

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 7486:2005  
ASTM D 4952:2002**

Xuất bản lần 1

**SẢN PHẨM DẦU MỎ - PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH  
ĐỊNH TÍNH HỢP CHẤT LƯU HUỖNH HOẠT TÍNH  
TRONG NHIÊN LIỆU VÀ DUNG MÔI (DOCTOR TEST)**

*Petroleum products - Test method for qualitative analysis for active sulfur species in fuels  
and solvents (doctor test)*

**HÀ NỘI - 2008**

## Lời nói đầu

**TCVN 7486 : 2005** hoàn toàn tương đương ASTM D 4952-02.

**TCVN 7486: 2005** do Tiểu ban kỹ thuật TCVN/TC28/SC4 *Nhiên liệu hàng không* biên soạn, Tổng Cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ ban hành.

Tiêu chuẩn này được chuyển đổi năm 2008 từ Tiêu chuẩn Việt Nam cùng số hiệu thành Tiêu chuẩn Quốc gia theo quy định tại khoản 1 Điều 69 của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật và điểm a khoản 1 Điều 6 Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 1/8/2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật Tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật.

## **Sản phẩm dầu mỏ – Phương pháp phân tích định tính hợp chất lưu huỳnh hoạt tính trong nhiên liệu và dung môi (Doctor Test)**

*Petroleum products – Test method for qualitative analysis for active sulfur species in fuels and solvents (Doctor Test)*

### **1 Phạm vi áp dụng**

1.1 Tiêu chuẩn này qui định phương pháp phát hiện mercaptan trong nhiên liệu động cơ, dầu hỏa và các sản phẩm dầu mỏ tương tự. Tiêu chuẩn này cũng cung cấp thông tin về hydro sulfua và lưu huỳnh dạng nguyên tố có trong mẫu thử.

1.2 Các giá trị tính theo hệ đơn vị SI là giá trị tiêu chuẩn.

1.3 Tiêu chuẩn này không đề cập đến tất cả các vấn đề liên quan đến an toàn khi sử dụng. Người sử dụng tiêu chuẩn này có trách nhiệm thiết lập các nguyên tắc về an toàn và bảo vệ sức khỏe cũng như khả năng áp dụng phù hợp với các giới hạn quy định trước khi đưa vào sử dụng.

### **2 Tài liệu viện dẫn**

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm ban hành thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi (nếu có).

ASTM D 1193 Specification for reagent water (Tiêu chuẩn kỹ thuật đối với nước cất).

ASTM D 3227 Test method for thiol mercaptan sulfur in gasoline, kerosine, aviation turbine, and distillate fuels (Potentiometric method) [(Phương pháp xác định lưu huỳnh ở dạng thiol mercaptan

## TCVN 7486 : 2005

trong xăng, dầu hỏa, nhiên liệu chung cất và nhiên liệu tuốc bin hàng không (Phương pháp chuẩn độ điện thế)].

### 3 Tóm tắt phương pháp.

Mẫu được lắc cùng dung dịch natri hydroxit, cho thêm một lượng nhỏ lưu huỳnh bột sau đó hỗn hợp này được lắc tiếp. Mercaptan hoặc hydro sunfua hoặc cả hai được thể hiện qua hiện tượng mất màu của lưu huỳnh nổi trên lớp phân cách giữa hai pha dầu – nước hoặc rớt trong hai pha trên bị mất màu.

### 4 Ý nghĩa và ứng dụng

Trong dung môi và nhiên liệu chung cất, sự hiện diện của lưu huỳnh ở dạng mercaptan hoặc hydro sunfua có thể ăn mòn vật liệu kim loại hoặc phi kim loại trong nhiên liệu và hệ thống phân phối khác. Kết quả âm tính từ phép thử Doctor Test đảm bảo rằng nồng độ của các hợp chất này không đủ gây các vấn đề như vậy trong ứng dụng thông thường.

### 5 Thuốc thử và vật liệu

**5.1 Độ tinh khiết của thuốc thử** – Trong tất cả các phép thử phải dùng các hóa chất loại tinh khiết hoá học. Nếu không có các qui định khác thì các thuốc thử phải phù hợp với tiêu chuẩn kỹ thuật qui định. Có thể dùng các loại thuốc thử tương đương, với điều kiện là các thuốc thử này có độ tinh khiết đủ để không làm giảm độ chính xác của phép xác định.

**5.2 Độ tinh khiết của nước** – Nếu không có qui định nào khác thì các viện dẫn liên quan đến nước được hiểu là nước cất loại II hoặc loại III theo ASTM D 1193.

**5.3 Dung dịch Doctor (Natri plumbit) – (Cảnh báo – Có tính độc và gây ung thư).** Hoà tan khoảng 125 g natri hydroxit (NaOH) trong 1 lít nước cất. Cho thêm 60 g chì monoxit (PbO) và lắc mạnh trong 15 phút, hoặc để yên và thỉnh thoảng lắc trong khoảng thời gian ít nhất 1 ngày. Để lắng và gạn hoặc dùng xi phông hút dung dịch trong. Nếu dung dịch không lắng trong được thì lọc qua giấy lọc. Dung dịch lọc được bảo quản trong chai có nút kín, chặt, nếu dung dịch không thật trong thì lọc lại trước khi dùng. Theo cách khác, phòng thí nghiệm có thể sử dụng dung dịch bán sẵn phù hợp các yêu cầu theo cách chuẩn bị trong phòng thí nghiệm.

**CHÚ THÍCH 1:** Dung dịch có thể mua hoặc chuẩn bị với các lượng khác nhau, miễn là nồng độ cuối cùng của dung dịch tương đương nhau.

**5.4 Lưu huỳnh – Loại tinh khiết, được thăng hoa và bảo quản trong bình chứa kín.**

## **6 Cách tiến hành**

Cho 5 ml dung dịch natri plumbit vào ống thử có 10 ml mẫu và lắc mạnh trong 15 giây. Cho thêm một lượng nhỏ lưu huỳnh tinh khiết, sạch, sao cho sau khi lắc toàn bộ lượng lưu huỳnh nổi trên lớp phân cách giữa mẫu và dung dịch natri plumbit. Lắc thêm 15 giây. Để lắng và quan sát trong vòng 2 phút.

**CHÚ THÍCH 2:** Điều quan trọng là không cho thêm lưu huỳnh, chỉ cho vừa đủ để phủ trên mặt phân cách. Có thể ước lượng qua thực nghiệm, khoảng 20 mg đến 25 mg là lượng thích hợp. Nếu cho nhiều lưu huỳnh quá thì hiện tượng mất màu sẽ bị che bởi lượng vượt của lưu huỳnh.

## **7 Báo cáo kết quả**

**7.1** Nếu dung dịch bị mất màu hoặc nếu phủ bằng màu vàng của lớp màng lưu huỳnh bị che rõ rệt thì báo cáo phép thử là dương tính và mẫu được coi là *chua*. Nếu màu của mẫu không thay đổi và màng lưu huỳnh có màu vàng sáng hoặc chỉ hơi bị đổi màu xám hoặc lốm đốm đen, báo cáo phép thử là âm tính và mẫu được coi là *ngọt*.

**CHÚ THÍCH 3:** Phải thực hiện kiểm tra thật cẩn thận. Đôi khi lớp váng lưu huỳnh chỉ lốm đốm điểm màu ghi xám hoặc đen và nếu có bất kỳ sự đổi màu nào của mẫu hoặc của dung dịch Doctor thì những vết đốm này sẽ khó phát hiện.

**CHÚ THÍCH 4:** Phải khẳng định là, phép thử sẽ không loại bỏ mẫu nếu chỉ dựa trên cơ sở mercaptan. Chuẩn cứ cơ bản để loại bỏ là ngoại quan của lớp váng lưu huỳnh sau khi lắc và chỉ các lượng nhỏ mercaptan làm mất màu lưu huỳnh. Tuy nhiên các mẫu có chứa mercaptan thì thường cũng có hàm lượng nhỏ lưu huỳnh ở các dạng khác và sẽ làm mất màu của lớp lưu huỳnh tại mặt tiếp xúc giữa mẫu và dung dịch natri plumbit.

**CHÚ THÍCH 5:** Khi mẫu có chứa một lượng đáng kể hydro sulfua thì trong giai đoạn lắc đầu tiên và trước khi cho thêm lưu huỳnh có thể tạo thành kết tủa đen sẫm. Nếu nhìn thấy kết tủa như vậy thì dừng phép thử tại điểm đó và mẫu được báo cáo là "không đạt". Tuy nhiên, nếu thấy nghi ngờ sự quan sát thì có thể tiến hành thử tiếp.

**7.1.1** Mối quan hệ giữa ngoại quan của mẫu và hợp chất chứa lưu huỳnh được mô tả trong Bảng 1.

**Bảng 1 - Mối quan hệ giữa mẫu và lưu huỳnh**

Ngoại quan	lưu huỳnh
Kết tủa đen trước khi cho lưu huỳnh vào	Lượng hydro sulfua là đáng kể
Lưu huỳnh có màu đen sau khi lắng	Có vết của hydro sulfua
Lổm đốm mất màu trên lớp màng lưu huỳnh và mẫu ngả màu sẫm.	Không có hydro sulfua, có mercaptan hoặc lưu huỳnh nguyên tố hoặc có cả hai
Dung dịch Doctor có màu vàng trong, lưu huỳnh không mất màu	Không có hydro sulfua và lưu huỳnh nguyên tố, có vết mercaptan

7.2 Nếu phép thử Doctor Test là dương tính, có thể xác định hàm lượng mercaptan theo ASTM D 3227.

## 8 Độ chụm và độ lệch

Phương pháp này không có độ lặp lại và độ tái lập, cũng như không có độ lệch vì phép thử này chỉ phát hiện có hoặc không có hợp chất lưu huỳnh hoạt tính như hydro sulfua hoặc mercaptan.