



中华人民共和国国家标准

GB/T 6680—2003
代替 GB/T 6680—1986

液体化工产品采样通则

General rules for sampling liquid chemical products

2003-10-11 发布

2004-05-01 实施



中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准参考 ISO 3170:1988《液体石油产品取样法(手工法)》(英文版)修订。

本标准与前版标准技术性差异:

——删除了前版的第 6 章液化气体的内容;

——修改了采样设备(前版的附录 A,本版的第 6 章)。

本标准实施之日起,代替 GB/T 6680—1986《液体化工产品采样通则》。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会(SAC/TC63)归口。

本标准负责起草单位:中化化工标准化研究所。

本标准参加起草单位:南通出入境检验检疫局、常州出入境检验检疫局、天津裕华贸易总公司。

本标准主要起草人:王晓兵、王华、周玮、顾海东、梅建、周飞舟、陈莉平。

本标准委托全国化学标准化技术委员会负责解释。

本标准首次发布日期:1986 年 8 月。

液体化工产品采样通则

1 范围

本标准规定了液体化工产品采样的术语及定义、基本要求、采样方案、采样设备和操作方法。

本标准适用于温度不超过 100℃,压力为常压或接近常压的液体化工产品。本标准不适用于在产品标准中有特殊要求的液体产品的采样。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注明日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注明日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6679—2003 固体化工产品采样通则

GB/T 6681—2003 气体化工产品采样通则

GB/T 3723—1999 工业用化学产品采样安全通则(idt ISO 3165:1976)

3 术语及定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

部位样品 spot sample

从物料的特定部位或在物流的特定部位和时间采得的一定数量或大小的样品。它是代表瞬时或局部环境的一种样品。如图 1 所示。

3.2

表面样品 surface sample

在物料表面采得的样品,以获得关于此物料表面的资料。如图 1 所示。

3.3

底部样品 bottom sample

在物料的最低点采得的样品,以获得关于此物料在该部位的资料。如图 1 所示。

3.4

上部样品 upper sample

在液面下相当于一定体积(总体积的 1/6)的深处采得的一种部位样品。如图 1 所示。

3.5

中部样品 middle sample

在液面下相当于总体积一半的深处采得的一种部位样品。如图 1 所示。

3.6

下部样品 lower sample

在液面下相当于一定体积(总体积的 5/6)的深处采得的一种部位样品。如图 1 所示。

3.7

全液位样品 full level sample

从容器内全液位采得的样品。如图 1 所示。

3.8

平均样品 average sample

把采得的一组部位样品按一定比例混合成的样品。

3.9

混合样品 composite sample

把容器中物料混匀后随机采得的样品。

3.10

样品容器 sample container

用于储存和运送样品的容器。

3.11

采样装置 sampling device

可携带的或固定的用于采取样品的设备。

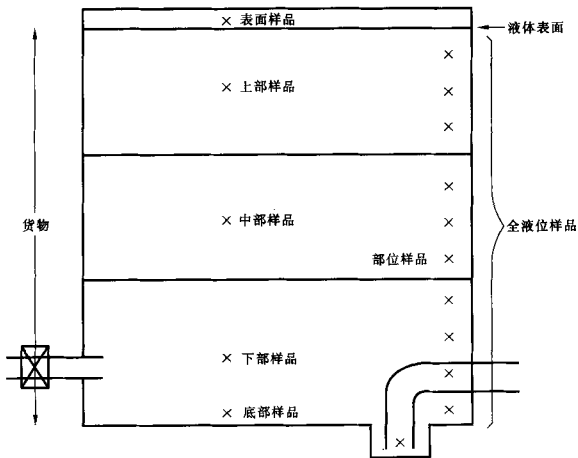


图 1 样品类型分布图

4 采样的基本要求

4.1 采样操作人员必须熟悉被采液体化工产品的特性、安全操作的有关知识及处理方法，严格遵守 GB/T 3723 的各项规定。

4.2 采样前应进行预检，并根据检查结果制定采样方案，按此方案采得具有代表性的样品。由于液体化工产品一般是用容器包装后贮存和运输，应根据容器情况和物料的种类来选择采样工具，确定采样方法。预检内容如下：

4.2.1 了解被采样物料的容器大小、类型、数量、结构和附属设备情况。

4.2.2 检查被采样物料的容器是否受损、腐蚀、渗漏并核对标志。

4.2.3 观察容器内物料的颜色、粘度是否正常；表面或底部是否有杂质、分层、沉淀、结块等现象；判断物料的类型和均匀性。

4.3 物料的混匀

对于单相低粘度液体可用以下几种方法混匀：

- a) 小容器(如瓶、罐)用手摇晃进行混匀。
- b) 中等容器(如桶、听)用滚动、倒置或手工搅拌器进行混匀。
- c) 大容器(如贮罐、槽车、船舱)用机械搅拌器、喷射循环泵进行混匀。

对于多相液体可用上述各种方法使其混合成不会很快分离的均匀相后采样。如不易混匀,就分别采各层部位样品混合成平均样品作为代表性样品。

4.4 样品的代表性

如被采容器内物料已混合均匀,采取混合样品作为代表性样品。如被采容器内物料未混合均匀,可采部位样品按一定比例混合成平均样品作为代表性样品。

4.5 采样其他注意事项

4.5.1 样品容器必须清洁、干燥、严密,采样设备必须清洁、干燥、不能用与被采取物料起化学作用的材料制造,采样过程中防止被采物料受到环境污染和变质。

4.5.2 样品的缩分

一般原始样品量大于实验室样品需要量,因而必须把原始样品量缩分成二到三份小样。一份送实验室检测,一份保留,在必要时封送一份给买方。

4.5.3 样品标签和采样报告

样品装入容器后必须立即贴上标签,在必要时写出采样报告随同样品一起提供。其内容按 GB/T 6678 中的有关规定。

4.5.4 样品的贮存

在买卖双方协商的规定日期内妥善保存样品。

- a) 对易挥发物质,样品容器必须有预留空间,需密封,并定期检查是否泄漏。
- b) 对光敏物质,样品应装入棕色玻璃瓶中并置于避光处。
- c) 对温度敏感物质,样品应贮存在规定的温度之下。
- d) 对易和周围环境物起作用的物质,应隔绝氧气、二氧化碳和水。
- e) 对高纯物质应防止受潮和灰尘浸入。

5 采样方案

采样方案包括以下内容:采样单元数(按 GB/T 6678—2003 的 7.6 和第 10 章规定);样品类型及样品量;采样时间、地点、位置;采样方法、步骤和使用的工具等。

6 采样设备

6.1 采样勺

用不与被采取物料发生化学作用的金属或塑料制成。

6.1.1 表面样品采样勺

边沿成锯齿形,齿高 10 mm,齿底角 60°,大小视样品量及能否进入容器而定。如图 2(a)所示。

6.1.2 混合样品采样勺和采样杯

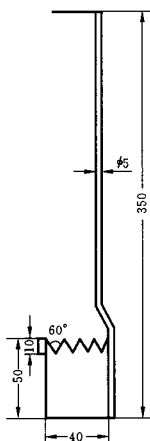
物料混匀后用它随机采样,如图 2(b)、(c)所示。

6.2 采样管

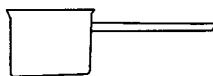
这是一个由玻璃、金属或塑料制成的管子,能插入到桶、罐、槽车中所需要的液面上。它也可以用于从一个选择的液面上采取点样或采取底部样,以检查存在的污染物,或者当其设计和处置适宜并插入缓慢时,也可以用于从液体的纵向截面采取代表性的样品。

对大多数桶装物料用管长 750 mm 为宜,对其他容器可增长或缩短。管上端的口径收缩到姆指能按紧,一般为 6 mm;下端的口径视被采物料粘度而定,粘度近似于丙酮和水的物料用口径 3 mm,粘度较小的用 1.5 mm,较大的用 5 mm。如图 3(a)、(b)所示。对于桶装粘度较大的液体和粘稠液、多相液,也可采用不锈钢制双套筒采样管,如图 3(c)所示。

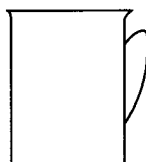
单位为毫米



(a) 表面取样勺

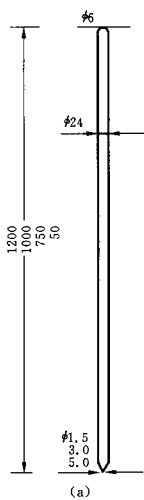


(b) 勺子

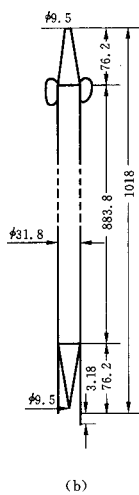


(c) 混样杯

图 2 采样勺和采样杯



(a)



(b)

单位为毫米



(c)

图 3 采样管

6.3 采样瓶、罐

6.3.1 玻璃采样瓶

一般为 500 mL 具塞玻璃瓶,套上加重铅锤。如图 4(a)所示。

6.3.2 采样笼罐

把具塞金属瓶或具塞玻璃瓶放入加重金属笼罐中固定而成。如图 4(a)、(b)所示。

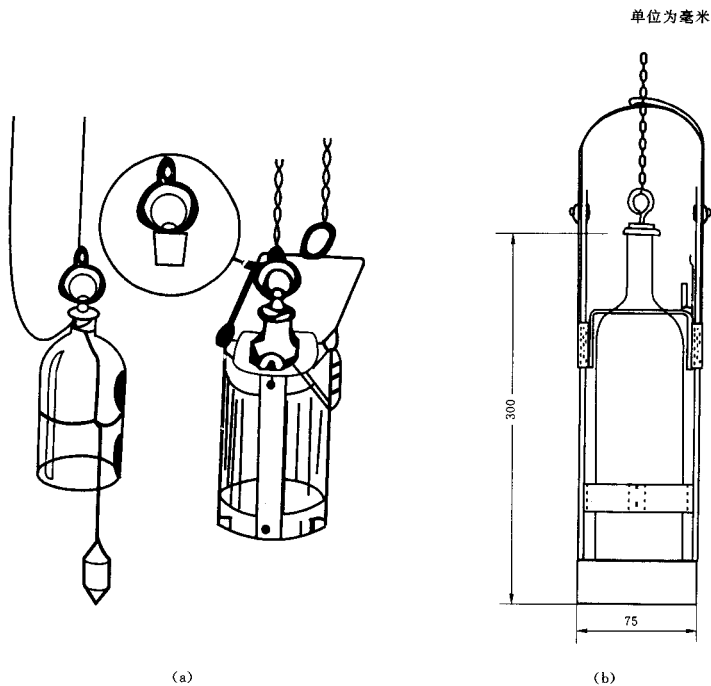


图 4 玻璃采样瓶和采样笼罐

6.3.3 金属制采样瓶、罐

6.3.3.1 普通型采样器

通常为不锈钢制采样瓶,体积 500 mL,适用于贮罐、槽车和船舶采样,如图 5 所示。这是一个均匀直径的管状装置,配有上部和下部隔离翼阀或瓣阀。向上运动时,可以从罐中任一所选液面收集正确的和相对地未经扰动的试样。但是所选择的液面不能低于罐底的上方 12 mm。

单位为毫米

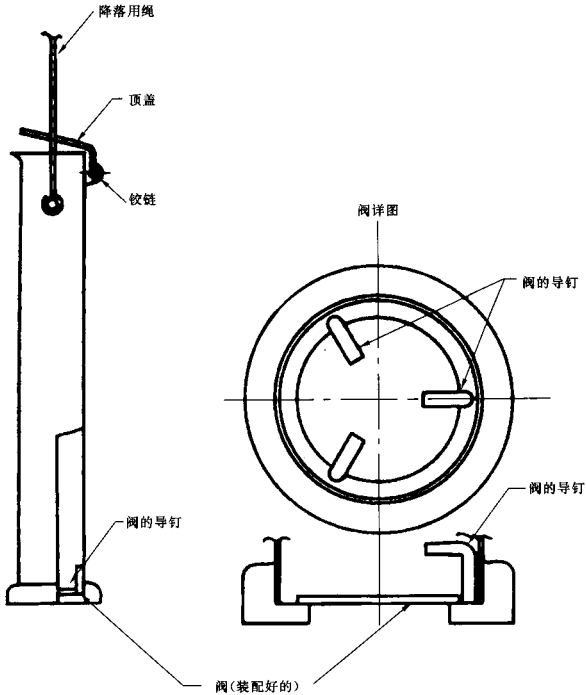


图5 普通型采样器

6.3.3.2 加重型采样器

对于相对密度较大的液体化工品如浓硫酸等,宜采用加重型采样器。加重型采样器应有适当的容量(一般为 500 mL)和在被采样的液体化工品中迅速下沉的重量。如图 6 所示。

6.3.3.3 底阀型采样器

运用于贮罐、槽车、船舱底部采样,如图 7 所示。当底阀型采样器与罐底接触时,它的阀或塞子就被打开,当其离开罐底时,它的阀或塞子就被关闭。

单位为毫米

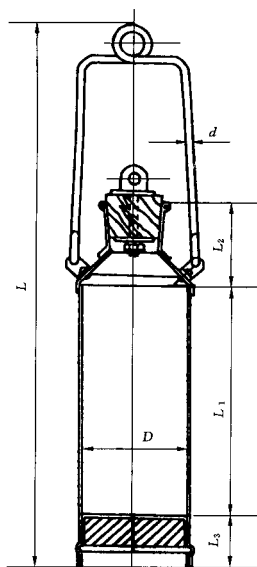


图6 加重型采样器

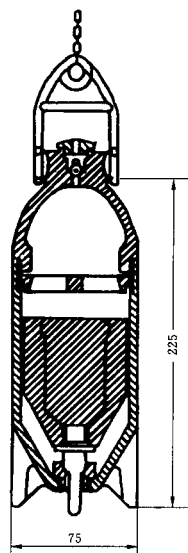


图7 底阀型采样器

6.4 管线取样设备

是一个伸到管线内的管线取样器,其试样入口中心点应在不小于管线内径的三分之一处,如图8所示。取样点应位于湍流范围内,湍流常在管线的冲洗段或在泵的输出侧。如果没有冲洗段的话,取样器应水平安装在管线的垂直段,且靠近泵出口。取样线路应尽可能地短。建议取样点应距离任何组分的最后注入点的下游约25倍于管线直径之处,以保证所有组分能充分地混合。

为了保证混合均匀和消除分层,可在朝向取样器开口的方向安装钻有小孔的板、一系列的挡板或缩小管径。也可以把这些方法结合起来应用。

可以提供一种合适的设备,用预定的或自动的方法进行自动取样。

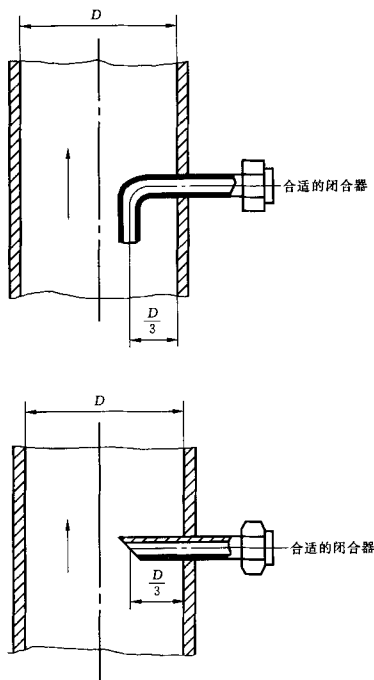


图8 管道取样装置

7 操作方法

液体化工产品的采样可根据其常温下的物理状态分为4大类来进行:常温下为流动态的液体、稍加热即成为流动态的化工产品、粘稠液体和多相液体。

7.1 常温下为流动态的液体

在常温下易于流动的单相均匀液体。但要验证其均匀性还需从容器的各个部位采样进行检验。为了保证所采得的样品具有代表性,必须采取一些具体措施,而这些措施取决于被采物料的种类、包装、贮运工具及运用的采样方法。

7.1.1 件装容器采样

7.1.1.1 小瓶装产品(25 mL~500 mL)

按采样方案随机采得若干瓶产品,各瓶摇匀后分别倒出等量液体混合均匀作为样品。也可分别测得各瓶物料的某特性值以考查物料特性值的变异性及均值。

7.1.1.2 大瓶装产品(1 L~10 L)和小桶装产品(≈ 19 L)

被采样的瓶或桶用人工搅拌或摇匀后,用适当的采样管采得混合样品。

7.1.1.3 大桶装产品(≈ 200 L)

在静止情况下用开口采样管采全液位样品或采部位样品混合成平均样品。在滚动或搅拌均匀后,

用适当的采样管采得混合样品。如需知表面或底部情况时,可分别采得表面样品或底部样品。

7.1.2 贮罐采样

7.1.2.1 立式圆形贮罐采样

7.1.2.1.1 从固定采样口采样

在立式贮罐侧壁安装上、中、下采样口并配上阀门。当贮罐装满物料时,从各采样口分别采得部位样品。由于截面一样,所以按等体积混合三个部位样品成为平均样品。如罐内液面高度达不到上部或中部采样口时,建议按下列方法采得样品:

如果上部采样口比中部采样口更接近液面,则从中部采样口采三分之二样品,而从下部采样口采三分之一样品。如果中部采样口比上部采样口更接近液面,从中部采样口采二分之一样品,从下部采样口采二分之一样品。如果液面低于中部采样口,则从下部采样口采全部样品。

如贮罐无采样口而只有一个排料口,则先把物料混匀,再从排料口采样。

7.1.2.1.2 从顶部进口采样

把采样瓶或采样罐从顶部进口放入,降到所需位置,分别采上、中、下部位样品,等体积混合成平均样品或采全液位样品。也可用长金属采样管采部位样品或全液位样品。

7.1.2.2 卧式圆柱形贮罐采样

在卧式贮罐一端安装上、中、下采样管,外口配阀门。采样管伸进罐内一定深度,管壁上钻直径2 mm~3 mm的均匀小孔。当罐装满物料时,从各采样口采上、中、下部位样品并按一定比例(见表1)混合成平均样品。当罐内液面低于满罐时液面,建议根据表1所示的液体深度用采样瓶、罐、金属采样管等从顶部进口放入,降到表1上规定的采样液面位置采得上、中、下部位样品,按表1所示比例混合成平均样品。

当贮罐没有安装上、中、下采样管时,也可以从顶部进口采得全液位样品。

贮罐采样要防止静电危险,罐顶部要安装牢固的平台和梯子(见GB/T 3723)。

7.1.3 槽车和船舱采样

7.1.3.1 槽车采样(火车和汽车槽车)

7.1.3.1.1 从排料口采样

在顶部无法采样而物料又较为均匀时,可用采样瓶在槽车的排料口采样。

7.1.3.1.2 从顶部进口采样

用采样瓶、罐或金属采样管从顶部进口放入不敷出槽车内,放到所需位置采上、中、下部位样品并按一定比例混合成平均样品。由于槽车罐是卧式圆柱形或椭圆柱形,所以采样位置和混合比例按表1所示进行。也可采全液位样品。

表1 卧式圆柱形贮罐采样部位和比例

液体深度 (直径百分比)	采样液位(离底直径百分比)			混合样品时相应的比例		
	上	中	下	上	中	下
100	80	50	20	3	4	3
90	75	50	20	3	4	3
80	70	50	20	2	5	3
70		50	20		6	4
60		50	20		5	5
50		40	20		4	6
40			20			10
30			15			10
20			10			10
10			5			10

7.1.3.1.3 对一列槽车采样

按 7.1.3.1.1 或 7.1.3.1.2 对每辆槽车采得的样品混合成平均样品作为一列车的代表性样品。

7.1.3.2 船舱采样

把采样瓶放入船舱内降到所需位置采上、中、下部位样品,以等体积混合成平均样品。对装载相同产品的整船货物采样时,可把每个舱采得的样品混合成平均样品。当舱内物料比较均匀时可采一个混合样或全液位样作为该舱的代表性样品。以上采样都要防静电危险,用铜制采样设备或让被采样容器接地泄放静电后采样。

7.1.4 从输送管道采样

7.1.4.1 从管道出口端采样

周期性地在管道出口端放置一个样品容器,容器上放只漏斗以防外溢。采样时间间隔和流速成反比,混合体积和流速成正比。

7.1.4.2 探头采样

如管道直径较大,可在管内装一个合适的采样探头。探头应尽量减少分层效应和被采液体中较重组分下沉。良好的探头需具备以下条件:

- 均相和随机不均匀液体常用孔径约 12 mm 的管安装在管壁上,伸进管中心弯曲 90°,管口面对液流,45°斜口。
- 非均相和不均匀液体采样时探头应安放在雷诺数为 2 000 以上的紊流面上,探头的前方放一个阻流混合装置。

7.1.4.3 自动管线采样器采样

当管线内流速变化大,难以用人工调整探头流速接近管内线速度时,可采用自动管线采样器采样。

7.1.4.4 管道采样分为与流量成比例的试样和与时间成比例的试样

- 流速变化大于平均流速 10% 时,按流量比采样,如表 2 所示。
- 流速较平稳时,按时间比采样,如表 3 所示。

表 2 与流量成比例的采样规定

单位为立方米

输送数量	采样规定
不超过 1 000	在输送开始和结束时各一次
超过 1 000~10 000	开始一次,以后每隔 1 000 m ³ 一次
超过 10 000	开始一次,以后每隔 2 000 m ³ 一次

表 3 与时间成比例的采样规定

单位为小时

输送时间	采样规定
不超过 1	在输送开始和结束时各一次
超过 1~2	在输送开始、中间和结束时各一次
超过 2~24	在输送开始时一次,以后每隔 1 h 一次
超过 24	在输送开始时一次,以后每隔 2 h 一次

7.2 稍加热即成为流动态的化工产品

一些在常温下为固体,当受热时就易变成流动的液体而不改变其化学性质的产品。

7.2.1 采样方法

建议在生产厂的交货容器灌装后立即采取液体样品。当必须从交货容器中采样时,一种是把容器放入热熔室中使产品全部熔化后采液体样品;另一种是劈开包装采固体样品。

7.2.1.1 在生产厂采样

在生产厂的交货容器灌装后立即用采样勺采出样,倒入不锈钢盘或不与物料起反应的器皿中,冷却后敲碎装入样品瓶中;也可把采得的液体趁热装入样品瓶中。

7.2.1.2 在件装交货容器中采样

把件装交货容器放入热熔室内,待容器内物料全部液化后,用开口采样管插入搅拌,然后采混合样或用采样管采全液位样。劈开包装的采样见 GB/T 6679。

7.2.2 采样设备及注意事项

- a) 采样设备应是耐热材料制成并不和物料起化学作用。
- b) 采样器应慢慢放入热液体中,在其中停留一下使其达到温度平衡后采样。
- c) 在加热交货容器时注意排气,防止容器破漏。
- d) 在采热液体时,防止溅出引起烧伤。

7.3 粘稠液体

粘稠液体在容器中采样难以混匀,建议在生产厂的交货容器灌装过程中采样。当必须从交货容器中采样时,应按有关标准中规定的采样方法或按协议方商定的采样方法进行。

7.3.1 在生产厂的最最终容器中采样

如果产品外观上均匀,则用采样管、勺或其他适宜的采样器从容器的各个部位采样。采样方法按 7.1.2 进行。

7.3.2 在生产厂的产品装桶时采样

在产品分装到交货容器的过程中,以有规律的时间间隔从放料口采得相同数量的样品混合成平均样品。

7.3.3 在交货容器中采样

这类产品通常是以大口容器交货。采样前先检查所有容器的状况,然后根据供货数量确定并随机选取适当数量的容器供采样用。打开每个选定的容器,除去保护性包装后检查产品的均一性及相分离情况。如果产品呈均匀状态或通过搅拌能达到均匀状态时,用金属采样管或其他合适的采样器从容器内不同部位采得部位样品,混合成平均样品。

7.3.4 采样设备及注意事项

- a) 采样器及样品容器应当选用不使样品变质,对物料不造成污染的材料制成。
- b) 采样器的形状应考虑到使用和清洗的方便。如无棱角,无槽沟,无不能接触和不能直接观察的部位。
- c) 样品从采样器中倒出之前应有足够的时间让外挂液体流净,也可以用其他强制设施刮净外液体。

7.4 多相液体

含有可分离液相或固相的液体。如乳液、悬浮液、浆状液等和一种或两种液相与一种或多种固相所组成的化工产品。

均匀悬浮液可以按常温下为流动态的液体采样程序进行采样。如果产品中有可分离相,可能呈现悬浮状态,也可能迅速沉降形成沉淀层,对这类产品来说是属于正常情况。如果不能使这种沉淀重新悬浮就不可能按正常的液体采样进行。

7.4.1 采样方法

多相液的采样可以按 7.1 进行。但根据其特性应按下列事项进行预检查后采样。

7.4.1.1 表皮

产品制成后经过一段时间贮存。采样前应先检查表面情况,记录表皮厚度和性质,在搅拌之前先除去表皮。必要时过筛。

7.4.1.2 沉淀层

在搅拌及采样之前应先探查沉淀层,记录沉淀的程度和沉淀层的性质。如软、硬、干硬,如果沉积物干硬不易再分散,应按 4.2 中规定提出货物可疑报告。

GB/T 6680—2003

7.4.1.3 胶凝作用

如果发现产品成为不可逆性凝胶,即不得进行采样操作。不可以将胶凝作用和产品的触变性相混淆。

7.4.1.4 搅拌混匀(再分散)

产品采样前应混匀,这类产品通常以不超过 20 L 的容器供货,如果物料在大贮槽中,则贮槽经常装有机械混合设备或其他混合工具。

采样前需用一个机械搅拌器或尺寸适宜的刮铲搅拌,使沉淀再分散,并记录再分散的难易程度及确认已经完全混合均匀所需要的时间。

对于较小的容器或产生严重沉淀的产品也可以将上层液体全部倒入一个清洁的容器内,破碎沉淀的固体,搅成均匀的糊状物,再将液体倒回慢慢搅匀。回注时应连续地用小流量缓缓注入。

在采代表性样品时必须在采样操作的全过程中连续不断地搅拌。在固相物质的沉降速度快时最好使用机械搅拌。如果不可能连续搅拌,应在停止搅拌后当液体还处于运动状态时快速采样。

7.4.2 采样设备及注意事项

- a) 为了适应快速采样的要求,采样瓶、罐的进口部分不应狭窄。
 - b) 为了防止所采样品的固相物质减少而影响到样品液固比例的代表性,必须选用能关闭的采样器,确保在采样操作完毕时采样器能一直保持密闭状态。
-