

**TCVN 6021 : 2008**

**ISO 4260 : 1987**

Xuất bản lần 2

**SẢN PHẨM DẦU MỎ VÀ HYDROCACBON –  
XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG LƯU HUỖNH –  
PHƯƠNG PHÁP ĐỐT WICKBOLD**

*Petroleum products and hydrocarbons –  
Determination of sulfur content – Wickbold combustion method*

HÀ NỘI - 2008

**Lời nói đầu**

**TCVN 6021 : 2008** thay thế TCVN 6021 : 1995.

**TCVN 6021 : 2008** hoàn toàn tương đương với ISO 4260 : 1987.

**TCVN 6021 : 2008** do Tiểu ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC28/SC5 *Nhiên liệu sinh học* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## Sản phẩm dầu mỏ và hydrocacbon – Xác định hàm lượng lưu huỳnh – Phương pháp đốt Wickbold

*Petroleum products and hydrocarbons –  
Determination of sulfur content – Wickbold combustion method*

**Chú ý –** Quy trình qui định trong tiêu chuẩn này có đốt hydro trong các thiết bị thủy tinh hoặc thép không gỉ (trong trường hợp có olefin), việc này rất nguy hiểm, cần tuân thủ các điều chú ý.

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng lưu huỳnh tổng có trong sản phẩm dầu mỏ, khí tự nhiên và các olefin. Phương pháp này áp dụng cho các sản phẩm có hàm lượng lưu huỳnh từ 1 mg/kg đến 10 000 mg/kg và đặc biệt thích hợp cho các phần chưng cất có hàm lượng lưu huỳnh tổng nhỏ hơn 300 mg/kg. Với các mẫu quá nhớt, có hàm lượng chất thơm cao hoặc hàm lượng lưu huỳnh cao, trước hết phải pha loãng với dung môi không chứa lưu huỳnh.

Sử dụng phương pháp này để xác định hàm lượng lưu huỳnh tổng có trong các khí tự nhiên và khí tinh lọc, cũng như đối với các chất được cấp cho lò đốt ở trạng thái lỏng và để xác định lưu huỳnh bay hơi trong các chất cấp cho lò đốt ở trạng thái khí sau khi cho bay hơi từ pha lỏng. Phương pháp này không thích hợp cho việc xác định lưu huỳnh trong các dầu động cơ xe tải nặng. Để xác định lưu huỳnh trong các olefin nhẹ, xem điều 13 về trường hợp đặc biệt.

#### CHÚ THÍCH

1) Nếu cần, có thể xác định hàm lượng clo tổng của sản phẩm dầu mỏ bằng phương pháp thể tích, khối lượng hoặc điện thể thông thường, để xác định ion clo có mặt trong dung dịch hấp thụ sau khi đốt theo phương pháp này.

Clo vô cơ phải được loại trừ bằng việc chiết tách nước trong khí đốt nếu không sẽ xuất hiện nhiều.

2) Đối với chất rắn hoặc nhớt như bitum hoặc dầu đốt lò nặng bị đốt trong thuyền đốt, một số lưu huỳnh có thể bị đốt thành tro ở lại trong thuyền. Trong trường hợp này, lưu huỳnh trong tro sẽ được xác định trong cặn.

## **TCVN 6021 : 2008**

### **2 Tiêu chuẩn viện dẫn**

Các tài liệu viện dẫn sau là cần thiết khi 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 bản sửa đổi (nếu có).

TCVN 6022 (ISO 3171) Chất lỏng dầu mỡ – Lấy mẫu tự động trong đường ống.

ISO 641 Dụng cụ thí nghiệm thủy tinh – Khớp nối dạng cầu thay đổi được.

ISO 3170 Sản phẩm dầu mỡ – Hydrocacbon lỏng – Lấy mẫu thủ công.

ISO 4850 Phương tiện bảo vệ mắt dùng khi hàn và những kỹ thuật có liên quan – Kính lọc – Yêu cầu sử dụng và truyền sáng.

### **3 Nguyên tắc**

Đưa mẫu thử lỏng hoặc khí vào ngọn lửa oxy-hydro của đèn hút, và đốt với một lượng dư oxy đáng kể. Các mẫu rắn hoặc quá nhớt cần được hòa tan trong hỗn hợp toluen và dầu mỡ nhẹ, sau đó xử lý như mẫu lỏng hoặc có thể được đốt trong một dòng oxy trong thuyền đốt.

Lưu huỳnh oxit sinh ra được chuyển thành axit sunfuric bằng cách hấp thụ chúng vào dung dịch hydro peoxit. Tùy thuộc vào hàm lượng lưu huỳnh của mẫu thử, lượng ion sunfat trong dung dịch hấp thụ được xác định bằng phương pháp phân tích như trong Bảng 1 và nêu trong điều 9.

### **4 Thuốc thử và vật liệu**

Trong quá trình phân tích, nếu không có các yêu cầu khác, phải dùng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích (TKPT) và chỉ sử dụng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

Các dung dịch thể tích và thuốc thử khác được qui định trong điều 9 đối với từng phương pháp phân tích riêng biệt.

**4.1 Hydro peoxit**, dung dịch 3 % khối lượng, không chứa lưu huỳnh.

**4.2 Etanol**, 96 % thể tích, không chứa lưu huỳnh.

**4.3** Trộn bốn thể tích dầu mỡ nhẹ (dãi sôi từ 60 °C đến 80 °C) và một thể tích toluen không chứa lưu huỳnh (dưới đây gọi là hỗn hợp toluen/dầu mỡ nhẹ).

**4.4 Oxy**, khí nén, loại thương mại, không chứa lưu huỳnh.

**4.5 Hydro**, khí nén, loại thương mại, không chứa lưu huỳnh.

**4.6 Axit clohydric**, đậm đặc,  $\rho_{20} = 1,19$  g/ml.

**4.7 Thủy ngân**.

**4.8 Hỗn hợp so sánh dihexyldisunfua hoặc dibenzothiophen**



Hoà tan một lượng đã biết dihexyldisunfua hoặc dibenzothiophen, cân chính xác tới 0,1 mg vào trong hỗn hợp toluen/dầu mỏ nhẹ (4.3). Nồng độ của sản phẩm được chọn từ nồng độ lưu huỳnh trong dải nêu ở Bảng 1 cột 1.

Diexyldisunfua chứa 27,36 % khối lượng lưu huỳnh và dibenzothiophen chứa 14,7 % khối lượng lưu huỳnh.

CHÚ THÍCH: Cần lưu ý không để các bình khí áp suất cao trong phòng thử nghiệm.

**Bảng 1 – Quan hệ giữa hàm lượng lưu huỳnh dự đoán, lượng mẫu thử và phương pháp thử**

Hàm lượng lưu huỳnh dự kiến, mg/kg	Lượng mẫu thử <sup>(1)</sup> , g	Lưu huỳnh trong dung dịch hấp thụ, µg	Phần nhỏ của dung dịch hấp thụ	Lưu huỳnh trong lượng mẫu nhỏ, µg	Phương pháp phân tích khuyến dùng đối với các hàm lượng lưu huỳnh khác nhau		
1	100	100	1/2	50	Chuẩn độ điện lượng (9.4)		Chuẩn độ độ đục hấp thụ (Turbidimeter) (9.3)
	50	50	1/1	50			
	20	20	1/1	20			
5	20	100	1/2	50			
	50	250	1/5	50			
	50	250	1/1	250			
10	5	50	1/1	50	Chuẩn độ bằng mắt (9.1)	Chuẩn độ độ đục khuếch tán (Nephelometer) (9.2)	
	10	100	1/2	50			
	20	200	1/2	100			
	50	500	1/2	250			
30	5	150	1/2	75			
	10	300	1/2	150			
	20	600	1/2	300			
	50	1 500	1/5	300			
50	5	250	1/2	125			
	10	500	1/2	250			
	30	1 500	1/5	300			
100	2	200	1/1	100			
	5	500	1/2	250			
	10	1 000	1/5	200			
1 000	1	1 000	1/5	200			
	2	2 000	1/5	400			
10 000	1	10 000	1/10	1 000			

(1) Lượng mẫu khí thử có thể được tính chính xác từ khối lượng và khối lượng riêng của khí. Dữ liệu độ chụm trong điều 12 không áp dụng cho mẫu thử dạng khí.

## 5 Thiết bị, dụng cụ

CHÚ THÍCH Để mô tả chi tiết về cách vận hành, tiêu chuẩn dựa trên hai kiểu đèn và một kiểu hấp thụ đơn giản.

Các kiểu đèn khác sử dụng nguyên tắc đốt mẫu trong ngọn lửa hydro-oxy với một lượng dư đáng kể oxy (xem Điều 13). Các đèn này được vận hành theo đúng hướng dẫn của nhà sản xuất và kiểm tra bằng cách đốt một mẫu thử chứa lưu huỳnh tiêu chuẩn (xem Điều 10).

Đối với từng phương pháp phân tích riêng, thiết bị được qui định trong Điều 9.

## TCVN 6021 : 2008

**5.1 Thiết bị đốt** (xem Hình 1 về sơ đồ lắp đặt thiết bị để đốt mẫu khí hoặc lỏng và Hình 2 về sơ đồ thiết bị để đốt mẫu rắn hoặc quá nhớt), chủ yếu gồm các bộ phận sau:

**5.1.1 Van giảm áp (1)**, đồng hồ có dải đo từ 0 kPa đến 500 kPa (0 bar đến 5 bar)<sup>1)</sup>, dùng cho oxy.

**5.1.2 Van giảm áp (2)**, đồng hồ có dải đo từ 0 kPa đến 200 kPa (0 bar đến 2 bar), dùng cho hydro.

**5.1.3 Lưu lượng kế (3)**, có dải đo từ 20 l/h đến 300 l/h, vận hành theo nguyên tắc phao nổi có van kiểm tra chính xác để đo dòng oxy phụ.

**5.1.4 Lưu lượng kế (4)**, có dải đo từ 200 l/h đến 300 l/h, vận hành theo nguyên tắc phao nổi có van kiểm tra chính xác để đo dòng hydro.

**5.1.5 Lưu lượng kế (5)**, có dải đo từ 200 l/h đến 2 000 l/h, vận hành theo nguyên tắc phao nổi có van kiểm tra chính xác để đo dòng oxy chính.

**5.1.6 Bình áp suất dư (6)**, ví dụ để rửa chai khi chứa thủy ngân (4.7) và dầu trắng (xem 8.2) hoặc van an toàn chịu áp bằng kim loại. Cần ba bình. Các van đầu vào bắt buộc là loại một chiều.

**5.1.7 Bẫy ngọn lửa (7)**, có các đầu nối kim loại.

**5.1.8 Bộ hiển thị lưu lượng kế (8)**, bằng thủy tinh.

**5.1.9 Đồng hồ chân không (11)**, có dải đo từ 60 kPa - 110 kPa (0,6 bar đến 1,1 bar) tuyệt đối.

**5.1.10 Ống chân không (12)**, có van chân không (9) ống nhánh tới đồng hồ chân không (11) và ống nhánh có khóa (10) tới bộ hiển thị lưu lượng kế.

**5.1.11 Bình định mức một vạch cổ hẹp (13)**, dung tích 100 ml hoặc 250 ml có đầu nối bằng thủy tinh nhám dạng cầu, ISO 641 - S29/15.

**5.1.12 Buồng đốt (20)**, bằng thạch anh nóng chảy trong suốt, ống sinh hàn (19), tháp hấp thụ (17), bộ lọc thủy tinh kích thước lỗ 1,6 mm (16), khoang chảy nhỏ giọt (15), khóa ba chạc (14) và mối nối thủy tinh nhám dạng cầu, ISO 641 - S29/15 được lắp ráp trong một bộ riêng. Buồng đốt, thiết bị làm lạnh và tháp hấp thụ được đặt trong một vỏ bọc làm lạnh bằng nước.

**5.1.13 Đèn (21)**, bằng thép không gỉ hoặc thạch anh nóng chảy trong suốt. Đèn phải là loại hút (xem Hình 1) để đốt các sản phẩm lỏng hoặc khí, đèn thép không gỉ dùng cho olefin nhẹ (xem Hình 3).

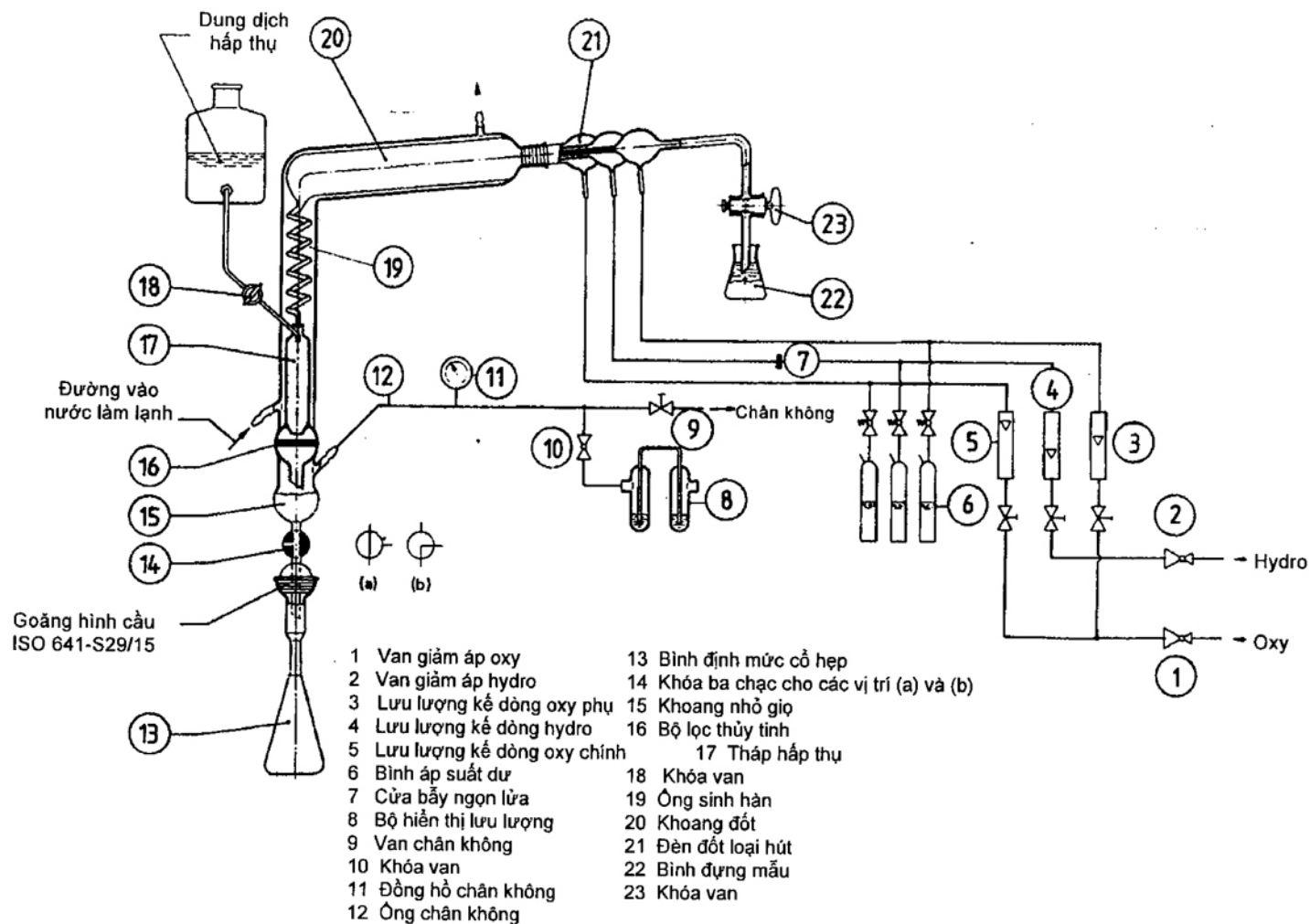
**5.1.14 Khóa vòi (18)**, được lắp vào đường ống nối giữa bình dung dịch hấp thụ và tháp hấp thụ (17).

**5.1.15 Bình đựng mẫu thử (22):** Tổ hợp thiết bị đốt trên Hình 1 dùng bình đựng mẫu thử, ví dụ bình nón dung tích 100 ml (xem từ 8.6.1 đến 8.6.4), khi thử mẫu bay hơi mạnh, thì bình nón được đặt trong bình kín có vỏ chân không hoặc thiết bị khác tương tự. Giữ bình nón bằng giá đỡ có thể điều chỉnh được.

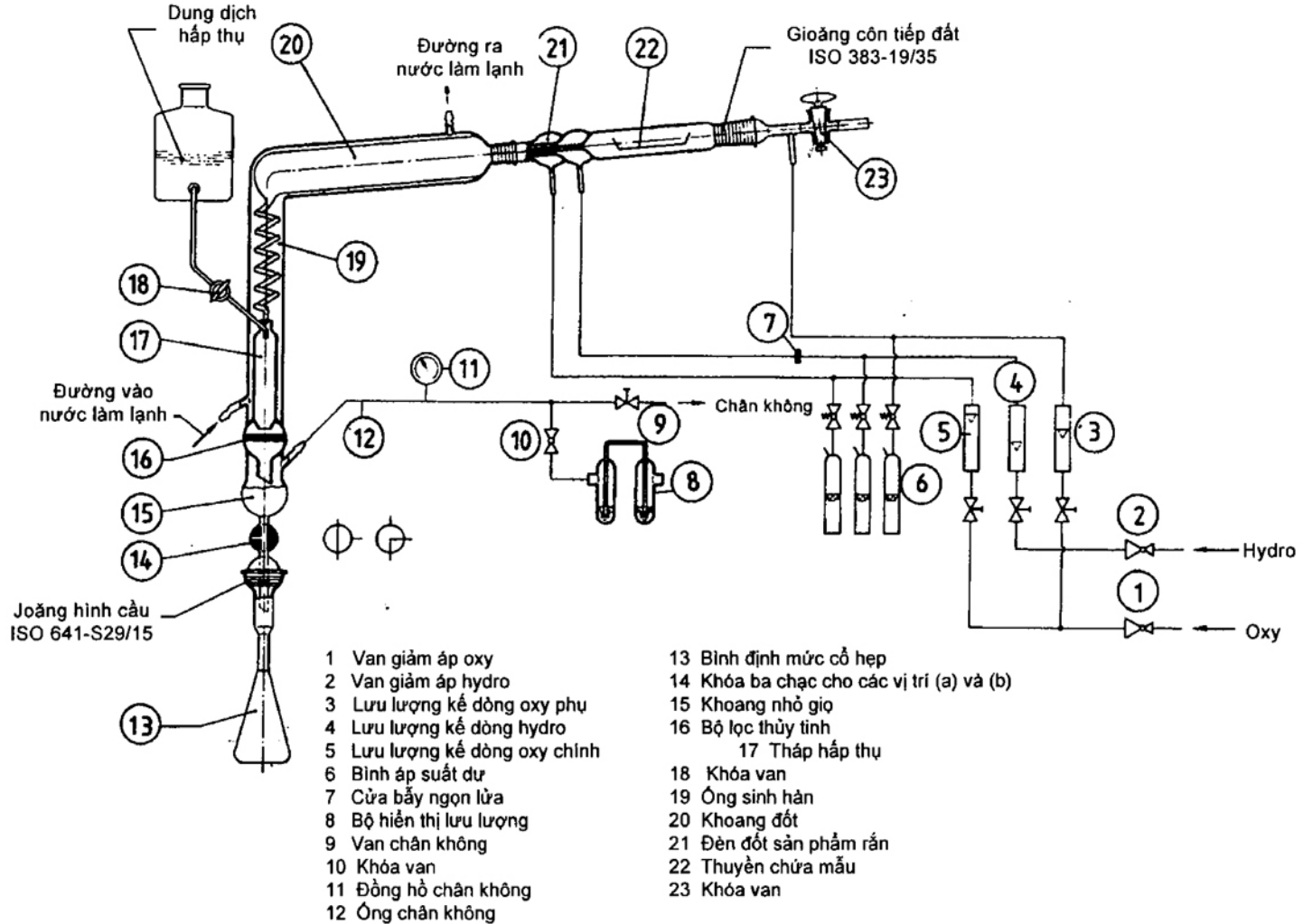
Tổ hợp thiết bị đốt trên Hình 2 sử dụng thuyền đốt làm bình chứa mẫu.

---

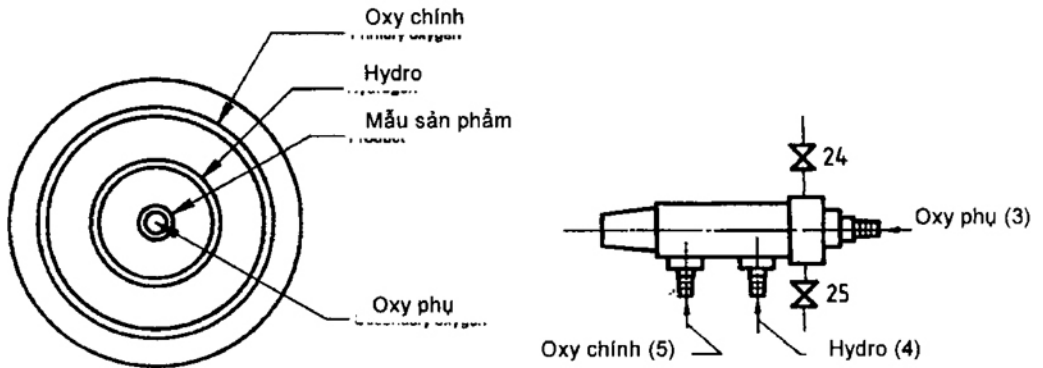
<sup>1)</sup> 1 Pa = 1 N/m<sup>2</sup> = 10<sup>-5</sup> bar



Hình 1 – Sơ đồ lắp đặt thiết bị đốt các mẫu lỏng và khí



Hình 2 – Sơ đồ lắp đặt thiết bị đốt các mẫu rắn và mẫu nhớt



Tiết diện ngang được phóng to

**Hình 3 - Đèn đốt bằng thép không gỉ dùng cho olefin**

**5.1.16 Đồng hồ đo mẫu khí.** Nối đồng hồ đo khí khô với van đo lượng mẫu sẽ dùng, trừ khi mẫu được xác định bằng phương pháp phân tích trọng lượng. Dải đo của đồng hồ phải thích hợp với lượng mẫu được đốt và đồng hồ phải được hiệu chuẩn đúng định kỳ.

**5.1.17 Bộ nối:** Để nối các bình oxy và hydro với các lưu lượng kế (3), (4) và (5) dùng ống dẫn kim loại áp suất cao, các ống dẫn còn lại trong hệ thống được làm bằng chất đàn hồi, ví dụ cao su silicon.

**5.1.18 Đèn đốt bunsen.**

**5.1.19 Cân phân tích.**

## 5.2 Trang thiết bị an toàn

**5.2.1 Màn chắn,** ví dụ bằng thủy tinh bảo hộ hoặc lưới thép mịn hoặc bằng nhựa trong suốt hoặc vật liệu tương đương, để che chắn đèn, buồng đốt và tháp hấp thụ.

**5.2.2 Kính lọc bảo hộ bằng thủy tinh,** có khả năng hấp thụ các tia phát xạ độc hại trong quá trình đốt, đeo vào để bảo vệ mắt khi làm việc. Kính bảo hộ hàn oxy/axetylen là phù hợp (xem ISO 4850).

**5.2.3 Các van điện an toàn,** có khả năng cắt dòng hydro, một van nằm trên đường dẫn nước lạnh, van này chỉ vận hành trong trường hợp sự nạp nước ngừng lại, và một van khác trong ống chân không (12) van này chỉ vận hành trong trường hợp có giảm áp trong buồng đốt.

## 6 Lấy mẫu

Mẫu thử được lấy theo đúng qui trình lấy mẫu sản phẩm dầu mỏ. Qui trình thích hợp để lấy mẫu từ một khối lượng lớn tồn chứa theo ISO 3170 và qui trình lấy mẫu tự động trong đường ống theo TCVN 6022 (ISO 3171). Đối với các sản phẩm khí lấy mẫu trên đường ống và thử nghiệm theo qui định.

## **7 Lượng mẫu thử**

Yêu cầu về lượng mẫu thử phụ thuộc vào hàm lượng lưu huỳnh có trong mẫu và phương pháp phân tích được áp dụng để xác định hàm lượng lưu huỳnh. Lượng mẫu thử cần cho các tổ hợp hàm lượng lưu huỳnh và phương pháp phân tích khác nhau được nêu trong Bảng 1.

## **8 Qui trình đốt**

### **8.1 Làm sạch thiết bị**

Cẩn thận làm sạch bình chứa mẫu thử và thiết bị. Rửa bình đựng mẫu, đường ống, van và các bộ nối dùng trong các mẫu thử khí và LPG bằng hỗn hợp toluen/dầu mỏ nhẹ (4.3) cho tới khi hàm lượng lưu huỳnh của nước rửa được xác định theo qui trình cho mẫu thử lỏng là không đáng kể. Phải đảm bảo rằng bình chứa không còn dung môi trước khi lấy mẫu thử. Các dụng cụ thủy tinh cần được tẩy rửa bằng chất tẩy rửa đậm đặc nhưng cuối cùng phải rửa thật kỹ bằng nước để loại hết các chất chứa lưu huỳnh. Cẩn thận hơn có thể rửa bằng dung dịch dicromat/axit nitric. Dụng cụ silicat có thể được làm sạch bằng cách đốt nóng trong lò nung.

Tốt nhất là để dành một bộ bình chứa mẫu thử và dụng cụ thủy tinh cho những mẫu thử có hàm lượng lưu huỳnh thấp và giữ một bộ khác cho mẫu thử có hàm lượng lưu huỳnh cao.

CHÚ THÍCH: Sau mỗi lần đốt hoặc một đợt đốt, cần làm sạch buồng đốt bằng cách rửa cẩn thận với axit clohydric (4.6), pha loãng (1 + 1) và với nước.

### **8.2 Lắp ráp thiết bị**

Để thử nghiệm mẫu khí hoặc lỏng lắp các thiết bị đã được lau rửa cẩn thận như trên Hình 1, hoặc như trên Hình 2 đối với các mẫu thử rắn hoặc quá nhớt.

Cho thủy ngân (4.7) vào 3 bình áp suất dư tới mức xấp xỉ 300 mm và để nổi xấp xỉ 20 mm dầu trắng ở phía trên thủy ngân hoặc điều chỉnh van an toàn tới áp suất giảm tương đương.

Cho nước vào bộ hiển thị lưu lượng (8) cho tới mức khoảng 30 mm vào cả hai ngăn.

Trong tổ hợp trên Hình 1, đỡ đèn hút (21) bằng dây hoặc vòng dây có độ dài thích hợp.

Đảm bảo rằng các thiết bị an toàn (xem 5.2) được lắp đầy đủ.

### **8.3 Chuẩn bị thiết bị**

Cho dòng nước lạnh mạnh vào theo hướng ghi trong Hình 1 và Hình 2, qua vỏ bọc làm lạnh phủ ngoài buồng đốt, thiết bị làm lạnh và tháp hấp thụ.

Cho dung dịch hydro peoxit (4.1) vào đầy bình chứa dung dịch hấp thụ.

Điều chỉnh van hạ áp oxy (1) đến 100 kPa và van hạ áp hydro đến 50 kPa. Phải đóng các van đồng hồ (3), (4) và (5). Quay khóa 3 chạc (14) về vị trí (a).

Tháo đèn (21) và mở khóa (10) đầu nguồn của đồng hồ chỉ dòng chảy (8). Mở van đầu nguồn của lưu lượng kế (5) để cho dòng oxy từ 600 l/h đến 800 l/h đi qua đường oxy chính và mở van đầu nguồn của lưu lượng kế (3) để cho dòng oxy chảy qua đường oxy phụ với tốc độ từ 100 l/h đến 200 l/h. Lại lắp đèn (21) vào và đồng thời mở van chân không (9) cho tới khi kim chỉ dòng chảy (8) quay trở về số 0. Đóng khóa (10).

Đặt van chân không (9) sao cho đồng hồ chân không (11) chỉ áp suất từ 13,5 kPa đến 35 kPa (từ 0,135 bar đến 0,35 bar).

## 8.4 Đốt ngọn lửa hydro - oxy

### 8.4.1 Đèn hút (xem Hình 1)

Tháo đèn hút (21) ra khỏi buồng đốt (20). Mở van đầu nguồn của lưu lượng kế (4) sao cho nhận được dòng hydro với lưu lượng 200 l/h (xem Chú thích 2). Cho hydro chảy trong khoảng 30 s trước khi đốt ngọn lửa hydro-oxy bằng nền hoặc dụng cụ mỗi lửa điện, tuyệt đối không dùng diêm.

### CHÚ Ý – Phải dùng kính bảo hộ (xem 5.2.2).

#### CHÚ THÍCH

- 1) Qui trình này sẽ thay đổi khi đốt một số mẫu khí (xem 8.6.1).
- 2) Khi đèn chứa tràn đầy hydro, thao tác cẩn thận để hydro chỉ còn lại đến miệng đèn, không thể tràn vào buồng đốt, nếu không có thể xuất hiện sự cố hỏng hóc khi đốt đèn.

Đặt lại đèn hút (21) tránh để buồng đốt (20) tiếp xúc với ngọn lửa hydro-oxy. Dùng van thượng nguồn của lưu lượng kế (4) điều chỉnh lưu lượng hydro sao cho ngọn lửa hydro-oxy có chiều dài từ 10 mm đến 20 mm. Điều này sẽ gây ra sự tụt áp suất ở đồng hồ chân không (11). Lại điều chỉnh chân không cho tới áp suất từ 13,5 kPa đến 35 kPa (từ 0,135 bar - 0,35 bar) bằng van chân không (9). Việc giữ mức chân không này để có được sự đốt đều đặn là vô cùng quan trọng.

Trong thời gian đốt, nếu thực hiện phép thử mẫu trắng các chất khí thì phải lưu ý các chú thích này.

### 8.4.2 Đèn đốt sản phẩm dạng rắn (xem Hình 2)

Áp dụng 8.4.1 để đốt ngọn lửa hydro-oxy trong đèn đốt các sản phẩm dạng rắn (21).

## 8.5 Kiểm soát việc cung cấp dung dịch hấp thụ

Vặn khóa vòi (18) sao cho việc cấp dung dịch hấp thụ đạt tốc độ từ 1 giọt/s đến 5 giọt/s.

## 8.6 Đốt mẫu thử

### 8.6.1 Các mẫu thử khí (nói chung)

8.6.1.1 Trong qui trình chung, mẫu được đốt trong ngọn lửa oxy-hydro, tuy nhiên các mẫu thử khí tự nhiên thường có hàm lượng lưu huỳnh rất thấp (xấp xỉ 1 mg/kg) và cần đốt một lượng lớn mẫu.

## TCVN 6021 : 2008

Với những mẫu như vậy, không cần ngọn lửa hydro-oxy, có thể đốt những khí này trực tiếp trong dòng oxy như trong 8.6.2.

**CHÚ THÍCH** Các qui trình trong 8.6.1 và 8.6.2 liên quan tới các mẫu thử được lấy trực tiếp từ khối mẫu hoặc từ thùng chứa lớn. Ngoài ra, mẫu thử có thể là toàn bộ lượng chứa trong một bình chứa mẫu khí thích hợp, lượng mẫu thử có thể xác định bằng cách cân bình chứa trước và sau quá trình đốt. Điều quan trọng là phải đảm bảo sao cho tất cả các mẫu thử được chuyển tới buồng đốt.

**8.6.1.2** Cho mẫu thử khí chảy từ bình chứa mẫu qua van chính xác và đồng hồ đo khí khô vào trong đường cấp mẫu thử của đèn hút (21), có thể đặt một van an toàn giảm áp trước đồng hồ đo khí.

Điều chỉnh van chân không (9) và khóa van (23) sao cho ngọn lửa có chiều cao xấp xỉ 3/4 chiều dài buồng đốt (20), cẩn thận để ngọn lửa không bị kéo dài chạm vào cuộn ngưng tụ của ống sinh hàn.

Đảm bảo trong suốt quá trình đốt, đồng hồ chân không (11) luôn hiển thị mức chân không ổn định.

**8.6.1.3** Khi đã đốt cháy một thể tích đủ của mẫu thử (xem Bảng 1) đóng van đồng hồ đo khí. Tháo kẹp nối giữa đồng hồ đo khí và đường dẫn mẫu thử để tất cả cặn khí trong đường dẫn mẫu thử đi vào đèn hút (21) và được đốt cháy. Đóng khóa (18) để cắt dòng dung dịch hấp thụ.

**CHÚ THÍCH** Nếu mẫu khí thử được chứa trong một bình, khi mẫu thử được đốt hoàn toàn thì lấy ra hai phần hỗn hợp toluen/dầu mỏ nhẹ, mỗi phần có thể tích tương ứng với xấp xỉ 2 % thể tích của bình chứa (4.3) cho vào trong bình chứa mẫu để hòa tan hết các phần cặn của mẫu còn trong bình và sau đó đốt từng phần trong ngọn lửa hydro-oxy.

**8.6.1.4** Cắt dòng hydro bằng cách đóng van thượng nguồn của lưu lượng kế (4). Khi đỉnh đèn rõ ràng không còn những hạt đồ rục, cắt cả hai dòng oxy bằng cách đóng van thượng nguồn của lưu lượng kế (3) và (5) và tháo ngay đèn hút ra khỏi buồng đốt.

**8.6.1.5** Phun nước cất từ bình nước lên thành bên trong buồng đốt để rửa tất cả các sản phẩm đốt cháy còn dính lại qua bộ phận làm lạnh và tháp hấp thụ rồi chảy vào bình định mức (13).

**8.6.1.6** Quay khóa ba chạc (14) về vị trí (b) để làm giảm bớt chân không trong bình định mức (13) và sau đó tháo nó ra. Đóng van chân không (9) và mở khóa (10).

**CHÚ THÍCH** Nếu đốt một loạt mẫu thử, không được tắt ngọn lửa khí hydro-oxy hoặc cắt chân không sau khi đốt từng mẫu để chuẩn bị thiết bị cho lần đốt tiếp theo. Sau khi đốt mẫu đầu tiên, ngừng cấp dung dịch hấp thụ, và tháo đèn (21) ra khỏi buồng đốt (20). Sau khi phun nước cất qua buồng đốt (xem 8.1.6.5) thay bình định mức cổ hẹp (13) bằng bình khác và lắp lại đèn vào trong buồng đốt.

### 8.6.2 Các mẫu thử khí (hàm lượng lưu huỳnh thấp)

**8.6.2.1** Tháo đường cấp hydro tới đèn hút (21) và thế vào đó nối đường cấp mẫu thử cho khí, đường cấp này cần có van chính xác cao và đồng hồ đo khí khô (5.1.16) và có thể có van an toàn giảm áp ở trước đồng hồ. Chuẩn bị thiết bị như qui định từ 8.1 đến 8.3 nhưng không đốt đèn như 8.4.

**8.6.2.2** Tháo đèn hút (21) ra khỏi buồng đốt (20) cho mẫu thử khí chảy qua van chính xác và đồng hồ đo khí khô vào đèn. Đóng khóa (23). Để khí chảy tự do trong khoảng 30 s trước khi đốt đèn,



dùng nền hoặc dụng cụ châm lửa điện. Không dùng diêm. Đặt lại đèn vào buồng đốt, tránh để đầu nối buồng đốt tiếp xúc với ngọn lửa. Điều chỉnh van chân không (9) và van chính xác của đường cấp mẫu thử khí sao cho ngọn lửa xấp xỉ 3/4 chiều dài buồng đốt (20). Cần thận để ngọn lửa không bị kéo dài chạm vào cuộn ngưng tụ của ống sinh hàn. Cần đảm bảo trong suốt quá trình đốt, đồng hồ chân không (11) luôn hiển thị mức chân không ổn định.

**8.6.2.3** Khi đã đốt đủ một thể tích mẫu (xem Bảng 1), đóng van chính xác, tháo đầu nối giữa đồng hồ và đường cấp khí để tắt cả cặn khí trong đường cấp khí đi vào đèn hút và được đốt hết, càng nhiều càng tốt. Với những mẫu thử có hàm lượng lưu huỳnh thấp, phần mẫu không cháy phải đủ nhỏ để không gây sai số lớn. Đóng khóa (18) để cắt dòng dung dịch hấp thụ.

CHÚ THÍCH: Nếu mẫu khí thử được chứa trong một bình, thì tiến hành như đã nêu trong 8.6.1.3.

**8.6.2.4** Khi nhìn đỉnh đèn thấy không còn những hạt đỏ rục thì cắt cả hai dòng oxy bằng cách đóng các van thượng nguồn của lưu lượng kế (3) và (5) và tháo ngay đèn hút ra khỏi buồng đốt. Tiến hành như trong 8.6.1.5 và 8.6.1.6 (không áp dụng phần chú thích).

### **8.6.3 Mẫu thử là khí dầu mỏ hóa lỏng**

Chuyển một phần mẫu thử ở dạng lỏng từ vật chứa vào bình chứa mẫu thử. Từ bình này cho chất lỏng đi qua một cuộn hóa hơi ở nhiệt độ từ 60 °C đến 80 °C, và cho khí thu được đi qua đường cấp mẫu thử tới đèn hút (21).

Điều chỉnh kích thước ngọn lửa như đã nêu tại 8.6.1.2 (trường hợp này không áp dụng đoạn đầu của 8.6.1.2), điều chỉnh lại tốc độ dòng oxy nếu cần, và hoàn tất việc đốt mẫu (xem Chú thích trong 8.6.4.2). Tiến hành như các điều từ 8.6.1.3 đến 8.6.1.6. Tính lượng mẫu thử đã dùng từ hiệu số khối lượng bình chứa mẫu trước và sau khi đốt. Nói chung cần từ 30 g đến 50 g mẫu là đủ.

### **8.6.4 Mẫu thử dạng lỏng**

Những phân đoạn hydrocarbon dầu mỏ lỏng và kể cả dầu đốt lò nhẹ (FO) có thể được đốt bằng cách dẫn trực tiếp vào trong ngọn lửa hydro-oxy. Các dầu bôi trơn không chứa phụ gia tạo tro và các hydrocarbon dầu mỏ có độ nhớt cao hơn dầu đốt lò nhẹ cũng có thể được đốt trong thiết bị lắp ráp theo Hình 1, sau khi pha loãng bằng hỗn hợp toluen/dầu mỏ nhẹ (4.3).

**Chú ý – Các chất lỏng có độ bay hơi như của isopentan có thể gây nổ. Vì vậy cần trộn mẫu thử với dung môi có điểm sôi cao trước khi đốt, ví dụ iso-octan.**

**8.6.4.1** Cân lượng mẫu (xem Bảng 1) chính xác tới 0,05 g, cho vào bình chứa (22) đã cân bi. Đặt bình có mẫu lên trên giá đỡ có thể điều chỉnh, dưới đầu hồ của đường cấp tới đèn hút (21). Nâng bình chứa lên cho tới khi đường cấp chạm đáy bình chứa.

**8.6.4.2** Cần thận tăng chân không bằng van chân không (9) để mẫu thử được đưa từ từ vào trong ngọn lửa hydro-oxy, điều chỉnh van chân không (9) cho tới khi ngọn lửa đốt cao xấp xỉ 3/4 chiều dài

## TCVN 6021 : 2008

buồng đốt (20) tương ứng với tốc độ đốt xấp xỉ từ 3 ml/min đến 5 ml/min. Đảm bảo ngọn lửa hoàn toàn không khói và không bị kéo dài chạm vào cuộn ngưng tụ của ống sinh hàn.

**CHÚ THÍCH** Nếu mẫu thử không cháy, kiểm tra số đo áp suất của đồng hồ chân không (11). Có thể tăng cường độ đốt bằng cách điều chỉnh van thượng nguồn của lưu lượng kế (3) để tăng tốc độ của dòng oxy phụ. Điều chỉnh lại áp suất đồng hồ chân không (11).

Có thể cải thiện việc đốt bằng cách dùng khóa (23) giảm lưu lượng chất lỏng trong đường cấp mẫu thử.

**8.6.4.3** Khi mẫu được đốt hoàn toàn, lấy hai phần, mỗi phần 2 ml etanol (4.2) cho vào bình chứa mẫu thử (22) để rửa hết những cặn chưa cháy và đốt từng phần trong ngọn lửa hydro-oxy. Để rửa các sản phẩm dầu mỡ có điểm sôi cao hơn, dùng hỗn hợp toluen/dầu mỡ nhẹ (4.3).

**8.6.4.4** Cắt dòng oxy và hydro theo cách đã nêu ở 8.6.1.4 và tháo bình định mức (13). Đóng van chân không (9) và mở khóa (10). Tiến hành như 8.6.1.5 và 8.6.1.6.

**CHÚ THÍCH** Nếu đốt hàng loạt mẫu xem Chú thích 8.6.1.6.

### **8.6.5 Mẫu xăng pha chì (xem Chú thích trong điều 12.2).**

#### **8.6.5.1 Cách tiến hành**

Nếu biết chính xác hàm lượng chì của mẫu thì áp dụng qui trình đốt trực tiếp nêu trong 8.6.5.3.

Tuy nhiên nếu không biết hàm lượng chì, hoặc biết mà

$$\text{giá trị nồng độ chì} \times \frac{32}{207}$$

là đáng kể đối với nồng độ lưu huỳnh thì áp dụng phương pháp chiết 8.6.5.2 sẽ tốt hơn.

**CHÚ THÍCH:** Nếu sử dụng qui trình 8.6.5.3, chì oxit được tạo ra trong quá trình đốt có thể ngưng tụ trên đèn và kết quả không ổn định. Hơn nữa vết chì oxit có thể còn lại trong hệ thiết bị, gây cản trở cho các phép thử trên mẫu không chứa chì, nếu sử dụng phương pháp Thorin (9.1).

#### **8.6.5.2 Xăng có hàm lượng chì chưa biết**

Cho khoảng 100 ml mẫu và 50 ml dung dịch axit clohydric (4.6) vào dụng cụ chiết (xem Hình 4). Để tránh thất thoát các thành phần dễ bay hơi, cho dòng nước đá chảy qua sinh hàn ngược, chiết trong 5 min kể từ khi bắt đầu sôi. Sau khi làm lạnh và để cho các pha tách ra khỏi nhau, rút lớp axit clohydric ra và bỏ đi. Dùng nước rửa lớp xăng cho tới khi nước rửa trung tính với metyl da cam. Sau đó lớp xăng được đốt như một mẫu thử lỏng.

**CHÚ THÍCH:** Nếu sử dụng phương pháp chuẩn độ độ đục (Turbidimetric) như 9.3 thì có thể bỏ bước chiết tách, và mẫu thử được đốt như một mẫu lỏng (xem 8.6.4). Nếu bỏ chiết tách, thì chỉ dùng phương pháp chuẩn độ đục.

#### **8.6.5.3 Xăng có hàm lượng chì đã biết**

Đốt mẫu thử, không cần chiết tách và sử dụng phương pháp Thorin (9.1), áp dụng hiệu chỉnh hàm lượng chì như 9.1.7.2 để tính hàm lượng lưu huỳnh (xem 9.1.7.1).

### 8.6.6 Mẫu thử quá nhớt hoặc rắn

Đốt mẫu thử nhớt hoặc rắn trong tổ hợp lắp ráp như Hình 2, dùng thuyền đốt (22) và dòng oxy trực tiếp, trừ khi mẫu được pha loãng trước bằng hỗn hợp toluen/dầu mỏ nhẹ (4.3) và đốt như chất lỏng (xem 8.6.4). Nhựa đường và các vật liệu tương tự chứa dung môi thường được đốt như chất lỏng sau khi pha loãng.

Cân mẫu trong thuyền đốt một lượng chính xác mẫu thử (xem Bảng 1). Châm ngọn lửa hydro-oxy như mô tả trong 8.4.2. Tháo đầu nối thủy tinh của đường cấp oxy phụ ra khỏi đèn đốt chất rắn (21) trong khi khóa (23) đang mở. Đặt thuyền đốt vào trong đèn đốt sản phẩm rắn và dùng một que đẩy, đẩy vào giữa đèn. Đặt lại đầu nối của đường cấp oxy phụ và đèn đốt sản phẩm rắn. Đóng khóa (23) và đặt đèn bunsen (5.1.18) với ngọn lửa nóng bên dưới đèn đốt sản phẩm rắn, sao cho ngọn lửa đèn bunsen ở phía trước thuyền đốt khoảng 20 mm. Sau vài giây ống đèn đốt sản phẩm rắn sẽ đổ rục lên. Nhiệt phát ra từ phần đổ rục của ống sẽ hóa hơi và đốt mẫu thử ở gần đầu của thuyền đốt. Mẫu thử được đốt trong dòng oxy trong vòng vài giây.

Để ngăn chặn các phần tử rắn không cháy có thể chui vào ống mao dẫn thượng nguồn của buồng đốt, gài một miếng bông thủy tinh vào trong phần chóp nhọn giữa buồng đốt và mao dẫn đèn.

Tùy thuộc vào độ bay hơi và nhiệt độ đốt của sản phẩm, có thể cần thay đổi khoảng cách giữa ngọn lửa đèn bunsen và ống đốt để bắt đầu đốt mẫu thử.

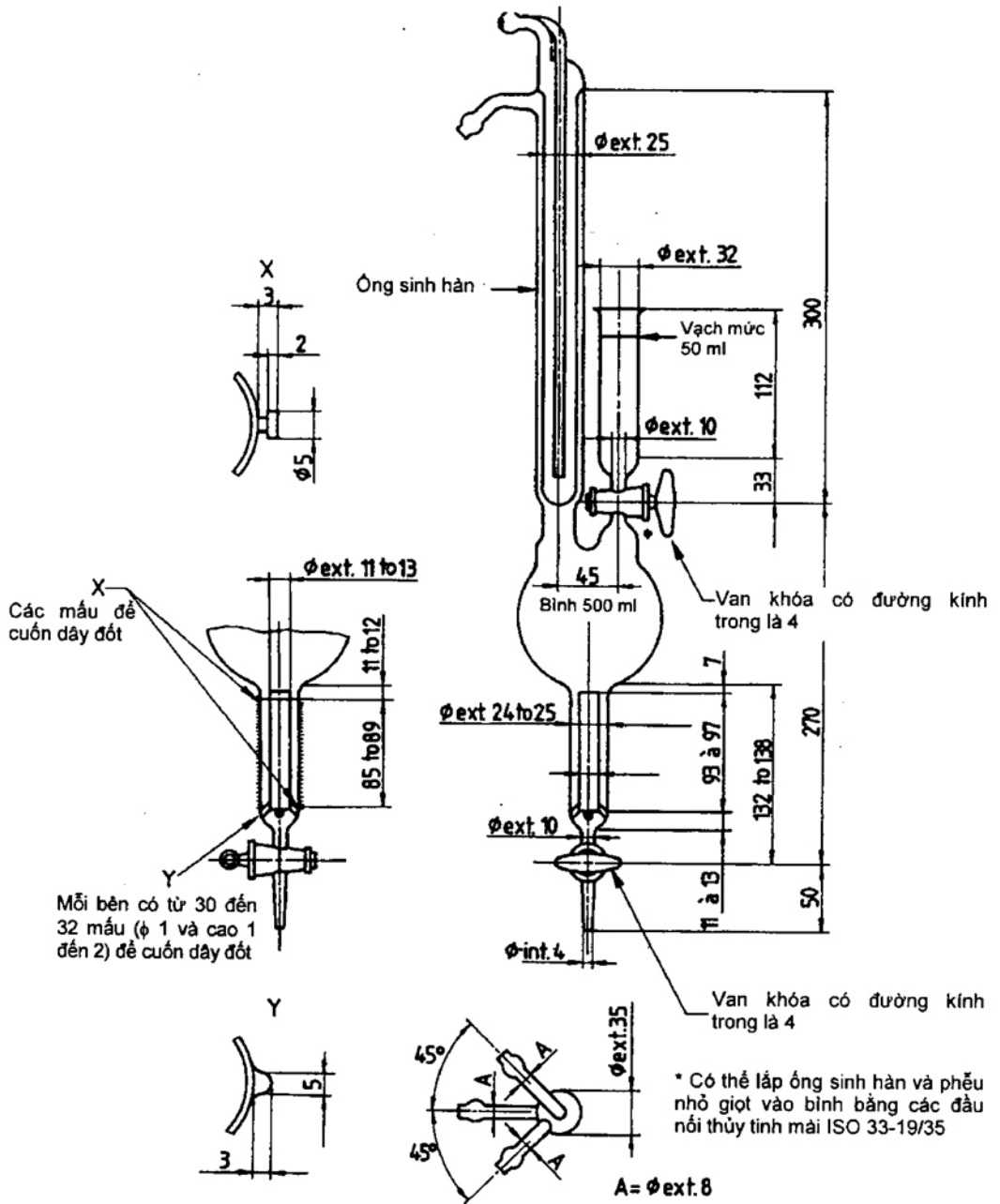
Sau khi đốt mẫu thử trong thuyền đốt, di chuyển đèn bunsen dọc theo buồng đốt sản phẩm rắn để đốt hết cặn lưu huỳnh.

Để tăng tốc độ đốt nóng ống đèn sản phẩm rắn, có thể sử dụng thêm một đèn bunsen hoặc một đèn tương tự thứ hai.

**8.6.6.1** Khi việc đốt mẫu đã hoàn thành, đóng khóa (18) để cắt dòng dung dịch hấp thụ, sau đó mở khóa (23) để làm cho thông hơi buồng đốt. Tháo thuyền đốt ra khỏi đèn sản phẩm rắn, qua chỗ nối thủy tinh đã được mở.

Phun nước cất từ bình phun nước qua đèn sản phẩm rắn vào trong ngọn lửa để rửa hết các hạt cặn còn dính vào ống mao dẫn đèn trong ngọn lửa hydro-oxy.

**8.6.6.2** Cắt dòng hydro và oxy theo qui trình 8.6.1.4 và tiến hành như trong 8.6.1.5 và 8.6.1.6.



Hình 4 - Thiết bị chiết tách

## 9 Xác định lưu huỳnh hấp thụ

Tùy thuộc vào hàm lượng lưu huỳnh của mẫu thử hoặc sự có mặt của ion gây nhiễu, xác định ion sunfat trong dung dịch hấp thụ hoặc theo phương pháp chuẩn độ bằng mắt (9.1), phương pháp chuẩn độ đục khuếch tán (9.2), phương pháp chuẩn độ đục hấp thụ (9.3) hoặc phương pháp điện lượng (9.4).

Xác định nhanh nhất là chuẩn độ bằng mắt như nêu trong 9.1. Tuy nhiên điều kiện tiên quyết để áp dụng là không có các cation trong dung dịch hấp thụ. Cần phải loại trừ các cation có mặt bằng chất trao đổi cation. Không dùng phương pháp chuẩn độ bằng mắt khi có mặt ion phát phát. Việc gây cản trở bởi các anion khác là không đáng kể và có thể bỏ qua.

### 9.1 Chuẩn độ bằng mắt

#### 9.1.1 Phạm vi

Xem Bảng 1.

#### 9.1.2 Các cản trở

Khi dùng phương pháp Thorin thì nồng độ clo và nitơ trong mẫu thử có lớn hơn lưu huỳnh vài lần cũng không gây cản trở. Flo sẽ gây cản trở nếu nồng độ cao hơn 30 % của hàm lượng lưu huỳnh. Phốt pho và các cation có gây cản trở. Các ion natri, kali, kẽm, magiê và amoni làm giảm kết quả từ 2 % đến 3 % do cộng kết, các cation tạo sunfat không tan gây cản trở đáng kể và nhiều ion kim loại khác gây cản trở do tạo ra các phức màu với Thorin trong dung dịch rượu. Sự có mặt của đa số các sản phẩm này gây cản trở không đáng kể, nhưng chúng loại trừ việc sử dụng phương pháp này đối với hầu hết các dầu bôi trơn chứa phụ gia.

#### 9.1.3 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích chỉ dùng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và chỉ dùng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

##### 9.1.3.1 2-propanol (rượu isopropylic)

##### 9.1.3.2 Bari peclorat, các dung dịch tiêu chuẩn

a) Dung dịch tiêu chuẩn (1). Cân 10,6 g bari peclorat  $[Ba(ClO_4)_2]$  hoặc 12,2 g bari peclorat trihydrat  $[Ba(ClO_4)_2 \cdot 3H_2O]$  và hòa tan trong 200 ml nước, pha loãng đến 1 000 ml bằng rượu isopropylic (9.1.3.1), điều chỉnh tới pH = 3,5 bằng axit pecloric. Chuẩn hóa dung dịch này bằng dung dịch tiêu chuẩn axit sunfuric  $c(H_2SO_4) = 0,005 \text{ mol/l}$ .

1 ml dung dịch tiêu chuẩn này tương đương với 1 mg lưu huỳnh.

b) Dung dịch tiêu chuẩn (2). Pha loãng chính xác dung dịch tiêu chuẩn (1) theo tỷ lệ (1 + 19)

1 ml dung dịch tiêu chuẩn này tương đương với 50  $\mu\text{g}$  lưu huỳnh.

## **TCVN 6021 : 2008**

### **9.1.3.3 Dung dịch chỉ thị**

a) Thorin, muối dinatri của axit benzenearsonic [2-(2, hydroxy 3,6 disunfo, 1, naphtylazo] dung dịch nước 0,2 % khối lượng.

**CẢNH BÁO – Thorin độc khi hít và khi tiếp xúc với da.**

b) Metylen xanh (C.I.52015) dung dịch nước 0,01 % khối lượng.

**CHÚ THÍCH** Có thể thay các dung dịch chỉ thị a) và b), bằng cách dùng dimetyl sunfonazo III [2,7 bis (4-metyl - 2 sunfonylazo) axit cromotropic].

Bảo quản các dung dịch chỉ thị trong bình thủy tinh hoặc chai polyetylen.

### **9.1.4 Thiết bị, dụng cụ**

**9.1.4.1** Các pipet một vạch, để chuyển các lượng nhỏ.

**9.1.4.2** Bình nón, cổ rộng, dung tích 250 ml.

**9.1.4.3** Buret, 25 ml, có vạch chia 0,05 ml, hoặc một máy chuẩn độ tự động.

### **9.1.5 Cách tiến hành**

Pha dung dịch hấp thụ trong bình định mức cổ hẹp (13) tới vạch mức bằng nước và trộn thật kỹ. Dùng pipet (9.1.4.1) lấy một phần (xem Bảng 1) dung dịch hấp thụ cho vào bình nón (9.1.4.2) và thêm bốn phần rượu 2-isopropylic (9.1.3.1). Thêm bốn giọt dung dịch chỉ thị Thorin (9.1.3.3 a) cũng có thể thêm năm giọt metylen xanh (9.1.3.3 b) đối với từng 50 ml dung dịch hấp thụ.

Tỷ số giữa dung dịch chỉ thị Thorin (9.1.3.3 a) và metylen xanh (9.1.3.3 b) có thể biến đổi tùy người làm cũng như khi cần thiết.

Chuẩn độ với dung dịch tiêu chuẩn bari peclorat (9.1.3.2 (1)) hoặc (2) tùy theo nồng độ của ion sunfat cho tới khi mẫu chuyển từ màu vàng sang hồng hoặc có mặt của metylen xanh từ xanh lá cây sang đỏ tím/ xám.

Rất khó nhận ra điểm cuối Thorin trong một số dạng ánh sáng, đặc biệt là ánh sáng huỳnh quang và ánh sáng mặt trời trực tiếp. Có thể thu được kết quả tốt bằng chuẩn độ trước đèn neon ánh sáng trắng.

Sự chuyển màu có thể được phát hiện rất dễ bằng quang phổ tại bước sóng 520 nm.

### **9.1.6 Xác định mẫu trắng**

Tiến hành xác định mẫu trắng bằng cách đốt oxy và hydro trong một thời gian bằng thời gian đốt mẫu và thực hiện qui trình nêu trong 9.1.5.

### **9.1.7 Tính kết quả**

#### **9.1.7.1 Trường hợp không có chỉ**

Tính hàm lượng lưu huỳnh S, bằng miligam trên kilogam (phần triệu) theo công thức (1) hoặc tính bằng miligam trên mét khối ở 0 °C và áp suất 103,1 kPa (1 013 mbar) theo công thức (2) hoặc phần trăm khối lượng theo công thức (3):

$$S = \frac{(V_1 - V_0) \times T}{m_0} \times \frac{V_3}{V_2} \quad (\text{mg/kg}) \quad (1)$$

$$S = \frac{(V_1 - V_0) \times T}{V_4} \times \frac{V_3}{V_2} \quad (\text{mg/m}^3) \quad (2)$$

$$S = \frac{V_4}{(V_1 - V_0) \times T} \times \frac{V_2}{V_3} \quad (\% \text{ khối lượng}) \quad (3)$$

trong đó

- $V_0$  thể tích dung dịch bari peclorat đã dùng đối với mẫu trắng, tính bằng mililit;
- $V_1$  thể tích dung dịch bari peclorat đã dùng đối với dung dịch hấp thụ, tính bằng mililit;
- $V_2$  phần dung dịch hấp thụ đã lấy, tính bằng mililit;
- $V_3$  tổng thể tích của dung dịch hấp thụ, tính bằng mililit;
- $V_4$  thể tích mẫu thử ở 0 °C và áp suất 101,3 kPa (1 013 mbar), tính bằng lít;
- $T$  đương lượng lưu huỳnh của dung dịch bari peclorat đã dùng, tính bằng microgam trên mililit;
- $m_0$  khối lượng mẫu thử, tính bằng gam.

#### 9.1.7.2 Trường hợp có chì

Nếu đã biết hàm lượng chì, tính kết quả theo công thức (4).

$$S = S (\text{biểu kiến}) + (172,7 \times Pb) \quad (4)$$

trong đó

- $S$  (biểu kiến) hàm lượng lưu huỳnh tính theo công thức (1), tính bằng miligam trên kilogam;
- $Pb$  hàm lượng chì, tính bằng gam trên lít.

Phương pháp hiệu chỉnh hàm lượng chì của mẫu thử này không dùng cho các mẫu thử chứa ít hơn 50 mg/kg lưu huỳnh.

## 9.2 Phương pháp đo độ đục khuếch tán

### 9.2.1 Phạm vi

Xem Bảng 1.

### 9.2.2 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích chỉ dùng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và chỉ dùng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

#### 9.2.2.1 Hỗn hợp etanol/glycerin

Trộn 2 thể tích etanol ( $C_2H_5OH$ ) 99 % thể tích với một thể tích glycerin [ $C_3H_6O(OH)_2$ ].

## TCVN 6021 : 2008

### 9.2.2.2 Bari nitrat

Rây kỹ và cẩn thận các tinh thể bari nitrat [ $Ba(NO_3)_2$ ] qua rây có kích thước lỗ danh nghĩa từ 150  $\mu m$  đến 300  $\mu m$ . Không nghiền và tránh không làm vón bột, vì kích thước tinh thể bari nitrat ảnh hưởng độ đục.

### 9.2.2.3 Axit clohydric, dung dịch

Pha loãng 77 ml axit clohydric đậm đặc (HCl)  $\rho_{20} = 1,19$  g/ml thành 1 000 ml bằng nước.

### 9.2.2.4 Lưu huỳnh, dung dịch tiêu chuẩn

a) Dung dịch A: Cho 62,4 ml dung dịch tiêu chuẩn axit sunfuaric ( $H_2SO_4$ ) 0,050 mol/l vào bình định mức 1 000 ml và thêm nước đến vạch mức.

1 ml dung dịch tiêu chuẩn này tương đương với 100  $\mu g$  lưu huỳnh.

b) Dung dịch B: Cho 10,00 ml dung dịch A vào bình định mức 100 ml và thêm nước đến vạch mức.

1 ml dung dịch tiêu chuẩn này tương đương với 10  $\mu g$  lưu huỳnh.

## 9.2.3 Thiết bị, dụng cụ

### 9.2.3.1 Đục kế khuếch tán và đồng hồ đo điện

Đục kế khuếch tán được lắp bộ lọc có độ truyền qua cực đại tại 415 nm. Các cuvet đo cần có kích thước phù hợp với lượng dung dịch thử đã dùng.

9.2.3.2 Buret, 10 ml, có vạch chia 0,05 ml.

9.2.3.3 Cốc, dạng cao thành, có mỏ, dung tích 250 ml.

9.2.3.4 Bình định mức, dung tích 50 ml.

9.2.3.5 Các pipet một vạch mức, để chuyển các lượng nhỏ của dung dịch hấp thụ.

9.2.3.6 Các pipet một vạch, dung tích 10 ml.

### 9.2.4 Xây dựng đường cong hiệu chuẩn

9.2.4.1 Dùng buret lấy 0,25 - 0,50 - 0,75 - 1,00 - 1,50 - 2,00 - 3,00 và 5,00 ml dung dịch lưu huỳnh tiêu chuẩn A (9.2.2.4) cho vào tám bình định mức 50 ml. Thêm vào mỗi bình 1,0 ml axit clohydric loãng (9.2.2.3), thêm nước vào cho đến vạch và lắc kỹ. Tiến hành phép thử trắng bằng cách đốt hydro và oxy trong khoảng thời gian như đã đốt mẫu, và nếu thể tích dung dịch hấp thụ đủ thấp, chuyển hết sang bình định mức 50 ml và làm theo qui trình nêu trong đoạn một và ba của 9.2.5. Nếu cần giảm thể tích, thì áp dụng qui trình nêu trong đoạn hai và ba của 9.2.5. Rót lượng chứa trong từng bình kể cả mẫu trắng vào chín cốc dung tích 100 ml.

9.2.4.2 Dùng pipet thêm vào mỗi cốc 10,0 ml  $\pm$  0,1 ml hỗn hợp etanol/glycerin (9.2.2.1) và trộn trong 3 min bằng máy khuấy từ. Chọn tốc độ khuấy đủ chậm để tránh bắn tung tóe. Duy trì tốc độ này trong suốt toàn bộ qui trình. Để yên các dung dịch trong 4 min và thêm vào dung dịch 0,30 g



bari nitrat (9.2.2.2). Lượng chính xác bari nitrat không quá khắt khe mà có thể được thêm từ một cái môi nhỏ. Khuấy bằng máy khuấy từ trong 1 min và để yên trong 4 min. Chuyển vào cuvet của đục kế khuếch tán và đọc ngay trên đồng hồ đo điện.

#### 9.2.4.3 Lập lại qui trình trên cho bảy chất chuẩn hiệu chuẩn và trên mẫu trắng.

Chuẩn bị đồ thị hàm lượng lưu huỳnh, theo số microgam, ứng với số đọc của đục kế khuếch tán. Thu được đồ thị là đường thẳng.

Nếu hàm lượng lưu huỳnh được xác định là quá thấp, xây dựng đường cong hiệu chuẩn theo qui trình trên nhưng pha các dung dịch định chuẩn từ dung dịch B (9.2.2.4 b) theo các thể tích 1,0 - 2,0 - 3,0 - 4,0 - 5,0 - 8,0 - 10 ml và vẽ đồ thị hàm lượng lưu huỳnh, theo số microgam, ứng với số đọc của đục kế khuếch tán.

Để kiểm tra độ lệch có thể có, hàng ngày kiểm tra đường cong hiệu chuẩn bằng cách thực hiện phép đo đơn giản, lấy dung dịch tiêu chuẩn gần dải trung bình của bất cứ đường cong nào.

#### 9.2.5 Cách tiến hành

Nếu cần toàn bộ dung dịch hấp thụ trong bình định mức cổ hẹp (13) theo qui định và thể tích không quá lớn, chuyển hết sang bình định mức 50 ml. Cũng có thể giảm thể tích theo qui trình nêu dưới đây. Nếu một lượng nhỏ (xem Bảng 1) của dung dịch hấp thụ, pha loãng lượng trong bình định mức (13) đến vạch mức bằng nước cất và trộn kỹ. Nếu thể tích phần mẫu không quá lớn, dùng pipet chuyển sang bình định mức 50 ml.

Nếu thể tích dung dịch hấp thụ hoặc phần mẫu yêu cầu là quá lớn đối với việc chuyển sang bình 50 ml thì chuyển hết toàn bộ thể tích phần mẫu sang cốc 250 ml (9.2.3.3) và làm bay hơi trên bếp điện kín (KHÔNG LÀM BAY HƠI TRÊN NGỌN LỬA) cho tới khi thể tích giảm còn 25 ml. Chuyển hết lượng này sang bình định mức 50 ml.

Trong mỗi trường hợp, thêm 1 ml dung dịch axit clohydric (9.2.2.3) và pha loãng tới vạch.

Rót toàn bộ lượng chứa trong bình vào cốc 100 ml và tiến hành như qui định đối với dung dịch hiệu chuẩn (9.2.4.2).

Chuyển số đọc đục kế khuếch tán sang khối lượng lưu huỳnh, bằng cách dùng một trong hai đường cong hiệu chuẩn tương ứng.

CHÚ THÍCH: Nếu hàm lượng lưu huỳnh của mẫu trắng lớn hơn 4 µg thì kết quả là không đáng tin cậy.

#### 9.2.6 Tính toán kết quả

Tính hàm lượng lưu huỳnh S theo miligam trên kilogam (phần triệu) theo công thức (5) hoặc tính bằng miligam trên mét khối ở 0 °C và áp suất 101,3 kPa (1013 mbar) theo công thức (6) hoặc phần trăm khối lượng theo công thức (7).

$$S = \frac{m_1}{m_0} \times \frac{V_3}{V_2} \quad (\text{mg/kg}) \quad (5)$$

## TCVN 6021 : 2008

$$S = \frac{m_1}{V_4} \times \frac{V_3}{V_2} \quad (\text{mg/m}^3) \quad (6)$$

$$S = \frac{m_1}{m_o} \times \frac{1}{10^4} \times \frac{V_3}{V_2} \quad (\% \text{ khối lượng}) \quad (7)$$

trong đó

- $m_o$  khối lượng của phần mẫu thử, tính bằng gam;
- $m_1$  khối lượng lưu huỳnh thu được từ đường hiệu chuẩn, tính bằng microgam;
- $V_2$  thể tích phần lượng nhỏ của mẫu thử đã lấy, tính bằng mililit;
- $V_3$  tổng thể tích của dung dịch hấp thụ, tính bằng mililit;
- $V_4$  thể tích lượng nhỏ của mẫu thử ở 0 °C và áp suất 101,3 kPa (1 013 mbar), tính bằng lít.

### 9.3 Phương pháp chuẩn độ độ đục hấp thụ

#### 9.3.1 Phạm vi

Xem Bảng 1.

#### 9.3.2 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích chỉ dùng các thuốc thử loại tinh khiết phân tích và chỉ dùng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

##### 9.3.2.1 Bari clorua, dung dịch tiêu chuẩn

Hòa tan 0,38 g bari clorua dihidrat ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) trong nước, trong bình định mức một vạch 1 000 ml và thêm nước cho tới vạch.

Để chuẩn hóa các dung dịch bari clorua dùng pipet lấy 2,00 ml dung dịch axit sulfuric tiêu chuẩn  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,0025 \text{ mol/l}$ , cho vào bình nón 250 ml chứa khoảng 25 ml nước. Thêm 1,0 ml dung dịch natri clorua (9.3.2.4), cho bay hơi và chuẩn độ như 9.3.4. Tính lượng lưu huỳnh tương đương với dung dịch bari clorua. 1 ml dung dịch này tương đương với 50  $\mu\text{g}$  lưu huỳnh.

##### 9.3.2.2 Dung dịch làm đồng tụ

Hòa tan 20 g magie clorua hexahydrat ( $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) và 3,5 g amoni clorua ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) trong 1 000 ml nước. Điều chỉnh để có pH từ 8,0 đến 8,2 bằng dung dịch amoni hydroxit ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) đậm đặc.

##### 9.3.2.3 Metanol

##### 9.3.2.4 Natri clorua, dung dịch 100 g/l

Hoà tan 100 g natri clorua ( $\text{NaCl}$ ) trong 1 000 ml nước.

### 9.3.3 Thiết bị

**9.3.3.1 Máy quang phổ hấp thụ phân tử**, có bề rộng vạch hữu hiệu khoảng 50 nm, được trang bị ống quang điện nhạy với màu xanh sử dụng tại 450 nm, hoặc được trang bị thiết bị quang phổ với kính lọc màu có độ truyền cực đại tại xấp xỉ 450 nm.

**9.3.3.2 Các cuvet quang học**, có chiều dày 50 nm.

**9.3.3.3 Pipet một vạch**, để chuyển các lượng nhỏ của dung dịch hấp thụ.

**CHÚ THÍCH** Qui trình đã mô tả có độ hấp thụ thay đổi khoảng 0,1 đối với từng 100 µg lưu huỳnh trong 50 ml dung dịch được đo trong cuvet 50 mm. Các máy quang phổ sử dụng các cuvet mỏng hơn không đạt độ chụm qui định trong phương pháp này.

### 9.3.4 Cách tiến hành

Pha loãng dung dịch hấp thụ trong bình cổ hẹp (13) bằng nước cho đến vạch mức và trộn kỹ. Dùng pipet (9.3.3.3) chuyển các lượng nhỏ (xem Bảng 1) dung dịch hấp thụ vào cốc 250 ml. Cho thêm 1 ml dung dịch natri clorua (9.3.2.4). Cho bay hơi trên bếp điện kín (KHÔNG LÀM BAY HƠI TRÊN NGỌN LỬA) cho tới khi còn một lượng nhỏ, không ít hơn 1 ml.

Để nguội cốc và mẫu, sau đó thêm 5 ml dung dịch làm đông tụ (9.3.2.2), đảm bảo lượng chứa trong cốc hòa tan hết. Thêm 20 ml metanol (9.3.2.3) và chuyển hết lượng chứa trong cốc vào cuvet. Tráng cốc ba lần, mỗi lần với 10 ml metanol, dồn nước tráng vào cuvet, trộn kỹ bằng cánh khuấy.

**CHÚ THÍCH** Dung dịch ở giai đoạn này có thể bị vẩn đục do sự kết tủa của magie photphat nhưng không gây cản trở cho chuẩn độ độ đục.

Đặt cuvet vào máy quang phổ (9.3.3.1) và ghi số đọc ban đầu trên đồng hồ điện. Thêm từng lượng nhỏ đều đặn dung dịch bari clorua (9.3.2.1) từ buret xuống. Nếu hàm lượng lưu huỳnh nhỏ hơn 0,05 mg, thêm từng 0,1 ml, nếu hàm lượng lưu huỳnh đến 0,15 mg, thêm từng 0,2 ml, nếu hàm lượng lưu huỳnh lớn hơn 0,2 mg, thêm từng 0,5 ml. Sau mỗi lần thêm, dùng cánh khuấy trộn kỹ chất lỏng chứa trong cuvet, sau đó quan sát và ghi số đọc trên đồng hồ điện. Thêm ít nhất năm lần trước điểm uốn và tiếp theo bốn lần nữa.

Để loại trừ càng nhiều càng tốt ảnh hưởng của ánh sáng bên ngoài, nên đậy cuvet sau mỗi lần khuấy dung dịch thêm vào.

### 9.3.5 Phép xác định mẫu trắng

Tiến hành các phép thử mẫu trắng bằng cách đốt oxy và hydro trong khoảng thời gian bằng thời gian đốt mẫu, sau đó xác định và ghi thể tích dung dịch bari clorua (9.3.2.1) đã dùng trong qui trình nêu ở 9.3.4.

### 9.3.6 Tính toán kết quả

Vẽ đồ thị liên quan giữa thể tích dung dịch bari clorua (9.3.2.1) thêm vào, tính bằng milimét và số đo điện tương ứng. Nối các điểm vẽ được. Đường cong thu được gồm 2 phần, điểm giao cắt của tiếp tuyến với hai nhánh là điểm tương đương.

## TCVN 6021 : 2008

Tính hàm lượng lưu huỳnh S, được tính bằng miligam trên kilogam (phần triệu) từ công thức 8 hoặc được tính bằng miligam trên mét khối ở 0 °C và 101,3 kPa (1 013 bar) theo công thức (9) hoặc phần trăm khối lượng theo công thức (10).

$$S = \frac{(V_1 - V_0) \times T}{m_0} \times \frac{V_3}{V_2} \quad (\text{mg/kg}) \quad (8)$$

$$S = \frac{(V_1 - V_0) \times T}{m_0} \times \frac{V_3}{V_3} \quad (\text{mg/m}^3) \quad (9)$$

$$S = \frac{V_4}{(V_1 - V_0) \times T} \times \frac{V_2}{V_3} \quad (\% \text{ khối lượng}) \quad (10)$$

trong đó

- $V_0$  thể tích dung dịch bari clorua đã dùng cho mẫu trắng, tính bằng mililit;
- $V_1$  thể tích dung dịch bari clorua ở điểm tương đương, tính bằng mililit;
- $V_2$  thể tích phần mẫu đã lấy, tính bằng mililit;
- $V_3$  tổng thể tích của dung dịch hấp thụ, tính bằng mililit;
- $V_4$  thể tích mẫu thử ở 0 °C và áp suất 101,3 kPa (1 013 mbar), tính bằng lít;
- $T$  đương lượng lưu huỳnh của dung dịch bari clorua, tính bằng microgam trên mililit;
- $m_0$  khối lượng mẫu thử, tính bằng gam.

### 9.4 Phương pháp điện lượng

#### 9.4.1 Phạm vi

Xem Bảng 1.

#### 9.4.2 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích chỉ sử dụng các loại thuốc thử loại tinh khiết phân tích (TKPT).

**9.4.2.1 Nước cất 3 lần**, lần cất thứ ba có mặt kali hydroxit. Nước cất này được dùng để chuẩn bị các dung dịch và để rửa các thiết bị.

#### 9.4.2.2 Aceton

**9.4.2.3 Amoni hydroxit**, dung dịch 0,1 mol/l.

**9.4.2.4 Bromothymol xanh**, dung dịch chỉ thị 0,1 % khối lượng.

**9.4.2.5 Bari clorua**, dung dịch tiêu chuẩn

a) Hoà tan 0,38 g bari clorua dihidrat ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) trong nước (9.4.2.1) vào bình định mức 1 000 ml, thêm nước cùng loại đến vạch mức.

1 ml dung dịch tiêu chuẩn này tương đương với khoảng 50 µg lưu huỳnh.

b) Pha loãng dung dịch a) với nước (9.4.2.1) theo tỷ lệ (1 + 4). Cần pha dung dịch này hàng ngày.

1 ml dung dịch này tương đương với khoảng 10 µg lưu huỳnh.

Chuẩn hóa dung dịch bari clorua a) bằng phương pháp khối lượng và tính đương lượng lưu huỳnh của dung dịch; dùng dung dịch đã chuẩn này để chuẩn hóa dung dịch lưu huỳnh (9.4.2.6) theo qui trình đã nêu trong 9.4.4. Dung dịch lưu huỳnh đã được chuẩn hóa lại được dùng để kiểm tra dung dịch bari clorua b) khi cần, theo qui trình đã nêu trong 9.4.4.

#### 9.4.2.6 Lưu huỳnh, dung dịch tiêu chuẩn

Cho 31,2 ml dung dịch axit sunfuric chuẩn  $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,050 \text{ mol/l}$  vào trong một bình định mức 1 000 ml và pha loãng bằng nước (9.4.2.1) đến vạch.

1 ml dung dịch tiêu chuẩn này tương đương với 50 µg lưu huỳnh.

#### 9.4.3 Thiết bị, dụng cụ

9.4.3.1 Cầu đo độ dẫn, đọc trực tiếp, đủ nhạy cho phép hiệu chỉnh độ dẫn điện ban đầu.

9.4.3.2 Máy ghi, được ghép liền với thiết bị đo độ dẫn.

9.4.3.3 Buret tự động ghép liền đôi với bộ phận vẽ đồ thị

Tốc độ vẽ đồ thị đạt khoảng 60 mm/ml chất chuẩn.

9.4.3.4 Tổ hợp lắp ráp cực điện, có hằng số khoảng  $1,0 \text{ cm}^{-1}$

Loại thích hợp gồm hai cực, mỗi cực 10 mm × 10 mm được đặt cách nhau 10 mm.

9.4.3.5 Bình chuẩn độ, dung tích 300 ml, có vỏ bọc để kiểm soát nhiệt.

9.4.3.6 Bình ổn nhiệt, có bơm tuần hoàn để giữ cuvet ở nhiệt độ  $25 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,1 \text{ }^\circ\text{C}$ .

9.4.3.7 Máy khuấy từ.

9.4.3.8 Các pipet một vạch, để chuyển các lượng nhỏ của dung dịch hấp thụ.

Kiểm tra tính năng các thiết bị phân tích bằng cách sử dụng dung dịch lưu huỳnh tiêu chuẩn (9.4.2.6).

#### 9.4.4 Qui trình

Vẽ đường cong biểu thị mối liên quan giữa đường di động và thể tích đo được trên buret.

Nếu cần toàn bộ dung dịch hấp thụ trong bình định mức cổ hẹp (13) (xem Bảng 1), thì chuyển hết sang bình chuẩn độ (9.4.3.5). Nếu thể tích lớn hơn 50 ml, rót sang cốc 250 ml và cho bay hơi trên bếp điện kín (KHÔNG LÀM BAY HƠI TRÊN NGỌN LỬA) đến khi thể tích còn khoảng 25 ml. Chuyển hết lượng này vào bình chuẩn độ. Nếu cần, lấy lượng nhỏ của mẫu (xem Bảng 1) để pha loãng dung dịch hấp thụ trong bình định mức (13) bằng nước (9.4.2.1) cho đến vạch mức và trộn kỹ. Nếu thể tích của phần mẫu khoảng 50 ml hoặc nhỏ hơn, dùng pipet chuyển sang bình chuẩn độ. Nếu thể tích phần mẫu lớn hơn 50 ml, dùng pipet chuyển sang cốc 250 ml và giảm thể tích như đã nêu, chuyển lượng còn lại sang bình chuẩn độ.

## TCVN 6021 : 2008

Thêm vài giọt chỉ thị (9.4.2.4) và điều chỉnh pH tới 7,6 bằng dung dịch amoni hydroxit (9.4.2.3) để màu chuyển từ vàng sang xanh. Lượng dung dịch amoni hydroxit cần thiết không được quá một giọt.

Thêm vào bình chuẩn độ 200 ml aceton (9.4.2.2) (hoặc thể tích tương đương với bốn lần thể tích dung dịch, nếu dung dịch này lớn hơn 50 ml), để dung dịch tới nhiệt độ cân bằng ở  $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$  khuấy bằng máy khuấy từ (9.4.3.7).

Chọn vùng thích hợp của cầu đo độ dẫn (9.4.3.1) và đặt cầu để hiệu chỉnh độ dẫn điện ban đầu của dung dịch. Cho chạy buret tự động (9.4.3.3) và bộ phận ghi (9.4.3.2) đồng thời. Chuẩn độ bằng dung dịch bari clorua (9.4.2.5) a) hoặc b) tùy thuộc vào nồng độ của ion sunfat trong dung dịch thử. Điểm tương đương là giao điểm của 2 phần đường cong thu được. Đổi số đọc trên biểu đồ ra số mililit chất chuẩn, sử dụng đường cong chuẩn đã xây dựng trước theo thể tích.

### 9.4.5 Xác định mẫu trắng

Tiến hành thử mẫu trắng, đốt hydro và oxy trong thời gian bằng thời gian đã đốt mẫu và xác định lưu huỳnh trong dung dịch hấp thụ theo qui trình 9.4.4.

Nếu sử dụng cách pha loãng để đốt mẫu dễ dàng hơn, thì phải dùng một lượng pha loãng tương tự như vậy khi xác định mẫu trắng.

Mẫu trắng được coi là thoả mãn nếu hai phép xác định liên tiếp cho các giá trị lưu huỳnh bé hơn 4  $\mu\text{g}$ . Nếu thu được một giá trị mẫu trắng lớn hơn, rửa, tráng thiết bị đốt và làm lại phép thử mẫu trắng.

### 9.4.6 Kiểm tra thiết bị

Phải định kỳ kiểm tra đặc tính sử dụng của thiết bị được dùng để chuẩn độ dẫn điện bằng còch xác định hàm lượng lưu huỳnh của dung dịch lưu huỳnh tiêu chuẩn (9.4.2.6) theo qui trình đã nêu tại 9.4.4.

### 9.4.7 Tính toán kết quả

Hàm lượng lưu huỳnh S, tính bằng miligam trên kilogam (phần triệu) theo công thức (11) hoặc được tính bằng miligam trên mét khối ở  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$  và 101,3 kPa (1 013 mbar) theo công thức (12) hoặc phần trăm khối lượng theo công thức (13):

$$S = \frac{(V_1 - V_0) \times m_1}{m_0} \quad (\text{mg/kg}) \quad (11)$$

$$S = \frac{(V_1 - V_0) \times m_1}{V_1} \quad (\text{mg/m}^3) \quad (12)$$

$$S = \frac{V_1}{(V_1 - V_0) \times m_1} \times 10^4 \quad (\% \text{ khối lượng}) \quad (13)$$

trong đó

$V_0$  thể tích dung dịch bari clorua đã dùng chuẩn mẫu trắng, tính bằng mililit;

$V_1$  thể tích dung dịch bari clorua đã dùng chuẩn mẫu thử, tính bằng mililit;

$V_4$  thể tích mẫu thử ở 0 °C và áp suất 101,3 kPa (1 013 mbar), tính bằng lít;

$m_0$  khối lượng mẫu thử, tính bằng gam;

$m_1$  khối lượng lưu huỳnh tương đương với 1 ml dung dịch bari clorua, tính bằng microgam.

## 10 Kiểm tra phép thử

Để kiểm tra độ chính xác của người thực hiện và thiết bị cần phải xác định hàm lượng lưu huỳnh của các hỗn hợp chuẩn được chế ra từ dihexyl disulfua hoặc dibenzothiophen (4.8) và hỗn hợp toluen/dầu mỏ nhẹ (4.3).

## 11 Biểu thị kết quả

Hàm lượng lưu huỳnh S có thể được biểu thị bằng miligam trên kilogam (ppm) hoặc miligam trên mét khối ở 0 °C và 101,3 kPa (1 013 mbar), hoặc phần trăm khối lượng. Biểu diễn kết quả bằng số tương ứng với số thể hiện độ chụm qui định (xem Bảng 2).

## 12 Độ chụm

Độ chụm của phương pháp thu được bằng phương pháp kiểm tra thống kê các kết quả thử nghiệm liên phòng, như sau

### 12.1 Độ lặp lại

Chênh lệch giữa các kết quả thử nhận được do cùng một thí nghiệm viên tiến hành trên cùng một thiết bị, dưới các điều kiện thử không đổi, trên cùng một mẫu thử, trong một thời gian dài với thao tác bình thường và chính xác của phương pháp thử này, chỉ một trong hai mươi trường hợp được vượt các giá trị ghi trên Bảng 2.

### 12.2 Độ tái lập

Sự chênh lệch giữa hai kết quả thử độc lập, nhận được do các thí nghiệm viên khác nhau làm việc trong các phòng thử nghiệm khác nhau, trên cùng một mẫu thử, trong một thời gian dài với thao tác bình thường và chính xác của phương pháp thử này, chỉ một trong hai mươi trường hợp được vượt các giá trị ghi trên Bảng 2.

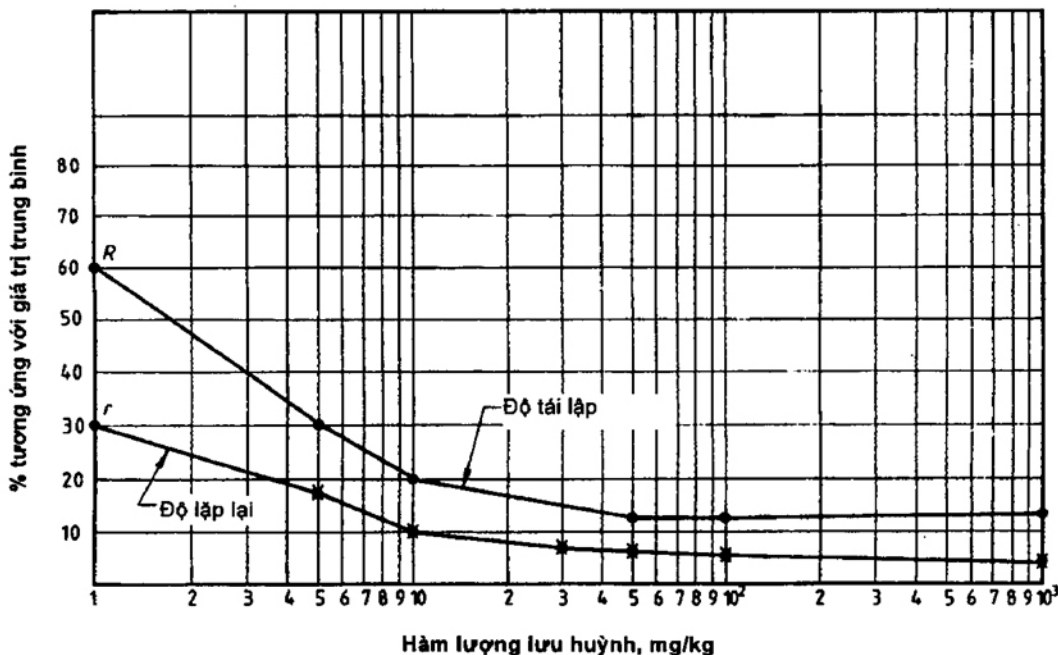
**CHÚ THÍCH** Các giá trị độ lặp lại và độ tái lập ghi trong Bảng 2, không áp dụng cho hàm lượng lưu huỳnh của các mẫu khí hoặc xăng pha chỉ xác định theo 8.6.4.2 và 8.6.4.3, vì không thực hiện trong chương trình thống kê.

**Bảng 2 – Độ chụm**

Hàm lượng lưu huỳnh, mg/kg	Độ lặp lại, mg/kg	Độ tái lập, mg/kg
Từ 1 đến < 1 000	Xem Hình 5	Xem Hình 5
1 000	35	130
5 000	180	700
10 000	200	1 500

Hàm lượng lưu huỳnh cao  
 $S \geq 1\,000\text{ mg/kg}$ , xem Bảng 2

Hàm lượng lưu huỳnh thấp  
 $1\text{ mg/kg} \leq S < 1\,000\text{ mg/kg}$ ;  
 • Độ tái lập  
 ■ Độ lặp lại



Hình 5 - Độ chụm

**13 Trường hợp đặc biệt (các olefin nhẹ)**

Đối với các olefin nhẹ [etylen (eten), propylen (propen), buten, butadien, izopren và các hỗn hợp của chúng], khi được nén, được hóa lỏng hoặc ở trạng thái lỏng, cần phải tính đến các thay đổi và bổ sung sau:

**13.1 Thiết bị**

Trong điều 5, đọc điều sau:

**5.1.13 Đèn (21)** (xem Hình 3), bằng thép không gỉ, phần cuối là một bộ phận hình côn cổ được lắp vòng-O. Đèn được trang bị van (24) để nạp mẫu thử dạng khí và ống hút có van (25), dùng cho mẫu thử lỏng.



## 13.2 Quy trình đốt

Trong điều 8, trước khi theo qui định của 8.4 và 8.6 cần chú ý các qui định về an toàn sau:

**CẢNH BÁO** – Luôn luôn thận trọng không bao giờ đưa các hỗn hợp chứa hydro (hoặc cacbua hydro) và oxy gây nổ vào trong buồng đốt (20).

### 13.2.1 Đốt đèn

Đặt đèn (21) càng xa buồng đốt (20) càng tốt, không để đèn (21) trong trục của buồng, nhưng lệch về phía người vận hành. Đốt đèn ngay sau khi hydro được nạp vào.

### 13.2.2 Sự cháy

Phải đảm bảo là đầu ngọn lửa không dài hơn 2/3 chiều dài ngang của buồng (20). Đảm bảo là số đọc trên các lưu lượng kế 3, 4, 5 và 8 cũng như số đọc trên đồng hồ chân không (11) được duy trì ổn định.

### 13.2.3 Bảo vệ cho người vận hành

Cần có tấm che bảo vệ (5.2.1) trong khu vực làm việc ngay khi cho hydro tiếp xúc với đèn và đặt tấm che bảo vệ trong suốt quá trình đốt và sử dụng đèn và cho tới khi cắt dòng hydro. Người vận hành cũng như bất kỳ một người nào khác phải ở phía sau tấm che trong suốt giai đoạn này.

### 13.2.4 Những nguy hiểm có thể xảy ra – Các biện pháp

Trong trường hợp khi ngọn lửa bị tắt, ngừng hoặc giảm tốc độ hút, mà quan sát được ở lưu lượng kế (8) hoặc sự giảm dòng oxy hoặc hydro hiển thị ở lưu lượng kế (3) hoặc (5) hoặc có sự trợ giúp của lưu lượng kế (4) thì đóng van vào của mẫu thử (24) hoặc (25) (xem Hình 3), và sau đó, đóng ngay van hydro (2).

Trong lúc ngọn lửa tắt, mở ngay van oxy (1), kéo đèn và đóng van (1).

## 14 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm bao gồm ít nhất các thông tin sau:

- a) loại và đặc điểm sản phẩm đem thử ;
  - b) viện dẫn tiêu chuẩn này;
  - c) kết quả của phép thử;
  - d) các sai khác, có thoả thuận hoặc không, so với qui định trong phương pháp;
  - e) ngày thử.
-