ICS 75.080

TE 65

DB21

辽 宁 省 地 方 标 准

DB 21/ TXXXX—XXXX

石油化工产品检测分样技术规范

Technical specification for sampling of petrochemical product test sample

（征求意见稿）

（本稿完成日期：2022 年 11 月 28 日）

2022－XX－XX 发布　　2022－XX－XX 实施

辽宁省市场监督管理局　　发 布

前　　言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则　第1部分:标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由辽宁省市场监督管理局提出并归口。

本文件起草单位：辽宁省检验检测认证中心、辽宁省产品质量监督检验院、国家石油产品质量检验检测中心（沈阳）、辽宁省工业润滑油液监测工程实验室、北京易兴元石化科技有限公司。

本文件主要起草人： 王硕、段卫宇、鲁冰、姚美奇、赵倩、徐悦、纪博睿、杜彪、王桂萱、张斌、李响、吴丹。

本文件为首次发布。

石油化工产品检测分样技术规范

警示——本文件的使用可能涉及到某些有危险的材料、操作及设备，但并未对所有的安全问题都提出建议。因此，用户在使用本文件前应建立适当的安全防护措施，并确定相关规章限制的适用性。

1 范围

本文件规定了用于检测的石油化工产品分样的技术要求。本文件适用于液体、固体和半固体石油化工产品的检测分样。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 4756 石油液体手工取样法

NB/SH/T 0164 石油及相关产品包装、储运及交货验收规则

SH/T 0229 固体和半固体石油产品取样法

SN/T3509 实验室样品管理指南

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

样品 sample

实验室用于检验的，取自某一整体的一个或多个部分，旨提供该整体的相关信息，通常作为判断该整体的基础。

3.2

分样 reduced sample

在不改变样品性质的前提下，通过减少样品量而得到的供实验室测试分析使用的样品。

4 通用要求

4.1 分样人员

进行样品分样工作的人员应经过培训，熟悉样品的性质，掌握分样方法，可独立开展工作。

4.2 分样设备

分样设备应不造成对样品性质和组成的改变，使用前，应彻底清洗干净，干燥。

4.3 分装容器

分样容器应干净干燥、无杂物，容器重复使用前，应彻底清洗干净，完全干燥后盖住容器口备用。分样容器的材质应不破坏样品或改变样品的组成。对石油化工产品来说，较为合适的材料是不锈钢和玻璃。如使用玻璃仪器作为分样容器，要注意避免破碎。

4.4 分样环境

应在清洁、干燥、安全的环境中分样，根据样品性质做好环境条件的控制，光敏样品应装入不透光容器并避光保存，温敏样品应储存于规定温度之下，易氧化的样品应隔绝空气。分样人员应做好清洁和安全防护工作，分样工具在使用前应预先清洗和干燥。

4.5 分样标识

分装好的样品需贴上分样的样品标签，标签应包括以下内容：

a) 样品名称；
b) 样品编号；
c) 分样日期；
d) 分样量和编号；
e) 分样人员姓名。

4.6 分样储存条件

4.6.1 应设置单独的样品室保存样品，并配置合适的设备满足符合样品储存要求的温度、湿度、光照等环境条件。管理人员宜连续记录样品存放条件。

4.6.2 应对不同类别的样品进行区域划分，避免样品交叉污染。

4.6.3 应对相近类别的样品加以警示标识，避免混淆。

4.6.4 样品存放时采用合适的方式加以封存并做好标识，避免样品丢失、污染。

4.6.5 分样样品上应做好唯一性标识。样品应密封保存，如果贴有标签的容器没有被安全密封，应将容器放入可封口的塑料袋内安全密封。

5 安全要求

5.1 应在符合安全要求的房间内开展分样工作，应设有消防安全措施，必要时加装气体泄漏警示系统。

5.2 按照环保部门相关规定对检验后的废液进行处理，避免造成污染。

6 分样方法

6.1 根据测试参数的标准要求和试样特性，参考GB/T 4756、SH/T 0229或相关要求建立分样方法。

6.2 分样量取决于拟开展的检测项目的方法要求，分装出的样品量应至少为试验需用量的2倍。

6.3 检验检测机构应根据分析参数的方法标准要求建立适宜的检测分样方法，所建立的分样方法有效性应由省级以上的检验检测机构评估，为保证测试结果有效性，建议每年评估一次。

7 分样方法的质量评估

7.1 石油化工产品应根据自身性质特点选用适宜的分样方法，应保证分样样品具有代表性。

7.2 按照建立的分样方法，单因子方差分析进行测试，如果F＜临界值F_a（f_1，f_2），表明样品是均匀的，分样方法符合要求（附录A　A.2）。

7.3 由t检验法评估分样方法间的精度和偏差，在5%显著性水平时，如果被评价方法与比较方法获得的测试值没有差异，可认为这两个方法无偏差（附录A　A.3）。

8 分样的处置要求

8.1 分样应根据法律法规、标准规范和客户的要求规定保存期限。
8.2 制备的分样过期处置应符合要求，并留存记录。
8.3 分样应按照要求分类处置，处置过程应考虑到环境、安全和对人类健康等的影响。

9 分样记录要求

9.1 分样应留存记录，与检验检测报告一起存档保存。
9.2 在没有其他规定的情况下，分样记录应至少保存6年。

附 录 A
（规范性）
检测分样的均匀度和分样方法偏差验证方法

A.1 适用范围

本方法规定了检测分样的样品均匀度和偏差验证方法。

A.2 样品均匀度的验证方法

为验证检测分样的均匀性，抽取 i 个样品(i=1、2、……m)，每个样在重复条件下测试 j 次。其中，每个样品的测试平均值：

$$\overline{x_i} = \sum_{j=1}^{n} x_{ij}/n_i$$

全部样品测试的总平均值：

$$\overline{\overline{x}} = \sum_{i=1}^{m} \overline{x_i}/m$$

测试总次数：

$$N = \sum_{i=1}^{m} n_i$$

样品间平方和：

$$SS_1 = \sum_{i=1}^{m} n_i(\overline{x_i} - \overline{\overline{x}})^2$$

均方

$$MS_1 = \frac{SS_1}{f_1}$$

样品内平方和：

$$SS_2 = \sum_{i=1}^{m} \sum_{j=1}^{n_i} (x_{ij} - \overline{x_i})^2$$

均方

$$MS_2 = \frac{SS_2}{f_2}$$

自由度：

$$f_1 = m - 1$$

$$f_2 = N - m$$

统计量：

$$F = \frac{MS_1}{MS_2}$$

若 F＜自由度为(f_1，f_2）及给定显著性水平 a （通常 a =0.05）的临界值 F_a(f_1，f_2），则表明检测分样和样品间无显著性差异，样品是均匀的。

A.3 分样方法间偏差的验证方法

分别用经过验证的已经建立好的分样方法（方法 A）和拟评估分样方法（方法 B）从同一批次样品中分得检测分样。按方法 A 分得的样品为 A，方法 B 分得的样品为 B。将拟评价的检测参数测试结果记录对比分析。进行两个试验结果的显著性检验，即采用 t 检验评估方法 B 分样得到的测试结果与方法 A 的测试结果的偏差 d_i。

$$d_i = X_{Bi} - X_{Ai} \quad i=1,2,3\cdots,\ k$$

式中：

$X_{Bi}-X_{Ai}$——按照标准方法A和被评估方法B获得的样品A和样品B的第i个测试结果；

d_i——X_{Bi}和X_{Ai}之间的差值；

k——样品A或样品B的测定组数；

k 个差值的平均值：

$$\bar{d} = \frac{1}{k}\sum_{i=1}^{k} d_i$$

方差的无偏差估计值：

$$V_d = \frac{1}{\varphi}\left[\sum_{i=1}^{k} d_i^{\,2} - (\sum_{i=1}^{k} d_i)^2/k\right]$$

t 的测定值，保留至三位小数：

$$t_0 = \frac{\bar{d}}{\sqrt{\frac{Vd}{k}}}$$

当 $|t_0| < t\ (\phi, 0.05)$ 时，$\bar{d}$ 不显著，被评估的分样方法与方法 A 无显著性差异，方法 B 是可行的。

当 $|t_0| \geq t\ (\phi, 0.05)$ 时，$\bar{d}$ 显著，被评估的分样方法与方法 A 有显著性差异，方法 B 需要改进。