружая трубку в открытом положении, чтобы скорость втекания пробы была равна скорости вытекания. После заполнения запечатывают верхнее отверстие и переносят пробу во вторичный резервуар.

могут быть использованы фунтовые пробоотборники более сложной конструкции с закрывающим механизмом на нижнем конце.

Барабанные устройства с насосом или сифоном не рекомендуется применять для летучих масел из-за риска потери легколетучих фракций.

*Пробоотборники для трубопроводов.* Ручной пробоотборник состоит из подходящего зонда с изолированным клапаном. Зонд должен входить в трубопровод таким образом, чтобы точка начала отбора была не ближе к стенке трубопровода, чем четверть диаметра. Вход зонда должен быть обращен к течению отбираемой пробы внутри трубопровода.

Если нужно заполнить пробоотборники фиксированного объема (т.е. бутылки), выходной клапан зонда должен быть снабжен приемной трубкой, которая должна быть достаточной длины и достигать дна контейнера для пробы, чтобы осуществлять заполнение при погружении.



Если заполняют контейнеры переменного объема (например, цилиндры с поршнем), выходной клапан зонда должен иметь приемную трубку и соединения, позволяющие свободную промывку зонда и сбор пробы в резервуаре.

*Приемники, сосуды и контейнеры для проб.* Контейнерами для проб постоянного объема могут быть стеклянные или подходящие пластмассовые бутылки, бутылки или банки с металлическим покрытием в зависимости от отбираемого продукта. В ряде случаев могут быть необходимы металлические резервуары, покрытые изнутри подходящим материалом. Могут быть пригодны лакированные банки или бочки.

Пробоотборники с резервуарами переменного объема могут быть предназначены как для высокого давления, так и для низкого. Конструкции для низкого давления включают в себя раздвижные пластиковые контейнеры, эластичные баллоны и сосуды, снабженные гибкой внутренней диафрагмой. Пробоотборники с приемниками переменного объема для высокого давления представляют собой камеры давления с внутренним поршнем, который движется против газового буфера по мере того, как проба собирается по другую сторону поршня (рис. 6.8). В некоторых конструкциях пробоотборников с приемником переменного объема для высокого давления имеется два поршня для перемешивания пробы внутри резервуара (перед отбором подпроб) путем повторяющегося нагнетания через центральный смеситель (рис. 6.9).

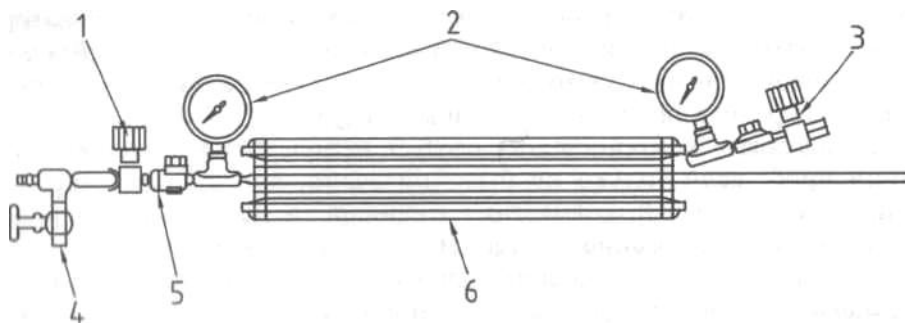


Рис. 6.8 Пример пробоотборника с приемником переменного объема для высокого давления с одним поршнем

1- клапан наполнения; 2 измеритель пробы; 3 — предварительный клапан; 4-выпускной клапан; 5-снятие взрыва; 6- цилиндр постоянного давления

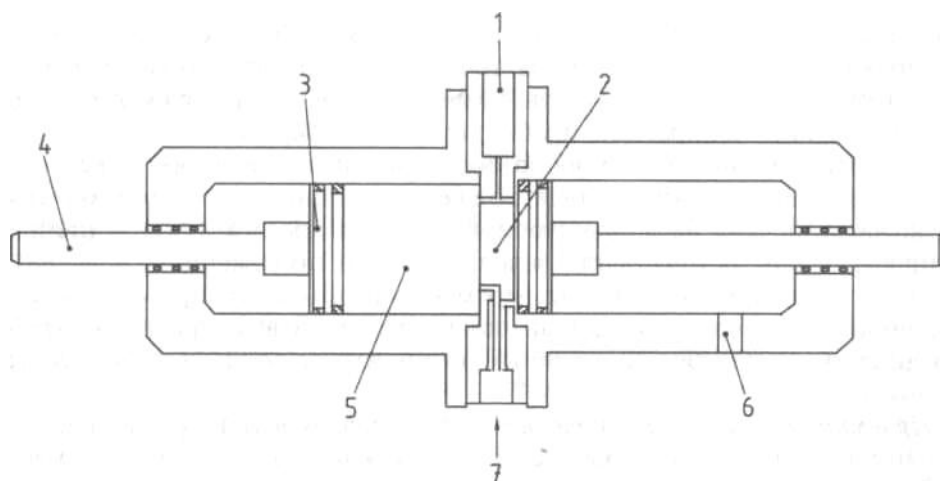


Рис. 6.9. Пример пробоотборника с приемником переменного объема с двумя поршнями для высокого давления

1 — канал для подвыборки; 2 — поршень; 4 — направляющий стержень поршня; 5 — камера для пробы; 6 — канал для инертного газа; 7 — вход пробы

Перед использованием пробоотборник с приемником переменного объема обычно складывают, откачивая или снижая номинальное давление до нулевого объема (путем заполнения противоположной от диафрагмы или поршня стороны инертным газом). Объем, предназначенный для пробы, увеличивается по мере накопления пробы, либо при сжатии инертного газа, либо при осторожном снижении давления инертного газа. Размер приемника/контейнера зависит от количества, необходимого для анализа (и/или от времени хранения).

Перед использованием приемники, сосуды или контейнеры для проб следует сполоснуть отбираемой жидкостью и/или растворителями, используемыми для очистки резервуара, чтобы избежать загрязнения отбираемых проб остатками предыдущих проб.

Когда это возможно, пробу следует транспортировать в лабораторию в сосуде, в который она изначально была отобрана (первичный приемник), и, следовательно, нужно отдавать предпочтение методам, которые не требуют переноса пробы во вторичный сосуд.

Пластмассовые контейнеры не следует использовать для длительного хранения проб, если только не было показано, что данная пластмасса подходит для этих целей, совместима с пробой, и не нарушается целостность пробы. Использование контейнеров из полиэтилена низкого давления может привести к загрязнению проб и/или повреждению контейнера.

Крышки контейнеров. Для закрывания контейнеров/приемников для проб фиксированного объема могут быть использованы корковые, пластиковые или металлические навинчивающиеся крышки. Пробки из натуральной резины использовать не следует. Корковые пробки должны быть хорошего качества, без отделяющихся кусочков, не пыльные. Их смягчают катанием или обжатием и хорошо впрессовывают в горлышко бутылки для предотвращения течей или испарения. При необходимости используют защитное покрытие пробки из подходящего материала.

При отборе проб летучих жидкостей следует отдавать предпочтение завинчивающимся крышкам с уплотняющими герметизирующими вставками, а не корковым пробкам. Корковые пробки не используют повторно для продуктов другого типа, поскольку их тщательная очистка затруднительна, и углеводороды могут проникать в корку и вызывать загрязнение проб впоследствии. Повторное использование корковых пробок не рекомендуется, но может быть разрешено, если использование ограничено продуктом одного типа.

Завинчивающиеся крышки банок или бутылей должны быть снабжены прокладками из корки, облицованной маслостойким материалом или пластиковой уплотнительной вставкой. Корковые прокладки следует использовать только один раз. Их удаляют перед очисткой завинчивающихся крышек и заменяют на новую прокладку перед повторным использованием банки.

Подобные крышки можно использовать для приемников проб переменного объема низкого давления, но для высокого давления приемники проб переменного объема должны быть снабжены подходящими клапанами. Для запечатывания мест соединения с клапаном у резервуаров высокого давления могут быть предусмотрены закрывающие крышки для транспортирования от места отбора проб до лаборатории.

*Охлаждатели проб.* Охлаждающий змеевик из бесшовной медной трубки или трубки из другого подходящего металла подходящего диаметра должен быть закреплен в открытом переносном контейнере таким образом, чтобы при использовании его можно было погружать в воду или смесь воды со льдом. В качестве альтернативы охлаждающий змеевик должен быть закреплен в закрытом контейнере, через который циркулирует охлаждающая жидкость.

Входной конец трубки должен быть снабжен фланцем или другим подходящим средством соединения с пробоотборным клапаном. Выходной конец должен быть открытым.

Охлаждатели проб должны быть хорошо промыты перед сбором охлаждаемой пробы. Следует внимательно следить за тем, чтобы использование охлаждателей проб отвечало поставленным целям.

#### **Меры предосторожности**

Проба не должна включать посторонних продуктов, поэтому следует

предусмотреть меры предосторожности при перемещении пробы из первичного контейнера во вторичный для сохранения целостности пробы. (к-дум избегать загрязнений (например, дождевой водой или потом). Метод отбора, по возможности, должен исключать транспортирование пробы, т.е. пробу в лабораторию желательно доставлять в первичном контейнере.

Следует учитывать, что транспортирование пробы часто сопровождается:

и) потерями летучих компонентов (что влияет на плотность и давление пара);

б) изменением относительных пропорций масла и загрязнителей, таких как вода и осадки.

Персонал, занятый в отборе проб, должен быть проинструктирован об особенностях методики отбора. Специальные меры предосторожности необходимы при отборе проб для некоторых испытаний, и нужно точно следовать методикам отбора, чтобы результаты испытания были надежными. Эти дополнительные меры не являются предметом ИСО 3170, они должны быть установлены в методе испытания или технических требованиях на конкретный продукт.

Пробы не следует сливать из неперфорированных или неразделенных колодцев, поскольку содержимое неперфорированных труб обычно не является представительным в отношении содержимого всего бака на той же глубине.

Пробы следует брать только из таких колодцев (или стояков), когда их перфорация или щели дают возможность продукту свободно втекать и вытекать из основного бака в колодец с перфорацией или со щелями. Ряд перфорационных отверстий диаметром 25 мм с разбегом в 300 мм или два ряда перекрывающихся щелей такой же ширины обычно достаточно для свободного втекания и вытекания продукта.

Для работы с пробами используют оборудование для отбора, контейнеры, резервуары или пробоотборники, непроницаемые и устойчивые к действию растворителей. Тщательно исследуют все оборудование для отбора проб, включая пробки, чтобы убедиться в его чистоте и сухости.

В контейнере оставляют как минимум 5% свободного пространства для паров (требование наличия свободного пространства относится только к контейнерам фиксированного объема). Если точечные пробы отбирают из бака, часть пробы удаляют из контейнера, как только извлекают контейнер из бака. Для получения свободного пространства не рекомендуется применять декантацию, поскольку при этой процедуре может нарушаться представительность пробы, в частности, если в пробе присутствует несвязанная вода или слой эмульсии.

Сразу же после заполнения и закрытия пробоотборника, резервуара или контейнера для проб тщательно исследуют их на отсутствие течей. Если нужны пробы большого объема, которые не могут быть получены объединением меньших количеств из-за летучести или по другим соображениям, тщательно перемешивают содержимое бака доступными средствами (циркуляция, мешалка). Подтверждают гомогенность на пробах, отобранных с разных уровней. Контейнер заполняют, располагая входное отверстие близко ко дну контейнера, из боковых кранов бака или точки отбора клапана циркуляционного насоса.

*Отбор проб для специальных анализов.* Если пробы отбирают для определения следовых элементов, например, свинца, может потребоваться специально подготовленный контейнер для пробы. Такие пробы отбирают прямо в подготовленный контейнер. Вспомогательное оборудование и пробоотборный шнур ни в коем случае не должны загрязнять пробу. Особое внимание следует уделить предотвращению случайного загрязнения (например, пробоотборный шнур, смоченный морской водой на палубе танкера перед использованием для отбора продукта, может загрязнить пробу, например, натрием, когда содержание натрия является важным показателем при анализе нефтепродукта).

Если испытания, для которых предназначена проба, включают особые строгие требования, такие как определение коррозивности по медной или серебряной пластинке, пробу отбирают в стеклянную посуду темного цвета (или контейнеры из другого подходящего материала) и защищают пробу от света до испытания. Любой другой метод получения пробы может повлиять на результаты коррозионного испытания.



Если требуются испытания таких свойств, как отделение воды, окислительная стабильность, фактические растворенные смолы и т.д., следует убедиться, что любой контейнер для проб подготовлен соответствующим образом и не содержит загрязнителей, таких как флюс или другие химикаты.

*Отбор проб летучих продуктов.* При отборе летучих проб сырой нефти и нефтепродуктов необходимо избегать потерь летучих компонентов, например, при определении плотности, давления пара или при перегонке, не переносить нефтепродукт из исходного контейнера (контейнеров) для проб, не составлять и не смешивать пробы. Перевозят и хранят пробы в перевернутом положении, чтобы избежать потерь легколетучих фракций через пробку.

В зависимости от природы и температуры жидкости, температуры окружающей среды и цели, для которой требуется проба, нужно соблюдать некоторые или все предосторожности:

- а) пропускать пробу через охладитель проб в точке отбора;
- б) охлаждать контейнер для пробы до подходящей температуры перед отбором пробы;
- в) содержать контейнер для пробы холодным до его запечатывания;
- г) содержать контейнер для пробы холодным до его доставки в лабораторию.

Контейнер для пробы можно охладить при необходимости погружением его в охлаждающую среду, например, колотый лед, но нужно принимать во внимание, что охлаждение пробы может привести к частичному отделению парафина или других тяжелых компонентов.

Охлаждение таких проб может привести к тому, что парафин или тяжелые компоненты отложатся на стенках контейнера, и при последующем делении пробы подпробы не будут представительными по отношению к общей исходной пробе. Пробы сырой нефти не следует охлаждать ниже температуры, превышающей на 3°C температуру начала выделения парафина. В случае, если температура начала выделения парафина выше температуры окружающей среды, необходимо нагреть исходную пробу перед отбором подпроб.

*Отбор проб со стенки цистерны и из трубопровода.* Если используют отбор проб со стенки цистерны и из трубопровода, принимают следующие дополнительные меры предосторожности:

- а) перед отбором проб со стенки цистерны и из трубопровода линию отбора проб полностью смывают для удаления остатков всех предыдущих компонентов;
- б) при заполнении контейнеров для проб фиксированного объема выходная пробоотборная трубка должна достигать дна контейнера для пробы во время отбора. При заполнении контейнеров переменного объема устройство должно обеспечивать промывание всей линии отбора по всему объему до входного клапана приемника;
- в) если отбираемый продукт является летучим, охлаждают контейнер для пробы до подходящей температуры и используют охладитель пробы при необходимости;
- г) если отбираемый продукт имеет высокую температуру потери текучести, может быть необходимо термоизолировать линию пробоотбора или принять меры по нагреву соединений для предотвращения затвердевания.

#### Маркировка и транспортирование

Надписи на этикетках контейнеров должны быть четкими и несмываемыми.

Рекомендуется зарегистрировать: место, где отбирали пробу; дату;

инициалы и фамилию оператора;

описание продукта; количество

пробы;

номер бака, номер упаковки (и тип), название корабля; тип

пробы;

используемое пробоотборное устройство или пробоотборник; все

дополнительные детали отбора.

Если пробы предназначены для отправки, необходимо приложить все правила транспортирования. Следует принять меры по предотвращению загрязнения пробы упаковочным материалом при ее распаковывании.

### ОТБОР ПРОБ ГОМОГЕННЫХ ЖИДКИХ НЕФТЕПРОДУКТОВ

Многоточечные или точечные пробы отбирают по нижеприведенным методикам с учетом конкретного применения нефтепродуктов, если не указано иное. Как правило, отбирают верхнюю, среднюю и нижнюю пробы или

верхнюю, среднюю и вытекающую (нагнетаемую) пробы.

Минимальное число проб должно соответствовать требованиям табл. 6.1. Когда уровень жидкости ниже 4,5 м, можно отбирать меньше проб, чем рекомендовано в табл. 6.1.

### Отбор проб из цистерн и танков

#### **Береговые вертикальные цилиндрические цистерны**

**1. Точечные пробы.** Для отбора точечных проб опускают устройство для отбора проб до тех пор, пока его отверстие не окажется на требуемой глубине, открывают его соответствующим образом и удерживают на требуемом уровне для заполнения. Достают пробоотборник и либо декантируют небольшую часть обратно в цистерну, чтобы оставить незаполненный объем перед запечатыванием пробы, либо осторожно переносят всю пробу во вторичный приемник

Таблица 6.1

Минимальные требования к точечным пробам

Уровень жидкости	Требуемые пробы		
	Верхняя	Средняя	Нижняя
<3 м	—	X	—
>3 м и <4,5 м	X	—	X
>4,5 м	X	X	X

В условиях жаркого климата или при значительной разнице температур пробоотборника и отбираемого продукта, пробоотборник следует довести до температуры содержимого бака, осторожно поднимая и опуская его приблизительно по  $\pm 300$  мм за 1-2 мин перед включением открывающего механизма.

При отборе с разных уровней берут пробы в последовательности от верха ко дну, чтобы избежать перемешивания на низших уровнях. Зональный пробоотборник с верхним и донным клапанами с широким проходным сечением, позволяющим содержимому бака протекать через пробоотборник по мере его погружения, погружают с контролируемой скоростью до требуемой глубины. Закрывают клапан, как только закончено погружение, и сразу же вынимают пробоотборник. Осторожно переносят пробу целиком во вторичный приемник.

Если конструкция зонального пробоотборника не обеспечивает свободного протекания в процессе погружения, рекомендуется поднять и опустить пробоотборник 2-3 раза после достижения точки отбора перед закрытием клапана (клапанов). Поднимать и опускать следует, как минимум, на высоту пробоотборника.

В случае верхней пробы опускают открытый пробоотборник/контейнер осторожно до тех пор, пока его горло не окажется над самой поверхностью жидкости, и затем резко опускают пробоотборник на 150 мм под поверхность. Когда пробоотборник заполнен, что видно по прекращению выделения пузырьков воздуха, извлекают его и поступают, как в случае обычных точечных проб.

**2. Смешанные пробы.** Смешанную пробу можно приготовить из пред- \* Итигельных подпроб точечных проб, полученных в единичном баке (т.е. смешивая подпробы верхней, средней и нижней точечных проб), или из подпроб, представительных для индивидуальных баков, чтобы приготовить смесь для большего количества нефти (т.е. несколько кораблей или барж- баков одного и того же продукта). Смешанная проба должна включать все материалы, собранные в первичном устройстве для отбора проб, без деления. Объем, собранный в первичном устройстве для отбора проб, должен быть выбран таким образом, чтобы все содержимое устройства можно было добавить к объему других подпроб в транспортном контейнере. Смешение подпроб меньше, чем целая подпроба, можно проводить только в лаборатории с помощью оборудования, обеспечивающего адекватное смешение и измерение подпроб.

Для приготовления смешанной пробы любого типа переносят под- пробы представительных индивидуальных проб в контейнер для смешанных проб и осторожно перемешивают. Объемные массы подпроб должны быть взяты в пропорции их количеств.

При смешении подпроб, взятых из бака неравномерного поперечного сечения (или из нескольких баков), операция смешения требует тщательного расчета и измерений проб для поддержания представительности результирующей пробы. Эта

операция, если ее проводят, должна быть проведена в контролируемых лабораторных условиях.

Примечание — Испарение легколетучих компонентов и прилипание воды/осадка к стенкам исходного контейнера может влиять на представительность составной пробы.

Не готовят смешанную пробу для испытаний, если только она не требуется специально по соглашению сторон. В качестве альтернативы физическому смешению исследуют индивидуальные точечные пробы и рассчитывают среднюю величину из индивидуальных результатов испытания в пропорции к каждой составляющей пробе.

*1. Донные пробы.* Для отбора донных проб опускают донный пробоотборник до тех пор, пока он не займет вертикального положения на дне бака. В этом положении клапан открывают и заполняют пробоотборник. После извлечения пробоотборника тщательно исследуют его на отсутствие течей. Если таковые обнаружены, сливают пробу, очищают пробоотборник и проводят повторный отбор.

При необходимости переносят его содержимое во вторичный контейнер, принимая меры к тому, чтобы проба была полностью перенесена, включая воду и твердые вещества, которые могли пристать к внутренним стенкам первичного донного пробоотборника.

*II. Пробы с границ поверхностей.* Для отбора проб с границ поверхностей опускают пробоотборник с открытыми клапанами, давая жидкости протекать через устройство. На желаемом уровне закрывают клапан и извлекают пробоотборник из жидкости.

При использовании прозрачной трубки существующую поверхность раздела можно определить визуально через стенку пробоотборной трубки, и ее положение внутри бака можно измерить по градуированной ленте. Проверяют, чтобы клапаны были закрыты как следует, в противном случае проводят повторный отбор. Пробу можно сохранять для исследования.

*III. Пробы из крана (сбоку бака).* Этот метод не является предпочтительным и, следовательно, применяется, только если невозможно провести отбор проб никаким иным способом.

Клапаны точек отбора должны быть диаметром не менее 12,5 мм. Они должны быть установлены на боку бака через равные интервалы, соединительные устройства должны простираться не менее чем на 150 мм и глубь бака, кроме баков с плавающей крышей, где что возможно. Нижнее соединение должно быть на уровне дна всасывающего трубопровода

Перед взятием пробы промывают кран или соединительный клапан отбираемым продуктом, после чего сливают пробу в контейнер или приемник. При взятии проб под давлением следует осторожно открывать краны. Не следует пытаться «проковырять» забитые соединения через открытый кран.

Если содержимое бака не достигает верхнего или среднего соединительного штуцера бака, снабженного тремя соединительными штуцерами, отбирают пробу следующим образом.

а) Если уровень содержимого ближе к верхнему соединительному штуцеру, чем к среднему, берут две трети пробы через средний соединительный штуцер и одну треть через нижний.

б) Если уровень содержимого ближе к среднему соединительному штуцеру, чем к верхнему, берут половину пробы через средний соединительный штуцер и половину через нижний. Если уровень содержимого ниже среднего соединительного штуцера, берут всю пробу через нижний соединительный штуцер.

*IV. Пробы всех уровней.* Пробы всех уровней могут быть «восходящими» и «нисходящими». Резервуар пробоотборника движется в жидкости в одном направлении; для отбора «восходящих» и «нисходящих» проб используют разные приемы.

При пользовании патентованными пробоотборниками следуют инструкциям изготовителя. При отборе пробы всех уровней (восходящей) с помощью бутылки с утяжеленной корзиной (или утяжеленной пробоотборной банки) поступают следующим образом. Затыкают бутылку или банку и опускают на дно бака (избегая лежащей на дне бака несвязанной воды). Дергают за шнур, чтобы вынуть пробку, и поднимают пробоотборник обратно на поверхность с постоянной скоростью без пауз и колебаний. Скорость перемещения выбирают таким образом, чтобы бутылка или банка были заполнены на 80%, но не более чем на 90% при извлечении из жидкости. Сразу же закрывают крышкой или затыкают бутылку, или осторожно

перемещают всю пробу из утяжеленной банки во вторичный приемник для транспортирования.

Если пробоотборник для проб со всех уровней фиксированного объема полон менее чем на 90% при подъеме из жидкости, можно предположить, что в него попала жидкость со всех глубин при прохождении его через содержимое бака. Если пробоотборник полон более чем на 90% при подъеме из жидкости, проба не может быть представительной, и ее следует выбросить перед повторным отбором с большей скоростью подъема.

Примечания:

3. Не рекомендуется использование для отбора проб со всех уровней пробоотборника фиксированного объема, поскольку эти устройства не могут заполняться с равномерной скоростью. Кроме того, оператор не может опускать или поднимать пробоотборник со скоростью, необходимой для пропорционального заполнения, приближенно пропорциональной квадратному корню глубины погружения.

Отличные пробоотборники для отбора проб со всех уровней должны быть сконструированы таким образом, чтобы шло пропорционально расстоянию, пройденному через содержимое бака

2. Следует принять меры предосторожности при работе с «нисходящими» пробоотборниками проб со всех уровней с закрывающимся дном, если в баке может присутствовать слой несвязанной воды. В некоторых конструкциях патентованных пробоотборников предусмотрена выдвигающаяся «нога» для приведения в действие крышки над самым уровнем несвязанной воды.

V. *Средние пробы с нескольких уровней.* Чтобы получить среднюю пробу с нескольких уровней с помощью бутылки, снабженной утяжеленной корзиной, (или утяжеленной пробоотборной банки), оборудованной при необходимости подходящим устройством для ограничения скорости заполнения, поступают следующим образом. Опускают открытую банку или бутылку/корзину с поверхности жидкости на дно бака (избегая попадания несвязанной воды, лежащей на дне) и поднимают обратно к поверхности с той же равномерной скоростью и без колебаний при изменении направления. Выбирают размер ограниченного отверстия и/или скорость подъема и спуска такими, чтобы при извлечении из жидкости бутылка или банка были заполнены на 80%, но не более чем на 90%. Закрывают сосуд крышкой или пробкой, быстро и осторожно переносят всю пробу из утяжеленной банки во вторичный приемник для транспортирования.

Примечание — Не рекомендуется использование для отбора проб со всех уровней пробоотборника для средних проб, поскольку эти устройства не могут заполняться с равномерной скоростью. Кроме того, оператор не может опускать или поднимать пробоотборник со скоростью, необходимой для пропорционального заполнения, приблизительно пропорциональной квадратному корню глубины погружения.

Чтобы получить среднюю пробу с нескольких уровней с помощью патентованного специального пробоотборника, выбирают размер ограниченного отверстия, требующийся для глубины жидкости и вязкости, следуя инструкциям изготовителя. Если количество пробы составляет более 95% емкости пробоотборника, пробу отбрасывают и выбирают другой размер входного отверстия и/или изменяют скорость подъема и спуска, чтобы достичь целевого объема пробы.

Если пробоотборник фиксированного объема при извлечении из жидкости заполнен не более чем на 90% объема, можно предположить, что нефть протекала внутрь на всех глубинах при прохождении через содержимое бака. Если при извлечении из жидкости пробоотборник заполнен более чем на 90% объема, проба не может быть представительной, и ее следует выбросить перед повторным отбором пробы с использованием другого размера входного отверстия и/или изменив скорость подъема и спуска. Следует принять меры предосторожности при отборе средней пробы с нескольких уровней, если на дне бака присутствует слой несвязанной воды.

Обычно несвязанную воду не включают в состав таких проб, а определяют ее количество отдельно путем замера или отбора донных проб с помощью пробоотборника для границ раздела.

### ***Береговые горизонтальные баки с круглым или эллиптическим поперечным сечением***

Кроме случаев, когда предписано иначе, пробы отбирают как точечные пробы (см. выше) на уровнях, указанных в табл. 6.2. Если их объединяют для получения смешанной пробы, руководствуются пропорциями, данными в табл. 6.2.

Примечание — По общему соглашению единственная точечная проба, взятая на

уровне, соответствующем 50% содержащегося объема, может считаться достаточной. В качестве альтернативы можно использовать один из методов, описанных для вертикальных цилиндрических баков.

Таблица 6.2

Отбор проб из горизонтальных цилиндрических баков

Глубина жидкости (процент от	Уровень отбора пробы (в процентах от диаметра над дном)			Смешанная проба (пропорциональные части)		
	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

**Береговые баки других геометрических форм**

Отбирают пробы из сферических баков и баков неправильной формы, как описано для отбора точечных проб из цилиндрических баков. Определяют действительные уровни, на которых следует производить отбор, чтобы обеспечить объемное распределение по высоте бака.

**Береговые баки, снабженные газозапорными клапанами**

Для отбора проб используют переносное портативное устройство для отбора проб, совместимое с газозапорным клапаном, установленным на баке, или подходящий газозапорный переходник. Выбирают правильный пробоотборник для типа отбираемой пробы (т.е. точечной, зональной, доимой, межграничной, средней или всех уровней) и присоединяют его к загрузо-разгрузочному устройству на шнуре/кабеле. Включают пусковой механизм пробоотборника и, в случае пробоотборника средней пробы ним пробоотборника пробы со всех уровней, выбирают желаемый размер ограниченного входного отверстия.

Перед удалением защитной крышки/покрытия убеждаются, что газозапорный клапан полностью закрыт. Проверяют, чтобы базовые поверхности клапана и портативное устройство для отбора проб были чистыми и не содержали инородных материалов, которые могут помешать правильному креплению портативного устройства для отбора проб и обеспечению герметичности. Полностью открывают газозапорный клапан и осторожно опускают пробоотборник в бак.

**Примечание — Непрерывное заземление между портативным устройством для отбора проб и структурой бака обычно обеспечивается этим контактом, но может также быть предусмотрено отдельное заземление.**

В зависимости от типа используемого пробоотборника (т.е. точечный, средний или всех уровней) отбирают пробы по соответствующей методике. При подъеме пробы, перед закрытием клапана следует убедиться, что пробоотборник полностью находится над газозапорным клапаном. После подъема пробы, перед тем как открыть портативное устройство для отбора проб и/или перенести пробу во вторичный приемник, следует убедиться, что газозапорный клапан полностью закрыт.

Когда отбирают пробу с помощью портативного устройства для отбора проб в ограниченной системе, поступают так же, как с подобными открытыми пробами, и при необходимости переносят их во вторичный транспортировочный приемник.

Когда отбирают пробу с помощью портативного устройства для отбора проб в закрытой системе, ее полностью переносят через газонепроницаемый кожух в транспортировочный приемник постоянного или переменного объема.

**Примечание — Важно проверять чистоту внутренних компонентов**

**портативного устройства для отбора проб, кожуха (а также пробоотборника) перед повторным использованием.**

#### ***Береговые баки с наддувом с точками отбора проб через клапаны***

Некоторые баки с наддувом типа LPG Spheres, Bullets и т.д. могут быть снабжены зондами для отбора проб с разных глубин содержимого бака. В качестве альтернативы другие соединения с клапанами для баков с наддувом могут быть предусмотрены для отбора проб. В любом случае используют один из описанных ниже методов отбора с приемниками с наддувом.

#### ***Танки на судах или баржах***

Отбор проб из танков на судах или баржах проводят, как и из береговых баков. Если можно использовать процедуры открытого отбора проб, поступают, как описано выше для открытого отбора проб. Если требуется ограниченный или закрытый отбор проб, поступают, как описано выше для этих процессов.

Требования техники безопасности и охраны окружающей среды могут ограничивать выделение углеводородов в атмосферу во время операций по обработке грузов на судах и баржах. Это может приводить к ограничению и в некоторых случаях к запрету традиционных методов получения проб груза через открытые мерные люки или смотровые порты. Следовательно, в настоящее время принято, чтобы в соглашении между сторонами о перевозке груза на судне были предусмотрены устройства для ограниченной или закрытой системы измерений и отбора проб и что доступ к грузовым бакам должен осуществляться только через газозапорные клапаны.

Устанавливают газозапорные краны в соответствии с требованиями корабельных норм и правил и соответствующей портовой администрации.

Общий объем загрузки судна обычно подразделяется на ряд отсеков, которые могут отличаться геометрической формой и размерами. Некоторые отделения бака могут иметь неравномерное соотношение объема к высоте и, следовательно, некоторые типы проб могут не быть представительными. В этих обстоятельствах предпочтительными являются точечные пробы из каждого отделения; однако на практике ограничения времени, связанные с перевозками, обычно делают необходимым отбор средних проб или проб со всех уровней.

#### ***Железнодорожные цистерны***

Для цистерн в случае открытого отбора проб используют методы, описанные для горизонтальных цилиндрических баков. Для ограниченного или закрытого отбора проб следуют методам, описанным для отбора из баков, снабженных газозапорными клапанами.

Если по соглашению решено отбирать пробы из ограниченного числа цистерн в составе, содержащем номинально один и тот же продукт, пробы отбирают из цистерн, выбранных по плану отбора проб в соответствии с общими методиками, описанными в разделе «План отбора проб».

#### ***Автоцистерны***

Для автоцистерн в случае открытого отбора проб используют методики, описанные для горизонтальных цилиндрических баков или, если подходит, для баков другой геометрической формы. Для ограниченного или закрытого отбора проб следуют методикам, описанным для отбора из баков, снабженных газозапорными клапанами.

#### **Отбор проб из трубопроводов**

Часто бывает необходимо получить вручную динамические пробы из трубопровода, например, для инструментального контроля и контроля качества. Следует отметить, что такие пробы являются точечными, которые могут быть или не быть представительными в отношении ко всему транспортируемому количеству.

*Негомогенные жидкости.* См. далее раздел «Отбор проб сырой нефти и других негомогенных жидких нефтепродуктов».

*Гомогенные жидкости.* Отбор проб гомогенных жидкостей проводят с использованием соответствующей аппаратуры для отбора проб из трубопроводов. Перед отбором пробы промывают линию пробоотбора и все соединения отбираемым продуктом, после чего сливают пробу в контейнер для проб или приемник.

Содержимое трубопроводов может быть под значительным давлением и, следовательно, может быть необходимо специальное оборудование и специальные меры предосторожности. Рекомендуется, чтобы у каждой точки отбора проб был

манометр, чтобы можно было узнать величину давления перед отбором проб.

*Отбор проб жидкостей с высоким давлением паров.* Для отбора проб жидкостей с высоким давлением паров применяют специальное оборудование.

#### ***Отбор проб в приемники переменного объема с одним поршнем***

*Сущность метода* отбора заключается в следующем. Жидкость отбирают под давлением в трубопроводе и поддерживают под давлением трубопровода (или выше) во время транспортирования и последующего деления пробы. Типичный приемник с одним поршнем показан на рис. 6.8. Проба собирается с одной стороны плавающего поршня при осторожном снижении давления буфера инертного газа с другой стороны поршня.

Для отбора проб выбирают приемник необходимой емкости с номинальным давлением, превосходящим давление в трубопроводе. Подтверждают, что эластомер уплотнения поршня совместим с жидкостью трубопровода и эффективно работает при температуре трубопровода. Убеждаются, что приемник чистый и сухой.

Создают давление инертного газа в обеих частях приемника как минимум на 100 кПа (1 бар) выше, чем ожидаемое давление в трубопроводе, и проверяют на течи. Проверяют уплотнения поршня на течи, создавая одинаковое давление с каждой стороны по очереди, в то время как другая сторона открыта на атмосферу. Если обнаружены течи в клапане, фитинге или уплотнении, заменяют и вновь проверяют или используют другой приемник.

Для предварительной зарядки приемника открывают входной клапан для пробы. Соединяют приемник со стороны инертного газа с источником подходящего инертного газа и медленно доводят до давления как минимум на 100 кПа (1 бар) выше, чем давление в трубопроводе, чтобы поршень полностью переместился к торцевой крышке впуска пробы. Закрывают все вентили и отсоединяют источник инертного газа. Переносят предварительно заряженный приемник к точке отбора.

Для промывки линий отбора пробы и приемника соединяют впускной клапан предварительно заряженного приемника с точкой отбора. Если у приемника только одно входное соединение, впускной клапан держат закрытым и промывают зонд для отбора проб вплоть до впускного клапана.

Некоторые приемники снабжены дополнительным торцевым соединением, что позволяет промывать мертвый объем приемника. Для приемников такого типа промывают весь объем, соединяя второй клапан с линией слива и открывая оба клапана. Когда система будет полностью промыта, закрывают второй клапан (выходной) и проверяют заполнение путем осторожного снижения давления инертного газа с другого конца приемника.

При заполнении пробой приемника с единственным впускным клапаном медленно открывают впускной клапан. Приемник с двойным впускным клапаном готов к заполнению, как только второй концевой клапан закрыт по завершении промывки.

На этой стадии поршень не должен двигаться, поскольку давление буферного газа выше, чем давление в трубопроводе. Если поршень двигается, бракуют и используют другой приемник. Осторожно открывают клапан инертного газа, чтобы постепенно снизить давление инертного газа, и дают приемнику заполниться не более чем на 80% от номинальной емкости.

Разность давлений между отсеками пробы и буфера инертного газа во время отбора не должна превышать 100 кПа (1 бар).

Закрывают впускной клапан и снижают давление в линии отбора до стока перед отсоединением приемника от точки отбора. В заключение присоединяют впускной клапан для инертного газа к источнику инертного газа и повышают давление инертного газа до давления как минимум на 100 кПа (1 бар) выше, чем давление в трубопроводе. Отсоединяют приемник и транспортируют в лабораторию по возможности быстро.

#### ***Отбор проб в приемники переменного объема с двумя поршнями***

*Сущность метода* отбора заключается в следующем. Жидкость отбирают под давлением в трубопроводе и поддерживают под давлением трубопровода (или выше) во время транспортирования и последующего деления пробы. Типичный приемник с двумя поршнями показан на рис. 6.9. Проба собирается только у одного плавающего поршня путем осторожного снижения давления с противоположной стороны того же поршня. Давление инертного газа на второй поршень на стадии накопления пробы сохраняется значительно выше, чем давление в трубопроводе, чтобы избежать переполнения резервуара.

Перед делением первичной пробы для анализа ее можно гомогенизировать путем повторяющегося перемещения всей пробы через узкие поперечные отверстия в центральном листе водоотделителя. Это достигается попеременным снижением давления одного буфера инертного газа относительно другого (поддерживая давление пробы выше точки начала кипения). Эффективность этой многофазной гомогенизации пробы может быть подтверждена управляемыми испытаниями впрыскивания/извлечения. Поэтому эти приемники с двумя поршнями рекомендуются для отбора синхронизированных по времени точечных проб, которые используются для калибровки и подтверждения автоматических анализаторов содержания воды в трубопроводах, работающих на трубопроводах высокого давления (например, производство нестабилизированной сырой нефти или конденсата).

Объем рабочего пространства (пробы) приемника переменного объема с двумя цилиндрами составляет только 50% от общего объема. Выбирают приемник с требуемой емкостью и номинальным рабочим давлением, превышающим давление в трубопроводе. Подтверждают, что эластомер уплотнения поршня совместим с жидкостью трубопровода и эффективно работает при температуре трубопровода. Убеждаются, что приемник чистый и сухой. Проверяют на герметичность, как описано в предыдущем разделе.

Для предварительной зарядки приемника открывают клапан для впуска пробы. Соединяют по очереди оба клапана для впуска инертного газа и источником подходящего инертного газа и медленно доводят давление до величины, не менее чем на 500 кПа (5 бар) превышающей давление в трубопроводе, чтобы оба поршня сместились к центральной разделительной перегородке. Закрывают все вентили и отсоединяют источник инертного газа. Переносят предварительно заряженный приемник к точке отбора проб.

Для промывки приемника и линии подачи пробы присоединяют впускной клапан предварительно заряженного приемника к точке отбора. Присоединяют переходник клапана выходного отверстия/мембраны для пробы к закрытому стоку или другому безопасному сточному пути.

Полностью открывают выпускной клапан приемника и частично открывают входной клапан приемника (1/4 поворота). Осторожно открывают клапан точки отбора трубопровода, чтобы тщательно промыть линию пробы и мертвый объем приемника. Контролируют скорость течения жидкости через приемник, осторожно открывая впускной клапан и клапан точки отбора до тех пор, пока удерживающий объем не будет полностью промыт.

По завершении операции промывки полностью закрывают выходной клапан приемника. На этой стадии поршень не должен сдвигаться; давление буферного газа выше, чем давление в трубопроводе.

Осторожно приоткрывают один (а не оба) концевой клапан инертного газа для постепенного снижения давления инертного газа с одной стороны приемника. Снижение давления инертного газа вызывает накопление пробы в рабочей части приемника под действием разницы давлений в трубопроводе и в буфере инертного газа. Клапан инертного газа должен быть хорошо отрегулирован, чтобы можно было четко контролировать скорость течения пробы на входе. Разница давлений между трубопроводом и рабочим буфером инертного газа не должна превышать 100 кПа (1 бар) в течение всего периода накопления пробы.

Закрывают клапаны, когда индикатор положения поршня указывает, что приемник наполнен на 90% рабочей емкости (т.е. около 45% номинальной общей емкости).

Сбрасывают давление в линии пробы до стока перед отсоединением приемника от точки отбора. В конце присоединяют рабочий входной клапан инертного газа к источнику инертного газа и повышают давление инертного газа до значения как минимум на 100 кПа (1 бар) выше, чем давление в трубопроводе. Не обязательно выравнивать давление между обоими буферами инертного газа, но это можно сделать при условии, что окончательное давление инертного газа поддерживается выше, чем давление в трубопроводе. Отсоединяют приемник и транспортируют в лабораторию как можно скорее.

#### ***Отбор в приемники постоянного объема***

Сущность метода отбора заключается в следующем. Жидкость отбирают при давлении трубопровода и поддерживают под давлением, близким к давлению трубопровода при транспортировании и последующем делении пробы. Важно



создать в приемнике постоянного объема сразу же после отбора пробы свободное пространство, чтобы предотвратить опасное повышение давления пробы из-за термического расширения во время транспортировки или хранения.

Если давление пара отбираемой жидкости близко к давлению в трубопроводе, понижение давления пробы, связанное с созданием свободного пространства в приемнике, может привести к разделению фаз, что повлечет за собой трудности в последующем отборе представительных подпроб. В этих обстоятельствах обычно используют приемник переменного объема, чтобы поддерживать пробу под достаточным давлением для предотвращения расслоения фаз. Однако если проба охлаждается в холодильнике, также следует принимать во внимание влияние низкой температуры на уплотнения поршней.

Существует четыре основных конструкции приемников постоянного объема, в зависимости от того, снабжены ли они:

- а) одним или более впускным/выпускным клапаном
- и
- б) пустой внутренней трубкой или нет.

Приемник с двумя клапанами проще промыть перед отбором, тогда как пустая внутренняя трубка упрощает опустошение приемника на нужное количество (20% от общего постоянного объема) после отбора. Пустая внутренняя трубка в приемнике постоянного объема может также называться нерабочей трубкой или погружной трубкой.

Рабочий объем (объем пробы) в приемнике постоянного объема обычно на 20% меньше, чем номинальный объем, для обеспечения необходимого свободного пространства. Выбирают приемник требуемой емкости и с номинальным рабочим давлением, превышающим давление в трубопроводе. Убеждаются в том, что сертификат испытания давлением на приемник пробы и разрывную мембрану действителен. Убеждаются, что приемник чистый и сухой.

Создают давление инертного газа в приемнике, не менее чем на 100 кПа (1 бар) превышающее ожидаемое давление в трубопроводе, и проверяют на течи. Если обнаружены течи в клапанах или фитингах, заменяют их и проверяют снова, или используют другой приемник.

Если в приемнике есть пустая внутренняя трубка, определяют, какой клапан приемника соединяет с трубкой, и соединяют этот клапан с точкой отбора. Если в приемнике есть второй клапан, соединяют этот клапан с закрытым сливом или другой безопасной системой сброса. Оба крана сначала должны быть закрыты. К приемнику должно быть проведено заземление через соединение металлических труб к точке отбора, однако в некоторых случаях бывает нужно отдельное заземление.

Промывают транспортный путь пробы перемещением не менее 150% объема пути (от зонда пробы в трубопроводе до точки отбора) до клапана непосредственно перед вентиляем точки отбора. Затем закрывают дренажный клапан.

Для промывки приемника с одним клапаном — открывают впускной клапан приемника для частичного заполнения приемника. Затем закрывают распределительный клапан линии отбора пробы и открывают дренажный клапан трубы, чтобы промыть приемник. Закрывают дренажный клапан и повторяют частичное заполнение и выпускание не менее двух раз, чтобы промыть приемник так полно, как только возможно.

Для промывки приемника с двумя клапанами — открывают впускной клапан приемника для частичного заполнения приемника. Затем медленно открывают выпускной клапан приемника для слива. Закрывают распределительный клапан трубы и дают части содержимого приемника вылиться через выпускной клапан приемника. Закрывают дренажный клапан приемника и открывают дренажный клапан трубы для дальнейшего продувания. Закрывают дренажный клапан трубы и повторяют частичное заполнение и выпускание не менее двух раз, чтобы промыть приемник так полно, как только возможно.

По завершении операции промывки открывают распределительный клапан линии пробы, чтобы заполнить приемник, затем закрывают входной клапан приемника. Затем закрывают клапан источника (на трубопроводе) и открывают дренажный кран на линии пробы, чтобы снизить давление в линии пробы. В конце закрывают оставшиеся клапаны линии пробы и отсоединяют приемник.

Сразу же после отбора пробы в приемнике нужно создать 20% безопасного пустого пространства. Этого можно достичь либо использованием встроенной пустой трубки (если приемник ею снабжен), или взвешиванием приемника для определения количества пробы.

При использовании пустой трубки располагают приемник вертикально впускным клапаном вверх (и пустой трубкой). Для электробезопасности рекомендуется предусмотреть заземление приемника перед следующей стадией частичного продувания. Осторожно приоткрывают впускной клапан приемника до тех пор, пока жидкость не начнет улетучиваться. Дают избытку жидкости улетучиться, но, если видят, что жидкость быстро испаряется, закрывают клапан.

Если изначально жидкость не испаряется, приемник не был достаточно наполнен, и проба не будет представительной. В этих обстоятельствах подозрительную пробу следует отбросить и повторить отбор.

При использовании процедуры взвешивания — взвешивают заполненный приемник и вычитают вес тары, чтобы определить общий вес взятой пробы. Рассчитывают вес пробы, составляющей 20% пустого пространства, и сливают это количество, осторожно приоткрывая впускной клапан приемника.

Закрывают впускной клапан приемника и повторно взвешивают приемник, чтобы убедиться в создании необходимого свободного пространства. Если вес брутто все еще превышает вес тары плюс 80% исходной пробы, частично повторяют операцию слива.

Если в месте отбора проб нельзя взвесить приемник, то важно убедиться, что небольшое количество жидкой фазы пробы будет выпущено немедленно, чтобы предотвратить образование избыточного давления в результате расширения пробы из-за последующего повышения температуры. Процедуру взвешивания и создания свободного пространства следует провести как можно скорее после транспортирования пробы в оборудованное соответствующим образом место.

По завершении предыдущих операций сразу же проверяют приемник на течи специальной жидкостью для определения течей, мыльной водой или погружением в воду. Если обнаружены течи, бракуют пробу и ремонтируют или заменяют приемник перед отбором другой пробы.

Четко маркируют приемник с пробой и готовят к транспортированию, упаковывая в соответствующий контейнер, как требуется по правилам транспортирования. Транспортируют приемник в лабораторию без задержки. Если необходимо промежуточное хранение, пробу защищают от температурных перепадов.

#### ***Отбор проб из заправочных колонок (из раздаточного пистолета)***

Эта процедура применима для отбора проб жидких топлив из розничных заправочных колонок. Устанавливают носик раздаточного пистолета, чтобы топливо лилось на дно приемника без разбрызгивания. Если пистолет снабжен системой улавливания паров, прокладку нужно сместить в рукав. Медленно наполняют приемник приблизительно до 85% объема. Вынимают сопло и сразу же закрывают или запечатывают приемник. Если пробу анализируют на давление пара, приемник охлаждают перед заполнением.