

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

078
L/vực khác

**TCVN 2715 : 1995
ISO 3170 : 1988 (E)
ASTM D4057 : 1988**

Soát xét lần 1

CHẤT LỎNG DẦU MỎ – LẤY MẪU THỦ CÔNG

Petroleum liquids – Manual sampling

HÀ NỘI - 1995

Lời giới thiệu

TCVN 2715 : 1995 (ISO 3170 : 1988) phải được áp dụng kết hợp với TCVN 6022 : 1995 (ISO 3171 : 1988) "Chất lỏng dầu mỏ - Lấy mẫu tự động trong đường ống".

Mục đích của tiêu chuẩn này là tiêu chuẩn hoá các điều kiện để có được mẫu hidrocacbon lỏng hoặc bán lỏng trong xitec, thùng chứa hoặc trong đường ống.

Nếu nguyên liệu hidrocacbon được lấy mẫu là không đồng nhất do có sự thay đổi đáng kể trong thành phần hoặc chứa cặn và nước; thì mẫu lấy thủ công sẽ không được coi là mẫu đại diện, nhưng vẫn cho phép dùng để đánh giá độ không đồng nhất và để thực hiện các phép đánh giá số lượng và chất lượng.

Trong thực tế, ở nhiều nước, một số hoặc tất cả các điều khoản được đề cập đến trong tiêu chuẩn này là đối tượng bắt buộc áp dụng theo luật của các nước đó; thì những qui định như thế phải được tuân thủ một cách nghiêm túc. Trong trường hợp có mâu thuẫn giữa các qui định bắt buộc và tiêu chuẩn này, thì phải tuân theo luật.

Chất lỏng dầu mỏ – Lấy mẫu thủ công

Petroleum liquids – Manual sampling

1 Phạm vi áp dụng

1.1 Tiêu chuẩn này qui định qui trình lấy mẫu thủ công, cho mẫu chất lỏng hidro cacbon, cặn bể chứa và các chất lỏng trong bể chứa cố định, xi téc ray, xi téc của các phương tiện chuyên chở trên đường bộ, tàu và xà lan, thùng phi và can chứa, từ các chất lỏng bơm chuyển trong đường ống (xem 4.3).

1.2 Tiêu chuẩn này qui định cho việc lấy mẫu các sản phẩm dầu mỏ dạng lỏng, dầu thô và các sản phẩm trung gian được tồn chứa trong các bể có áp suất bằng hoặc gần bằng áp suất khí quyển, hoặc chuyển bằng đường ống và được bảo quản ở dạng lỏng nhiệt độ môi trường tới 100°C.

Các qui trình lấy mẫu này không qui định cho việc lấy mẫu các sản phẩm dầu mỏ đặc biệt như nhiên liệu máy bay, dầu cách điện, các khí hoá lỏng, các khí tự nhiên, bi tum và các sản phẩm hoá chất, cũng không áp dụng cho các dầu thô có áp suất hơi Reid trên 180 KPa (1,8 bar).

1.3 Có hai phương pháp lấy mẫu thủ công cơ bản được sử dụng

- lấy mẫu ở bể chứa;
- lấy mẫu ở đường ống.

Khi có đợt giao hay nhận hàng có thể lấy mẫu ở bể chứa hoặc đường ống hoặc cả hai. Tuy nhiên, nếu sử dụng cả hai phương pháp thì không được trộn lẫn hai phần mẫu với nhau.

1.4 Các qui trình được thiết lập sao cho hạn chế tối thiểu hoặc loại trừ mất mát phần nhẹ trong mẫu, sự mất mát có thể xuất hiện trong quá trình lấy hoặc ván chuyên mẫu làm cho lấy mẫu không còn đại diện cho khối chất nữa.

TCVN 2715 : 1995

1.5 Nếu các qui trình dành cho việc lấy mẫu đại diện của các chất lỏng dầu mỏ đồng nhất đang tồn chứa hoặc vận chuyển mà đem áp dụng cho các chất lỏng không đồng nhất có sai khác lớn về thành phần và hàm lượng cặn và nước thì mẫu không phải là mẫu đại diện.

1.6 Qui định các qui trình lấy mẫu nhằm các mục đích sau:

- a) xác định chất lượng dầu;
- b) xác định hàm lượng nước của dầu;
- c) xác định các chất nhiễm bẩn khác mà chúng không được coi là một phần của chất lỏng dịch chuyển.

Nếu các điều kiện lấy mẫu cho các mục đích a, b, c là mâu thuẫn thì cần phải tách riêng mẫu.

1.7 Qui trình lấy mẫu chất không đồng nhất trong bể chứa được qui định sao cho có thể xác định được mức độ không đồng nhất và có thể làm được các phép đánh giá định tính và định lượng.

1.8 Các qui trình lấy mẫu cặn và chất lắng cùng có trong bể chứa cùng với kỹ thuật lấy mẫu hidro cacbon lỏng dưới áp suất khí tro.

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 6022 : 1995 (ISO 3171 : 1988) Chất lỏng dầu mỏ – Lấy mẫu tự động trên đường ống.

3 Các thuật ngữ

3.1 Người có đủ trình độ: Là người do những hiểu biết lý thuyết và thực hành, kinh nghiệm và học vấn của họ mà có khả năng phát hiện ra bất cứ một thiếu sót, một điểm yếu nào trong nhà máy hoặc thiết bị và có khả năng đánh giá đúng đắn tin cậy về sự phù hợp của nó đối với việc sử dụng tiếp theo.

Chú thích – Người này cần có đủ thẩm quyền để đảm bảo rằng các ý kiến của họ phải được thực hiện.

3.2 Tinh nguyên ven của mẫu: Điều kiện tiên hành đây đủ và không xáo trộn, tức là mẫu được bảo quản để thành phần giông hép như khi lấy ra khỏi khối chất lỏng.

3.3 Máy trộn: Một dụng cụ có bộ phận trộn đồng nhất chất lỏng ở trong đường ống hay thùng chứa để được mẫu đại diện.

3.3.1 **Máy trộn tĩnh:** Một dụng cụ trộn không có phần di động và được đặt cố định trong đường ống hoặc ống. Nó phụ thuộc vào động năng của chất lỏng chuyển động để có năng lượng cần thiết trộn chất lỏng.

3.4 **Đường ống:** Bất kỳ một đường ống nào được dùng để vận chuyển chất lỏng. Một ống không bị tắc, không có bất kỳ phụ kiện nào ở bên trong thí dụ như máy trộn tĩnh hoặc đĩa đục lỗ.

3.5 **Cần và chất lỏng:** Các chất vô cơ và hữu cơ cùng với nước phân tán trong nó, chúng được tách ra khỏi chất lỏng :

- a) hoặc rơi xuống đáy của bể chứa chất lỏng
- b) hoặc còn lại ở bể chứa sau khi chất lỏng được bơm ra hết.

3.6 **Ôn định mẫu:** Mức độ đồng nhất hóa cần thiết để ổn định mẫu trong suốt quá trình xử lý mẫu chuẩn bị cho phân tích.

3.7 **Lấy mẫu:** Xử lý mẫu, phân chia trung chuyển và vận chuyển, bao gồm cả trung chuyển mẫu từ dụng cụ lấy mẫu đến thùng chứa và từ thùng chứa tới dụng cụ thử nghiệm.

3.8 Các loại mẫu

3.8.1 **Mẫu toàn phần:** Mẫu thu được với dụng cụ mà dụng cụ này có khả năng tự thu mẫu khi đi qua toàn bộ chiều cao chất lỏng theo một hướng.

3.8.2 **Mẫu đáy:** Mẫu cục bộ được lấy từ bề mặt đáy (sàn) của bể chứa hoặc thùng chứa (xem hình 1).

3.8.3 **Mẫu hỗn hợp:** Mẫu thu được bằng cách tổ hợp một số mẫu cục bộ với 1 tỉ lệ xác định sao cho thu được mẫu đại diện cho toàn bộ khối chất. Dạng thông thường của mẫu hỗn hợp thu được bằng cách kết hợp các mẫu được lấy theo một trong các cách sau (xem mục 4 và 7.3.1, 1.2).

- a) các mẫu trên, giữa và dưới có tỉ lệ như nhau;
- b) các mẫu phía trên, ở giữa và ở bề mặt của lỗ bơm hút ra của bồn chứa;
- c) tập hợp các mẫu cục bộ từ đâu không đóng nhát được lấy ở mức không ít hơn ba và được trộn theo tỉ lệ của dấu đại diện;

TCVN 2715 : 1995

d) các mẫu cá biệt từ vài bể chứa hoặc khoang theo tỉ lệ cân xứng với tổng lượng của mỗi mẫu đại diện;

e) một nhóm các mẫu cục bộ với thể tích bằng nhau thu được từ đường ống dòng chảy lấy ở những thời điểm xác định.

3.8.4 Mẫu đại diện: Mẫu có đặc tính lý hóa học giống như đặc tính trung bình về khối lượng của toàn bộ khái chất được lấy.

3.8.5 Mẫu di động: Mẫu thu được bằng cách thả bình lấp mẫu từ bể mặt dầu xuống sát đáy và quay ngược lên bể mặt định dầu với một tốc độ sao cho bình chứa khoảng 3/4 thể tích của nó.

3.8.6 Mẫu cục bộ: Mẫu được lấy ở một vị trí xác định trong bể chứa hoặc từ đường ống ở một thời gian xác định trong quá trình bơm chuyển.

3.8.7 Mẫu ở độ cao của lỗ hút dầu (của bể chứa): Mẫu được lấy ở mức thấp nhất mà từ đó hidro cacbon lỏng được bơm từ bể chứa. Trong việc xác định mức này phải cho phép tiến hành một gá lắp thích hợp trong bể chứa như tay đòn đu đưa, van hút đổi hướng hoặc ống cong bên trong (xem hình 1).

3.8.8 Mẫu lớp trên: Mẫu lấy ở mức 1/6 chiều sâu cột chất lỏng kể từ bể mặt (xem hình 1).

3.8.9 Mẫu lớp giữa: Mẫu được lấy ở mức 1/2 chiều sâu cột chất lỏng kể từ bể mặt (xem hình 1).

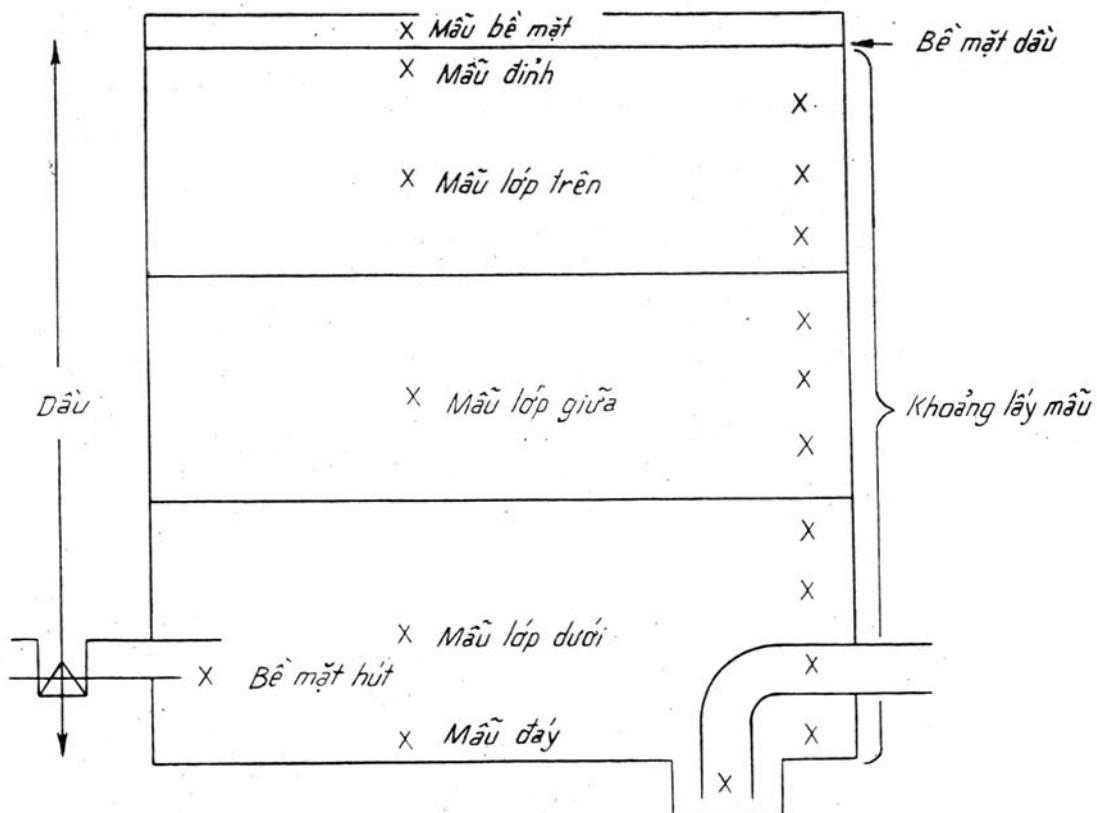
3.8.10 Mẫu lớp dưới: Mẫu được lấy ở mức 5/6 chiều sâu cột chất lỏng kể từ bể mặt (xem hình 1).

3.8.11 Mẫu đỉnh: Mẫu cục bộ thu được kể từ bể mặt chất lỏng 150mm (xem hình 1).

3.8.12 Mẫu hớt (mẫu bể mặt): Mẫu được lấy từ bể mặt của chất lỏng (xem hình 1).

3.9 Thuật ngữ thống kê

3.9.1 Mức chất lượng chấp nhận được (acceptable quality level) AQL số phần trăm sai sót cực đại, (hoặc số sai sót cực đại trên 100 đơn vị) mà vì mục đích kiểm tra mẫu, có thể được coi là thỏa mãn giá trị trung bình của một quá trình.



Hình 1 – Các vị trí lấy mẫu

3.9.2 Lô: Một tập hợp các kiện hàng chứa một sản phẩm có thành phần đồng nhất và được sản xuất đồng nhất hay giao hàng cùng một lần.

3.9.3 Bao bì: Các dụng cụ chứa như phuy, tròn, can hoặc lọ.

3.9.4 Phần trăm sai sót: 100 lần số đơn vị sản phẩm sai sót chứa trong một số đơn vị sản phẩm nhất định nào đó chia cho tổng số đơn vị sản phẩm, nghĩa là

$$\text{phần trăm sai sót} = \frac{\text{số sai sót}}{\text{số đơn vị kiểm tra}} \times 100$$

3.9.5 Lượng mẫu: Lượng mẫu cần lấy ra khỏi một lô hàng để xác định khả năng nó có thể chấp nhận được như đã đề ra trong kế hoạch lấy mẫu.

3.10 Dung tích dư: Đối với mục đích tiêu chuẩn này, là khoảng trống còn lại trong dụng cụ lấy mẫu / thùng chứa trên bề mặt chất lỏng được biểu thị bằng đơn vị thể tích.

3.11 Nước

3.11.1 **Nước hòa tan:** Nước hòa lẫn trong dầu tạo thành một dung dịch ở nhiệt độ thường.

3.11.2 **Nước lơ lửng:** Nước có trong dầu được phân tán dưới dạng các hạt rất nhỏ.

Chú thích – Có thể do điều kiện nhiệt độ và áp suất xung quanh cứ sau một khoảng thời gian nước lơ lửng lại tách thành nước tự do hoặc trở thành nước hòa tan.

3.11.3 **Nước tự do:** Là một lớp nước tách ra khỏi dầu và lắng dưới dầu.

3.11.4 **Tổng lượng nước:** Tổng các loại nước hòa tan, lơ lửng hoặc tự do trong khoang dầu hay tàu hàng dầu.

4 Nguyên tắc

4.1 Để đảm bảo mẫu đưa thử nghiệm thực sự là đại diện cho dầu được lấy mẫu, cần thực hiện tốt các chú ý đã nêu. Những điều này phụ thuộc vào đặc tính của chất lỏng, bể chứa, thùng đựng hoặc đường ống mà mẫu được lấy ra từ đó và bản chất của phép thử được tiến hành trên mẫu.

4.2 Lấy mẫu bể chứa được bắt đầu khi lượng chứa của bể nằm yên. Để phân tích thường lấy các mẫu sau:

- a) mẫu lớp trên, giữa và dưới;
- b) mẫu lớp trên, giữa và mẫu lấy theo mức lỗ bơm hút.

Nếu các phép thử trên các mẫu cho biết rằng chất chứa trong bể là đồng nhất thì pha mẫu tỉ lệ bằng nhau nếu chất chứa trong bể là không đồng nhất thì cần phải lấy mẫu ở nhiều hơn 3 mức hoặc phải chuẩn bị mẫu hỗn hợp cho phân tích hoặc nếu vì pha trộn mà làm yếu tính toàn vẹn của mẫu thì mỗi mẫu phải được phân tích riêng biệt và thành phần tương ứng với mẫu hỗn hợp phải được tính toán. Trong tính toán này cho phép sai số đối với phần dầu đại diện cho mỗi mẫu.

Các phương pháp khác là

- c) mẫu di động, hoặc
- d) mẫu toàn bộ.

4.3 Để thu được một mẫu đại diện từ một lô hàng không đồng nhất đang được bơm trong đường ống, cần dùng dụng cụ lấy mẫu tự động như đã mô tả trong TCVN 6022: 1995 (ISO 3771: 1988) để lấy mẫu. Đôi khi cần phải lấy mẫu thủ công. Chúng là các mẫu cục bộ và có thể không đại diện cho toàn bộ khối chất.

5 Thiết bị

5.1 Qui định chung

Tất cả các dụng cụ lấy mẫu phải được thiết kế và cấu tạo sao cho đảm bảo được nhiệm vụ đã định nhằm duy trì được đặc tính ban đầu của dầu đó. Chúng đủ bền và được bảo vệ bên ngoài để chịu được áp suất thích hợp có thể sinh ra, hoặc được trang bị một cái van xả đủ bền để chịu được bất kỳ tác động nào trong khi xử lý. Dụng cụ này cần được rửa sạch trước khi sử dụng.

Chú thích – Các dụng cụ lấy mẫu khác nhau được mô tả một cách tổng quát từ 5.2 đến 5.7 và những kích thước chủ yếu đều được xác định. Không nêu những yêu cầu kỹ thuật chi tiết cho những mục này bởi vì bất kỳ một dụng cụ nào phù hợp với loại đã được mô tả đều có thể sử dụng được.

5.2 Ống lấy mẫu bể chứa

5.2.1 Qui định chung

Ống lấy mẫu bể chứa được phân loại theo dạng mẫu được lấy:

- mẫu cục bộ;
- mẫu đáy;
- mẫu chất lỏng bể / mẫu cặn;
- mẫu di động;
- mẫu toàn bộ.

Các dụng cụ phải có dây, dây cáp hoặc dây xích bằng vật liệu không phát tia lửa, được buộc vào dụng cụ để điều chỉnh của vị trí của nó trong bể.

Chú thích – Dây thường cần phải dẫn điện để không còn khả năng sinh ra dòng tĩnh điện.

5.2.2 Dụng cụ lấy mẫu điểm

Dụng cụ này phải được cấu tạo sao cho có thể lấy mẫu ở bất kỳ mức nào trong bể, các loại dụng cụ sau đây là có thể sử dụng được.

5.2.2.1 Lồng lấy mẫu

Là một cái lồng hay cái giá bằng kim loại hoặc nhựa được cấu tạo phù hợp với việc giữ bình chứa thích hợp. Toàn bộ thiết bị phải đủ nặng để có thể chìm hoàn toàn trong khói chất cần lấy mẫu và có bộ phận tự phòng để làm đầy bình chứa ở bất kỳ mức nào mong muốn (xem hình 2).

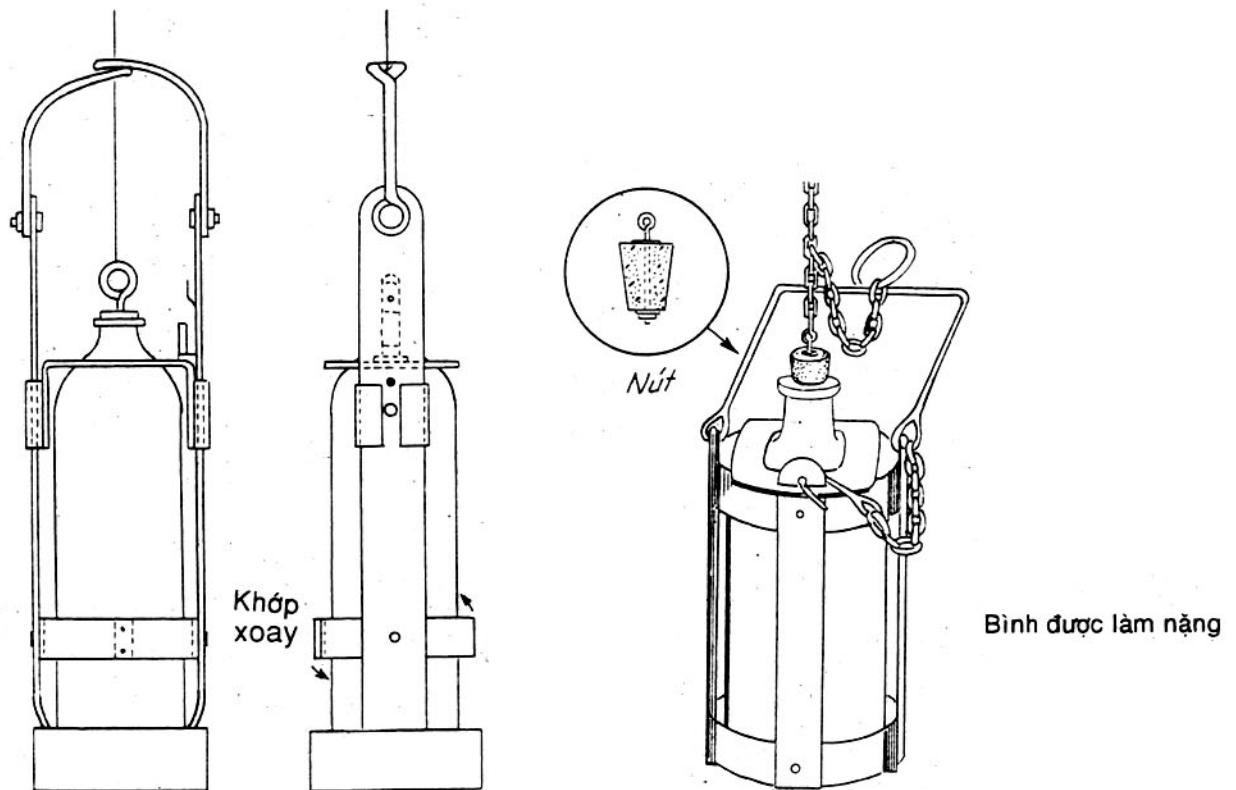
Các bình có kích thước thích hợp để lắp vào lồng lấy mẫu. Lồng lấy mẫu nói chung được ưa chuộng hơn can lấy mẫu đối với những sản phẩm dễ bay hơi khi chuyển mẫu từ can lấy mẫu sang bình chứa khác có thể gây ra sự bay hơi mất những thành phần nhẹ.

Chú thích – Có thể bỏ lồng lấy mẫu nếu bình lấy mẫu được buộc chắc chắn với một dây thừng nặng. Nút bắc cũng được buộc vào dây cách cổ bình khoảng 150mm.

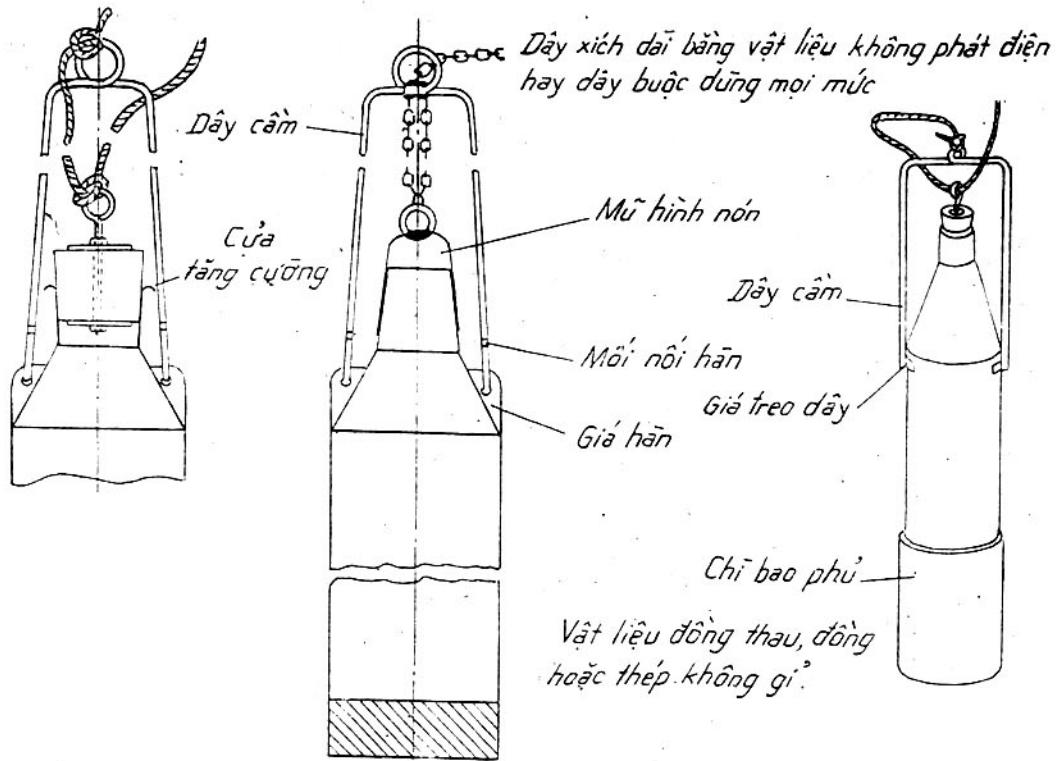
5.2.2.2 Can nặng để lấy mẫu (xem hình 3)

Can phải đủ nặng để có thể chìm hẳn trong khói dầu cần lấy mẫu trên, giữa, dưới hoặc bể mặt hút thì bộ phận hạ thấp phải được buộc với can, theo cách làm sao nút mở được bằng cách giật mạnh. Nếu dùng lấy mẫu di động, cần dùng nút đặc biệt như vẽ ra trên hình 4. Để tránh khó khăn cho việc rửa sạch can, cần cố định vật liệu làm nặng đối với can sao cho nó không được tiếp xúc với mẫu.

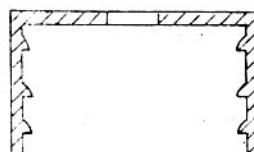
Một số can lấy mẫu có các phương tiện mở đặc biệt thí dụ các dụng cụ có các van được mở hoặc đóng ở mức mong muốn bằng cách hạ thấp vật nặng dọc theo hướng dây cáp hoặc có các van cánh hay van nắp được đóng lại khi bắt đầu kéo lên.



Hình 2 – Lồng lấy mẫu

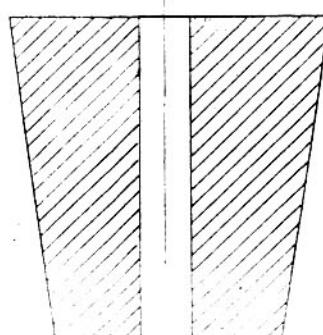


Hình 3 – Can lấy mẫu được làm nặng



a) Mũ định vịt mở

Chú thích – Cô mẫu phu thuộc vào độ nhớt của chất lỏng, chiều sâu và cô bê chứa.



b) Nút có lỗ khoan

Hình 4 – Các thiết bị làm đầy giới hạn của dụng cụ lấy mẫu di động

5.2.2.3 Dụng cụ lấy mẫu giữa hai bể mặt

Một ống bằng thuỷ tinh, kim loại hoặc chất dẻo, hở cả hai đầu để cho chất lỏng chảy tự do trong quá trình thả vào chất lỏng. Có thể đóng đầu dưới ở mức mong muốn bằng các dụng cụ sau:

- một cơ cấu đóng kín được điều khiển bằng cách kéo lên theo hướng ống lấy mẫu;
- một vật nặng được dẫn hướng theo dây cáp treo (dây trượt) để làm cơ cấu đóng kín.

Có thể dùng dụng cụ lấy mẫu giữa hai bể mặt để lấy mẫu cục bộ tại mức đã lựa chọn hoặc một mẫu dày để phát hiện các chất nhiễm bẩn.

Nó phải được thiết kế và chế tạo sao cho nếu hạ thấp từ từ thì có thể sử dụng để thu giữ một cột thẳng đứng chất lỏng ở đáy bể chứa hay ở bất cứ một mức lựa chọn nào khác (xem hình 5).

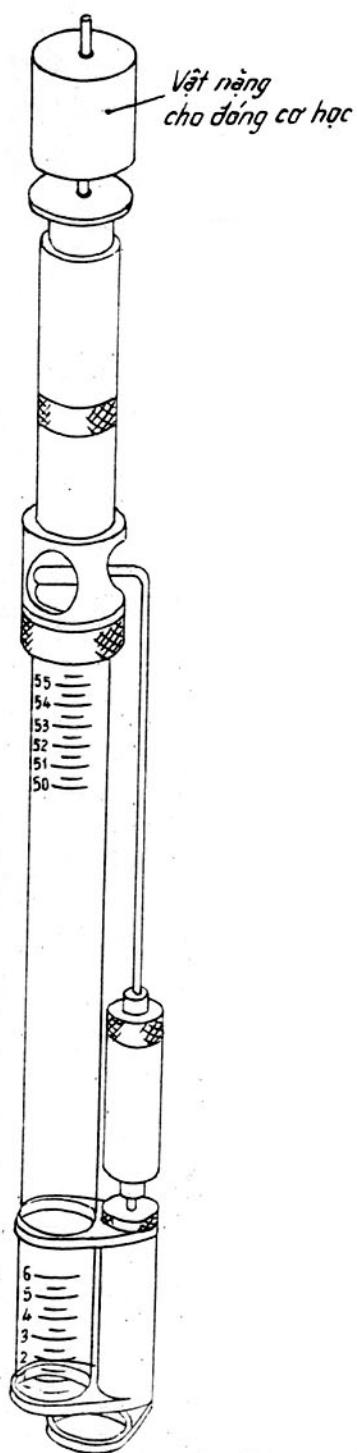
5.2.3 Dụng cụ lấy mẫu đáy

Là những vật chứa có thể hạ thấp xuống tận đáy bể chứa nơi mà van hoặc nút đóng kín tương tự được mở ra khi tiếp xúc với sàn, bể và đóng lại khi nâng lên (xem hình 6).

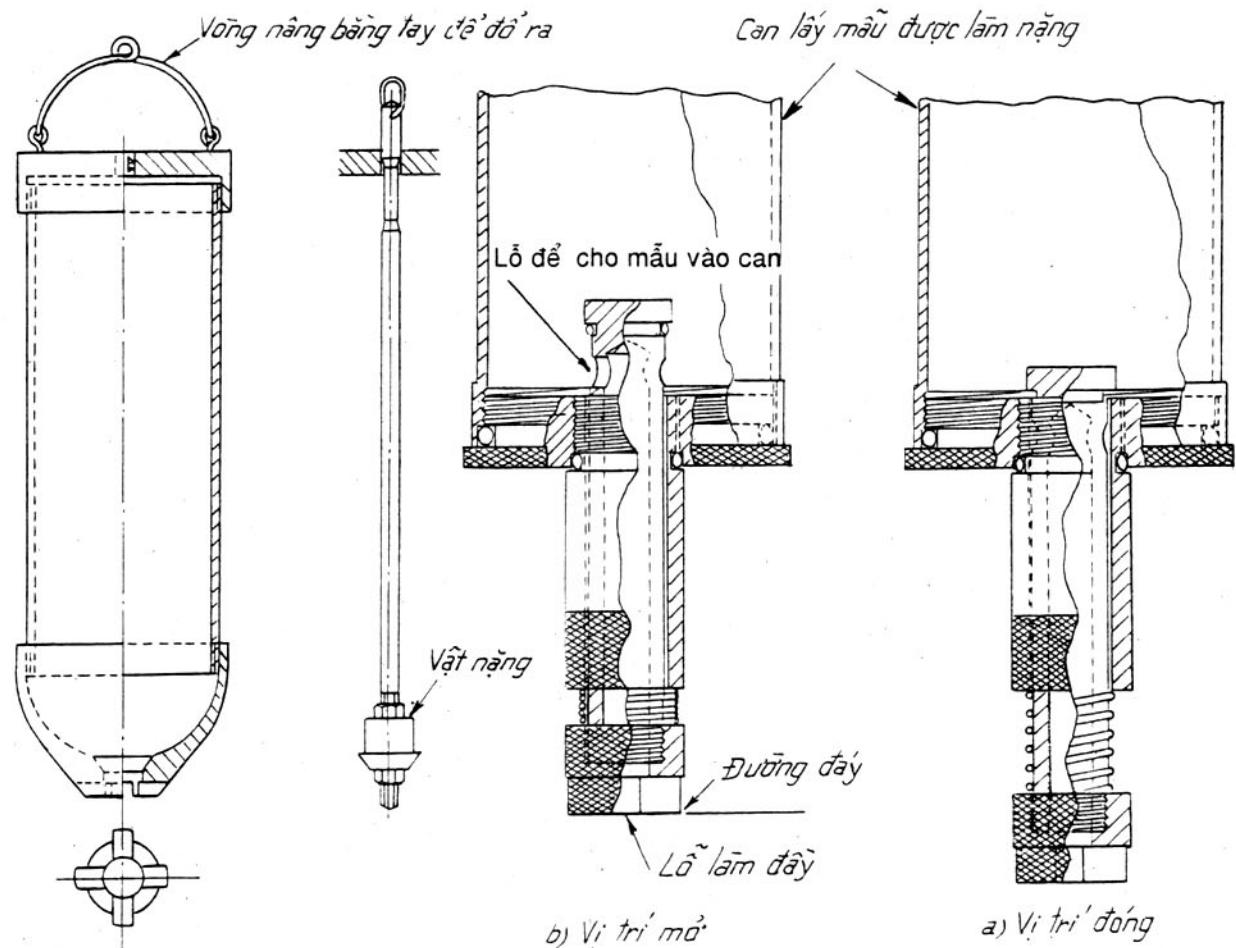
5.2.4 Dụng cụ lấy mẫu cặn / chất lắng

5.2.4.1 Gầu lấy mẫu

Gầu lấy mẫu bao gồm một hộp đồng có thành cứng với một thiết bị gá tổng hợp. Đáy của thân gầu lấy mẫu gồm 2 kẹp đóng bằng lò so kẹp này mở ra nhờ dây trượt, 2 tấm kim loại nhẹ phủ kín chô hờ của đinh ở gầu lấy mẫu để ngăn mẫu khỏi bị trôi đi khi gầu lấy mẫu rút ra khỏi chất lỏng (hình 7).

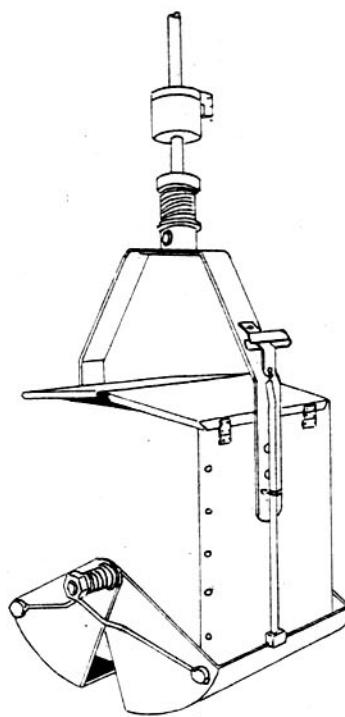


Hình 5 – Dụng cụ lấy mẫu bề mặt tiếp giáp



Chú thích – Dụng cụ lấy mẫu phải đủ nặng để chìm được trong chất lỏng có tỉ trọng 1000 Kg/m³ ở 15°C.

Hình 6 – Dụng cụ lấy mẫu đáy và các chi tiết đóng mở cơ học giá theo



Hình 7 – Dụng cụ lấy mẫu cặn

5.2.4.2 Dụng cụ lấy mẫu nòng nhọn / có lực hút

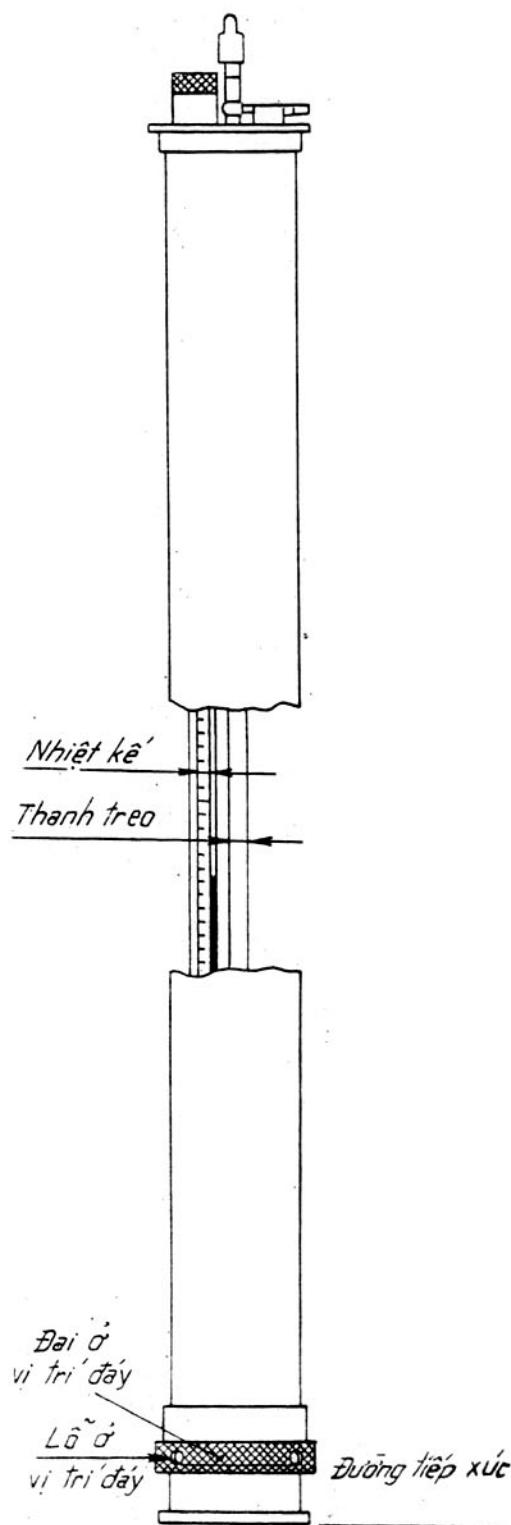
Là một dụng cụ hình ống có đường kính đồng đều, có thể được thêm vật nặng hoặc được trang bị một bộ phận điều khiển vận hành cơ học để đâm xuyên vào lớp cặn lăng cần lấy mẫu.

5.2.5 Dụng cụ lấy mẫu di động

Dụng cụ lấy mẫu di động là một thùng chứa được thêm vật nặng hoặc được chứa đựng trong một cái lồng nặng và nếu cần thì được trang bị một thiết bị làm đầy có giới hạn (xem hình 4). Nó được thiết kế để thu được mẫu trong lúc được hạ xuống và nâng lên trong dầu (xem hình 2 và 3) không xác định rõ ràng nó được làm đầy ở tốc độ không đổi khi lấy mẫu.

5.2.6 Dụng cụ lấy mẫu toàn bộ

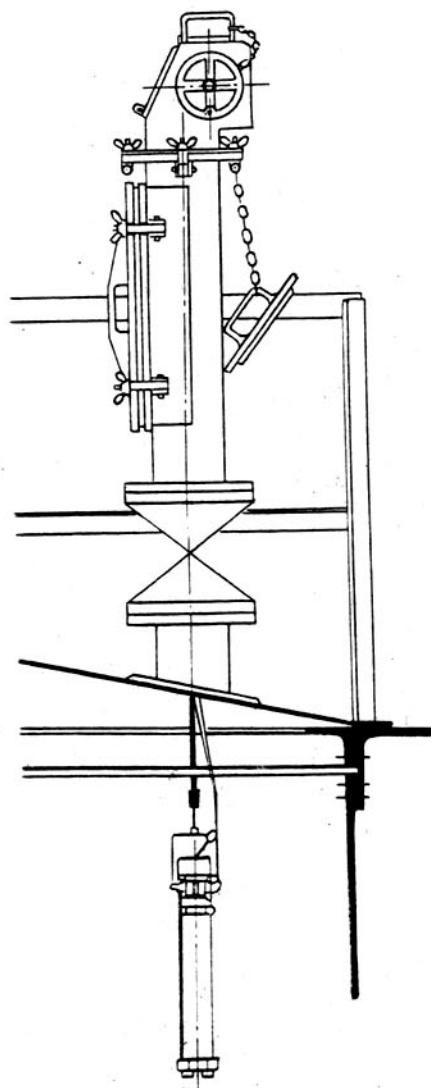
Các thiết bị lấy mẫu này có một đầu vào cho chất lỏng và một đầu ra cho khí, được thiết kế để thu được mẫu trong khi hạ thấp hoặc nâng cao trong dầu. Không cần xác định những dụng cụ lấy mẫu như vậy được làm đầy ở một tốc độ không đổi. Thí dụ được đưa ra trên hình 8.



Hình 8 – Dụng cụ lấy mẫu tất cả các mức

5.2.7 Thiết bị khoá hơi

Thiết bị được sử dụng để lấy mẫu từ bể chứa dưới áp suất cao, đặc biệt từ những bể sử dụng hệ khí trơ. Chúng có thể bao gồm một hàng rào kín khí đặt trên đỉnh của chỗ nối van mái như trên hình 9, một lô chứa mẫu trong một lồng lấy mẫu thích hợp hoặc dụng cụ đặc biệt lấy mẫu như trên hình 9 được gắn vào, cho đi qua một cửa sổ kín khí tới một thiết bị hạ thấp. Sau đó cửa sổ được đóng lại, van mái được mở ra và lô chứa mẫu hoặc dụng cụ lấy mẫu được hạ xuống độ sâu cần thiết trong sản phẩm trước khi làm đầy. Van được đóng lại cùng với dụng cụ lấy mẫu ở vị trí cao trước khi được rút ra qua cửa sổ.

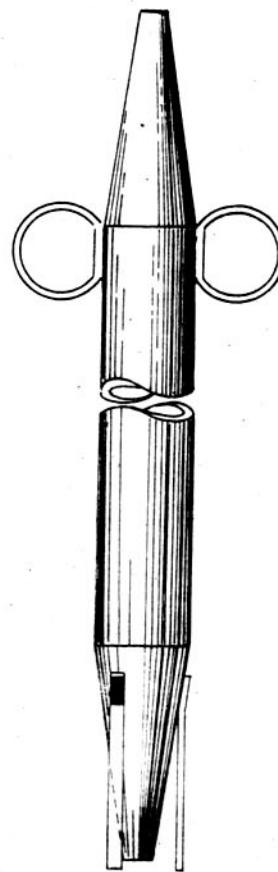


Hình 9 – Thiết bị khoá hơi

5.3 Dụng cụ lấy mẫu thùng và can

Dụng cụ lấy mẫu hình ống thông thường (xem hình 10) là một ống làm bằng thuỷ tinh, kim loại hoặc nhựa với những phụ kiện thích hợp để dễ dàng sử dụng, chúng có thể được chèn vào thùng, can hay phương tiện vận chuyển đường bộ tới các mức chất lỏng mong muốn. Nó có thể được dùng để lấy hoặc là mẫu cục bộ từ một mức lựa chọn hoặc là mẫu đáy để phát hiện sự có mặt của các chất nhiễm bẩn. Ống lấy mẫu có một cơ cấu đóng kín, ở đầu dưới được dùng để lấy mẫu đại diện qua một mặt cắt ngang thẳng đứng của chất lỏng.

Cũng có thể dùng một lồng lấy mẫu nhỏ có kích thước thích hợp hoặc một dụng cụ có vòi hút thay thế.



Hình 10 – Ống lấy mẫu

4 Dụng cụ lấy mẫu đường ống

4.1 Nếu cần lấy mẫu đường ống tự động, theo TCVN 6022 : 1995 (ISO 3171).

4.2 Dụng cụ lấy mẫu thử công bao gồm một ống lấy mẫu thích hợp có một van chặn ống lấy mẫu sẽ được đưa sâu vào trong đường ống sao cho điểm tiếp nhận mẫu phải cách xa thành đường ống một khoảng lớn hơn 1/4 đường kính trong. Có một ống truyền mẫu đủ dài để chạm tới đáy bình chứa mẫu, phép làm đầy với vòi chìm tại đáy.

5 Bình chứa mẫu

Bình chứa mẫu là một lọ thuỷ tinh hoặc nhựa, lọ bọc bằng kim loại hoặc can tuỳ thuộc vào chất cần lấy mẫu. Dung tích của bình rất khác nhau thường từ 0,25 đến 5 lít nhưng có thể cần bình lớn hơn cho những phép thử đặc biệt đòi hỏi khối lượng mẫu lớn hoặc phân chia mẫu. Bình nhựa không được dùng chứa mẫu vì chúng có thể không giữ được tính toàn vẹn của mẫu do khuếch tán. Hơn nữa dùng các bình chứa làm bằng polyetylen mạch không thẳng sẽ dẫn tới nhiễm bẩn mẫu và / hoặc làm hỏng bình nhựa.

6 Vật đậy kín bình chứa

Ác nút bắc, nút thuỷ tinh, nhựa hay nắp vặn kim loại đều có thể được dùng để đậy kín bình chứa mẫu. Không được dùng nút cao su. Nút phải có chất lượng tốt và không bị vỡ hoặc bụi bẩn. Chúng phải được m mềm bằng cách lăn hoặc ép và được ấn chặt vào trong cổ lọ để tránh dò rỉ hoặc bay hơi. Cần thiết có thể dùng nắp bảo vệ bằng chất liệu phù hợp. Không được dùng nút bắc với chất lỏng dễ bay hơi có thể xâm nhập và nút bắc và gây nên nhiễm bẩn mẫu, do đó phải dùng một nút chặt hơi khí trơ.

Nút bắc không được dùng lại cho sản phẩm khác vì việc làm sạch kỹ là rất khó khăn và hidro cacbon có thể đâm xuyên vào trong nút và gây ra sự nhiễm bẩn mẫu sau đó. Chỉ được phép dùng lại nút bắc khi ấy cùng một loại sản phẩm.

Áp lực của can hoặc lọ phải được vặn chặt có vòng đệm bằng bắc hoặc vật liệu khác chịu dầu. Vòng đệm chỉ được dùng một lần, cần phải tháo bỏ trước khi rửa nắp vặn và sau đó lắp vòng đệm mới.

7 Thiết bị làm lạnh mẫu

Một ống xoắn làm lạnh chế tạo từ một ống đồng đúc hoặc một ống kim loại thích hợp khác có đường kính trong từ 6 - 10 mm gắn vào một thùng chứa mở xách tay được, sao cho ống làm lạnh này chìm trong hỗn hợp nước đá cục trong quá trình sử dụng.

Đầu vào của ống phải được lắp sẵn một khớp hoặc bộ gá nối với van lấy mẫu. Đầu ra để hàn

6 Đề phòng về an toàn

6.1 Qui định chung

6.1.1 Các đề phòng về an toàn dưới đây được qui định và là cách thực hiện tốt nhưng không nhất thiết phải bao hàm toàn bộ. Danh mục này cần kết hợp với các qui định an toàn của nhà nước.

Cần lưu ý thận trọng về bản chất và mức độ của chất cần lấy mẫu, điều này ảnh hưởng tới bản chất của các đề phòng cần được tuân theo.

6.1.2 Nhân viên phải hiểu biết về những nguy hiểm tiềm tàng và phải được chỉ dẫn về các biện pháp đề phòng cần phải tuân thủ.

6.1.3 Mọi qui chế qui định ra vào các vùng nguy hiểm cần phải được tuân thủ một cách nghiêm ngặt.

6.1.4 Cần thận trọng để tránh hít phải hơi dầu mỏ trong quá trình lấy mẫu. Cần đeo găng tay bằng vật liệu không bị hidro cacbon hoà tan, mắt và mặt cần được bảo vệ khi có những bắn toé nguy hiểm. Có thể cần một số đề phòng bổ sung khi xử lý dầu lên men.

6.1.5 Khi xử lý nhiên liệu có chứa chì cần tuân thủ một cách tỷ mỉ các qui định an toàn.

6.2 Các khía cạnh an toàn của thiết bị

6.2.1 Xét về tính chất cơ học, bình chứa phải được thiết kế chính xác phải được tuân theo các tiêu chuẩn quốc tế / quốc gia tương ứng.

Các phép thử và công việc kiểm tra khác dưới áp suất cao cần phải có người có đủ trình độ thực hiện theo đúng các luật đã ban hành và các kết quả thử nghiệm phải được ghi chép lại. Việc tẩy rửa và thử độ dò rỉ cần phải được thực hiện theo định kỳ.

6.2.2 Dây dùng để nâng hạ dụng cụ lấy mẫu phải là dây dẫn điện, chúng không được làm bằng toàn tơ nhân tạo, sợi thực vật như tơ gai, sợi chuỗi thích hợp cho mục đích này.

6.2.3 Thiết bị lấy mẫu kim loại xách tay được dùng trong không khí bắt lửa không được làm từ nguyên liệu phát tia lửa.

6.2.4 Nhân viên lấy mẫu cần được trang bị các túi đựng thiết bị để ít nhất họ còn một tay rảnh rỗi.

2.5. Đèn và đèn soi cần phải là loại được chấp thuận phù hợp với việc phân loại về an toàn điện của ứng đó.

2.6. Cần sử dụng những dụng cụ và mặc quần áo phù hợp bảo vệ chống tất cả các hiểm họa liên quan tới chất cần lấy mẫu.

2.7. Nếu áp suất hơi Reid (RVP) của sản phẩm được lấy mẫu ở trong giữa 100 Kpa (1,0 bar) và 80 KPa (1,8 bar) thì bình lấy mẫu phải được bảo vệ trong một hộp kim loại cho đến khi đầy mẫu. Nếu RVP lớn hơn 180 KPa (1,8 bar) thì chỉ được dùng can kim loại được chế tạo để chuyên dụng các chất có hồi áp suất cao (cũng xem 1.2).

2.8. Cần thận trọng để tránh làm nóng các mẫu dễ bay hơi trong các thùng chứa kín.

3. An toàn các điểm lấy mẫu

3.1. Các điểm lấy mẫu cần phải an toàn. Bất kỳ một nguy hiểm tiềm tàng nào liên quan tới lấy mẫu cần phải được lưu ý rõ ràng và nên trang bị thêm áp kế.

3.2. Điểm và dụng cụ lấy mẫu cần được bảo quản tốt và được kiểm tra đều đặn, các kết quả kiểm tra được ghi lại, các công việc này do nhân viên có đủ trình độ đảm nhiệm.

3.3. Đường vào lấy mẫu phải an toàn, được trang bị ánh sáng đầy đủ, các thiết bị đi vào cầu thang, bục bể và lan can cầu thang cần được một nhân viên thao việc bảo quản trong điều kiện an toàn và kiểm tra thường xuyên.

3.4. Cần trang bị một hệ thống thoát nước, an toàn và đầy đủ cho tất cả các yêu cầu tiêu nước và cá nước.

3.5. Cần báo ngay với nhân viên phụ trách bất cứ một sự cố cháy tràn hay hỏng hóc thiết bị nào.

3.6. Cần thận để tránh hút hơi dầu mỏ trong quá trình lấy mẫu.

3.7. Bé mái phao (di động) cần lấy mẫu từ đỉnh mỗi khi có thể thực hiện được, vì hơi dễ bắt cháy và độc có thể tích luỹ ở trên mái. Khi cần xuống mái để lấy mẫu, trừ khi áp suất trên mái đảm bảo an toàn, phải có ít nhất hai người mang thiết bị chống ngạt.

Những người khác cần phải đứng trên đầu cầu thang nơi họ có thể quan sát rõ người lấy mẫu. Người lấy mẫu cần leo xuống mái lấy những mẫu cần thiết và trở lại đầu cầu thang trong thời gian ngắn nhất có thể.

Dưới đây là một số điều kiện có thể làm cho áp suất trên mái nguy hiểm

- a) sản phẩm chứa hidro sunfua và mecaptan bay hơi;
- b) mái không nối hoàn toàn;
- c) vòng phớt mái bị hỏng.

6.4 Tính điện

6.4.1 Dưới đây là các đề phòng cần thực hiện để tránh nguy hiểm do điện tĩnh khi lấy mẫu ở bể chứa, các hidro cacbon dễ bắt cháy ở nhiệt độ cao hơn điểm bắt cháy của chúng hoặc ở nơi tạo ra áp suất hơi hidro cacbon hoặc sương mù dễ bắt lửa.

6.4.2 Không được lấy mẫu trong các thùng chứa của xe ô tô tèc, toa xe lửa, hoặc xà lan trong khi đang bốc dỡ hàng. Nhất là khi đang nạp sản phẩm dễ bay hơi, sạch, tinh lọc, có thể làm cho hỗn hợp hơi - không khí dễ bắt cháy bốc lên phía trên của thể tích dư.

6.4.3 Khi lấy mẫu cần phải giữ chắc chắn, dây lấy mẫu được tiếp với đất trong mọi lúc hoặc tiếp đất trực tiếp, hoặc cho tiếp xúc chắc chắn với hầm ngầm để tránh tia lửa.

6.4.4 Khi lấy mẫu các sản phẩm sạch, tinh lọc, bay hơi kể cả dầu hỏa và diezen đã được nạp ở nhiệt độ xấp xỉ hoặc cao hơn điểm bắt cháy của chúng, hoặc đưa vào trong các bể chứa sạch khí, cần thiết phải có thời gian nghỉ 30 phút sau khi hoàn thành việc trung chuyển hoặc bơm rót vào mỗi bể chứa hay thùng chứa trước khi đưa bất kỳ dụng cụ lấy mẫu dây dẫn nào vào trong bể hoặc thùng chứa.

Tuy nhiên nếu gặp một hoặc nhiều hơn các tình huống sau thì có thể lấy mẫu trước khi 30 phút nghỉ trôi qua:

- a) đối với bể phao di động, tiến hành lấy mẫu từ một chỗ trũng được khắc trên đường ống;
- b) đối với bể mái cố định, bể có lắp một nắp di động tiếp đất;
- c) sản phẩm chứa phụ gia đủ làm triệt tiêu tĩnh điện bảo đảm suất dẫn toàn bộ lớn hơn 50 pS/m và không tạo ra sương mù và hơi ở thể tích dư (xem chú thích).

Chú thích — Phụ gia triệt tiêu tĩnh điện có thể làm tăng suất dẫn của chất lỏng hidro cacbon tới một mức đủ để tránh vật tích tụ điện tích, suất dẫn toàn bộ 50 pS/m được chấp nhận. Thời gian nghỉ đối với sự

phóng điện có thể có trong lòng chất lỏng ở mức suất dẫn này là ngắn đến mức điện tích bị triệt tiêu ngay khi nó sinh ra. Do đó việc đo và lấy mẫu cần thực hiện không châm trễ hoặc thâm chí ngay trong khi đang tiến hành bơm vào chừng nào không có sương mù hoặc hơi tạo ra ở khoảng trống. Những giọt nhỏ tích tụ có thể tồn tại dưới dạng sương mù hoặc hơi và sinh ra sự tích tụ tĩnh điện, bất chấp sự có mặt của phu gia làm triệt tiêu tĩnh điện trong sản phẩm lỏng.

5.4.5 Giày dép có khả năng gây ra tia lửa nên không được mang chúng ở những vùng có hơi dễ bắt ứa. Không nên đi giày dép cao su ở những vùng khô.

5.4.6 Quần áo cần bằng vải bông, vải lanh hoặc len, nên tránh mang loại bằng sợi nhân tạo.

6.4.7 Không được thực hiện việc lấy mẫu trong thời gian khí quyển nổ iêu loạn điện hoặc mưa dông đá.

6.4.8 Để làm triệt tiêu tĩnh điện trong người vận hành cần sờ vào một chỗ nào đó của bể chứa ở cách cửa lấy mẫu ít nhất 1m ngay trước khi tiến hành lấy mẫu.

7 Qui trình

7.1 Giới thiệu

Trong mục này đưa ra qui trình chung áp dụng cho việc lấy mẫu dầu đồng nhất, còn qui trình phụ qui định để lấy mẫu dầu thô và dầu không đồng nhất được mô tả trong mục 8.

Trừ có qui định khác, có thể tập hợp nhiều mẫu cục bộ bằng cách sử dụng qui trình chi tiết thích hợp với ứng dụng cá biệt.

7.2 Các điểm lưu ý

7.2.1 Những lưu ý chung

7.2.1.1 Mẫu không chứa chất khác với chất cần lấy mẫu và nếu cần để chuyển một mẫu từ dụng cụ lấy mẫu vào bình chứa mẫu thì cần chú ý đặc biệt việc giữ gìn tình trạng nguyên vẹn của mẫu.

Chú thích – Việc vận chuyển mẫu thường gây những ảnh hưởng sau:

- a) bay hơi mất các phần nhẹ (ảnh hưởng tỷ trọng và áp suất hơi);
- b) những biến đổi trong thành phần tương đối của dầu và các chất nhiễm bẩn như nước và cặn.

7.2.1.2 Nhân viên lấy mẫu cần được chỉ dẫn đầy đủ về các qui trình liên quan. Nhất thiết phải hiệt chính và chỉ rõ các qui trình xử lý việc lấy mẫu để bảo đảm mẫu là đại diện cho chất cần lấy mẫu, và đáp ứng các yêu cầu phép thử đòi hỏi. Cần chú ý đặc biệt khi lấy mẫu cho các phép thử nào đó và phải thực hiện chặt chẽ qui trình lấy mẫu để bảo đảm cho các kết quả thử nghiệm có ý nghĩa. Các chú ý bổ sung không phải là một phần của tiêu chuẩn này. Nhưng sẽ được trình bày trong phương pháp thử hoặc yêu cầu kỹ thuật của sản phẩm có liên quan.

7.2.1.3 Để xử lý mẫu, dùng dụng cụ lấy mẫu, bình chứa và nhận mẫu phải chịu được tác động của dung môi bởi vật liệu được xử lý (xem 5.1).

7.2.1.4 Kiểm tra kỹ lưỡng tất cả các dụng cụ lấy mẫu, gồm cả các nắp đóng kín, để đảm bảo rằng chúng sạch và khô.

7.2.1.5 Để với ít nhất 10% trong bình chứa để phòng giặc nở. Không được gạn bớt mẫu để có 10% khoảng với vì nó làm mất giá trị đại diện của mẫu, đặc biệt là khi có nước tự do hoặc một lớp nhũ. Nếu các mẫu cục bộ được lấy ra từ một bể mà phải lấy ra một ít mẫu từ bình chứa mẫu thì phải làm ngay lập tức khi kéo bình chứa mẫu ra khỏi bể.

7.2.1.6 Ngay sau khi làm đầy và đậy bình nhận mẫu hoặc bình chứa, phải kiểm tra độ kín tránh dò rỉ.

7.2.1.7 Nếu không thể lấy được lượng lớn mẫu theo yêu cầu bằng cách lấy nhiều lượng nhỏ do sự bay hơi hoặc vì các lý do khác thì phải trộn lượng chứa trong bể thật kỹ bằng các cách có thể (như sự lưu thông, máy trộn bể). Xác nhận tính đồng nhất bằng các phép thử trên các mẫu được lấy ở những mức độ khác nhau như mô tả trong 4.2 và 8.2.1. Làm đầy bình chứa bằng cách cho một dòng mẫu chảy từ vòi kéo dài xuống gần đáy bình chứa, dùng một bơm lưu thông có van chày hoặc báng xi phông.

7.2.2 Mẫu cho các phép thử đặc biệt

Nếu mẫu lấy để xác định vết của chất nào đó, thí dụ như chì thì dùng bình chứa mẫu được chuẩn bị đặc biệt theo phương pháp thử qui định. Lấy mẫu trực tiếp vào bình chứa đã chuẩn bị. Dụng cụ phụ thuộc và dây lấy mẫu cần được dùng sao cho không làm bẩn mẫu.

Nếu những phép thử mà có yêu cầu đặc biệt đối với mẫu, chẳng hạn như án mòn tấm bạc hoặc đồng th cẩn lấy mẫu vào trong lọ thuỷ tinh tối màu và bảo quản mẫu khỏi bi tác động của ánh sáng trước khi thử. Bất kỳ một phương pháp lấy mẫu nào khác đều ảnh hưởng tới kết quả của phép thử án mòn.

Nếu cần các phép thử đặc biệt như tính chất tách nước, độ ổn định oxy hoá, nhựa thực tế... thì phải cẩn thận để đảm bảo rằng bình chứa mẫu được chuẩn bị phù hợp và hoàn toàn không có chất nhiễm bẩn nào như chất chày hoặc một hoá chất nào khác.

2.3 Các chất dễ bay hơi

2.3.1 Khi lấy mẫu dầu thô và các sản phẩm dễ bay hơi, nếu cần phải tránh sự bay hơi của các thành phần nhẹ, thí dụ như xác định tỉ trọng, áp suất hơi bão hòa, hoặc thành phần cát thì không được truyền mẫu ra khỏi bình chứa mẫu ban đầu. Vận chuyển và tồn chứa mẫu ở vị trí lật ngược để tránh bay hơi phần nhẹ qua nắp.

2.3.2 Tuỳ thuộc vào bản chất và nhiệt độ của chất lỏng, nhiệt độ xung quanh và yêu cầu đối với mẫu cần chú ý tới các vấn đề sau:

- a) cho mẫu đi qua bộ phận làm lạnh ở điểm lấy mẫu;
- b) làm lạnh bình chứa mẫu đến nhiệt độ thích hợp;
- c) giữ bình chứa mẫu lạnh cho tới khi được gắn kín.

Nếu cần có thể làm lạnh bình chứa mẫu bằng cách ngâm nó trong môi trường lạnh, thí dụ đá nghiền hổ.

2.4 Lấy mẫu thành bể và đường ống

Nếu sử dụng điểm lấy mẫu đường ống và thành bể cần chú ý các điều bổ xung sau:

- a) trước khi lấy mẫu thành bể hay đường ống phải xối nước cho sạch hoàn toàn đoạn ống lấy mẫu để chắc chắn đã khử hết tất cả các chất có từ trước ở trên;
- b) cửa ra của ống lấy mẫu phải thiết kế sao cho kéo thẳng tới sát đáy bình chứa mẫu trong thời gian lấy mẫu;
- c) nếu chất cần lấy mẫu dễ bay hơi thì làm lạnh bình chứa mẫu tới một nhiệt độ thích hợp và dùng một thiết bị làm lạnh bên trong, nếu cần;
- d) nếu lấy mẫu dầu có điểm đóng đặc cao, cần cách nhiệt ống lấy mẫu hoặc trang bị bộ phận đun nóng đường dây lấy mẫu để ngăn chặn sự đóng đặc.

7.2.5 Ghi nhãn và vận chuyển

7.2.5.1 Ghi nhãn bình chứa mẫu rõ ràng, buộc nhãn là tốt nhất. Dùng mực không phai để ghi trên nhãn. Cần ghi trên nhãn những nội dung sau:

- nơi lấy mẫu;
- ngày lấy mẫu;
- tên họ viết tắt hoặc dấu hiệu nhận biết của người lấy mẫu;

- mô tả sản phẩm cần lấy mẫu;
- lượng mẫu đại diện;
- số bể, số bình (và loại), tên tàu;
- loại mẫu;
- dụng cụ lấy mẫu được sử dụng.

Nên ghi chi tiết trong một quyển sách lưu trữ.

7.2.5.2 Nếu mẫu cần được gửi đi, điều cốt yếu là phải thận trọng tuân theo các qui tắc thích hợp. Nếu dùng vật liệu bao gói thấm nước thì bọc nút bằng giấy, nhựa hoặc vải có để tránh nhiễm bẩn mẫu khi mở, bảo đảm chắc chắn rằng nguyên liệu sử dụng không làm bẩn mẫu.

7.3 Lấy mẫu bể chứa

7.3.1 Bể trên bờ

7.3.1.1 Bể trụ đứng

7.3.1.1.1 Mẫu cục bộ

Thả can hoặc bình lồng xuống cho tới khi miệng của nó ở độ sâu cần thiết, mở theo cách thích hợp và giữ dụng cụ lấy mẫu ở mức yêu cầu cho tới khi đầy. Trường hợp lấy mẫu đỉnh, thả cần thận can không có nắp xuống tới mức mà cổ can vừa nằm trên bể mặt của chất lỏng và sau đó để dụng cụ lấy mẫu rơi đột ngột xuống dưới bể mặt chất lỏng 150 mm. Khi dụng cụ lấy mẫu đã đầy, biểu hiện bằng sự hết bọt khí, thì rút nó lên.

Khi lấy mẫu ở các mức khác nhau, lấy lần lượt từ đỉnh tới đáy để tránh làm xáo lộn ở mức thấp hơn.

7.3.1.1.2 Mẫu hỗn hợp

Để chuẩn bị một mẫu hỗn hợp, chuyển những phần nhỏ của các mẫu đại diện riêng biệt vào trong một bình đựng mẫu hỗn hợp.

Chú thích – Sư bay hơi các phần nhẹ và sư bám dính của nước, hoặc căn vào thành dung cụ lấy mẫu ban đầu có thể ảnh hưởng tới tính đại diện của mẫu (xem 7.2.3).

Không chuẩn bị các mẫu hỗn hợp cho thử nghiệm trừ khi chúng được ghi cụ thể hoặc được thoả thuận giữa các bên liên quan. Một khác chỉ thử nghiệm các mẫu cục bộ riêng biệt để tính toán ra giá trị toàn bộ dựa trên kết quả thử nghiệm riêng biệt và tỉ lệ thành phần toàn khối được đại diện bởi từng mẫu.

3.1.1.3 Lấy mẫu đáy

Thả dụng cụ lấy mẫu xuống đáy cho tới khi nó dừng lại ở vị trí thẳng đứng trên đáy bể chứa. Sau khi rút lụng cụ lấy mẫu lên, nếu cần thì chuyển mẫu vào trong bình chứa mẫu, cẩn thận sao cho tất cả mẫu được chuyển hết, kể cả nước hoặc chất rắn dính ở trên thành trong của dụng cụ lấy mẫu.

3.1.1.4 Lấy mẫu bể mặt tiếp giáp

Thả dụng cụ lấy mẫu cùng với van mở để cho chất lỏng chảy qua thiết bị. Tới mức yêu cầu, đóng van và út dụng cụ lấy mẫu ra khỏi chất lỏng.

Nếu dùng một ống trong suốt, có thể phát hiện rõ ràng sự hiện diện bể mặt tiếp giáp qua thành ống lấy mẫu và vị trí của nó bên trong bể được xác định bằng cách đo trên phần vơi đi, kiểm tra xem các van đã toàn toàn đóng kín chưa, nếu không phải lấy mẫu lại.

Chú thích – Giữ mẫu lại để thử nghiệm.

3.1.1.5 Lấy mẫu thành bể

Đây không phải là phương pháp được thông dụng và bởi vậy chỉ áp dụng khi không có cách nào khác hơn.

Các van lấy mẫu gắn vào thành bể bằng ống nối kéo dài vào bên trong bể ít nhất 150 mm, trừ các bể nái di động không thể làm được điều này. Đầu thấp của ống nối phải ngang với đáy của ống hút xem 7.2.4).

Trước khi lấy mẫu, xối mạnh vòi hoặc chỗ nối có van bằng sản phẩm cần lấy mẫu, sau đó rút mẫu vào bình chứa mẫu.

Chú thích – Mở vòi cẩn thận khi lấy mẫu dưới áp suất cao. Dùng cõi thông ống bằng cách chọc que qua van hở.

Nếu lượng chứa của bể không đạt tới các điểm nối mẫu trên hoặc giữa trong một bể có trang bị ba chỗ nối thì lấy mẫu đối với bể như sau:

- a) nếu mức chứa gần chỗ nối lấy mẫu trên hơn chỗ nối lấy mẫu giữa thì lấy 2/3 mẫu từ chỗ nối giữa và 1/3 từ chỗ thấp hơn;
- b) nếu mức chứa gần chỗ nối giữa hơn chỗ nối trên thì lấy 1/2 từ chỗ nối giữa và 1/2 từ chỗ thấp hơn;
- c) nếu mức chứa ở dưới chỗ nối lấy mẫu giữa thì lấy toàn bộ mẫu từ chỗ nối thấp hơn.

7.3.1.1.6 Lấy mẫu toàn bộ

Đây không phải là một phương pháp được ưa dùng vì nó không được khẳng định các thiết bị như thế được nạp đầy với một tốc độ đồng đều. Phải đảm bảo là việc rút thiết bị lên hoặc cho nó rơi tự do không bị cản trở và thiết bị không bị làm đầy hoàn toàn khi nó nổi lên khỏi dầu (xem 5.2.6).

7.3.1.1.7 Mẫu di động

Đây không phải là phương pháp được ưa dùng vì nó không xác định được các thiết bị làm đầy ở một tốc độ đồng đều. Để thu được một mẫu di động, dùng một bình gắn chặt vào lồng lấy mẫu nặng (hình 2) và nếu cần được trang bị, một dụng cụ phù hợp để hạn chế tốc độ làm đầy (xem hình 4). Hạ thấp can hoặc bình, lồng từ bề mặt dầu xuống đáy và lại nâng nó lên bề mặt với tốc độ không đổi và không dừng lại ở bất cứ một điểm nào sao cho bình hoặc can đầy khoảng 75% nhưng không đầy hơn 85% khi rút ra khỏi dầu (xem 5.2.5).

7.3.1.2 Bể elip và bể trụ nằm

Các mẫu được lấy như mẫu cục bộ được mô tả trong 7.3.1.1.1 từ các mức được chỉ ra trong bảng 1. Nếu chúng được tổ hợp để cho một mẫu hỗn hợp như mô tả trong 7.3.1.1.2 thì tổ hợp chúng theo tỉ lệ như trong bảng 1.

Bảng 1 – Lấy mẫu bể trụ nằm

Độ sâu chất lỏng (phần trăm đường kính)	Mức lấy mẫu (phần trăm đường kính trên đáy)			Mẫu hỗn hợp (các phần tỉ lệ)		
	Trên	Giữa	Dưới	Trên	Giữa	Dưới
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

3.1.3 Các bể hình dạng khác

Ấy mẫu bể hình cầu và bể hình không đều như mô tả trong 7.3.1.1.1. Xác định các mức thực tế tại đó mẫu được lấy cho phép phân bổ thể tích trên chiều cao của tàu.

7.3.2 Bể chứa trên tàu hoặc xà lan

7.3.2.1 Qui định chung

Sức chứa tổng cộng của một tàu dầu thường được chia nhỏ thành một số khoang có kích thước có thể rất khác nhau. Lấy mẫu cục bộ từ mỗi khoang như đã mô tả trong 7.3.1.3.

Nếu cần một mẫu hỗn hợp chuẩn bị nó như mô tả trong 7.3.1.2.

7.3.2.2 Lấy mẫu các tàu không điêu áp, không trơ

Sử dụng qui trình đã mô tả cho lấy mẫu các bể chứa hình trụ trong bờ (xem 7.3.1.1).

7.3.2.3 Lấy mẫu các tàu trơ nhưng khử điêu áp

Để tránh sự nhiễm oxy vào trong khí quyển của bể, mở bể theo kiểu liên tục để lấy mẫu. Sử dụng ống đo / lấy mẫu tương ứng và qui trình lấy mẫu mô tả trong 7.3.1.1.

Chú thích – Để giảm sự nhiễm oxy vào trong bể, sổ bể được mở ra, lấy mẫu không được lớn hơn con số qui định của cẩu cảng / cảng / tàu, và cần tương ứng với kiến trúc tàu.

7.3.2.4 Lấy mẫu các tàu trơ và điêu áp

Dùng thiết bị thích hợp cho mục đích này (xem 5.2.7).

7.3.3 Ô tô ray

Xem 7.3.1.2.

7.3.4 Xe xi tèc

Xem 7.3.1.3.

7.3.5 Lấy mẫu cặn, chất lắng trong bể

Cặn bể là những tạp chất vô cơ và hữu cơ tạo thành một lớp trên đáy của bể trên mặt đất hoặc tàu biển. Ở nhiệt độ môi trường, chúng không thể bơm chuyển được và có dạng từ mềm đến đặc cứng.

Các chất cặn, chất lỏng bể không phải là đại diện và chỉ được sử dụng để chỉ dẫn đánh giá bàn chất và cấu tạo của chúng.

Phương pháp lấy mẫu được áp dụng là tùy thuộc vào độ sâu của lớp cặn còn lại trong bể với độ dày từ 50 mm, gầu xúc là thiết bị thích hợp hơn. Để sử dụng chúng cần phải tuân theo hướng dẫn sử dụng của nhà chế tạo. Do kích thước của gầu xúc, cửa mờ lấy mẫu có thể phải có một cái cửa hầm hoặc một lối cho người chui lọt.

Để lấy mẫu lớp cặn dày hơn 50mm, cần áp dụng phương pháp dùng khoan hoặc dụng cụ lấy mẫu ống hút đối với cặn mềm hoặc dụng cụ lấy mẫu ống mũi nhọn đối với cặn đặc cứng hoặc bất kỳ thiết bị phù hợp nào khác. Các thiết bị này thường có đường kính nhỏ dù để đưa vào trong bể qua cửa lấy mẫu và do. Khi dùng thiết bị này, cần tuân theo hướng dẫn sử dụng của nhà sản xuất.

Chuyển mẫu từ thiết bị vào bình chứa bằng kim loại, nhựa hoặc thuỷ tinh có thể giữ được tình trạng nguyên vẹn của mẫu.

7.4 Lấy mẫu có bao bì

7.4.1 Quan sát về bể ngoài của các kiện hàng lấy mẫu

7.4.1.1 Giới thiệu và định nghĩa

Các tiêu chuẩn trích dẫn trong mục này dựa trên cơ sở ISO 2859 và ISO 2859/ Phụ lục 1, có thể tham khảo chi tiết thêm các tiêu chuẩn này. Các thuật ngữ đặc biệt dùng trong phần này được định nghĩa ở 3.9.

7.4.1.2 Số mẫu cần lấy

7.4.1.2.1 Qui định chung

Tính biến đổi của chất cả ở trong và giữa các kiện, số kiện cần lấy mẫu, và độ chính xác của các phép thử đều có thể gây nên sai số trong xác định đặc tính của sản phẩm như kết quả thử nghiệm đã chỉ rõ. Số mẫu cần lấy phụ thuộc vào số lượng sản phẩm, tỉ lệ phần trăm sai sót có thể chấp nhận được (AQL) và mức độ kiểm tra. Những chỉ dẫn dưới đây về số mẫu cần lấy sẽ cho một đánh giá định tính các sai sót liên quan.

7.4.1.2.2 Lấy mẫu để đánh giá mục đích đóng nhất trong kiện hàng

Lấy mẫu cục bộ từ các điểm rải rác trong khái kiện hàng. Thử mỗi mẫu bằng cách dùng một phép thử đơn giản dựa trên khả năng đánh giá sơ bộ đặc tính chẳng hạn như tỉ trọng, màu,... Bất kỳ sự thay đổi

o trong các kết quả thử nghiệm vượt quá độ lặp lại mà phương pháp thử đã chỉ ra thì sản phẩm chứa một kiện hàng đó là không đồng nhất.

4.1.2.3 Lấy mẫu để đánh giá chất lượng bình quân của lô hàng.

lô hàng gồm số lượng bao gói của một sản phẩm, có cùng một thành phần:

a) một kiện lẻ

nếu sản phẩm đã được xác định là đồng nhất (xem 7.4.1.2.2) chỉ lấy một mẫu cục bộ, nhưng nếu không, đồng nhất thì lấy đủ số mẫu cục bộ và hỗn hợp chúng để có được một mẫu đại diện;

b) nhiều kiện

độ chính xác để đánh giá chất lượng trung bình cho sản phẩm trong một số kiện có thể đạt được, phụ thuộc vào:

- 1) số kiện được lấy mẫu;
- 2) độ chính xác của phép thử đã tiến hành;
- 3) tính dễ biến đổi của chất giữa các kiện.

Đặc biệt, tất cả các kiện trong một đợt hàng gửi đều cần được lấy mẫu để loại trừ phần lớn các sai sót.

4.1.2.4 Lấy mẫu toàn bộ đợt hàng gửi

Để tất cả các kiện đều được lấy mẫu, điều này tất yếu dẫn tới một lượng lớn nhất mẫu được lấy, và sai số trong việc xác định chất lượng trung bình sẽ phụ thuộc vào phép thử các mẫu.

Nếu mỗi mẫu chỉ được thử nghiệm một lần, thì giá trị trung bình của các kết quả thử sẽ là giá trị chất lượng trung bình có độ không chắc chắn thấp nhất. Nếu một mẫu đại diện được chuẩn bị và được thử ghiêm một lần, thì kết quả là giá trị chất lượng trung bình, nhưng với độ không chắc chắn cao hơn nhiều.

4.1.2.5 Lấy mẫu một phần chuyến hàng

Đã thấy rằng không phải luôn luôn có thể lấy được mẫu tất cả lô hàng và cần lập biểu đồ để có thể có quyết định về số mẫu vừa đủ cần được lấy từ một lô hàng nhằm đi đến kết luận vững chắc về đánh giá chất lượng của toàn bộ lô hàng trong tất cả các kiện.

4.1.3 AQL

AQL dùng cho tiêu chuẩn này là 2,5%.

7.4.1.4 Mức kiểm tra

Mức kiểm tra xác định mối quan hệ giữa phần số lượng của lô hoặc chuyến hàng và số lượng của mẫu (số kiện của mỗi lô hàng và số mẫu cần thiết). Mức kiểm tra thông thường (xem ISO 2859) sẽ được sử dụng đối với tiêu chuẩn này.

7.4.1.5 Biểu đồ lấy mẫu

7.4.1.5.1 Qui định chung

Biểu đồ lấy mẫu chỉ ra số đơn vị sản phẩm từ mỗi chuyến hàng cần kiểm tra (số lượng mẫu hoặc một loạt số lượng mẫu) và chuẩn mực để xác định khả năng chấp nhận được của lô hoặc chuyến hàng (số chấp nhận và bắc bối) (xem bảng 2).

7.4.1.5.2 Biểu đồ lấy mẫu đơn

Số mẫu được kiểm tra sẽ bằng số lượng mẫu theo biểu đồ. Nếu số khuyết tật tìm thấy trong mẫu bằng hoặc ít hơn số chấp nhận được (xem "AC" trong bảng 2b) thì lô hoặc chuyến hàng coi như được chấp nhận. Nếu số khuyết tật bằng hoặc lớn hơn số bắc bối (xem "Re" trong bảng 2b), thì lô hoặc chuyến hàng bị bắc bối.

7.4.1.5.3 Biểu đồ lấy mẫu kép

Số mẫu được kiểm tra bằng số lượng mẫu đầu tiên đã cho theo biểu đồ. Nếu sai sót tìm thấy trong mẫu đầu tiên bằng hoặc ít hơn số chấp nhận được đầu tiên (xem bảng 2c) thì lô hoặc chuyến hàng coi như được chấp nhận.

Bảng 2 – Biểu đồ lấy mẫu**Bảng 2a – Qui định kích thước mẫu**

lô lớn chuyển hàng (cỡ lô)	Lấy mẫu đơn	Lấy mẫu kép
2 đến 8	A	A
9 đến 15	B	A
16 đến 25	C	B
26 đến 50	D	B
51 đến 90	E	C
91 đến 150	F	C
151 đến 280	G	D
281 đến 500	H	D
501 đến 1200	J	E
1201 đến 3200	K	E
3201 đến 10000	L	F
10001 đến 35000	M	F
35001 đến 150000	N	G
150001 đến 500000	P	G
500001 trở lên	Q	H

Bảng 2b – Biểu đồ lấy mẫu đơn

Ký hiệu qui định kích thước mẫu	Cỡ mẫu	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	1250		

Nếu số sai sót tìm được trong mẫu thứ nhất bằng hoặc lớn hơn số bị bác bỏ thứ nhất (xem bảng 2c) thì lô hoặc chuyến hàng bị bác bỏ.

Nếu số sai sót tìm được trong mẫu thứ nhất giữa các số bác bỏ và chấp nhận thứ nhất (xem bảng 2c), một mẫu thứ hai có lượng như sơ đồ đưa ra sẽ được kiểm tra. Số sai sót tìm được trong các mẫu thứ nhất và thứ hai được gom lại. Nếu số sai sót tích luỹ bằng hoặc bé hơn số chấp nhận thứ hai thì lô hoặc chuyến hàng coi như chấp nhận được. Nếu số sai sót tích luỹ bằng hoặc lớn hơn số bác bỏ thứ hai thì lô hoặc chuyến hàng bị bác bỏ.

Chú thích – Hướng dẫn sử dụng các sơ đồ xác định khả năng chấp nhận của chuyến hàng đưa ra trong mỗi sơ đồ (xem thêm 7.4.1.1).

Bảng 2c – Sơ đồ lấy mẫu kép

Ký hiệu qui định kích thước mẫu	Mẫu	Kích thước mẫu	Kích thước mẫu tích luỹ	AQL = 2,5	
				Ac	Re
A					↓
B	Thứ nhất	2	2		
	Thứ hai	2	4		
C	Thứ nhất	3	3		
	Thứ hai	3	6	↑	
D	Thứ nhất	5	5		
	Thứ hai	5	10	↓	
E	Thứ nhất	8	8		
	Thứ hai	8	16		
F	Thứ nhất	13	13	0	2
	Thứ hai	13	26	1	2
G	Thứ nhất	20	20	0	3
	Thứ hai	20	40	3	3
H	Thứ nhất	32	32	1	4
	Thứ hai	32	64		
J	Thứ nhất	50	50	2	
	Thứ hai	50	100	6	
K	Thứ nhất	80	80	3	
	Thứ hai	80	160	8	
L	Thứ nhất	125	125	5	
	Thứ hai	125	250	12	1
M	Thứ nhất	200	200	7	1
	Thứ hai	200	400	18	1
N	Thứ nhất	315	315	11	1
	Thứ hai	315	630	26	2
P	Thứ nhất	500	500		
	Thứ hai	500	1000		
Q	Thứ nhất	800	800		
	Thứ hai	800	1600	↑	

= Di xuống trong cột này tới ô có dấu sao (*) hoặc đạt tới số chấp nhận - bãi bỏ (Ac-Re). Trong trường hợp sau dùng những số này và áp mẫu trên một đường thẳng về phía trái của bảng này nếu đạt tới ô dấu sao (*) tuân theo chủ thích ở dưới, nếu số mẫu bằng hoặc vượt quá lô hoặc chuyển hàng, cần kiểm tra 100%.

= Èi lên trong cột này tới có dấu sao (*) hoặc đạt tới số chấp nhận hoặc bãi bỏ (Ac-Re). Trong trường hợp sau dùng số này và số mẫu trên cùng một hàng về phía trái của bảng này (không phải số mẫu ban đầu). Nếu đạt tới dấu sao (*) thì tuân theo chủ thích ở dưới.

Ac = Số chấp thuận

Re = Số bãi bỏ

= Sao sử dụng biểu đồ lấy mẫu đơn tương ứng (ký hiệu qui định và AQL cho bảng này)(hoặc bảng cách khác) dùng sơ đồ lấy mẫu kép ở phần phía dưới bảng và hàng trên phia trái của bảng này).

Chú thích – Chấp nhận của chuyển hàng đưa ra trong mỗi sơ đồ (xem thêm 7.4.1.1)

TCVN 2715 : 1995

7.4.2 Qui trình lấy mẫu theo kiện hàng

7.4.2.1 Phuy và thùng

Đặt phuy hoặc thùng trên cạnh của nó với nút ở phía trên. Nếu thùng không có nút bên cạnh thì để nó thẳng đứng và lấy mẫu từ trên đỉnh. Nếu muốn phát hiện có nước, gỉ hoặc các chất bẩn không tan khác thì giữ nguyên thùng ở vị trí này trong một thời gian dài đủ để cho các chất bẩn lắng xuống.

Mở nắp và đặt nó ở bên cạnh lỗ nắp. Dùng ngón tay cái bịt kín đầu trên của ống lấy mẫu khô và sạch và nhúng ống đó vào trong dầu tới độ sâu khoảng 300 mm. Thả ngón tay cái ra để dầu chảy vào ống. Lại bịt ngón tay cái vào đầu trên của ống rồi rút nó ra. Dùng dầu xúc rửa nó bằng cách giữ nó gần như nằm ngang và lật ngược nó sao cho dầu tiếp xúc với phần bể mặt bên trong mà mặt này sẽ được nhúng chìm khi lấy mẫu. Tránh sờ vào bất kỳ một phần ống nào sẽ được ngâm chìm vào trong dầu trong quá trình lấy mẫu. Bỏ dầu đã dùng rửa ống rồi để khô ống.

Lại cho ống vào trong dầu, bịt ngón tay cái ở đầu trên (nếu muốn lấy mẫu ở tất cả các mức thì đưa ống để hở đầu trên vào trong dầu, khi ống chạm đáy, thả ngón tay cái ra và để chõ ống đầy). Lại bịt ngón tay cái, rút nhanh ống lên và chuyển dầu sang bình chứa mẫu. Không được sờ tay vào mẫu. Đậy kín bình chứa mẫu, đậy và đóng chặt nắp thùng.

7.4.2.2 Can

Lấy mẫu từ can có dung tích bằng hoặc lớn hơn 20 lít như cách đã lấy mẫu từ thùng phuy (xem 7.4.2.1) nhưng dùng ống có kích thước tương ứng. Đối với can dung tích bé hơn 20 lít, dùng toàn bộ chất chứa trong đó như một mẫu, chọn can như đã mô tả trong 7.4.1 hoặc theo qui định khác.

7.5 Lấy mẫu đường ống

7.5.1 Chất lỏng không đồng nhất

Xem mục 8.

7.5.2 Chất lỏng đồng nhất

Lấy mẫu bằng một thiết bị lấy mẫu đường ống thích hợp (xem 5.4.2). Trước khi lấy mẫu, giội rửa ống mẫu và các chõ nối van bằng sản phẩm cần lấy mẫu, sau đó dùng một bình chứa mẫu lấy mẫu ra, cần lưu tâm các chú ý đã đưa ra ở 5.4 và 7.2.4.

Chú thích – Lương chứa trong đường ống có thể ở áp suất lớn và vì vậy cần có thiết bị và các qui trình đặc biệt (xem 6.3), nên trang bị áp kế trong đường ống ở từng điểm lấy mẫu để có thể đọc được áp suất trước khi lấy mẫu. Tram bảo quản đường ống cần phải ghi nhãn và cấp nhật đối với bất kỳ thay đổi bảo quản nào.

8 Qui trình đối với dầu thô và các chất lỏng dầu mỏ không đồng nhất

8.1 Qui định chung

Nên sử dụng lấy mẫu đường ống tự động như đã qui định trong TCVN 6022 : 1995 (ISO 3171) để lấy mẫu dầu thô và dầu không đồng nhất thi ưu tiên qui trình thủ công dưới đây. Qui trình này được áp dụng cho dầu thô và các dầu không đồng nhất khác như dầu thô nặng và nhiên liệu cặn. Phương pháp lấy mẫu thủ công qui định trong mục 7 không đưa ra được mẫu đại diện vì các lý do sau đây:

- a) nồng độ nước phân tán trong dầu nói chung cao hơn gần đáy bể. Mẫu di động hoặc mẫu tõ hợp của các mẫu dưới, giữa và trên không thể cho mẫu đại diện cho nồng độ nước phân tán;
- b) rất khó xác định đúng bể mặt tiếp giáp giữa dầu và nước tự do, đặc biệt khi có mặt nhũ hoặc lớp cặn lắng mang nước;
- c) mức nước tự do có thể thay đổi qua bề mặt đáy bể, đáy thường bị bao phủ bởi những vũng nước tự do hoặc vũng dầu - nước được ngăn bởi những lớp cặn lắng hoặc sáp;
- d) các phần nhẹ dễ bị mất trong các thao tác bằng tay, ảnh hưởng tới tỷ khối và áp suất hơi bão hòa của mẫu.

Do có những tình huống này sinh trong khi áp dụng lấy mẫu thủ công, các qui trình đưa ra trong mục này thực hiện sẽ cho phép lấy mẫu là đại diện cho cả khói chất. Các qui trình cụ thể này sẽ bổ sung hoặc thay thế các qui trình nêu trong mục 7.

8.2 Các qui trình

8.2.1 Để lấy mẫu bể chứa, dùng một trong các kỹ thuật định ra trong 7.3 sau:

- lấy mẫu cục bộ;
- lấy mẫu vận hành;
- lấy mẫu toàn bộ.

Nếu dùng kỹ thuật lấy mẫu cục bộ thì đầu tiên lấy mẫu từ các mức trên, giữa và các mức hút, chuyển chúng đến phòng thử nghiệm và thí nghiệm về tỉ khối và nước theo các phương pháp tiêu chuẩn.

Nếu các kết quả thử nghiệm này nằm trong giới hạn lặp lại của giá trị trung bình thì có thể coi các mẫu là đại diện của khói chất. Tuy nhiên, nếu không đạt được điều này hoặc không thể thử nghiệm các mẫu trước khi hoàn thành việc lấy mẫu thì lấy mẫu ở từng khoảng cách 1 m do từ đáy mức hút của bể cho tới bể mặt của chất lỏng (xem hình 1). Nếu ống thoát chảy vào bình hứng dầu dung tích nhỏ hơn 1500 lit thì lấy mẫu thấp nhất ở đáy bể.

ác mẫu này được đưa thử nghiệm và kết quả được dùng để tính toán thành phần của chất chứa ống bể.

2.2 Để lấy mẫu đường ống dùng các qui trình mô tả trong TCVN 6022 : 1995 (ISO 3171).

2.3 Cần chú ý đặc biệt khi gặp các trường hợp sau:

- a) những dầu có điểm đông đặc cao (xem 7.2.4);
- b) các dầu dễ bay hơi (xem 7.2.3);
- c) thu gom các mẫu khối lượng lớn (xem 7.2.1.7);
- d) còn khoảng voi trong bình chứa mẫu (xem 7.2.1.5);
- e) các mẫu để vận chuyển (xem 7.2.5 và 8.2.4).

2.4 Vận chuyển các chất dầu thô đến phòng thí nghiệm trong bình chứa ban đầu, không chuyển hoặc ghép các bình để giữ trạng thái nguyên vẹn của mẫu. Nếu không thể vận chuyển mẫu trong bình chứa ban đầu thì chuyển nó sang một bình chứa thích hợp theo qui trình nêu ra trong 4.9 và ghi lại việc chuyển bình, vận chuyển và tồn chứa bình mẫu ở vị trí lọn ngược, nếu có thể làm được.

2.5 Các yêu cầu liên quan đến quản lý mẫu được tóm tắt trong mục 9 và cần được tuân thủ nghiêm ngặt.

I Bảo quản mẫu

I.1 Qui định chung

3.1.1 Việc bảo quản mẫu được chiết hoặc được lấy ra, tại phòng thử nghiệm hoặc nơi tồn chứa mẫu nhằm bảo đảm giữ được bản chất và tính nguyên vẹn của mẫu.

3.1.2 Phương pháp bao quản mẫu phụ thuộc vào mục đích việc lấy mẫu. Qui trình phân tích trong phòng thí nghiệm sẽ áp dụng thường đòi hỏi một qui trình quản lý mẫu đặc biệt. Vì vậy, cần phải lưu ý người lấy mẫu tất cả các hướng dẫn cần thiết về quản lý mẫu cho phương pháp thử riêng biệt. Nếu áp dụng các qui trình phân tích có các yêu cầu đối lập nhau thì lấy riêng các mẫu và áp dụng qui trình thích hợp đối với từng mẫu.

9.1.3 Cần đặc biệt cẩn thận trong các điểm sau:

- a) các chất lỏng chứa chất dễ bay hơi vì có thể sảy ra hao hụt do bay hơi;
- b) các chất lỏng chứa nước hoặc cặn, vì sẽ xuất hiện xu hướng tách trong bình chứa mẫu;
- c) các chất lỏng có khả năng lắng đọng sáp và sự lắng đọng có thể sảy ra nếu không duy trì được nhiệt độ đầy đủ.

9.1.4 Khi tạo các mẫu hỗn hợp, cần hết sức cẩn thận không để mất phần nhẹ do chất lỏng bay hơi và không làm thay đổi hàm lượng cặn và nước. Điều này rất khó thực hiện và cố gắng tránh nếu có thể được.

9.1.5 Không được chuyển mẫu chất lỏng bay hơi sang một bình chứa khác ở vùng lấy mẫu mà phải vận chuyển chúng tới phòng thí nghiệm trong bình chứa ban đầu, làm lạnh và lộn ngược bình nếu thấy cần thiết. Rất thận trọng khi mẫu chứa cả các thành phần dễ bay hơi và nước tự do.

9.2 Đồng nhất hoá mẫu

9.2.1 Giới thiệu

Qui trình được đưa ra để đồng nhất hoá các chất có chứa nước và cặn hoặc không đồng nhất trước khi chuyển mẫu từ bình chứa sang bình nhỏ hơn hoặc vào thiết bị thử nghiệm trong phòng thử nghiệm. Các qui trình dùng để xác minh xem mẫu có được trộn đồng đều trước khi rót chuyển hay không được đưa ra trong 9.3.

Nếu khuấy trộn bằng tay các mẫu chất lỏng chứa nước và cặn không đủ để phân tán chúng khắp trong mẫu; cần phải dùng máy khuấy trộn cơ học hoặc thủy lực để đồng nhất hoá mẫu trước khi rót chuyển hoặc lấy mẫu thêm.

Có thể đồng nhất hoá bằng nhiều phương pháp khác nhau. Bất kể phương pháp nào được sử dụng thì cũng cần phải tạo ra những giọt nước bé hơn $50\mu\text{m}$ nhưng không nhỏ hơn $1\mu\text{m}$. Những giọt nước nhỏ hơn $1\mu\text{m}$ sẽ cho nhũ bén và lúc đó sẽ không thể xác định hàm lượng nước bằng phương pháp lít tam.

9.2.2 Đồng nhất bằng máy trộn cơ học

Lắp một máy khuấy vào trong bình trộn mẫu sao cho bộ phận quay cách đáy đèn khoảng 30 mm . Máy trộn có tuổi quay ngược, quay khoảng 3000 vòng/phút là thích hợp. Có thể sử dụng các loại lắc nếu có đặc tính sử dụng thỏa mãn.

ể hạn chế tối thiểu sự mất phần nhẹ khỏi dầu thô hoặc các mẫu chứa các thành phần dễ bay hơi, vận hành máy khuấy qua một miếng đệm trong nắp của bình chứa. Trộn cho tới khi mẫu hoàn toàn đồng nhất. Thời gian trộn thường 5 phút là đủ, nhưng kích thước của bình chứa và bản chất của mẫu cũng nh hưởng tới thời gian đồng nhất hoá. Kiểm tra lại xem mẫu đã đồng nhất chưa (xem 9.3).

Chú thích – Máy trộn thường tạo thành nhũ bến và hàm lượng nước sau khuấy trộn không thể xác định được bằng phương pháp li tâm (ISO 3734)

Tránh tăng nhiệt độ trong quá trình trộn.

9.2.3 Sự lưu thông bằng máy trộn bên ngoài

Phương pháp này có thể được áp dụng với cả các bình chứa được đặt cố định và bình xách tay; đối với bình chứa xách tay dùng kẹp tháo rời nhanh. Từ ngoài có thể làm lưu thông các chất bằng cách dùng một cái bơm nhỏ qua bộ phận trộn tĩnh lắp trong ống dẫn có kích thước nhỏ. Có nhiều cách thiết kế hích hợp, cần tuân theo hướng dẫn sử dụng.

Dùng tốc độ dòng chảy để lưu thông lượng chất ít nhất một lần trong một phút. Thời gian trộn thường là 15 phút, song có thể thay đổi theo hàm lượng nước, loại hidro cacbon và thiết kế của hệ. Khi toàn bộ mẫu được trộn kỹ, xả một lượng cần thiết một phần mẫu từ một van trong dòng lưu thông, trong khi bơm đang vận hành. Sau đó đổ hết bình chứa rồi rửa kỹ toàn bộ hệ bằng cách bơm dung môi vòng quanh cho tới khi tất cả các vết hidro cacbon được tẩy đi.

9.3 Xác định thời gian trộn

9.3.1 Dù chọn cách nào để thu được một mẫu phân tử mẫu hỗn hợp không đồng nhất thì cũng cần xác định tính thích hợp của kỹ thuật trộn và thời gian cần thiết để thu được một mẫu được trộn phù hợp.

9.3.2 Nếu mẫu giữ được tính đồng nhất và bền vững sau khi trộn (các thành phần có thể trộn lẫn hoàn toàn vào nhau chẳng hạn như các phụ gia pha trộn vào dầu nhờn) tiếp tục trộn cho tới khi mẫu liên tục rút ra khỏi khói mẫu chính đều cho kết quả giống nhau. Đây chính là thời gian trộn tối thiểu

Chú thích – Sau thời gian này nếu cần tiếp tục đồng nhất thì chuyển mẫu ra khỏi khói chính mà không cần trộn thêm.

9.3.3 Nếu mẫu không giữ được tính đồng nhất sau khi trộn (nước và cặn là một phần của hỗn hợp) thi dùng phương pháp đặc biệt để xác định thời gian trộn như nêu trong 9.3.4.

Chú thích – Nếu cần đo đặc tính của hidro cacbon có thể lấy mẫu phu trong khi việc trộn vẫn đang tiến hành.

9.3.4 Cần ghi lại khoảng thời gian đã xác định độ đồng nhất hoá mẫu để đảm bảo mẫu được lấy vào bình chứa đầy khoảng 3/4. Trong khoảng thời gian này, cứ sau mỗi khoảng thời gian bằng nhau, lấy từng phần nhỏ mẫu và thử nghiệm ngay hàm lượng nước bằng phương pháp tiêu chuẩn (xem 9.3.5). Khi kết quả phép thử là chắc chắn phù hợp thì ghi lại giá trị thu được là hàm lượng nước mẫu trung.

Thêm một lượng nước được xác định chính xác trong khoảng 1 đến 2% và đồng nhất hóa trong cùng một khoảng thời gian như đối với mẫu trung rồi lấy mẫu như trước. Nếu có sự phù hợp giữa hàm lượng nước được xác định của hàm lượng nước mẫu trung, và lượng nước thêm vào, sau đó lặp lại bằng cách thêm tiếp một lượng nước đã được xác định chính xác, khoảng 1 đến 2%, nếu kết quả tiếp tục phù hợp thì kết luận thời gian trộn là đủ.

Nếu kết quả không phù hợp (trong giới hạn độ lặp lại của phương pháp) thì huỷ bỏ. Làm lại từ đầu qui trình, và dùng khoảng thời gian trộn lâu hơn.

9.3.5 Không được xác định hàm lượng nước bằng phương pháp li tâm (ISO 3734) đối với việc xác định thời gian trộn thì không thể dựa vào phương pháp này để cho hàm lượng nước toàn bộ.

9.4 Rót chuyển mẫu

9.4.1 Nếu bình chứa không xách tay được hoặc nếu không thuận tiện cho việc chuyển mẫu trực tiếp từ bình chứa vào dụng cụ thử thì phải rót chuyển mẫu đại diện vào trong một bình xách tay để vận chuyển tới phòng thử nghiệm.

9.4.2 Ở mỗi giai đoạn chuyển mẫu, cần thiết phải đồng nhất hóa chất chứa trong bình mà từ đó mẫu được lấy ra bằng cách dùng một trong các phương pháp qui định trong 9.2.

9.4.3 Xác định thời gian trộn cho mỗi hỗn hợp bình chứa và máy trộn bằng một trong các phương pháp đã nêu trong 9.3.

9.4.4 Việc chuyển mẫu chỉ hoàn thành trong khoảng thời gian mà hỗn hợp đã được biết là đồng nhất và ổn định. Thời gian này ngắn, không được kéo dài quá 20 phút cho toàn bộ việc chuyển mẫu.

Phụ lục A
Thư mục tham khảo

- 1). ISO 2859 : 1974. Các qui trình lấy mẫu và các bảng kiểm tra bằng thuộc tính.
 - 2). ISO 2859/ phu lục 1 : 1977. Thông tin tổng quát về kiểm tra mẫu và hướng dẫn sử dụng các bảng rong ISO 2859.
 - 3). TCVN 5731 - 1993 (ISO 3007 : 1986). Sản phẩm dầu mỏ - Xác định áp suất hơi - Phương pháp Reid.
 - 4). ISO 3165 : 1976. Lấy mẫu sản phẩm hoá học dùng trong công nghiệp - An toàn trong lấy mẫu.
 - 5). TCVN 2692 : 1995 (ISO 3733 : 1976). Sản phẩm dầu mỏ và nguyên liệu bì tum - Xác định hàm lượng nước - Phương pháp chưng cất.
 - 6). ISO 3734 : 1976. Dầu thô và dầu đốt lò - Xác định nước và cặn - Phương pháp li tâm.
 - (7). ISO 3735 : 1975. Dầu thô và dầu đốt lò - Xác định nước và cặn - Phương pháp chiết tách.
-