

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 10172:2013**

**IEC 62554:2011**

Xuất bản lần 1

**CHUẨN BỊ MẪU ĐỂ ĐO MỨC THỦY NGÂN TRONG  
BÓNG ĐÈN HUỖNH QUANG**

*Sample preparation for measurement of mercury level in fluorescent lamps*



**DỰ ÁN LOẠI BỎ BÓNG ĐÈN SỢI ĐÓT THÔNG QUA  
VIỆC CHUYỂN ĐỔI THỊ TRƯỜNG CHIẾU SÁNG TẠI VIỆT NAM**

**HÀ NỘI – 2013**

**Mục lục**

	<b>Trang</b>
Lời nói đầu .....	4
1 Phạm vi áp dụng .....	5
2 Tài liệu viện dẫn .....	5
3 Thuật ngữ và định nghĩa .....	6
4 Qui định chung .....	6
5 Quy trình thu hồi thủy ngân từ bóng đèn huỳnh quang.....	7
5.1 Quy định chung .....	7
5.2 Thuốc thử .....	7
5.3 Các thiết bị trong phòng thử nghiệm hóa .....	7
5.4 Chuẩn bị mẫu .....	8
5.5 Thủy phân mẫu .....	15
5.6 Lọc .....	15
6 Phép đo .....	16
6.1 Thử nghiệm không có thủy ngân .....	16
6.2 Ghi lại dữ liệu .....	16
6.3 Phân tích .....	16
Phụ lục A (tham khảo) – Phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử hóa hơi điện nhiệt (EVAAS) .....	17
Phụ lục B (tham khảo) – Thông tin về phương pháp chấm điểm lạnh .....	20

**Lời nói đầu**

TCVN 10172:2013 hoàn toàn tương đương với IEC 62554:2011;

TCVN 10172:2013 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC/E11  
*Chiếu sáng* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề  
nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## **Chuẩn bị mẫu để đo mức thủy ngân trong bóng đèn huỳnh quang**

*Sample preparation for measurement of mercury level in fluorescent lamps*

### **1 Phạm vi áp dụng**

Tiêu chuẩn này quy định các phương pháp chuẩn bị mẫu để xác định mức thủy ngân trong bóng đèn huỳnh quang dạng ống chưa qua sử dụng (bao gồm bóng đèn huỳnh quang một đầu, hai đầu, ba lát lắp liền và bóng đèn huỳnh quang ca tốt ngụy dùng cho chiếu sáng phòng) có chứa 0,1 mg thủy ngân hoặc nhiều hơn. Độ phân giải dự kiến của các phương pháp mô tả trong tiêu chuẩn này là 5 %.

Tiêu chuẩn này không đề cập đến phép đo mức thủy ngân của bóng đèn đã qua sử dụng, vì trong quá trình bóng đèn làm việc, thủy ngân đã bị khuếch tán dần vào thành ống thủy tinh và phản ứng với vật liệu thủy tinh. Phương pháp thử nghiệm của tiêu chuẩn này không thu hồi lại thủy ngân đã khuếch tán vào hoặc phản ứng với hoặc kết hợp không thuận nghịch với thành thủy tinh của ống phóng điện.

Tiêu chuẩn này không đưa ra thông tin về phép đo. Phép đo được qui định trong IEC 62321.

### **2 Tài liệu viện dẫn**

Các tài liệu viện dẫn sau là cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi.

TCVN 4851:1989 (ISO 3696:1987), *Nước dùng để đích phân tích trong phòng thử nghiệm*

TCVN ISO/IEC 17025:2007 (ISO/IEC 17025:2005), *Yêu cầu chung về năng lực của phòng thử nghiệm và hiệu chuẩn*

IEC 62321:2008, *Electrotechnical products – Determination of levels of six regulated substances (lead, cadmium, hexavalent chromium, polybrominated biphenyls, polybrominated diphenyl ethers) (Các sản phẩm kỹ thuật điện – Xác định các mức của sáu chất quy định (chì, cadmi, hexa crom, polybrominated biphenyls, polybrominated diphenyl ethers))*

### 3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này, áp dụng các thuật ngữ và định nghĩa sau.

#### 3.1

**Bóng đèn chưa qua sử dụng (new lamp)**

Bóng đèn chưa được cấp điện kể từ khi chế tạo.

#### 3.2

**Bóng đèn huỳnh quang ca tốt nguội để chiếu sáng phong (cold cathode fluorescent lamp (CCFL) for backlighting)**

Bóng đèn huỳnh quang đường kính nhỏ có ca tốt nguội trong bóng đèn, trong đó hầu hết ánh sáng được phát ra bởi kích thích lớp phốt pho phủ trong thành ống phóng điện và được sử dụng để chiếu sáng phong trong LCD.

#### 3.3

**Bóng đèn huỳnh quang điện cực ngoài (EEFL) để chiếu sáng phong (external electrode fluorescent lamp (EEFL) for backlighting)**

Bóng đèn huỳnh quang đường kính nhỏ có ca tốt nguội gắn bên ngoài bóng đèn, trong đó hầu hết ánh sáng được phát ra bởi kích thích lớp phốt pho phủ trong thành ống phóng điện và được sử dụng để chiếu sáng phong trong LCD.

EEFL là một kiểu thuộc CCFL.

### 4 Qui định chung

Thủy ngân trong bóng đèn huỳnh quang tồn tại ở các dạng sau:

- a) hơi trong bóng đèn;
- b) kim loại lỏng;
- c) hợp chất;
- d) hợp kim.

Có nhiều loại giải pháp nạp thủy ngân bao gồm hình dạng và vị trí đặt thiết bị pha chế thủy ngân cũng như thành phần và kết cấu của các thiết bị này. Một số bóng đèn được nạp amalgam thủy ngân hoặc hợp kim thủy ngân rắn, nhưng cũng có nhiều bóng đèn huỳnh quang được nạp thủy ngân lỏng.

Bóng đèn được nạp amalgam thủy ngân thường có (các) thiết bị đóng vai trò là amalgam thủy ngân phụ trợ. Các thiết bị này có hình dạng và vị trí cũng rất khác nhau.

Việc đưa điếm lạnh vào (xem Phụ lục B) làm giảm thiểu sự thất thoát thủy ngân ở thể hơi khi ống phóng điện được mở ra. Khi bóng đèn làm việc, điếm lạnh sẽ ngưng tụ tất cả các thủy ngân trong ống phóng điện, cho phép cơ cấu kiểm soát tốt hơn việc thu hồi thủy ngân.

Quy trình trong Điều 5 dưới đây đưa ra phương pháp thu hồi thủy ngân lỏng, hợp chất thủy ngân, hợp kim và amalgam thủy ngân.

Lượng thủy ngân tổng được xác định bằng cách đo lượng thủy ngân lỏng, hợp chất thủy ngân, hợp kim và amalgam thủy ngân.

Lượng thủy ngân được tính từ hàm lượng thủy ngân đo được, thể tích của dung dịch lọc và hệ số pha loãng.

## **5 Quy trình thu hồi thủy ngân từ bóng đèn huỳnh quang**

### **5.1 Qui định chung**

Đối với bố trí thử nghiệm và các điều kiện môi trường, phải tuân thủ các nội dung liên quan trong TCVN ISO/IEC 17025:2007 (ISO/IEC 17025:2005).

**CẢNH BÁO** – Người sử dụng tiêu chuẩn này cần quen với các thông lệ của phòng thử nghiệm. Tiêu chuẩn này không nhằm đưa ra tất cả các vấn đề về an toàn, nếu có, liên quan đến sử dụng thủy ngân. Người sử dụng phải có trách nhiệm thiết lập các thông lệ an toàn và sức khỏe, để tránh ô nhiễm môi trường và đảm bảo sự phù hợp với các yêu cầu qui định của quốc gia.

### **5.2 Thuốc thử**

Phải sử dụng các thuốc thử sau:

- Nước: loại 1, như qui định trong TCVN 4851 (ISO 3696);
- Tỷ lệ theo khối lượng thủy ngân trong thuốc thử phải thấp hơn  $1 \times 10^{-9}$ ;
- Dung dịch thuốc tím trong nước hàm lượng 5 % (m/v);
- Axit nitric, nồng độ 65 %;
- Axit clohydric, nồng độ 37 %;
- Axit flohydric, nồng độ 40 %.

### **5.3 Các thiết bị trong phòng thử nghiệm hóa**

Trang bị trong phòng thử nghiệm hóa phải được kiểm tra xác nhận là không hấp thụ thủy ngân.

Các thiết bị này phải như sau:

- Vật liệu lọc chân không dùng một lần cùng với bộ lọc mức chặn trung bình;
- Chai nhựa miệng rộng, có nắp vặn ren, dùng một lần: 125 ml, 250 ml, 500 ml, 1 000 ml, 2 000 ml;
- Túi nhựa cứng miệng rộng, dùng một lần, dung tích 500 ml, 1 000 ml;
- Cốc có mỏ, dung tích 50 ml, 100 ml, 125 ml, 250 ml, 500 ml;

## TCVN 10172:2013

- Bình định mức: 50 ml, 100 ml, 250 ml, 500 ml;
- Pipet loại nhỏ;
- Ống định lượng;
- Tấm trải: tấm giấy trải bàn thí nghiệm có lót lớp nhựa.

CHÚ THÍCH: Túi nhựa có thể bằng polyetylen trong hoặc vật liệu tương tự chịu hóa chất và chịu axit có chiều dày danh nghĩa lớn hơn hoặc bằng 0,01 mm. Túi 1 000 ml có kích thước xấp xỉ 200 mm x 300 mm. Đôi khi còn được gọi là túi pha trộn hoặc túi yếm, các túi này có sẵn từ các nhà cung cấp cho phòng thí nghiệm sinh học. Kích cỡ túi có thể điều chỉnh thích hợp với loại sẵn có và phù hợp với kích cỡ bóng đèn cần thử nghiệm.

### 5.4 Chuẩn bị mẫu

Quy trình chuẩn bị mẫu phải là quá trình thao tác liên tục mà không có thời gian dừng quá mức.

#### 5.4.1 Phương pháp tạo điểm lạnh

##### 5.4.1.1 Qui định chung

Tạo điểm lạnh là phương pháp ngưng tụ thủy ngân tự do ở một vị trí cục bộ (xem Phụ lục B).

Cục bộ hóa thủy ngân xuất hiện khi bóng đèn phóng điện áp suất thấp đang “bật” trong các điều kiện làm việc bình thường trong khi một vùng nhỏ (điểm lạnh) của ống phóng điện được duy trì ở nhiệt độ thấp. Trong quá trình tạo điểm lạnh, hai đầu đèn không được bị đen quá mức.

Khi thủy ngân tự do được ngưng tụ hoàn toàn, quang thông của bóng đèn sẽ giảm đáng kể và phóng điện nói chung sẽ chuyển thành màu hồng. Khi đó, quá trình cục bộ hóa thủy ngân tự do (tạo điểm lạnh) kết thúc.

CHÚ THÍCH: Việc thu hồi thủy ngân tại điểm lạnh dưới 0 °C và làm việc với bộ điều khiển bình thường của bóng đèn có thể kéo dài vài ngày.

##### 5.4.1.2 Chuẩn bị mẫu bóng đèn huỳnh quang compact một đầu nhiều nhánh có balát lắp liền có tạo điểm lạnh

Các thao tác cắt ống phóng điện phải được thực hiện ở phía trên chai nhựa miệng rộng, có nắp vặn ren để giảm thiểu rủi ro mất vật liệu.

Bình chứa mẫu phải như sau.

- Sử dụng chai nhựa miệng rộng, có nắp vặn ren, dung tích 250 ml dùng cho điểm lạnh, gọi là bình chứa thứ nhất.
- Sử dụng chai nhựa miệng rộng, có nắp vặn ren, dung tích 125 ml dùng cho các phần đầu của ống phóng điện, gọi là bình chứa thứ hai.

– Sử dụng chai nhựa miệng rộng, có nắp vặn ren, dung tích 500 ml hoặc 1 000 ml dùng cho phần thủy tinh của ống phóng điện, chọn dung tích nào phù hợp hơn với các kích thước của ống phóng điện cần thử nghiệm, gọi là bình chứa thứ ba.

Chuẩn bị mẫu phải được thực hiện theo các bước sau.

- a) Tách ống phóng điện ra khỏi bóng thủy tinh bên ngoài, nếu có.
- b) Làm sạch ống phóng điện bằng khăn hóa học.
- c) Đánh dấu ống phóng điện theo cách không phá hủy để phân đoạn thứ nhất. Đánh dấu điểm 3 cm về cả hai phía của điểm lạnh.
- d) Thu hồi thủy ngân tự do bằng cách tạo điểm lạnh – xem 5.4.1.1 – cho đến khi kiểm tra thấy thiếu thủy ngân.
- e) Lấy bóng đèn khỏi bộ làm lạnh. Giữ bóng đèn ở cùng vị trí giống như trong quá trình tạo điểm lạnh cho đến khi phân đoạn.
- f) Đặt bóng đèn trên bàn cắt được phủ khăn trải bàn – mặt nhựa ở bên trên, hướng về phía bóng đèn.
- g) Rạch và làm vỡ ống phóng điện tại chỗ đánh dấu đầu tiên để ống phóng điện có thể từ từ hút đầy không khí sao cho lớp phủ bột huỳnh quang của ống không bị thổi đi.
- h) Làm vỡ hoàn toàn bóng đèn tại chỗ đánh dấu đầu tiên. Rạch và làm vỡ bóng đèn ở chỗ đánh dấu còn lại xung quanh điểm lạnh. Đặt ngay phần điểm lạnh (6 cm) vào bình chứa thứ nhất. Đóng bình chứa lại. Lắc bình chứa để phần ống phóng điện vỡ vụn. Giữ bình chứa thứ nhất này trong nước đá vụn trong khi chờ thủy phân. Giữ trong 5 min trước khi tiếp tục các hạt lơ lửng lắng xuống. Ngay sau đó, thực hiện thủy phân mẫu theo 5.5.2 với bình chứa thứ nhất.
- i) Tiếp theo, tách rời ống phóng điện khỏi vỏ nhựa và các linh kiện điện tử liên quan, nếu có. Cắt các dây liên kết càng sát miếng bịt thủy tinh càng tốt. Chỉ sử dụng ống phóng điện để đo mức thủy ngân.
- j) Rạch và làm vỡ tất cả các đầu bịt và kiểm tra các chi tiết kim loại. Dùng kim dẹt làm vụn các đầu bịt và để vào bình chứa thứ hai.
- k) Rạch cả hai đầu của ống phóng điện có chứa dây dẫn một đoạn xấp xỉ 7 mm tính từ đầu ống. Rạch trước ống phóng điện để phân đoạn, bước n) dưới đây. Sử dụng số đoạn ít nhất có thể đủ để cho phép các đoạn đặt vừa vào bình chứa thứ ba.
- l) Cắt các đầu ống phóng điện có chứa dây dẫn tại vết rạch sử dụng thanh nóng hoặc sợi dây nóng.
- m) Kiểm tra các phần đầu xem có thủy tinh rỗng hay không rồi dùng kim nhẹ nhàng làm vỡ chúng và để vào bình chứa thứ hai. Cần thận trọng để kim dẹt chạm vào phần chứa bên trong của thủy tinh rỗng. Đặt các phần đầu đã được loại bỏ – kể cả chi tiết kim loại trong chúng – của ống phóng điện vào bình chứa thứ hai và đậy nắp lại.



## TCVN 10172:2013

n) Cắt ống phóng điện sử dụng thanh nóng hoặc sợi dây nóng tại những chỗ rạch trước theo bước k) ở trên.

o) Đặt các phần ống phóng điện vào bình chứa thứ ba.

p) Kiểm tra khăn trải bàn tìm các mảnh vật liệu vụn. Mảnh vật liệu vụn bất kỳ trên khăn trải bàn phải được đặt vào bình chứa thứ ba. Sau đó đậy nắp lại.

q) Lắc bình chứa thứ ba để (các) phần ống phóng điện vụn ra. Giữ trong 5 min để bụi lơ lửng có thể lắng xuống trước khi tiếp tục.

Các mẫu đã sẵn sàng để thủy phân. Ngay sau đó thực hiện bước thủy phân mẫu theo 5.5.

### 5.4.1.3 Chuẩn bị mẫu bóng đèn huỳnh quang ống thẳng có tạo điểm lạnh

Bình chứa mẫu phải như sau.

– Sử dụng chai nhựa miệng rộng, có nắp vặn ren, dung tích 250 ml hoặc 500 ml dùng cho điểm lạnh, gọi là bình chứa thứ nhất.

– Sử dụng chai nhựa miệng rộng, có nắp vặn ren, dung tích 125 ml dùng cho các phần đầu của ống phóng điện, gọi là bình chứa thứ hai.

– Sử dụng chai nhựa miệng rộng, có nắp vặn ren, dung tích 250 ml, 500 ml, 1 000 ml hoặc 2 000 ml dùng cho phần thủy tinh của ống phóng điện, chọn dung tích nào phù hợp hơn với các kích thước của ống phóng điện cần thử nghiệm, gọi là bình chứa thứ ba.

Chuẩn bị mẫu phải được thực hiện theo các bước sau.

a) Tách ống phóng điện ra khỏi phần nắp giữ mảnh vỡ, nếu có.

b) Đánh dấu ống phóng điện theo cách không phá hủy để phân đoạn thứ nhất. Đánh dấu điểm 12 cm tính từ đầu được dán nhãn để cắt nhất cắt đầu tiên; đánh dấu điểm 6 cm về cả hai phía của điểm lạnh.

c) Thu hồi thủy ngân tự do bằng cách tạo điểm lạnh – xem 5.4.1.1 – cho đến khi kiểm tra thấy thiếu thủy ngân.

d) Lấy bóng đèn khỏi bộ làm lạnh. Giữ bóng đèn ở vị trí nằm ngang cho đến khi phân đoạn.

e) Đặt bóng đèn trên bàn cắt được phủ khăn trải bàn – mặt nhựa ở bên trên, hướng về phía bóng đèn.

f) Rạch và làm vỡ ống phóng điện tại chỗ đánh dấu đầu tiên để ống phóng điện có thể từ từ hút đầy không khí sao cho lớp phủ bột huỳnh quang của ống không bị thổi đi.

g) Rạch và làm vỡ bóng đèn ở hai chỗ đánh dấu còn lại. Đặt ngay phần điểm lạnh (12 cm) vào bình chứa thứ nhất. Đậy nắp bình chứa lại. Lắc bình chứa để phần ống phóng điện vỡ vụn. Giữ bình chứa thứ nhất trong nước đá vụn trong khi chờ thủy phân. Giữ trong 5 min trước khi tiếp tục để các hạt lơ lửng lắng xuống. Ngay sau đó, thực hiện thủy phân mẫu theo 5.5.2.

h) Tiếp theo, tách rời ống phóng điện khỏi vỏ nhựa và các chi tiết kim loại. Cắt các dây liên kết còng sát miếng bịt thủy tinh càng tốt. Chỉ sử dụng ống phóng điện để đo mức thủy ngân.

i) Rạch cả hai đầu của ống phóng điện có chứa dây dẫn xấp xỉ 7 mm tính từ đầu ống. Rạch trước ống phóng điện để phân đoạn. Sử dụng số đoạn ít nhất có thể đủ để cho phép các đoạn đặt vừa vào bình chứa thứ ba.

j) Cắt các đầu ống phóng điện tại vết rạch sử dụng thanh nóng hoặc sợi dây nóng. Rạch và làm vỡ tất cả các đầu bịt và kiểm tra các chi tiết kim loại. Dùng kim dẹt làm vụn các đầu bịt và để vào bình chứa thứ hai. Kiểm tra các phần đầu xem có thủy tinh rỗng hay không rồi dùng kim dẹt nhẹ nhàng làm vỡ chúng và để vào bình chứa thứ hai. Cần thận trọng để kim dẹt chạm vào phần chứa bên trong của thủy tinh rỗng. Đặt các phần đầu này – kể cả chi tiết kim loại trong chúng – của ống phóng điện vào bình chứa thứ hai và đậy nắp lại.

k) Cắt ống phóng điện sử dụng thanh nóng hoặc sợi dây nóng tại những chỗ rạch trước theo bước i) ở trên.

l) Đặt các phần ống phóng điện vào bình chứa thứ ba.

m) Kiểm tra khăn trải bàn tìm các mảnh vật liệu vụn. Mảnh vật liệu vụn bất kỳ trên khăn trải bàn phải được đặt vào bình chứa thứ ba. Sau đó đậy nắp lại.

n) Lắc bình chứa thứ ba để các phần của ống phóng điện vụn ra. Giữ trong 5 min để bụi lơ lửng có thể lắng xuống trước khi mở bình.

Các mẫu đã sẵn sàng để thủy phân. Ngay sau đó thực hiện bước thủy phân mẫu theo 5.5.

#### **5.4.2 Chuẩn bị mẫu bóng đèn huỳnh quang bằng phương pháp không dùng điểm lạnh (phân đoạn)**

Bình chứa mẫu phải như sau.

- Sử dụng chai nhựa miệng rộng, có nắp vặn ren, dung tích 500 ml hoặc 1 000 ml dùng cho phần thủy tinh của ống phóng điện, chọn dung tích nào phù hợp hơn với các kích thước của ống phóng điện cần thử nghiệm, gọi là bình chứa thứ nhất.

- Sử dụng chai nhựa miệng rộng, có nắp vặn ren, dung tích 125 ml dùng cho các phần đầu của ống phóng điện, gọi là bình chứa thứ hai.

Chuẩn bị mẫu phải được thực hiện theo các bước sau.

a) Tách ống phóng điện ra khỏi bóng thủy tinh bên ngoài, nếu có.

b) Tách rời ống phóng điện khỏi vỏ nhựa và các chi tiết kim loại. Cắt các dây liên kết còng sát miếng bịt thủy tinh càng tốt. Chỉ sử dụng ống phóng điện để đo mức thủy ngân.

c) Làm sạch ống phóng điện bằng khăn hóa học.

d) Đặt bóng đèn trên bàn cất được phủ khăn trải bàn – mặt nhựa ở bên trên, hướng về phía bóng đèn.

## TCVN 10172:2013

e) Rạch cả hai đầu của ống phóng điện có chứa dây dẫn xấp xỉ 7 mm tính từ đầu ống. Rạch trước ống phóng điện để phân đoạn. Sử dụng số đoạn ít nhất có thể đủ để cho phép các đoạn đặt vừa vào bình chứa thứ nhất.

f) Chọn đầu bịt nào không chứa kim loại. Rạch và làm vỡ đầu bịt để ống phóng điện có thể từ từ hút đầy không khí sao cho lớp phủ bột huỳnh quang của ống không bị thổi đi. Dùng kim dẹt làm vụn các đầu bịt và để vào bình chứa thứ hai.

g) Rạch và làm vỡ tất cả các đầu bịt và kiểm tra xem có các chi tiết kim loại hay không. Làm vỡ các đầu bịt bằng kim và để vào bình chứa thứ hai.

h) Cắt các đầu ống phóng điện có chứa dây dẫn tại vết rạch sử dụng thanh nóng hoặc sợi dây nóng.

i) Kiểm tra các phần đầu xem có thủy tinh rỗng hay không rồi dùng kim dẹt nhẹ nhàng làm vỡ chúng và để vào bình chứa thứ hai. Cần thận trọng để kim dẹt chạm vào phần chứa bên trong của thủy tinh rỗng. Đặt các phần đầu đã được loại bỏ thủy tinh rỗng – kể cả chi tiết kim loại trong chúng – của ống phóng điện vào bình chứa thứ hai.

j) Cắt ống phóng điện sử dụng thanh nóng hoặc sợi dây nóng tại những chỗ rạch trước theo bước e) ở trên.

k) Đặt các phần ống phóng điện vào bình chứa thứ nhất.

l) Kiểm tra khăn trải bàn tìm các mảnh vật liệu vụn. Mảnh vật liệu vụn bất kỳ trên khăn trải bàn phải được đặt vào bình chứa thứ nhất. Sau đó đập nắp lại.

m) Lắc bình chứa thứ nhất để ống phóng điện vụn ra. Giữ trong 5 min để bụi lơ lửng có thể lắng xuống trước khi tiếp tục.

Các mẫu đã sẵn sàng để thủy phân. Ngay sau đó thực hiện bước thủy phân mẫu theo 5.5.

### 5.4.3 Chuẩn bị mẫu bóng đèn huỳnh quang bằng phương pháp không tạo điểm lạnh (nghiền vụn)

Chuẩn bị mẫu phải được thực hiện theo các bước sau.

a) Tách rời ống phóng điện khỏi vỏ nhựa hoặc đầu kim loại. Cắt các dây liên kết càng sát miếng bịt thủy tinh càng tốt. Chỉ sử dụng ống phóng điện để đo mức thủy ngân.

b) Làm sạch ống phóng điện bằng khăn hóa học để loại bỏ các hạt bụi bất kỳ.

c) Dùng kim dẹt làm vỡ đầu bịt ở một đầu của bóng đèn huỳnh quang, để ống phóng điện hút đầy không khí. Đặt các mảnh vỡ vào túi nhựa.

d) Phụt một lượng nhỏ (khoảng 3 ml) nước khử ion vào bóng đèn huỳnh quang để làm ướt bột photpho bên trong bóng. Điều này sẽ ngăn ngừa việc mất thủy ngân chứa trong lớp photpho khô khi bóng đèn bị vỡ thành nhiều mảnh.

e) Nếu bóng đèn huỳnh quang là loại compact nhỏ (bóng đèn huỳnh quang một đầu, nhiều nhánh), đặt toàn bộ bóng đèn vào túi nhựa dày miệng rộng. Gấp miệng túi lại để làm kín tạm thời và sử dụng cái vò cẩn thận làm vỡ bóng đèn thành các mảnh nhỏ bằng cách đập vào phía bên ngoài túi.

f) Nếu bóng đèn không phải loại ống thẳng, đặt phần đầu tiên vào trong một túi nhựa dày, miệng rộng. Sử dụng cái vò cẩn thận làm vỡ bóng đèn bằng cách đập vào phía bên ngoài túi trong khi vẫn đầu đầu chưa vỡ vào túi cho đến khi toàn bộ bóng đèn đã nằm trong túi. Gấp miệng túi lại để làm kín tạm thời và sử dụng vò cẩn thận đập vỡ bóng đèn thành các mảnh nhỏ bằng cách đập vào phía bên ngoài túi.

g) Đổ hết phần chứa bên trong túi nhựa vào bình chứa thứ nhất có kích thước thích hợp theo 5.4.2.

h) Tráng phần chứa bên trong túi bằng một lượng nhỏ nước khử ion. Việc này đạt được bằng cách cất ròi đáy túi và tráng phía trong túi nhựa trực tiếp vào bình chứa bóng đèn vỡ.

Các mẫu đã sẵn sàng để thủy phân. Ngay sau đó thực hiện bước thủy phân mẫu trong 5.5.2. Nếu vẫn còn kim loại sau quá trình thủy phân theo 5.5.2 thì cần hòa tan chúng theo bước 5.5.3.

#### 5.4.4 Phương pháp rửa axit nitric đối với các bóng đèn huỳnh quang ống thẳng

Bình chứa mẫu phải như sau.

- Sử dụng cốc có mỏ bằng nhựa dung tích 50 ml hoặc 100 ml dùng cho các phần đầu của ống phóng điện, gọi là bình chứa thứ nhất.
- Sử dụng cốc có mỏ bằng nhựa dung tích 250 ml, gọi là bình chứa thứ hai.

Chuẩn bị mẫu phải được thực hiện theo các bước sau.

- a) Tách ống phóng điện ra khỏi nắp giữ mảnh vỡ, nếu có.
- b) Tách rời ống phóng điện khỏi vỏ nhựa và các chi tiết kim loại (kể cả các đầu đèn). Cắt các sợi dây liên kết càng sát miếng bịt thủy tinh càng tốt. Chỉ sử dụng ống phóng điện để đo mức thủy ngân.
- c) Cẩn thận làm vỡ đầu bịt, nghiền và gom chúng vào bình chứa thứ nhất. Bơm vào một lượng axit nitric đậm đặc với thể tích bằng 1/30 dung tích bên trong của bóng đèn sử dụng ống pipet hoặc xi lanh bơm không có kim. Một cách khác, có thể sử dụng phương pháp sau để bơm axit nitric. Đặt ống nhựa trùm vào các đầu bịt. Đặt đầu còn lại của ống vào bình chứa lượng axit nitric thích hợp. Cẩn thận đập vỡ đầu bịt bên trong ống bằng kim mũi nhọn. Áp suất nhỏ hơn của phía bên trong bóng đèn sẽ hút axit vào trong bóng đèn.

CHÚ THÍCH 1: Ví dụ thích hợp về ống nhựa là đoạn ống bằng Tygon hoặc PVC dài 30 cm có đường kính trong 4,8 mm và đường kính ngoài 7,9 mm.

- d) Giữ bóng đèn theo phương gần như nằm ngang, quay bóng đèn sao cho axit tiếp xúc với toàn bộ các bề mặt bên trong. Đặt bóng đèn theo phương thẳng đứng trong 15 min. Lặp lại quy trình này tối thiểu ba lần.

## TCVN 10172:2013

e) Cắt bỏ đầu bịt hồ của bóng đèn (khoảng 2 cm) sử dụng bút kim cương hoặc sợi dây nóng và đặt mảnh 2 cm này kể cả cuộn dây lấp cùng vào bình chứa thứ nhất. Gạn axit nitric đậm đặc từ bóng đèn vào bình chứa thứ hai.

f) Rửa phía bên trong của bóng đèn bằng nước và gạn sang bình chứa thứ hai. Rửa bên trong bóng đèn tối thiểu năm lần.

g) Loại bỏ đầu còn lại của bóng đèn (khoảng 2 cm) sử dụng bút kim cương hoặc sợi dây nóng. Dùng kim dẹt làm vỡ đầu bịt và để vào bình chứa thứ nhất. Và đặt đoạn 2 cm này kể cả cuộn dây lấp cùng vào bình chứa thứ nhất. Thêm một lượng thích hợp axit nitric đậm đặc và đặt đứng trong tối thiểu 15 min.

h) Gạn axit nitric đậm đặc từ bình chứa thứ nhất sang bình chứa thứ hai và rửa bình chứa thứ nhất tối thiểu ba lần bằng nước và gạn sang bình chứa thứ hai.

i) Chuyển toàn bộ phần thủy tinh từ bình chứa thứ nhất sang bình chứa thứ hai, để lại các phần bằng kim loại.

CHÚ THÍCH 2: Điều quan trọng là phải lấy toàn bộ phần thủy tinh ra khỏi bình chứa thứ nhất vì điều này có thể ảnh hưởng đến kết quả thủy phân kim loại sử dụng HF (xem 5.5.3).

j) Thực hiện thủy phân các mẫu kim loại trong bình chứa thứ nhất theo 5.5.3.

k) Thực hiện thủy phân các mẫu thủy tinh trong bình chứa thứ hai theo 5.5.2 b).

### 5.4.5 Phép đo trực tiếp thủy ngân

Phương pháp này áp dụng cho các bóng đèn huỳnh quang có đường kính nhỏ (ví dụ bóng EEFL, CCFL).

Việc chuẩn bị mẫu phải được thực hiện theo các bước sau.

a) Cắt các sợi dây liên kết càng sát đầu bịt ống thủy tinh càng tốt. Loại bỏ các điện cực bên ngoài của EEFL. Chỉ sử dụng ống phóng điện để đo mức thủy ngân (xem chú thích 1).

b) Làm sạch ống phóng điện bằng khăn hóa học.

c) Khía và phân đoạn ống phóng điện gần cả hai đầu. Sau đó phân đoạn phần còn lại của ống phóng điện thành các đoạn 100 mm. Đặt các đoạn ống phóng điện lên khay thạch anh (xem chú thích 2).

Mẫu đã sẵn sàng để phân tích bằng quang phổ kế hấp thụ nguyên tử hóa hơi điện nhiệt.

CHÚ THÍCH 1: Chất hàn bất kỳ bám vào dây dẫn có thể gây nhiễm bẩn phần đo vì chất hàn có điểm sôi thấp và chứa bã. Loại bỏ hoàn toàn dầu trên bề mặt vì chúng có thể gây nhiễm bẩn phần đo.

CHÚ THÍCH 2: Cần thận làm vỡ mẫu ở ngay phía trên khay thạch anh, để thủy ngân không bị phân tán.

#### 5.4.6 Chuẩn bị mẫu bóng đèn huỳnh quang khác

Đối với các bóng đèn huỳnh quang có hình dạng khác, thực hiện theo 5.4.1.2 nếu bóng đèn có balát lắp liền hoặc theo 5.4.1.3 nếu bóng đèn không có balát lắp liền.

### 5.5 Thủy phân mẫu

#### 5.5.1 Điều kiện môi trường

Thủy phân mẫu phải được thực hiện ở nhiệt độ phòng.

#### 5.5.2 Mẫu thủy tinh (trong bình chứa 150 ml, 500 ml, 1 000 ml hoặc 2 000 ml)

Mẫu được chuẩn bị theo 5.4.1.2 h), 5.4.1.2 q), 5.4.1.3 g), 5.4.1.3 n), 5.4.2 k), 5.4.3 h) và 5.4.4 k).

Sử dụng thành phần sau cho các mẫu trong bình chứa 250 ml. Đối với các mẫu chứa trong bình 500 ml, 1 000 ml hoặc 2 000 ml, sử dụng hệ số thích hợp (2x, 4x, 8x) cho từng thành phần được liệt kê. Đảm bảo rằng hỗn hợp axit phủ hoàn toàn các vật liệu đã bị vỡ vụn.

Thủy phân mẫu phải được thực hiện theo các bước liệt kê dưới đây.

- a) Thêm 25 ml axit nitrit đậm đặc. Thêm 10 ml nước rồi khuấy đều.
- b) Thêm 0,25 ml thuốc tím 5 % và để nguyên trong tủ khối có thông gió tốt trong vòng 16 h (qua đêm).

CHÚ THÍCH: Để đẩy nhanh phản ứng, cho phép gia nhiệt dung dịch đến 80 °C trên đĩa nóng.

Nếu còn sót lại kim loại bất kỳ nào sau khi thủy phân thì chúng được hòa tan, sử dụng bước 5.5.3.

#### 5.5.3 Mẫu kim loại (trong bình chứa 125 ml)

Mẫu được chuẩn bị theo 5.4.1.2 m), 5.4.1.3 j), 5.4.2 i), 5.4.4 j).

Thủy phân mẫu phải được thực hiện theo các bước sau.

- a) Thêm 3 ml axit clohydric đậm đặc và 1 ml axit nitric đậm đặc.
  - b) Nếu sự phân hủy chưa hoàn toàn trừ sợi dây vonfram, thêm 2 ml axit flohydric
- Khi toàn bộ kim loại (không nhất thiết là các vật liệu thủy tinh) đã hòa tan, thêm 20 ml axit nitric. Thêm 10 ml nước và lắc để trộn đều.
- c) Thêm 0,25 ml thuốc tím 5 % và để nguyên trong tủ khối có thông gió tốt trong vòng 16 h (qua đêm).

CHÚ THÍCH: Để đẩy nhanh phản ứng, cho phép gia nhiệt dung dịch đến 80 °C trên đĩa nóng.

### 5.6 Lọc

Lọc tất cả các mẫu đã thủy phân bằng bộ lọc chặn trung bình vào một bình lọc có dung tích 250 ml (500ml, 1 000 ml hoặc 2 000 ml) và làm loãng với nước khử ion đến mức đánh dấu trên bình. Không được sử dụng lại màng lọc.

## **6 Phép đo**

### **6.1 Phép thử trắng**

Trước khi xử lý mẫu, cần thực hiện phép thử trắng để khẳng định rằng khi không có thủy ngân sẽ không ảnh hưởng đến giá trị đo của mẫu.

### **6.2 Ghi lại dữ liệu**

Giá trị đo cần lặp lại ba lần trên từng dung dịch lấy ra. Các giá trị đo được cần lấy trung bình và khoảng tin cậy là 95 % giá trị trung bình.

Lượng thủy ngân đo được theo tiêu chuẩn này cần được thể hiện với 2 chữ số có nghĩa.

### **6.3 Phân tích**

Quy trình thử nghiệm phân tích phải phù hợp với các yêu cầu của Điều 7 trong IEC 62321.

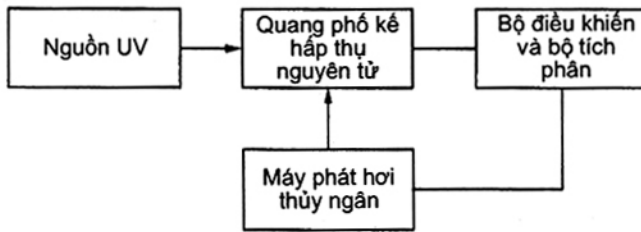
Đối với phương pháp chuẩn bị mẫu trong 5.4.5, có thể áp dụng phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử hóa hơi điện nhiệt (xem Phụ lục A).

**Phụ lục A**  
(tham khảo)

**Phép đo phổ hấp thụ nguyên tử hóa hơi điện nhiệt (EVAAS)**

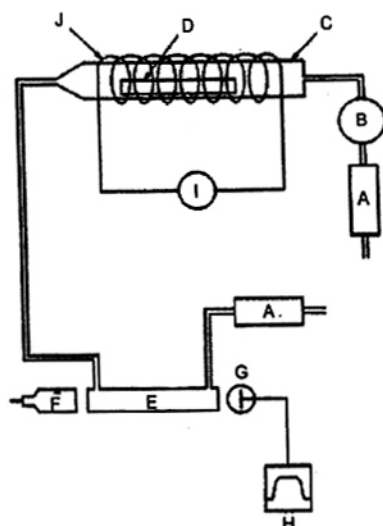
**A.1 Quang phổ kế hấp thụ nguyên tử hóa hơi điện nhiệt**

Máy phát hơi thủy ngân làm bay hơi thủy ngân từ mẫu bằng cách làm nóng các mảnh vỡ của bóng đèn. Sau đó hơi thủy ngân được đưa vào quang phổ kế hấp thụ nguyên tử để đo tổng lượng thủy ngân. Quang phổ kế hấp thụ nguyên tử cần ổn định và tuyến tính trong suốt dải đo. Bộ điều khiển giám sát sự hấp thụ cực tím của thủy ngân đưa vào quang phổ kế, và khống chế nhiệt độ của máy phát sao cho sự hấp thụ không vượt quá dải tuyến tính của quang phổ kế. Bộ tích phân sẽ cộng các tín hiệu hấp thụ cực tím trong giai đoạn gia nhiệt toàn bộ. Hình A.1 thể hiện sơ đồ khối của thử nghiệm EVAAS. Hình A.2 minh họa một ví dụ về bố trí thiết bị thử nghiệm EVAAS.



**Hình A.1 – Cấu hình của thiết bị thử nghiệm  
dùng quang phổ kế hấp thụ nguyên tử hóa hơi điện nhiệt**



**CHÚ DẪN**

A	Thiết bị loại bỏ thủy ngân	F	Bóng đèn thủy ngân
B	Bơm không khí	G	Bộ phát hiện hấp thụ nguyên tử
C	Ống gia nhiệt thạch anh	H	Bộ tích phân
D	Khay thạch anh	I	Bộ nguồn có bộ điều khiển
E	Phần tử hấp thụ thạch anh	J	Bộ gia nhiệt

**Hình A.2 – Ví dụ về bố trí thiết bị thử nghiệm dùng quang phổ kế hấp thụ nguyên tử hóa hơi điện nhiệt**

**A.2 Thuốc thử**

Phải sử dụng các thuốc thử sau.

a) Nước: Cần sử dụng nước có trao đổi ion hoặc nước cất trong suốt qui trình này.

b) Dung dịch thủy ngân axetat tiêu chuẩn: hòa tan thủy ngân axetat có độ tinh khiết lớn hơn 99 % trong nước để tạo dung dịch tiêu chuẩn.

Dung dịch thủy ngân axetat tiêu chuẩn cần là vật liệu chuẩn được chứng nhận hoặc có thể truy nguyên.

c) Nên sử dụng alumina hoạt tính dạng hạt hoặc nghiền có cỡ hạt từ 40  $\mu\text{m}$  đến 2 000  $\mu\text{m}$ .

### A.3 Phép đo

#### A.3.1 Phép đo mẫu

Đưa khay vào ống gia nhiệt thạch anh (xem 5.4.5) của quang phổ kế hấp thụ nguyên tử hóa hơi điện nhiệt, và khởi động máy phát (bộ gia nhiệt), bộ điều khiển và bộ tích phân để bắt đầu đo. Bộ tích phân tín hiệu hấp thụ cực tím từ quang phổ kế hấp thụ nguyên tử cần bắt đầu ngay khi bắt đầu gia nhiệt. Không chế bộ gia nhiệt trong khi vẫn giám sát nồng độ thủy ngân phát ra (xem chú thích trong A.3.2). Duy trì nhiệt độ ở 240 °C hoặc cao hơn, và tiếp tục gia nhiệt và tích phân đến khi không phát ra thủy ngân nữa.

#### A.3.2 Đường cong hiệu chuẩn

Đường cong hiệu chuẩn của thiết bị cần tuyến tính trên dải đo từ 0,01 mg đến 20 mg. Sử dụng dung dịch thủy ngân axetat tiêu chuẩn để tạo ra đường cong hiệu chuẩn. Đặt một lớp alumina hoạt tính lên khay và dùng pipet loại nhỏ nhỏ một lượng thích hợp dung dịch lên alumina hoạt tính. Bắt đầu đo ngay khi khay được đưa vào ống thạch anh gia nhiệt trong quang phổ kế hấp thụ nguyên tử hóa hơi điện nhiệt, và duy trì nhiệt độ ở tối thiểu 360 °C. Lập đường cong hiệu chuẩn từ quan hệ giữa lượng thủy ngân hóa hơi từ dung dịch tiêu chuẩn và tích phân đo được của tín hiệu hấp thụ cực tím. Lượng thủy ngân trong mẫu bóng đèn được ước lượng từ đường cong hiệu chuẩn này.

CHÚ THÍCH: Đôi khi mẫu có thể bất ngờ phát ra lượng thủy ngân vượt quá dải đo nồng độ của quang phổ kế hấp thụ nguyên tử. Nếu xảy ra điều này thì kết quả phép đo có thể bị sai lệch theo hướng đánh giá thấp lượng thủy ngân tổng.

## Phụ lục B

(tham khảo)

### Thông tin về phương pháp tạo điểm lạnh

#### **B.1 Mô tả chung về việc thu hồi thủy ngân bằng phương pháp tạo điểm lạnh trên cả bóng đèn một đầu và bóng đèn hai đầu**

##### **B.1.1 Qui định chung**

Điểm lạnh là một vùng nhất định trên bóng đèn huỳnh quang được làm lạnh xuống xấp xỉ 0 °C.

Thủy ngân sẽ ngưng tụ ở điểm lạnh nhất này trong khoang phóng điện.

Sau khi hoàn tất quá trình này, thủy ngân tự do trên thực tế sẽ không còn lại trong bóng đèn và do đó không phát ra bức xạ UV nữa. Ánh sáng đầu ra của bóng đèn chỉ còn mờ mờ và thường có màu hồng. Trạng thái này của bóng đèn gọi là 'cháy tối'. Khi quan sát thấy trạng thái cháy tối này thì gần như toàn bộ thủy ngân đã ngưng tụ ở điểm lạnh.

##### **B.1.2 Bóng đèn huỳnh quang hai đầu**

Đối với bóng đèn huỳnh quang hai đầu, điểm lạnh được tạo ra bằng hệ thống làm lạnh. Hệ thống làm lạnh sẽ tuần hoàn hỗn hợp nước và etanol ở 0 °C qua ngăn thủy tinh. Ngăn này có hình dạng tròn để lấp vừa khít xung quanh ống phóng điện.

##### **B.1.3 Bóng đèn huỳnh quang một đầu**

Đối với bóng đèn huỳnh quang một đầu, điểm lạnh được tạo ra bằng thanh đồng mà có thể đặt sát vào bề mặt bóng đèn. Thanh đồng lần lượt được nối với ngăn này hoặc ngăn giống hệt và hệ làm lạnh như được sử dụng với bóng đèn hai đầu (xem B.1.2).

##### **B.1.4 Qui định chung**

Thường điểm giữa của ống đèn hai đầu được chọn làm điểm ngưng tụ thủy ngân.

Đối với bóng đèn một đầu, điểm giữa của một trong số các nhánh được chọn làm điểm ngưng tụ.

Bóng đèn phải được cho làm việc với bộ điều khiển thích hợp trong khi ngưng tụ thủy ngân tự do ở điểm lạnh.

Cho bóng đèn làm việc trong khi thu hồi thủy ngân tạo ra sự chênh lệch lớn về nhiệt độ giữa điểm lạnh và phần còn lại của bóng đèn, do vậy đẩy nhanh tốc độ thu hồi.

Kích thước vùng điểm lạnh cần tương ứng với kích thước bóng đèn. Thường với bóng đèn huỳnh quang 120 cm thì điểm lạnh thường có độ dài khoảng 10 cm. Đối với bóng đèn nhỏ hơn thì vùng điểm lạnh nhất thiết phải giảm đi. Phần thủy tinh được lấy đi phải lớn hơn kích cỡ của điểm lạnh.

#### B.1.5 Xử lý nitơ lỏng của điểm lạnh

Mặc dù chỉ cần giữ lạnh điểm lạnh cho đến khi kết thúc quá trình ngưng tụ nhưng việc thu hồi thủy ngân có thể được bảo quản bằng nitơ lỏng.

Điều này được thực hiện bằng cách quấn chặt mảnh len bông quanh bề mặt điểm lạnh và sau đó thấm đẫm mảnh len bông vào nitơ lỏng trong 10 min. Sau khi xử lý, bóng đèn đã sẵn sàng để cắt.

#### B.1.6 Lấy phần điểm lạnh

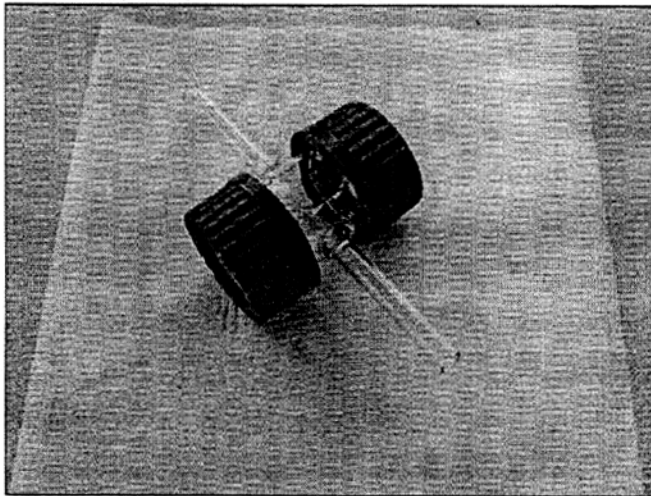
Việc ngưng tụ thủy ngân ở điểm lạnh tốt nhất là tránh xa vùng điện cực. Điều này cho phép rút phần chứa điểm lạnh với kích thước an toàn lớn giữa vùng điện cực và tâm điểm lạnh. Sau khi thực hiện vết nứt nhỏ trên ống phóng điện bằng thủy tinh và để không khí tràn vào, phần còn lại của ống phóng điện đã sẵn sàng phân đoạn.

### B.2 Quy trình chi tiết để ngưng tụ thủy ngân tự do tại điểm lạnh

#### B.2.1 Bóng đèn hai đầu

Phải chuẩn bị mẫu thử nghiệm theo các bước sau.

- a) Đo chiều dài của bóng đèn và đánh dấu điểm giữa.
- b) Đặt ngăn thủy tinh (xem Hình B.1) lên dấu ở điểm giữa của bóng đèn. Ngăn thủy tinh lắp vừa hoàn toàn và khít xung quanh bóng đèn huỳnh quang.



Hình B.1 – Ví dụ về bố trí ngăn thủy tinh

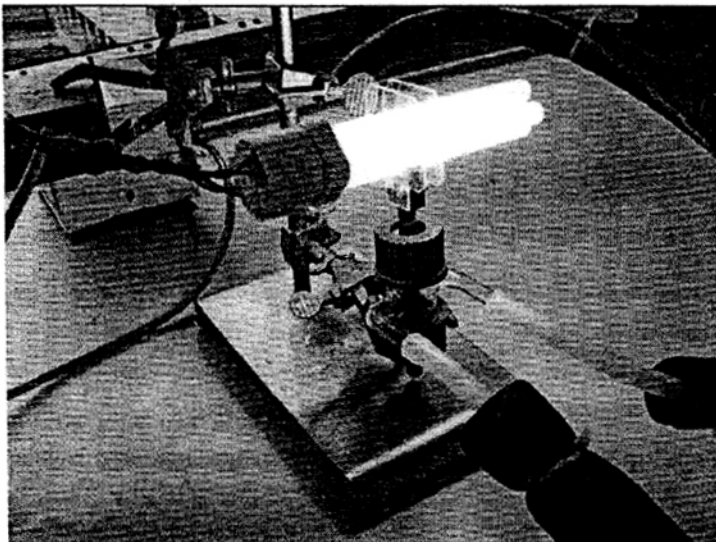
## TCVN 10172:2013

- c) Nối ngăn thủy tinh với thiết bị làm lạnh sử dụng ống nhựa. Thiết bị làm lạnh cung cấp liên tục dòng hỗn hợp nước-metanol ở nhiệt độ xấp xỉ 0 °C thông qua ống nối với ngăn thủy tinh.
- d) Sau đó chuyển bóng đèn đã được gắn ngăn thủy tinh sang giá đốt.
- e) Nối thiết bị lạnh và vặn chặt sao cho có dòng hỗn hợp nước-metanol liên tục trong ngăn thủy tinh.
- f) Để bóng đèn được đốt với bộ điều khiển được chọn thích hợp, và ngưng tụ thủy ngân tự do ở điểm lạnh sẽ bắt đầu.
- g) Khi bóng đèn không còn sáng nữa, thiết bị làm lạnh được tắt nguồn và lấy ngăn thủy tinh ra.
- h) Bóng đèn hoàn chỉnh được làm khô mặt ngoài sử dụng khăn cotton và ngay sau đó quấn vùng điểm lạnh bằng mảnh len bông và thấm ẩm nitơ lỏng trong 10 min (xem B.1.5).
- i) Tiếp theo bóng đèn được chuyển sang góc thử nghiệm khói.
- j) Phần điểm lạnh được lấy ra bằng cách cắt bóng đèn về cả hai phía của điểm lạnh. Để đảm bảo thu được lượng thủy ngân tối đa, cắt mở bóng đèn càng xa điểm lạnh càng tốt. Việc cắt này được thực hiện bằng dụng cụ cắt thích hợp. Trước tiên, thực hiện một vết rạch về cả hai phía và vỏ thủy tinh bị nứt ra, sau đó áp suất trong bóng đèn bằng với áp suất bên ngoài, có thể mở bóng đèn ra. Phần thủy tinh của điểm lạnh được chuyển sang bình chứa để phân tích sau này.

### B.2.2 Bóng đèn một đầu

Phải chuẩn bị mẫu thử nghiệm theo các bước sau.

- a) Đánh dấu điểm giữa của một nhánh của bóng đèn.
- b) Đặt cơ cấu làm lạnh (thanh + ngăn thủy tinh, xem Hình B.2) lên chỗ đánh dấu trên bóng đèn.



Hình B.2 – Ví dụ về bố trí cơ cấu làm lạnh

- c) Đặt bóng đèn với cơ cấu làm lạnh lên giá
- d) Nối ngăn thủy tinh của cơ cấu làm lạnh với thiết bị làm lạnh sử dụng ống nhựa. Thiết bị làm lạnh cung cấp liên tục dòng hỗn hợp nước-metanol ở nhiệt độ xấp xỉ 0 °C thông qua ống nối với ngăn thủy tinh.
- e) Nối thiết bị làm lạnh và cẩn thận sao cho có dòng hỗn hợp nước-metanol chảy liên tục trong ngăn thủy tinh.
- f) Để bóng đèn được đốt với bộ điều khiển được chọn thích hợp, và ngưng tụ thủy ngân tự do ở điểm lạnh sẽ bắt đầu.
- g) Khi bóng đèn không còn sáng nữa, thiết bị làm lạnh được tắt nguồn và lấy ngăn thủy tinh ra khỏi cơ cấu làm lạnh.
- h) Cơ cấu làm lạnh, vẫn tiếp xúc với bóng đèn, được đặt vào nitrogen lỏng trong 5 min.
- i) Tiếp theo bóng đèn được chuyển sang góc thử nghiệm khói.
- j) Phần điểm lạnh được lấy ra bằng cách cắt bóng đèn về cả hai phía của điểm lạnh. Để đảm bảo thu được lượng thủy ngân tối đa, cắt mở bóng đèn càng xa điểm lạnh càng tốt. Việc cắt này được thực hiện bằng dụng cụ cắt thích hợp. Trước tiên, thực hiện một vết rạch về cả hai phía và vỏ thủy tinh bị nứt ra, sau khi áp suất trong bóng đèn bằng với áp suất bên ngoài, có thể mở bóng đèn ra. Phần thủy tinh của điểm lạnh được chuyển sang bình chứa để phân tích sau này.
-