

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 8944:2011

ISO 20552:2007

Xuất bản lần 1

**KHÔNG KHÍ VÙNG LÀM VIỆC –
XÁC ĐỊNH HƠI THỦY NGÂN –
PHƯƠNG PHÁP THU MẪU SỬ DỤNG HỖN HÓA VÀNG
VÀ PHÂN TÍCH BẰNG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ HOẶC
PHỔ HUỖNH QUANG NGUYÊN TỬ**

*Workplace air – Determination of mercury vapour –
Method using gold – amalgam collection and analysis by
atomic absorption spectrometry or atomic fluorescence spectrometry*

HÀ NỘI – 2011

Mục lục

Lời nói đầu	4
Lời giới thiệu	5
1 Phạm vi áp dụng	7
2 Tài liệu viện dẫn	8
3 Thuật ngữ và định nghĩa	8
3.1 Định nghĩa chung	8
3.2 Định nghĩa về lấy mẫu	10
3.3 Thuật ngữ thống kê	11
4 Nguyên tắc	12
5 Phản ứng	12
6 Yêu cầu	13
7 Thuốc thử	13
7.1 Argon	13
7.2 Thủy ngân	13
8 Thiết bị dụng cụ	13
8.1 Dụng cụ lấy mẫu	13
8.2 Thiết bị phân tích	15
9 Đánh giá tiếp xúc nghề nghiệp	15
9.1 Khái quát	15
9.2 Lấy mẫu tĩnh (khu vực)	15
9.3 Lấy mẫu cá nhân	16
9.4 Lựa chọn điều kiện đo và cách đo	16
10 Lấy mẫu	17
10.1 Những xem xét cơ bản	17
10.2 Chuẩn bị lấy mẫu	19
10.3 Vị trí lấy mẫu	20
10.4 Thu mẫu	20
10.5 Vận chuyển mẫu	21
11 Phân tích	21
12 Biểu thị kết quả	22
13 Phương pháp thực hiện	23
14 Báo cáo thử nghiệm	25
Phụ lục A (Tham khảo) Hiệu chỉnh nhiệt độ và áp suất	27
Phụ lục B (Tham khảo) Các hình	29
Thư mục tài liệu tham khảo	33

Lời nói đầu

TCVN 8944:2011 hoàn toàn tương đương với ISO 20552:2007

TCVN 8944:2011 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 146
Chất lượng không khí biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất
lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Lời giới thiệu

Sức khỏe của người lao động trong nhiều ngành công nghiệp chịu rủi ro qua tiếp xúc bằng đường hô hấp với thủy ngân và các hợp chất thủy ngân vô cơ. Nhu cầu của các nhà vệ sinh công nghiệp và nhu cầu chuyên môn khác về sức khỏe cộng đồng để xác định tính hiệu quả của những biện pháp được làm để kiểm soát sự tiếp xúc của người lao động thông qua thực hiện các phép đo không khí vùng làm việc. Tiêu chuẩn này đã được công bố nhằm lập ra một phương pháp sẵn có để dùng cho các phép đo hơi thủy ngân trong môi trường vùng làm việc, nghĩa là lấy mẫu tĩnh. Phương pháp này cũng áp dụng cho các phép đo tiếp xúc ngắn hạn của cá nhân người lao động. Tiêu chuẩn này giúp cho các cơ quan quan tâm đến sức khỏe và an toàn trong lao động; các nhà vệ sinh công nghiệp và các nhà chuyên môn về sức khỏe cộng đồng khác; các phòng thí nghiệm phân tích; những người sử dụng thủy ngân và các hợp chất thủy ngân vô cơ và công nhân trong công nghiệp, v.v..

Quy trình mô tả trong tiêu chuẩn này là được dựa trên một số tài liệu ^{[1][2][3][4][5][6]} mô tả phương pháp luận xác định hơi thủy ngân trong không khí. Quy trình này đã được kiểm tra đầy đủ tính đúng đắn và số liệu lưu giữ được trình bày trong tiêu chuẩn này.

Như đã được thừa nhận trong quá trình soạn thảo tiêu chuẩn này, việc thực hiện các điều khoản của tiêu chuẩn và diễn giải kết quả thu được phải do những người có kinh nghiệm và được đào tạo phù hợp.

Không khí vùng làm việc – Xác định hơi thủy ngân –

Phương pháp thu mẫu sử dụng hỗn hống vàng và phân tích bằng phổ hấp thụ nguyên tử hoặc phổ huỳnh quang nguyên tử

*Workplace air – Determination of mercury vapour –
Method using gold – amalgam collection and analysis by atomic absorption spectrometry or
atomic fluorescence spectrometry*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định quy trình xác định nồng độ khối lượng của hơi thủy ngân trong không khí vùng làm việc sử dụng phương pháp thu mẫu bằng hỗn hống vàng để phân tích bằng phổ hấp thụ nguyên tử hơi-lạnh (CVAAS) hoặc phổ huỳnh quang nguyên tử hơi-lạnh (CVAFS).

Quy trình quy định cụ thể một số phương pháp lấy mẫu cho các ứng dụng khác nhau.

- a) Khi đã biết không có các hợp chất thủy ngân vô cơ dạng hạt được sử dụng trong vùng làm việc và cũng không được tạo thành trong quá trình sản xuất, lấy mẫu hơi thủy ngân bằng cách sử dụng bơm hút qua ống hấp thụ chứa Diatomit xốp đã phủ vàng. Những ống hấp thụ phù hợp có sẵn trên thị trường hoặc được chế tạo từ chất hấp thụ được chuẩn bị bằng cách phân hủy nhiệt của axit cloroauric [Hydro tetrachloraurat (III)] tổng hợp lên diatomit.
- b) Khi cả hơi thủy ngân và các hợp chất thủy ngân vô cơ dạng hạt cùng tồn tại trong khí quyển thử nghiệm, lấy mẫu hơi thủy ngân bằng cách sử dụng một bơm hút qua ống hấp thụ được lắp một cái lọc trước chứa sợi thạch anh để loại bỏ các hợp chất thủy ngân dạng hạt. Nếu cần, có thể sử dụng quy trình đã được mô tả trong ISO 17733 để thu và phân tích riêng biệt các mẫu để xác định các hợp chất thủy ngân vô cơ dạng hạt.
- c) Khi đã biết thủy ngân nguyên tố không được sử dụng trong không khí vùng làm việc và cả hơi thủy ngân cũng không được tạo ra trong quá trình thực hiện, có thể sử dụng quy trình mô tả trong ISO 17733, nếu cần, thu và phân tích các mẫu để xác định các hợp chất thủy ngân vô cơ dạng hạt.

Quy trình có độ nhạy cao và phù hợp để lấy mẫu tĩnh hoặc để xác định sự tiếp xúc cá nhân ngắn hạn với hơi thủy ngân trong không khí vùng làm việc. Giới hạn dưới của khoảng làm việc của quy trình được quy định bởi giới hạn dưới của khoảng phân tích của thiết bị CVAAS hoặc của thiết bị CVAFS, xấp xỉ 0,01 µg thủy ngân đối với ống hấp thụ chứa 80 mg chất hấp thụ (xem 13.1). Giới hạn trên của khoảng làm việc của quy trình được quy định bởi giới hạn trên của khoảng phân tích của thiết bị CVAAS hoặc thiết bị

CVAFS, ví dụ khoảng 1 µg thủy ngân (xem 13.2). Dung lượng lấy mẫu của ống hấp thụ có sẵn trên thị trường lớn hơn 2 µg. Khoảng nồng độ của thủy ngân trong không khí có thể áp dụng cho quy trình này được xác định một phần bằng phương pháp lấy mẫu do người sử dụng lựa chọn.

Quy trình phù hợp để tiến hành các phép đo trong ngắn hạn (ví dụ 15 min) khi lấy mẫu tại lưu lượng dòng nằm trong khoảng 100 mL.min⁻¹ đến 1 000 mL.min⁻¹ sử dụng ống hấp thụ có sẵn trên thị trường. Để đánh giá tiếp xúc dài hạn, như khoảng 8 giờ, có thể sử dụng quy trình này với lưu lượng dòng lấy mẫu 100 mL.min⁻¹ tại vùng làm việc, nơi nồng độ hơi thủy ngân được dự kiến là thấp hơn 20 µg.m⁻³. Nếu nồng độ hơi thủy ngân dự kiến cao hơn 20 µg.m⁻³, thì cần phải sử dụng quy trình đã mô tả trong ISO 17733.

Phương pháp này không phù hợp để tiến hành đo hơi thủy ngân trong không khí khi trong khí quyển có clo, ví dụ trong xưởng sản xuất điện phân kaliclorua (xem 13.8.1). Các hợp chất thủy ngân-hữu cơ thể khí có thể gây nhiễu dương (xem 13.8.2).

2 Tài liệu viện dẫn

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

ISO 17733, *Workplace air – Determination of mercury and inorganic mercury compounds – Method by cold-vapour atomic absorption spectrometry or atomic fluorescence spectrometry* (Không khí vùng làm việc – Xác định thủy ngân và hợp chất thủy ngân vô cơ – Phương pháp phổ hấp thụ nguyên tử hoặc phổ huỳnh quang nguyên tử hơi lạnh)

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1 Định nghĩa chung

3.1.1

Tác nhân hóa học (chemical agent)

Mọi nguyên tố hoặc hợp chất hóa học, chính nó hoặc được pha trộn như xảy ra ở trạng thái tự nhiên hoặc được tạo ra do mọi hoạt động sản xuất, được tạo ra cố ý hay không cố ý và có sẵn hay không có sẵn trên thị trường.

3.1.2

Vùng thở (breathing zone)

(Định nghĩa tổng quát) Khoảng không bao quanh mặt người công nhân mà tại đó người công nhân thực hiện quá trình hô hấp (hít thở).

3.1.3

Vùng thở (breathing zone)

(Định nghĩa kỹ thuật) là một nửa hình cầu (thường được chấp nhận có bán kính khoảng 0,3 m) mở rộng về phía trước của mặt người, có tâm nằm ở điểm giữa của đường nối hai tai; đáy của bán cầu là mặt phẳng theo đường này, đỉnh đầu và thanh quản

CHÚ THÍCH 1: Định nghĩa không được áp dụng khi sử dụng phương tiện bảo vệ cơ quan hô hấp.

CHÚ THÍCH 2: Theo EN 1540 ^[7].

3.1.4

Tiếp xúc (do hít thở) (exposure (by inhalation))

Tình huống một người hít phải một tác nhân hóa học có trong không khí.

3.1.5

Quy trình đo (measuring procedure)

Quy trình để lấy mẫu và phân tích một hoặc nhiều tác nhân hóa học trong không khí, bao gồm cả bảo quản và vận chuyển mẫu.

3.1.6

Thời gian vận hành (operation time)

Khoảng thời gian mà bơm lấy mẫu có thể hoạt động ở lưu lượng dòng và áp suất ngược đã xác định mà không cần sạc pin hoặc thay pin.

[EN 1232:1977]^[8].

3.1.7

Giá trị giới hạn (limit value)

Giá trị bằng số để tham chiếu cho nồng độ của một tác nhân hóa học trong không khí.

CHÚ THÍCH: Một ví dụ là Giá trị giới hạn ngưỡng – Threshold Limit Value® (TLV) đối với một chất đã cho trong không khí vùng làm việc đã được ACGIH^[9] thiết lập. (Giá trị giới hạn ngưỡng là một ví dụ về sản phẩm phù hợp đã có sẵn trên thị trường. Thông tin này được đưa ra để thuận tiện cho người sử dụng tiêu chuẩn này và không phải là xác nhận của tiêu chuẩn đối với sản phẩm này).

3.1.8

Khoảng thời gian chuẩn (reference period)

Khoảng về thời gian ấn định được công bố cho giá trị giới hạn của một tác nhân hóa học cụ thể.

CHÚ THÍCH: Ví dụ về các giá trị giới hạn đối với khoảng thời gian chuẩn khác nhau là giới hạn tiếp xúc ngắn hạn và tiếp xúc dài hạn, như giá trị giới hạn đã được ACGIH thiết lập^[9].

3.1.9

Vùng làm việc (workplace)

Khu vực hoặc nhiều khu vực được xác định mà ở đó các hoạt động lao động được tiến hành.

[EN 1540:1998]^[7]

3.2 Định nghĩa về lấy mẫu

3.2.1

Dụng cụ lấy mẫu cá nhân (personal sampler)

Thiết bị được gắn vào một người để lấy mẫu không khí tại vùng thở.

[EN 1540:1998]^[7]

3.2.2

Lấy mẫu cá nhân (personal sampling)

Quá trình lấy mẫu được thực hiện khi sử dụng một dụng cụ lấy mẫu cá nhân.

[EN 1540:1998]^[7]

3.2.3

Dụng cụ lấy mẫu (sampling instrument) (sampler)

Thiết bị để thu gom các hạt bụi hoặc các vật liệu thể khí (hơi) truyền qua đường không khí, hoặc cả hai.

3.2.4

Ống hấp thụ, được bơm (sorbent tube, pumped)

Ống, thường được chế tạo bằng kim loại hoặc thủy tinh, chứa chất hấp thụ hoạt tính hoặc chất mang đã được tẩm thuốc thử, qua đó khí được lấy mẫu tại một tốc độ được kiểm soát bằng bơm lấy mẫu không khí.

[EN 1076:1997]^[10]

3.2.5

Dụng cụ lấy mẫu cố định (static sampler)

Dụng cụ lấy mẫu khu vực (area sampler)

Thiết bị không được gắn vào một người, mà lấy mẫu không khí tại một địa điểm cụ thể.

3.2.6

Lấy mẫu tĩnh (static sampling)

Lấy mẫu khu vực (area sampling)

Quá trình lấy mẫu được thực hiện bằng cách sử dụng dụng cụ lấy mẫu tĩnh (khu vực).

3.3 Thuật ngữ thống kê

3.3.1

Độ thu hồi phân tích (analytical recovery)

Tỷ số của lượng chất phân tích đo được khi phân tích một mẫu, trên lượng chất phân tích đã biết trong mẫu đó.

3.3.2

Độ chệch (bias)

Mức độ sai khác giữa kỳ vọng của kết quả thử hoặc kết quả đo và giá trị thực.

3.3.3

Độ chụm (precision)

Mức độ gần nhau giữa các kết quả thử/đo độc lập nhận được trong điều kiện quy định.

3.3.4

Giá trị thực (true value)

Giá trị đặc trưng cho một đại lượng hoặc đặc trưng định lượng được xác định hoàn toàn trong điều kiện mà đại lượng hoặc đặc trưng định lượng đó được xem xét.

CHÚ THÍCH: Giá trị thực tế của một đại lượng hoặc đặc trưng định lượng là khái niệm lý thuyết và nói chung không thể biết chính xác.

[TCVN 8244:2010 (ISO 3534-2:2006), định nghĩa 3.2.5]^[11].

3.3.5

Độ không đảm bảo (của phép đo) (uncertainty of measurement)

Thông số, liên quan đến kết quả của phép đo, đặc trưng cho sự phân tán của các giá trị đại lượng được quy cho đại lượng đo một cách hợp lý.

CHÚ THÍCH 1: Thông số có thể là, ví dụ, độ lệch chuẩn (hoặc bội số đã cho), hoặc độ rộng của khoảng tin cậy.

CHÚ THÍCH 2: Nói chung, độ không đảm bảo đo gồm nhiều thành phần. Một trong số thành phần này được ước tính từ phân bố thống kê các kết quả của một dãy đo, và có thể được đặc trưng bằng độ lệch chuẩn. Các thành phần khác, mà cũng có thể được đặc trưng bằng độ lệch chuẩn, được ước tính từ sự phân bố tương đối theo giả định trên cơ sở thí nghiệm hoặc thông tin khác. Hướng dẫn biểu thị độ không đảm bảo trong phép đo (GUM)^[12] quy cho trường hợp khác biệt khác như sự ước tính Loại A và Loại B, tương ứng.

CHÚ THÍCH 3: Theo từ vựng quốc tế của thuật ngữ cơ bản và đại cương trong hệ thống đo lường (VIM)^[13].

4 Nguyên tắc

Thu gom hơi thủy ngân bằng cách sử dụng bơm hút một thể tích không khí đã định qua một ống hấp thụ chứa diatomit xốp đã phủ vàng. Ống hấp thụ được đặt kế tiếp cái lọc chứa sỏi thạch anh để bẫy

các hợp chất thủy ngân vô cơ dạng hạt khi những chất này có trong khí quyển thử. Nếu cần, sử dụng quy trình mô tả trong ISO 17733 để thu mẫu và phân tích riêng biệt các mẫu cho phép đo các hợp chất thủy ngân vô cơ dạng hạt.

Vận chuyển ống đựng mẫu đến phòng thí nghiệm và lắp vào máy phân tích thủy ngân, gồm có một thiết bị chứa bộ đôi hỗn hống vàng, hoặc bộ ứng dụng mẫu và thiết bị phân tích CVAAS hoặc CVAFS. Bộ ứng dụng mẫu gồm có hai bộ phận gia nhiệt, được phân tách bởi lớp đệm khí, và cái lọc bằng than hoạt tính. Sử dụng ống đựng mẫu để lấy mẫu hơi thủy ngân được lắp vào bộ phận gia nhiệt thứ nhất và tăng nhiệt độ đến khoảng 300 °C. Ở nhiệt độ này mọi hợp chất hữu cơ dễ bay hơi được thu cùng với hơi thủy ngân đều bị tách ra, chỉ hơi thủy ngân được giữ lại trong ống mẫu. Những hợp chất hữu cơ dễ bay hơi đã tách ra đi qua ống hấp thụ chứa vàng thứ hai, ống này đã được làm nóng trước đến 150 °C trong bộ gia nhiệt khác, trước khi được hút qua cái lọc bằng than hoạt tính. Ống đựng mẫu sau đó được gia nhiệt đến nhiệt độ hóa hơi của thủy ngân (khoảng 700 °C) và hơi thủy ngân được tách ra và đi vào thiết bị phân tích CVAAS hoặc thiết bị phân tích CVAFS. Một đặc tính quan trọng của kỹ thuật bộ đôi ống hỗn hống vàng là pic của thủy ngân nhọn và ổn định không những do các điều kiện phân tích tái lập mà còn do việc sử dụng cùng bẫy bằng vàng được lắp lại. Các ống lấy mẫu có thể được dùng lại đến 3 000 lần nếu như không bị hư hỏng hại xảy ra khi tiếp xúc với clo hoặc amoniac.

Có thể sử dụng các kết quả để đánh giá tiếp xúc vùng làm việc với hơi thủy ngân (xem EN 689^[14]).

5 Phản ứng

Chất hấp thụ xốp phủ vàng được sử dụng trong phương pháp đã mô tả trong tiêu chuẩn này cho thấy có ái lực thuận nghịch đối với thủy ngân. Thủy ngân được bẫy tạo thành hợp kim, gọi là hỗn hống, từ đó hơi thủy ngân dễ dàng bị tách ra bằng gia nhiệt.

CHÚ THÍCH: Chất hấp thụ thủy ngân tạo hỗn hống khác đã được biết ví dụ như len bằng bạc và len bằng vàng. Tuy nhiên, len bằng bạc có nhiều vấn đề. Len bằng bạc dễ bị oxy hóa, có dung lượng hấp phụ thấp và khả năng thu giữ và hiệu suất thu hồi kém. Tương tự, thủy ngân không bị tách khỏi len bằng vàng một cách có hiệu quả khi gia nhiệt và không cho pic phân tích nhọn^[1].

6 Yêu cầu

Quy trình đo cần tuân thủ mọi tiêu chuẩn quốc gia tương ứng quy định các yêu cầu tính năng đặc thù đối với quy trình đo các tác nhân hóa học trong không khí vùng làm việc.

7 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích hơi thủy ngân bằng phương pháp này, chỉ sử dụng thuốc thử thủy ngân đạt cấp độ phân tích để tạo hơi thủy ngân chuẩn cho việc xây dựng đường cong hiệu chuẩn.

7.1 Argon, phù hợp để sử dụng trong CVAAS.

7.2 Thủy ngân, dùng cho chuẩn bị hơi thủy ngân chuẩn.

8 Thiết bị dụng cụ

8.1 Dụng cụ lấy mẫu

8.1.1 Ống hấp thụ, ống bằng thủy tinh, một phần chứa diatomit xốp đã phủ vàng, được lưu giữ trong ống thủy tinh khác có nút bằng cao su butyl

Cấu tạo của một ống hấp thụ như vậy được minh họa trong Hình B.1

CHÚ THÍCH: Ống hấp thụ phù hợp để sử dụng trong phương pháp này có sẵn trên thị trường ^{[2][3][15]}. Ống này có chiều dài 160 mm, đường kính ngoài 6 mm và đường kính trong 4 mm, chứa 80 mg chất hấp thụ dạng hạt xốp đã phủ vàng được giữ bằng nút bông thạch anh ở mỗi đầu. Có thể sử dụng ống hấp thụ được làm tương tự nếu chúng có đặc tính tương đương. Những ống hấp thụ tự làm có thể được sản xuất từ chất hấp thụ xốp đã phủ vàng chứa diatomit mà trên lớp đó tiến hành phân hủy nhiệt của axit chlorauric bằng cách tổng hợp ở khoảng 800 °C.

8.1.2 Bộ ống hấp thụ và bộ lọc trước, gồm có một cái lọc chứa sợi thạch anh (8.1.3) được lắp vào thiết bị lấy mẫu phù hợp, nối với lối vào của ống hấp thụ (8.1.1) bằng ống nhựa trơ có chiều dài nhỏ nhất, ví dụ polytetrafluoroetylen (PTFE) hoặc ống polyvinyl clorua (PVC) biến tính.

CHÚ THÍCH: Chỉ sử dụng ống hấp thụ và bộ lọc trước nếu nồng độ của hạt bụi trong không khí cao đến mức có nguy cơ làm tắc nút bông thạch anh và giữ lại chất hấp thụ phủ vàng trong ống.

8.1.3 Cái lọc chứa sợi thạch anh, có đường kính phù hợp đối với việc sử dụng trong dụng cụ lấy mẫu đã dùng để lắp đặt bộ lọc trước (xem 8.1.2), với hiệu suất thu giữ không thấp hơn 99,5 % đối với hạt có đường kính khí động học 0,3 µm (xem 2.2 trong ISO 7708^[16]).

CHÚ THÍCH: Cái lọc chứa sợi thạch anh đã biết^[17] không hấp thụ hơi thủy ngân trong không khí được lấy mẫu. Vì vậy, chúng phù hợp để dùng làm cái lọc trước. Tài liệu đã công bố^[18] là hơi thủy ngân có thể bị thất thoát đáng kể nếu sử dụng cái lọc hỗn hợp este xenlulô làm cái lọc trước mặc dù những phát hiện này không được xác lập trong công trình nghiên cứu sau này^[19].

8.1.4 Bơm lấy mẫu, với lưu lượng dòng có thể điều chỉnh, có khả năng duy trì ổn định lưu lượng dòng đã chọn (xem 10.1.3) trong khoảng ± 5 % giá trị danh định trong giai đoạn lấy mẫu (xem 10.1.4).

CHÚ THÍCH 1: Một bơm đã được ổn định dòng cần phải duy trì lưu lượng dòng trong những giới hạn đã quy định.

Đối với lấy mẫu cá nhân bơm có thể được người công nhân mang (đeo) mà không ảnh hưởng đến hoạt động công việc bình thường. Lưu lượng kế của bơm lấy mẫu phải được hiệu chuẩn sử dụng chuẩn đầu và chuẩn thứ. Nếu sử dụng chuẩn thứ, phải sử dụng chuẩn đầu phải hiệu chuẩn lưu lượng kế của bơm lấy mẫu.

Ít nhất, bơm phải có những đặc điểm sau:

- Một thiết bị kiểm soát tự động giữ lưu lượng dòng thể tích không đổi trong trường hợp thay đổi áp suất ngược;

- Hoặc bộ chỉ thị đa chức năng, theo toàn bộ quá trình lấy mẫu, cho biết lưu lượng không khí bị giảm hoặc bị gián đoạn trong quá trình lấy mẫu, hoặc là một thiết bị ngắt tự động có thể làm dừng bơm khi lưu lượng dòng bị giảm hoặc bị gián đoạn, và
- Thuận lợi cho việc điều chỉnh lưu lượng dòng, sao cho có thể chỉ cần tác động với sự hỗ trợ của một dụng cụ (ví dụ tuốcnơvit) hoặc cần phải có kiến thức đặc biệt để vận hành (ví dụ qua phần mềm), để ngăn ngừa sự điều chỉnh lại một cách vô thức tốc độ dòng trong quá trình sử dụng.

Cần bổ sung đồng hồ đo thời gian vào bơm lấy mẫu.

CHÚ THÍCH 2: EN 1232^[8] yêu cầu đặc tính của các bơm như sau:

- Sung của tốc độ dòng không quá 10 %;
- Tốc độ dòng đặt trong khoảng danh định không được sai khác quá $\pm 5\%$ so với giá trị ban đầu trong khi tăng Áp suất ngược;
- Trong khoảng nhiệt độ môi trường từ 5 °C đến 40 °C, tốc độ dòng đo được trong điều kiện hoạt động không được sai khác quá $\pm 5\%$ so với tốc độ dòng ở 20 °C;
- Thời gian hoạt động ít nhất là 2 h, và phù hợp hơn là 8 h, và
- Tốc độ dòng không được sai khác quá $\pm 5\%$ so với giá trị ban đầu trong thời gian vận hành.

Nếu sử dụng bơm lấy mẫu trong các điều kiện nằm ngoài các điều kiện đã quy định trong EN 1232^[8], cần phải chọn hành động thích hợp để đảm bảo các yêu cầu về đặc tính được đáp ứng. Ví dụ, ở nhiệt độ dưới "không" cần phải giữ ấm bơm bằng cách đặt dưới lớp quần áo của người lao động.

8.1.5 Lưu lượng kế, dạng xách tay, với độ chính xác đảm bảo để có thể đo lưu lượng dòng (xem 10.1.3) cần đo với sai lệch nằm trong $\pm 5\%$.

Hiệu chuẩn lưu lượng kế cần phải được kiểm tra theo chuẩn đầu (cấp 1), tức là một lưu lượng kế mà độ chính xác có thể truy nguyên theo các tiêu chuẩn quốc gia. Nếu phù hợp (xem 10.1.2) ghi nhiệt độ và áp suất khí quyển ở nơi kiểm tra sự hiệu chuẩn lưu lượng kế.

Nên sử dụng lưu lượng kế có khả năng đo lưu lượng dòng dung sai $\pm 2\%$ hoặc nhỏ hơn.

8.1.6 Dụng cụ phụ trợ

8.1.6.1 Ống mềm (ống bằng chất dẻo), có đường kính và chiều dài phù hợp để nối khít giữa bơm lấy mẫu và các ống hấp thụ và/hoặc các thiết bị lấy mẫu.

8.1.6.2 Dây đai hoặc các bộ gá, sao cho các bơm lấy mẫu có thể được cố định thuận tiện để lấy mẫu cá nhân (trừ nơi các bơm lấy mẫu có kích thước đủ nhỏ có thể cho vào trong túi quần áo của người làm việc).

8.1.6.3 Cái panh, phẳng-nhọn đầu, để đặt và lấy cái lọc và ống hấp thụ vào và ra khỏi thiết bị lấy mẫu.

8.1.6.4 Hộp vận chuyển cái lọc, hoặc dụng cụ tương tự, khi cần để vận chuyển mẫu về phòng thí nghiệm phân tích.

8.1.6.5 Áp kế, phù hợp để đo áp suất khí quyển, khí cần (xem 10.1.2)

8.1.6.6 Nhiệt kế, từ 0 °C đến 50 °C, có vạch chia 1 °C hoặc nhỏ hơn, để đo nhiệt độ khí quyển, nếu cần (xem 10.1.2).

Nếu sử dụng nhiệt độ dưới điểm sương, khoảng đo của nhiệt kế phải mở rộng đến khoảng đo cần phù hợp.

8.2 Thiết bị phân tích

Máy phân tích thủy ngân gồm có một tổ hợp bộ đôi ống hỗn hồng vàng, bao gồm hai thiết bị gia nhiệt, một vách ngăn bằng khí và một cái lọc chứa than hoạt tính, được kết nối với một tổ hợp máy phân tích khí dùng máy đo phổ hấp thụ nguyên tử hơi-lạnh hoặc máy huỳnh quang nguyên tử hơi-lạnh. Sơ đồ khối của một thiết bị sử dụng hệ thống có bộ đôi ống hỗn hồng vàng với CVAAS được minh họa trong Hình B.2.

CHÚ THÍCH: Máy phân tích thủy ngân phù hợp dùng cho phương pháp này có sẵn trên thị trường^{[2][3][15]}.

9 Đánh giá tiếp xúc nghề nghiệp

9.1 Khái quát

Tiêu chuẩn này dùng để lấy mẫu tĩnh (khu vực) và mẫu cá nhân. Tham khảo các tiêu chuẩn quốc tế hay tiêu chuẩn tương ứng (ví dụ EN 689^[14], ASTM 1370-96^[20].v.v..) về hướng dẫn cách xây dựng một phương pháp đánh giá phù hợp và hướng dẫn chung cho phương pháp đo.

9.2 Lấy mẫu tĩnh (khu vực)

Có thể tiến hành lấy mẫu tĩnh (khu vực), nếu thích hợp, tại các điểm đã chọn một cách hệ thống trong vùng làm việc cho một hoặc những mục đích sau:

- a) để đánh giá nồng độ hơi thủy ngân trong môi trường lao động,
- b) để đưa ra chỉ báo hiệu suất của hệ thống thông gió hoặc các biện pháp kiểm soát bằng kỹ thuật khác,
- c) để định rõ đặc điểm hoặc cung cấp thông tin về địa điểm và cường độ của nguồn phát thải, và/hoặc
- d) để ước tính sự tiếp xúc của người lao động trong trường hợp mà không thể tiến hành lấy mẫu cá nhân.

9.3 Lấy mẫu cá nhân

Sự tiếp xúc của người lao động với thủy ngân thường được xác định bằng việc lấy mẫu cá nhân, vì nồng độ của hơi thủy ngân trong vùng thở có thể khác biệt so với mức nền trong vùng làm việc.

9.4 Lựa chọn điều kiện đo và cách đo

9.4.1 Khái quát

9.4.1.1 Tiến hành lấy mẫu bằng cách sao cho ảnh hưởng ít nhất đến người lao động trong quá trình thực hiện công việc bình thường, và đảm bảo mẫu đại diện cho điều kiện lao động bình thường và các mẫu đó phù hợp với phương pháp phân tích.

9.4.1.2 Cách lấy mẫu phải xem xét trong từng vấn đề cụ thể, như bản chất của nhiệm vụ đo và tần suất và khoảng thời gian tiến hành công việc cụ thể.

9.4.2 Phép đo sàng lọc về sự phương sai nồng độ theo thời gian và/hoặc không gian

Có thể thực hiện phép đo sàng lọc về sự phương sai nồng độ theo thời gian và/hoặc không gian để cung cấp thông tin về tính xác thực của nồng độ các tác nhân hóa học. Chúng có thể được sử dụng để nhận biết (xác định) các địa điểm và khoảng thời gian tiếp xúc cao, và thiết lập khoảng thời gian và tần suất lấy mẫu cho phép đo để so sánh với các giá trị giới hạn. Nguồn phát thải cần phải được định vị và tính hiệu quả của hệ thống thông gió hoặc các biện pháp kỹ thuật khác có thể được ước tính (xem 4.3 trong EN 482:1994^[21]).

9.4.3 Phép đo sàng lọc về nồng độ trung bình theo thời gian và các phép đo trong trường hợp xấu nhất

9.4.3.1 Có thể thực hiện phép đo sàng lọc về nồng độ trung bình theo thời gian để thu được thông tin tương đối thô về mức tiếp xúc để quyết định xem có hay không có tồn vấn đề phơi nhiễm ở tất cả mọi người, và nếu có thì thẩm định/đánh giá tính trầm trọng. Có thể sử dụng phương pháp này để xác định nếu sự phơi nhiễm thấp hơn nhiều hoặc cao hơn nhiều so với giá trị giới hạn (xem 4.3 trong EN 482:1994^[21]).

9.4.3.2 Thực hiện phép đo sàng lọc về nồng độ trung bình theo thời gian là điển hình trong giai đoạn đầu khảo sát để đánh giá hiệu quả của các biện pháp kiểm soát. Có thể tiến hành lấy mẫu trong công đoạn công việc đại diện để thu được thông tin rõ ràng về mức độ và cách thức phơi nhiễm, hoặc có thể thực hiện phép đo trong trường hợp xấu nhất.

CHÚ THÍCH: Thực hiện phép đo sàng lọc về nồng độ trung bình theo thời gian để nhận biết rõ ràng các công đoạn công việc trong đó xảy ra phơi nhiễm cao nhất là đặc thù có liên quan đến "những phép đo trong trường hợp xấu nhất" (xem 5.2.3.2 của EN 689:1995^[14]).

9.4.4 Phép đo gần nguồn phát thải

Có thể thực hiện phép đo gần nguồn phát thải để cung cấp thông tin về địa điểm và cường độ của nguồn. Với những thông tin khác, các thông tin này có thể cho phép loại bỏ nguồn nghi ngờ như nguồn có đóng góp đáng kể đến sự phơi nhiễm (xem 4.4 của EN 482:1994^[21]).

9.4.5 Phép đo so sánh với các giá trị giới hạn và các phép đo định kỳ

9.4.5.1 Phép đo so sánh với các giá trị giới hạn

9.4.5.1.1 Thực hiện phép đo so sánh với các giá trị giới hạn nhằm cung cấp thông tin chính xác và tin cậy, hoặc cho phép dự báo về nồng độ khối lượng trung bình theo thời gian của tác nhân hóa học đặc trưng trong không khí, mà có thể bị hít vào (xem 4.5 của EN 482:1994^[21]).

9.4.5.1.2 Khi tiến hành phép đo so sánh với giới hạn tiếp xúc dài hạn, phải lấy mẫu cho toàn bộ thời gian làm việc, nếu có thể, hoặc trong một số công đoạn sản xuất đại diện (xem 10.1.4.1 đối với thời gian lấy mẫu nhỏ nhất).

9.4.5.1.3 Khi thực hiện phép đo so sánh với giới hạn tiếp xúc ngắn hạn, thời gian lấy mẫu phải càng gần với thời gian chuẩn càng tốt, điển hình là 15 min, nhưng có thể khoảng thời gian từ 5 min đến 30 min (xem 10.1.4.2).

CHÚ THÍCH: Ước tính tốt nhất thu được tiếp xúc dài hạn bằng cách lấy mẫu cho toàn bộ thời gian làm việc, mặc dù việc này thường khó có thể thực hiện.

9.4.5.2 Phép đo định kỳ

Thực hiện phép đo định kỳ để xác định xem các điều kiện tiếp xúc có thay đổi hay không từ khi thực hiện phép đo so sánh với các giá trị giới hạn, hoặc liệu các biện pháp kiểm soát vẫn còn có hiệu quả. (xem 4.6 của EN 482:1994^[21]).

10 Lấy mẫu

10.1 Những xem xét cơ bản

10.1.1 Lựa chọn phương pháp lấy mẫu

10.1.1.1 Đo hơi thủy ngân

Để đo hơi thủy ngân, hoặc đo thủy ngân vô cơ tổng (hơi thủy ngân và các hợp chất thủy ngân vô cơ) khi đã biết không sử dụng các hợp chất thủy ngân vô cơ dạng hạt trong vùng làm việc và trong quá trình thực hiện không tạo ra các hợp chất thủy ngân vô cơ dạng hạt, sử dụng phương pháp bơm hút qua ống hấp thụ đã quy định trong tiêu chuẩn này để thu mẫu.

10.1.1.2 Đo hơi thủy ngân và các hợp chất thủy ngân vô cơ dạng hạt

Khi hơi thủy ngân và các hợp chất thủy ngân vô cơ dạng hạt có thể cùng xuất hiện trong khí thử nghiệm, sử dụng phương pháp bơm hút qua ống hấp thụ đã quy định trong tiêu chuẩn này để thu mẫu của hơi thủy ngân và, nếu muốn, sử dụng quy trình đã mô tả trong ISO 17733 để thu và phân tích các mẫu riêng biệt cho phép đo các hợp chất thủy ngân vô cơ dạng hạt.

10.1.1.3 Đo các hợp chất thủy ngân vô cơ dạng hạt

Đối với phép đo các hợp chất thủy ngân vô cơ, hoặc đối với phép đo thủy ngân vô cơ tổng (thủy ngân và các hợp chất thủy ngân vô cơ) khi biết không sử dụng thủy ngân nguyên tố trong vùng làm việc và cũng không tạo ra hơi thủy ngân trong quá trình thực hiện, sử dụng quy trình đã mô tả trong ISO 17733, nếu muốn, thu mẫu và phân tích mẫu.

10.1.2 Cân nhắc về ảnh hưởng của nhiệt độ và áp suất

10.1.2.1 Ảnh hưởng của nhiệt độ và áp suất đến lưu lượng dòng

Tham khảo hướng dẫn của nhà sản xuất để xác định nếu như lưu lượng dòng chỉ định của lưu lượng kế (8.1.5) phụ thuộc vào nhiệt độ và áp suất. Cân nhắc xem có sự khác biệt hay không giữa nhiệt độ và áp suất khi quyền tại thời điểm hiệu chuẩn lưu lượng kế và trong thời gian lấy mẫu, sự khác biệt đó đủ cao để chứng minh khi áp dụng hiệu chỉnh trong tính toán, ví dụ nếu như sai số lớn hơn $\pm 5\%$, thì

cần hiệu chỉnh, đo và ghi nhiệt độ và áp suất khí quyển tại thời điểm kiểm tra sự hiệu chuẩn lưu lượng kế (xem 8.1.5), đo và ghi nhiệt độ và áp suất khí quyển tại thời điểm bắt đầu và thời điểm kết thúc giai đoạn lấy mẫu (10.4.1 và 10.4.3). Sau đó, tính nhiệt độ và áp suất đã hiệu chỉnh lưu lượng dòng theo quy trình nêu trong A.1.

10.1.2.2 Biểu thị kết quả

Cần nhắc xem có cần phải tính lại các nồng độ thủy ngân trong không khí về điều kiện chuẩn (trường hợp phân bố theo độ cao). Nếu có, thì đo và ghi nhiệt độ và áp suất khí quyển tại thời điểm bắt đầu và thời điểm kết thúc giai đoạn lấy mẫu (10.4.1 và 10.4.3) và theo quy trình đã nêu trong A.2 để áp dụng sự hiệu chỉnh cần với các nồng độ thủy ngân trong không khí được tính theo 12.2.1.

CHÚ THÍCH: Nồng độ của thủy ngân trong không khí thông thường được công bố theo điều kiện môi trường thực tế (nhiệt độ, áp suất tại vùng làm việc trong thời gian lấy mẫu).

10.1.3 Lưu lượng dòng

Chọn lưu lượng dòng cho ống hấp thụ trong khoảng khuyến nghị của nhà sản xuất (thường nằm trong khoảng 100 mL.min⁻¹ đến 1 000 mL.min⁻¹).

10.1.4 Thời gian lấy mẫu

10.1.4.1 Chọn thời gian lấy mẫu sao cho thích hợp với nhiệm vụ đo (xem 9.4), nhưng đảm bảo đủ dài để thủy ngân có thể được xác định với độ không đảm bảo đo có thể chấp nhận (xem 3.3.5) tại mức độ có ý nghĩa đối với vệ sinh công nghiệp. Ví dụ, ước tính thời gian lấy mẫu nhỏ nhất cần để đảm bảo rằng lượng thủy ngân đã thu được cao hơn giới hạn dưới của khoảng làm việc của phương pháp phân tích khi thủy ngân tồn tại trong khí thử tại nồng độ khoảng 0,1 lần giá trị giới hạn của nó, sử dụng Công thức sau:

$$t_{min} = \frac{m_{lower}}{q_V \times 0,1 \times \rho_{LV}}$$

Trong đó

t_{min} là thời gian lấy mẫu tối thiểu, tính bằng phút;

m_{lower} là giới hạn dưới của khoảng phân tích, tính bằng nanogram;

q_V là lưu lượng thiết kế của mẫu, tính bằng mililit trên phút;

ρ_{LV} là giá trị giới hạn, tính bằng miligam trên mét khối.

10.1.4.2 Thời gian lấy mẫu không được nhỏ hơn 15 min khi sử dụng ống hấp thụ tại lưu lượng dòng 100 mL.min⁻¹.

10.1.4.3 Xử lý mẫu

Để giảm thiểu rủi ro do hư hại hoặc nhiễm bẩn, chỉ sử dụng ống hấp thụ bằng tay (8.1.1) và sử dụng cái lọc bằng sợi thạch anh (8.1.3), ở vùng sạch có nồng độ thủy ngân trong không khí là tối thiểu, và kẹp cái lọc bằng sợi thạch anh bằng panh phẳng nhọn đầu (8.1.6.3).

10.2 Chuẩn bị lấy mẫu

10.2.1 Xử lý sơ bộ các ống hấp thụ

Lấy số ống hấp thụ theo yêu cầu (8.1.1) ra khỏi các ống thủy tinh đã kín. Xử lý sơ bộ các ống hấp thụ trước khi lấy mẫu bằng cách làm nóng đến 700 °C trong máy phân tích thủy ngân và cho không khí đi qua các ống hấp thụ này với lưu lượng dòng khoảng 500 mL.min⁻¹ trong 2 min để khử hoàn toàn thủy ngân. Đặt lại từng ống hấp thụ vào ống thủy tinh, đậy nắp và ghi nhãn lên ống thủy tinh đơn nhất.

Có thể tiến hành tự động xử lý sơ bộ các ống thủy tinh để khử thủy ngân bởi nhà cung cấp thiết bị.

10.2.2 Đặt lưu lượng dòng

Thực hiện như sau trong vùng sạch, nơi nồng độ của thủy ngân là tối thiểu.

Lấy từng ống hấp thụ (8.1.1) ra khỏi ống bảo quản và nối ống hấp thụ với bơm lấy mẫu (8.1.4) sử dụng ống mềm (8.1.6.1), đảm bảo rằng không có sự rò rỉ nào có thể xảy ra. Bật bơm lấy mẫu, nối lưu lượng kế (8.1.5) với ống hấp thụ để lưu lượng kế đo dòng khí đi qua họng vào, và đặt lưu lượng dòng cần thiết (xem 10.1.3). Tắt bơm lấy mẫu, đặt lại mỗi ống hấp thụ vào trong ống bảo quản và đóng bằng nút cao su butyl để phòng ngừa nhiễm bẩn trong quá trình vận chuyển đến vị trí lấy mẫu.

Nếu cần, để bơm lấy mẫu vận hành ổn định trước khi đặt lưu lượng dòng (theo hướng dẫn của nhà sản xuất).

10.2.3 Mẫu trắng hiện trường

Trong một lô mười ống, giữ lại một số ống không hấp thụ làm mẫu trắng (10.2.1), ít nhất hai ống. Xử lý những ống này giống như cách đối với các ống dùng để lấy mẫu về phương diện bảo quản và vận chuyển đến nơi lấy mẫu và từ nơi lấy mẫu về, nhưng không hút khí qua những ống này.

10.2.4 Ống hấp thụ và cái lọc trước

Nếu cần, lắp đặt ống hấp thụ và bộ cái lọc trước (xem 8.1.2).

10.3 Vị trí lấy mẫu

10.3.1 Lấy mẫu tĩnh (vùng)

10.3.1.1 Nếu tiến hành lấy mẫu tĩnh để đánh giá sự phơi nhiễm của người lao động trong trường hợp lấy mẫu cá nhân không thể thực hiện được (ví dụ vì cần phải lấy mẫu trong các không gian kín), đặt ống hấp thụ (10.2.1) hoặc ống hấp thụ và bộ chứa cái lọc ở phía trước (10.2.4) vào ngay cạnh người lao động và ở phía trên vùng thở. Nếu nghi ngờ, chọn vị trí lấy mẫu là điểm có nguy cơ về sự phơi nhiễm được cho là lớn nhất.

10.3.1.2 Nếu tiến hành lấy mẫu cố định để đánh giá mức nền của thủy ngân trong vùng làm việc, chọn vị trí lấy mẫu sao cho có khoảng cách đủ lớn đến các quá trình sản xuất, như vậy các kết quả sẽ không bị ảnh hưởng trực tiếp bởi thủy ngân từ các nguồn phát thải.

10.3.1.3 Nếu tiến hành lấy mẫu để mô tả đặc tính nồng độ của thủy ngân trong môi trường lao động, chọn một số điểm lấy mẫu có tính hệ thống để phủ hết vùng làm việc.

CHÚ THÍCH: Đo môi trường lao động khi thực hiện lấy mẫu cố định ở một số nước theo quy định, so sánh các giá trị nồng độ đã đo một cách thống kê với giá trị riêng biệt được thiết lập do cơ quan có thẩm quyền, ví dụ mức kiểm soát quốc gia (ACL) được Chính phủ Nhật quy định (xem <http://www.jicosh.gr.jp/english/index.html>).

10.3.2 Lấy mẫu cá nhân

Đặt ống hấp thụ (10.2.1) hoặc ống hấp thụ và bộ chứa cái lọc ở phía trước (10.2.4) trong vùng thở của người lao động càng gần miệng và mũi càng sát thực, ví dụ được kẹp chặt vào ve áo hay cổ áo của người lao động. Cài bơm lấy mẫu vào người lao động sao cho không bất tiện, ví dụ bằng một cái đai (8.1.6.2) quấn quanh thắt lưng hoặc cho bơm vào trong một cái túi thích hợp.

10.4 Thu mẫu

10.4.1 Khi đã sẵn sàng lấy mẫu, bật bơm lấy mẫu. Ghi thời gian và lưu lượng dòng thể tích tại thời điểm bắt đầu của giai đoạn lấy mẫu. Nếu bơm lấy mẫu khớp với thời gian, kiểm tra bơm và đặt lại điểm không, nếu thích hợp (xem 10.1.2), đo nhiệt độ và áp suất khí quyển tại thời điểm bắt đầu giai đoạn lấy mẫu bằng cách sử dụng nhiệt kế và áp kế, và ghi các giá trị đo được.

Đồng hồ đo thời gian được lắp trong bơm lấy mẫu có thể không chính xác và chỉ được sử dụng để cung cấp bằng chứng về sự hoạt động thực sự của dụng cụ lấy mẫu trong giai đoạn lấy mẫu (xem 10.4.3).

Nếu nhiệt độ và áp suất ở vị trí lấy mẫu sai khác so với nhiệt độ và áp suất khí đặt lưu lượng dòng (xem 10.2.2), lưu lượng dòng có thể thay đổi và cần phải được hiệu chỉnh lại trước khi lấy mẫu.

10.4.2 Thường xuyên giám sát hoạt động của bơm, ít nhất hai giờ một lần. Đo lưu lượng dòng bằng lưu lượng kế (8.1.5) và ghi giá trị đo được. Kết thúc việc lấy mẫu và coi như mẫu bị loại nếu lưu lượng dòng không nằm trong khoảng $\pm 5\%$ giá trị danh định trong giai đoạn lấy mẫu.

10.4.3 Tại thời điểm kết thúc giai đoạn lấy mẫu (xem 10.1.4), ghi thời gian. Kiểm tra thiết bị chỉ thị sai chức năng và/hoặc đọc trên đồng hồ đo thời gian, nếu đã phù hợp và coi như mẫu bị loại nếu có bằng chứng về sự hoạt động không chính xác của bơm lấy mẫu trong giai đoạn lấy mẫu. Đo lưu lượng dòng thể tích tại thời điểm kết thúc giai đoạn lấy mẫu bằng lưu lượng kế (8.1.5), và ghi giá trị đo được. Nếu thích hợp (10.1.2), đo nhiệt độ và áp suất khí quyển tại thời điểm kết thúc giai đoạn lấy mẫu bằng nhiệt kế và áp kế, và ghi các giá trị đo được.

10.4.4 Ghi cẩn thận nhận dạng mẫu và tất cả các dữ liệu lấy mẫu liên quan (xem Điều 14). Tính lưu lượng dòng trung bình bằng cách tính trung bình cộng các giá trị thể tích tại thời điểm bắt đầu và thời điểm kết thúc giai đoạn lấy mẫu, nếu phù hợp (xem 10.1.2), tính giá trị trung bình nhiệt độ và áp suất

khí quyển. Tính thể tích không khí đã lấy mẫu, tính bằng lít, tại nhiệt độ và áp suất khí quyển, bằng cách nhân lưu lượng dòng trung bình, tính bằng lít trên phút, với khoảng thời gian của giai đoạn lấy mẫu tính bằng phút.

10.5 Vận chuyển mẫu

10.5.1 Tháo ống hấp thụ và bộ cái lọc trước ra, nếu cái lọc được sử dụng, và loại bỏ cái lọc. Cho từng ống hấp thụ vào trong một ống thủy tinh đã dán nhãn và đậy kín bằng nút cao su butyl. Tiến hành quy trình như vậy đối với các mẫu trắng (10.2.3).

10.5.2 Vận chuyển mẫu (10.5.1) đến phòng thí nghiệm trong thiết bị chứa được thiết kế dùng để phòng ngừa sự làm hỏng các mẫu khi vận chuyển và những ống cần phải được dán nhãn để bảo quản riêng biệt.

10.5.3 Thực hiện theo chuỗi lấy mẫu của quy trình để đảm bảo tính truy nguyên mẫu. Đảm bảo rằng tài liệu đi kèm với mẫu phù hợp với "chuỗi lấy mẫu" đã được thiết lập (xem ASTM D 4840-99^[22]).

10.5.4 Phân tích mẫu trong bốn tuần kể từ khi lấy mẫu.

11 Phân tích

11.1 Cài đặt thiết bị phân tích theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

11.2 Hiệu chuẩn thiết bị theo quy trình tạo hơi thủy ngân được mô tả dưới đây:

- Cho một lượng nhỏ thủy ngân kim loại vào trong một bình bằng thủy tinh thích hợp, như được minh họa trong Hình B.4, hoặc một hộp khí thủy ngân có sẵn trên thị trường.
- Tính nồng độ của hơi thủy ngân đã bão hòa trong không khí theo phương trình trạng thái, khi cho rằng có tác động như khí lí tưởng, bằng cách sử dụng Công thức sau:

$$\rho = \frac{2,412 \times p}{T}$$

Trong đó

ρ là nồng độ của thủy ngân trong không khí, tính bằng gam trên lít;

2,412 là hệ số chuyển đổi cần thiết, tại nhiệt độ và áp suất bình thường;

p là áp suất hơi bão hòa của thủy ngân, tính bằng pascal;

T là nhiệt độ, tính bằng kelvin.

- Hút một thể tích đã biết hơi thủy ngân bão hòa bằng một micorxiran kín khí, bơm vào trong hòng bơm chất chuẩn của thiết bị và bắt đầu phân tích.

Đối với các thiết bị không có hòng bơm chất chuẩn, bơm hơi thủy ngân vào trong ống hấp thụ trong khi hút không khí qua ống hấp thụ bằng bơm lấy mẫu. Sau đó lắp ống hấp thụ vào thiết bị và bắt đầu phân tích.

- d) Tính khối lượng thủy ngân bơm vào thiết bị từ thể tích bơm và nồng độ của hơi thủy ngân bão hòa.
- e) Lắp lại c) và d) khi sử dụng ít nhất năm thể tích bơm khác nhau để phủ khoảng khối lượng thích hợp của thủy ngân và tính hàm hiệu chuẩn.

11.3 Lấy từng ống hấp thụ ra khỏi ống bảo quản bằng thủy tinh, lắp ngay ống hấp thụ vào máy phân tích và bắt đầu phân tích.

11.4 Sử dụng hàm hiệu chuẩn để tính lượng thủy ngân trong mỗi mẫu.

12 Biểu thị kết quả

12.1 Tính thể tích mẫu khí

Tính lưu lượng dòng trung bình bằng tính trung bình các số liệu đã đo và ghi kết quả giá trị tại thời điểm bắt đầu và thời điểm kết thúc giai đoạn lấy mẫu. Nếu thích hợp, (xem 10.1.2.1), tính nhiệt độ và áp suất khí quyển trung bình bằng cách tính trung bình các phép đo tiến hành tại thời điểm bắt đầu và thời điểm kết thúc giai đoạn lấy mẫu, và áp dụng nhiệt độ và áp suất hiệu chỉnh đến lưu lượng dòng trung bình. Theo hướng dẫn đã nêu trong A.1. Sau đó tính thể tích của khí đã lấy mẫu, tính bằng lít, bằng cách nhân với lưu lượng dòng, tính bằng lít trên phút, với khoảng thời gian của giai đoạn lấy mẫu tính bằng phút.

12.2 Tính nồng độ bụi thủy ngân

12.2.1 Tính nồng độ khối lượng của thủy ngân trong mẫu khí, ở điều kiện xung quanh, sử dụng Công thức:

$$\rho_{Hg} = \frac{(m_{Hg1} - m_{Hg0})}{V} \times 1000$$

Trong đó

ρ_{Hg} là nồng độ khối lượng thủy ngân được tính trong mẫu không khí, tính bằng miligam trên mét khối, tại điều kiện xung quanh;

m_{Hg0} là khối lượng thủy ngân trong ống hấp thụ mẫu, tính bằng nanogam;

m_{Hg1} là khối lượng trung bình của thủy ngân trong ống hấp thụ mẫu trắng, tính bằng nanogam;

V là thể tích của mẫu không khí, tính bằng lít (xem 12.1).

12.2.2 Nếu cần tính lại các nồng độ thủy ngân trong không khí trong điều kiện chuẩn (xem 10.1.2.2), tính nhiệt độ và áp suất khí quyển trung bình bằng cách tính trung bình các phép đo được tiến hành tại thời điểm bắt đầu và thời điểm kết thúc giai đoạn lấy mẫu, và áp dụng nhiệt độ và áp suất hiệu chỉnh đến các nồng độ thủy ngân đã tính trong 12.2.1 sử dụng Công thức đã nêu trong A.2.

13 Phương pháp thực hiện

13.1 Giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng

Sử dụng CVAAS, giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng của phương pháp đối với thủy ngân (đã xác định là ba lần và mười lần độ lệch chuẩn của phép xác định mẫu trắng tương ứng) được xác định^[23] là 0,003 ng và 0,01 ng, tương ứng, đối với mẫu hơi thủy ngân đã thu được trong các ống hấp thụ chứa 80 mg diatomit xốp (rỗng) đã phủ vàng. Đối với thể tích mẫu không khí ít nhất là 5 L, điều này tương đương với các nồng độ bụi thủy ngân là 0,0006 $\mu\text{g}.\text{m}^{-3}$ và 0,002 $\mu\text{g}.\text{m}^{-3}$.

13.2 Giới hạn trên của khoảng phân tích

Giới hạn trên của khoảng phân tích hữu ích phụ thuộc vào khoảng động lực tuyến tính của máy đo phổ.

CHÚ THÍCH: Giới hạn trên của khoảng phân tích của thiết bị phân tích thủy ngân trên thị trường là 1 μg thủy ngân^[23], (Giới hạn trên của khoảng phân tích đã trích dẫn là dành cho một kiểu riêng biệt của thiết bị^[15]).

13.3 Giá trị mẫu trắng

Diatomit phủ vàng thường không chứa thủy ngân ở nồng độ có thể đo được. Khi các ống hấp thụ được gia nhiệt trước khi sử dụng, như đã mô tả trong 10.2.1, giá trị thủy ngân trong mẫu trắng không đáng kể.

13.4 Độ chệch và độ chụm

13.4.1 Độ chệch phân tích

Các phép thử trong phòng thí nghiệm cho biết phương pháp phân tích không thể hiện độ chệch đáng kể. Biện pháp thu hồi thủy ngân được xác định^[2] là 98 % đối với ống hấp thụ chứa 80 mg diatomit phủ vàng được ấn định trong khoảng 0,02 μg đến 1 μg thủy ngân.

13.4.2 Độ chụm phân tích

Thành phần hệ số phương sai của phương pháp phát sinh từ tính phương sai phân tích, CV (phân tích), phụ thuộc vào một số yếu tố, bao gồm cả dụng cụ phân tích được sử dụng. Thực hiện các phép thử trong phòng thí nghiệm để thu được những trị số cho CV (phân tích). Khi sử dụng CVAAS, CV (phân tích) được xác định^[2] bằng 0,6 % cho các ống hấp thụ chứa 80 mg diatomit phủ vàng được ấn định từ 0,05 μg đến 0,2 μg thủy ngân.

13.5 Ảnh hưởng đến quá trình lấy mẫu

13.5.1 Ảnh hưởng của nồng độ và thời gian đến quá trình lấy mẫu

Thực hiện các phép thử trong phòng thí nghiệm để xác định ảnh hưởng của nồng độ và thời gian đến đặc tính của ống hấp thụ chứa 80 mg diatomit phủ vàng. Thực hiện những phép thử này bằng cách lấy mẫu hơi thủy ngân tạo ra tại nồng độ nằm trong khoảng 0,001 $\text{mg}.\text{m}^{-3}$ và 0,015 $\text{mg}.\text{m}^{-3}$ ở nhiệt độ 20 °C và độ ẩm tương đối 50 %. Các kết quả chứng tỏ rằng ảnh hưởng của nồng độ và thời gian tiếp xúc là không đáng kể đối với giai đoạn lấy mẫu dưới 8 h.

13.5.2 Ảnh hưởng của nhiệt độ và độ ẩm khí quyển đến quá trình lấy mẫu

Thực hiện các phép thử trong phòng thí nghiệm để xác định ảnh hưởng của nhiệt độ và độ ẩm khí quyển đến đặc tính của ống hấp thụ chứa 80 mg diatomit phủ vàng. Thực hiện phép thử này bằng cách lấy mẫu hơi thủy ngân tại nồng độ $0,005 \text{ mg.m}^{-3}$ khi nhiệt độ nằm trong khoảng 5°C đến 40°C và độ ẩm tương đối trong khoảng 20 % đến 70 %. Các kết quả chứng tỏ rằng trong khoảng này ảnh hưởng của nhiệt độ và độ ẩm là không đáng kể.

13.6 Hiệu suất thu, khí đi qua và khả năng lấy mẫu của ống hấp thụ

Các phép thử trong phòng thí nghiệm cho biết hiệu suất thu của ống hấp thụ gần đạt 100 %. Tìm thấy khí đi qua nhỏ hơn 1 % khi lấy mẫu hơi thủy ngân tại nồng độ $0,05 \text{ mg.m}^{-3}$ trong 1,5 h sử dụng lưu lượng dòng 500 mL.min^{-1} tại nhiệt độ 20°C và độ ẩm tương đối là 50 %. Do đó, thể tích khí đi qua lớn hơn 54 L đối với hơi thủy ngân ở nồng độ $0,05 \text{ mg.m}^{-3}$. Điều này tương ứng với khả năng lấy mẫu lớn nhất là $2,7 \mu\text{g}$ hơi thủy ngân.

13.7 Tính ổn định khi bảo quản

Phép thử trong phòng thí nghiệm cũng cho biết^[6] lấy mẫu của hơi thủy ngân bằng ống hấp thụ sử dụng bơm hút ổn định ít nhất sáu tháng khi ống này được đậy kín dùng nắp làm bằng chất dẻo.

13.8 Cản trở

13.8.1 Trong quá trình công nghiệp điện phân NaCl, hơi thủy ngân thường cùng tồn tại với clo trong không khí. Clo có thể phản ứng với hơi thủy ngân trong không khí và tạo thành thủy ngân clorua dạng hạt^[18] và, vì thế, quy trình này không phù hợp để thực hiện phép đo chính xác hơi thủy ngân trong các xưởng sản xuất NaCl. Tuy nhiên, hạt thủy ngân clorua được tạo ra có thể lấy tách biệt trên cái lọc bằng sợi thạch anh, phân tích theo phương pháp đã mô tả trong ISO 17733 và kết hợp hai kết quả lại để thu được sự ước tính thủy ngân vô cơ tổng trong không khí của xưởng sản xuất điện phân NaCl.

13.8.2 Các hợp chất cơ-thủy ngân dạng khí thu được bằng diatomit và vì vậy có thể gây nhiễu dương đến phép đo hơi thủy ngân trong không khí. Một số hợp chất cơ-thủy ngân đã lấy phân hủy trong ống mẫu khi được gia nhiệt trước đến 300°C và được xác định như hơi thủy ngân theo cách thông thường. Một số hợp chất khác thoát ra khỏi ống mẫu khi được gia nhiệt đến 300°C , nhưng sau đó được giữ lại trên ống bẫy, vì ống bẫy được duy trì ở nhiệt độ thấp hơn 150°C . Như vậy các hợp chất cơ-thủy ngân cũng có thể được xác định như hơi thủy ngân theo phương pháp này. Tuy nhiên, các hợp chất cơ-thủy ngân mà đã thoát ra khỏi ống mẫu khi được gia nhiệt trước đến 300°C , sau đó đi qua ống bẫy ở 150°C , sẽ không gây cản trở. Xem tài liệu tham khảo [24].

13.8.3 Mọi hợp chất có cùng bước sóng với thủy ngân ($253,7 \text{ nm}$) có thể gây nhiễu trong CVAAS. Một số hợp chất hữu cơ dễ bay hơi (ví dụ hexan, benzen, toluen, axeton, cacbon tetraclo, rượu izopropyl,...) hấp thụ tại bước sóng này và do đó có khả năng cản trở phân tích. Dự kiến những hợp chất này được giữ lại trên diatomit phủ vàng trong quá trình thu mẫu và vì vậy chúng gây nhiễu có thể làm cản trở trong phép xác định hơi thủy ngân bởi CVAAS bộ đơn hỗn hồng^[2]. Tuy nhiên, phương pháp bộ đôi hỗn hồng được sử

dụng trong tiêu chuẩn này là một phương pháp hiệu quả để đo hơi thủy ngân khi có mặt các hợp chất hữu cơ dễ bay hơi. Phương pháp này có hiệu suất cao với thủy ngân đã được tách khỏi các hợp chất hữu cơ dễ bay hơi được minh họa trong Hình B.3. Điều này chứng tỏ rằng chỉ phát hiện được một pic thủy ngân khi có mặt hợp chất hữu cơ dễ bay hơi (hexan). CVAAS không bị ảnh hưởng bởi các hợp chất hữu cơ dễ bay hơi mà hấp thụ ở 253,7nm, vì các hợp chất hữu cơ dễ bay hơi không phát xạ ở bước sóng này^[25].

14 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm sẽ bao gồm thông tin sau:

- a) Bản báo cáo chỉ ra độ tin cậy của thông tin được cung cấp, nếu thích hợp;
- b) Nhận dạng đầy đủ mẫu không khí, bao gồm cả ngày lấy mẫu, nơi lấy mẫu, cách lấy mẫu (mẫu cá nhân hay mẫu cố định), hoặc đặc tính vùng thở của người lấy mẫu (hoặc nhận dạng cá nhân khác) hoặc địa điểm mà môi trường lao động chung được lấy mẫu (đối với mẫu cố định), mô tả tóm tắt nhất về hoạt động sản xuất diễn ra trong giai đoạn lấy mẫu, và quy tắc nhận dạng lấy mẫu thống nhất;
- c) Viện dẫn tiêu chuẩn này TCVN 8944 (ISO 20552);
- d) Cấu tạo và kiểu ống hấp thụ và/hoặc dụng cụ lấy mẫu đã sử dụng;
- e) Cấu tạo, kiểu và đường kính của cái lọc đã sử dụng, nếu phù hợp;
- f) Cấu tạo và kiểu bơm lấy mẫu đã sử dụng, và nhận dạng chúng;
- g) Cấu tạo và kiểu lưu lượng kế đã sử dụng, chuẩn đầu mà dựa vào đó kiểm tra hiệu chuẩn lưu lượng kế, khoảng của các lưu lượng dòng qua đó kiểm tra sự hiệu chuẩn của lưu lượng kế, và nhiệt độ và áp suất khí quyển tại đó kiểm tra sự hiệu chuẩn của lưu lượng kế, nếu phù hợp;
- h) Thời gian bắt đầu và thời gian kết thúc giai đoạn lấy mẫu, khoảng thời gian của giai đoạn lấy mẫu tính bằng phút;
- i) Tốc độ dòng trung bình trong giai đoạn lấy mẫu, tính bằng lít trên phút;
- j) Nhiệt độ và áp suất trung bình của khí quyển trong giai đoạn lấy mẫu, nếu phù hợp;
- k) Thể tích không khí được lấy mẫu, tại điều kiện xung quanh;
- l) Tên người thu mẫu;
- m) Nồng độ khối lượng trung bình theo thời gian của hơi thủy ngân và/hoặc hợp chất thủy ngân vô cơ, dạng hạt hoặc thủy ngân vô cơ tổng (thủy ngân và các hợp chất thủy ngân vô cơ) tìm thấy trong mẫu không khí (tính bằng miligam trên mét khối, mg.m^{-3}) tại nhiệt độ và áp suất xung quanh, hoặc, nếu điều kiện thích hợp, điều chỉnh về điều kiện tiêu chuẩn;
- n) Những phương sai phân tích được sử dụng để tính kết quả, bao gồm cả nồng độ thủy ngân trong mẫu và trong dung dịch trắng, thể tích mẫu và dung dịch trắng, và hệ số pha loãng, nếu có thể áp dụng;

TCVN 8944:2011

- CHÚ THÍCH: Nếu các dữ liệu cần thiết (ví dụ thể tích của không khí đã lấy mẫu) không có sẵn trong phòng thí nghiệm để thực hiện tính toán ở trên, báo cáo phòng thí nghiệm có thể chứa kết quả phân tích tính bằng microgam của thủy ngân trên mẫu.
- o) Các kiểu thiết bị đã được sử dụng để chuẩn bị và phân tích mẫu, và đặc trưng thống nhất;
 - p) Giới hạn phát hiện của thiết bị đã được ước tính, giới hạn phát hiện của phương pháp và giới hạn định lượng trong các điều kiện thực hiện phân tích; độ không đảm bảo đo đã xác định phù hợp với GUM^[12], và, nếu có yêu cầu của khách hàng, dữ liệu kiểm soát chất lượng;
 - q) Mọi thao tác không được quy định trong tiêu chuẩn này, hoặc đã được xem như tùy chọn;
 - r) Tên của người phân tích hoặc những nhận dạng thống nhất khác;
 - s) Ngày phân tích, và
 - t) Mọi sai lệch không chủ ý, những việc xảy ra không thường xuyên hoặc những quan sát khác ghi nhận được.

Phụ lục A

(Tham khảo)

Hiệu chỉnh nhiệt độ và áp suất

A.1 Hiệu chỉnh nhiệt độ và áp suất cho lưu lượng dòng chỉ định của lưu lượng kế

A.1.1 Lưu lượng kế bong bóng xà phòng được ưa dùng để đo lưu lượng dòng bởi vì kết quả đọc được lập với nhiệt độ và áp suất. Đối với lưu lượng kế khác, có thể cần phải áp dụng sự hiệu chỉnh để chỉ định lưu lượng dòng nếu nhiệt độ và áp suất tại thời điểm đo khác với thời điểm hiệu chuẩn lưu lượng kế đã được kiểm tra.

A.1.2 Ví dụ điển hình về sự cần thiết để hiệu chỉnh nhiệt độ và áp suất là khi áp suất giảm liên tục, diện tích phương sai, sử dụng lưu lượng kế để đo lưu lượng dòng. Trong ví dụ này sử dụng Công thức sau để tính thể tích mẫu không khí đã hiệu chỉnh:

$$V_{corr} = q_v \times t \times \sqrt{\frac{p_1 \times T_2}{p_2 \times T_1}}$$

Trong đó

V_{corr} là thể tích mẫu không khí đã hiệu chỉnh đã tính, tính bằng lít;

q_v là lưu lượng dòng trung bình, tính bằng lít trên phút;

t là khoảng thời gian lấy mẫu, tính bằng phút;

p_1 là áp suất khí quyển trong hiệu chuẩn đồng hồ đo lưu lượng (xem 8.1.5), tính bằng kilopascal;

p_2 là áp suất khí quyển trung bình trong khoảng thời gian lấy mẫu, tính bằng kilopascal;

T_1 là nhiệt độ trong hiệu chuẩn đồng hồ đo lưu lượng (xem 8.1.5), tính bằng kelvin;

T_2 là nhiệt độ trung bình trong khoảng thời gian lấy mẫu, tính bằng kelvin.

Tính toán lý thuyết cho thấy độ lệch 5 % trong thể tích mẫu không khí ở áp suất khí quyển chuẩn là 101,3 kilopascal xảy ra tại 91,9 kPa và 112,2 kPa. Cả hai giá trị này nằm ngoài các điều kiện thời tiết bình thường tại mực nước biển, nhưng sự khác biệt áp suất này tương ứng với sự thay đổi chiều cao khoảng 800 m ($-0,1 \text{ kPa} \approx 8 \text{ m}$ chiều cao tăng) tại áp suất khí quyển bình thường ở mực nước biển. Tương tự, độ lệch 5 % trong thể tích mẫu khí ở với nhiệt độ chuẩn là 293 K xảy ra tại 264 K và 323 K.

A.1.3 Mọi lưu lượng kế khác cũng cần phải hiệu chỉnh phương sai của nhiệt độ và áp suất. Theo các hướng dẫn của nhà sản xuất đối với các hiệu chỉnh như thế.

A.2 Tính lại nồng độ bụi thủy ngân về điều kiện chuẩn

Nếu cần (xem 10.1.2.2), tính lại các nồng độ thủy ngân trong không khí về điều kiện chuẩn (ví dụ 293 K và 101,3 kPa) sử dụng Công thức sau:

$$\rho_{Hg,corr} = \rho_{Hg} \times \frac{(101,3 \times T_2)}{(p_2 \times 293)}$$

Trong đó

$\rho_{Hg,corr}$ là nồng độ đã hiệu chỉnh của thủy ngân trong mẫu khí, tại điều kiện chuẩn, tính bằng miligam trên mét khối;

ρ_{Hg} là nồng độ của thủy ngân trong mẫu không khí tại điều kiện xung quanh, tính bằng miligam trên mét khối;

T_2 là nhiệt độ trung bình trong khoảng thời gian lấy mẫu, tính bằng kelvin;

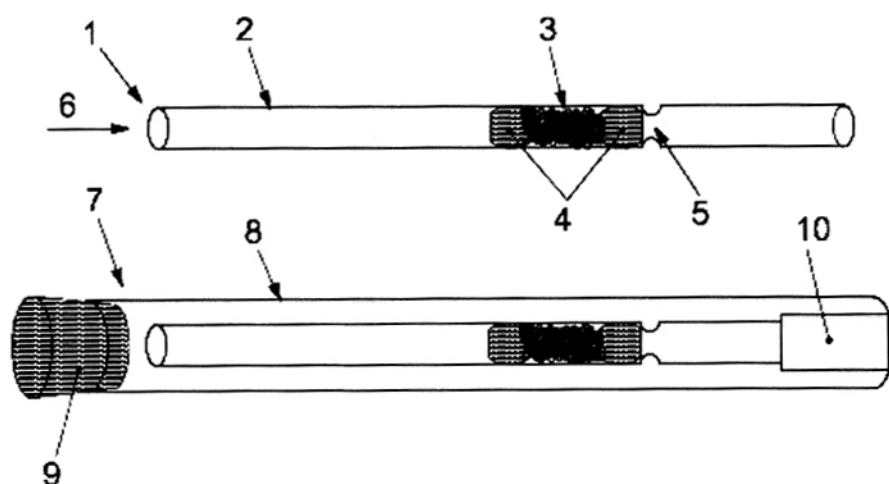
p_2 là áp suất khí quyển trung bình trong khoảng thời gian lấy mẫu, tính bằng kilopascal;

293 là nhiệt độ chuẩn, tính bằng kelvin;

101,3 là áp suất khí quyển chuẩn, tính bằng kilopascal.

Phụ lục B
(Tham khảo)

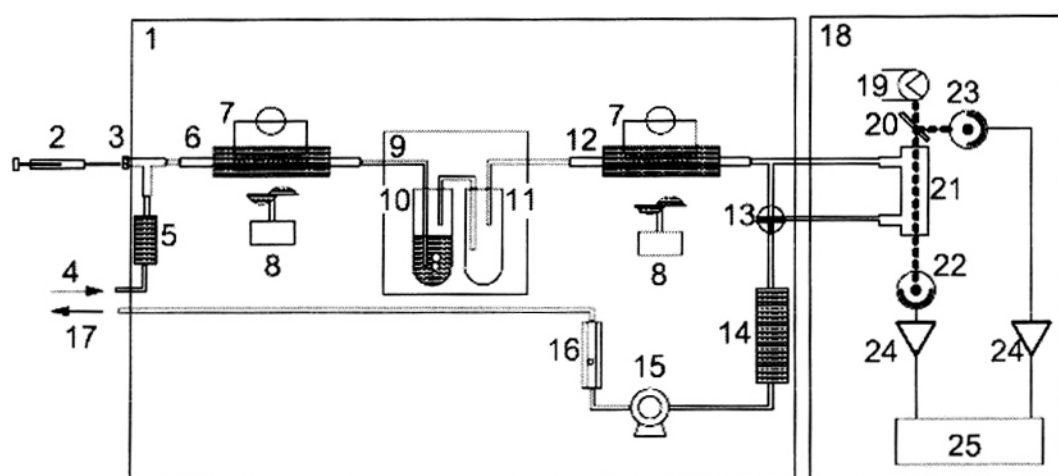
Các hình



CHÚ DẪN

- 1 Ống mẫu
- 2 Ống thủy tinh
- 3 Chất hấp thụ thủy ngân, gồm có diatomit phủ vàng
- 4 Bông thạch anh
- 5 Chỗ lõm (chỗ thắt nhỏ lại) để chặn thuốc thử
- 6 Hướng của dòng khí (tới bơm, suốt thời gian lấy mẫu, hoặc tới thiết bị, trong thời gian phân tích)
- 7 Hộp vận chuyển kể cả ống mẫu
- 8 Ống thủy tinh
- 9 Nút bằng cao su butyl
- 10 Ống polyetylen như cái bảo vệ ống mẫu

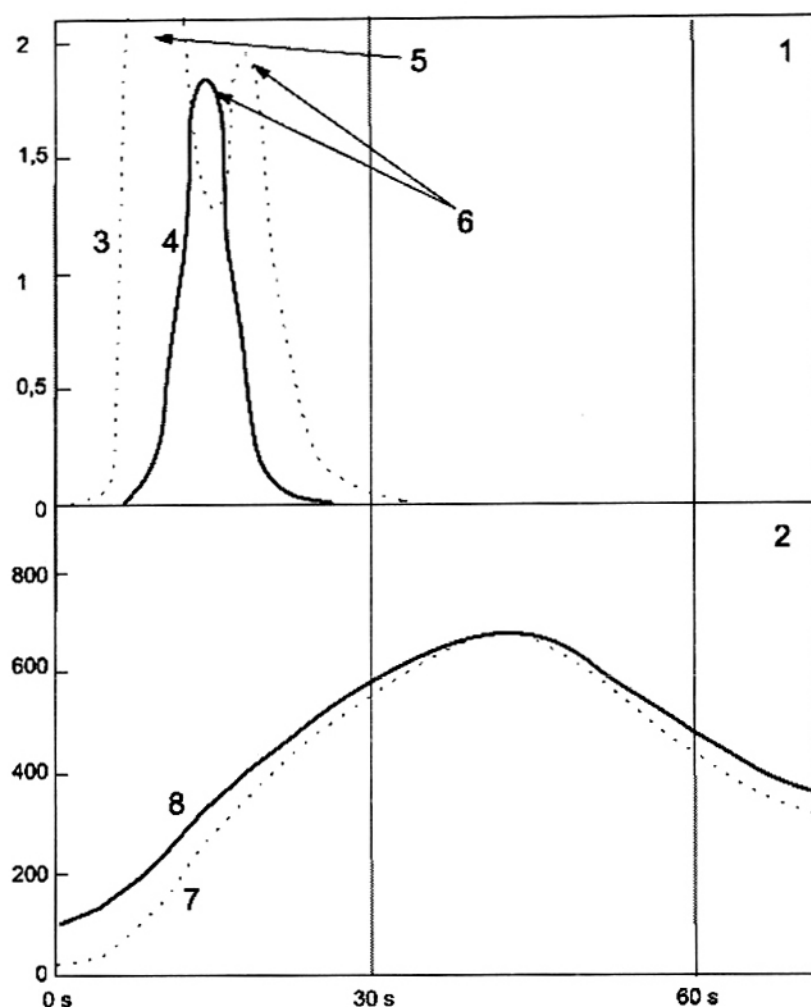
Hình B.1 - Ống hấp thụ thủy ngân



CHÚ DẪN

- 1 Dụng cụ xử lý mẫu bộ đôi hỗn hồng vàng
- 2 Microxyranh
- 3 Họng bơm chất chuẩn
- 4 Khí mang (không khí)
- 5 Bộ phận làm sạch khí mang (điatomit phủ vàng)
- 6 Ống lấy mẫu
- 7 Lò gia nhiệt được kiểm soát bằng máy tính
- 8 Quạt làm mát được kiểm soát bằng máy tính
- 9 Buồng làm lạnh
- 10 Bộ phận rửa khí với chất đệm phosphat
- 11 Máy hút ẩm
- 12 Ống bẫy thứ hai
- 13 Van ba nhánh
- 14 Cái lọc chứa than hoạt tính
- 15 Bơm
- 16 Lưu lượng kế
- 17 Ống thải
- 18 CVAAS
- 19 Đèn phát ra ánh sáng thủy ngân
- 20 Gương bán phần (gương xiên)
- 21 Ống khí
- 22 Detector nhân quang (tín hiệu)
- 23 Detector nhân quang (chuẩn)
- 24 Bộ chuyển đổi tín hiệu analog/số
- 25 Máy tính

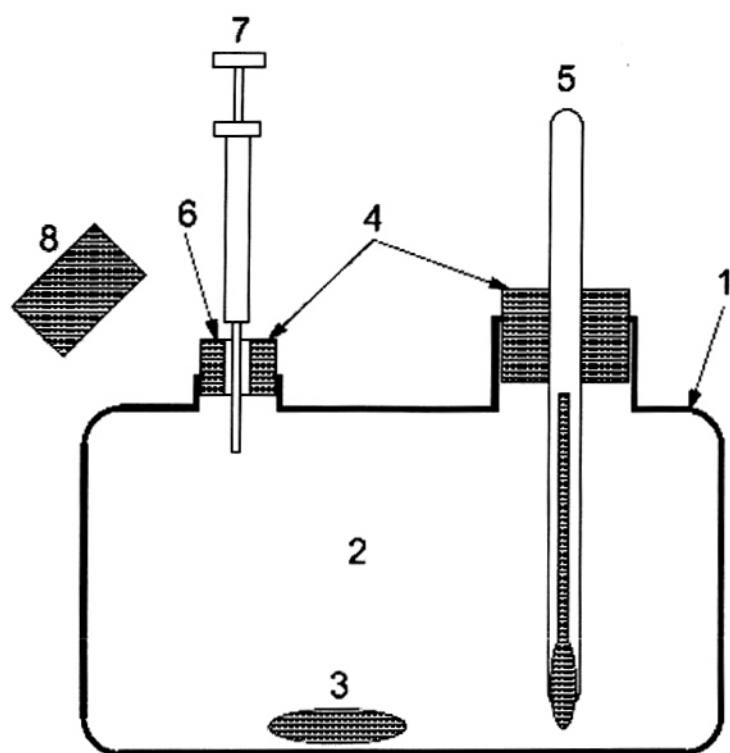
Hình B.2 - Sơ đồ khối của máy phân tích thủy ngân CVAAS bộ đôi hỗn hồng vàng điển hình



CHÚ DẪN

- 1 Tín hiệu quan sát được tại 254 nm, theo các đơn vị đo tùy chọn
- 2 Nhiệt độ của ống thiết bị gia nhiệt, theo độ Celsius, °C
- 3 Tín hiệu CVAAS không có sự gia nhiệt trước của ống bẫy (đường chấm chấm). Đã quan sát thấy hai pic. Pic thứ nhất chính là của chất gây nhiễu hexan, mà tín hiệu này chồng lên tín hiệu của thủy ngân
- 4 Tín hiệu CVAAS có sự gia nhiệt trước của ống bẫy (đường liền). Chỉ có một pic đơn của thủy ngân đã quan sát được, bởi vì hexan đi qua ống bẫy mà không bị hấp phụ lên chất hấp thụ bằng vàng đã gia nhiệt
- 5 Pic hexan
- 6 Pic thủy ngân
- 7 Nhiệt độ của ống thiết bị gia nhiệt mà không gia nhiệt trước (đường chấm chấm)
- 8 Nhiệt độ của ống thiết bị gia nhiệt khi gia nhiệt trước (đường liền)

Hình B.3 – Minh họa sự loại bỏ cản trở của hexan sử dụng ống bẫy được gia nhiệt



CHÚ DẪN

- 1 Buồng thủy tinh
- 2 Hơi thủy ngân đã bão hòa
- 3 Giọt thủy ngân
- 4 Nút bằng cao su butyl
- 5 Nhiệt kế
- 6 Cửa lấy mẫu
- 7 Microxiranh
- 8 Nắp để đóng kín cửa lấy mẫu

Hình B.4 - Dụng cụ tạo hơi thủy ngân tiêu chuẩn

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] HASEGAWA, N. Experiment of solid phase collector for environmental mercury. *Annual report of the research institute of environmental medicine*, Nagoya University, **28**, 1977, pp. 184-187 (in Japanese)
- [2] TAGUCHI, T. Determination of mercury in ambient air. In: *Yugai-Taikiosenbussitsu Sokutei no Jissai (The Practice of Measurement for Hazardous Air Pollutants)*; (edited by the Editorial Committee of the Practice of Measurement for Hazardous Air Pollutants), 1997, pp. 381-395. Japan Environmental Citation Center: Kawasaki (in Japanese)
- [3] SALLSTEN, G. and NOLKRANTZ, K. Determination of trace amounts of mercury vapor in humid air — Performance of gold traps in atomic fluorescence system. *Analyst*, **123**, 1998, pp. 665-668
- [4] SAKAMOTO, H. and KAMADA, M. Determination of ultratrace amounts of mercury in environmental samples. *Kagaku Kaishi (J. Chem. Soc. Japan)*, **1981** (1), 1981, pp. 32-39
- [5] SAKAMOTO, H., TOMIYASU, T. and YONEHARA, N. Determination of ultratrace amounts of mercury in atmosphere and its distribution. *Rep. Fac. Sci. Kagoshima Univ. (Math., Phys. & Chem.)*, **22**, 1989, pp. 159-169
- [6] TAKAYA, M., ISHIHARA, N., JOSHIMA, K., SERITA, F. and KOHYAMA, N. Methods in working environments — Estimation of mercury. *Sagyo Kankyo (Journal of Working Environment)*, **23** (5), 2002, 62-68 (in Japanese)
- [7] EN 1540:1998, *Workplace atmospheres — Terminology*
- [8] EN 1232:1997, *Workplace atmospheres — Pumps for personal sampling of chemical agents — Requirements and test methods*
- [9] American Conference of Government Industrial Hygienists (ACGIH), *Threshold Limit Values for Chemical Substances and Physical Agents; Biological Exposure Indices*. ACGIH, Cincinnati, OH, USA (updated annually). <http://www.acgih.org/>
- [10] EN 1076:1997, *Workplace atmospheres — Pumped sorbent tubes for the determination of gases and vapours — Requirements and test methods*
- [11] TCVN 8244-2:2010 (ISO 3534-2:2006), *Thống kê học – Từ vựng và ký hiệu – Phần 2: Thống kê ứng dụng*
- [12] ISO Guide 98, *Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM)*
- [13] TCVN 6165 (ISO Guide 99), *Từ vựng quốc tế về đo lường học – Khái niệm, thuật ngữ chung và cơ bản (VIM)*

- [14] EN 689:1995, *Workplace atmospheres — Guidance for the assessment of exposure by inhalation to chemical agents for comparison with limit values and measurement strategy*
- [15] Nippon Instrument Corporation, *Model WA-4 mercury analyzer*¹⁾. NIC, Tokyo, Japan <http://www.nic-mercury.com/>, <http://www.agssci.com/>, <http://testchemeng.republika.pl/> and <http://www.dairix.com.br/>
- [16] TCVN 6753 (ISO 7708), *Chất lượng không khí — Định nghĩa về phân chia kích thước bụi hạt để lấy mẫu liên quan tới sức khỏe*
- [17] FOSTER, R.D., HOWE, A.M. and GARDINER, P.H.E. *Measurement of mercury in workplace air: Part 2: Development and validation of MDHS 16/2*. Health and Safety Laboratory, Sheffield, United Kingdom (2002). <http://www.hsl.gov.uk/>
- [18] MENKE, R. and WALLIS, G. Detection of mercury in air in the presence of chlorine and water vapour. *Am. Ind. Hyg. Assoc. J.*, **41**, 1980, pp. 120-124
- [19] SEPTON, J. *An evaluation of hopcalite sampling methods for mercury*, OSHA PE-15, United States Occupational Safety and Health Administration (OSHA), Salt Lake City, UT, USA (1994). <http://www.osha.gov/>
- [20] ASTM 1370-96, *Standard guide for air sampling strategies for worker and workplace protection*
- [21] EN 482:1994, *Workplace atmospheres — General requirements for the performance of procedures for the measurement of chemical agents*
- [22] ASTM D 4840-99 (2004), *Standard guide for sampling chain-of-custody procedures*
- [23] TAKAYA, M. and KOHYAMA, N. An improved gold amalgam method for measurement of mercury vapour in the workplace. *J. Occup. Environ. Hyg.*, **1**, 2004, pp. D75-D79
- [24] SCHROEDER, W.H., LAMBORG, C., SCHNEEBERGER, D., FITZGERALD, W.F. and RIVASTAVA, B. Comparison of a manual method and an automated analyser for determining total gaseous mercury in ambient air. In: *Proceedings of the 10th International Conference on Heavy Metals in the Environment* (eds. WILKEN, R.-D., FÖRSTNER, U. and KNÖCHEL, A.), CEP Consultants Ltd., Edinburgh, UK, 1995, Vol. 2, pp. 57-60
- [25] WEST, C.D. Relative effect of molecular absorption on atomic absorption and atomic fluorescence, *Anal. Chem.*, **46**, 1974, pp. 797-799

¹⁾ Model WA-4 mercury analyzer is the trade name of a product supplied by Nippon Instrument Corporation. This information is given for the convenience of users of this International Standard and does not constitute an endorsement by ISO of the product named. Equivalent products may be used if they can be shown to lead to the same results.