

TCVN 6137 : 1996

ISO 6768 : 1985

**KHÔNG KHÍ XUNG QUANH –
XÁC ĐỊNH NỒNG ĐỘ KHỐI LƯỢNG CỦA NITƠ DIOXIT –
PHƯƠNG PHÁP GRISS - SALTZMAN CẢI BIÊN**

*Ambient air - Determination of the mass concentration
of nitrogen dioxide - Modified Griess - Saltzman method*

HÀ NỘI - 1996

Lời nói đầu

TCVN 6137 : 1996 hoàn toàn tương đương với ISO 6768 : 1985.

TCVN 6137 : 1996 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC 146 Chất lượng không khí biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành.

Không khí xung quanh – Xác định nồng độ khối lượng của nitơ dioxit – Phương pháp Griss - Saltzman cải biên

Ambient air - Determination of the mass concentration of nitrogen dioxide - Modified Griess - Saltzman method

1 Phạm vi

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp Griss - Saltzman cải biên để xác định nồng độ khối lượng của nitơ dioxit có trong không khí xung quanh.

2 Lĩnh vực áp dụng

Phương pháp này dùng để xác định nồng độ khối lượng của nitơ dioxit trong không khí xung quanh trong khoảng từ 0,010 đến 20 mg / m³. Thời gian lấy mẫu từ 10 phút đến 2 giờ.

Do độ bền theo thời gian của dung dịch mẫu bị hạn chế, khoảng thời gian từ lúc kết thúc lấy mẫu đến lúc đo không được vượt quá 8 giờ.

Các chất có trong không khí nghiên cứu, và do đó có trong mẫu khí, có ảnh hưởng đến số đọc của thiết bị, được nêu ở 8.5. Thông tin về các đặc tính được nêu ở 9.2.

Phương pháp này không phù hợp đối với việc lấy mẫu ở vùng thở của người.

3 Tiêu chuẩn trích dẫn

– ISO 6349 Phân tích khí - Điều chế hỗn hợp khí hiệu chuẩn - Phương pháp thẩm.

4 Nguyên tắc

Sự hấp thụ của nitơ dioxit có mặt trong mẫu khí khi đi qua thuốc thử tạo thành phẩm màu azo trong khoảng thời gian xác định, kết quả tạo thành màu hồng trong vòng 15 phút.

Đo độ hấp thụ của dung dịch màu ở bước sóng giữa 540 nm và 550 nm bằng phổ quang kế phù hợp (hoặc máy đo màu) và xác định nồng độ khối lượng của nitơ dioxit bằng đường chuẩn xây dựng bằng hỗn hợp khí hiệu chuẩn thu được theo kỹ thuật thẩm.

Tùy theo trang bị sẵn có ở trong phòng thí nghiệm, trong những trường hợp cụ thể chẳng hạn như các phép kiểm tra hàng ngày, thì dùng các dung dịch natri nitrit là thuận tiện. Tuy nhiên phương pháp này chỉ có thể được dùng sau khi chuẩn hoá đúng bằng cách sử dụng thiết bị thẩm.

5 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ được dùng thuốc thử có độ tinh khiết phân tích và nước không có nitrit (5.1).

5.1 Nước không có nitrit (nước không nitrit). Nước cất sẵn có để dùng hoặc nước loại ion có thể chứa tạp chất nitrit, do đó có thể sinh ra màu hồng trong các dung dịch được qui định trong 5.3, 5.5.3 và 8.3.1 khi dùng để điều chế những dung dịch này. Bởi vậy, nếu thấy cần thì phải cất lại nước cất trong bộ chung cất bằng thủy tinh sau khi thêm một tinh thể kali pemanganat ($KMnO_4$) và một tinh thể bari hydroxit $Ba(OH)_2$ vào và kiểm tra lại.

5.2 N - (1 - naphthyl) - etylendiamin dihydroclorua, dung dịch gốc 0,9 g / l

Hoà tan 0,45 g N - (1 - naphthyl) - etylendiamin dihydroclorua $[C_{10}H_7NH(CH_2)_2NH_2]_2 \cdot 2HCl$ trong 500 ml nước không nitrit (5.1).

Dung dịch bền trong vài tháng nếu như đựng trong lọ thủy tinh màu nâu nút kín và để trong tủ lạnh.

Chú thích – Cũng có thể bảo quản những lượng cân nhỏ của thuốc thử dạng rắn.

5.3 Dung dịch hấp thụ

Hoà tan 4,0 g p - aminobenzen sunfonamid (sunfanilamid $NH_2C_6H_4SO_2.NH_2$), 10,0 g axit tactic $[HOOC(CHOH)_2COOH]$ và 100 mg dinatri etylendiamintetraacetat dihydrat $(HOOCCH_2)N(CH_2)_2N(CH_2COONa)_2 \cdot 2H_2O$ trong 100 ml nước không nitrit nóng, (5.1), trong bình định mức có dung tích 1000 ml. Làm nguội dung dịch đến nhiệt độ phòng, thêm 100 ml dung dịch N - (1 - naphthyl) - etylendiamin dihydroclorua (5.2) và 10,0 ml axeton (CH_3COCH_3), lắc đều và làm đầy đến vạch mức bằng nước không nitrit (5.1). Bảo quản dung dịch hấp thụ ở nhiệt độ thấp hơn 25 °C. Dung dịch hấp thụ bền được 3 tháng nếu như đựng trong chai được nút kín và để trong tối.

5.4 Hỗn hợp khí hiệu chuẩn

Điều chế ngay trước khi dùng theo kỹ thuật thẩm nêu trong ISO 6349, khí "không" và hỗn hợp khí ít nhất ở 4 mức nồng độ khác nhau của nitơ dioxit bao quát được toàn bộ khoảng làm việc cần thiết.

5.5 Thuốc thử dùng để chuẩn bị đồ thị kiểm tra hàng ngày

5.5.1 Nitrit, dung dịch 250 mg / l

Hoà tan 375 mg natri nitrit (NaNO_2) và 0,2 g natri hydroxit (NaOH) vào nước không nitrit (5.1) trong bình định mức có dung tích 1000ml. Làm đầy đến vạch mức bằng nước không nitrit và lắc đều.

Dung dịch bền ít nhất 3 tháng nếu đựng trong chai được nút kín, 1 ml dung dịch này chứa $250 \mu\text{g NO}_2^-$.

5.5.2 Nitrit, dung dịch 2,5 mg / l

Lấy 10,0 ml dung dịch nitrit (5.5.1) vào bình định mức có dung tích 1000 ml. Làm đầy đến vạch mức bằng nước không nitrit (5.1) và lắc đều.

Chuẩn bị dung dịch này ngay trước khi dùng.

1 ml dung dịch này chứa $2,5 \mu\text{g NO}_2^-$.

5.5.3 Dung dịch kiểm tra màu

Hoà tan 4,0 g p - aminobenzen sunfonamid (sunfanilamid), 10,0 g axit tetric và 100 mg dinatri etylendiamintetraaxetat dihydrat trong 400 ml nước không có nitrit (5.1) nóng trong bình định mức 500 ml. Làm nguội dung dịch đến nhiệt độ phòng và hoà tan trong đó 90 mg N - (1 - naphthyl) - etylendiamin dihydroclorua. Thêm 10,0 ml axeton, lắc và làm đầy đến vạch mức bằng nước không nitrit.

Bảo quản dung dịch ở nhiệt độ thấp hơn 25°C . Dung dịch bền 3 tháng nếu như đựng trong lọ được nút kín và để trong tối.

6 Thiết bị, dụng cụ

Bao gồm thiết bị thông thường của phòng thí nghiệm và các thiết bị sau :

6.1 Thiết bị lấy mẫu như nêu ở 6.1.1 đến 6.1.7

6.1.1 Đầu lấy mẫu

Ống thuỷ tinh bosilicat, thép không gỉ hoặc ống polytetraflo etylen có đường kính trong xấp xỉ 6 mm và càng ngắn càng tốt, nhưng trong bất kỳ trường hợp nào cũng không dài hơn 2 m, và có đầu hút mẫu khí quay xuống dưới. Nếu như việc dùng đầu lấy mẫu ngắn như vậy mà không thể được thì cần có ống lấy mẫu phụ gồm đầu lấy mẫu có đường kính trong khoảng 50 mm có ống nối để nối với hệ thống lấy mẫu và phải dùng một bơm hút khí có tốc độ khoảng $2 \text{ m}^3 / \text{giờ}$ (xem hình 2).

6.1.2 Cái lọc bông xơ

Ống thủy tinh bosilicat có đường kính trong ít nhất là 15 mm và có chiều dài khoảng 80 mm được nhồi lòng bằng lớp bông xơ đã tẩy trắng nhưng không trong suốt về mặt quang học. Nó chỉ là một bộ phận của hệ thống lấy mẫu cần thiết để loại ozon ra khỏi không khí trước khi không khí đi vào ống sục khí (xem 8.5).

6.1.3 Bình hấp thụ

Bình hấp thụ làm bằng thủy tinh bosilicat nối với ống thủy tinh có lỗ xốp đủ mịn cho hiệu quả hấp thụ ít nhất đạt 0,95 mà không gây độ giảm áp suất quá lớn trong sử dụng. Màng thủy tinh xốp có đường kính lỗ giữa 40 và 60 μm là phù hợp; hệ số kiểm tra được xác định theo 8.1.1 không được thấp hơn 0,9. Có ba kiểu bình sục khí có ống thủy tinh xốp (kiểu A đến kiểu C) được coi là phù hợp được nêu ra ở hình 1. Hiệu quả lưu giữ và hiệu quả hấp thụ của mỗi một ống thủy tinh sục khí riêng được kiểm tra ít nhất một lần trong một năm khi dùng hỗn hợp khí chuẩn được điều chế theo kỹ thuật thẩm qui định theo ISO 6349.

Màng thủy tinh bị nhuộm màu có thể được làm sạch nhờ hỗn hợp dung dịch kali dicromat và axit sunfuric đặc hoặc các chất làm sạch thích hợp khác. Khi dùng hỗn hợp axit sunfuric dicromat cần tráng kỹ ống thủy tinh với nước không nitrit (5.1).

Chú thích – Cần tránh để cơ thể tiếp xúc với dicromat và thuốc thử chứa dicromat, đặc biệt với hỗn hợp axit sunfuric-dicromat.

6.1.4 Bẫy

Bình nón có dung tích 100 ml chứa bông thủy tinh.

6.1.5 Cái lọc màng.

6.1.6 Bơm lấy mẫu và hệ thống điều chỉnh, có khả năng hút không khí với tốc độ khoảng 0,4 l / min trong quá trình lấy mẫu.

6.1.7 Dụng cụ đo không khí

Dùng lưu lượng kế ướt hoặc lưu lượng kế có bề mặt biến đổi được bằng thủy tinh đã được hiệu chuẩn, hoặc dùng lỗ tới hạn đã được hiệu chuẩn. Trong tất cả các trường hợp, tốc độ hút không khí phải là khoảng 0,4 l/min với sai số $\pm 5\%$.

Dùng lưu lượng kế ướt hoặc bọt xà phòng là thuận tiện cho việc kiểm tra hiệu chuẩn lưu lượng kế có bề mặt biến đổi được hoặc lỗ tới hạn.

6.2 Phổ quang kế (hoặc máy đo màu) có khả năng đo độ hấp thụ ở bước sóng giữa 540 và 550 nm và có khả năng dùng các cuvet cho các phép đo các chất lỏng như nêu ra ở (6.3).

6.3 Các cuvét phẳng xếp thành cặp, có độ dài truyền quang 1,0 đến 5,0 cm.

6.4 Pipet một vạch có dung tích 5; 15; 20; 25 và 50 ml.

7 Lấy mẫu

Lắp hệ thống lấy mẫu phù hợp với ví dụ nêu ra ở hình 2 và với mọi yêu cầu đặc biệt về khối khí đang nghiên cứu. Dùng đầu nối bằng thủy tinh nhám ở trước ống thủy tinh sạch khí hoặc thủy tinh nối với nhau bằng ống nối làm bằng polyvinyl clorua hay bằng polytetrafloetylen.

Dùng các pipet (6.4) để chuyển một thể tích dung dịch hấp thụ phù hợp (5.3) vào bình hấp thụ khô (6.1.3), 10 ml cho kiểu A, 20 ml cho kiểu B và 50 ml cho kiểu C, (xem hình 1).

Nối bình hấp thụ với hệ thống lấy mẫu.

Ghi số đọc được trên lưu lượng kế ướt (6.1.7) và thời gian bật bơm lấy mẫu (6.1.6). Điều chỉnh thiết bị điều tiết dòng khí sao cho đạt tốc độ hút khoảng 0,4 l/min.

Thời gian lấy mẫu là 10 phút đến 2 giờ tùy theo yêu cầu. Cần bảo vệ dung dịch hấp thụ khỏi tác dụng của ánh sáng trong quá trình lấy mẫu.

Khi kết thúc quá trình lấy mẫu, tắt bơm lấy mẫu, ghi số đọc được trên lưu lượng kế và thời gian. Tháo bình hấp thụ ra khỏi hệ thống lấy mẫu và trộn lẫn thể tích dung dịch mẫu bên ngoài ống thủy tinh sạch khí với lượng nhỏ dung dịch mẫu ở trong ống sạch khí. Sự trộn lẫn được thực hiện bằng cách hút một phần vừa đủ qua ống thủy tinh của cái sạch khí và sau đó thả ra. Động tác này được lặp đi lặp lại vài lần. Cần thận lắp lại ống thủy tinh vào bình hấp thụ và bảo vệ dung dịch mẫu khỏi ánh sáng. Để yên dung dịch mẫu khoảng 15 phút.

Chú thích – Nói chung, ảnh hưởng của sự bay hơi mẫu có thể bỏ qua khi thời gian lấy mẫu ngắn. Tuy nhiên, với quá trình lấy mẫu được kéo dài, lượng dung dịch hấp thụ nhỏ và trong điều kiện không khí khô thì phải tính đến ảnh hưởng của sự bay hơi.

8 Cách tiến hành

8.1 Kiểm tra bình hấp thụ

8.1.1 Kiểm tra hiệu quả lưu giữ và hiệu quả hấp thụ

Theo các ví dụ nêu ở hình 2 lắp hệ thống lấy mẫu có 2 bình hấp thụ cùng loại và được mắc nối tiếp nhau, mỗi một bình ống chứa thể tích dung dịch hấp thụ thích hợp như đã nêu ra ở mục 7.

Lắp đầu vào của hệ thống lấy mẫu vào đầu ra của thiết bị thẩm qua (xem hình 3). Thiết bị này có khả năng tạo ra hỗn hợp khí (xem 5.4) ở tốc độ dòng cao hơn tốc độ mong đợi ngay tại đầu vào của hệ thống lấy mẫu.

Chuẩn bị hỗn hợp khí có nồng độ khối lượng nitơ dioxit khoảng $1 \text{ mg} / \text{m}^3$. Tránh nồng độ khối lượng nitơ dioxit cao hơn $2 \text{ mg} / \text{m}^3$; vì trên mức nồng độ này thì hệ số phân tích f_T (9.1.2) có thể thấp hơn 10 % phụ thuộc vào nồng độ khối lượng.

Lựa chọn thời gian lấy mẫu để cho sự hấp thụ một lượng nitơ dioxit khoảng $0,5 \text{ } \mu\text{g} / \text{ml}$ ở dung dịch hấp thụ thứ nhất và tiến hành lấy mẫu như nêu ra ở mục 7.

Tính hiệu suất hấp thụ bằng cách chia độ hấp thụ của dung dịch mẫu ở bình hấp thụ thứ nhất cho tổng giá trị độ hấp thụ của dung dịch mẫu trong bình hấp thụ thứ nhất và thứ hai. Tính hệ số phân tích, f_T bằng cách chia lượng nitơ dioxit bị hấp thụ trong dung dịch hấp thụ ở ống sục khí thứ nhất cho lượng nitơ dioxit có mặt trong thể tích hỗn hợp khí chuẩn đi qua hệ thống lấy mẫu. Hiệu suất hấp thụ phải đạt ít nhất 0,95 và hệ số phân tích f_T ít nhất phải là 0,9. Các ống sục khí không đảm bảo các điều kiện như vậy thì không được dùng.

8.1.2 Kiểm tra độ xoắn của ống thủy tinh sục khí

Độ xoắn của ống thủy tinh sục khí có thể bị ảnh hưởng do rửa đi rửa lại nhiều lần. Vì vậy cần phải kiểm tra ống sục khí xem nó có bị hỏng không.

Độ xoắn của ống sục khí có thể xác định bằng phương pháp đo sức căng bề mặt phù hợp.

Chú thích – Những người có kinh nghiệm và được đào tạo có thể nhận xét khả năng dùng được của ống sục khí bằng cách quan sát sự phân bố của khí trong chất lỏng.

8.2 Hiệu chuẩn

8.2.1 Chuẩn bị dãy dung dịch hiệu chuẩn

Lắp hệ thống lấy mẫu giống như khi lấy mẫu và cho vào bình hấp thụ thể tích dung dịch hấp thụ thích hợp như đã nêu ở mục 7.

Lắp đầu vào của hệ thống lấy mẫu vào đầu ra của thiết bị thấm (xem hình 3). Thiết bị này có khả năng tạo hỗn hợp khí (xem 5.4) với tốc độ dòng cao hơn tốc độ dòng mong đợi ngay tại đầu vào của hệ thống lấy mẫu. Chuẩn bị hỗn hợp khí theo các yêu cầu nêu ra ở 5.4 và tiến hành theo trình tự tương tự nêu ra ở điều 7. Trong khoảng thời gian bằng với thời gian đã dùng để lấy mẫu. Làm như vậy cho mỗi một mức nồng độ khối lượng nitơ dioxit đã chọn.

Sau khi tắt bơm lấy mẫu, để yên dung dịch khoảng 15 phút.

8.2.2 Dung dịch "không"

Chuẩn bị dung dịch "không" từ khí "không" (5.4).

Sự chuẩn bị này được tiến hành theo 8.2.1.

8.2.3 Đo quang phổ

Kiểm tra máy quang phổ (hoặc máy đo màu) (6.2) theo bản hướng dẫn của nhà sản xuất và sau khi để máy ổn định, đặt bước sóng ở một giá trị cố định trong khoảng 540 đến 550 nm.

Chuyển một phần dung dịch vừa đủ từ một trong bốn dung dịch hiệu chuẩn (8.2.1) vào cuvet (6.3) và ghi độ hấp thụ của từng dung dịch hiệu chuẩn so với độ hấp thụ của dung dịch "không" (8.2.2).

8.2.4 Vẽ đường hiệu chuẩn

Vẽ đồ thị độ hấp thụ, A, của mỗi một dung dịch hiệu chuẩn (8.3.1) có chú ý đến độ hấp thụ của dung dịch thành phần "không" (8.2.2), ứng với khối lượng của nitơ dioxit chứa trong thể tích của hỗn hợp khí chuẩn khi đi qua hệ thống lấy mẫu chia cho thể tích dung dịch hấp thụ trong bình hấp thụ, ρ_B (xem hình 4).

Độ dốc của đoạn thẳng đồ thị hiệu chuẩn, tính theo công thức :

$$\frac{\Delta A}{\Delta \rho_B} = \frac{1}{f_G}$$

Nghịch đảo của độ dốc là hệ số hiệu chuẩn f_G .

8.3 Đường chuẩn dùng hàng ngày

8.3.1 Chuẩn bị dãy dung dịch hiệu chuẩn

Chuẩn bị dãy dung dịch hiệu chuẩn có nồng độ khối lượng ion nitrit là 0,25; 0,5; 0,75 và 1,0 $\mu\text{g} / \text{ml}$ bằng cách dùng pipet hút 5; 10; 15 và 20 ml tương ứng của dung dịch nitrit (5.5.2) cho vào dãy các bình định mức 1 vạch dung tích 50 ml, thêm 25 ml dung dịch kiểm tra màu (5.5.3) làm đầy đến vạch mức bằng nước không có nitrit (5.1) và lắc đều. Để yên dung dịch 15 phút.

8.3.2 Dung dịch "không"

Dùng pipet (6.4) chuyển 25 ml dung dịch kiểm tra màu (5.5.3) vào bình định mức 50 ml làm đầy đến vạch mức bằng nước không nitrit và lắc đều.

Để yên dung dịch trong 15 phút.

8.3.3 Đo quang phổ

Kiểm tra máy quang phổ (hoặc máy đo màu) (6.2) theo bản hướng dẫn của nhà sản xuất và sau khi để ổn định máy, tiến hành những điều chỉnh cần thiết và đặt một bước sóng cố định trong khoảng từ 540 đến 550 nm.

Chuyển một phần vừa đủ từ một trong bốn dung dịch hiệu chuẩn (8.3.1) vào cuvet (6.3) và ghi độ hấp thụ của mỗi một dung dịch so sánh với dung dịch "không" (8.3.2).

8.3.4 Vẽ đường chuẩn dùng hàng ngày

Vẽ đồ thị độ hấp thụ, A' , của từng dung dịch hiệu chuẩn (8.3.1), có chú ý đến độ hấp thụ của dung dịch thành phần "không" (8.3.2), ứng với nồng độ khối lượng của ion nitrit ρ_L trong dung dịch tương ứng (xem hình 5).

Độ dốc của đoạn thẳng xác định theo công thức :

$$\frac{\Delta A'}{\Delta \rho_L} = \frac{1}{f_L}$$

phải đạt $(0,992 \pm 0,030)$ ml / μg . Nếu không đạt được giá trị đó thì phải kiểm tra tất cả các thuốc thử.

8.4 Xác định

Việc đo độ hấp thụ dung dịch mẫu phải tiến hành càng sớm càng tốt, nghĩa là không chậm quá 8 giờ. Chuyển một phần vừa đủ dung dịch mẫu vào cuvet và đo độ hấp thụ như đã nêu ở 8.2.3 và 8.3.3, nhưng dùng cuvet đối chứng chứa một phần vừa đủ dung dịch hấp thụ (5.3) để so sánh. Đánh giá khối lượng nitơ dioxit chứa trong mẫu khí bằng đường chuẩn (8.3.4) và chia cho thể tích dung dịch mẫu, hoặc xác định nồng độ khối lượng của ion nitrit trong dung dịch mẫu bằng cách so với đường chuẩn dùng hàng ngày (8.3.4).

Chú thích

- 1) Dùng cuvet có đường truyền quang dài khi cần độ nhạy cao;
- 2) Cũng có thể dùng cuvet đối chứng chứa nước cất hoặc không khí làm so sánh, khi đó độ hấp thụ của dung dịch hấp thụ (5.3) được trừ vào độ hấp thụ của dung dịch mẫu.

8.5 Các chất cản trở

Nồng độ khối lượng của nitơ oxit (NO); sunfua dioxit (SO_2); hydro sunfua (H_2S); Clo (Cl_2); hydro clorua (HCl) và các hợp chất flo nói chung có mặt trong không khí xung quanh không có ảnh hưởng đến việc xác định nồng độ khối lượng nitơ dioxit. Ozon ảnh hưởng nhẹ đến việc xác định bởi làm tăng chỉ số đọc ở thiết bị nếu như nồng độ khối lượng của ozon trong không khí cao hơn $0,25 \text{ mg} / \text{m}^3$. Ảnh hưởng cản trở này có thể khắc phục bằng cách dùng cái lọc bông xơ (xem 6.1.2).

Peroxyacynitrat (P.A.N) có thể cho kết quả xấp xỉ từ 15% đến 35% khi có cùng nồng độ với nitơ dioxit. Tuy nhiên trong không khí xung quanh nồng độ khối lượng của peroxyacynitrat thông thường quá thấp và không gây ra bất cứ sai số đáng kể nào.

Nitrit và axit nitơ có thể có mặt trong mẫu khí sinh ra màu hồng trong dung dịch hấp thụ giống như nitơ dioxit.

9 Biểu thị kết quả

9.1 Tính toán

9.1.1 So sánh với đồ thị hiệu chuẩn

9.1.1.1 Độ hấp thụ nằm trong khoảng tuyến tính của đường hiệu chuẩn

Nếu như độ hấp thụ nằm trong phần tuyến tính của đường hiệu chuẩn thì nồng độ khối lượng của nitơ dioxide ρ (NO_2) trong mẫu, tính bằng microgam trên mét khối, theo công thức :

$$\rho_{\text{NO}_2} = f_G \times \frac{A_s - A_a}{b} \times \frac{V_1}{V_2}$$

trong đó

f_G là hệ số hiệu chuẩn được tính bằng microgam trên milimet ứng với cuvét 1 cm (xem 8.2.4);

A_s là độ hấp thụ của dung dịch mẫu;

A_a là độ hấp thụ của dung dịch hấp thụ (xem chú thích 2 của 8.4);

b là độ dài đường quang của cuvét, tính bằng centimet;

V_1 là thể tích của dung dịch hấp thụ đưa vào bình hấp thụ, tính bằng mililit;

V_2 là thể tích của mẫu khí, tính bằng mét khối.

Nếu nghi ngờ rằng các tính chất của máy quang phổ (hoặc máy so màu) đã dùng để xây dựng đường hiệu chuẩn khác biệt đáng kể với máy được dùng để xác định độ hấp thụ của dung dịch mẫu thì khi đó phải dùng hệ số hiệu chuẩn f'_G , tính bằng microgam trên mililit, tính theo công thức :

$$f'_G = f_G \times \frac{f'_L}{f_L}$$

trong đó

f_G là hệ số hiệu chuẩn, tính bằng microgam trên mililit, (xem 8.2.4);

f_L là nghịch đảo của độ dốc đường chuẩn dùng hàng ngày, tính bằng microgam trên mililit, (xem 8.3.4) xây dựng bằng máy quang phổ (hoặc máy đo màu) dùng để đo độ hấp thụ của dung dịch mẫu;

f'_L là nghịch đảo của độ dốc của đường chuẩn dùng hàng ngày, tính bằng microgam trên mililit, xây dựng bằng máy quang phổ (hoặc máy đo màu) đã dùng để xây dựng đường hiệu chuẩn.

9.1.1.2 Độ hấp thụ nằm trong phần không tuyến tính của đường hiệu chuẩn

Nếu như độ hấp thụ nằm ngoài phần tuyến tính của đường hiệu chuẩn thì nồng độ khối lượng nitơ dioxide ρ (NO_2) trong mẫu khí, tính bằng microgam trên mét khối, tính theo công thức :

$$\rho(NO_2) = \frac{1}{b} \times \rho_B \times \frac{V_1}{V_2}$$

trong đó

b là độ dài truyền quang của cuvét đối chứng, tính bằng centimet;

ρ_B là nồng độ khối lượng nitơ dioxit trong dung dịch mẫu, tính bằng microgam trên mililit suy ra từ đường hiệu chuẩn, ứng với cuvét 1 cm, (xem hình 4);

V_1 là thể tích dung dịch hấp thụ cho vào bình hấp thụ, tính bằng milimet;

V_2 là thể tích mẫu khí, tính bằng mét khối.

9.1.2 So sánh với đường chuẩn dùng hàng ngày

Nếu nồng độ khối lượng ion nitrit trong dung dịch mẫu được đánh giá bằng cách so sánh với đường chuẩn dùng hàng ngày thì nồng độ khối lượng nitơ dioxit $\rho(NO_2)$ trong mẫu không khí, tính bằng microgam trên mét khối, được tính theo công thức :

$$\rho(NO_2) = \frac{1}{f_T} \times f_L \times \frac{A_s - A_a}{b} \times \frac{V_1}{V_2}$$

trong đó

f_T là hệ số phân tích (xem 8.1.1);

f_L là nghịch đảo của độ dốc đường chuẩn dùng hàng ngày, tính bằng microgam trên mililit, ứng với cuvét 1 cm;

A_s là độ hấp thụ của dung dịch mẫu;

A_a là độ hấp thụ của dung dịch hấp thụ (xem chú thích 2 của 8.4);

b là độ dài truyền quang của cuvét, tính bằng centimet;

V_1 là thể tích dung dịch hấp thụ cho vào bình hấp thụ, tính bằng mililit;

V_2 là thể tích mẫu khí, tính bằng mét khối.

Chú thích – Nồng độ khối lượng ion nitrit $\rho(NO_2^-)$ trong dung dịch mẫu tính bằng microgam trên mililit, theo công thức :

$$\rho(NO_2^-) = f_L \times \frac{A_s - A_a}{b}$$

9.2 Các đặc tính

9.2.1 Giới hạn phát hiện

Giới hạn phát hiện dưới của phương pháp này có thể là $10 \mu\text{g}/\text{m}^3$ nitơ dioxit.

9.2.2 Độ chính xác

9.2.2.1 Độ lặp lại

Độ lặp lại của phương pháp đạt được trong khoảng 10% ở mức nồng độ khối lượng nitơ dioxit khoảng $100 \mu\text{g}/\text{m}^3$.

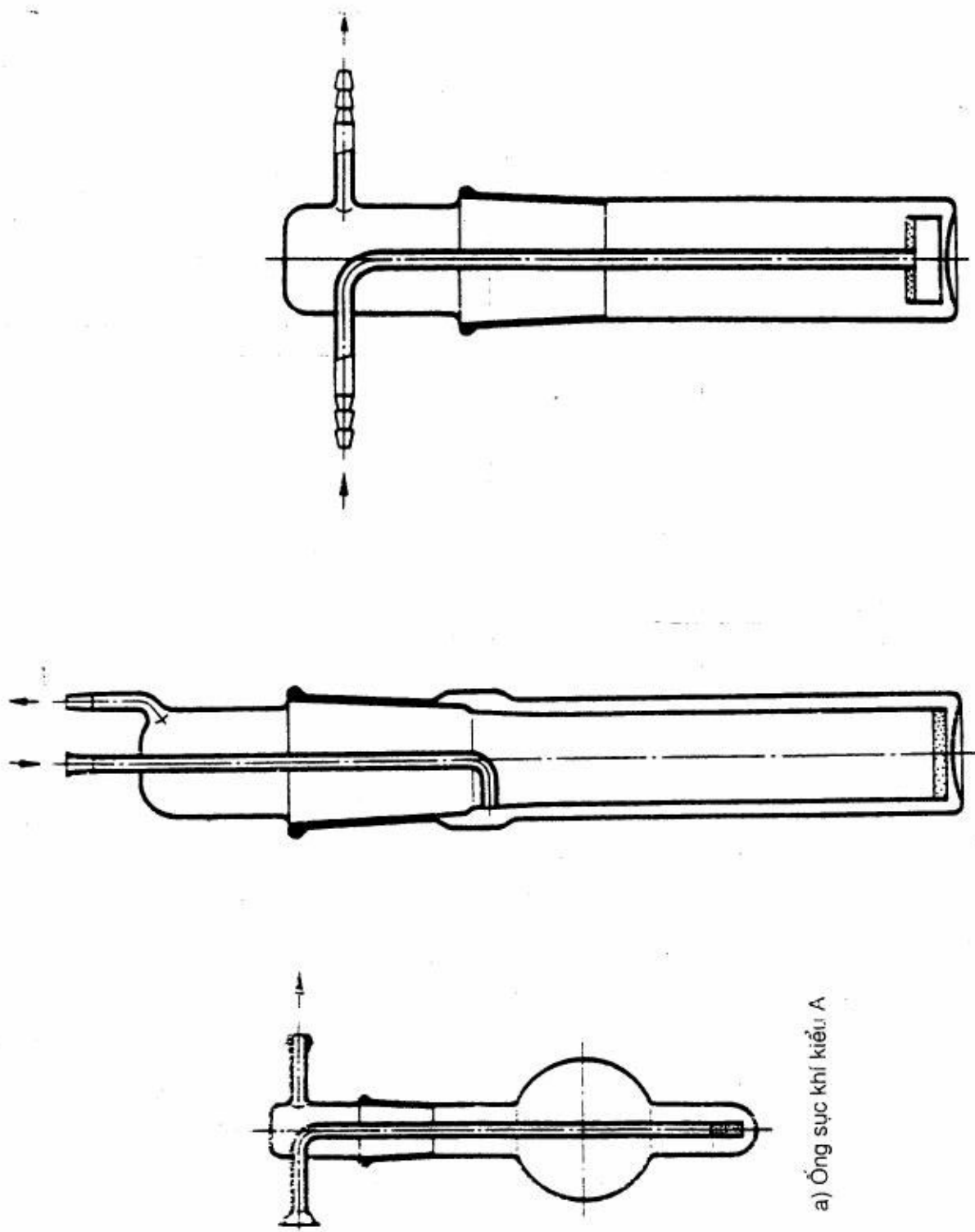
9.2.2.2 Độ tái lập

Độ tái lập của phương pháp có thể đạt được trong khoảng 10% khi nồng độ khối lượng nitơ dioxit khoảng $100 \mu\text{g}/\text{m}^3$.

10 Báo cáo kết quả

Báo cáo phải bao gồm ít nhất các thông tin sau :

- a) mô tả đầy đủ tình trạng của mẫu khí;
- b) theo tiêu chuẩn này;
- c) theo ISO 6349;
- d) các kết quả nhận được;
- e) mọi hiện tượng không bình thường ghi nhận được trong quá trình xác định;
- f) mọi thao tác nào được thực hiện mà không có nêu trong tiêu chuẩn này hoặc trong tiêu chuẩn đã dùng hoặc xem như tùy chọn.

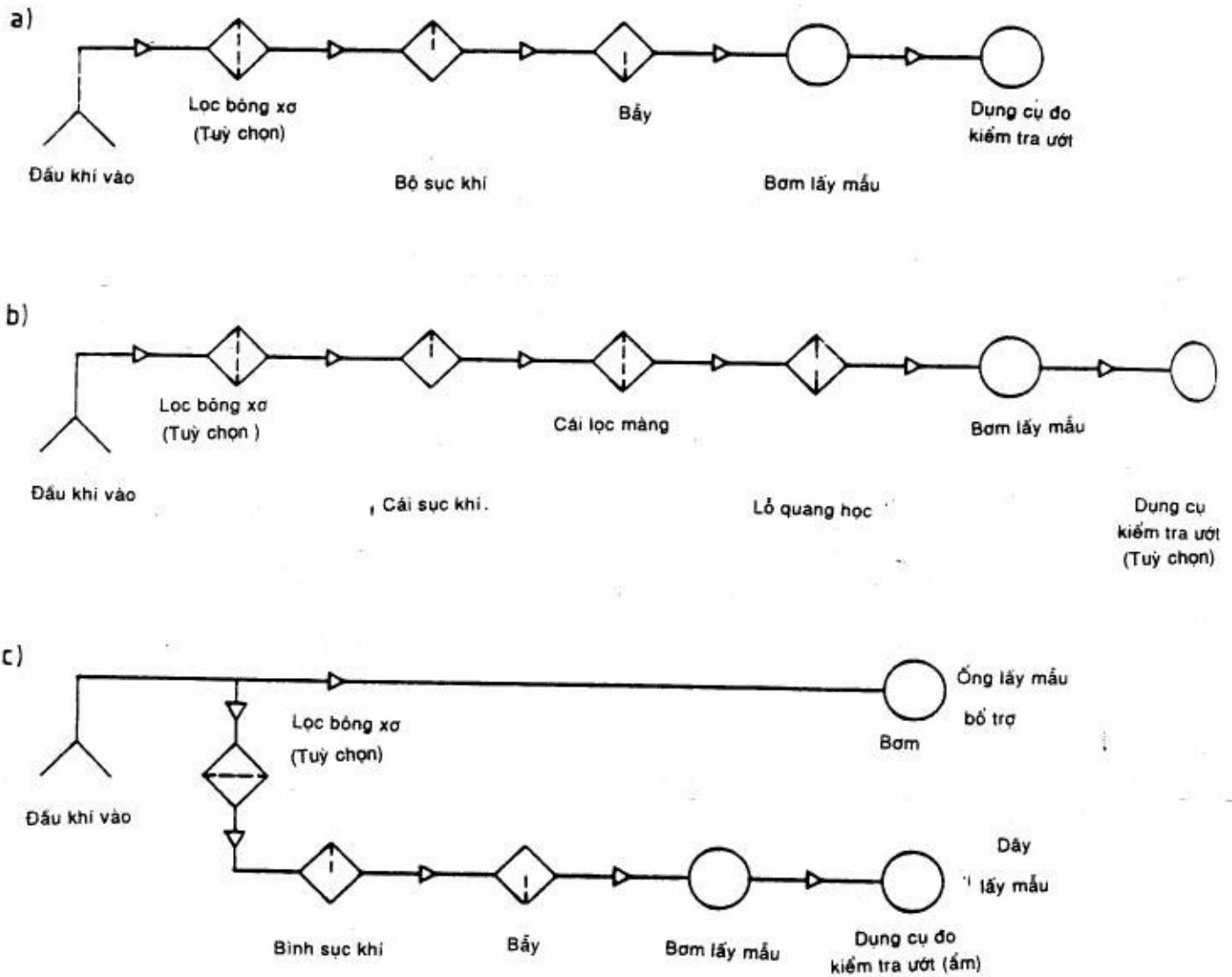


a) Ống sục khí kiểu A

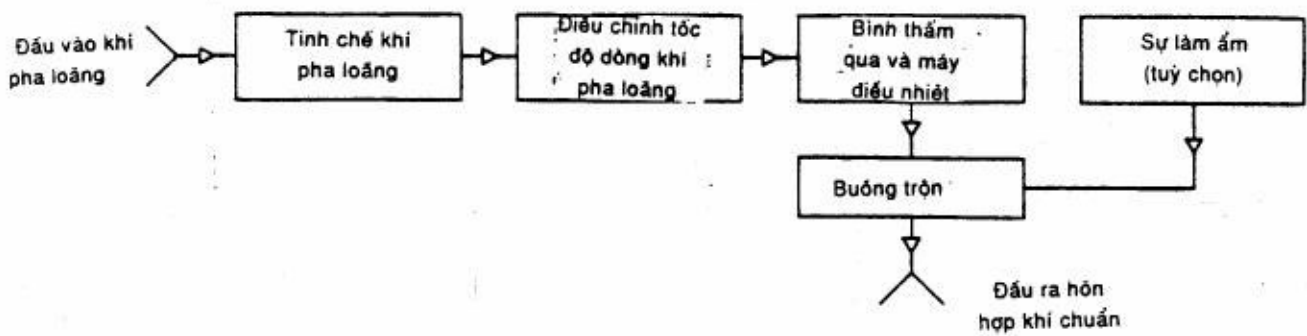
b) Ống sục khí kiểu B

c) Ống sục khí kiểu C

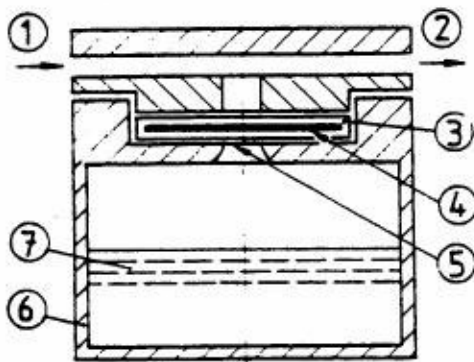
Hình 1 - Các loại bình hấp thụ phù hợp để lấy mẫu nitơ dioxit
 (Các đầu cuối của ống thủy tinh của mỗi ống hấp thụ có thể thiết kế như chỗ nổi nhám dạng hình cầu, hình nón hoặc hình quả ôliu)



Hình 2 – Các ví dụ về dây lấy mẫu có khả năng xác định nồng độ khối lượng của nitơ oxit trong không khí xung quanh.

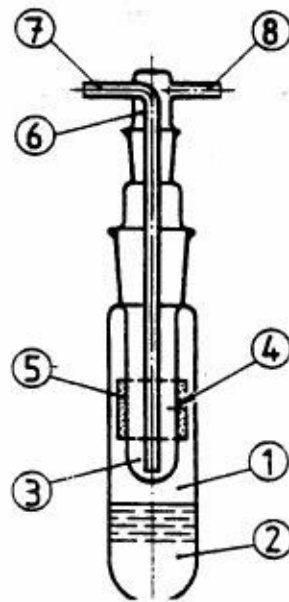


Sơ đồ biểu diễn của hệ thống thẩm qua



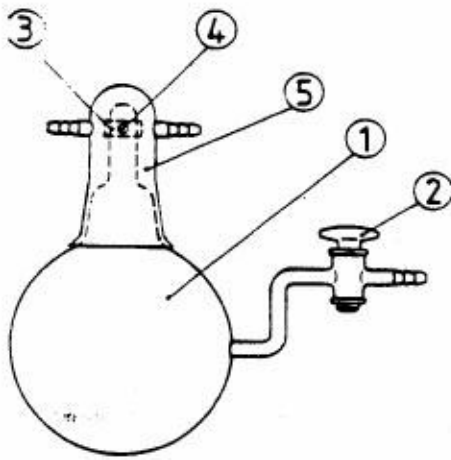
Ống thẩm qua với màng phẳng

- 1- Đầu vào khí pha loãng
- 2- Đầu ra hỗn hợp kiểm tra
- 3- Màng thẩm qua
- 4- Màng ngăn kim loại
- 5- Mặt cắt thẩm qua
- 6- Bình chứa
- 7- Cấu tử vết tổn đọng



Bình thẩm qua có màng thẩm qua dạng hình ống

- 1- Bình chứa
- 2- Tổn đọng cấu tử vết
- 3- "Ống ngón tay"
- 4- Lòng (nghĩa là mặt cắt ngang thẩm qua)
- 5- Màng thẩm qua
- 6- Đầu vào ra có chỗ nổi thủy tinh mài
- 7- Đầu vào khí pha loãng
- 8- Đầu ra hỗn hợp kiểm tra



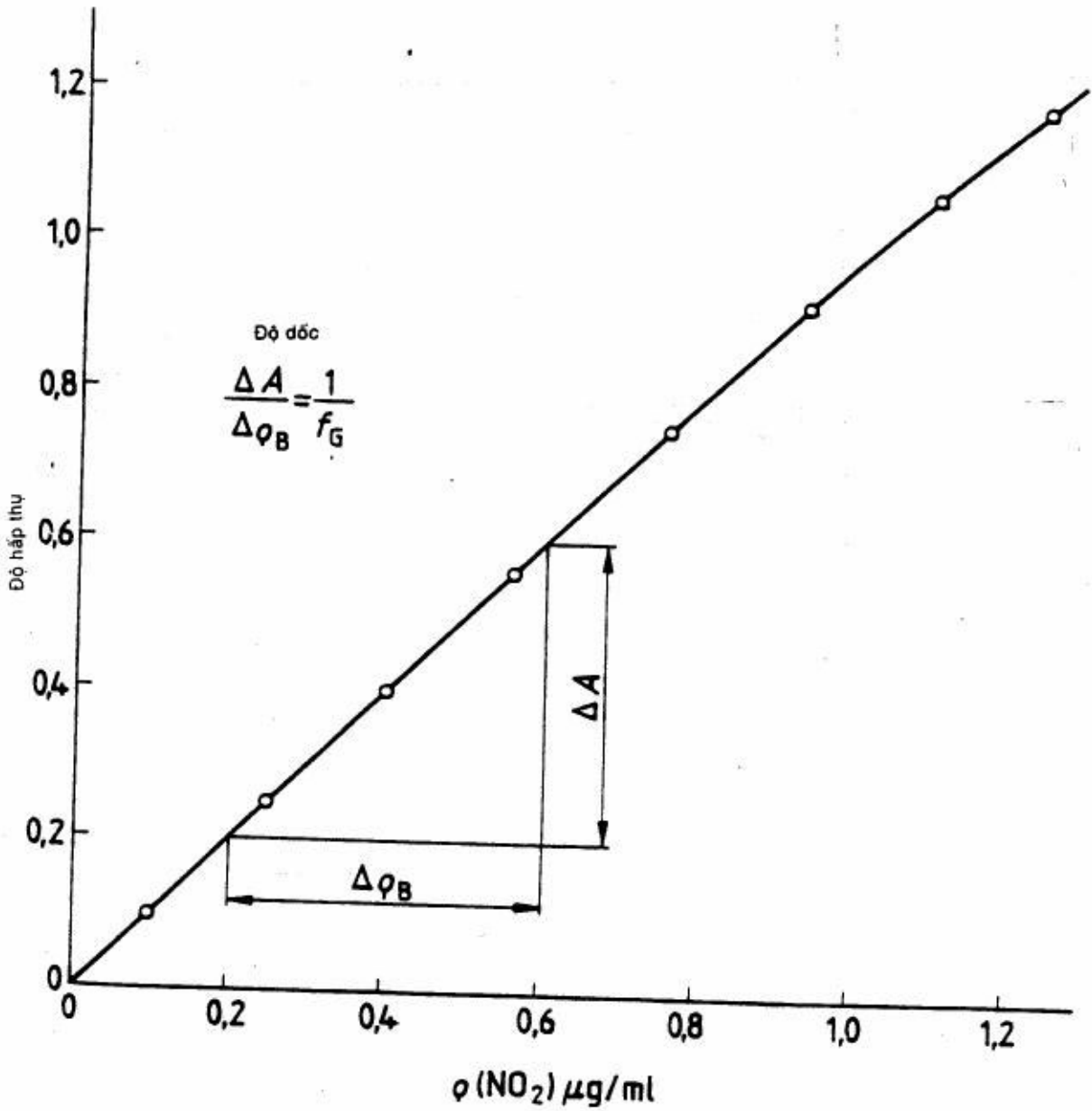
Bình thẩm qua

- 1- Bình đựng
- 2- Đầu vào bình khí có khoá
- 3- Màng thẩm qua
- 4- Lông (nghĩa là mặt cát ngang)
- 5- Chụp có đầu vào khí pha loãng và đầu ra hỗn hợp khí kiểm tra

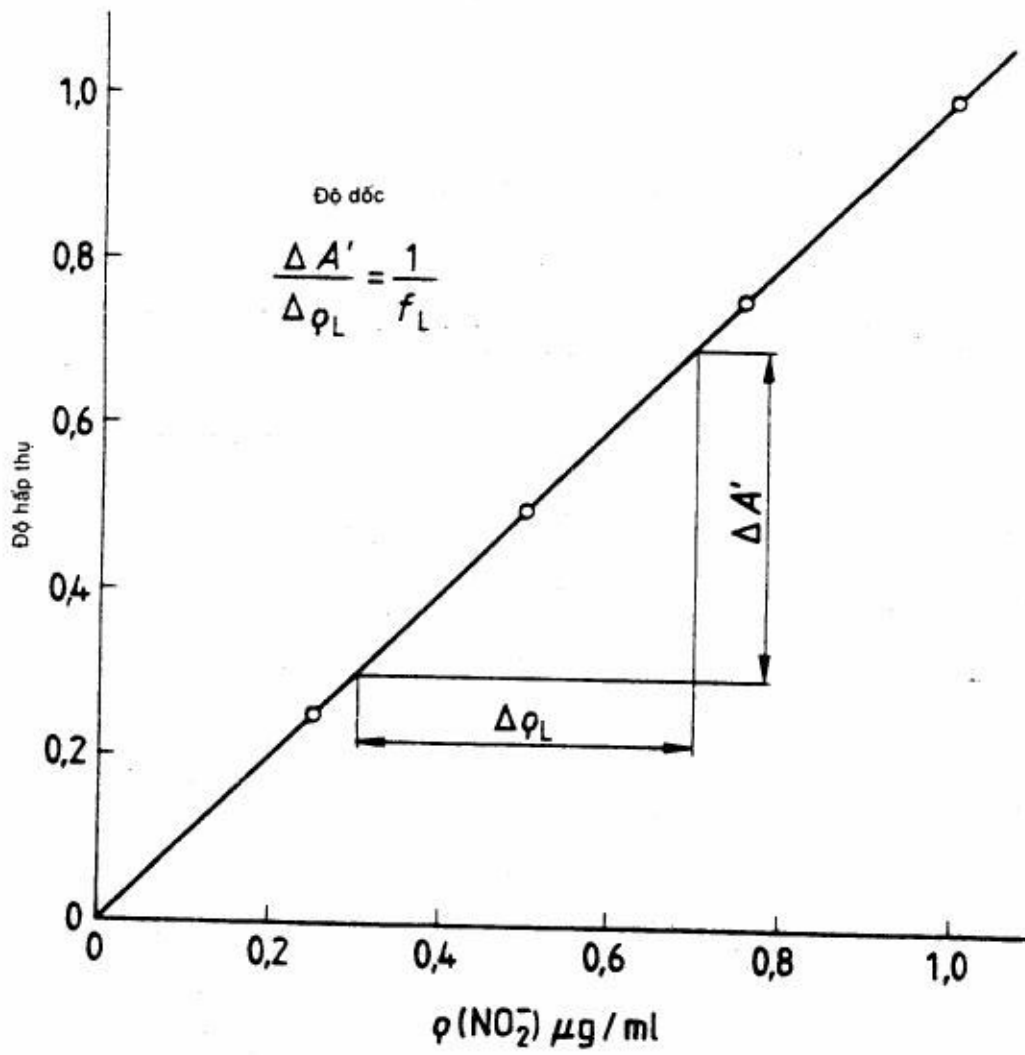
Bình thẩm qua có chụp polyme

- 1- Màng thẩm qua (chụp phủ)
- 2- Bình đựng (trước khi dùng đập gãy đầu của ampun)
- 3- Tồn đọng khí hoá lỏng

Hình 3 – Dụng cụ thẩm qua và bình thẩm qua



Hình 4 - Đồ thị hiệu chuẩn điển hình



Hình 5 - Đồ thị kiểm tra hàng ngày điển hình