

**TCVN 7556–1 : 2005**

**BS EN 1948–1 : 1997**

Xuất bản lần 1

**LÒ ĐỐT CHẤT THẢI RẮN Y TẾ –  
XÁC ĐỊNH NỒNG ĐỘ KHỐI LƯỢNG PCDD/PCDF –  
PHẦN 1: LẤY MẪU**

*Health care solid waste incinerator –  
Determination of the mass concentration of PCDDs/PCDFs –  
Part 1: Sampling*

**HÀ NỘI – 2008**



## Lời nói đầu

TCVN 7556-1 : 2005 hoàn toàn tương đương với BS EN 1948-1 : 1997.

TCVN 7556 gồm các tiêu chuẩn sau, với tên chung Lò đốt chất thải rắn y tế –  
Xác định nồng độ khối lượng PCDD/PCDF.

TCVN 7556 -1 : 2005 (BS EN 1948-1 : 1997) Phần 1 : Lấy mẫu.

TCVN 7556 -2 : 2005 (BS EN 1948-2 : 1997) Phần 2: Chiết và làm sạch.

TCVN 7556 -3 : 2005 (BS EN 1948-3 : 1997) Phần 3: Định tính và định lượng.

TCVN 7556-1 : 2005 do Tiểu ban kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC146/ SC2 "*Lò đốt chất thải rắn y tế*" biên soạn trên cơ sở dự thảo đề nghị của Viện Y học lao động và Vệ sinh môi trường - Bộ Y tế, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng xét duyệt, 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.

## Lời giới thiệu

Các policlo dibenzodioxin (PCDD) và các policlo dibenzofuran (PCDF) là hai nhóm ete thơm clo hoá, gồm 75 PCDD và 135 PCDF, tổng cộng là 210 chất (trong tiêu chuẩn này được gọi là các “chất cùng loại”).

Các PCDD và các PCDF có thể hình thành khi đốt các chất hữu cơ, cũng có thể là các sản phẩm phụ của quá trình sản xuất hoặc chế biến các hợp chất cơ clo. Các PCDD và PCDF có trong môi trường là do sự phát thải nói trên và do sử dụng các vật liệu bị nhiễm bẩn. Chúng thực tế có mặt ở khắp nơi với nồng độ rất nhỏ. Các chất cùng loại thế clo ở vị trí 2,3,7,8 khá độc. Còn 74 dẫn chất thế 1 đến 3 clo của các dibenzodioxin và dibenzofuran thì kém độc hơn các dẫn chất thế 4 clo đến 8 clo (về hệ số độc tương đương, xem Phụ lục A).

# Lò đốt chất thải rắn y tế – Xác định nồng độ khối lượng PCDD/PCDF– Phần 1: Lấy mẫu

*Health care solid waste incinerator –  
Determination of the mass concentration of PCDDs/PCDFs–  
Part 1 : Sampling*

## 1 Phạm vi áp dụng

TCVN 7556 – 1 : 2005 quy định việc lấy mẫu PCDD/PCDF. Đây là phần một của bộ tiêu chuẩn về quy trình đầy đủ xác định PCDD/PCDF. Hai phần khác là TCVN 7556 – 2 : 2005 mô tả phương pháp chiết và làm sạch và TCVN 7556 – 3 : 2005 mô tả phương pháp định tính và định lượng, cần thiết để xác định PCDD/PCDF.

Tiêu chuẩn này được xây dựng để đo nồng độ PCDD/PCDF khoảng 0,1 ng I - TEQ/m<sup>3</sup> tại nguồn phát thải tĩnh.

Tiêu chuẩn này quy định việc thẩm định phương pháp và những yêu cầu về kiểm soát chất lượng đối với bất kỳ phương pháp lấy mẫu PCDD/PCDF nào.

Có thể chọn một trong ba phương pháp lấy mẫu sau:

"Phương pháp lọc/ngưng";

"Phương pháp pha loãng";

"Phương pháp đầu lấy mẫu làm lạnh".

Mỗi phương pháp lấy mẫu được minh họa bằng một số hệ thống lấy mẫu và được mô tả chi tiết trong Phụ lục B như là các thí dụ của các quy trình đã được công nhận.

Trong quá trình đo so sánh tại các lò đốt chất thải rắn của thành phố ở nồng độ khoảng 0,1 ng I - TEQ/m<sup>3</sup>, ba phương pháp này được cho là tương đương nhau về độ không đảm bảo đo.

## **TCVN 7556–1 : 2005**

Các thử nghiệm thẩm định phương pháp được thực hiện trong khí ống khói của các lò đốt chất thải thành phố ở nồng độ khoảng 0,1 ng I - TEQ/m<sup>3</sup> và tải lượng bụi từ 1 mg/m<sup>3</sup> đến 15 mg/m<sup>3</sup>.

Về nguyên tắc, không thể đánh giá được độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phép đo sự phát thải. Tiếp theo các thử nghiệm thẩm định phương pháp, những biến động nội bộ phòng thử nghiệm và giữa các phòng thử nghiệm được tính toán quy định ở điều 13 của TCVN 7556 – 3 : 2005. Những biến động này biểu thị những biến động quan sát được khi sử dụng tiêu chuẩn này và cần phải tính đến khi biểu thị kết quả.

Phương pháp tiến hành được mô tả trong ba tiêu chuẩn của bộ tiêu chuẩn TCVN 7556 : 2005 nhằm quy định những yêu cầu cần phải đạt để đo 17 chất cùng loại của PCDD/PCDF, cần thiết để tính toán tổng số I-TEQ (xem Bảng A.1).

## **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.

ISO 845 : 1988, Cellular plastics and rubbers – Determination of apparent (bulk) density. (Nhựa và cao su xốp – Xác định tỷ trọng biểu kiến).

TCVN 5977 (ISO 9096), Sự phát thải của nguồn tĩnh – Xác định nồng độ và lưu lượng bụi trong các ống khói khí. Phương pháp khối lượng thủ công.

TCVN 7241 : 2003, Lò đốt chất thải rắn y tế – Phương pháp xác định nồng độ bụi trong khí thải.

TCVN 7556 – 2 : 2005 (BS EN 1948 – 2 : 1997), Lò đốt chất thải rắn y tế – Xác định nồng độ khối lượng PCDD/PCDF – Phần 2 : Chiết và làm sạch.

TCVN 7556 – 3 : 2005 (BS EN 1948 – 3 : 1997), Lò đốt chất thải rắn y tế – Xác định nồng độ khối lượng PCDD/PCDF – Phần 3 : Định tính và định lượng.

## **3 Định nghĩa và các chữ viết tắt**

### **3.1 Định nghĩa**

Trong tiêu chuẩn này, sử dụng các thuật ngữ được định nghĩa sau đây:

#### **3.1.1**

#### **Sự thêm chuẩn (Spiking)**

Việc thêm các chuẩn đánh dấu <sup>13</sup>C<sub>12</sub> PCDD và PCDF vào mẫu.

### 3.1.2

#### **Lấy mẫu đẳng tốc** (isokinetic sampling)

Lấy mẫu sao cho tốc độ và hướng của dòng khí đi vào mũi lấy mẫu bằng tốc độ khí ở điểm lấy mẫu trong ống khói.

### 3.1.3

#### **Đặc tính hiệu năng vận hành** (operational performance characteristics)

Thước đo các ảnh hưởng của môi trường vật lý và hoá học và những vấn đề trong bảo trì, ví dụ như duy trì điện thế, nhiệt độ, duy trì cung cấp một số chất nhất định, thời gian bắt đầu, thời gian vận hành không theo dõi.

### 3.1.4

#### **Đặc tính hiệu năng thống kê** (statistical performance characteristics)

Thước đo để lượng hoá, đối với các giá trị đo được, độ lệch có thể sinh ra do ngẫu nhiên của quá trình đo; thí dụ: độ lặp lại hoặc độ không ổn định.

### 3.1.5

#### **Mẫu trắng kiểm tra** (control blank)

Mẫu được lấy tại địa điểm nhà máy theo cùng một phương pháp đối với các mẫu thông thường, bao gồm việc thêm chuẩn nhưng không đưa đầu lấy mẫu vào ống khói và không đưa không khí vào hệ thống lấy mẫu. Tất cả các ngăn phải được tráng rửa hoặc chiết theo phương pháp thông thường cho đến giai đoạn thu mẫu sau cùng.

### 3.1.6

#### **Mẫu trắng chiết** (extraction blank)

Mẫu trắng được tiến hành các công đoạn phân tích như mẫu thật, bao gồm việc chiết, làm sạch, định tính và định lượng kể cả thuốc thử và vật liệu thích hợp.

### 3.1.7

#### **Chuẩn lấy mẫu** (sampling standard)

Các PCDD/PCDF thế clo ở vị trí 2,3,7,8 đánh dấu  $^{13}\text{C}_{12}$  được thêm vào trước khi lấy mẫu.

### 3.1.8

#### **Chuẩn chiết** (extraction standard)

Các PCDD/PCDF thế clo ở vị trí 2,3,7,8 đánh dấu  $^{13}\text{C}_{12}$  được thêm vào trước khi chiết. Các chuẩn này cũng được sử dụng để tính kết quả.

## **TCVN 7556-1 : 2005**

### **3.1.9**

**Chuẩn bơm mẫu** (syringe standard)

Các PCDD/PCDF thế clo ở vị trí 2,3,7,8 đánh dấu  $^{13}\text{C}_{12}$  được thêm vào trước khi bơm vào máy sắc ký khí.

### **3.1.10**

**Chất giữ mẫu** (keeper)

Dung môi có điểm sôi cao được thêm vào dung dịch chuẩn lấy mẫu.

### **3.1.11**

**Chất cùng loại** (congener)

Một chất bất kỳ trong số 210 PCDD/PCDF.

### **3.1.12**

**PCDD/PCDF đồng phân** (PCDD/PCDF isomer)

Các PCDD hoặc PCDF có cùng thành phần hoá học nhưng cấu tạo khác nhau.

### **3.1.13**

**Hình mẫu sắc ký** (pattern)

Bản in kết quả sắc ký của một dãy các đồng phân PCDD/PCDF.

### **3.1.14**

**Biểu đồ tổng** (profile)

Biểu đồ các tổng nồng độ của các đồng phân của PCDD/PCDF.

### **3.1.15**

**Áp suất tiêu chuẩn** (standard pressure)

101,325 kPa

### **3.1.16**

**Nhiệt độ tiêu chuẩn** (standard temperature)

273,15 K

## **3.2 Các chữ viết tắt**

**3.2.1 - I -TEQ:** độ độc tương đương quốc tế (mô tả chi tiết, xem Bảng A.1).

**3.2.2 - I - TEF:** hệ số độ độc tương đương quốc tế (mô tả chi tiết, xem Bảng A.1).



- 3.2.3 GC/MS:** sắc ký khí/khối phổ.
- 3.2.4 HRGC:** sắc ký phân giải cao.
- 3.2.5 HRMS:** khối phổ phân giải cao.
- 3.2.6 TCDD:** tetraclodibenzo -p- dioxin.
- 3.2.7 PeCDD:** pentaclodibenzo -p- dioxin.
- 3.2.8 HxCDD:** hexaclodibenzo -p- dioxin.
- 3.2.9 HpCDD:** heptaclodibenzo -p- dioxin.
- 3.2.10 OCDD:** octaclodibenzo -p- dioxin.
- 3.2.11 TCDF:** tetraclodibenzofuran.
- 3.2.12 PeCDF:** pentaclodibenzofuran.
- 3.2.13 HxCDF:** hexaclodibenzofuran.
- 3.2.14 HpCDF:** heptaclodibenzofuran.
- 3.2.15 OCDF:** octaclodibenzofuran.
- 3.2.16 PCDD/PCDF:** policlodibenzo -p- dioxin/dibenzofuran
- 3.2.17 PTFE:** politetrafloetylen

## **4 Nguyên tắc của quy trình đo đầy đủ PCDD/PCDF**

### **4.1 Lấy mẫu**

#### **4.1.1 Phần chung**

Khí được lấy mẫu đẳng tốc trong ống khói. Cả hai nhóm chất PCDD và PCDF được hấp phụ trên các hạt trong pha khí, được thu vào dụng cụ lấy mẫu. Các bộ phận thu có thể là cái lọc, bình hứng và chất hấp phụ rắn hoặc lỏng thích hợp với hệ thống lấy mẫu đã chọn. Có thể chọn một trong ba hệ thống lấy mẫu sau:

- phương pháp lọc/ngưng;
- phương pháp pha loãng;
- phương pháp đầu lấy mẫu làm lạnh.

## TCVN 7556-1 : 2005

Sơ đồ minh họa các phương pháp lấy mẫu được trình bày trong các hình từ Hình 1 đến Hình 3. Các bộ phận thu mẫu chủ yếu được thêm chuẩn PCDD/PCDF đánh dấu  $^{13}\text{C}_{12}$  trước khi lấy mẫu để xác định tỷ lệ thu hồi của các chất cùng loại. Các mẫu khí được đưa đến nhiệt độ quy định cho hệ thống lấy mẫu và các PCDD/PCDF dạng khí và dạng hạt được bẫy.

Việc lấy mẫu được tiến hành theo 8.3.4.2 của TCVN 5977 (ISO 9096). Nếu làm khác đi thì phải ghi vào báo cáo kết quả.

Những yêu cầu tối thiểu của quy trình lấy mẫu được mô tả trong các ví dụ của tiêu chuẩn này được giới thiệu trong Phụ lục B. Các hệ thống được minh họa đều đạt những yêu cầu tối thiểu trong điều 6, nhưng khác nhau về cách tiếp cận.

### 4.1.2 Phương pháp lọc/ ngưng

Nguyên tắc của phương pháp này được minh họa ở Hình 1.

Có thể thay đổi sơ đồ hệ thống lấy mẫu (xem các Hình B.1, B.2 và B.5).

Bộ lọc được đặt sau mũi lấy mẫu (trong ống khói) hoặc sau đầu lấy mẫu (bên ngoài ống khói). Bộ lọc được giữ dưới  $125\text{ }^{\circ}\text{C}$ , nhưng trên điểm sương của khí ống khói. Khi tải lượng bụi cao, cái lọc bông thạch anh hoặc một máy tách bụi kiểu xoáy được đưa vào hệ thống lấy mẫu và được đặt trước cái lọc để cái lọc khỏi bị quá tải. Một bộ sinh hàn được nối phía sau cái lọc. Làm lạnh mẫu khí dưới  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Các phân khí và sol khí của PCDD và PCDF được giữ lại ở bình hấp thụ (impinger) và/hoặc chất hấp phụ rắn.

Trong một kiểu khác của hệ thống lấy mẫu này, bộ phận chất hấp phụ rắn nằm giữa bộ sinh hàn và bình hứng chất ngưng (Hình B.5).

Hệ thống có chia dòng thì khác ở chỗ là lắp một bộ chia dòng sau cái lọc. Dòng chính có lưu lượng cao được giữ ở điều kiện đẳng tốc khi đi qua cái lọc. Dòng phụ sau chia dòng tương đương với thiết bị có bộ sinh hàn và bộ hấp phụ mô tả ở trên (xem Hình B.2)

### 4.1.3 Phương pháp pha loãng

Nguyên tắc của phương pháp được minh họa ở Hình 2. Có thể có sự khác nhau về chi tiết (xem Hình B.6 và B.8).

Mẫu khí được thu qua đầu lấy mẫu đốt nóng. Khí thải được làm lạnh rất nhanh trong kênh trộn đến nhiệt độ thấp hơn  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$  bằng không khí khô, được lọc và làm lạnh (nếu có thể). Sự pha loãng tránh cho nhiệt độ của khí mẫu giảm xuống thấp hơn điểm sương của khí ống khói.

Sau khi pha loãng, sử dụng một cái lọc để thu các PCDD/PCDF dạng hạt chứa trong dòng khí thải. Một bộ hấp phụ rắn được nối ở cuối dòng để tách PCDD/PCDF dạng khí.

#### 4.1.4 Phương pháp đầu lấy mẫu làm lạnh

Nguyên tắc của phương pháp được minh họa ở Hình 3.

Có thể dùng các hệ thống khác (xem Hình B.9 và B.11). Mẫu khí đi qua mũi lấy mẫu và đầu lấy mẫu được làm lạnh bằng nước.

Làm lạnh mẫu khí xuống dưới 20 °C. Chất ngưng tụ được thu trong bình hứng. Ở cuối hệ thống, các bình hấp thụ (impinger)/ bình sục khí/ bộ hấp phụ rắn được nối với nhau để thu khí PCDD/ PCDF. Trước bình hấp thụ (impinger)/ bình sục khí/ bộ hấp phụ rắn cuối cùng, có một cái lọc để tách các hạt nhỏ và làm vỡ các sol khí.

#### 4.2 Chiết và làm sạch

Việc chiết là cần thiết để tách các PCDD/ PCDF khỏi mẫu và thu PCDD/ PCDF vào trong một thể tích dung môi thích hợp. Quy trình chiết thường sử dụng bộ chiết Soxhlet, các bộ lọc, bộ hấp phụ, và chiết lỏng các chất ngưng tụ. Tiến hành làm sạch mẫu bằng các kỹ thuật sắc ký đa cột sử dụng một dãy các chất hấp phụ. Mục đích chủ yếu của việc làm sạch chất chiết mẫu thô thu được là để loại các thành phần nền của mẫu có thể gây quá tải cho việc chiết, gây cản trở cho việc định lượng hoặc gây ảnh hưởng nghiêm trọng đến việc định tính và định lượng. Hơn nữa, việc tinh chế còn nhằm làm giàu các chất phân tích trong phần chiết mẫu sau cùng. Về nguyên tắc, có thể sử dụng phương pháp làm sạch mẫu bất kỳ, miễn là thu hồi đủ lượng các chất phân tích. Ngoài ra, phần chiết mẫu sau cùng phải không gây ảnh hưởng xấu đến hiệu năng của hệ thống phân tích hoặc giai đoạn định lượng. Trước khi sử dụng, phương pháp phải được thử nghiệm kỹ lưỡng và tuân thủ tiêu chí của việc thẩm định phương pháp. Ngoài ra, việc kiểm soát hiệu năng của phương pháp đối với mỗi mẫu đơn lẻ là một phần của quy trình đảm bảo chất lượng đã được thẩm định.

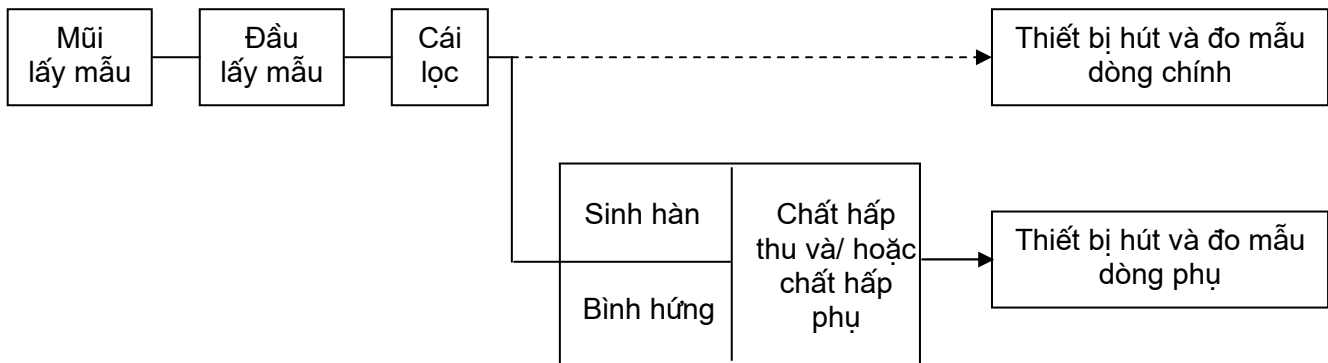
Các yêu cầu tối thiểu cần phải đạt được đối với việc chiết và làm sạch mẫu, trong TCVN 7556 – 2 : 2005 minh họa kỹ việc này, như trong các thí dụ vận hành. Các thí dụ vận hành được mô tả trong Phụ lục A của TCVN 7556 – 2 : 2005.

#### 4.3 Định tính và định lượng

Tiêu chuẩn này dựa vào việc sử dụng sắc ký khí phân giải cao/ khối phổ phân giải cao (HRGC/ HRMS) để tách và xác định, kết hợp với sự pha loãng đồng vị của mẫu ở các giai đoạn khác nhau để định lượng PCDD/ PCDF trong các mẫu khí thải. Hiện nay, kỹ thuật này là kỹ thuật phân tích duy nhất có đủ độ nhạy, độ chọn lọc và độ đặc trưng để xác định lượng rất nhỏ các PCDD/ PCDF trong mẫu phát thải. Các thông số sắc ký khí cung cấp thông tin về định tính các đồng phân (vị trí của các nhóm thế clo), trong khi đó các thông số phổ khối cho phép phân biệt giữa các chất cùng loại đồng đẳng của các PCDD/ PCDF có số các nhóm thế clo khác nhau.

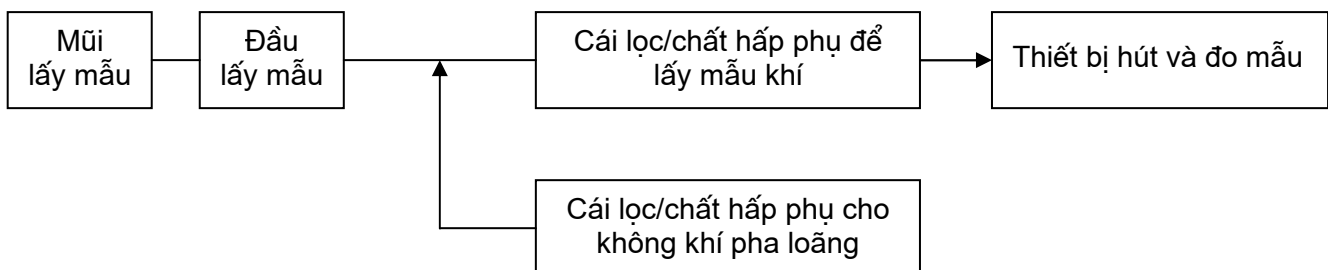
## TCVN 7556-1 : 2005

Trong TCVN 7556 – 3 : 2005 mô tả những yêu cầu tối thiểu đối với việc định tính và định lượng cũng như các thí dụ vận hành. Các thí dụ vận hành được cho ở Phụ lục A của TCVN 7556 – 3 : 2005.

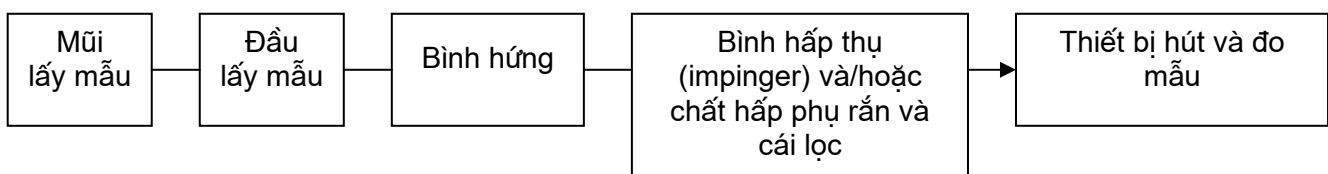


trong đó:  
---- tùy chọn

**Hình 1 - Sơ đồ hệ thống minh họa phương pháp lọc/ ngưng**



**Hình 2 - Sơ đồ minh họa phương pháp pha loãng**



**Hình 3 - Sơ đồ hệ thống minh họa phương pháp đầu lấy mẫu làm lạnh**

## 5. Thiết bị lấy mẫu và các vật liệu

### 5.1 Thiết bị lấy mẫu

#### 5.1.1 Thiết bị chung

Ống Pitot có thiết bị đo chênh lệch áp suất (có thể thay bằng vi áp kế)	Để đo áp suất động và tĩnh trong dòng khí thải (để tính tốc độ dòng khí)
Thiết bị đo độ ẩm	Để xác định độ ẩm khí thải, $\pm 1\%$ (v/v), tuyệt đối
Vi áp kế	Để đo áp suất khí ống khói
Hệ thống đo oxi	Để xác định hàm lượng oxi, $\pm 0,5\%$ (v/v), tuyệt đối
Bơm tiêm	Để thêm dung dịch chuẩn đánh dấu $^{13}\text{C}_{12}$ (chuẩn lấy mẫu)
Đồng hồ đo áp suất	$\pm 1$ kPa, tuyệt đối
Thiết bị đo thể tích	Độ chính xác $\pm 5\%$ giá trị đo được
Thiết bị đo lưu lượng khí	Để đo lưu lượng thể tích nhằm duy trì các điều kiện đẳng tốc

#### 5.1.2 Thiết bị lấy mẫu đối với phương pháp lọc/ ngưng

##### 5.1.2.1 Không chia mẫu khí

Kích thước các thiết bị lấy mẫu đối với những thể tích mẫu khác nhau được nêu ở Hình B.1.

Mũi lấy mẫu	Làm bằng titan, thạch anh hoặc thủy tinh, đường kính trong tùy theo nhiệm vụ đo
Khuỷu nối	Làm bằng titan, thạch anh hoặc thủy tinh
Đầu lấy mẫu	Làm bằng titan, thạch anh hoặc thủy tinh, chịu nhiệt, nhiệt độ được kiểm tra bằng thiết bị điện tử
Giá giữ cái lọc	Làm bằng titan, thạch anh hoặc thủy tinh
Bao cái lọc	Chịu nhiệt, kiểm soát được nhiệt độ
Vỏ bao bông thạch anh (nếu sử dụng)	Làm bằng thạch anh hoặc thủy tinh
Ống thủy tinh	Để nối bao cái lọc và sinh hàn, ví dụ ống có đầu nối hình cầu và kẹp
Sinh hàn	Để làm lạnh mẫu khí xuống dưới $20\text{ }^{\circ}\text{C}$
Bình hứng	Làm bằng thủy tinh
Bộ sục khí	Sử dụng để hấp phụ các khí PCDD/ PCDF
Ống chứa chất hấp phụ rắn	Để đựng chất hấp phụ rắn
Hộp làm khô	Đổ đầy vật liệu hút ẩm (thí dụ silicagen)
Thiết bị đo nhiệt độ	Để đo nhiệt độ của mẫu khí ở bộ lọc và ở đầu ra của sinh hàn ( $\pm 2,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ )
Thiết bị hút	Gồm bơm và van để điều chỉnh lưu lượng thể tích nhằm duy trì các điều kiện đẳng tốc
Các đoạn nối	Làm bằng thủy tinh, thạch anh hoặc titan; sau giai đoạn hấp phụ/ hấp thu cuối cùng, có thể sử dụng các ống nối chất dẻo

**5.1.2.2 Có chia dòng mẫu khí**

Xem Hình 1.

Kích thước của thiết bị lấy mẫu được mô tả ở các Hình B.2, B.3 và B.4.

Thiết bị lấy mẫu	Trình bày ở 5.1.2.1 và có thêm các thiết bị dưới đây:
Bộ chia dòng	Để giữ tỉ số ổn định giữa dòng chính và dòng phụ, bên trong bao lọc
Thiết bị hút	Có bơm riêng, có bộ phận điều chỉnh lưu lượng và lưu lượng kế đo khí để giữ ở tỉ lệ ( $\pm 10\%$ ) đối với lưu lượng dòng chính
Các đoạn nối	Làm bằng thuỷ tinh, thạch anh hoặc titan (hoặc thép chống gỉ sau giai đoạn hấp phụ/hấp thu)

**5.1.3 Thiết bị lấy mẫu đối với phương pháp pha loãng**

Xem Hình 2. Kích thước các thiết bị lấy mẫu được nêu ở Phụ lục B, các Hình B.6, B.7 và B.8. Dụng cụ lấy mẫu gồm:

Mũi lấy mẫu	Đường kính trong phụ thuộc vào hiệu suất hút; làm bằng vật liệu chống ăn mòn, thí dụ: thuỷ tinh, thạch anh, titan
Khuỷu nối	Vật liệu chống ăn mòn, thí dụ: thuỷ tinh, thạch anh, titan
Đầu lấy mẫu	Ống trong làm bằng vật liệu chống ăn mòn như thuỷ tinh, thạch anh, titan là thích hợp. Sự đốt nóng được kiểm soát
Hai bộ bao cái lọc	Để lắp vào cái lọc sợi thuỷ tinh và tấm bọt biển PU (poliuretán), một bộ bao cho cái lọc mẫu và một bao cho cái lọc không khí pha loãng; làm bằng vật liệu chống ăn mòn, ví dụ như phểu hoặc ống đong bằng thuỷ tinh hoặc thép không gỉ.
Kênh trộn	Có ống dẫn khí thải vào và ống đồng trực cấp không khí pha loãng
Hai thiết bị đo	Để đo dòng không khí pha loãng và dòng khí tổng cộng (khí thải và không khí pha loãng)
Hai cặp nhiệt điện (hoặc các thiết bị đo nhiệt độ thích hợp khác)	Để đo nhiệt độ trong đầu lấy mẫu và nhiệt độ của cái lọc
Hai cặp nhiệt điện (hoặc các thiết bị đo nhiệt độ thích hợp khác)	Để đo nhiệt độ tại các mũi lấy mẫu
Hai đồng hồ đo áp suất	Để đo áp suất hiệu dụng ở các mũi lấy mẫu và áp suất trong kênh khí thải
Và / hoặc các thứ dưới đây:	
Hai đồng hồ đo áp suất chênh lệch	Để đo áp suất chênh lệch tại các mũi lấy mẫu
Hai van kiểm soát (hoặc van vận hành tự động)	Có những đặc tính kiểm soát thích hợp (hoặc điều khiển bằng mô tơ)
Thiết bị hút	Gồm bơm và van
Bộ trao đổi nhiệt (cần có ở nơi nhiệt độ không khí xung quanh > 25 °C)	Để làm lạnh không khí pha loãng
Hộp làm khô	Nhồi chất làm khô, như silicagen xanh để làm khô không khí pha loãng
Có thể thêm một bộ kiểm soát và đánh giá hoặc một máy tính	Nếu muốn kiểm soát tự động dòng khí

**5.1.4 Thiết bị lấy mẫu đối với phương pháp đầu lấy mẫu làm lạnh**

Xem Hình 3.

Kích thước các thiết bị lấy mẫu với các thể tích mẫu khác nhau được nêu ra ở các Hình từ B.9 đến B.14.

Mũi lấy mẫu	Làm bằng titan, thạch anh hoặc thủy tinh hoặc PTFE (politetrafloetilen, cho khí thải có nhiệt độ thấp hơn 180 °C)
Khuỷu nối	Làm bằng titan, thủy tinh hoặc thạch anh
Đầu lấy mẫu làm lạnh bằng nước	Ống bao kép làm lạnh bằng nước. Ống trong được làm bằng titan, thủy tinh hoặc thạch anh (xem Hình B.10)
Cặp nhiệt điện	Để đo nhiệt độ mẫu khí sau đầu lấy mẫu làm lạnh
Bình hứng	Làm bằng thủy tinh
Bình hấp thụ (impinger) (nếu sử dụng)	Làm bằng thủy tinh
Bộ hấp phụ rắn (nếu sử dụng)	Làm bằng thủy tinh
Giá giữ cái lọc	Để giữ cái lọc
Hộp làm khô	Nhồi vật liệu hút ẩm như silicagen
Thiết bị hút	Gồm bơm và hệ thống điều chỉnh khí

**5.2 Vật liệu**

Chi tiết về chất hấp phụ, cái lọc và cách làm sạch, xem Phụ lục D và Phụ lục A của TCVN 7556 – 2 : 2005.

Cái lọc	Sợi thạch anh hoặc thủy tinh đáp ứng những yêu cầu tối thiểu (theo điều 6)
Bông thạch anh (nếu dùng)	
Chất hấp phụ rắn	XAD – 2 Xốp PU Porapak PS Florisil hoặc chất hấp phụ rắn khác đảm bảo những yêu cầu tối thiểu (xem điều 6)
Chất lỏng làm lạnh	Để làm lạnh ống ngưng hoặc đầu lấy mẫu làm lạnh
Bình đá	Để làm lạnh bình hấp thụ (impinger) và các bình hứng
Silicagen	Để sấy khô tháp
Axeton	
Metanol	
Toluen	
Diclometan	
Metoxietanol, etoxietanol hoặc dietylenglicol	
Nước cất	

Các thuốc thử phải có độ tinh khiết cao, đáp ứng các tiêu chuẩn để có nồng độ nền PCDD/ PCDF thấp.

## 6 Yêu cầu tối thiểu đối với việc lấy mẫu

### 6.1 Các tiêu chí của việc thẩm định phương pháp

a) Hệ thống lấy mẫu phải sử dụng cái lọc có hiệu suất lưu giữ tối thiểu 99,5 % đối với một sol khí thử nghiệm có mật độ hạt cực đại có đường kính hạt 0,3  $\mu\text{m}$ . Cái lọc phải đặt trước hệ thống lấy mẫu của phương pháp lọc/ngưng và phương pháp pha loãng, hoặc đặt trước giai đoạn hấp phụ cuối cùng của phương pháp đầu lấy mẫu làm lạnh (có các dữ liệu thử nghiệm từ chương trình kiểm soát chất lượng của nhà cung cấp là đủ cho mục đích này).

b) Giai đoạn hấp phụ, thí dụ các chất hấp phụ rắn (PU, XAD – 2, Porapak PS) hoặc các chất hấp thu (như metoxyetanol hoặc etoxyetanol) để thu lấy các PCDD và PCDF là một phần của hệ thống lấy mẫu. Hiệu quả hấp phụ/hấp thu tối thiểu 90 % đối với các PCDD/ PCDF thể khí (các PCDD/ PCDF đi qua cái lọc) của chất phụ/ hấp thu này phải được minh họa trong một phép thử riêng.

c) Thử nghiệm thẩm định phải tiến hành ít nhất là một lần với mỗi thiết kế của thiết bị lấy mẫu. Trong thử nghiệm thẩm định này, giai đoạn hấp thu/hấp phụ sau cùng phải được lặp lại thêm một lần.

- Phải lấy đủ mẫu trong quá trình thử nghiệm thẩm định để giới hạn phát hiện đối với tổng I-TEQ nhỏ hơn 5 % tổng lượng thu được (tính theo I-TEQ).

- Hệ thống lấy mẫu đầu (nguyên bản) và giai đoạn hấp thu/hấp phụ bổ sung phải được phân tích riêng rẽ. Tổng I-TEQ phải đạt trên 90 % trong hệ thống lấy mẫu đầu.

### 6.2 Những yêu cầu tối thiểu đối với việc lấy mẫu

a) Mẫu trắng kiểm tra (bao gồm cả kiểm tra rò rỉ) phải được tiến hành trước mỗi đợt lấy mẫu. Giá trị mẫu trắng kiểm tra không được vượt quá 10 % giá trị giới hạn (theo I-TEQ), giả thiết cùng thể tích như đối với mẫu. Nếu giá trị đo được tính ra nhỏ hơn so với giá trị mẫu trắng trước đó, thì khi báo cáo kết quả phải xác định là nhỏ hơn hoặc bằng mẫu trắng.

b) Nếu các phần của hệ thống lấy mẫu được làm sạch tại chỗ trước khi sử dụng lại, phải tiến hành tráng rửa các bề mặt sử dụng lại có tiếp xúc với mẫu. Dung dịch rửa này phải được giữ lại và phải đem phân tích khi nồng độ của mẫu tiếp theo vượt quá giá trị giới hạn.

c) Thời gian lấy mẫu tối đa là 8 h.

d) Hệ thống lấy mẫu phải được thêm các chuẩn PCDD/ PCDF đánh dấu  $^{13}\text{C}_{12}$  ở vị trí mà các PCDD/ PCDF thu được.

e) Các chất chuẩn đánh dấu  $^{13}\text{C}_{12}$  được sử dụng như sau (xem Bảng 1)



**Bảng 1 - Khối lượng các chất chuẩn lấy mẫu phải thêm vào**

Các chất cùng loại được thêm vào (chất chuẩn)	Tổng lượng chất chuẩn tính theo pg được thêm vào tổng thể tích 100 µl dung dịch (toluen chứa 4% tetradecan):
$^{13}\text{C}_{12}$ - 1,2,3,7,8 –PeCDF	400
$^{13}\text{C}_{12}$ - 1,2,3,7,8,9 –HxCDF	400
$^{13}\text{C}_{12}$ - 1,2,3,4,7,8,9 –HpCDF	800

Khối lượng các chất chuẩn đánh dấu được thêm vào là 400 pg đối với PeCDF và HxCDF và 800 pg đối với HpCDF cho mỗi thể tích mẫu 10 m<sup>3</sup> (khí khô) và nồng độ là 0,1 ng I-TEQ/ m<sup>3</sup>. Dung dịch chuẩn lấy mẫu phải ít nhất là 100 µl. Nếu dự đoán trong mẫu có một khối lượng các PCDD/ PCDF tự nhiên cao hay thấp hơn đáng kể thì phải điều chỉnh khối lượng các chất chuẩn đánh dấu  $^{13}\text{C}_{12}$  được thêm vào cho phù hợp.

f) Dung dịch chuẩn lấy mẫu chứa 4 % tetradecan làm chất giữ mẫu.

g) Trong quá trình lấy mẫu, nếu phải thay đổi phần thêm chuẩn, thì phần mới phải được thêm cùng một dung dịch chuẩn lấy mẫu. Điều này phải được tính đến khi tính toán hiệu suất thu hồi chuẩn lấy mẫu.

h) Phải kiểm tra rò rỉ trước và sau mỗi quy trình lấy mẫu. Với mũi lấy mẫu được nút lại, hệ thống lấy mẫu được hút chân không đến áp suất tối thiểu trong khi lấy mẫu, lưu lượng thể tích phải nhỏ hơn 5 % so với lưu lượng bình thường.

i) Tiến hành lấy mẫu đẳng tốc theo TCVN 5977 (ISO 9096).

j) Tiến hành lấy mẫu ở các vị trí đại diện trong ống khói theo TCVN 5977 (ISO 9096).

k) Lưu lượng khi lấy mẫu phải nằm trong khoảng quy định của phương pháp đã được thẩm định.

l) Tỷ lệ thu hồi của mỗi chuẩn lấy mẫu phải lớn hơn 50 %, tính trên cơ sở của chuẩn chiết tương ứng (xem TCVN 7556 – 3 : 2005).

### 6.3 Các yêu cầu tối thiểu lấy mẫu bổ sung cho phương pháp lọc/ ngưng

(sơ đồ, xem hình 1)

a) Nồi thiết bị lấy mẫu tùy theo kiểu đã chọn trong các Hình B.1, B.2 và B.5.

b) Việc lọc được thực hiện bên trong hoặc bên ngoài ống khói, ở nhiệt độ thấp hơn 125 °C. Tuy nhiên, nhiệt độ mẫu khí trong giá đỡ cái lọc phải cao hơn điểm sương của nó.

c) Nhiệt độ mẫu khí sau sinh hàn phải giữ càng thấp càng tốt, tối đa là 20 °C.

d) Bình hấp thụ (impinger) hoặc chất hấp phụ rắn được sử dụng như chất hấp thụ/chất hấp phụ.

## TCVN 7556–1 : 2005

e) Nếu chọn kiểu có chia dòng, thì phải giữ tỉ lệ giữa dòng chính và dòng phụ ổn định ( $\pm 10\%$ ).

**6.4 Những yêu cầu bổ sung tối thiểu đối với lấy mẫu đối với phương pháp pha loãng** (sơ đồ, xem Hình 2)

a) Nối thiết bị lấy mẫu theo các Hình B.6 và B.8.

b) Giữ cái lọc ở nhiệt độ  $< 40\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Tránh sự ngưng tụ trên cái lọc.

c) Giai đoạn hấp phụ rắn được đặt sau cái lọc.

d) Thiết bị lấy mẫu phải có giai đoạn hấp phụ (nghĩa là cái lọc và chất hấp phụ) có kiểm soát không khí pha loãng. Giai đoạn hấp thụ này phải được thay thế và lưu giữ sau mỗi lần đo. Nó phải được phân tích nếu như kết quả đo vượt quá giá trị giới hạn và có thể bị loại bỏ trong các trường hợp khác.

e) Mẫu trắng kiểm tra phải bao gồm cả giai đoạn hấp phụ kiểm tra đối với không khí pha loãng.

**6.5 Những yêu cầu tối thiểu bổ sung cho phương pháp đầu lấy mẫu được làm lạnh** (sơ đồ, xem Hình 3)

– Thiết bị lấy mẫu được nối theo Hình B.9 và B.11.

– Nhiệt độ khí sau đầu lấy mẫu được làm lạnh phải  $\leq 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

– Cái lọc phải được đặt trước giai đoạn hấp phụ/hấp thụ sau cùng.

## 7 Các biện pháp an toàn và vận chuyển

Phải tuân thủ các qui định liên quan của Nhà nước về an toàn. Các PCDD/ PCDF thế clo ở vị trí 2,3,7,8 nằm trong số những hoá chất độc nhất. Ngoài ra, làm việc ở nơi lấy mẫu có thể có nhiều rủi ro như bị nhiễm các dung môi, khí ống khói nóng độc/gây ngạt thở cũng như phải làm việc ở trên cao. Phải áp dụng các biện pháp thích hợp để giảm thiểu các rủi ro đó. Phải cẩn thận khi vận chuyển mẫu, tránh đổ vỡ, đề phòng gây ô nhiễm và tránh để mất mẫu.

## 8 Chuẩn bị và lấy mẫu

### 8.1 Chuẩn bị trước ở nơi lấy mẫu

#### 8.1.1 Lựa chọn nơi lấy mẫu thích hợp

Phải chọn nơi lấy mẫu đáp ứng các yêu cầu nêu trong 9.2 của TCVN 5977.

Phải xác định kích thước ống khói trước khi lấy mẫu bằng cách đo theo chỉ dẫn ở 10.3 của TCVN 5977 hoặc nếu không tiếp cận được với ống khói để đo thì xác định dựa vào bản vẽ thiết kế của nhà máy. Điều này cho phép ước lượng được số điểm lấy mẫu theo yêu cầu (xem 9.3 của TCVN 5977) và do đó

có thể xác định được số lượng và hướng của đường lấy mẫu và nếu không có sẵn các cửa lấy mẫu thì có thể quyết định được vị trí của các cửa lấy mẫu (xem 9.4 của TCVN 5977) cho phù hợp với ống khói.

Các cửa lấy mẫu phải được định vị sao cho có thể tiếp cận được với tất cả các vị trí lấy mẫu bên trong ống khói với thiết bị có sẵn. Thiết kế cửa lấy mẫu sao cho dễ dàng chuyển dịch hệ thống lấy mẫu dọc theo đường lấy mẫu.

Bục bệ làm việc cũng phải thiết kế để hệ thống lấy mẫu được sử dụng mà không cần có ống mềm nối đầu lấy mẫu với các thiết bị thu mẫu. Yêu cầu này không phải lúc nào cũng có thể đạt được nhưng nếu không đạt thì điều này phải được ghi lại trong báo cáo lấy mẫu. Nếu không có bục bệ thích hợp để dùng lâu dài thì phải dựng giàn giáo đáp ứng các yêu cầu trong 9.5 của TCVN 5977 (ISO 9096).

## **8.2 Chuẩn bị trước ở phòng thử nghiệm**

### **8.2.1 Chuẩn bị thiết bị**

Những thiết bị đo sau phải được hiệu chuẩn và vận hành chính xác.

- a) Các đồng hồ đo khí.
- b) Thiết bị đo tốc độ (như tấm lỗ).
- c) Các ống Pitot.
- d) Thiết bị đo nhiệt độ (như các cặp nhiệt điện)
- e) Cân.
- f) Mũi lấy mẫu.
- g) Thiết bị đo áp suất (như áp kế).

Phải kiểm tra hoạt động của bơm, van kiểm soát lưu lượng và các áp kế.

### **8.2.2 Chuẩn bị các bộ phận của hệ thống lấy mẫu tiếp xúc với mẫu**

Các thí dụ về quy trình làm sạch chất hấp phụ được trình bày trong các Phụ lục D và A của TCVN 7556 – 2 : 2005. Kiểm tra độ tinh khiết các thuốc thử theo từng lô.

Kiểm tra tình trạng nguyên vẹn của các dụng cụ thủy tinh và phải làm sạch những vết bẩn. Tiếp theo, phải làm sạch theo quy trình, đảm bảo yêu cầu về độ sạch.

Ngăn lấy mẫu chính phải có dung dịch chuẩn lấy mẫu được thêm vào (như quy định ở Bảng 1) hoặc ở phòng thử nghiệm hoặc ở địa điểm lấy mẫu.

Niêm phong cẩn thận các dụng cụ thủy tinh và đầu lấy mẫu đã được làm sạch, chống nhiễm bẩn và để trong thùng sạch khi vận chuyển.

### **8.3 Lấy mẫu tại nhà máy**

#### **8.3.1 Những kiểm tra ban đầu**

Kiểm tra sự an toàn của bục bệ vì bục bệ này giúp cho việc sử dụng chính xác hệ thống lấy mẫu.

Kiểm tra hệ thống cấp điện xem có ổ cắm phù hợp không, có điện thế đúng và đủ cường độ dòng điện không.

Kiểm tra các cửa lấy mẫu xem có đúng vị trí và các nắp có thể mở ra được không. Kiểm tra phía bên trong cửa để đảm bảo không có tích tụ tro quá nhiều và không có kim loại đóng kết làm cản trở chuyển động của đầu lấy mẫu.

#### **8.3.2 Quan sát sơ bộ**

Đo kích thước ống khói theo 10.3 của TCVN 5977.

Phải xác định sơ bộ mô hình tốc độ và nhiệt độ khí ống khói để đảm bảo rằng vị trí lấy mẫu là thích hợp và để cung cấp thông tin cho việc lựa chọn mũi lấy mẫu. Cần phải xác định và ghi lại hàm lượng oxy và hàm ẩm trong khí ống khói, nhiệt độ và áp suất khí quyển để tính toán tỉ trọng khí ống khói nhằm giúp cho việc lựa chọn mũi lấy mẫu (xem Phụ lục E và F).

#### **8.3.3 Lắp ráp thiết bị**

Mũi lấy mẫu phải có kích thước phù hợp cho lấy mẫu đẳng tốc ở tất cả các điểm lấy mẫu.

Lắp ráp thiết bị theo quy trình của phòng thử nghiệm, chú ý đảm bảo không làm nhiễm bẩn đáng kể hệ thống lấy mẫu. Không được dùng chất bôi trơn ở các khớp nối.

Đo và ghi lại mức độ rò rỉ của hệ thống lấy mẫu theo TCVN 5977.

Bật thiết bị làm lạnh như bình nước đá hoặc nước lạnh tuần hoàn (nếu có sử dụng thiết bị này để làm giảm nhiệt độ chất hấp phụ), sau đó bật bộ phận đốt nóng trước khi đưa đầu lấy mẫu vào ống khói. Mở nắp cửa lấy mẫu và đưa đầu lấy mẫu vào ống khói. Đọc và ghi số đọc ban đầu của lưu tốc kế và áp suất tĩnh ống khói. Kiểm tra sự sắp thẳng hàng của ống Pitot và mũi lấy mẫu trong ống khói để đảm bảo chúng đối diện với dòng khí.

#### **8.3.4 Lấy mẫu**

##### **8.3.4.1 Ghi và lưu giữ các thông số**

Các thông số sau phải được ghi theo chu kỳ (ít nhất 15 min một lần) để có thể thẩm định việc lấy mẫu: tốc độ và nhiệt độ trong ống khói, lưu lượng qua hệ thống lấy mẫu, nhiệt độ của cái lọc, nhiệt độ của chất hấp phụ.

Đo và ghi lại hàm lượng oxi trong quá trình lấy mẫu.

### 8.3.4.2 Thay đổi đường lấy mẫu

Thông thường cần phải thay đổi đường lấy mẫu ít nhất một lần trong quá trình lấy mẫu. Tiêu chuẩn này được biên soạn với giả thiết là sẽ tiến hành lấy mẫu tích tụ (xem 11.4.2 của TCVN 5977).

Việc lấy mẫu được tiến hành theo TCVN 5977. Phải có ít nhất là hai hệ thống lấy mẫu. Nếu không có khả năng thực hiện điều này, việc lấy mẫu phải được thực hiện ở nhiều điểm dọc theo một đường lấy mẫu đơn nhất, nhưng làm như vậy có thể không đạt được độ chính xác đã nêu. Phải ghi lại đầy đủ những việc làm sai lệch so với tiêu chuẩn.

Nên kiểm tra độ rò rỉ hệ của thống lấy mẫu trước và sau khi thay đổi đường lấy mẫu. Nếu cần thiết, phải thay đổi một phần thiết bị thì cũng phải ghi trong nhật ký lấy mẫu. Có thể xác định sự rò rỉ đáng kể bằng cách đo nồng độ oxi trong khí phát thải của hệ thống lấy mẫu.

### 8.3.5 Sau khi lấy mẫu

#### 8.3.5.1 Hiệu suất thu hồi mẫu từ hệ thống lấy mẫu

Tháo hệ thống lấy mẫu ra khỏi ống khói, chú ý không để bị nhiễm bẩn từ các thành bên của cửa lấy mẫu. Nếu cần thiết, phải để nguội và kiểm tra độ rò rỉ. Phải ghi lại tốc độ rò rỉ cuối cùng. Sau đó tháo thiết bị theo quy trình của phòng thử nghiệm. Cần hết sức cẩn thận khi thu hồi đầu lấy mẫu trong phương pháp đầu lấy mẫu làm lạnh. Mỗi phần của mẫu hoặc phải đóng kín cẩn thận hoặc phải đặt vào các thùng chứa đã được làm sạch trước. Phải dán nhãn các phần mẫu để đảm bảo dễ nhận biết.

#### 8.3.5.2 Bảo quản mẫu

Mẫu phải được lưu giữ ở nơi an toàn, tránh ánh sáng và ở nhiệt độ thấp hơn 4 °C. Phải ghi chép về tất cả các bình đựng mẫu.

## 8.4 Tính thể tích khí ống khói

Thể tích khí ống khói được đo bằng lưu tốc kế và tính theo phương trình (1):

$$V_{do} = U_{cuối} - U_{đầu} \quad (1)$$

Trong đó:

$V_{do}$  là thể tích đo được của mẫu;

$U_{cuối}$  là số đọc thể tích sau khi lấy mẫu;

$U_{đầu}$  là số đọc thể tích trước khi lấy mẫu.

Thể tích khí ống khói sau đó phải được hiệu chỉnh về điều kiện tiêu chuẩn của nhiệt độ và áp suất, và điều kiện quy chiếu về độ ẩm và hàm lượng oxi theo phương trình (2):

$$V_{ch} = V_{do} \cdot \frac{T_n (p_{at} + p_t - p_{H_2O})}{P_n T_{do}} \cdot \frac{(21 - O_m)}{(21 - O_{ref})} \quad (2)$$

## TCVN 7556-1 : 2005

Trong đó:

$V_{ch}$  là thể tích đo được tính về điều kiện tiêu chuẩn và điều kiện qui chiếu;

$T_n$  là nhiệt độ tiêu chuẩn (273,15 K);

$T_{đo}$  là nhiệt độ mẫu trong lưu tốc kế;

$p_{at}$  là áp suất khí quyển;

$p_t$  là sự khác nhau giữa áp suất tĩnh ở tiết diện ngang và áp suất của áp kế;

$p_{H_2O}$  là áp suất hơi nước riêng phần;

$p_n$  là áp suất tiêu chuẩn (101,325 kPa);

$O_m$  là hàm lượng oxi trong ống khói;

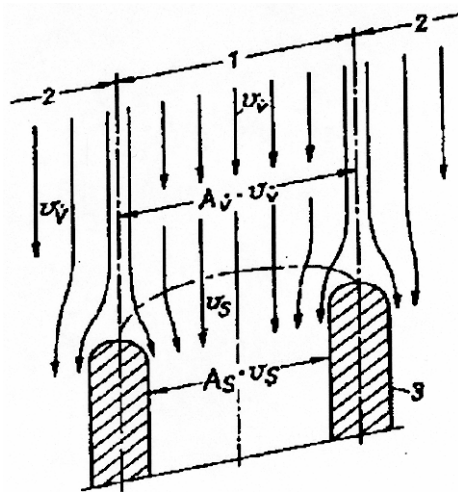
$O_{ref}$  là hàm lượng oxi quy chiếu.

Tốc độ đẳng tốc được tính theo 13.3 của TCVN 5977 (ISO 9096).

$$A_v \times U_v = A_s \times U_s$$

Trong đó:

(xem Hình 4)



1 dòng lấy mẫu v

2 dòng chính v'

3 mũi lấy mẫu S

A tiết diện ngang

$A_v$  tiết diện ngang dòng lấy mẫu bằng tiết diện ngang hiệu dụng của mũi lấy mẫu  $A_s$

U tốc độ

Điều kiện cân bằng  $U_{v'} = U_v$

Điều kiện liên tục  $A_v U_v = A_s U_s$

**Hình 4. Minh họa dòng khí phía trên và bên trong mũi lấy mẫu**

## 8.5 Báo cáo lấy mẫu

Trong báo cáo kết quả lấy mẫu cần phải có các thông tin tối thiểu sau và cho biết các yêu cầu có được đáp ứng đầy đủ không nhằm chứng minh là có sự phù hợp với tiêu chuẩn:

### a) Thông tin về phép thử

Tổ chức, cá nhân lấy mẫu;

Địa điểm, vị trí lấy mẫu;

Ngày, tháng, thời gian lấy mẫu.

### b) Lời công bố

Việc lấy mẫu được thực hiện theo TCVN 5977.

Nếu làm khác đi thì phải nêu rõ lý do.

### c) Độ chụm

Các chỉ dẫn về độ lặp lại và tái lập dự kiến trong các điều kiện tương tự như khi đo thẩm định được nêu lên TCVN 7556 – 3 : 2005.

### d) Các thông số khí trong ống khói

Dữ liệu ống khói (kích thước, v.v.);

Vị trí trong ống khói;

Hàm lượng O<sub>2</sub> và/hoặc CO<sub>2</sub> (đo như thế nào, khi nào);

Hàm ẩm (đo như thế nào, khi nào);

Mô hình tốc độ;

Mô hình nhiệt độ;

Tỉ trọng khí;

Dữ liệu áp suất (tĩnh, khí quyển).

### e) Hệ thống lấy mẫu

Tên phương pháp;

Sơ đồ hệ thống lấy mẫu;

Dữ liệu về cái lọc (kích thước, dữ liệu do nhà sản xuất cho về hiệu suất);

Dữ liệu về chất hấp phụ /hấp thu (chất lượng, số lượng, kích cỡ);

Giai đoạn hấp phụ kiểm tra đã sử dụng nếu được yêu cầu;

Tiến hành tráng rửa trước (trước khi lấy mẫu) nếu được yêu cầu.

## TCVN 7556–1 : 2005

### f) Các dữ liệu lấy mẫu

Đường kính mũi lấy mẫu và đầu lấy mẫu;

Nhiệt độ trong ống khói trong quá trình lấy mẫu;

Lưu lượng qua cái lọc, qua bộ phận hấp thu /hấp phụ;

Nhiệt độ tối đa ở cái lọc trong quá trình lấy mẫu;

Nhiệt độ tối đa ở sinh hàn hoặc bộ hấp thu /hấp phụ;

Nhiệt độ trung bình tại đồng hồ đo khí;

Độ ẩm của khí được lấy mẫu (đo như thế nào, khi nào);

Áp suất ở đồng hồ đo khí;

Thể tích được lấy mẫu ở các điều kiện của đồng hồ đo khí;

Hàm lượng O<sub>2</sub>/ CO<sub>2</sub> qui chiếu;

Hàm ẩm được sử dụng trong báo cáo về các nồng độ của PCDD/ PCDF;

Thể tích được lấy mẫu theo m<sup>3</sup> ở các điều kiện tiêu chuẩn của nhiệt độ và áp suất, O<sub>2</sub>/CO<sub>2</sub> qui chiếu, khí ẩm và/hoặc khí khô;

Tỷ số đẳng tốc (isokinetic ratio);

Kết quả kiểm tra rò rỉ trước và sau lấy mẫu;

Khoảng thời gian lấy mẫu, lúc bắt đầu, kết thúc, những lúc dừng lại, ngày tháng;

Khi đo có chia dòng, tại dòng phụ:

a) Thể tích mẫu lấy được ở đồng hồ đo khí;

b) Thể tích mẫu lấy được theo m<sup>3</sup> quy về điều kiện tiêu chuẩn của nhiệt độ và áp suất, O<sub>2</sub>/CO<sub>2</sub> qui chiếu, khí ẩm và/hoặc khí khô.

### g) Sự thêm chuẩn

Ngăn được thêm;

Số lượng và chất lượng dung dịch chuẩn lấy mẫu;

Hiệu suất thu hồi của: <sup>13</sup>C<sub>12</sub> - 1,2,3,7,8 PeCDF; <sup>13</sup>C<sub>12</sub> - v1,2,3,7,8,9 HxCDF; <sup>13</sup>C<sub>12</sub> - 1,2,3,4,7,8,9 HpCDF được thêm vào về sau theo các kết quả nhận được khi áp dụng TCVN 7556 – 2 : 2005 và TCVN 7556 – 3 : 2005.

### h) Mẫu trắng kiểm tra và dung dịch tráng rửa thiết bị sử dụng lại (nếu có yêu cầu)

Khi các kết quả phân tích được kiểm tra, báo cáo lấy mẫu phải trình bày:



- a) Mẫu trắng kiểm tra có nhỏ hơn 10 % giá trị giới hạn hay không;
- b) Giá trị tính được có lớn hơn giá trị mẫu trắng kiểm tra hay không;
- c) Nồng độ trong mẫu tiếp theo có vượt quá giá trị giới hạn hay không.

Trong phần Phụ lục G, có nêu để tham khảo một biên bản lấy mẫu điển hình được điền vào tại địa điểm lấy mẫu.

## Phụ lục A

(tham khảo)

### Độ độc tương đương

Hầu hết các nghiên cứu về độc tính của các PCDD và PCDF được tiến hành trên 2,3,7,8-TCDD, là hợp chất độc hơn cả. Một số nghiên cứu được tiến hành trên các PCDD và PCDF khác mặc dù các dữ liệu thu được cho thấy chỉ những PCDD và PCDF có các nguyên tử clo ở vị trí 2,3,7,8 là có độc tính quan trọng, khi tăng việc thế clo từ 4 đến 8 nguyên tử nói chung độc tính giảm rõ rệt. Trong môi trường, các PCDD và PCDF tồn tại như những hỗn hợp phức tạp và rõ ràng là cần phải đánh giá độ độc của những hỗn hợp đó. Dựa trên các nghiên cứu in vitro và in vivo, hệ số độc tương đương quốc tế (I-TEF), ký hiệu là f, đã được đề xuất để so sánh các tác dụng độc của từng chất cùng loại của PCDD và PCDF riêng biệt so với độ độc của 2,3,7,8-TCDD là chất mà ta đã có nhiều thông tin hơn. Khi so sánh như vậy người ta giả thiết là tất cả các chất cùng loại của PCDD và PCDF, được cho như là một hỗn hợp, được hấp phụ tốt như nhau, và tác dụng độc của các hợp chất riêng rẽ trong hỗn hợp là có cộng tính. Các cố vấn của Tổ chức Y Tế Thế giới tại khu vực Châu Âu cảnh báo rằng các giả thiết trên là quá đơn giản và khuyến cáo rằng việc sử dụng hệ thống I-TEF chỉ là một cách tạm thời nhằm quản lí rủi ro trong khi chưa có đủ dữ liệu. Cách dùng hệ thống I-TEF được cho là đánh giá quá cao sự rủi ro.

Có một số hệ thống đánh giá độ độc khác nhau; hệ thống I-TEF được Ủy ban NATO về những thách thức đối với một xã hội hiện đại đưa ra lần đầu tiên và sau đó được thừa nhận rộng rãi; hệ thống này được trình bày ở Bảng A.1. Phương pháp đánh giá này chỉ nêu lên các hệ số TEF cho 17 hợp chất thế clo ở 2,3,7,8 mà người ta quan tâm. Không có TEF cho 193 chất không phải là các hợp chất thế clo ở 2,3,7,8 vì chúng được xem như là có độ độc không đáng kể. Khi nhân nồng độ của từng PCDD và PCDF riêng rẽ với I-TEF của nó sẽ được số đương lượng độc tính theo 2,3,7,8-TCDD (I-TEQ). Độ độc của một hỗn hợp bất kì, so với 2,3,7,8-TCDD, như vậy sẽ là tổng của các I-TEQ riêng rẽ.

Những thông tin tổng quát trong Bảng A.2 liệt kê các hệ số độc tương đương.

Bảng A.1 - Hệ số độc tương đương quốc tế (I-TEF) đối với những chất cùng loại đáng quan tâm

Chất cùng loại	I -TEF	Chất cùng loại	I -TEF
2,3,7,8-TCDD	1	2,3,7,8-TCDF	0,1
1,2,3,7,8-PeDD	0,5	2,3,4,7,8-PeCDF	0,5
		1,2,3,7,8-PeCDF	0,05
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1
		2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01	1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01
		1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01
OCDD	0,001	OCDF	0,001

Bảng A.2 - Hệ số độc tương đương theo các phương pháp tính khác nhau

Chất cùng loại	Eadon 86	EPA	BGA/ UBA	LMS	BUS	Nordic
2,3,7,8-TCDD	1	1	1	1	1	1
2,3,7,8-PeCDD	1	0,5	0,1	0,1	0,1	0,5
2,3,7,8-HxCDD	0,033	0,04	0,1	0,1 to 0,01	0,1	0,1
2,3,7,8-HpCDD	-	0,001	0,01	0,01	0,01	0,01
OCDD	-	-	0,001	-	-	0,001
2,3,7,8-TCDF	0,33	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
2,3,7,8-PeCDF	0,33	0,1	0,1	0,2 to 0,1	0,1	0,5 to 0,01*)
2,3,7,8-HxCDF	0,021	0,01	0,1	0,2 to 0,05	0,1	0,1
2,3,7,8-HpCDF	-	0,01	0,01	0,01	0,1	0,01
OCDF	-	-	0,001	-	-	0,001
$\sum TCDDs$ **)	-	0,01	0,01	-	0,01	-
$\sum PeCDDs$ **)	-	0,005	0,01	-	0,1	-
$\sum HxCDDs$ **)	-	0,000 4	0,01	-	0,1	-
$\sum HpCDDs$ **)	-	0,000 01	0,001	-	0,01	-
$\sum TCDFs$ **)	-	0,001	0,01	-	0,1	-
$\sum PeCDFs$ **)	-	0,001	0,01	-	0,1	-
$\sum HxCDFs$ **)	-	0,000 1	0,01	-	0,1	-
$\sum HpCDFs$ **)	-	0,000 01	0,001	-	0,1	-

\*) 2,3,4,7,8-PeCDF = 0,5; 1,2,3,7,8-PeCDF = 0,01;

\*\*) Các giá trị tổng được sử dụng không kể đến các đồng phân thế 2,3,7,8 còn chưa chắc chắn.

**Phụ lục B**  
(tham khảo)

**Các thí dụ về vận hành**

CHÚ THÍCH: Phụ lục này mô tả các thí dụ về vận hành của ba phương pháp lấy mẫu:

- a) Phương pháp lọc/ngưng;
- b) Phương pháp pha loãng;
- c) Phương pháp đầu lấy mẫu làm lạnh.

Các phương pháp này đã dùng trong các phép đo được thẩm định (thời gian lấy mẫu 8 h).

Những hệ thống này đều thoả mãn các yêu cầu tối thiểu, song các quy trình khác nhau có một số chi tiết khác nhau.

**B.1 Phương pháp lọc/ngưng**

**B.1.1 Sơ đồ thiết bị**

Hệ thống lấy mẫu được cho trong Hình B.1. Mẫu khí được hút qua mũi lấy mẫu, đầu lấy mẫu và cái lọc (< 125 °C). Sau đó khí được dẫn qua sinh hàn và bình hứng. Phía sau là hai bình sục khí có etylenglycol/nước (1:2 V/V). Ở cuối hệ thống có bơm hút và thiết bị đo và điều chỉnh thể tích.

- a) Hộp lọc (cái lọc ở ống khói) được làm bằng thuỷ tinh, đường kính ngoài 50 mm, dài 160 mm.
- b) Cái lọc sợi thuỷ tinh kiểu đê khâu (đáy ống thon tròn) 30 mm x 100 mm, hiệu suất lọc cao.
- c) Đầu lấy mẫu làm bằng thuỷ tinh, đường kính trong 10 mm.
- d) Sinh hàn kiểu cuộn có 8 vòng có đường kính trong 10 mm, chiều cao 290 mm.
- e) Bình sục khí không có tấm xốp, thể tích 0,5 l, được đổ 150 ml dietilenglycol/nước (1: 2, V/V), đường kính trong 80 mm, cao 320 mm.
- f) Tổ hợp làm lạnh

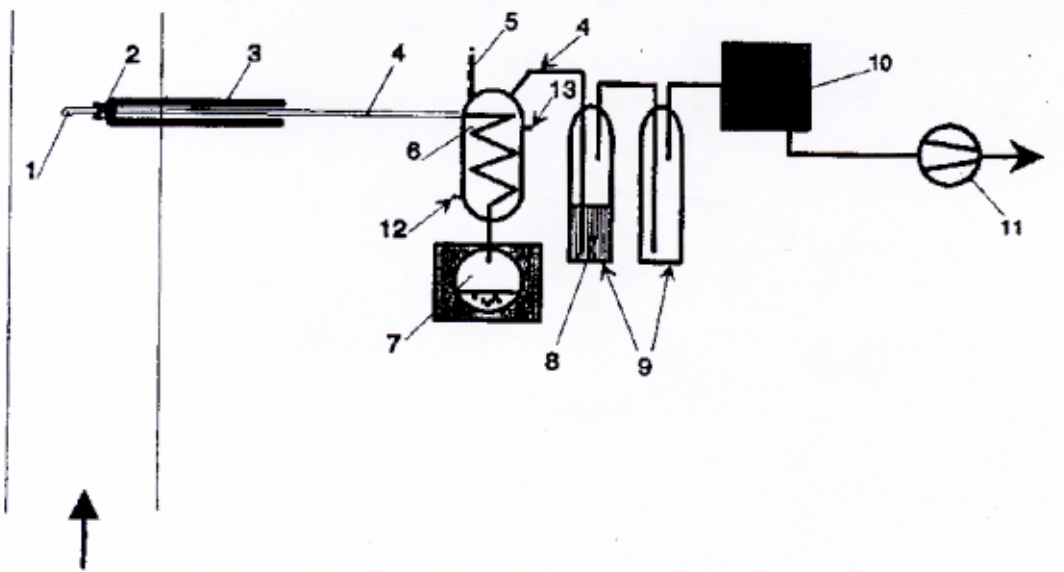
Hệ thống lấy mẫu được thẩm định cho lưu lượng thể tích khoảng 2 m<sup>3</sup>/h.

**B.1.2 Chất hấp phụ và quy trình làm sạch**

Các thuốc thử dùng làm chất hấp phụ phải có độ tinh khiết HPLC. Trước khi sử dụng, 1 lít hỗn hợp glycol/nước (1:2 V/V) được chiết ba lần với 150 ml diclometan có độ tinh khiết phân tích thuốc trừ sâu.

**B.1.3 Quy trình làm sạch dụng cụ thuỷ tinh trước khi lấy mẫu**

Dụng cụ thuỷ tinh được làm sạch ở phòng thử nghiệm. Tại địa điểm lấy mẫu, tráng lại bằng diclometan trước khi dùng.



- |                              |   |
|------------------------------|---|
| 1. Mũi lấy mẫu               | 7. Bình ngưng                               |
| 2. Cái lọc kiểu đe khâu      | 8. Etylenglicol                             |
| 3. Đầu lấy mẫu được đốt nóng | 9. Bình sục khí                             |
| 4. Các ống nối (thủy tinh)   | 10. Hộp làm khô                             |
| 5. Kiểm tra nhiệt độ         | 11. Thiết bị hút (bơm, van, đồng hồ đo khí) |
| 6. Ống sinh hàn              | 12. Lối nước làm lạnh vào                   |
|                              | 13. Lối nước làm lạnh ra                    |

**Hình B.1 - Sơ đồ minh họa phương pháp lọc/ngưng kiểu không chia dòng**

#### B.1.4 Vị trí thêm chuẩn

Trước khi lấy mẫu, thêm chuẩn bằng cách nhỏ đều dung dịch chuẩn lấy mẫu lên cái lọc. Nếu trong quá trình lấy mẫu cần thay thế cái lọc thì cái lọc mới cũng được thêm chuẩn lấy mẫu và ghi lại để có thể hiệu chỉnh độ thu hồi chuẩn lấy mẫu đã tính được. Ngoài ra cả bình hứng cũng có thể được thêm chuẩn, hoặc thêm chuẩn vào bình hứng thay cho cái lọc.

#### B.1.5 Quy trình lắp ráp thiết bị

Thiết bị được lắp ráp như ở Hình B.1, chú ý không để nhiễm bẩn bất kỳ bề mặt nào có tiếp xúc với mẫu.

- Nối sinh hàn với tổ hợp làm lạnh hoặc với vòi nước lạnh;
- Nối cái lọc (cái lọc trong ống khói) với mũi lấy mẫu, đầu lấy mẫu và sinh hàn (nếu nhiệt độ mẫu khí < 125 °C, có thể lọc ở ngoài ống khói);
- Nối bình hứng và các bình sục khí phía sau;
- Nối bơm và hệ thống đo và điều chỉnh thể tích;

## TCVN 7556-1 : 2005

e) Nếu cần thì bắt đầu đốt nóng đầu lấy mẫu và hộp lọc.

### B.1.6 Quy trình kiểm tra sự rò rỉ

Hệ thống lấy mẫu được kiểm tra sự rò rỉ bằng cách nút mũi lấy mẫu và mở bộ kiểm tra lưu lượng tự động. Bơm sẽ hút chân không hệ thống và sau đó ngừng hút nếu lưu lượng khí đủ thấp (chứng tỏ hệ thống lấy mẫu không bị rò rỉ).

### B.1.7 Kiểm tra lưu lượng mẫu khí

Lưu lượng mẫu khí được thường xuyên điều chỉnh cho thích hợp bằng một van cuộn được điều khiển bằng một bộ vi xử lý. Điều này đảm bảo, nếu kích thước mũi lấy mẫu đã chọn đúng, các điều kiện đẳng tốc được duy trì trong khoảng 2 %, với hàm ẩm giả thiết của khí ống khói.

### B.1.8 Lấy mẫu

a) Đưa đầu lấy mẫu vào ống khói, mũi lấy mẫu được quay khỏi dòng khí.

b) Điều chỉnh việc đun nóng/làm lạnh đầu lấy mẫu và/ hoặc hộp lọc để đảm bảo nhiệt độ thấp hơn 125 °C, nhưng cao hơn điểm sương trong giá đỡ cái lọc ít nhất là 10 °C.

c) Mở thiết bị làm lạnh và điều chỉnh để có được nhiệt độ mong muốn trong sinh hàn và bộ phận hấp phụ, và trong bất kỳ trường hợp nào cũng phải dưới 20 °C nhưng tránh để hoá băng.

d) Đặt mũi lấy mẫu ở điểm đo và đảm bảo giữ chặt mũi lấy mẫu ở vị trí đó. Quay mũi lấy mẫu theo chiều dòng khí.

e) Mở bơm và điều chỉnh lưu lượng để đảm bảo lấy mẫu đẳng tốc ở mũi lấy mẫu.

### B.1.9 Quy trình tháo thiết bị

Vào lúc kết thúc việc lấy mẫu, tắt bơm và đầu đốt nóng, kéo đầu lấy mẫu ra khỏi ống khói và để nguội. Ghi lại thể tích khí được lấy mẫu. Tắt máy sinh hàn và kiểm tra sự rò rỉ của hệ thống lấy mẫu. Sau đó tháo cẩn thận hệ thống lấy mẫu.

a) Tráng dụng cụ thuỷ tinh và các ống nối bằng 100 ml axeton, tiếp theo là 100 ml diclometan.

b) Gộp các dung dịch tráng với chất ngưng trong bình hứng.

c) Chuyển các dung dịch trong bình sục khí vào chai thuỷ tinh sạch và tráng các bình bằng nước, tiếp theo là axeton sau đó là diclometan.

d) Đậy hộp lọc.

Dán nhãn cẩn thận tất cả các bộ phận.

## B.2 Phương pháp lọc/ngưng kiểu có chia dòng

### B.2.1 Sơ đồ thiết bị

Sơ đồ máy được minh họa ở Hình B.2. Khí được lấy mẫu đi qua mũi lấy mẫu bằng thuỷ tinh và đầu lấy mẫu thuỷ tinh đến cái lọc. Một phần khí đi qua cái lọc và bộ phận chia dòng đến sinh hàn và bình hứng rồi đến bộ hấp phụ. Thiết kế chi tiết hộp lọc được minh họa ở Hình B.3 và của ống hấp phụ và sinh hàn được cho ở Hình B.4.

Để đảm bảo tốt các điều kiện đẳng tốc và tránh sự tích tụ bụi trên thành ống, đường kính trong của mũi lấy mẫu và đầu lấy mẫu phải tối thiểu là 8 mm.

Tùy thuộc vào nhiệt độ khí thải, đầu lấy mẫu phải được thiết kế có thiết bị đốt nóng hoặc làm lạnh để có nhiệt độ của khí được lấy mẫu thấp hơn 125 °C. Nhiệt độ trong hộp lọc phải cao hơn điểm sương ít nhất 10 °C.

Trong hệ thống lấy mẫu có một cái lọc phẳng có đường kính 125 mm và được nhồi ít nhất là 30g XAD – 2 theo số tay chất lượng của phòng thử nghiệm.

Hệ thống lấy mẫu phải được hiệu chỉnh cho lưu lượng thể tích nằm trong khoảng 0,5 m<sup>3</sup>/h đến 0,7 m<sup>3</sup>/h (ở dòng phụ) và 3 m<sup>3</sup>/h đến 5 m<sup>3</sup>/h (ở dòng chính).

### B.2.2 Chất hấp phụ và quy trình làm sạch

Chất hấp phụ được sử dụng là XAD – 2 (20 mesh đến 50 mesh).

Chất hấp phụ được làm sạch như mô tả ở Phụ lục D.

### B.2.3 Quy trình làm sạch dụng cụ thuỷ tinh trước khi lấy mẫu

Nên dùng một đầu lấy mẫu và mũi lấy mẫu mới đều làm bằng thuỷ tinh cho mỗi phép thử.

### B.2.4 Vị trí thêm chuẩn

Cái lọc được thêm chuẩn bằng cách nhỏ đều những phần 20 µl đến 30 µl dung dịch chuẩn lấy mẫu lên các vị trí khác nhau trên cái lọc. Cái lọc được đặt ở vị trí thẳng đứng trong một thời gian ngắn cho đến khi dung môi bay hết. Cái lọc được dùng để lấy mẫu ít nhất 2 h sau khi thêm chuẩn lấy mẫu. Lọc đã được thêm chuẩn có thể lưu giữ trong một số ngày. Ngoài ra, chất hấp phụ XAD – 2 cũng có thể được thêm chuẩn, hoặc được thêm chuẩn thay cho cái lọc.

Trong quá trình lấy mẫu, nếu cần thay đổi cái lọc đã được thêm chuẩn lấy mẫu là cần thiết, thì cái lọc mới cũng phải được thêm theo cách tương tự. Việc này phải được đưa vào tính toán.

**B.2.5 Quy trình lắp thiết bị**

Thiết bị được đóng gói trong các hộp để vận chuyển đến vị trí lấy mẫu. Mở các hộp được mở và lắp đặt theo Hình B.2. Không sử dụng mỡ bôi trơn và các ống mềm đối với các phần của hệ thống lấy mẫu mà có tiếp xúc với khí được lấy mẫu.

- a) Nối sinh hàn với tổ hợp làm lạnh hoặc vòi nước lạnh.
- b) Đưa ống hấp phụ rắn nạp XAD – 2 vào.
- c) Nối hộp làm khô với bơm và đồng hồ đo khí đo dòng khí phụ ở phía sau.
- d) Nối sinh hàn với bộ lọc qua thiết bị chia dòng.
- e) Nối bơm chính và đồng hồ đo khí (dòng chính) với cái lọc qua thiết bị chia dòng.
- f) Nối đầu lấy mẫu với cái lọc.
- g) Lắp các cặp nhiệt điện
- h) Bọc các phần dẫn khí đến hộp làm khô bằng giấy nhôm (để làm tối).
- i) Nếu cần, bắt đầu đốt nóng đầu lấy mẫu và hộp lọc.

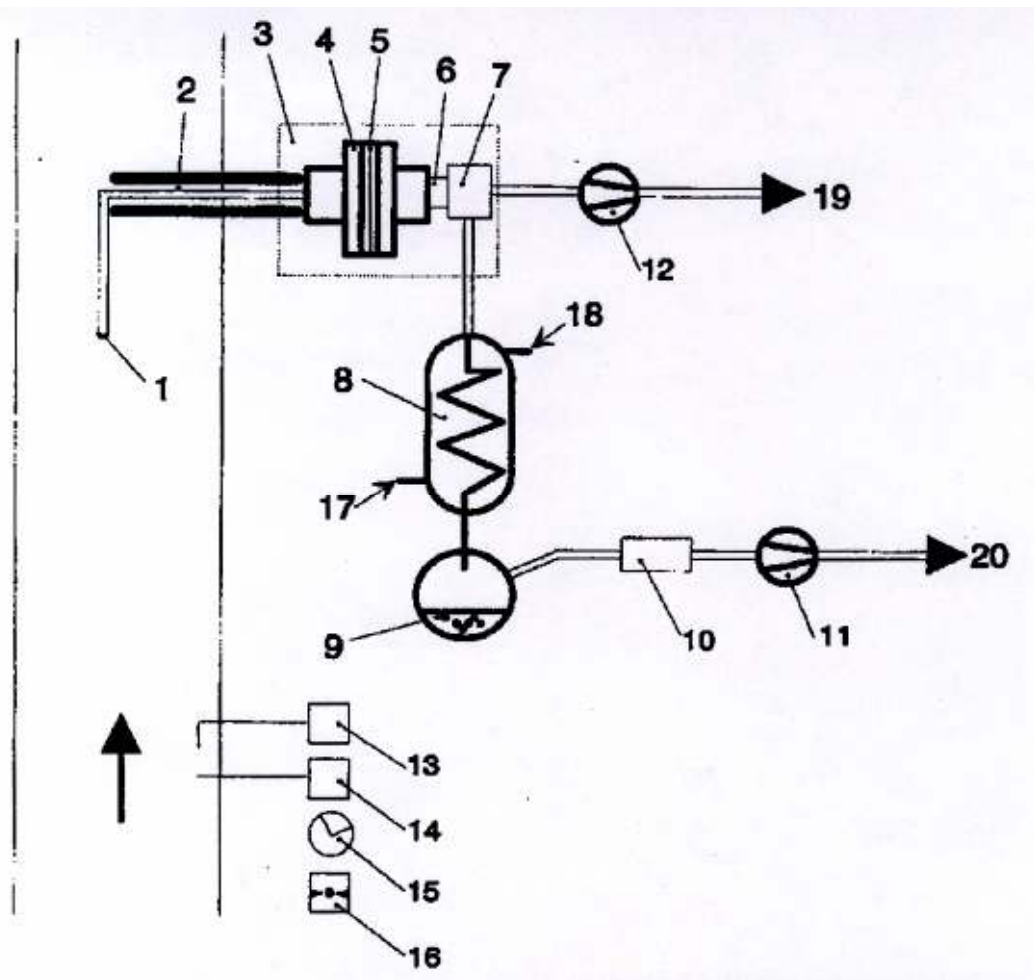
**B.2.6 Quy trình kiểm tra rò rỉ**

Trong quá trình lấy mẫu, hệ thống lấy mẫu được kiểm tra rò rỉ bằng hút chân không cho đến chân không xuống cực tiểu với mũi lấy mẫu được nút lại và đo lưu lượng thể tích. Lưu lượng đo được phải nhỏ hơn 5 % so với lưu lượng bình thường.

**B.2.7 Kiểm soát lưu lượng mẫu khí**

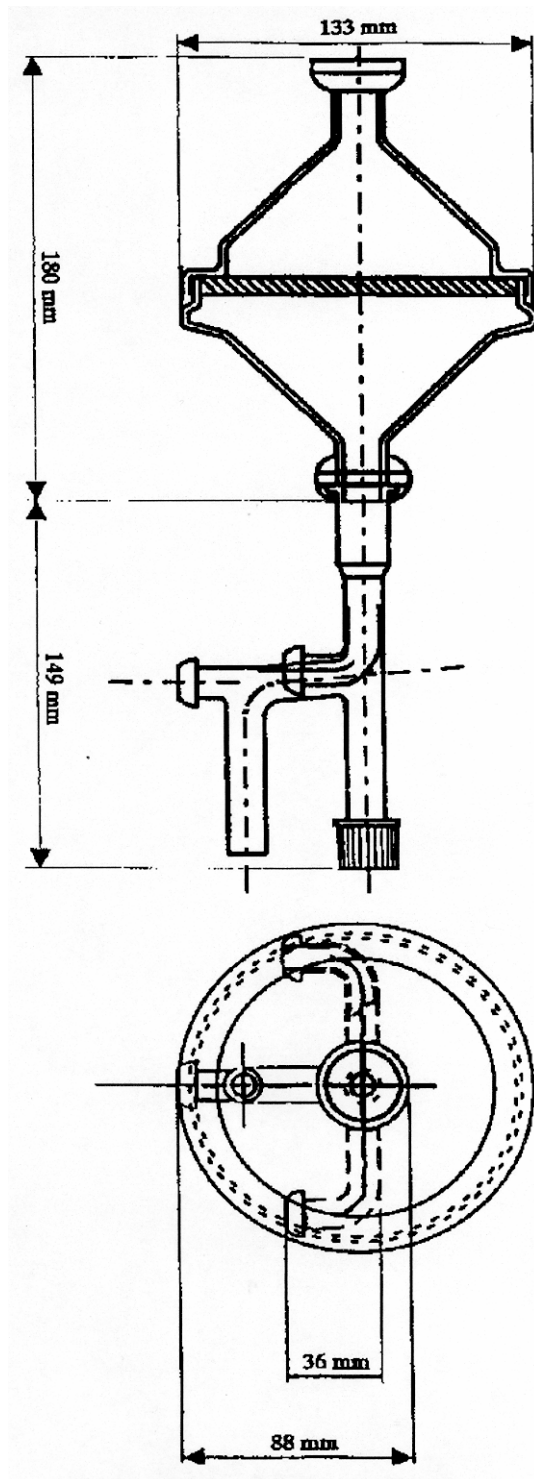
Lưu lượng dòng mẫu khí chính được điều chỉnh đến đẳng tốc. Dòng phụ được điều chỉnh để giữ tỷ số giữa dòng chính và phụ không đổi ( $\pm 10\%$ ), cần đảm bảo tốc độ trong ống XAD – 2 không vượt quá 34 cm.





- |  |  |
|--|--|
| 1. Mũi lấy mẫu   | 11. Thiết bị hút dòng phụ tối đa 15 l/min    |
| 2. Đầu lấy mẫu (có thể được đốt nóng)<br>(790 mm đến 1190 mm)    | 12. Thiết bị hút dòng chính tối đa 120 l/min |
| 3. Hộp được điều chỉnh nhiệt độ<br>( $T < 125^{\circ}\text{C}$ ) | 13. Thiết bị đo áp suất và tốc độ khí        |
| 4. Giá đỡ cái lọc  | 14. Nhiệt kế đo khí                          |
| 5. Cái lọc (đường kính 125 mm)                                   | 15. Đồng hồ                                  |
| 6. Nhiệt kế  | 16. Thiết bị đo áp suất khí quyển            |
| 7. Bộ chia dòng  | 17. Lối vào của nước lạnh                    |
| 8. Sinh hàn  | 18. Lối ra của nước lạnh                     |
| 9. Bình hứng (1 lít)   | 19. Lối ra của dòng chính                    |
| 10. Bộ chất hấp phụ rắn hoặc bình<br>hấp thu (impinger)          | 20. Lối ra của dòng phụ                      |

**Hình B.2 - Sơ đồ minh họa hệ thống lấy mẫu của phương pháp lọc/ ngưng tụ, kiểu có chia dòng**



Hình B.3 - Minh họa chi tiết hộp lọc (phương pháp lọc/ ngưng tụ có chia dòng)

**B.2.8 Lấy mẫu**

- a) Đưa đầu lấy mẫu vào trong ống khói, quay mũi lấy mẫu khỏi dòng khí (đóng mũi lấy mẫu).
- b) Làm nóng/ lạnh đầu lấy mẫu và/ hoặc hộp lọc để đảm bảo nhiệt độ thấp hơn 125 °C nhưng cao hơn điểm sương trong giá đỡ cái lọc ít nhất 10 °C.
- c) Mở thiết bị làm lạnh sinh hàn và điều chỉnh để được nhiệt độ mong muốn trong sinh hàn và bộ hấp phụ, trong bất kỳ trường hợp nào nhiệt độ đều phải nhỏ hơn 20 °C, nhưng tránh để hoá băng.
- d) Đặt mũi lấy mẫu ở điểm đo và đảm bảo giữ chặt mũi lấy mẫu ở vị trí đó. Quay mũi lấy mẫu theo chiều dòng khí.
- e) Mở bơm và điều chỉnh lưu lượng để đảm bảo lấy mẫu đẳng tốc ở mũi lấy mẫu.
- f) Điều chỉnh lưu lượng để giữ tỷ số các lưu lượng không đổi ( $\pm 10\%$ ).

**B.2.9 Quy trình tháo thiết bị**

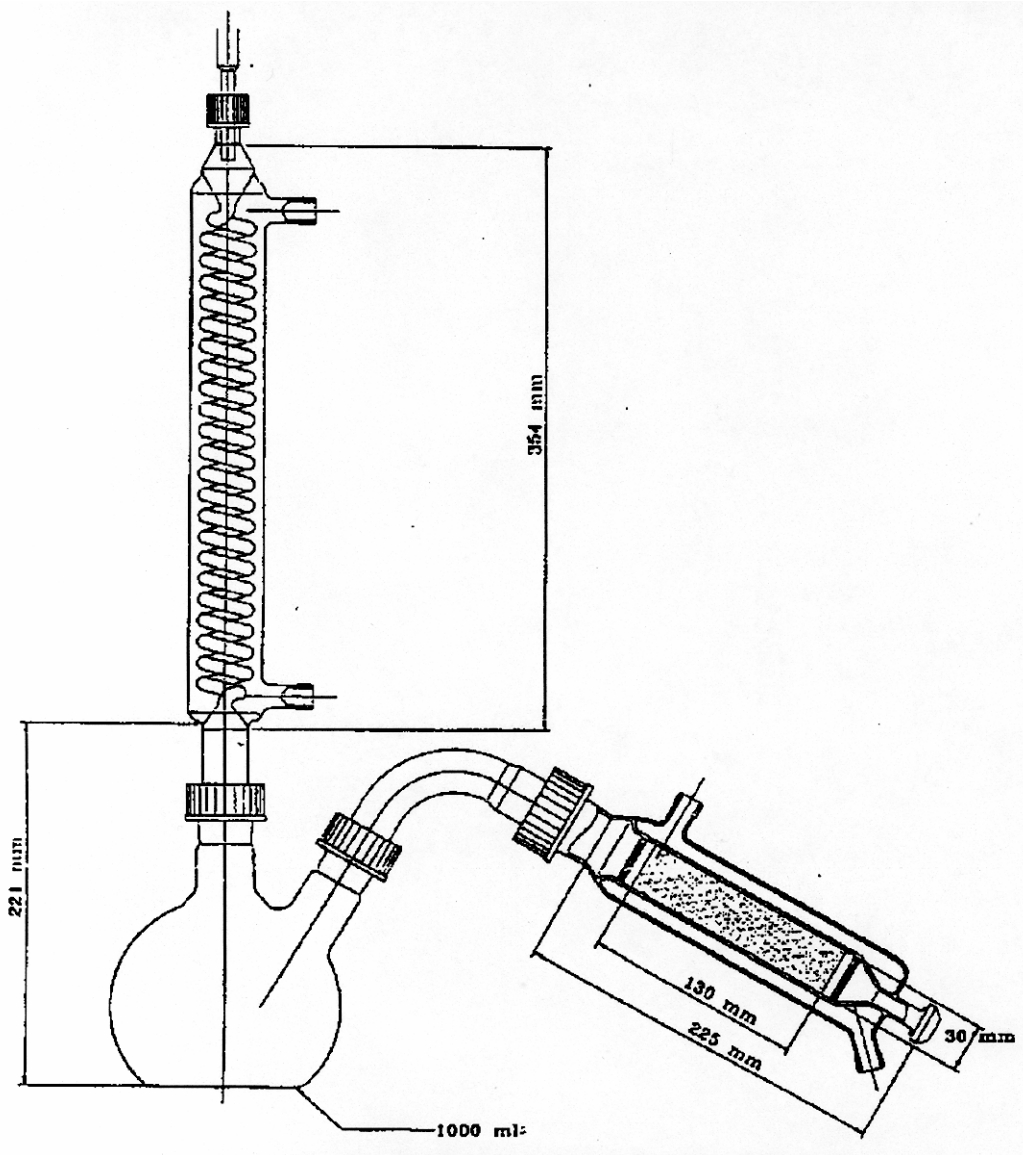
Khi kết thúc lấy mẫu, tắt bơm và đầu đốt nóng và đóng các van lại. Kéo đầu lấy mẫu ra khỏi ống khói và để nguội. Ghi thể tích khí lấy mẫu của các dòng chính và phụ. Tắt sinh hàn. Kiểm tra độ rò rỉ của hệ thống lấy mẫu (nếu áp suất ở trong ống khói rất thấp, nên lắp thêm một van ở sau cái lọc để tránh mất các hạt do sự thông gió). Sau đó, tháo cẩn thận:

- a) Thu mũi và đầu lấy mẫu sau khi lấy đi các chất đọng trên các phần bên ngoài (nếu có) bằng bông thuỷ tinh tẩm axeton, đậy lỗ của mũi lấy mẫu bằng các mũ hoặc lá nhôm và đặt tất cả các phần này vào các hộp vận chuyển.
- b) Tách riêng cái lọc mà có thể nằm trong hộp lọc, với các miệng lỗ được đậy kín, vận chuyển trong một hộp thuỷ tinh sạch, tránh ánh sáng.
- c) Thu chất ngưng tụ trong một bình thuỷ tinh nâu nếu thiết bị được sử dụng lại để lấy mẫu.
- d) Thu sinh hàn, đậy sinh hàn bằng các nút thuỷ tinh không bôi trơn và đặt vào thùng vận chuyển.
- e) Tách riêng ống hấp phụ rắn và đậy kín bằng các nút thuỷ tinh và đặt vào thùng vận chuyển.

Tất cả các phần được dán nhãn cẩn thận.

Các công việc sau thường được làm ở phòng thử nghiệm.

- f) Tráng kỹ phần bên trong của mũi lấy mẫu và đầu lấy mẫu bằng axeton, sau đó bằng toluen. Lặp lại thao tác này. Nếu thấy có cặn bám, sử dụng bông thạch anh tẩm axeton. Miếng bông này sau đó được thêm vào cái lọc. Nếu thao tác này không loại được cặn bám thì phải tách ống ra và đun sôi trong toluen. Lặp lại quá trình này hai lần.



**Hình B.4 - Minh họa chi tiết ống sinh hàn và ống hấp phụ  
(phương pháp lọc/ ngưng tụ có chia dòng)**

g) Giá đỡ lọc được tráng hai lần mỗi lần với 20 ml toluen, dung dịch tráng này được thêm vào dung môi chiết của bộ Soxhlet. Tráng sinh hàn bằng axeton hoặc được đun hồi lưu với toluen. Dung dịch tráng này được thêm vào chất ngưng.

h) XAD – 2 được lấy ra khỏi ống để chiết và ống được tráng bằng toluen. Dung dịch tráng này được thêm vào chất ngưng.

### **B.3 Phương pháp lọc/ ngưng kiểu có chất hấp phụ rắn đặt trước bình hứng**

#### **B.3.1 Sơ đồ thiết bị**

Hệ thống lấy mẫu được minh họa ở Hình B.5.

Khí ống khói đi vào hệ thống lấy mẫu qua một đầu lấy mẫu bọc thuỷ tinh được đốt nóng bằng điện. Đầu lấy mẫu này được nối với hộp lọc bằng thuỷ tinh, trong đó cái lọc bằng thạch anh được đặt trên giá đỡ cái lọc bằng PTFE (tefflon). Hộp lọc nằm bên trong hộp được đốt nóng bằng điện. Tiếp sau là sinh hàn xoắn làm lạnh bằng nước và ống nạp nhựa XAD-2 cũng làm lạnh bằng nước. Chất ngưng và khí đi qua ống nạp nhựa xuống bình cầu đáy tròn hứng chất ngưng. Nhiệt độ của khí trong đầu lấy mẫu được điều chỉnh đến giữa điểm sương của khí ống khói và 120 °C. Dọc theo đầu lấy mẫu một cặp nhiệt điện kiểu K được cột vào để đo nhiệt độ của khí ống khói và một ống Pitot kiểu S để đo lưu lượng khí ống khói.

Sau bình hứng, khí đi qua một ống làm khô nạp silicagen đến bơm, đồng hồ đo khí và thiết bị đo lưu lượng phẳng đục lỗ.

Hệ thống lấy mẫu được cấu trúc trên cơ sở của lưu lượng dòng khoảng 5 l/min đến 25 l/min. Tất cả các phần của hệ thống lấy mẫu không tiếp xúc với mẫu thì được nối với nhau bằng ống mềm.

### **B.3.2 Chất hấp phụ và quy trình làm sạch**

Chất hấp phụ cần được làm sạch trước.

Thuốc thử loại tinh khiết được cất bằng dụng cụ thuỷ tinh.

### **B.3.3 Quy trình làm sạch hệ thống lấy mẫu trước khi lấy mẫu**

Hệ thống lấy mẫu phải được làm sạch kỹ trong phòng thử nghiệm để loại bỏ hết tạp chất nhìn thấy được bằng cách cọ rửa với chất tẩy rửa và nước, tiếp theo tráng bằng nước khử ion, làm khô và tráng bằng toluen. Dụng cụ thuỷ tinh, trừ đầu lấy mẫu, sau đó được xử lý ở 450 °C qua đêm rồi đậy kín cẩn thận bằng các nút thuỷ tinh hoặc giấy nhôm hay cho vào các bao chất dẻo.

### **B.3.4 Vị trí thêm chuẩn**

Phân bố đồng đều dung dịch chuẩn lấy mẫu trên cái lọc trước khi lấy mẫu. Trong quá trình lấy mẫu, nếu cần một cái lọc mới thì cái lọc thay thế cũng phải thêm chuẩn và ghi chép lại để có thể tính toán hiệu chỉnh lại kết quả tính toán hiệu suất thu hồi chuẩn lấy mẫu.

### **B.3.5 Quy trình lắp thiết bị**

Thiết bị được lắp như minh hoạ ở Hình B.5. Không một bộ phận nào được mở ra cho đến phút cuối cùng và chú ý không để nhiễm bẩn bất kỳ bề mặt nào có thể tiếp xúc với mẫu.

- a) Nối sinh hàn với tổ hợp làm lạnh hoặc vòi nước.
- b) Nối sinh hàn với cái lọc và ống hấp phụ rắn.
- c) Nối bình hứng với ống hấp phụ rắn.
- d) Nối hộp làm khô, bơm và thiết bị đo thể tích với bình hứng chất ngưng.
- e) Nối đầu lấy mẫu và mũi lấy mẫu với hộp lọc.

## TCVN 7556–1 : 2005

f) Lắp các cặp nhiệt điện

g) Nếu cần, bắt đầu đốt nóng đầu lấy mẫu và hộp lọc.

### B.3.6 Quy trình kiểm tra rò rỉ

Hệ thống lấy mẫu được kiểm tra rò rỉ bằng đóng đậy kín mũi lấy mẫu của đầu lấy mẫu và hút chân không hệ thống lấy mẫu tới 50 kPa dưới suất khí quyển. Lưu lượng thể tích qua chuỗi hệ thống lấy mẫu phải nhỏ hơn 0,03 m<sup>3</sup>/h. Nếu có rò rỉ phải được phát hiện và sửa chữa.

### B.3.7 Kiểm soát lưu lượng khí mẫu

Lưu lượng khí mẫu được điều chỉnh bằng tay. Cứ 10 phút một, phải đọc các dữ liệu của khí ống khói và nhiệt độ lối vào và lối ra của đồng hồ đo khí và đọc áp suất khí quyển, tốc độ khí ống khói và lưu lượng khí mẫu. Các dữ liệu này được sử dụng để tính lưu lượng khí mẫu cần để duy trì các điều kiện đẳng tốc.

### B.3.8 Lấy mẫu

a) Đưa đầu lấy mẫu vào ống khói, quay mũi lấy mẫu khỏi dòng khí.

b) Mở thiết bị làm lạnh và van điều chỉnh để đạt nhiệt độ mong muốn của sinh hàn và của ống hấp phụ, trong bất kỳ trường hợp nào cũng phải dưới 20 °C, nhưng tránh để hoá băng.

c) Điều chỉnh việc đốt nóng/ làm lạnh ống và/ hoặc hộp lọc để đảm bảo nhiệt độ không thấp hơn 125 °C nhưng cao hơn điểm sương ở giá đỡ cái lọc ít nhất là 10 °C.

d) Định vị mũi lấy mẫu ở điểm đo và giữ chặt mũi lấy mẫu ở vị trí đó. Quay mũi lấy mẫu theo chiều của dòng khí.

e) Mở bơm và điều chỉnh lưu lượng để đảm bảo lấy mẫu đẳng tốc.

### B.3.9 Quy trình tháo thiết bị

Hệ thống được đóng lại bằng cách vặn các van kiểm soát dòng khí và tắt bơm. Tắt các đầu đốt nóng và mở cửa tủ sấy hộp lọc. Kéo đầu lấy mẫu ra khỏi ống khói và để nguội, kiểm tra rò rỉ của hệ thống lấy mẫu.

a) Tắt nước làm lạnh khi nhiệt độ cái lọc giảm đến điều kiện môi trường xung quanh.

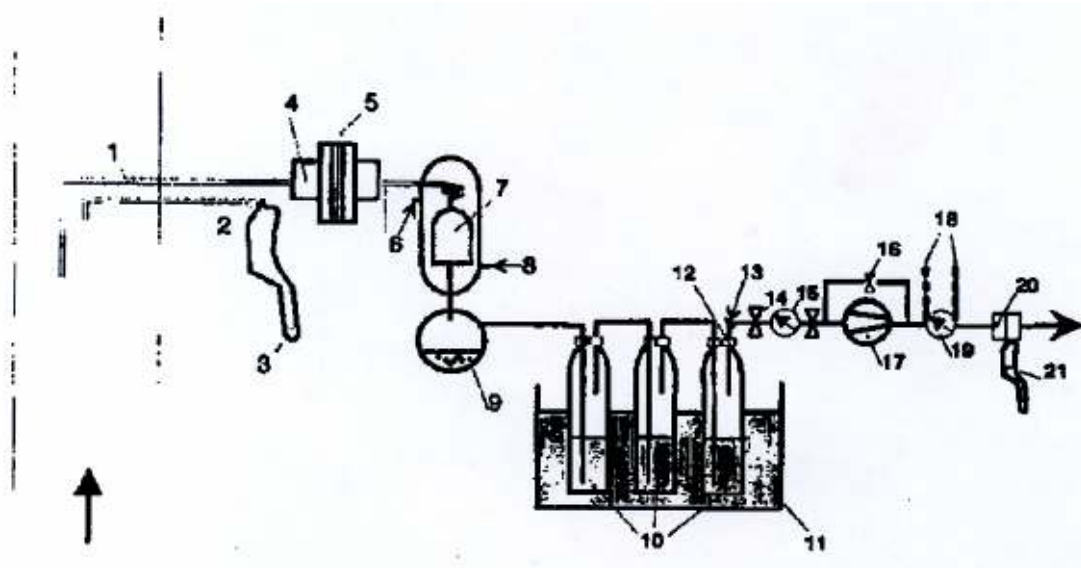
b) Tháo đầu lấy mẫu khỏi cái lọc và rửa bằng toluen.

c) Phần nước rửa đầu lấy mẫu được thu vào trong một chai đã rửa bằng toluen.

d) Tháo cái lọc và cột chất nhựa và sau đó đậy bằng nút thuỷ tinh.

e) Đậy kín bình hứng hoặc nếu có chất ngưng thu được thêm trong quá trình lấy mẫu thì đổ sang một bình thuỷ tinh đã được làm sạch trước.

f) Các bộ phận thuỷ tinh còn lại được rửa bằng toluen và nhập với các phần dung dịch rửa đầu lấy mẫu.



- |                   |                           |
|-------------------|---------------------------|
| 1. Đầu lấy mẫu    | 11. Bình nước đá          |
| 2. Ống Pitot      | 12. Cặp nhiệt điện        |
| 3. Áp kế          | 13. Dây nối mềm           |
| 4. Giá đỡ cái lọc | 14. Van kiểm soát         |
| 5. Hộp đốt nóng   | 15. Dụng cụ đo chân không |
| 6. Nước ra        | 16. Van nhánh             |
| 7. Nhựa XAD-2     | 17. Bơm                   |
| 8. Nước đá vào    | 18. Cặp nhiệt điện        |
| 9. Chất ngưng     | 19. Đồng hồ đo khí khô    |
| 10. Silicagen     | 20. Lỗ                    |
|                   | 21. Áp kế                 |

**Hình B.5 - Minh hoạ hệ thống lấy mẫu của phương pháp lọc/ngưng, kiểu có chất hấp phụ rắn ở trước bình hứng**

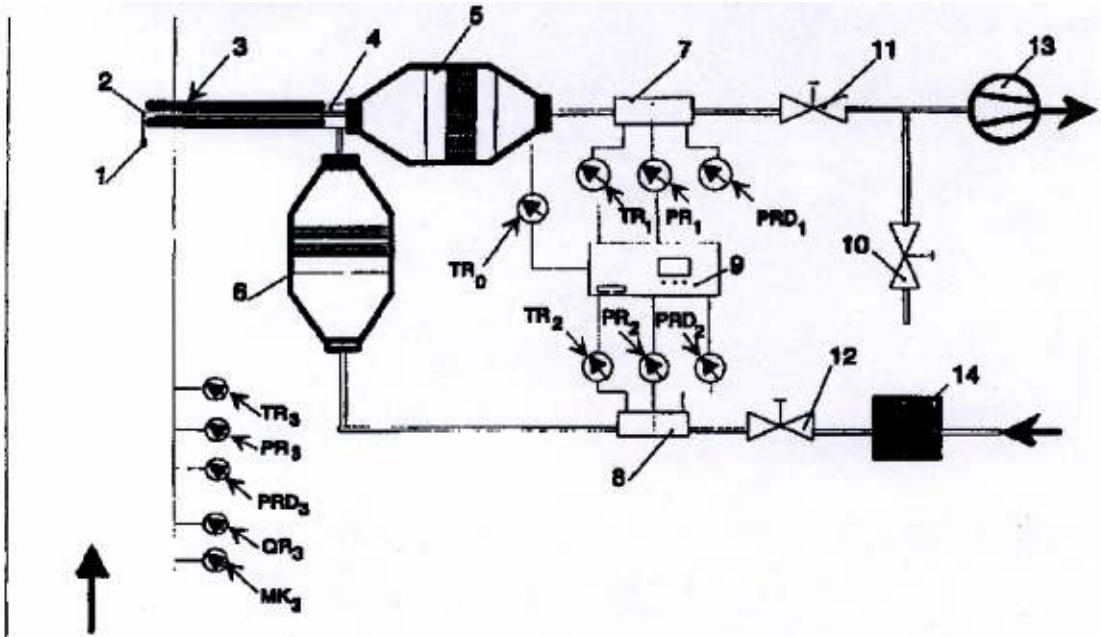
#### B.4 Phương pháp pha loãng kiểu tự động hoá

##### B.4.1 Sơ đồ thiết bị

Hình B.6 minh hoạ sơ đồ hệ thống lấy mẫu. Thiết bị chính là kênh trộn. Trong Hình B.7, hộp lọc được minh hoạ chi tiết dùng cho hai thể tích lấy mẫu khác nhau.

Khí mẫu được hút qua mũi và đầu lấy mẫu (3). Trong kênh trộn (4) khí thải được khuấy trộn với không khí pha loãng khô. Không khí đi vào vuông góc với chiều của dòng khí, nhưng đầu tiên bị trệch đi; sau đó tại đây khí thải đi vào dòng không khí ở khoảng giữa của kênh trộn qua một ống cách nhiệt ở cạnh đó. Cái lọc lấy mẫu (5) được định vị ở lối ra cửa kênh trộn (4) và cái lọc không khí pha loãng (6) được đặt ở lối vào của kênh trộn.

Tải bề mặt của cái lọc phải không vượt quá  $0,5 \text{ m}^3/\text{m}^2 \cdot \text{s}$ . Nhiệt độ khí ở cái lọc lấy mẫu (5) được đo trong quá trình lấy mẫu và được ghi lại. Nhiệt độ không vượt quá  $40 \text{ }^\circ\text{C}$ .



- |   |  |
|---|--|
| 1. Mũi lấy mẫu  | 10. Van điều chỉnh (dòng khí tổng)               |
| 2. Khuỷu nối  | 11. Van đóng mở (dòng khí tổng)                  |
| 3. Đầu lấy mẫu (đốt nóng có kiểm soát)  | 12. Van kiểm soát không khí pha loãng            |
| 4. Kênh trộn  | 13. Bơm  |
| 5. Cái lọc lấy mẫu (lọc phẳng sợi thủy tinh + nút PU xốp)                                     | 14. Hộp làm khô                                  |
| 6. Cái lọc không khí pha loãng (lọc phẳng sợi thủy tinh + nút PU xốp và nút PU xốp kiểm soát) | TR Bộ cảm biến nhiệt độ                          |
| 7. Dụng cụ đo dòng khí tổng (khí thải và không khí pha loãng)                                 | PR Đồng hồ đo áp suất                            |
| 8. Dụng cụ đo dòng, không khí pha loãng   | PDR Dụng cụ đo áp suất chênh lệch                |
| 9. Bộ điều khiển hoặc máy tính (tùy chọn)   | QP Bộ đo thể tích dòng khí                       |
|   | MK Bộ đo nồng độ $\text{O}_2$ hoặc $\text{CO}_2$ |

Các chỉ số sử dụng cho bộ đo nhiệt độ và đo áp suất biểu thị cho các dòng khí như sau:

- 0 Dòng khí tổng từ cái lọc
- 1 Dòng khí tổng trong ống khói
- 2 Không khí pha loãng trong kênh đo dòng
- 3 Dòng khí thải

### Hình B.6 – Sơ đồ minh họa phương pháp pha loãng tự động

Các van đóng – mở hoặc van kiểm soát đối với dòng khí tổng hoặc không khí pha loãng (10,12) phải được kiểm soát bằng một động cơ điều khiển qua bộ đánh giá và điều khiển hoặc một máy tính (9).

Với quy trình lấy mẫu, trong kênh khí thải còn cần thêm các thiết bị đo đặc tính của khí thải như áp suất, nhiệt độ, tốc độ khí thải và đo thành phần khí thải. Các dữ liệu khí thải này tương tự dữ liệu nhận được từ bộ đánh giá và điều khiển hoặc máy tính (9). Bơm chân không (13), quạt hút, bơm phun chạy bằng khí



nén được sử dụng để hút. Không khí đi vào kênh trộn được làm khô trong hộp làm khô (14) và được làm lạnh, nếu cần.

a) Chiều dài kênh trộn	250 mm
đường kính	50 mm
đường kính trong	8 mm đến 10 mm
chiều dài vùng trộn thực tế	150 mm

b) Hộp lọc lấy mẫu (xem Hình B.7)

Hệ thống lấy mẫu được thẩm định cho lưu lượng thể tích mẫu 1,5 m<sup>3</sup>/h đến 4 m<sup>3</sup>/h.

#### **B.4.2 Chất hấp phụ và quy trình làm sạch**

Xốp PU (chất hấp phụ rắn) được làm sạch được mô tả ở Phụ lục D.

#### **B.4.3 Quy trình làm sạch thiết bị trước khi lấy mẫu**

Mũi, đầu lấy mẫu (làm bằng titan) và các hộp lọc được làm sạch bằng axeton và toluen.

#### **B.4.4 Vị trí thêm chuẩn**

Phân bố những phần 20 µl đến 30 µl dung dịch chuẩn lấy mẫu vào những chỗ khác nhau của cái lọc. Cái lọc chỉ được sử dụng để lấy mẫu ít nhất 2 h sau khi thêm chuẩn lấy mẫu. Xốp PU cũng có thể được thêm chuẩn.

#### **B.4.5 Quy trình lắp thiết bị**

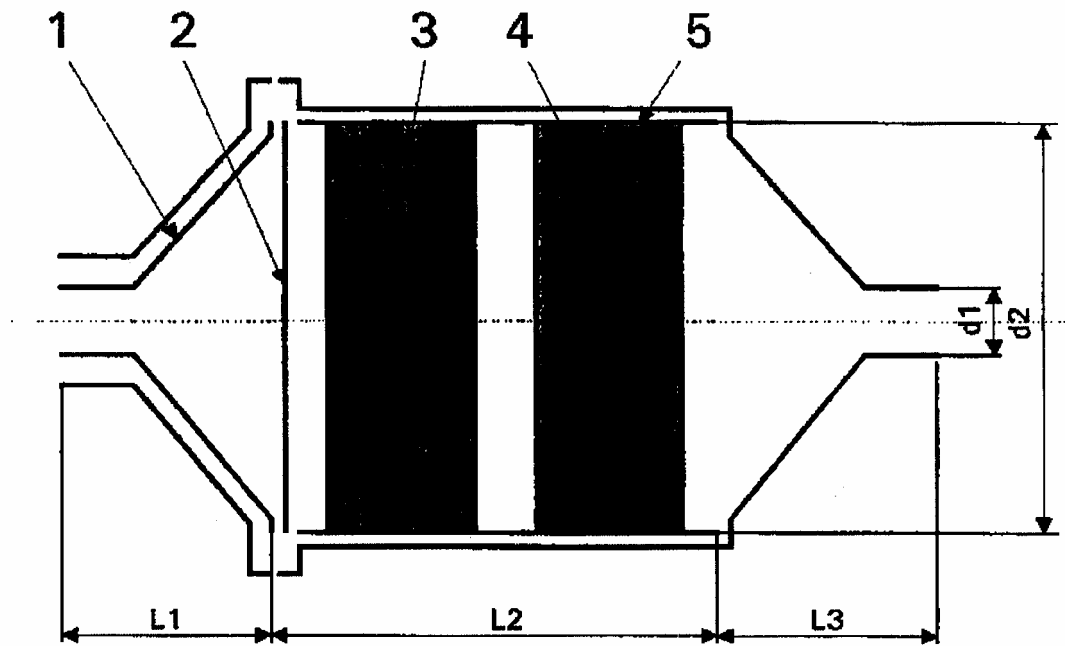
Máy lấy mẫu kể cả các tổ hợp phụ bất kỳ phải được lắp đầy đủ theo Hình B.6.

a) Điều chỉnh hai cái lọc và các chất hấp phụ trong hai hộp lọc (dùng cho lấy mẫu và cho không khí pha loãng).

b) Mũi, đầu lấy mẫu và các hộp lọc được nối với nhau (cái lọc và bộ phận hấp phụ rắn để làm sạch không khí môi trường (không khí pha loãng) được xử lý theo 6.4).

#### **B.4.6 Quy trình kiểm tra rò rỉ**

Hệ thống lấy mẫu được kiểm tra rò rỉ bằng hút chân không với áp suất cực tiểu được sử dụng trong quá trình lấy mẫu và với mũi lấy mẫu và được nút lại và đo lưu lượng thể tích. Lưu lượng thể tích đo được phải < 5 % lưu lượng bình thường của dòng khí tổng (khí mẫu và không khí pha loãng).



Dòng tổng khí thải được pha loãng \*)  
 30 m<sup>3</sup>/h đến 15 m<sup>3</sup>/h đến  
 40 m<sup>3</sup>/h 20 m<sup>3</sup>/h

Hộp lọc	chiều dài	390 mm	330 mm
	đường kính	250 mm	180 mm
1. Phễu thuỷ tinh bên trong	chiều dài L1	120 mm	100 mm
	đường kính trong d1	50 mm	40 mm
	đường kính trong d2	180 mm	130 mm
2. Cái lọc phẳng sợi thuỷ tinh	đường kính d2	180 mm	130 mm
3. Nút xốp PU	chiều dài	50 mm	50 mm
	đường kính	180 mm	130 mm
4. Nút xốp PU kiểm soát	chiều dài	50 mm	50 mm
	đường kính	150 mm	130 mm
5. Ống thuỷ tinh bên trong	chiều dài L2	150 mm	120 mm
	đường kính trong d2	180 mm	130 mm
Cái lọc không khí pha loãng	tương tự như lọc lấy mẫu		

\*) Tải bề mặt lọc phải không vượt quá 0,5 m<sup>3</sup>/m<sup>2</sup>.s

**Hình B.7 – Minh hoạ chi tiết hộp lọc lấy mẫu**

#### B.4.7 Kiểm soát lưu lượng khí mẫu

Lưu lượng khí mẫu được điều chỉnh tự động.

#### B.4.8 Lấy mẫu

Đầu lấy mẫu được lắp khít trong kênh khí thải, trước tiên đóng van (11). Ngoài ra, đầu lấy mẫu được đốt nóng trước đến bằng nhiệt độ khí thải. Việc lấy mẫu đẳng tốc dòng riêng phần PCDD/ PCDF được điều

chỉnh bằng bộ đánh giá và điều khiển (9) hoặc máy tính. Vào lúc bắt đầu của quá trình lấy mẫu các van kiểm soát (10) và (12) được mở. Cho bơm chạy và mở van (11) và bắt đầu lấy mẫu.

Bằng các van kiểm soát (11) (12), có thể điều chỉnh thích hợp dòng không khí khí thải. Chú ý giữ sao cho nhiệt độ không vượt quá 40 °C ở cái lọc lấy mẫu (5).

Có thể ngừng lấy mẫu vào bất kỳ lúc nào bằng đóng van (11), thí dụ như để đo trong mặt cắt của ống khói, cần đưa mũi lấy mẫu vào trục đo khác, và sau đó tiếp tục mà không thay đổi cách xếp đặt. Trong quá trình lấy mẫu, lưu lượng thể tích mẫu (hoặc sự khác nhau giữa không khí pha loãng và dòng khí tổng), nhiệt độ khí ở cái lọc lấy mẫu và điều kiện khí thải phải được ghi lại hoặc ghi tự động.

Kết thúc lấy mẫu bằng đóng van (11) và các van kiểm soát (12) và bằng cách tắt tổ hợp hút (13).

#### **B.4.9 Quy trình tháo thiết bị**

Đầu lấy mẫu được tháo khỏi ống khói

- a) Cần thận tháo mũi, đầu lấy mẫu và các hộp lọc.
- b) Tách cái lọc lấy mẫu và nút PU cũng như cái lọc và các nút PU của hệ thống không khí pha loãng và vận chuyển chúng trong các hộp sạch.
- c) Tráng mũi, đầu lấy mẫu và các hộp lọc bằng axeton và toluen. Nếu có các hạt hoặc cặn trên bề mặt bên trong thiết bị thì lau mũi và đầu lấy mẫu bằng bông thuỷ tinh tẩm axeton. Miếng bông thuỷ tinh này phải được chiết cùng với cái lọc sau này. Trước khi chiết, dung dịch tráng được bảo quản ở chỗ tối và ở nhiệt độ thấp hơn môi trường xung quanh.

#### **B.5 Phương pháp pha loãng kiểu thủ công**

Phương pháp pha loãng kiểu thủ công này gần giống như kiểu tự động, chỉ khác ở những điều được mô tả trong mục sau.

##### **B.5.1 Sơ đồ thiết bị**

Hệ thống lấy mẫu thủ công được minh hoạ ở Hình B.8. Nó tương tự như kiểu tự động trừ việc không điều chỉnh lưu lượng tự động và việc dùng cái lọc gấp nếp WB 50<sup>1)</sup> thay cho cái lọc phẳng.

- a) Mũi lấy mẫu, khuỷu nối, đầu lấy mẫu được chế tạo bằng titan.
- b) Kênh trộn được làm bằng titan, dài 250 mm, đường kính ngoài 50 mm, đường kính trong 9 mm, vùng trộn thực tế 150 mm.
- c) Hộp lọc làm bằng thép không rỉ, dài 220 mm, đường kính 230 mm (đối với lọc lấy mẫu).
- d) Xốp PU (xốp poliuretán) dài 50 mm, đường kính 250 mm.

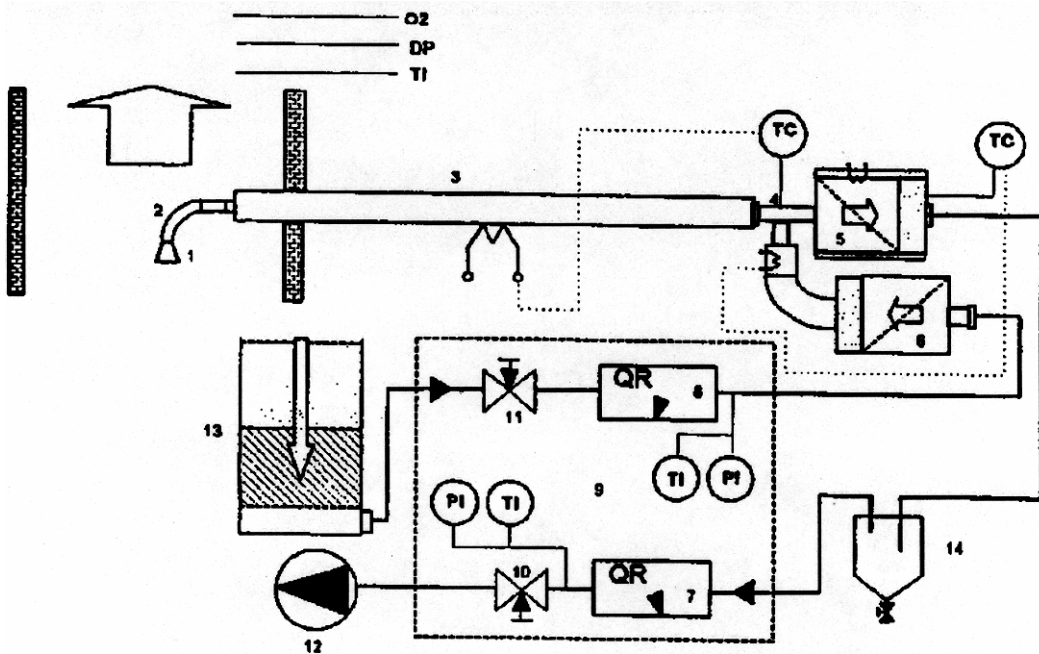
<sup>1)</sup> Lọc gấp nếp WB 50<sup>1)</sup> là tên thương mại của sản phẩm được cung cấp bởi Draeger, Đức. Đây là thông tin hỗ trợ cho người áp dụng tiêu chuẩn và không có ý khuyên nên dùng sản phẩm này. Có thể dùng các sản phẩm tương đương nếu cho kết quả tương đương.

e) Hộp lọc làm bằng thép không rỉ, dài 220 mm, đường kính 230 mm (đối với lọc không khí pha loãng).

f) Cái lọc đê khâu: vi lọc kiểu WB 50<sup>1)</sup>, sợi thuỷ tinh, đường kính 185 mm, diện tích khoảng 1 m<sup>2</sup>.

g) Xốp PU, dài 50 mm. Tiêu chuẩn: dày 5 cm, tỷ trọng (ISO 845: 1988) 35 kg/m<sup>3</sup>.

Hệ thống pha loãng này được thẩm định cho các lưu lượng thể tích mẫu 1,5 m<sup>3</sup>/h đến 4 m<sup>3</sup>/h.



- |   |  |
|---|--|
| 1. Mũi lấy mẫu  | 10. Van kiểm soát, dòng khí ống khói pha loãng |
| 2. Khuỷu nối  | 11. Van kiểm soát, không khí pha loãng         |
| 3. Đầu lấy mẫu  | 12. Bơm  |
| 4. Kênh trộn  | 13. Lớp silicagen                              |
| 5. Cái lọc lấy mẫu và xốp PU                              | 14. Bộ hút ẩm                                  |
| 6. Cái lọc không khí pha loãng, xốp PU và xốp PU kiểm tra | TI. Cảm biến nhiệt độ                          |
| 7. Dụng cụ đo dòng, không khí ống khói pha loãng          | PI. Máy đo áp suất chênh lệch                  |
| 8. Dụng cụ đo dòng, không khí pha loãng                   | QR. Máy đo thể tích dòng khí                   |
| 9. Bộ kiểm soát   | TC. Cặp nhiệt điện                             |

**Hình B.8 – Sơ đồ minh hoạ hệ thống lấy mẫu theo phương pháp pha loãng thủ công**

### B.5.2 Quy trình kiểm tra rò rỉ

Hệ thống lấy mẫu được kiểm tra rò rỉ bằng cách nút các mũi lấy mẫu của cả đầu lấy mẫu và hộp làm khô rồi mở bơm. Hệ thống được hút chân không đến 75 kPa và khoá van nối với bơm. Nếu tốc độ tăng áp suất trong hệ thống dưới 0,2 kPa/min thì hệ thống sử dụng được.

### B.5.3 Kiểm soát lưu lượng khí mẫu

Lưu lượng khí mẫu được điều chỉnh bằng tay để có lưu lượng mong muốn được tính từ kết quả các phép đo các điều kiện của khí ống khói.

## B.6 Phương pháp đầu lấy mẫu làm lạnh, kiểu 1

### B.6.1 Sơ đồ thiết bị

Hệ thống lấy mẫu được minh họa ở Hình B.9. Mẫu được hút từ luồng khí thải và được thu qua sinh hàn vào bình hứng, đi vào hệ thống sục khí, lên vật liệu hấp phụ và cái lọc sợi thủy tinh. Khí mẫu được làm lạnh xuống dưới 20 °C. Chất ngưng và hầu hết các hạt được giữ trong bình hứng. Tiếp theo là bình sục khí và chất hấp phụ rắn được nối thông nhau để thu PCDD/ PCDF dạng khí. Cái lọc được đặt ở phía trước bình chất hấp phụ cuối cùng để tăng hiệu quả lấy mẫu các hạt nhỏ.

- Mũi lấy mẫu được chế tạo bằng titan, thạch anh hoặc thủy tinh borosilicat.
- Bình hứng thủy tinh dung tích 2l, cổ thủy tinh mài cỡ 60.
- Bình sục khí có 200 ml etylenglicol.
- Bộ phận lọc – hấp phụ. Bình thủy tinh (đường kính trong 55 mm) chứa hai tấm chất hấp phụ rắn (bằng PU, đường kính 60 mm, dài 50 mm) với cái lọc phẳng nằm ở giữa. Giá đỡ cái lọc được làm bằng PTFE.

Đầu lấy mẫu làm lạnh bằng nước được minh họa ở Hình B.10. Đầu lấy mẫu gồm hai ống tròn. Ống bên trong (không vẽ trên Hình B.10) có đường kính trong 8 mm dùng để dẫn khí ống khói và được làm bằng titan, thạch anh hoặc thủy tinh borosilicat. Ống bên ngoài (có lớp bao trong và lớp bao ngoài) để làm lạnh ống bên trong, được làm bằng thép không gỉ hoặc vật liệu tương tự. Ống bên trong lắp khít vào ống bên ngoài bằng vòng đệm PTFE và các đầu nối nhanh.

Không bôi trơn các chỗ nối. Hệ thống lấy mẫu cùng với ống Pitot được lắp trên một bàn chạy được trên ray để thay đổi dễ dàng vị trí lấy mẫu bên trong ống khói trong thời gian đo. Hệ thống lấy mẫu được thẩm định cho lưu lượng trong khoảng 0,5 m<sup>3</sup>/h đến 2,5 m<sup>3</sup>/h.

### B.6.2 Chất hấp phụ và quy trình làm sạch

Thuốc thử phải là loại tinh khiết để phân tích thuốc trừ sâu. Xốp PU được làm sạch bằng chiết soxhlet 8 h lần lượt bằng toluen và axeton.

### B.6.3 Quy trình làm sạch đồ thủy tinh trước khi lấy mẫu

Sử dụng đầu lấy mẫu mới cho mỗi chu kỳ lấy mẫu. Dụng cụ thủy tinh được làm sạch trong phòng thử nghiệm bằng chất tẩy rửa và nước, tráng bằng nước cất, axeton và sau đó là toluen, để khô. Dụng cụ

## **TCVN 7556–1 : 2005**

thuỷ tinh được nung ở 500 °C trong 24 h. Khi lấy ra khỏi lò cần gói cẩn thận bằng giấy nhôm và đặt vào các thùng vận chuyển.

### **B.6.4 Vị trí thêm chuẩn**

Trước khi lấy mẫu, thêm dung dịch chuẩn lấy mẫu vào chất trong bình sục khí thứ nhất. Nếu bình hứng chất ngưng đầy trong quá trình lấy mẫu, phải thay bằng bình khác có chứa chuẩn đánh dấu (điều này phải được đưa vào để tính toán).

### **B.6.5 Quy trình lắp thiết bị**

Thiết bị được lắp như minh hoạ ở Hình B.9, cẩn thận không để nhiễm bẩn bất kỳ bề mặt nào tiếp xúc với mẫu.

- a) Bộ phận hấp phụ gồm có xốp PU, cái lọc sợi thuỷ tinh và thêm một cái lọc xốp PU nữa. Bộ phận hấp phụ được đặt ở nơi sạch để tránh nhiễm bẩn, gói bằng giấy nhôm và bảo quản trong môi trường sạch cho đến khi lấy mẫu.
- b) Chất ngưng: thêm 200 ml nước cất vào bình hứng trong phòng thử nghiệm trước khi lấy mẫu.
- c) Bình sục khí: thêm 200 ml etylenglicol vào bình sục trong phòng thử nghiệm trước khi lấy mẫu.
- d) Trong quá trình chuẩn bị và lắp hệ thống lấy mẫu, cần đậy kín tất cả những phần hở có thể bị nhiễm bẩn trước khi lắp ráp hoặc cho đến khi sắp sửa bắt đầu lấy mẫu.
- e) Thêm các chất chuẩn lấy mẫu vào bình hứng chất ngưng.
- f) Phủ vụn nước đá quanh bình hứng và quanh bình sục khí.
- g) Thay silicagen trong hộp làm khô.
- h) Mở nước làm nguội đầu lấy mẫu.

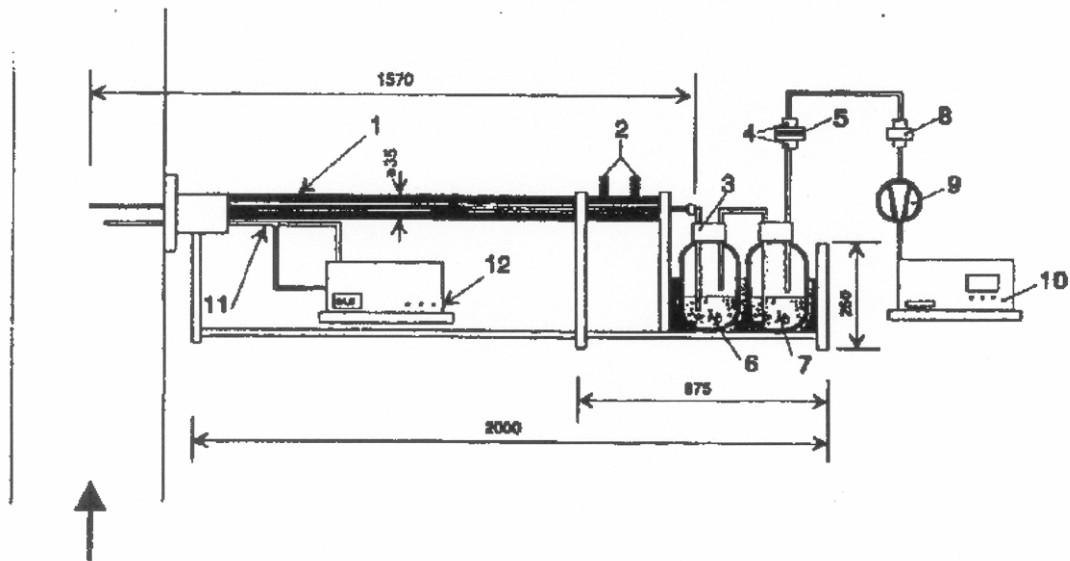
### **B.6.6 Quy trình kiểm tra rò rỉ**

Hệ thống lấy mẫu được kiểm tra rò rỉ bằng cách nút mũi lấy mẫu và mở máy bơm. Nếu có dòng khí tức là có rò rỉ thì phải sửa chữa.

### **B.6.7 Kiểm soát lưu lượng khí mẫu**

Kiểm tra đều đặn các điều kiện khí ống khói khoảng 5 min hoặc 10 min một lần tùy theo sự thay đổi tốc độ khí ống khói. Lưu lượng khí mẫu sau đó được điều chỉnh để duy trì các điều kiện đẳng tốc.

Kích thước tính bằng mm



- |                                   |                           |
|-----------------------------------|---------------------------|
| 1. Đầu lấy mẫu làm lạnh bằng nước | 6. Dung môi hữu cơ        |
| 2. Nước làm lạnh                  | 7. Chất làm khô           |
| 3. Bình sạch khí                  | 8. Bơm                    |
| 4. Xốp PU                         | 9. Bộ điều chỉnh thể tích |
| 5. Cái lọc                        | 10. Ống Pitot             |
| 6. Bình hứng                      | 11. Bộ đo áp suất         |

**Hình B.9 – Sơ đồ minh họa phương pháp đầu lấy mẫu làm lạnh – kiểu 1**

### B.6.8 Lấy mẫu

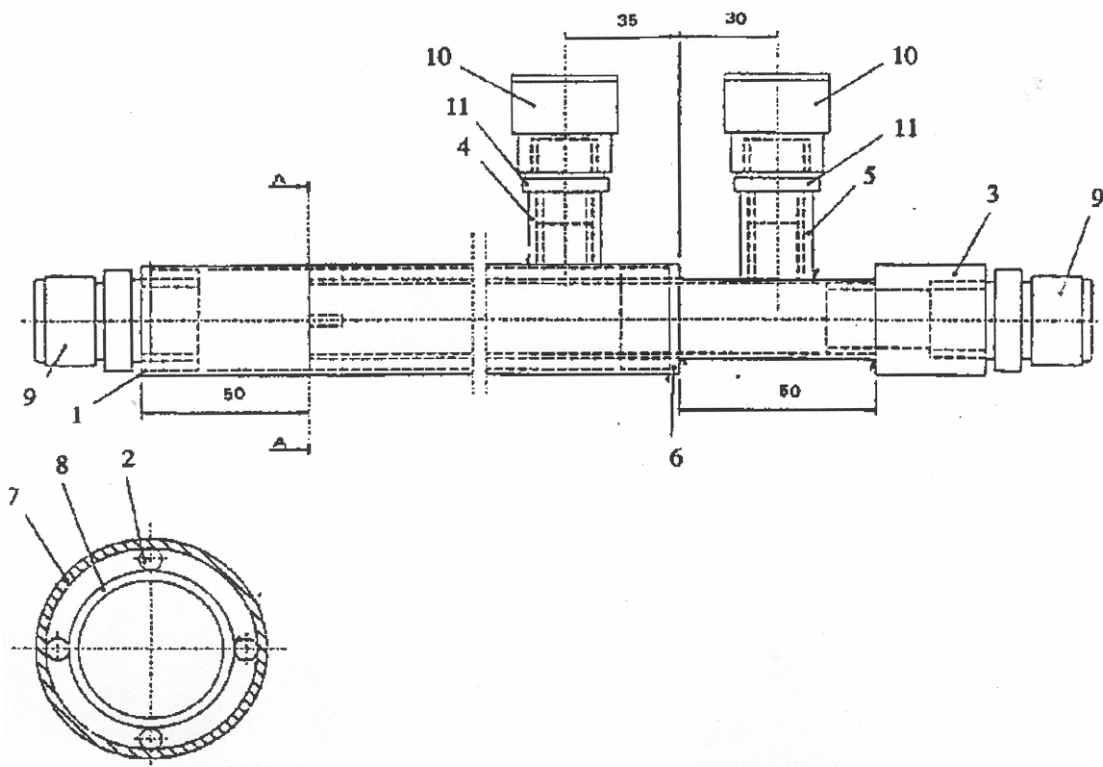
- Đưa đầu lấy mẫu vào trong ống khói, quay mũi lấy mẫu khỏi dòng khí.
- Điều chỉnh việc làm lạnh đầu lấy mẫu để đảm bảo nhiệt độ đầu lấy mẫu thấp hơn 20 °C, nhưng tránh để hoá băng.
- Định vị mũi lấy mẫu tại điểm đo và đảm bảo giữ chặt mũi lấy mẫu ở vị trí đó. Quay mũi lấy mẫu theo chiều dòng khí.

Mở bơm và điều chỉnh lưu lượng để đảm bảo lấy mẫu đẳng tốc ở mũi lấy mẫu.

### B.6.9 Quy trình tháo thiết bị

Khi lấy mẫu xong, khoá van, tắt bơm và kéo đầu lấy mẫu ra khỏi ống khói. Tiếp tục duy trì chất lỏng làm lạnh cho đến khi đầu lấy mẫu nguội. Ghi thể tích mẫu khí và kiểm tra sự rò rỉ của hệ thống lấy mẫu.

- Rửa đầu lấy mẫu bằng khoảng 400 ml axeton và 400 ml toluen bằng cách cho chảy qua hệ thống lấy mẫu vào bình hứng.
- Sau đó tháo đầu lấy mẫu khỏi bình hứng, rồi tháo rời ống trong khỏi bao áo.



A-A

- |                   |                                 |
|-------------------|---------------------------------|
| 1. Vòng cách      | 7. Ống ngoài (lớp áo bao ngoài) |
| 2. Miếng đệm cách | 8. Ống ngoài (lớp áo bao trong) |
| 3. Vòng cách      | 9. Ốc nổi                       |
| 4. Vòng cách      | 10. Ốc nổi                      |
| 5. Vòng cách      | 11. Vòng nổi                    |
| 6. Vòng cách      |                                 |

**Hình B.10 – Minh họa chi tiết đầu lấy mẫu làm lạnh bằng nước của phương án 1**

- c) Các đầu ống của đầu lấy mẫu được bịt kín bằng giấy nhôm.
- d) Các phần còn lại của hệ thống lấy mẫu có tiếp xúc với mẫu được mang để ở chỗ sạch.
- e) Tháo bộ phận hấp phụ khỏi bình sục khí và gói trong giấy nhôm.
- f) Các khớp nối thủy tinh của bình hứng và bình sục khí được tráng bằng axeton, rồi đến toluen, và sau đó gói trong giấy nhôm và mang về phòng thử nghiệm. Đậy nút các bình.



## B.7 Phương pháp đầu lấy mẫu làm lạnh, kiểu 2

### B.7.1 Sơ đồ thiết bị

Hệ thống lấy mẫu được minh họa ở Hình B.11. So với phương pháp đầu lấy mẫu làm lạnh kiểu 1 thì phương pháp kiểu 2 này cho phép thu được những thể tích mẫu khí lớn hơn trong cùng một khoảng thời gian. Dòng khí ống khói được lấy mẫu qua đầu lấy mẫu thủy tinh có bao áo nước đến bộ phận sinh hàn nhiều ống (xem Hình B.12).

Bộ sinh hàn bao gồm một bó từ 20 Lò đốt chất thải rắn y tế đến 50 ống thủy tinh (chiều dài 300 mm - 400 mm, đường kính 10 mm - 20 mm). Sự kết hợp của đầu lấy mẫu làm lạnh bằng nước và sinh hàn nhiều ống làm giảm nhiệt độ khí ống khói đến mức cần thiết. Hai xốp PU (trong bộ phận hấp phụ, xem Hình B.14), hai bình hấp thụ (impinger) nhiều vòi (xem Hình B.13) được đổ đầy etoxyetanol, và cái lọc giữa hai xốp được nối thành dây. Hệ thống lấy mẫu được thẩm định cho lưu lượng thể tích 5 m<sup>3</sup>/h đến 10 m<sup>3</sup>/h.

### B.7.2 Chất hấp phụ và quy trình làm sạch

Chất hấp phụ được sử dụng và xốp toluen diizoxianat (TDI) polyete có tỉ trọng khoảng 33 g/l. Xốp được sử dụng ở dạng các hình trụ 100 mm x 100 mm.

Các nút xốp PU được làm sạch bằng những lần chiết Soxhlet liên tục 2 h đến 3 h với metanol diclometan, toluen và axeton siêu tinh khiết. Sau đó các nút xốp được làm khô trong tủ sấy chân không ở 40 °C qua đêm.

Metoxietanol sử dụng cũng phải là siêu tinh khiết.

### B.7.3 Phương pháp làm sạch dụng cụ thủy tinh trước khi lấy mẫu

Dụng cụ thủy tinh được làm sạch trong phòng thử nghiệm bằng cách tráng cẩn thận lần lượt với diclometan, toluen, metanol và axeton, sau đó được nung nóng trong tủ sấy ở 350 °C qua đêm hoặc bằng cho tiếp xúc kéo dài với bức xạ tử ngoại.

### B.7.4 Vị trí thêm chuẩn

Dung dịch chuẩn lấy mẫu được thêm vào nút xốp PU thứ nhất trước khi lấy mẫu. Các phần dung dịch chuẩn sử dụng được phân bố đều trên bề mặt của nó ít nhất là 12 h trước khi lấy mẫu.

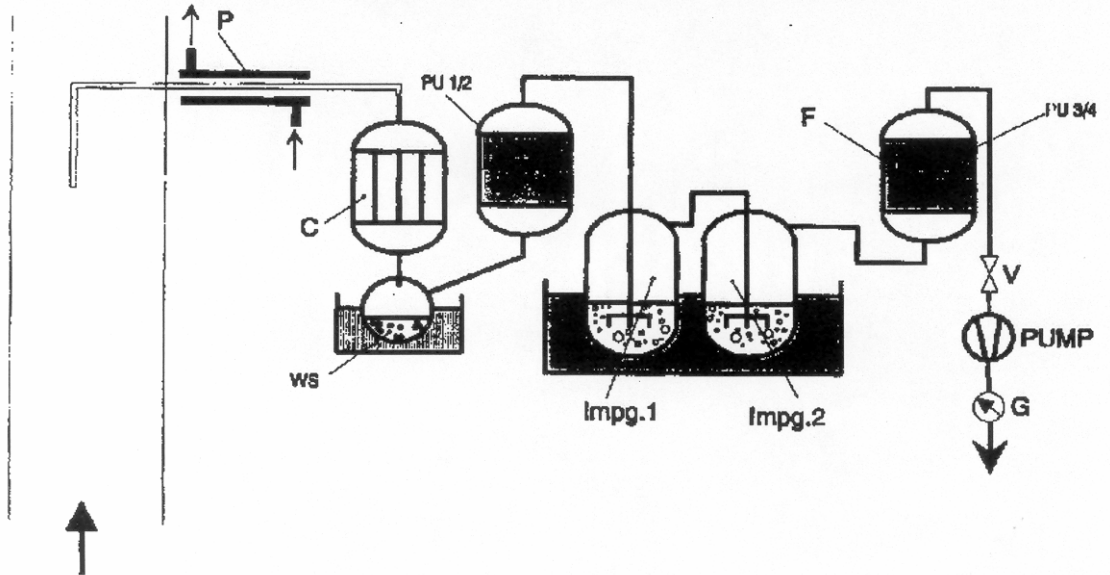
### B.7.5 Quy trình lắp ráp thiết bị

Thiết bị được lắp ráp như ở Hình B.11, chú ý không để nhiễm bẩn bất kỳ bề mặt nào tiếp xúc với mẫu.

- a) Cố định các xốp PU trong ống hấp phụ và lọc phẳng giữa hai nút sau cùng và đổ đầy metoxietanol vào các bình hấp thụ (impinger).

## TCVN 7556-1 : 2005

- b) Nối mũi lấy mẫu, đầu lấy mẫu làm lạnh bằng nước, sinh hàn và bình hứng.
- c) Nối hai bộ bình hấp thụ (impinger) và xốp PU (có cái lọc giữa các xốp PU).
- d) Nối bơm với đồng hồ đo khí và thiết bị điều chỉnh.
- e) Nối đầu lấy mẫu làm lạnh bằng nước và sinh hàn với tổ hợp làm lạnh hoặc vòi nước.
- f) Chuẩn bị chậu nước đá để làm lạnh bình hứng.



P:	Đầu lấy mẫu làm lạnh	F:	Cái lọc
C:	Sinh hàn	WS:	Bình hứng
PU 1/2:	Xốp poliuretán 1 và 2	V:	Van
PU 3/4:	Xốp poliuretán 3 và 4	PUMP:	Bơm
Impg. 1:	Bình hấp thụ (impinger) 1	G:	Đồng hồ đo khí
Impg. 2:	Bình hấp thụ (impinger) 2		

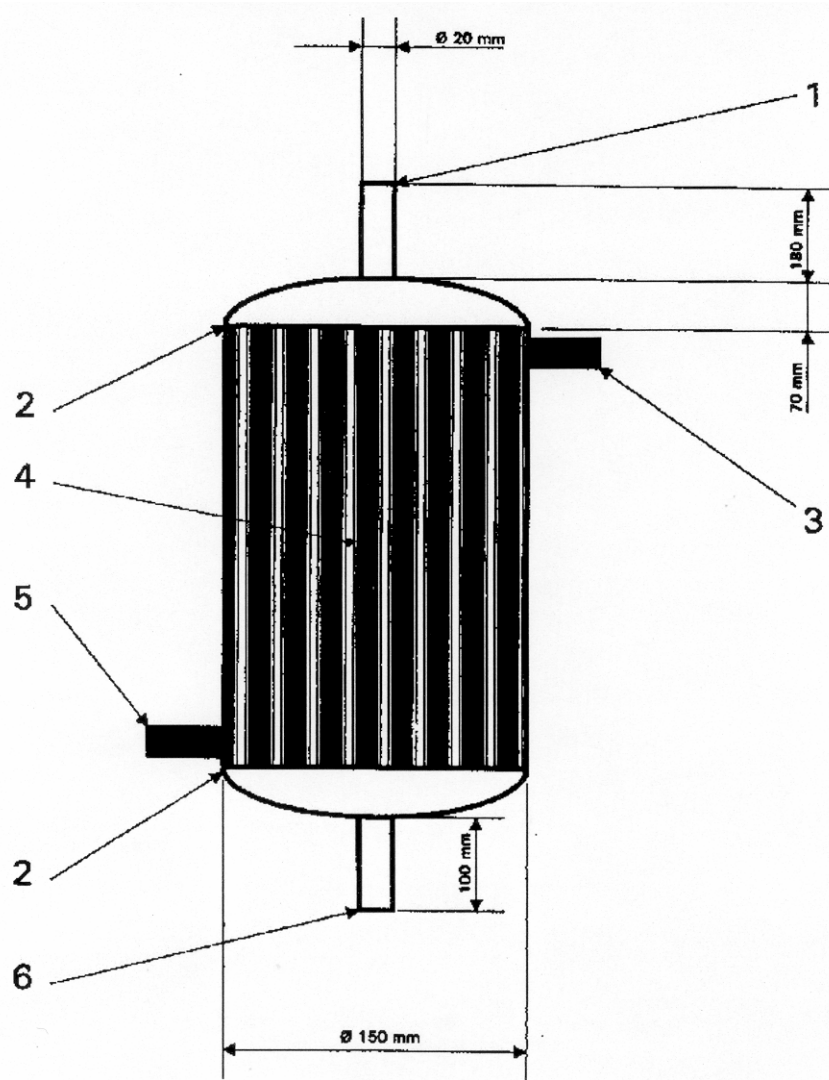
Hình B.11 - Sơ đồ phương pháp đầu lấy mẫu được làm lạnh – Kiểu 2

### B.7.6 Phương pháp kiểm tra rò rỉ

Hệ thống lấy mẫu được kiểm tra rò rỉ bằng nút mũi lấy mẫu và bật máy bơm. Nếu phát hiện dòng khí rò rỉ thì phải sửa lại.

### B.7.7 Kiểm tra lưu lượng khí lấy mẫu

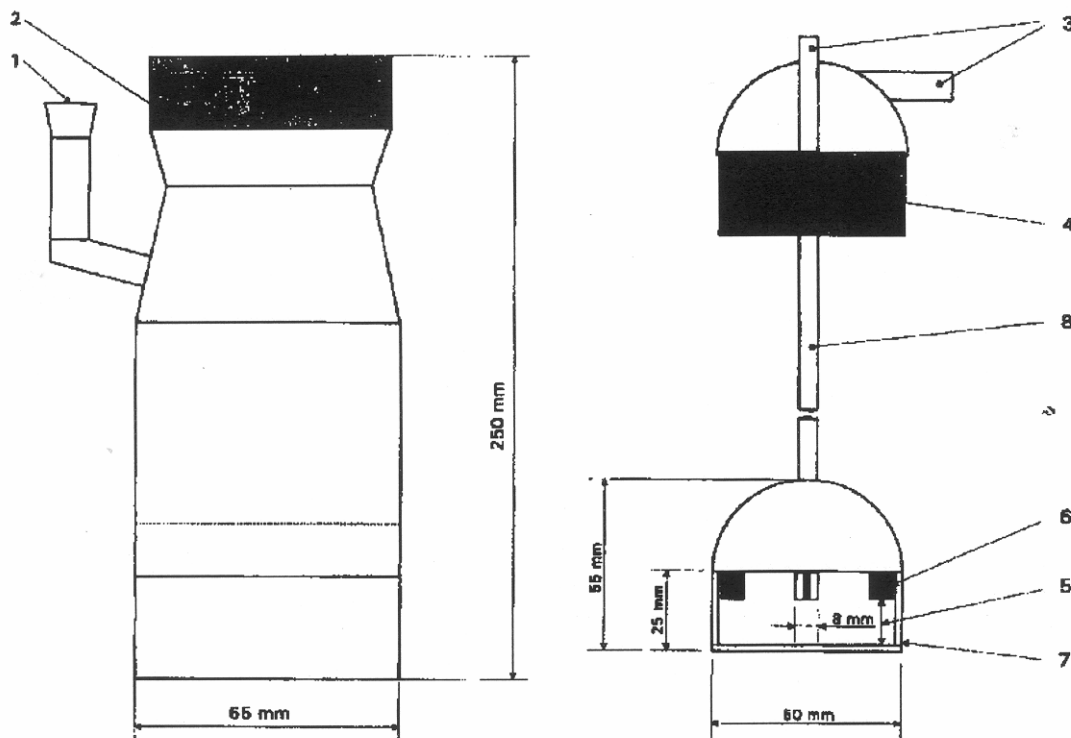
Ống Pitot được định vị trong ống bao để đo tốc độ khí ống khói ở gần điểm lấy mẫu. Các điều kiện khí ống khói được kiểm tra 10 min một lần hoặc thường xuyên hơn, tùy theo vào sự thay đổi tốc độ khí ống khói. Lưu lượng khí mẫu sau đó được điều chỉnh bằng tay để duy trì điều kiện đẳng tốc.



Tất cả các bộ phận được làm bằng thủy tinh

1. Lối khí vào
2. Khớp thủy tinh nhám, 180 mm, kèm vòng khoá và gioăng
3. Lối nước ra, dài 80 mm, đường kính 20 mm
4. Các ống dài 290 mm, đường kính trong 10 mm, tổng số 55, tổng đường kính 150 mm
5. Lối nước lạnh vào
6. Lối khí ra

**Hình B.12 – Minh hoạ chi tiết bộ sinh hàn nhiều ống.  
Phương pháp đầu lấy mẫu làm lạnh, kiểu 2**



1. Lối đổ vào, khớp nối 14/23
2. Khớp nối 60/46
3. Khớp nối đặc biệt, đường kính trong 15 mm
4. Khớp nối 60/45
5. Khoảng cách vôi/ đĩa 3 mm đến 4 mm
6. Vòi có lỗ 2 mm
7. Đĩa có chiều dày 3 mm
8. Ống, đường kính 12 mm đến 15 mm

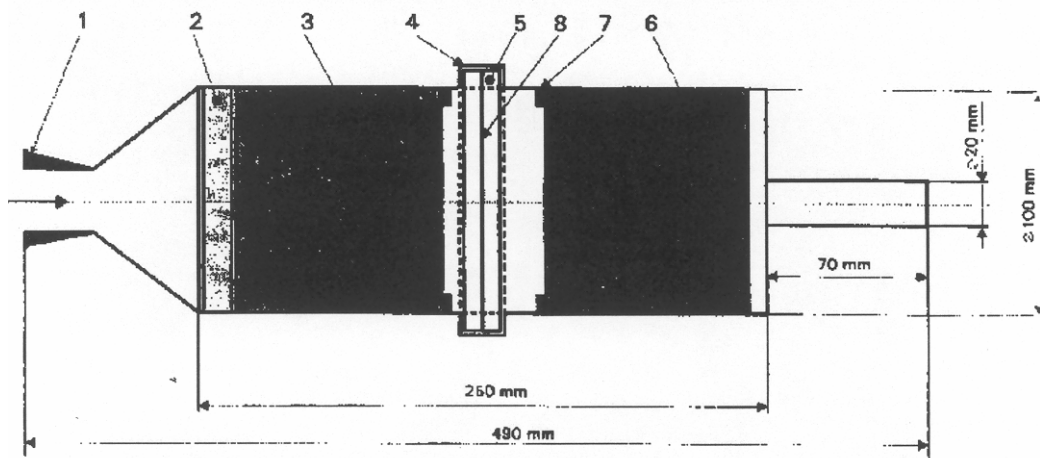
**Hình B.13 – Minh hoạ bình hấp thụ (impinger) của phương pháp đầu lấy mẫu làm lạnh**

### B.7.8 Lấy mẫu

- a) Đưa đầu lấy mẫu vào trong ống khói, quay mũi lấy mẫu khỏi dòng khí.
- b) Điều chỉnh việc làm lạnh đầu lấy mẫu để đảm bảo nhiệt độ dưới 20 °C, nhưng tránh để hoá băng.
- c) Định vị mũi lấy mẫu ở điểm đo và đảm bảo giữ chặt mũi lấy mẫu an toàn ở vị trí đó. Quay mũi lấy mẫu theo chiều dòng khí.
- d) Bật bơm và điều chỉnh lưu lượng để đảm bảo lấy mẫu đẳng tốc ở mũi lấy mẫu.

### B.7.9 Quy trình tháo thiết bị

Khi kết thúc lấy mẫu, đóng van, tắt bơm và kéo đầu lấy mẫu ra khỏi ống khói. Duy trì dòng nước làm lạnh cho đến khi đầu lấy mẫu nguội. Ghi thể tích mẫu khí đã lấy và kiểm tra rò rỉ của hệ thống lấy mẫu.



1. Khớp nối thuỷ tinh nhám 45
2. Đĩa thuỷ tinh đục lỗ
3. Xốp PU1
4. Vòng động
5. Khớp thuỷ tinh nhám
6. Xốp PU 2
7. Vòng thuỷ tinh, kê vào vòng này cái lọc được định vị
8. Cái lọc phẳng

**Hình B.14 – Sơ đồ minh hoạ bộ hấp phụ rắn**

- a) Rửa đầu lấy mẫu bằng 400 ml axeton và 400 ml toluen và chuyển vào bình hứng chất ngưng.
- b) Tháo đầu lấy mẫu ra khỏi bình hứng, và vật lỏng vào được tháo khỏi bao áo. Đầu của đầu lấy mẫu được bọc kín bằng giấy nhôm.
- c) Các phần còn lại của hệ thống lấy mẫu có tiếp xúc với mẫu được để ở chỗ sạch.
- d) Tháo bộ phận hấp phụ và bộ lọc xốp PU ra khỏi bình hấp thụ (impinger) đã tráng bằng axeton và sau đó toluen, gói trong giấy nhôm và mang về phòng thử nghiệm.
- e) Tráng các khớp nối thuỷ tinh của bình hứng và bình hấp thụ (impinger) bằng axeton và sau đó toluen, gói trong giấy nhôm và mang về phòng thí nghiệm.

Đậy kín các bình.

## Phụ lục C

(tham khảo)

### Thư mục tài liệu tham khảo

FR Part 60 App. A Method 3A - Determination of oxygen, carbon dioxide concentration from stationary sources.

FR Part 60 App. A Method 1A - Sample and velocity travel for stationary sources with small stacks or ducts.

NF X 20-377 : 1980 Méthodes d'analyse de l'oxygène basées sur les propriétés paramagnétiques de ce gaz (Methods of oxygen analysis based on the paramagnetic properties of this gas).

NF X 44-052 : 1978 Prélèvement de poussière dans une veine gazeuse (cas général) (Sampling of dust in a stream of gas (general case)).

NF X 43-313 : 1991 Qualité de l'air - Emission de sources fixes - Détermination des polychlorodibenzo-p-dioxines (PCDD) et polychlorodibenzofuranes (PCDF) (Air quality - Stationary sources emissions - Determination of PCDD/PCDF).

Nordic 1987 Recommended method for dioxin measurements in flue gases from waste incineration, waste management and research/Vol. 5, No. 3, 1987.

Unichim method 825 : 1989 Misure alle emissioni - Flussi gassoni convogliati - Campionamento e determinazione di microinquinanti organici

- Campionamento
- Determinazione IPA
- Determinazione PCDD + PCDF
- Determinazione PCB

(Stationary source emission measurements - Conveyed gas flows - Sampling and determination of organic micropollutants

- Sampling
- PAH determination
- PCDD and PCDF determination
- PCB determination)

VDI 2066 Part 1 : 1975 Messen von Partikeln Staubmessungen in strömenden Gasen - Gravimetrische Bestimmung der Staubbelastung - Übersicht (Measurement of particulate matter - Dust measurement in flow gases. Gravimetric determination of the dust load - Survey).

VDI 2449 Part 1 : 1995 Prüfkriterien von Meßverfahren - Ermittlung von Verfahrenskenngrößen für die Messung gasformiger Schadstoffe (Immission) (Measurement methods test criteria - Determination of performance characteristics for the measurement of gaseous pollutants (Immission)).

VDI 3499 Part 1 : 1990 Messen von Emissionen - Messen von Reststoffen - Messen von polychlorierten Dibenzodioxinen und furanen im Rein- und Rohgas von Feuerungsanlagen mit der Verdünnungsmethode - Bestimmung in filterstaub, Kesselasche und in Schacken (Emission measurement - Measurement of residual materials - Determination of polychlorinated dibenzodioxins and dibenzofurans in flue and stack gas of incineration and firing plants - Dilution method - Determination in filter dust, potash and slag).

VDI 3499 Part 2 : 1993 Messen von Emissionen - Messen von polychlorierten Dibenzo-p-dioxinen (PCDD) und Dibenzofuranen (PCDF) - Filter/Kühler-Methode (Emissions of polychlorinated dibenzo-p-dioxins (PCDD) and Dibenzofurans (PCDF) - Filter/condenser method).

VDI 3499 Part 3 : 1996 Messen von Emissionen - Messen von polychlorierten Dibenzo-p-dioxinen (PCDD) und Dibenzofuranen (PCDF) - Gekühltes - Absaugrohr-Method (Emission measurement - Determination of polychlorinated dibenzo-p-dioxins (PCDD) and dibenzofurans (PCDF) - Cooled probe method).

40 CFR Part 60 Method 4 - Determination of moisture content in stack gases.

40 CFR Part 60 : 1982 Method 23 - Determination of PCDDs and PCDFs from stationary sources.

EN 45001 : 1989 General criteria for the operation of testing laboratories.

ISO 6879 : 1995 Air quality - Performance characteristics and related concepts for air quality measuring methods.

**Phụ lục D**  
(tham khảo)

**Các thí dụ về chất hấp phụ và việc chuẩn bị và làm sạch chất hấp phụ**

Chất hấp phụ rắn (nếu có dùng): XAD-2, Poropak PS, polyuretán (PU), (xốp mềm polyete TDI)

**D.1 XAD-2**

Lượng XAD-2 tối thiểu là 30 g đựng trong một ống thủy tinh đường kính trong nhỏ hơn 32 mm và tốc độ dòng khí lấy mẫu nhỏ hơn 34 cm/s.

Làm sạch XAD-2: nhựa được làm sạch đầu tiên bằng rửa nước nhiều lần, rồi tiếp là metanol và diclometan cho đến khi nước lọc không còn vẫn đục. XAD-2 sau đó được chiết trong máy Soxhlet với toluen ít nhất 48 giờ, dịch chiết phải thay mới vài lần. XAD-2 sau đó được rửa bằng diclometan và diclometan còn lại được đuổi bằng cất quay chân không (50 kPa, nhiệt độ bình cách thủy 40 °C). Kiểm tra độ sạch của nhựa bằng cách tiến hành qua việc chiết với toluen và phân tích sắc kí khí/khối phổ. Ngay cả với nhựa sạch bán sẵn trên thị trường cũng vẫn cần phải kiểm tra. Nhựa XAD-2 đã làm sạch được bảo quản trong chai thủy tinh có nắp vặn kín khí

**D.2 Xốp PU**

Có tỉ trọng khoảng 33 g/l.

Chiều dày xốp PU phải là 5 cm trong trường hợp tốc độ dòng khí lấy mẫu là 300 mm/s.

Chuẩn bị xốp PU: các nút xốp PU được cắt từ các đĩa xốp thành một hình trụ có kích thước thích hợp và được làm sạch như sau:

- đun sôi 2 h đến 3 h lần lượt trong các dung môi sau: metanol, diclometan, toluen, axeton
- ép cho hết axeton, trải trên mặt giấy nhôm và để khô, tốt nhất là qua đêm trong tủ sấy chân không ở 40 °C. Các nút xốp PU sạch được bảo quản trong chai nâu không bị nén ép.

Một số đại diện các nút xốp PU sạch phải được chiết lại và phân tích dịch chiết để tìm PCDD/ PCDF.

**D.3 Poropak**

Làm sạch Poropak PS: Poropak PS (50 mesh đến 80 mesh) được chiết đầu tiên trong máy Soxhlet với axetonitril trong 8 h, sau đó với toluen 4 h và cuối cùng là diclometan 4 h. Làm khô 3h ở 80 °C. Vật liệu đã làm khô được bảo quản trong chai thủy tinh nút nhám. Các dung môi sử dụng để chiết mỗi chất phải cất lại hai lần trước khi sử dụng.



**Phụ lục E**

(tham khảo)

**Xác định hàm lượng ẩm**

Hàm lượng ẩm của khí ống khói phải được xác định trước khi lấy mẫu phân tích dioxin xảy ra để có thể tính đúng lưu lượng đẳng tốc và kích thước mũi lấy mẫu cần thiết.

Khí ống khói phải được chạy qua đầu lấy mẫu, và nếu có yêu cầu, qua một đoạn ống ngắn, các chai thuỷ tinh có chứa chất hút ẩm. Canxi clorua khan và silicagen đều thích hợp. Ít nhất cần hai chai 250 ml đổ đầy 2/3 chất hút ẩm. Dòng khí đi qua chai thứ hai sẽ đi qua bơm tiếp theo là lưu lượng kế và đồng hồ đo khí. Lưu lượng phải khoảng 1,5 l/min. Số đọc trên đồng hồ đo khí phải được ghi lại trước và sau khi thử. Đem cân các chai đó. Việc xác định hàm lượng ẩm phải kéo dài ít nhất 1 h để có một lượng chất ngưng có ý nghĩa trong ống.

**Phụ lục F**

(tham khảo)

**Xác định hàm lượng oxi**

Hàm lượng oxi khí khô phải được xác định trước khi lấy mẫu. Khí ống khói phải đi vào đồng hồ đo khí sau khi đã đi qua chất hút ẩm. Sau mỗi giờ nồng độ oxi phải được đo và ghi.

**Phụ lục G**

(tham khảo)

**Biên bản lấy mẫu**

Cơ quan:

Ngày:

Số tham chiếu:

Trang 1/3

NGÀY THÁNG LẤY MẪU	NGÀY ĐO		
ĐỊA ĐIỂM LẤY MẪU	NGƯỜI LẤY MẪU		
Điều kiện khí thải			
Vị trí lấy mẫu			
Thiết diện ống khói	m <sup>2</sup>		
Nhiệt độ	°C		
Áp suất tĩnh	kPa		
Áp suất chênh lệch	kPa		
Áp suất khí quyển	kPa		
O <sub>2</sub> (theo khí khô)	% – (V/V)		
Độ ẩm	% – (V/V)		
CO <sub>2</sub> (theo khí khô)	% – (V/V)		
Hàm lượng bụi quy về điều kiện tiêu chuẩn	mg/m <sup>3</sup>		
Lưu lượng tính theo thể tích quy về điều kiện tiêu chuẩn	m <sup>3</sup> /h khô		
Điều kiện lấy mẫu			
		HỆ THỐNG 1	HỆ THỐNG 2
Kiểm tra rò rỉ bằng cách nút mũi lấy mẫu	kPa		
Áp suất , áp suất thấp nhất khi lấy mẫu	kPa/min		
Tốc độ thay đổi áp suất	h : min		
Bắt đầu lấy mẫu	h : min		
Kết thúc lấy mẫu	h : min		
Khoảng thời gian dừng lấy mẫu	h : min		
Khoảng thời gian dừng lấy mẫu	h : min		
Khoảng thời gian lấy mẫu	h : min		
Thể tích mẫu tại đồng hồ đo khí nhiệt độ áp suất quy về điều kiện tiêu chuẩn 101,325 kPa; 273,15 K, khí khô, O <sub>2</sub> /CO <sub>2</sub> đối chiếu	m <sup>3</sup> °C kPa m <sup>3</sup>		
Thể tích mẫu 'thể khí' tại đồng hồ đo khí nhiệt độ áp suất khí khô, O <sub>2</sub> /CO <sub>2</sub> đối chiếu ở 101,325 kPa; 273,15 K	m <sup>3</sup> °C kPa m <sup>3</sup>		
Thể tích mẫu khí lấy đẳng tốc lý thuyết	m <sup>3</sup>		
Tỷ số đẳng tốc			

**TCVN 7556-1 : 2005**

Cơ quan:

Ngày:

Số tham chiếu:

Trang 2/3

Điều kiện của hệ thống lấy mẫu			
Phương pháp			
Phòng thử nghiệm			
Mã hiệu hệ thống			
Vật liệu chế tạo mũi lấy mẫu			
Độ sâu của mũi lấy mẫu, cách thành ống	m		
Khoảng cách mũi lấy mẫu 1/ mũi lấy mẫu 2 (tùy chọn)	m		
Đường kính mũi lấy mẫu	mm		
Vật liệu chế tạo đầu lấy mẫu			
Đường kính đầu lấy mẫu	mm		
Độ dài đầu lấy mẫu	m		
Đầu lấy mẫu được đốt nóng	°C		
Khoảng cách mũi lấy mẫu đến cái lọc	m		
Khoảng cách mũi lấy mẫu, bộ phận làm lạnh	m		
Cái lọc			
Mã hiệu			
Kiểu loại			
Vật liệu			
Chất lượng			
Diện tích	m <sup>2</sup>		
Nhiệt độ	°C		
Sinh hàn			
Mã hiệu			
Kiểu loại			
Vật liệu			
Chất lượng			
Đường kính	mm		
Nhiệt độ	°C		
Bộ chất hấp phụ			
Mã hiệu			
Kiểu loại			
Vật liệu			
Chất lượng	g		
Đường kính	mm		
Độ dài	mm		
Nhiệt độ	°C		
Tốc độ	m/s		
Ngăn được thêm chuẩn			

Cơ quan:

Ngày:

Ref:

Trang 3/3

Sơ đồ minh họa hệ thống lấy mẫu
Đo trước
Mô hình tốc độ
Các thông số khác – nhận xét

---