



CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

# KHÍ THIÊN NHIÊN

- PHƯƠNG PHÁP LẤY MẪU THỬ
- PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG  
HYĐRÔ CACBON BẰNG MÁY SẮC KHÍ

TCVN 3755 — 83 ; TCVN 3757 — 83

*Cơ quan biên soạn:*

Viện dầu khí Việt nam  
Tổng cục dầu khí Việt nam

*Cơ quan đề nghị ban hành:*

Tổng cục dầu khí Việt nam

*Cơ quan trình duyệt:*

Cục Tiêu chuẩn – Đo lường – Chất lượng nhà nước  
Ủy ban Khoa học và Kỹ thuật nhà nước

*Cơ quan xét duyệt và ban hành:*

Ủy ban Khoa học và Kỹ thuật nhà nước

Quyết định ban hành số: 73/QĐ Ngày 30 tháng 3 năm 1983

<b>KHÍ THIÊN NHIÊN</b>		<b>TCVN</b>
<b>Phương pháp lấy mẫu thử</b>		<b>3755-83</b>
Природный газ Метод отбора проб	Natural gas Sampling methods	<b>Cơ hiệu lực</b> <b>từ 1-1-1984</b>

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp lấy mẫu thử khí thiên nhiên từ các giếng khoan trong các bình tách, ở các đường ống vận chuyển hay các bể chứa hoặc khí tự phun trên mặt đất.

## 1. DỤNG CỤ LẤY MẪU THỬ

### 1.1. Bình đựng mẫu thử

Bình đựng mẫu thử phải kín, dễ nạp mẫu thử và dễ vận chuyển đến nơi phân tích. Bình đựng mẫu phải thích hợp với các kiểu phân tích và được chế tạo từ những vật liệu không tác dụng với mẫu thử (thép, hợp kim hay thủy tinh).

### 1.2. Ống nối

Ống nối dùng để đưa mẫu từ nguồn chứa đến bình đựng mẫu. ống được chế tạo bằng thép không gỉ, bằng đồng, đường kính trong 3 hoặc 6mm có vùng răng và ốc răng ở hai đầu. Chiều dài của ống nối không cố định, song trong trường hợp mẫu thử chứa khí ngưng thì ống nối từ nguồn khí đến bình chứa phải thật ngắn.

Trong trường hợp mẫu không chứa lưu huỳnh hoặc hợp chất của lưu huỳnh, có thể sử dụng ống nối bằng cao su chịu áp lực hoặc ống bằng chất dẻo màu.

Trường hợp mẫu khí được đưa thẳng từ nguồn khí đến máy phân tích, ống nối cần có chiều dài càng ngắn càng tốt, đường kính nhỏ. Có thể dùng các ống thủy tinh thạch anh, sứ hay nhôm.

### 1.3. Tác nhân đẩy

Tác nhân đẩy dùng để đẩy mẫu khí từ bình chứa đến dụng cụ phân tích khi áp suất bình chứa không đủ để tự đưa mẫu vào dụng cụ phân tích. Tác nhân đẩy không tác dụng với mẫu và bình chứa. Thủy ngân, nước muối đã axit hóa hoặc nước tinh khiết thường được sử dụng làm tác nhân đẩy.

#### 1.4. Thiết bị tạo áp suất phụ.

Thiết bị tạo áp suất phụ được sử dụng ở những nơi khí thiên nhiên không đủ áp suất để tự đẩy lên làm đầy các bình chứa gồm:

Quả bóp tròn bằng cao su có hai van; một van xả và một van nối với đầu áp suất đẩy;

Bơm tay van đôi;

Trường hợp lấy mẫu bằng cách hút chân không trước bình lấy mẫu, phải sử dụng máy hút chân không.

#### 1.5. Các thiết bị gia nhiệt

Các thiết bị gia nhiệt được sử dụng để tránh sự ngưng tụ các thành phần nặng do sự giãn nở hoặc do sự làm lạnh bình mẫu trong quá trình nạp mẫu đầy bình. Ở trường hợp này, cần làm nóng (chai) bình lấy mẫu trước lúc thao tác cao hơn nhiệt độ tại nơi lấy mẫu  $10^{\circ}\text{C}$ . Dụng cụ, thiết bị gia nhiệt thường dùng là các lò điện; đai đốt nóng bằng điện chống nổ và được điều chỉnh bằng biến thế.

1.6. Áp kế có gắn đồng hồ đo áp suất tối đa tới  $300 \div 350\text{at}$ , có van điều chỉnh lưu lượng dòng khí.

1.7. Chậu đựng nước (dùng để thử độ kín của bình chứa mẫu sau khi đã nạp đầy mẫu).

1.8. Các dụng cụ tháo lắp: Kim; clê, mỏ lết dùng tháo lắp các bộ phận, áp kế và van khí.

1.9. Khăn lau khô và sạch

1.10. Hòm đựng bình chứa mẫu

Hòm phải có từng ngăn riêng để bảo quản bình chứa mẫu có gắn liền với áp kế. Hòm phải có đệm lót bảo đảm êm và tránh cho bình chứa mẫu khỏi va chạm khi vận chuyển.

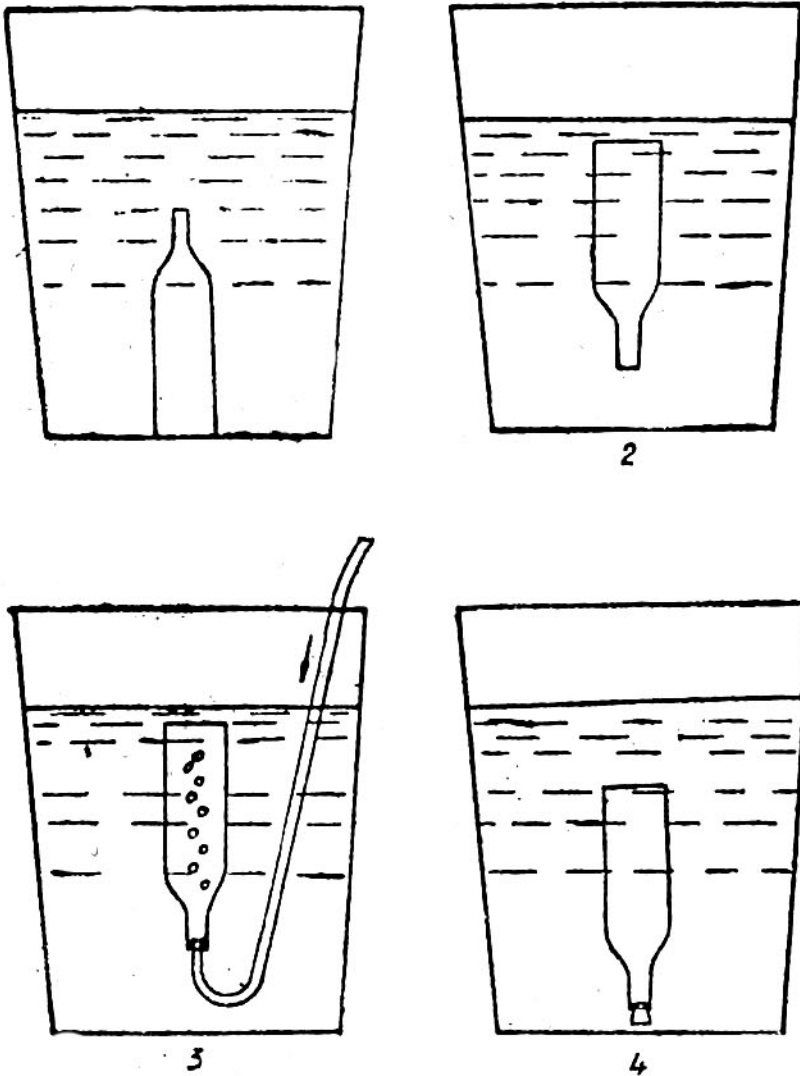
Đối với các loại bình chứa mẫu có dung tích lớn, nên bảo quản mỗi bình bằng một hòm riêng để tiện cho việc bảo quản và vận chuyển.

## 2. CÁC PHƯƠNG PHÁP LẤY MẪU

2.1. Lấy mẫu khí thiên nhiên có chứa các hydro cacbon nhẹ và các khí trơ argon và nitơ

## 2.1.1. Lấy mẫu vào các bình chịu được áp suất thấp.

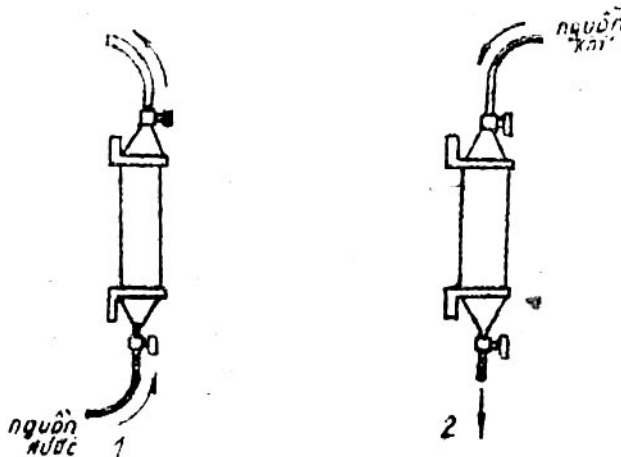
Trường hợp dùng chai (lọ) thủy tinh để chứa mẫu phải dùng vòng cao su chân không loại nhỏ đường kính trong 3mm hay ống nhựa mềm để đưa mẫu vào chai. Mẫu khí di chuyển trong ống phải được duy trì tránh không được lẫn không khí ở ngoài vào. Chai được chìm vào chậu nước ở vị trí thẳng đứng để đẩy hết không khí ở chai ra. Sau đó lật ngược chai lại để miệng chai hướng về phía đáy chậu nước (hình 1.1 và 1.2.). Sau đó mở từ từ mẫu khí ở nguồn khí vào ống dẫn khí với tốc độ  $10 \div 15$  giọt trong 3 đến 5 giây. Để như vậy khoảng  $2 \div 3$  phút để đuổi hết



Hình 1

không khí trong ống dẫn ra ngoài; cho ống cao su vào miệng chai. Mẫu khí sẽ đẩy từ từ nước trong chai ra, đến khi thấy trong chai còn khoảng 5 cm nước (theo chiều cao của chai lập tức rút ống dẫn mẫu ra (hình 1.3). Đóng chai lại bằng nút cao su (hình 1.4) chằng chặt lại hoặc tráng miệng chai bằng parafin rắn: Bảo quản và vận chuyển chai chứa mẫu ở tư thế dốc miệng xuống phía dưới. Số nước còn lại trong chai có tác dụng làm lớp đệm ngăn cách mẫu với lớp không khí bên ngoài.

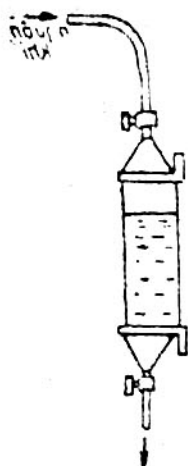
2.1.2. Khi sử dụng bình thủy tinh hay kim loại có khóa ở hai đầu, cũng sử dụng ống cao su chân không hoặc ống nhựa mềm để dẫn mẫu vào bình. Bình lấy mẫu được đặt thẳng đứng và được bơm đầy nước qua van dưới vào bình cho đến khi nước tràn qua van trên đầy hết không khí ra ngoài. Đóng chặt cả hai van lại. Nối ống dẫn khí, sau khi đã đuổi hết không khí bên trong bằng khí cần phân tích như điều 2.1.1. vào van trên của bình, khi được nhỏ từ từ, đồng thời mở van trên và van dưới của bình, nước trong bình được chảy vào thùng hứng hoặc xuống đất (hình 2.1. và hình 2.2.) sau khi nước đã chảy ra hết. Đóng van dưới lại sau đó đóng van trên. Khóa nguồn khí lại và rút ống dẫn ra.



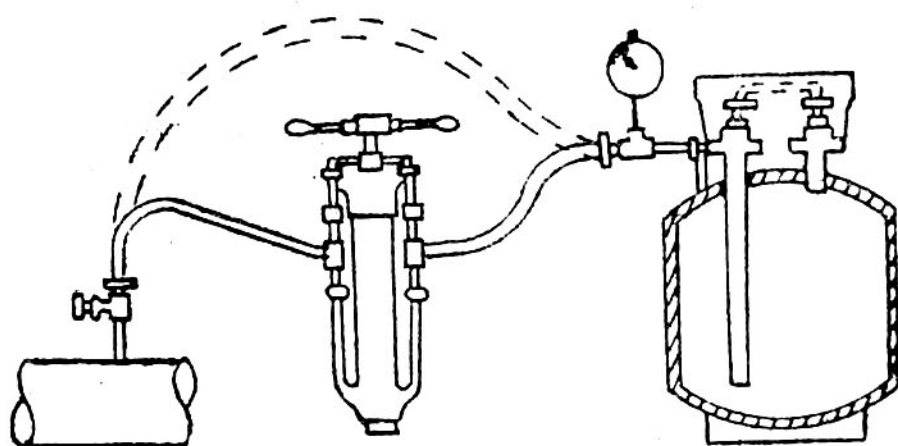
Hình 2

2.1.3. Dùng không khí thay nước để lấy mẫu khí. Bình chứa mẫu được đặt theo phương thẳng đứng. Nối ống dẫn khí vào van trên (hình 3). Mở van trên, sau đó mở van dưới, cho mẫu khí đi vào bình thật nhanh để đầy hết, không khí trong bình ra, tiếp

tục bơm mẫu khí vào bình liên tục từ 3 ÷ 5 phút thì khóa van dưới rồi sau đó khóa van trên. (Để đủ nạp mẫu theo phương pháp này, lượng mẫu khí đưa vào bình chứa phải lớn, ít nhất là gấp 10 lần thể tích của bình).



Hình 3



Hình 4

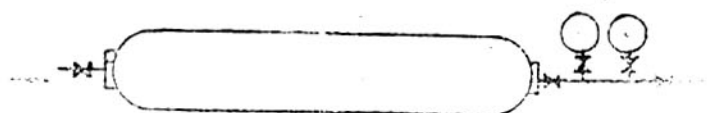
2.2. Lấy mẫu khí với khối lượng lớn trong các bình chứa chịu được áp suất cao.

2.2.1. Lấy mẫu theo phương pháp thời quyết.

Chứa sẵn trong bình lấy mẫu không khí hay một loại khí khác ở áp suất khí quyển, 2 van của bình đều đóng. Ống dẫn khí thường được chế tạo bằng đồng, thép không gỉ hoặc nhựa chịu được áp suất cao. Nối đầu cuối của ống dẫn mẫu vào đầu bình chứa như trong hình 4. Nếu nguồn khí cần lấy mẫu có áp suất thấp không đủ để tự làm đầy bình chứa, phải sử dụng bơm tay hoặc bơm áp suất hỗ trợ (hình 4). Mở cả hai van của bình chứa hết cỡ, rồi mở hết cỡ van xả, đóng van ra của bình chứa lại để áp suất trong bình bằng áp suất của nguồn khí. Sau đó mở van xả khí trong bình chứa ra một lúc tới khi áp suất trong bình chứa xấp xỉ áp suất khí quyển, đóng van xả lại. Lặp lại thao tác trên liên tục từ 8 đến 10 lần. Nạp đầy bình chứa đến áp suất cần thiết. Đóng van xả lại, sau đó đóng chặt van vào. Đánh dấu và buộc phiếu ghi nhận vào.

### 2.2.2. Lấy mẫu vào bình đã hút chân không.

Phương pháp được sử dụng nếu tại nơi lấy mẫu có máy hút chân không. Cần tiến hành hút chân không cho bình chứa mẫu. Trước khi chuyển chúng đến nguồn mẫu. Trước khi thao tác phải kiểm tra độ chân không bằng đồng hồ đo chân không. Mức độ chân không tối thiểu cho phép là 750 mm thủy ngân. Đặt bình nằm ngang và lắp theo hình 5. Sau khi đã kiểm tra độ chân không trong bình, nếu đạt yêu cầu, khóa đồng hồ chân không rồi tiến hành nạp mẫu vào đầu kia của bình với tốc độ dòng khí thật nhỏ, đến khi áp suất trong bình bằng áp suất của nguồn mẫu. Khóa các khóa lại, lấy bình ra.



Hình 5

2.2.3. Nạp mẫu bằng cách thay thế thủy ngân, phương pháp này chỉ dùng khi bình lấy mẫu chế tạo bằng thép không gỉ. Đặt bình thẳng đứng, việc thay thế được tiến hành bằng cách cho khí đi vào qua van trên, thủy ngân được đẩy ra ở van dưới và được hứng trong bình có thể đọc được thể tích thủy ngân chảy ra. Thao tác thực hiện giống quy định ở điều 2.1.2. Khi còn khoảng 5 % thủy ngân trong bình, ngừng nạp mẫu. Đóng van dưới lại, sau đó đóng tiếp van trên, cũng giống các phương pháp lấy mẫu khác, sau khi nạp đầy mẫu đều phải kiểm tra áp suất của bình bằng một đồng hồ đo áp suất cố định lắp ở van dưới của bình.

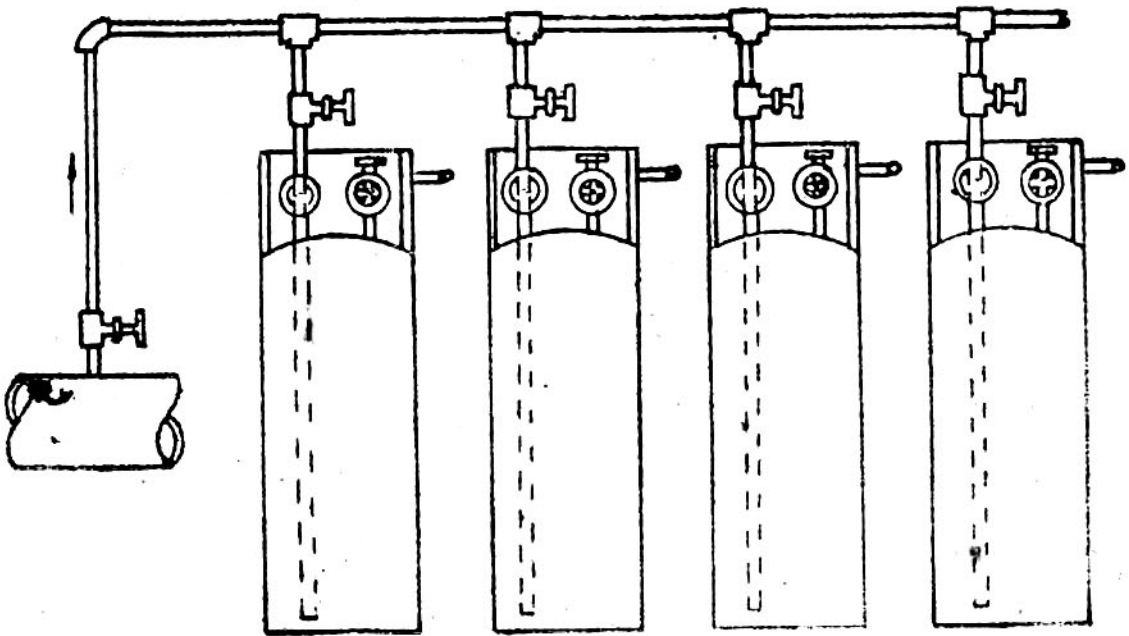
### 2.2.4. Nạp mẫu khí với một lượng lớn vào nhiều bình cùng lúc.

Khi cần thiết có một lượng mẫu lớn để thực hiện các phép phân tích chi tiết khác nhau. Lúc đó mẫu cần phải lấy đồng thời vào nhiều bình theo hệ thống như trong hình 6. Hệ thống này bảo đảm mẫu khí được lấy vào các bình có thành phần cấu tạo đồng nhất nếu điều kiện áp suất và nhiệt độ trong các bình như nhau. Thao tác được tiến hành như quy định trong điều 2.2.1. của tiêu chuẩn này.



2.3. Lấy mẫu khí thiên nhiên có chứa khí hidro sunfua ( $H_2S$ ), hợp chất của lưu huỳnh và các chất nhiễm bẩn lưu huỳnh khác.

Mẫu khí thiên nhiên có chứa hydro sunfua ( $H_2S$ ) và các hợp chất của lưu huỳnh cũng như các chất nhiễm bẩn lưu huỳnh khác được lấy vào bình chứa mẫu rồi chuyển đến các phòng thí nghiệm như các khí thiên nhiên khác hoặc được đưa thẳng từ nguồn mẫu tới thiết bị phân tích.



Hình 6

### 2.3.1. Chuyển thẳng mẫu đến các thiết bị phân tích.

Trong trường hợp này chỉ được dùng các ống nhỏ bằng nhôm hoặc thủy tinh. Các ống này có thể nối với nhau bằng các ống nối cao su, song phải làm cho chỗ các đầu ống tiếp xúc thật khít với nhau để vỏ bọc cao su không tiếp xúc với dòng khí mẫu.

### 2.3.2. Lấy mẫu khí vào bình chứa.

Dùng các bình khô bằng thủy tinh hay các bình chế tạo bằng các chất khác không tác dụng với lưu huỳnh cũng như các hợp chất của lưu huỳnh. Tác nhân thay thế là không khí. Ống dẫn mẫu khí được dùng là ống nhôm hoặc thủy tinh hay ống bằng chất dẻo. Nếu lấy mẫu vào chai thủy tinh, phải đưa đầu của ống

dẫn mẫu vào sát đáy chai, mẫu được bơm nhanh qua ống dẫn vào chai trong khoảng thời gian 10 phút nhằm đảm bảo đuổi hết không khí trong bình. Trường hợp mẫu khí nhẹ hơn không khí phải lật úp bình xuống. Còn nếu mẫu khí nặng hơn không khí, khi nạp mẫu có thể để chai thẳng đứng.

Trường hợp nạp mẫu vào bình có khóa ở hai đầu. Thao tác giống quy định trong điều 2.1.3. của tiêu chuẩn này. Mẫu khí có chứa lưu huỳnh hay hợp chất của lưu huỳnh được đẩy từ bình đến thiết bị phân tích bằng nước muối bão hòa đã axit hóa, nhưng càng cho nước ít tiếp xúc với mẫu khí bao nhiêu càng tốt bấy nhiêu.

#### 2.4. Lấy mẫu khí thiên nhiên có chứa khí cacbonic ( $\text{CO}_2$ )

Khí thiên nhiên có chứa đến 0,5 % cacbonic phải được lấy vào bình khô và thực hiện như quy định trong các điều 2.1.3, 2.2.1; 2.2.2; và 2.2.3 của tiêu chuẩn này bằng phương pháp khô.

Để đẩy mẫu từ bình chứa mẫu vào thiết bị phân tích, trường hợp nạp mẫu trong bình chứa ít áp suất không thể tự đẩy có thể dùng thủy ngân làm tác nhân đẩy. Nếu việc phân tích mẫu để xác định khí Cacbonic không đòi hỏi độ chính xác cao, có thể sử dụng muối bão hòa đã axit hóa.

#### 2.5. Lấy mẫu khí thiên nhiên có chứa xăng và khí ngưng

2.5.1. Lấy mẫu khí thiên nhiên có chứa xăng và khí ngưng để tiến hành xác định hàm lượng xăng tại nơi lấy mẫu. Sử dụng phương pháp hấp phụ xăng trong khí từ một lượng đã biết trước trên than gỗ. Sau đó than gỗ chứa xăng được mang về phòng thí nghiệm để chưng cất. Lượng xăng trong khí thiên nhiên hay dao động, vậy phải làm nhiều lần xác định để lấy kết quả trung bình.

*Chú ý* Tiến hành các thao tác phải thận trọng để tránh hiện tượng ngưng đọng của thể lỏng trong đường ống dẫn mẫu.

2.5.2. Lấy mẫu khí thiên nhiên có chứa xăng và khí ngưng vào các bình khô. Thao tác như quy định trong các điều 2.1.3; 2.2.1; 2.2.2 và 2.2.3. Chú ý giữ nguyên nhiệt độ của mẫu khí không thay đổi trong suốt quá trình nạp mẫu. Khi lấy mẫu ra khỏi bình chứa phải tiến hành theo phương pháp khô và bình chứa mẫu sau khi nạp hoặc khí phân tích phải được giữ ở nhiệt độ bằng hay cao hơn nhiệt độ của bình khi nạp mẫu.

### 3. PHIẾU LẤY MẪU

3.1. Để nhận biết và đánh giá chính xác các mẫu khí thiên nhiên, tất cả các bình chứa mẫu đều phải kèm theo một phiếu lấy mẫu. Trên phiếu phải có các mục sau:

Vị trí lấy mẫu;

Địa điểm lấy mẫu;

Kiểu và số thứ tự của bình chứa mẫu;

Phương pháp lấy mẫu

Nhiệt độ bình chứa mẫu khi lấy mẫu

Áp suất bình chứa mẫu sau khi lấy mẫu;

Loại mẫu;

Thời gian lấy mẫu;

Người lấy mẫu

Ghi chú;

Nhận xét.

3.2. Phiếu được ghi thành ba bản. Một gửi cho phòng thí nghiệm, một kèm theo bình mẫu, một lưu tại cơ sở lấy mẫu.

3.3. Phiếu phải viết bằng mực không nhòe, và phải bọc trong túi polyetylen.

---