

GB

中国

国家

标准

汇编

2012年 修订-13



中国标准出版社

T-652.1
1015(2012)-(13)

T-652.1
1015(2012)-(1



NUAA2013076495

中国国家标准汇编

2012 年修订-13

中国标准出版社 编



中国标准出版社

北 京

2013076495

图书在版编目(CIP)数据

中国国家标准汇编:2012年修订.13/中国标准出版社编. —北京:中国标准出版社,2013.9

ISBN 978-7-5066-7245-0

I. ①中… II. ①中… III. ①国家标准-汇编-中国-2012 IV. ①T-652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2013)第 186450 号

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 37 字数 1 142 千字
2013 年 9 月第一版 2013 年 9 月第一次印刷

*

定价 220.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

5013078405

出版说明

1. 《中国国家标准汇编》是一部大型综合性国家标准全集。自 1983 年起,按国家标准顺序号以精装本、平装本两种装帧形式陆续分册汇编出版。它在一定程度上反映了我国建国以来标准化事业发展的基本情况和主要成就,是各级标准化管理机构,工矿企事业单位,农林牧副渔系统,科研、设计、教学等部门必不可少的工具书。

2. 《中国国家标准汇编》收入我国每年正式发布的全部国家标准,分为“制定”卷和“修订”卷两种编辑版本。

“制定”卷收入上一年度我国发布的、新制定的国家标准,顺延前年度标准编号分成若干分册,封面和书脊上注明“20××年制定”字样及分册号,分册号一直连续。各分册中的标准是按照标准编号顺序连续排列的,如有标准顺序号缺号的,除特殊情况注明外,暂为空号。

“修订”卷收入上一年度我国发布的、被修订的国家标准,视篇幅分设若干分册,但与“制定”卷分册号无关联,仅在封面和书脊上注明“20××年修订-1,-2,-3,……”字样。“修订”卷各分册中的标准,仍按标准编号顺序排列(但不连续);如有遗漏的,均在当年最后一分册中补齐。需提请读者注意的是,个别非顺延前年度标准编号的新制定的国家标准没有收入在“制定”卷中,而是收入在“修订”卷中。

读者配套购买《中国国家标准汇编》“制定”卷和“修订”卷则可收齐由我社出版的上一年度我国制定和修订的全部国家标准。

3. 由于读者需求的变化,自 1996 年起,《中国国家标准汇编》仅出版精装本。

4. 2012 年我国制修订国家标准共 2 101 项。本分册为“2012 年修订-13”,收入新制修订的国家标准 15 项。

中国标准出版社

2013 年 7 月

目 录

GB/T 13609—2012 天然气取样导则	1
GB 13614—2012 短波无线电收信台(站)及测向台(站)电磁环境要求	37
GB/T 13622—2012 无线电管理术语	49
GB/T 13738.3—2012 红茶 第3部分:小种红茶	83
GB 13837—2012 声音和电视广播接收机及有关设备 无线电骚扰特性 限值和测量方法	91
GB/T 13892—2012 表面活性剂 碘值的测定	119
GB/T 13963—2012 静电复印(包括多功能)设备 术语	127
GB/T 13973—2012 半导体管特性图示仪通用规范	199
GB/T 13977—2012 1:5 000 1:10 000 地形图航空摄影测量外业规范	236
GB/T 13989—2012 国家基本比例尺地形图分幅和编号	285
GB/T 13990—2012 1:5 000 1:10 000 地形图航空摄影测量内业规范	304
GB/T 14001—2012 标准清晰度电视磁带录像用时间和控制码	327
GB 14048.1—2012 低压开关设备和控制设备 第1部分:总则	346
GB/T 14055.2—2012 中子参考辐射 第2部分:与表征辐射场基本量相关的辐射防护仪表 校准基础	533
GB/T 14123—2012 机械冲击 试验机 性能特性	561



中华人民共和国国家标准

GB/T 13609—2012
代替 GB/T 13609—1999



2012-11-05 发布

2013-03-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 13609—1999《天然气取样导则》。

本标准与 GB/T 13609—1999 相比,主要技术变化如下:

- 将原标准中的“引言”与“范围”合并为“范围”;
- 在范围中增加了有关 LNG 的取样内容“压缩天然气(CNG)压力可高至 30 MPa,在确保取样系统安全前提下,可使用本标准。”;
- 对原标准中的 5.2.4 部分进行了修订,增加了“保压措施”;
- 对原标准中的 8.7.1 部分进行了修订,增加了“高分子材料”;
- 增加了“8.9 气体取样袋”;
- 增加了“9.6 保温、保压取样法”;
- 增加“附录 H 保温、保压取样步骤”;
- 对标准中的图增加了图注。

本标准由全国天然气标准化技术委员会(SAC/TC 244)提出并归口。

本标准起草单位:中国石油西南油气田分公司天然气研究院、中国石油北京华油天然气有限责任公司

本标准主要起草人:唐蒙、陈勇、罗勤、李国海、迟永杰、黄黎明、常宏岗、曾文平。

本标准所代替标准的历次版本发布情况:

- GB/T 13609—1992;
- GB/T 13609—1999。

天然气取样导则

警告——使用本标准可能涉及带来危险的材料、操作过程和设备。本标准并不意味指明了伴随标准使用所带来的所有安全问题。本标准的使用者有责任建立合适的安全和健康措施并在使用之前明确应用上的限制或法规上的限制。

1 范围

本标准确立了与已处理的天然气取样各方面有关的导则。除非另外说明,本标准中的所有压力均以表压给出,压力可高至 15 MPa。压缩天然气(CNG)压力可高至 30 MPa,在确保取样系统安全前提下,可使用本标准。

本标准涉及点取样、组合取样(累积取样)和连续取样系统。

本标准考虑了气流中氧、硫化氢、空气、氮、二氧化碳等组分。

本标准不包括液相或多相流体的取样。

如果存在痕量液体,例如甘醇和压缩机油,则被视为干扰杂质,而非取样气体的一部分,应将它们除去,以保护取样及分析设备不被污染。

本标准适用于交接计量系统和输配计量系统。

本标准适用于那些未将取样作为一个分析步骤进行描述的情况。本标准集中描述取样系统和步骤。对于用这些系统和步骤获得的样品的分析,可用于许多方面,包括计算确定气流的发热量,鉴定气流中存在的污染物,由组成情况来判断气流是否符合合同规定的技术指标。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

2.1

直接取样 **direct sampling**

在取样介质与分析单元直接相连接的情况下的取样。

2.2

移动活塞气瓶 **floating-piston cylinder**

一种内部装有一个可移动活塞的容器,活塞用来隔离样品与缓冲气体。活塞两边的压力保持平衡。

2.3

流量比累积取样器 **flow-proportional incremental sample**

在一定的时间间隔内,以与气源管道气流成正比例的速率采集样品的取样器。

2.4

高压天然气 **high-pressure natural gas**

气体压力在 0.2 MPa 以上的天然气。

2.5

烃露点 **hydrocarbon dew point**

在给定压力下,烃类蒸气开始凝析时的温度。

2.6

累积取样器 incremental sampler

累积取样器采集一系列点样并汇集成一个组合样品。

2.7

间接取样 indirect sampling

在取样介质与分析单元没有直接相连的情况下进行的取样。

2.8

液体分离器 liquid separator

样品管道内用来收集析出液体的一种装置。

2.9

低压天然气 low-pressure natural gas

压力在 0 MPa~0.2MPa 之间的天然气。

2.10

吹扫时间 purging time

用样品气吹扫装置所用的时间。

2.11

代表性样品 representative sample

将被取的天然气视为一个均匀的整体时,与其具有相同组成的样品就是代表性样品。

2.12

停留时间 residence time

样品通过装置所用的时间。

2.13

反凝析 retrograde condensation

反凝析行为描述了烃类气体混合物,如天然气的非理想的相性质。反凝析是指烃类气体混合物在一个特定的压力和温度下将生成重烃的液相,在相同温度下,压力高于或低于此特定压力时,混合物仍保持单相的气体状态(见 5.2)。

2.14

样品容器 sample container

当需要间接取样时,用来收集气体样品的容器。

2.15

取样导管 sample line

用来将气样传输到取样点的导管。它可能还包括为运输及分析样品作准备而需要的装置。

2.16

取样探头 sample probe

插入气体管道,另一端与取样导管相连接的装置。

2.17

取样点 sample point

能够从其中采集到有代表性样品的气流内的一个部位。

2.18

点样 spot sample

规定时间在规定地点从气流采集的具有规定体积的样品。

2. 19

传输导管 transfer line

用来将待分析的样品从取样点引导到分析单元的管道。

2. 20

水露点 water dew point

水露点是指在给定压力下水蒸汽开始发生凝析时的温度。

3 取样原则

3.1 取样方法

取样的主要作用是获得足够量的有代表性的气体样品。取样主要分为直接取样和间接取样,取样的分类示意图见图 1。直接取样方法中,样品直接从气源输送到分析单元;间接取样方法中,样品在转移到分析单元之前被贮存在容器内。间接取样方法的主要类型有取点样和取累积样。

由天然气分析获得的所需数据分为两种基本类型:平均值和限定值:

- a) 平均值的一个典型的例子是发热量。气体交接过程中要求给出时间或流量的平均发热量。一般由商业协议确定求平均值的时间周期和方法;
- b) 大多数的天然气交接合同中包括关于气体组成和气体性质技术指标的限定值。可以采用直接取样,经常也需要采用间接取样。

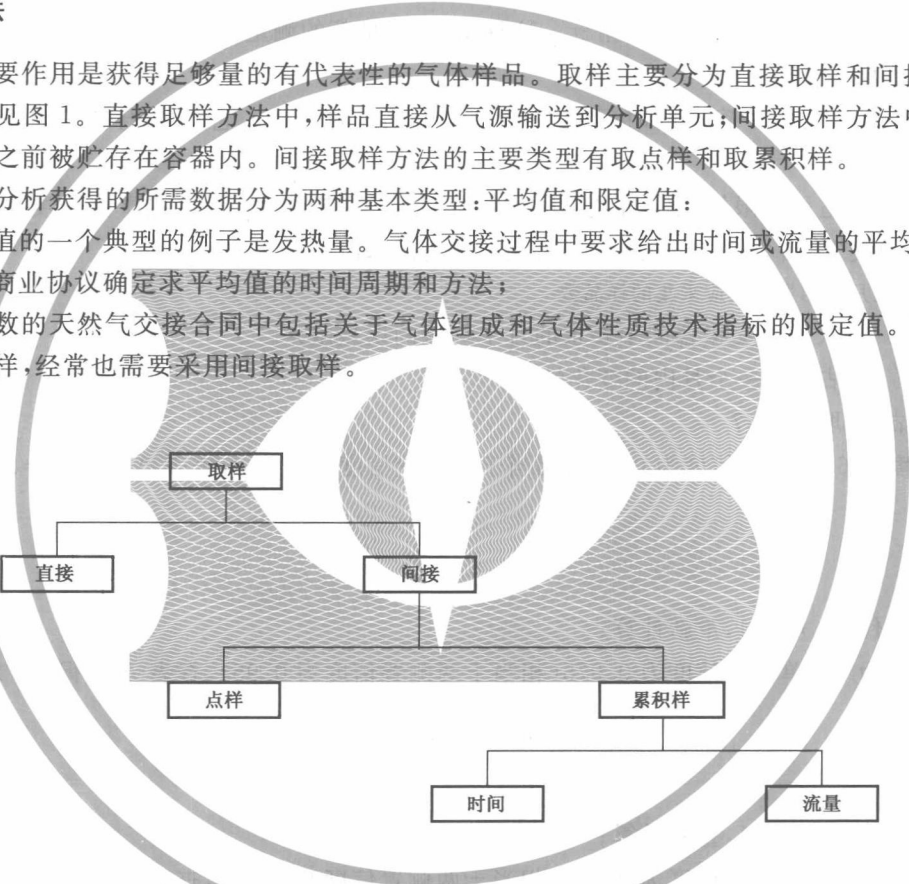


图 1 直接和间接取样方法分类示意图

3.2 取样频率

本条给出了建立取样频率的准则。取样频率基本上是一个经验性的问题。气流过去的物性情况和预期(系统性)的变化决定取样频率。

一般来说,管输天然气组成在每日、每周、每月、每半年或每个季节会发生变化。组成也会因气体处理装置和气藏的变化而发生变化。在选择取样间隔时应考虑与环境 and 操作方面相关的所有因素。

在本段所用统计方法应与经验上的判断相符合。

在此要求的取样频率是指为获得有意义的结果,在某个特定的时间周期内应采集的样品数。

计算样品数见式(1):

$$n^{1/2} = t \frac{s}{d} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

n ——样品数；

s ——标准偏差；

t —— t 因子（见附录 A 的表 A.1）；

d ——要求的误差限。

这个公式可用迭代法来解。初始 t 值是个估计值，用于计算出 n 的修正值，再用此 n 值计算出新的 t 值。误差限、样品数和标准偏差是在同一时间周期内获得的。

- a) 误差限有两种不同的情况。一种情况与平均值的确定有关。在大多数天然气交接合同中，这些值都作为准确度指标给出。另一种情况与限定值的确定有关。天然气交接合同规定了各种限制，但很少给出准确度的指标。这种情况下，最新的测定值或过去一年的平均值与限定值之差便可作为误差限；
- b) 样品数是指在一确定的时间周期内所采集样品的数目。它与累积取样的各种分样品是相同的；
- c) t 因子只适用有限体积样品，它可从标准统计表中查到。其值取决于置信度（一般为 95%）和“自由度”。自由度在此处取值为测量次数减 1，即 $(n-1)$ 。

示例 1：测定月平均发热量应采集的样品数

$d=0.4\%$ （天然气交接合同中要求的月平均值的误差限）

$s=0.6\%$ （估计的一个月内的变化情况）

第一次估算，取 $n=7$

当自由度为 6，单侧置信度为 0.975（相当于两侧置信度为 0.95），查表 A.1 得， $t=2.45$

$$n^{1/2} = 2.45 \times \frac{0.6}{0.4}$$

$$n=14$$

第一次迭代，取 $n=14$ ，重新计算；

当自由度为 13，单侧置信度为 0.975（相当于两侧置信度为 0.95），查表 A.1 得， $t=2.16$

$$n^{1/2} = 2.16 \times \frac{0.6}{0.4}$$

$$n=11$$

第二次迭代，取 $n=11$ ，重新计算；

当自由度为 10，单侧置信度为 0.975（相当于两侧置信度为 0.95），查表 A.1 得， $t=2.23$

$$n^{1/2} = 2.23 \times \frac{0.6}{0.4}$$

$$n=11$$

示例 2：测定总硫应采集的样品数

上次测定值为 20 mg/m^3 ，合同限定值为 50 mg/m^3 ，

$d=30 \text{ mg/m}^3$ （天然气交接合同中限定值与上次测定值之差）

$s=10 \text{ mg/m}^3$ （过去一年中）点样的标准偏差

当 $(n-1)$ 取为 2，置信水平为 95% 时，查表 A.1 得， $t=4.30$

$$n^{1/2} = 4.30 \times \frac{10}{30}$$

$$n=2$$

重新计算表明 2 个样品不够，所以要取 3 个样品。

4 取样的安全要求

4.1 总则

取样以及样品处理应当遵循国家和企业有关的各种安全法规。如果没有合适的规程,应建立详细的操作规程,也应当建立设备的详细说明。有关人员应接受适当的培训,使之达到能够承担必要责任的水平。

4.2 人员

负责取样的部门和班组人员应确知能在有关的安全规程之内完成取样。执行取样和安装取样设备的人员应经过必要的培训,使之能够估计出潜在的危险。以上人员应有权制止不适当的或不安全的取样或取样设备的安装。

4.3 设备

用于高压天然气取样的设备应定期进行检查和检定。相关文件应齐全有效。取样设备的设计应满足有关的取样条件,如压力、温度、腐蚀性、流量、化学相容性、振动、热膨胀与收缩等。玻璃容器和气袋不能在压力下使用。在运输和存放过程中气瓶上应装有盖帽。气瓶应永久性地标明其容积、工作压力和试验压力。气瓶的试验压力应至少是工作压力的1.5倍。在运输与存放过程中要保护气瓶不被损坏。应为各种不同型号气瓶设计运输箱。气瓶上还应配有提供相关信息的标签,并防止标签磨损脱落。气瓶及其附件应定期进行检查并试漏。固定的传输和取样导管应正确保管。有可能破裂的连接处应便于试漏。气体出口应安装双重的截止阀和泄压阀。当气瓶不用时,应装好盖帽。

应限制高压软管的使用,严格按照产品说明进行安全操作。传输导管能被固体或液体污染物堵塞,所以在“再打开”这些管道时应采取特别保护措施。这种操作只能由具有取样资格的合格人员进行。传输导管的切断阀应尽可能靠近气源安装。取样探头应配备一个切断阀。

取样使用的相关的电气设备应获得批准。应避免使用可能产生静电的设备。应避免使用可能产生火花的设备或工具。

4.4 易燃性

为了防止火灾或爆炸,在气体处于可燃烧浓度(天然气约为4%~16%)的区域内,应遵循下列限制:

禁用明火;禁止吸烟;禁止使用可能产生火花的设备与工具;禁止使用操作温度高于气体混合物自燃点的设备,天然气自燃点一般高于400℃;禁止使用能与气体剧烈反应的化学试剂;禁止发动火花点火式马达;应充分通风,以防止可燃性气体大量聚积;传输导管的吹扫应直接引向“安全区”(如开阔地带),人工取(点)样时,在取样地点释放的气体应限制到最小量;与取样点相关的要害地点应使用气体检测器;应备有便于得到的手动或自动灭火设备;取样人员应经过在发生火灾时能做出正确的反应的培训。

4.5 个人防护装备

应配备必需的个人防护装备。不同地方对防护装备的需求不尽相同,但应考虑到以下因素:

气体中含有毒或刺激性组分(如硫化氢、氨、汞、芳香烃等)时,要求使用防毒面罩,供应新鲜空气,配备防护手套及有害组分监测器;对于高压气取样,可能需要使用护目镜和面罩。还应使用压力表来显示系统压力,使用泄漏检测器来检查系统是否泄漏;为了防火,操作人员应穿戴防火服(围裙、连衣裤、实验服)。另外还应配备烟雾防护面罩。

4.6 运输

含有带压气样的取样瓶运输时应遵循有关法规。气瓶应装在运输箱内保护起来,否则可能损坏气瓶本身及阀、压力表等;运输过程中还应防止气瓶的温度剧烈变化,避免造成超压或样品凝析;装运箱还应按规定配有合适的标记。

5 技术因素

5.1 流动特性

管道内的流动可能是层流,也可能是紊流。然而,在取样系统中应避免层流出现。层流可以是单相或多相的。大多数气流是单相紊流。当流体接近饱和状态时气体管道中也可能产生两相紊流。

例如,从气液分离器出来的流体接近气体露点,管道温度下降将会造成凝析的发生,从而产生两相流。从配气站出来的天然气可能发生管道内的气体没有完全混和均匀的情况。如果组成不是完全均匀的,用静态混合器能够提高其均匀性。取样时应注意以下事项:

- 层流在通常情况下不会在气体管道内出现,因为气体的低粘度和高流速足以保证不会产生层流。然而,取样系统的设计应避免层流的产生;
- 由于紊流可使流体混合均匀,在取样系统和气体管道内,紊流是有利的;
- 本标准的各项导则中没有涉及两相(气液)混合物的取样问题,而且在任何时候都应尽可能避免。目前的天然气取样技术还不能以合理的准确度解决这个问题。

5.2 凝析与再气化

天然气凝析行为相当复杂。图2给出了天然气压力和温度相图的示例。曲线的形状取决于气体组成。

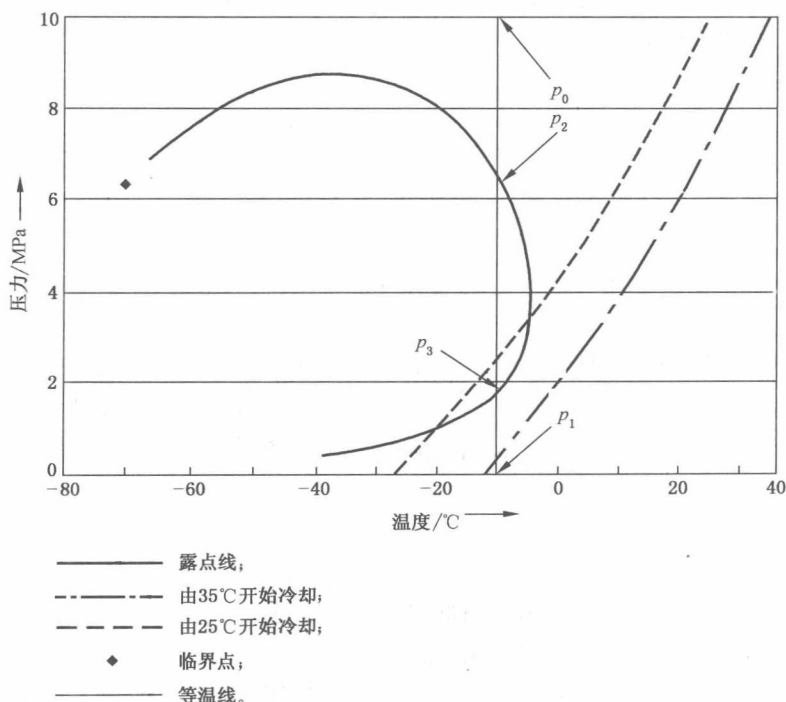


图2 天然气压力和温度的相图示例

如图 2 所示,在临界点和正常的操作条件之间,相边界是一个复杂的函数。当调节气体压力或温度进入相边界时,就可能发生“反凝析”。

样品开始分析之前至少应加热至比样品源温度高出 10℃。如果不知道样品源温度时,则应将样品至少加热至 100℃,为了确保可能存在的凝析物再气化,应加热 2 h,如果需要,加热时间可以更长。以下给出了凝析示例及解决方法:

- a) 图 2 给出了关于如何产生凝析问题的示例。管道内气压为 p_0 ,如果初始温度为 -10°C ,将气体等温膨胀(即降低压力),它就会沿着图中的竖线接近分析时的压力 p_1 。气体在 p_0 处于稳定的单相状态,并且继续保持这种状态直至 p_2 , p_2 处于两相区的边界上。在 p_2 和压力较低的 p_3 之间是气体与凝析液体共存的两相区。在这个区域内,气相和液相的相对数量,以及它们的组成是连续变化的。在低于 p_3 ,一直到 p_1 的压力下,流体以气相再次出现。与此相反,对一个初始压力为 p_1 的气瓶等温充气至 p_0 ,当压力经过 p_3 时,瓶内会出现两相。理论上在 p_2 这两相又会重新合二为一,但这个过程相当慢,而且从两相共存的气瓶内放出的任何气样都不具有代表性,而且气样的放出还会改变保留在瓶内样品的组成。采用带压移动活塞气瓶,使样品保持在不发生凝析的条件下,是避免产生凝析的一种方法。事实上,在膨胀过程中,由于焦耳-汤普森效应,气体温度会降低。图 2 表示某气体的相态。该气体的初始温度为 25°C ,初始压力为 10 MPa,膨胀后,在压力 p_3 下将冷却到 -10°C 以下,该气体将经过两相区,从而发生凝析。要想在到达 p_1 (分析压力)时不进入两相区,初始温度应达到 35°C ;
- b) 样品容器内的样品在运输过程或在实验室等候分析的过程中有可能发生部分凝析。高压气体样品容器和与分析单元相连的管道,在分析之前都应进行加热。加热时间和温度应足以保证任何凝析烃在开始分析前全部重新气化;
- c) 取样导管内的液体重烃或凝析物滴回到主气流后,会降低气体测得量的发热量。这种现象可由记录图上的日夜正弦波效应得到证实。由于白天较热,记录的发热量较高,而夜间温度较低,记录的发热量也较低;
- d) 为了避免出现凝析,取样系统和样品处理装置的温度在任何压力下都应高于气体的露点(如图 2 所示),而且还应对取样系统进行预热。同时,对易凝析样气,间接取样时取样系统和样品处理装置的压力应尽量与气体输送管线的压力一致。

5.3 吸附和解吸

某些气体组分被吸附到固体表面或从固体表面解吸的过程称为吸附效应。有些气体组分和固体之间的吸引力是纯物理性的,它取决于参与此过程的各种材料的性质。

天然气中可能含有几种强吸附效应的组分。在测定痕量重烃或杂质时应特别注意这点。

5.4 泄漏和扩散

应对管道和设备进行定期泄漏检查。微漏可影响痕量组分的测定分析(即使在高压下,水或大气中的氧也可能扩散到管子或容器中;组分的分压差决定扩散的方向)。在氢气存在时应特别注意。

试漏可采用洗涤剂的溶液,或将管道充压,或用其他更复杂的方法进行,如使用便携式泄漏检测仪(如质谱计)。

5.5 反应和化学吸附

活性组分能与取样设备化学结合(例如通过氧化),或者表现为化学吸附。取样设备中使用的材料也可能催化样品的反应(例如在含有痕量硫化氢、水和及羰基含硫化合物的混合物中)。

5.6 使用集液器的注意事项

在取样导管系统中使用集液器或气液分离器的目的是除去一些有干扰的液体。应仔细考虑这些设

备的使用(见 8.4),集液器可捕集液珠,随后将液珠连续气化到样品流中。有一个危险就是它们的使用可能改变气体样品的组成。在气相和液相之间平衡的各组分的浓度可能会随着液体的除去而发生变化。取样导管应由取样点向上倾斜,从而没有低凹点可聚积液体。

6 取样用材料

6.1 一般要求

取样系统中使用什么材料合适,取决于待取气样的性质。一般情况下,气体接触到的所有表面均推荐使用不锈钢材料。阀座和活塞密封圈应使用柔韧性材料,以适应其特殊用途。湿气、高温气体或者含有硫化氢或二氧化碳的气体,在取样时存在的材料问题更多。这些类型的气体可能要求使用特殊材料或对取样系统内部涂层。建议对用于酸性气体取样的气瓶进行聚四氟乙烯或环氧涂层。可能的话,活泼组分如硫化氢和汞应用直接取样的方法在现场分析,因为即使有涂层的容器也不能消除对这些组分的吸附。

应避免使用黄铜,紫铜和铝等软金属,因为它们很容易产生腐蚀、金属疲劳等问题。但在某些对样品容器的反应性要求高的场合,允许采用铝制的样品容器。

一般来说,与样品或标准气接触的材料应具有以下特性:对所有气体无渗透性,具有最小的吸附和对被传输的组分具有化学惰性。

由于天然气中可能存在少量的含硫化合物、汞、二氧化碳等,所有的装置和接头都应使用不锈钢,或者在低压下使用玻璃等。表 1 列出了可能适合的材料。

表 1 取样系统材料与气体组分的相容性

材料	与气体组分的相容性							
	C _n H _m	COS CO ₂	CH ₃ OH O ₂	H ₂ S RSH THT	H ₂ O	He	Hg	H ₂ CO
不锈钢	适用	适用	适用	有条件使用	有条件使用	适用	有条件使用	适用
玻璃 ^a	适用	适用	适用	适用	适用	适用	适用	适用
聚四氟乙烯 ^b	有条件使用	有条件使用	有条件使用	适用	不推荐	不推荐	不推荐	有条件使用
聚酰胺	适用	适用	有条件使用	适用	不推荐	适用	不推荐	适用
铝	适用	适用	适用	有条件使用	有条件使用	适用	不推荐	适用
钛	适用	适用	适用	适用	适用	适用	适用	适用
^a 玻璃是高惰性材料,但易碎裂,在高于大气压下取样不安全。 ^b 聚四氟乙烯(PTFE)是惰性的但可能有吸附,它对水、氮和氢有渗透性,聚四氟乙烯涂层可能不完整,因此有些内表面可能未被保护。								

- a) 碳钢及其他类似多孔性材料能留住天然气流中的重组分和诸如二氧化碳和硫化氢之类的杂质,不宜用于取样系统。尽管不锈钢用于取样设备总体上是一种很好的材料,但建议用户在使用前应咨询腐蚀专家。当气流中含有水分时不宜使用不锈钢。但已证实某些不锈钢材料,如 4CrNi1810 和 4CrMo17122 的性能是令人满意的;
- b) 环氧树脂(或酚醛树脂)涂层能够减少或消除对含硫化合物或其他微量组分的吸附。但是对小的接头、阀和其他表面积小的部件进行涂层是不现实的。当待分析物质的浓度在 10⁻⁹ 或

10^{-6} 范围时,这些未被保护的表面引起的气体组分的损失是可检出的(见 7.2);

- c) 聚合物的使用应限制在管道或设备接头的连接件,这些地方很少或不直接与样品接触。尤其是在分析水或含硫化合物时应特别小心。不过,使用由聚酰胺材料做成的短管仍可获得较好的结果。在某些情况下,可在低压下使用软的 PVC 材料。在取样系统中使用任何新的聚合物材料之前,应用适当浓度的标准气进行检验,以证明该聚合物材料不会引起样品组成的改变;
- d) 胶即使在低压下,也不推荐使用橡胶管或橡胶连接物,因为它们具有高的反应活性和渗透性。已知硅橡胶,对许多组分都具有很高的吸附性和渗透性。

6.2 双金属腐蚀

在取样系统中使用互相接触的不同金属,可能加快腐蚀,并导致取样误差或安全问题。

7 取样设备的准备

7.1 表面处理

某些材料表现出来的吸附效应可以用表面处理技术加以改进。洁净、无油脂的表面吸附性较小,粗糙的表面则为气体提供了吸附和聚集的晶核。

现在可用抛光技术使吸附效应降低到最小程度,而且还能减少使取样装置达到平衡所需要的时间。还可以用其他工艺来减小吸附效应。有些材料可电镀某种惰性材料如镍来减少吸附效应。利用专利技术对铝进行钝化处理,也能够减少吸附。

7.2 取样系统的清洁

取样和传输导管中与气体接触的所有部分均应无脂、无油、无霉或其他任何污染性物质。除非这些样品容器是特别钝化的气瓶,样品容器在每次采集样品前都应清洗和吹扫。用来采集含很活泼组分的样品,应采用合适的挥发性溶剂清洗,然后干燥,以避免吸附现象特别是由含硫化合物和重烃引起的吸附现象的发生(见附录 C)。像丙酮之类干燥后没有残留的溶剂,尽管在有些情况下存在易燃或有毒性,但一般还是可以用来清除最后残存的重尾污染物。只有在蒸汽本身洁净,不含缓蚀剂、锅炉水处理剂或其他可能污染样品容器的物质时,才使用蒸汽除污。

有沉积物的气瓶,清洗时应特别注意。

如果需要分析含硫组分,则不能用蒸汽来清洁不锈钢瓶,因为此时含硫物质易于被气瓶吸附,分析出来的结果会显著地低于预期的硫含量水平。为此,欲分析其硫含量的样品要求采集到有特殊衬里的气瓶或钝化的气瓶内。很重要的一点是要注意应对样品容器及其附属配件的全部润湿表面进行涂层。如果只对容器本身,而不对阀、接头、卸压装置等涂层,则不能获得满意的保护效果。在某些情况下,如含有硫化氢的气体建议用聚四氟乙烯涂层。

7.3 取样设备的稳定处理

先用样品气吹扫,直至顺序采得的气样的分析浓度趋于一致。在用样品气吹扫之前,先将取样设备抽空能够减少稳定时间。多次抽空和吹扫有利于缩短稳定时间和达到平衡。最后可通过分析已知标准气来确定是否达到平衡和取样设备是否稳定。

7.4 预充气

可用气体来干燥或吹扫已除尽沉积物和重污染物的气瓶,这些气体有氮气、氦气、氩气和仪器用干空气。为了避免干扰,干燥气或吹扫气应不含待测组分。许多实验室在样品容器中都充有空白气,如氮、氦气、氩气或其他气体以防止被空气污染。应谨慎地选择用于预充或回压的空白气,以避免在样品

容器发生泄漏或样品被污染时,分析系统将这些气体作为被测样品的一部分。例如,用氮作载气的色谱仪不会检测到单腔气瓶内残留的预充的氮,也不会检测到从移动活塞气瓶的活塞中泄漏的氮。

8 取样设备

8.1 取样探头

设计取样探头时应考虑到输气管道内高速气流可能造成的探头共振。当管道内气流无液体夹带,并且流动条件远远高于气体的露点时,可以使用任何类型的取样探头取样。然而,当管道的操作温度等于气流的露点或在其附近时,则要求特殊设计的探头以克服凝析及气流中夹带小液滴等问题。取样探头包括直管探头、减压调节探头等:

- a) 最常见的取样探头是直管探头,如图 3 所示。其末端可以是平的,也可是切角的;
- b) 天然气工业中通常使用的另一种类型的探头是减压调节探头。这些探头通常用于连续分析仪系统,并设计成在减压条件下将气体输送到分析系统。隔膜和控制弹簧固定于管道外壁,其内部的连杆与发生压力降的点相连,这一点就是伸入气流内的探头的下端。该下端通常装有翼片,以便当温度因气体膨胀而降低时能从气流的热质中得到补偿。减压调节探头如图 4 所示;
- c) 取样探头应直接定位在气流当中以消除尘雾干扰问题。推荐探头位置在阻流元件的下游至少 20 倍管径处,阻流元件包括弯管、集管、阀和 T 型管等。探头的位置应在水平管的上部,取样探头应插到管直径 $1/3$ 处,以便从管中心取样。探头外部应配有适当的阀,以便可将取样导管从气源管道上卸下。探头可以是固定的,或者是可拆卸的,这取决于其位置和操作条件。

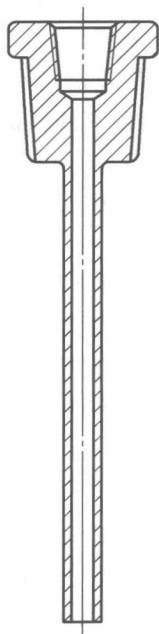


图 3 直管探头