

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 10736-13:2016

ISO 16000-13:2008

**KHÔNG KHÍ TRONG NHÀ - PHẦN 13: XÁC ĐỊNH
TỔNG (PHA KHÍ VÀ PHA HẠT) POLYCLORO
BIPHENYL GIỐNG DIOXIN (PCB) VÀ
POLYCLORO DIBENZO-P-DIOXIN/POLYCLORO
DIBENZOFURAN (PCDD/PCDF) - THU THẬP MẪU
TRÊN CÁI LỌC ĐƯỢC HỖ TRỢ BẰNG CHẤT HẤP THỤ**

*Indoor air - Part 13: Determination of total (gas and particle-phase)
polychlorinated dioxin-like biphenyls (PCBs) and polychlorinated
dibenzo-p-dioxins/dibenzofurans (PCDDs/PCDFs) - Collection on sorbent-backed filters*

HÀ NỘI - 2016

Lời nói đầu

TCVN 10736-13:2016 hoàn toàn tương đương với ISO 16000-13:2008

TCVN 10736-13:2016 do Tiểu 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.

Bộ TCVN 10736 (ISO 16000) *Không khí trong nhà* gồm các phần sau:

- TCVN 10736-1: 2015 (ISO 16000-1:2004) *Phần 1: Các khía cạnh chung của kế hoạch lấy mẫu;*
- TCVN 10736-2:2015 (ISO 16000-2:2004) *Phần 2: Kế hoạch lấy mẫu formaldehyt;*
- TCVN 10736-3:2015 (ISO 16000-3:2011) *Phần 3: Xác định formaldehyt và hợp chất cacbonyl khác trong không khí trong nhà và không khí trong buồng thử – Phương pháp lấy mẫu chủ động;*
- TCVN 10736-4:2015 (ISO 16000-4:2011) *Phần 4: Xác định formaldehyt – Phương pháp lấy mẫu khuếch tán;*
- TCVN 10736-5:2015 (ISO 16000-5:2007) *Phần 5: Kế hoạch lấy mẫu đối với hợp chất hữu cơ bay hơi (VOC);*
- TCVN 10736-6:2016 (ISO 16000-6:2011) *Phần 6: Xác định hợp chất hữu cơ bay hơi trong không khí trong nhà và trong buồng thử bằng cách lấy mẫu chủ động trên chất hấp phụ Tenax TA®, giải hấp nhiệt và sắc ký khí sử dụng MS hoặc MS-FID;*
- TCVN 10736-7:2016 (ISO 16000-7:2007) *Phần 7: Chiến lược lấy mẫu để xác định nồng độ sợi amiăng truyền trong không khí;*
- TCVN 10736-8:2016 (ISO 16000-8:2007) *Phần 8: Xác định thời gian lưu trung bình tại chỗ của không khí trong các tòa nhà để xác định đặc tính các điều kiện thông gió;*
- TCVN 10736-9:2016 (ISO 16000-9:2006) *Phần 9: Xác định phát thải hợp chất hữu cơ bay hơi từ các sản phẩm xây dựng và đồ nội thất – Phương pháp buồng thử phát thải;*
- TCVN 10736-10:2016 (ISO 16000-10:2006) *Phần 10: Xác định phát thải hợp chất hữu cơ bay hơi từ các sản phẩm xây dựng và đồ nội thất – Phương pháp ngăn thử phát thải;*
- TCVN 10736-11:2016 (ISO 16000-11:2006) *Phần 11: Xác định phát thải hợp chất hữu cơ bay hơi từ các sản phẩm xây dựng và đồ nội thất – Lấy mẫu, bảo quản mẫu và chuẩn bị mẫu thử;*
- TCVN 10736-12:2016 (ISO 16000-12:2008) *Phần 12: Chiến lược lấy mẫu đối với polychloro biphenyl (PCB), polychloro dibenzo-p-dioxin (PCDD), polychloro dibenzofuran (PCDF) và hydrocacbon thơm đa vòng (PAH);*
- TCVN 10736-13:2016 (ISO 16000-13:2008) *Phần 13: Xác định tổng (pha khí và pha hạt) polychloro biphenyl giống dioxin (PCB) và polychloro dibenzo-p-dioxin/polychloro dibenzofuran (PCDD/PCDF) – Thu thập mẫu trên cái lọc được hỗ trợ bằng chất hấp phụ;*
- TCVN 10736-14:2016 (ISO 16000-14:2009) *Phần 14: Xác định tổng (pha khí và pha hạt) polychloro biphenyl giống dioxin (PCB) và polychloro dibenzo-p-dioxin/polychloro dibenzofuran (PCDD/PCDF) – Chiết, làm sạch và phân tích bằng sắc ký khí phân giải cao và khối phổ.*

TCVN 10736-13:2016

Bộ ISO 16000 *Indoor air* còn có các phần sau:

- ISO 16000-15:2008 Indoor air – Part 15: Sampling strategy for nitrogen dioxide (NO₂)
- ISO 16000-16:2008 Indoor air – Part 16: Detection and enumeration of moulds – Sampling by filtration
- ISO 16000-17:2008 Indoor air – Part 17: Detection and enumeration of moulds – Culture-based method
- ISO 16000-18:2011 Indoor air – Part 18: Detection and enumeration of moulds – Sampling by impaction
- ISO 16000-19:2012 Indoor air – Part 19: Sampling strategy for moulds
- ISO 16000-20:2014 Indoor air – Part 20: Detection and enumeration of moulds – Determination of total spore count
- ISO 16000-21:2013 Indoor air – Part 21: Detection and enumeration of moulds – Sampling from materials
- ISO 16000-23:2009 Indoor air – Part 23: Performance test for evaluating the reduction of formaldehyde concentrations by sorptive building materials
- ISO 16000-24:2009 Indoor air – Part 24: Performance test for evaluating the reduction of volatile organic compound (except formaldehyde) concentrations by sorptive building materials
- ISO 16000-25:2011 Indoor air – Part 25: Determination of the emission of semi-volatile organic compounds by building products -- Micro-chamber method
- ISO 16000-26:2012 Indoor air – Part 26: Sampling strategy for carbon dioxide (CO₂)
- ISO 16000-27:2014 Indoor air – Part 27: Determination of settled fibrous dust on surfaces by SEM (scanning electron microscopy) (direct method)
- ISO 16000-28:2012 Indoor air – Part 28: Determination of odour emissions from building products using test chambers
- ISO 16000-29:2014 Indoor air – Part 29: Test methods for VOC detectors
- ISO 16000-30:2014 Indoor air – Part 30: Sensory testing of indoor air
- ISO 16000-31:2014 Indoor air – Part 31: Measurement of flame retardants and plasticizers based on organophosphorus compounds – Phosphoric acid ester
- ISO 16000-32:2014 Indoor air – Part 32: Investigation of buildings for the occurrence of pollutants

Lời giới thiệu

Bộ TCVN 10736 (ISO 16000) tất cả các phần quy định các yêu cầu chung liên quan đến phép đo chất ô nhiễm không khí trong nhà và các điều kiện cần được tuân thủ trước hoặc trong lấy mẫu từng chất ô nhiễm hoặc nhóm chất ô nhiễm cũng như quy trình đo chúng.

Tiêu chuẩn này áp dụng để thu thập polychloro biphenyl giống dioxin (PCB), polychloro dibenzo-p-dioxin (PCDD) và polychloro dibenzofuran (PCDF) trong không khí trong nhà và để chuẩn bị môi trường lấy mẫu cần để lấy mẫu. Các phương pháp lấy mẫu như nhau được mô tả ở đây cũng áp dụng cho hydrocacbon thơm đa vòng (PAH) có nhiều hơn hai vòng thơm. Quy trình để chuẩn bị và chiết môi trường lấy mẫu đối với PAH và cho các phân tích PAH được nêu tại ISO 12884, và do vậy không quy định ở tiêu chuẩn này.

Chiến lược lấy mẫu để phân tích PCB, PCDD/PCDF và PAH trong không khí trong nhà được nêu tại TCVN 10736-12 (ISO 16000-12).

Một số PCB, PCDD/PCDF và PAH được xem là các chất có khả năng gây ung thư đối với con người. Có 209 chất PCB (đồng loại), 75 PCDD và 135 PCDF. Phần lớn PCB độc là PCB đồng phẳng và tương tự cấu trúc với PCDD. Phần lớn PCDD là 2,3,7,8-tetracloridibenzo-p-dioxin (2,3,7,8-TCDD).

PCB được phát thải vào không khí trong nhà trước tiên từ chất gắn kết bê tông, sơn hoặc các tụ điện điện tử, tất cả chúng đã bị cấm trong những năm gần đây. Nguồn chủ yếu của PCDD/PCDF trong không khí trong nhà là tạp chất trong chất bảo quản gỗ có chứa pentaclorophenol (PCP) và phát thải từ sự cháy liên quan đến sản phẩm clo hóa. Đất được vận chuyển từ và sự phát thải từ các bãi chôn lấp lân cận và các địa điểm công nghiệp bị bỏ hoang cũng có thể đóng góp PCB và PCDD/PCDF vào môi trường không khí trong nhà.

Tổng nồng độ PCB (sáu PCB đánh dấu: PCB-28, -52, -101, -138, -153 và -180 nhân với 5) trong không khí trong nhà khu đô thị trong khoảng từ 10 đến vài trăm picogram trên mét khối (pg/m^3). PCDD/PCDF thường được tìm thấy trong không khí trong nhà khu đô thị ở nồng độ rất thấp, ví dụ vài femtogam trên mét khối (fg/m^3) đến vài trăm picogram trên mét khối (pg/m^3). PCB và PCDD/PCDF có thể được phân bố từ pha khí đến pha hạt trong không khí xung quanh hoặc không khí trong nhà, tùy thuộc vào nhiệt độ, độ ẩm, mức độ clo hóa, nồng độ của chúng và khả năng gắn với các hạt lơ lửng. Các hợp chất này, đặc biệt hợp chất có áp suất hơi lớn hơn 10^{-8} kPa, có xu hướng hóa hơi từ cái lọc trong lấy mẫu. Do vậy, cần có bẫy hấp thụ hỗ trợ cho việc lấy mẫu hiệu quả. Phân tích riêng biệt cái lọc và bẫy hơi sẽ không phản ánh sự phân bố pha không khí nguồn gốc tại nhiệt độ không khí xung quang bình thường do tinh hóa hơi của các hợp chất từ cái lọc và không cần phải nỗ lực để phân tích.

Vận chuyển vật liệu chuẩn PCDD/PCDF phải tuân thủ với quy định của địa phương. Vật liệu chuẩn phải được vận chuyển trong các thùng chứa đặc biệt có bán sẵn. Việc xử lý chỉ được thực hiện bởi những người được đào tạo.

TCVN 10736-13:2016

Tiêu chuẩn này mô tả quá trình lấy mẫu polychloro biphenyl giống dioxin (PCB) và polychloro dibenzo-p-dioxin/polychloro dibenzofuran (PCDD/PCDF). Quá trình chiết, làm sạch và phân tích được quy định tại TCVN 10736-14 (ISO 16000-14).

Không khí trong nhà

Phần 13: Xác định tổng (pha khí và pha hạt) polychloro biphenyl giống dioxin (PCB) và polychloro dibenzo-p-dioxin/polychloro dibenzofuran (PCDD/PCDF) – Thu thập mẫu trên cái lọc được hỗ trợ bằng chất hấp phụ

Indoor air –

Part 13: Determination of total (gas and particle-phase) polychlorinated dioxin-like biphenyls (PCBs) and polychlorinated dibenzo-p-dioxins/dibenzofurans (PCDDs/PCDFs) – Collection on sorbent-backed filters

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định lấy mẫu và chuẩn bị môi trường lấy mẫu cho polychloro biphenyl giống dioxin (PCB), polychloro dibenzo-p-dioxin (PCDD) và polychloro dibenzofuran (PCDF) trong không khí trong nhà (xem Bảng C.1). Phương pháp được kết hợp với quy trình lấy mẫu thu thập PCB và PCDD/PCDF từ không khí trên cái lọc hạt mịn được hỗ trợ bằng bẫy chứa chất hấp phụ. Phương pháp có thể không sử dụng để xác định riêng biệt PCB và PCDD/PCDF khí và PCB, PCDD/PCDF gắn với hạt bởi vì một số hợp chất sẽ bay hơi từ cái lọc và được thu thập bằng bẫy chứa chất hấp phụ. Tiêu chuẩn này không đề cập đến phương pháp phân tích PCB, PCDD và PCDF, sẽ được quy định tại TCVN 10736-14 (ISO 16000-14). TCVN 10736-13 (ISO 16000-13) và TCVN 10736-14 (ISO 16000-14) là hai phần của quy trình đo toàn bộ để xác định PCB và PCDD/PCDF.

Kết hợp với quy trình phân tích được quy định tại TCVN 10736-14 (ISO 16000-14), kết hợp phân tích cụ thể bởi sắc ký khí phân giải cao và khối phổ phân giải cao (HRGC/HRMS), phương pháp này có khả năng phát hiện nồng độ PCB, PCDD/PCDF 0,2 pg/m³ hoặc thấp hơn. Tuy nhiên, không thể phát hiện tất cả các chất phân tích tại 0,2 pg/m³ hoặc thấp hơn, đặc biệt ở lưu lượng lấy mẫu thấp hơn. Để đạt được giới hạn phát hiện đầy đủ, lấy mẫu không khí không nhỏ hơn 50 m³. Đối với nhiệm vụ đo thông thường, thể tích lấy mẫu có thể đến 360 m³ (tương đương khoảng thời gian lấy mẫu 24 h ở 16 m³/h hoặc 7 ngày ở 2 m³/h). Phương pháp này đã được kiểm tra xác nhận với khoảng thời gian lấy mẫu đến bảy ngày. Với việc sử dụng bẫy hấp thụ lớn hơn, thể tích lấy mẫu đến 1000 m³ đã được kiểm tra xác nhận.

Độ chụm lấy mẫu trong các điều kiện bình thường có thể dự kiến ± 25 % hoặc tốt hơn và độ không đảm bảo ± 50 % hoặc tốt hơn.

Nếu những hạn chế phù hợp được áp dụng, phương pháp này có thể được sử dụng cho các phòng nhỏ, ví dụ phòng dành cho trẻ em cũng như các văn phòng.

TCVN 10736-13:2016

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau 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).

TCVN 10736-12 (ISO 16000-12) *Không khí trong nhà - Phần 12: Chiến lược lấy mẫu đối với polychloro biphenyl (PCB), polychloro dibenzo-p-dioxin (PCDD), polychloro dibenzofuran (PCDF) và hydrocacbon thơm đa vòng (PAH)*;

TCVN 10736-14 (ISO 16000-14) *Không khí trong nhà - Phần 14: Xác định tổng (pha khí và pha hạt) polychloro biphenyl giống dioxin (PCB) và polychloro dibenzo-p-dioxin/polychloro dibenzofuran (PCDD/PCDF) – Chiết, làm sạch và phân tích bằng sắc ký khí phân giải cao và khối phổ*.

ISO 12884, *Ambient air – Determination of total (gas and particle-phase) polycyclic aromatic hydrocarbons – Collection on sorbent-backed filters with gas chromatographic/mass spectrometric analyses*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Hiệu suất lấy mẫu (sampling efficiency)

$% E_s$

Khả năng của thiết bị lấy mẫu để bẫy và giữ lại hợp chất mục tiêu.

CHÚ THÍCH % E_s là phần trăm chất phân tích quan tâm được thu thập và giữ lại bởi môi trường lấy mẫu khi nó được đưa vào thiết bị lấy mẫu không khí và bộ lấy mẫu được vận hành trong các điều kiện thông thường trong khoảng thời gian bằng hoặc lớn hơn được yêu cầu đối với việc sử dụng định trước.

3.2

Hiệu suất lưu động lực (dynamic retention efficiency)

E_r

Khả năng của môi trường lấy mẫu giữ lại PCB, PCDD hoặc PCDF đã được bổ sung vào bẫy hấp thụ trong dung dịch thêm chuẩn khi không khí được hút qua bộ lấy mẫu trong các điều kiện bình thường trong khoảng thời gian bằng hoặc lớn hơn khoảng thời gian được yêu cầu cho việc sử dụng định trước.

3.3

PCB giống dioxin (dioxin-like PCB)

PCB không phải hoặc mono-ortho có ái lực hóa học với vật nhận aryl hydrocacbon (Ah), chỉ ra hiệu ứng độc sinh thái tương tự như 2,3,7,8-PCDD/PCDF theo WHO.

CHÚ THÍCH 1 Xem Tài liệu tham khảo [5].

CHÚ THÍCH 2 Xem Bảng C.1 và Bảng C.2.

3.4**PCB đánh dấu (marker PCB)**

Một trong sáu PCB.

CHÚ THÍCH Sáu PCB đánh dấu là PCB-28, PCB-52, PCB-101, PCB-138, PCB-153 và PCB-180.

3.5**Thêm chuẩn (spiking)**

Thêm chuẩn PCB được đánh dấu bằng $^{13}\text{C}_{12}$.

3.6**Đặc tính tính năng vận hành (operational performance characteristic)**

Phép đo liên quan đến ảnh hưởng của môi trường lý học và hóa học và các vấn đề bảo dưỡng.

VÍ DỤ Điện thế dòng chính, nhiệt độ, cung cấp các chất nhất định, thời gian cài đặt, khoảng thời gian vận hành không định trước (xem Tài liệu tham khảo [1]).

3.7**Mẫu trắng hiện trường (field blank)**

Mẫu không phơi nhiễm nhưng đã thêm chuẩn của môi trường lấy mẫu [ví dụ cái lọc, xốp polyuretan (PUF), hoặc cactric lấy mẫu hoàn chỉnh], được mang đến hiện trường và thực hiện quy trình phân tích đầy đủ, bao gồm các bước chiết, làm sạch và nhận dạng.

CHÚ THÍCH Giá trị đo là cần thiết để đảm bảo rằng xảy ra nhiễm bẩn không đáng kể trong tất cả các bước của quá trình đo và để kiểm tra người vận hành có thể đạt được một mức chất lượng phù hợp với nhiệm vụ.

3.8**Mẫu trắng phân tích (analytical blank)**

Mẫu không phơi nhiễm nhưng đã thêm chuẩn của môi trường thuốc thử hoặc môi trường lấy mẫu, được thực hiện quy trình phân tích đầy đủ, bao gồm các bước chiết, làm sạch và nhận dạng.

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

Tác nhân đánh dấu được thêm vào môi trường lấy mẫu trước khi lấy mẫu để xác định hiệu suất toàn bộ của phương pháp.

VÍ DỤ PCB và PCDD/PCDF được đánh dấu bằng $^{13}\text{C}_{12}$

3.10**Chuẩn chiết (extraction standard)**

Tác nhân đánh dấu được thêm vào môi trường lấy mẫu trước khi chiết và được dùng để tính toán kết quả.

VÍ DỤ PCB và PCDD/PCDF được đánh dấu bằng $^{13}\text{C}_{12}$

TCVN 10736-13:2016

3.11

Đồng loại (congener)

Các chất thuộc nhóm hóa học PCB hoặc PCDD hoặc PCDF.

VÍ DỤ Bao gồm 209 từng PCB, 75 từng PCDD và 135 từng PCDF.

3.12

Đồng phân (isomer)

PCB hoặc PCDD hoặc PCDF có thành phần nguyên tố tương tự nhau nhưng cấu trúc khác nhau.

VÍ DỤ 1-clorobiphenyl và 2-clorobiphenyl là các đồng phân.

4 Chữ viết tắt

(Xem Bảng C.1 và C.2)

PCB	polychloro biphenyl
PCDD	polychloro dibenzo-p-dioxin
PCDF	polychloro dibenzofuran
TeCB	tetraclorobiphenyl
PeCB	pentaclorobiphenyl
HxCB	Hexaclorobiphenyl
HpCB	heptaclorobiphenyl
TCDD	tetraclorodibenzo-p-dioxin
PeCDD	pentaclorodibenzo-p-dioxin
HxCDD	hexaclorodibenzo-p-dioxin
HpCDD	heptaclorodibenzo-p-dioxin
OCDD	cotaclorodibenzo-p-dioxin
TCDF	tetrataclorodibenzofuran
PeCDF	pentaclorodibenzofuran
HxCDF	hexataclorodibenzofuran
HpCDF	heptaclorodibenzofuran
OCDF	octaclorodibenzofuran
PTFE	polytetrafluoetylen

5 Nguyên tắc

PCB, PCDD và PCDF được thu thập trực tiếp từ không khí trong nhà bằng cách hút mẫu không khí đi qua cái lọc bụi mịn được hỗ trợ bằng chất hấp phụ có chứa bột polyueran (PUF). Hợp chất bay hơi thấp gắn với bụi truyền theo không khí được thu thập trước tiên trên cái lọc bụi. Hợp chất khí đi qua cái lọc và hợp chất hơi từ cái lọc được thu thập bằng bẫy xốp polyuretán.

Phương pháp có thể áp dụng cho các phòng ở, tòa nhà văn phòng và các cơ sở công cộng và thương mại kể cả các khoảng không gian mở lớn (ví dụ nhà xưởng, kho và sân vận động kín/có mái che). Lưu lượng lấy mẫu và thể tích khí lấy mẫu sẽ phụ thuộc vào kích thước của phòng và không gian mở được lấy mẫu. Nó nằm trong khoảng từ 1,5 m³/h đến 16 m³/h theo nhiệm vụ đo.

Môi trường lấy mẫu (cái lọc và PUF) được kết hợp và chiết cùng nhau. Quy trình chiết thường được dựa trên quy trình chiết Soxhlet với dung môi toluen hoặc dung môi tương đương. Chuẩn PCB/PCDD/PCDF đánh dấu ¹³C₁₂ được thêm vào trước khi lấy mẫu và chiết để giám sát hiệu suất lấy mẫu và độ thu hồi. Thêm chuẩn PCB/PCDD/PCDF đánh dấu ¹³C₁₂ trước khi lấy mẫu và cần thiết để xác định độ thu hồi toàn phần của các đồng loại PCB/PCDD/PCDF. Sự mất mẫu trong quá trình chiết và làm sạch được phát hiện và được bổ chính bằng cách sử dụng chuẩn thay thế có đánh dấu đồng vị như là chuẩn chiết nội để định lượng, cùng với chuẩn thu hồi được bổ sung vào chỉ trước khi phân tích HRGC/HRMS.

6 Thiết bị và vật liệu

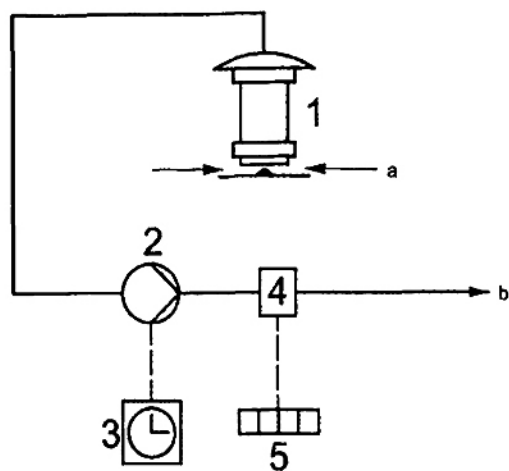
6.1 Thiết bị lấy mẫu

Sơ đồ hệ thống lấy mẫu điển hình như được trình bày tại Hình 1 và sơ đồ modul lấy mẫu điển hình được trình bày tại Hình 2.

Modul lấy mẫu được nêu ở Hình 2 được dựa trên bộ lấy mẫu ngoài trời đối với hydrocarbon thơm đa vòng (PAH) được mô tả tại ISO 12884. Modul này được dựa trên thiết kế đã công bố (Tài liệu tham khảo [6]) và cũng được sử dụng để xác định PCDD và PCDF trong không khí xung quanh (Tài liệu tham khảo [7]). Modul của thiết kế này có kích thước giống như modul được mô tả tại ISO 12884 có thể được dùng cho lưu lượng lấy mẫu từ 1,5 m³/h đến 16 m³/h và tổng thể tích không khí đến 360 m³ tùy thuộc vào khả năng của hệ thống lấy mẫu không khí được dùng. Các modul của thiết kế cơ bản này có kích thước và cấu hình khác cũng có thể được dùng nếu được kiểm tra xác nhận.

CHÚ THÍCH Vận tốc bắt hạt của bộ lấy mẫu sẽ phụ thuộc vào vận tốc bề mặt trong lấy mẫu. Ví dụ, nó có thể được ước lượng bằng Luật Stokes khi hút không khí đi qua cái lọc 100 mm tại 15 m³/h sẽ thu được các hạt nhỏ hơn khoảng 40 μm. Ở lưu lượng lấy mẫu 6 m³/h, các hạt nhỏ hơn 20 μm sẽ bị bắt/bẫy. Giảm lưu lượng lấy mẫu xuống 1,5 m³/h sẽ thu thập các hạt nhỏ hơn 10 μm đến 12 μm. Kinh nghiệm cho thấy đối với phép đo không khí trong nhà, có một ít sai khác hoặc sai khác không đáng kể trong không khí được đo với các modul lấy mẫu như nhau tại lưu lượng lấy mẫu khác nhau dưới 1,5 m³/h. Tương tự, nếu dùng lõi vào có chọn lọc kích thước (ví dụ PM_{2.5} hoặc PM₁₀), có một chút hiệu ứng lên toàn bộ thành phần PCB/PCDD/PCDF của mẫu ngoại trừ có một nguồn phát thải hợp chất gắn với hạt gần cạnh.

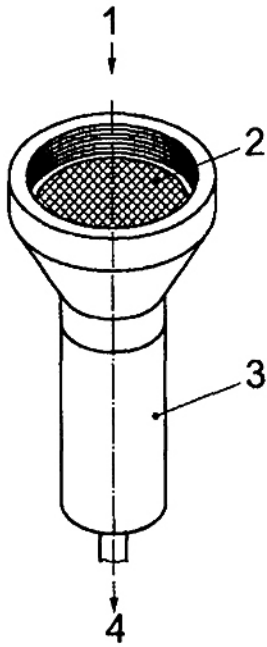
Một số hệ thống lấy mẫu có khả năng cung cấp dòng không khí từ 1,5 m³/h đến 16 m³/h, một số có kiểm soát lưu lượng khí có thể đặt trên một dải rộng để cung cấp lưu lượng lấy mẫu được yêu cầu. Giới hạn vận tốc lấy mẫu không khí cho phép và thể tích được nêu tại Điều 8. Một số ví dụ về hệ thống lấy mẫu được trình bày tại Phụ lục A.



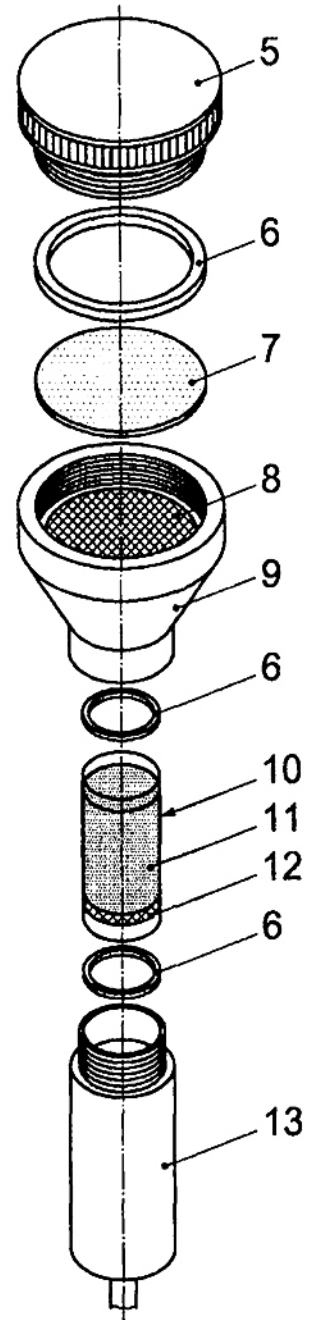
CHÚ DẪN

- 1 Modul lấy mẫu (xem Hình 2)
 - 2 Bơm lấy mẫu không khí
 - 3 Đồng hồ thời gian
 - 4 Bộ kiểm soát lưu lượng (có thiết bị đo điện từ)
 - 5 Đồng hồ đếm thời gian trễ
- ^a Không khí đi vào
^b Xả khí

Hình 1 – Sơ đồ hút của một hệ thống lấy mẫu điện hình



a) Modul lấy mẫu điển hình



b) Sơ đồ triển khai ống hút

CHÚ DẪN

- 1 Lỗ vào dòng không khí
- 2 Lưới hỗ trợ cái lọc (tương tự với 8)
- 3 Modul lấy mẫu đồng bộ
- 4 Xả dòng không khí
- 5 Bộ giữ cái lọc
- 6 Vòng đệm kín
- 7 Cái lọc sợi thạch anh hoặc sợi thủy tinh

- 8 Lưới hỗ trợ cái lọc
- 9 Giá đỡ cái lọc
- 10 Cactric hấp thụ thủy tinh (bẫy PUF)
- 11 Bẫy PUF
- 12 Bộ đỡ cactric lưới hỗ trợ
- 13 Bộ đỡ cactric

Hình 2 – Modul lấy mẫu điển hình tích hợp cái lọc bụi và bẫy PUF

TCVN 10736-13:2016

6.2 Vật liệu lấy mẫu

6.2.1 Xốp polyuretan (PUF), ngăn mờ, loại polyete, khối lượng riêng 22 mg/cm³, cắt thành các ống dài 76 mm x đường kính 62 mm, hoặc kích thước phù hợp khác tùy thuộc vào modul lấy mẫu được dùng. Chúng được bán sẵn trên thị trường. Ống PUF cần phải có đường kính lớn hơn một chút so với đường kính trong của catric hấp phụ sao cho không khí được lấy mẫu không đi vòng quanh ống mà đi qua ống. Làm sạch được tiến hành theo Điều 7.

6.2.2 Cái lọc, sợi vi thạch anh hoặc sợi thủy tinh, không kết dính, rửa trước bằng axit, có hiệu suất lọc 99,99 % theo khối lượng hoặc tốt hơn đối với hạt nhỏ hơn 0,5 μm, hoặc cái lọc có kích thước phù hợp khác tùy thuộc vào modul lấy mẫu được dùng. Hiệu suất này phải được chứng nhận bởi nhà cung cấp cái lọc.

6.2.3 Chuẩn lấy mẫu đánh dấu ¹³C₁₂, xem Bảng 1 và 2 đối với thành phần.

6.2.4 Tấm nhôm, để đóng gói cái lọc và bẫy PUF trước và sau khi lấy mẫu.

6.2.5 Kẹp và găng tay latex hoặc neopren, để xử lý cái lọc và bẫy PUF.

6.2.6 Xy ranh microlit, để lấy chuẩn thu hồi trên môi trường lọc.

6.2.7 Băng PTFE, để dán ống hút trong cổng vòng xoắn của hộp bảo vệ.

6.2.8 Chai thủy tinh hoặc các hộp chứa phù hợp khác, có thể đậy kín để bảo quản và vận chuyển bẫy PUF và cái lọc hạt.

6.2.9 Bình hút ẩm hoặc hộp làm khô chân không

6.2.10 Bơm màng hoặc bơm phù hợp khác

6.3 Thuốc thử phân tích

6.3.1 Toluene, chưng cất trong hệ thống thủy tinh, chất lượng sắc ký hoặc thuốc bảo vệ thực vật.

6.3.2 n-hexan, chưng cất trong hệ thống thủy tinh, chất lượng sắc ký hoặc thuốc bảo vệ thực vật.

6.3.3 Diclorometan, chưng cất trong hệ thống thủy tinh, chất lượng sắc ký hoặc thuốc bảo vệ thực vật.

6.3.4 Axeton, chưng cất trong hệ thống thủy tinh, chất lượng sắc ký hoặc thuốc bảo vệ thực vật.

6.3.5 n-nonan, chưng cất trong hệ thống thủy tinh, chất lượng sắc ký hoặc thuốc bảo vệ thực vật.

6.3.6 n-tetradecan (chất giữ), chưng cất trong hệ thống thủy tinh, chất lượng sắc ký hoặc thuốc bảo vệ thực vật.

6.3.7 Chuẩn chiết đánh dấu ¹³C₁₂, xem Bảng 1 và 2 về thành phần (xem 6.4).

6.3.8 Chuẩn bơm đánh dấu ¹³C₁₂, xem Bảng 1 và 2 về thành phần (xem 6.4).

6.4 Chuẩn đánh dấu ¹³C₁₂

Khối lượng của chuẩn lấy mẫu đánh dấu ¹³C₁₂ trong 100 μl dung môi phù hợp (ví dụ toluene hoặc n-tetradecan/n-nonan 4 %) cần được thêm vào từng mẫu tại mức nồng độ khoảng 100 fg TEQ/m³ đối với

khoảng 180 m³ thể tích lấy mẫu được nêu tại Bảng 1 (PCDD/PCDF) và Bảng 2 (PCB). Đối với TEQ và WHO-TEQ_{PCB}, xem Điều C.3.

Chuẩn chiết cần phải được thêm vào môi trường lấy mẫu khác nhau ngay sau khi nhận mẫu ở phòng thử nghiệm. Đồng loại đánh dấu ¹³C₁₂ được dùng để định lượng bởi vì chúng có đặc tính/hoạt động chính xác giống như PCB/PCDD/PCDF tự nhiên được chiết trong quá trình làm sạch, do các đặc tính lý học và hóa học gần như nhau của chúng. Chuẩn bơm (xem Bảng 1) là để xác định tỉ lệ thu hồi. Khối lượng được quy định tại Bảng 1 và Bảng 2 của chuẩn được sử dụng phải được điều chỉnh phù hợp nếu khối lượng cao hơn đáng kể của các PCB/PCDD/PCDF tự nhiên được dự kiến trong mẫu. Việc sử dụng và xử lý chuẩn chiết và chuẩn thu hồi được nêu tại TCVN 10736-14 (ISO 16000-14).

Bảng 1 – Đồng loại 2,3,7,8-PCDD/PCDF đánh dấu ¹³C₁₂ để bổ sung vào mẫu trước khi lấy mẫu, chiết và bơm GC để đo khoảng 100 fg TEQ/m³ và khoảng 180 m³ thể tích mẫu

Dung dịch: tổng thể tích µl: (ví dụ, tính theo toluen, n- nonan)	Dung dịch được bổ sung trước khi:		
	Lấy mẫu (Chuẩn lấy mẫu)	Chiết (chuẩn chiết)	Bơm GC (chuẩn thu hồi)
	100	100	25
Đồng loại được bổ sung	Tổng khối lượng pg		
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TCDF		25 ^a	
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4-TCDD			25
¹³ C ₁₂ -2,3,7,8-TCDD		25 ^a	
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDF	25		
¹³ C ₁₂ -2,3,4,7,8-PeCDF		25 ^a	
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8-PeCDD		25 ^a	
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDF		25 ^a	
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDF		25	
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDF	25		
¹³ C ₁₂ -2,3,4,6,7,8-HxCDF		25	
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8-HxCDD		25	
¹³ C ₁₂ -1,2,3,6,7,8-HxCDD		25 ^a	
¹³ C ₁₂ -1,2,3,7,8,9-HxCDD			25
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDF		50 ^a	
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	50		
¹³ C ₁₂ -1,2,3,4,6,7,8-HpCDD		50 ^a	
¹³ C ₁₂ -OCDF		50	
¹³ C ₁₂ -OCDD		50	

^a Các chuẩn này được dùng để định lượng đồng loại còn lại của nhóm clo hóa tương đồng cho nhóm không được thêm chuẩn.

Bảng 2 – đồng loại PCB đánh dấu $^{13}\text{C}_{12}$ được bổ sung vào mẫu tại các giai đoạn khác nhau của quy trình đo khoảng 0,01 ng WHO-TEQPCB/m³ giả thiết thể tích lấy mẫu 180 m³

Dung dịch:	Tổng khối lượng được bổ sung vào trước khi:		
	Lấy mẫu (Chuẩn lấy mẫu)	Chiết (Chuẩn chiết)	Bơm GC (Chuẩn thu hồi) ^a
Tổng thể tích µl: (ví dụ, tính theo toluen, n-nonan)	100	100	ít nhất 10
Đồng loại được bổ sung	Tổng khối lượng pg		
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,4'-TeCB (60)	3 600		
$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,5,5'-PeCB (127) ^b	3 600		
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,5,5'-HxCB (159)	3 600		
$^{13}\text{C}_{12}$ -3,4,4',5'-TeCB (81)		3 600	
$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4'-TeCB (77)		3 600	
$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4',5'-PeCB (126)		3 600	
$^{13}\text{C}_{12}$ -3,3',4,4',5,5'-HxCB (169)		3 600	
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4'-PeCB (105) ^b		3 600	
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,4,4',5'-PeCB (114)		3 600	
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4,4',5'-PeCB (118)		3 600	
$^{13}\text{C}_{12}$ -2',3,4,4',5'-PeCB (123)		3 600	
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5'-HxCB (156)		3 600	
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5'-HxCB (157)		3 600	
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4,4',5,5'-HxCB (167)		3 600	
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (189)		3 600	
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3',4',5'-TeCB (70)			3 600
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,3,3',5,5'-PeCB (111)			3 600
$^{13}\text{C}_{12}$ -2,2',3,3',4,4',5'-HpCB (170)			3 600

^a Bảng 2 chỉ ra lựa chọn PCB đánh dấu $^{13}\text{C}_{12}$ phù hợp làm chuẩn thu hồi. Ít nhất một chuẩn phải được bổ sung vào từng phần có chứa PCB giống dioxin.

^b Cần chú ý đến khả năng cùng rửa giải của PCB 127 và PCB 105 trên các cột có bán sẵn.

7 Chuẩn bị phương tiện lấy mẫu

Gia nhiệt cái lọc hạt trước khi sử dụng ở 250 °C (cái lọc thủy tinh) hoặc 400 °C (cái lọc thạch anh) trong 5 h, gói chúng trong giấy nhôm đã được tráng trước bằng n-hexan, và đặt chúng trong hộp chứa sạch, dán kín (ví dụ đĩa Petri hoặc chai thủy tinh miệng rộng dán bằng băng PTFE) để bảo quản và vận chuyển đến vị trí quan trắc và ra khỏi vị trí quan trắc. Xử lý cẩn thận cái lọc dùng kẹp sạch.

Chiết ống PUF trong 24 h bằng axeton trong bình chiết Soxhlet ở khoảng 4 vòng/h, sau đó chiết cái khác trong 24 h bằng toluen trong bình chiết Soxhlet ở khoảng 4 vòng/h, và tiến hành chiết nhanh với pentan để sấy khô dễ dàng. Sấy khô trong bình hút ẩm dưới điều kiện chân không và dòng nitơ nhẹ tinh khiết cao hoặc trong bình làm khô chân không ở 40 °C.

Có thể phân tích dịch chiết từ quy trình chiết Soxhlet của từng mẻ để xác định độ sạch ban đầu trước khi chứng nhận.

Để bảo quản, đặt nút PUF đã được làm sạch trong tấm nhôm được tráng trước bằng n-hexan. Để chuẩn bị lấy mẫu, nút PUF được đặt trong cactric lấy mẫu bằng thủy tinh sử dụng găng tay latex hoặc polyeste và kẹp bọc PTFE. Cactric lấy mẫu được bọc trong tấm nhôm đã được tráng trước n-hexan, đặt trong hộp sạch và kín khí để bảo quản và vận chuyển đến vị trí quan trắc và ra khỏi vị trí quan trắc.

Nếu yêu cầu, cactric lấy mẫu bằng thủy tinh có tải và cái lọc có thể được đặt trong modul lấy mẫu, và được đặt trong hộp chứa sạch, kín để bảo quản và vận chuyển đến vị trí quan trắc và ra khỏi vị trí quan trắc.

Ông PUF có thể được sử dụng lại nếu được làm sạch phù hợp bằng toluen sau mỗi lần sử dụng. Số lần sử dụng trước khi xảy ra những ảnh hưởng đáng kể đến tính năng không được xác định, nhưng không được sử dụng quá 6 lần mà không có xác nhận về tính năng không bị thay đổi.

8 Lấy mẫu

Trước khi lấy mẫu, những điều kiện giới hạn cần xem xét phải được xác định và ghi lại như được nêu tại TCVN 10736-12 (ISO 16000-12).

Lựa chọn hệ thống bơm mẫu phù hợp và modul lấy mẫu theo nhiệm vụ đo (xem Phụ lục A). Lưu lượng dòng không khí theo giờ của thiết bị lấy mẫu không được vượt quá 10 % tốc độ trao đổi không khí của phòng đang kiểm tra. Nếu tốc độ trao đổi không khí chưa được biết, thể tích không khí được lấy mẫu trên giờ phải không được vượt quá 10 % thể tích của phòng. Lấy mẫu thể tích nhỏ có thể được sử dụng đối với phòng nhỏ, ví dụ phòng cho trẻ em. Có thể xem xét lấy mẫu thể tích lớn đối với diện tích trong nhà rất lớn nếu mức nhiễu tạp do thiết bị lấy mẫu tạo ra không gây hậu quả, miễn là những quy định về lưu lượng lấy mẫu hoặc thể tích không khí đã quy định ở trên được tuân thủ. Tiến hành kiểm tra rò rỉ trước và sau khi lấy mẫu (xem Điều 9). Nút mũi và hút chân không modul lấy mẫu để áp suất nhỏ nhất được dùng trong quá trình lấy mẫu: lưu lượng thể tích phải nhỏ hơn 5 % lưu lượng thông thường.

Lấy mẫu trắng hiện trường trước mỗi loạt lấy mẫu.

Xác nhận hiệu suất của thiết bị lấy mẫu đối với PCB/PCDD/PCDF mục tiêu trong các điều kiện được dự kiến ngoài hiện trường trước khi bắt đầu chương trình lấy mẫu. Xác định hiệu suất là đặc biệt quan trọng nếu khoảng thời gian lấy mẫu lớn hơn 24 h được lập kế hoạch. Có thể thiết lập tính năng hoạt động được chấp nhận bằng cách xác định hiệu suất lấy mẫu, E_s , trực tiếp hoặc ước tính từ hiệu suất lưu động lực E_r . Tham khảo Phụ lục B về hướng dẫn xác định hiệu suất lấy mẫu.

Khi modul lấy mẫu có tải với cái lọc hạt và bẫy PUF, cần đảm bảo không bị nhiễm bẩn, ví dụ do mồ hôi (sử dụng găng tay và kẹp). Cần đảm bảo rằng bẫy PUF được làm kín phù hợp trong modul, và không tạo ra các kênh và khoảng trống. Dán kín cẩn thận modul lấy mẫu (ví dụ dùng băng PTFE) để đảm bảo không bị rò rỉ.

TCVN 10736-13:2016

Trước khi đặt giá đỡ cái lọc bụi [xem phần 9 trong Hình 2b)] vào modul lấy mẫu, sử dụng xyranh micro lit để thêm chuẩn vào bề mặt của mặt lõi vào của lớp hấp thụ PUF với 50 pg từng $^{13}\text{C}_{12-1,2,3,7,8}$ PeCDF, $^{13}\text{C}_{12-1,2,3,7,8,9}$ -HxCDF và 100 pg $^{13}\text{C}_{12-1,2,3,4,7,8,9}$ -HpCDF cũng như $^{13}\text{C}_{12-2,3,4,4'}$ -TeCB, $^{13}\text{C}_{12-3,3',4,5,5'}$ -PeCB và $^{13}\text{C}_{12-2,3,3',4,5,5'}$ -HxCB tất cả trong 100 μl toluen chứa 4 % n-tetradecan làm chất giữ, và giữ chúng mát trước khi sử dụng. Chuẩn thêm có thể được thêm vào lớp hấp thụ PUF trong phòng thử nghiệm ngay trước khi lấy mẫu (không quá 24 h trước khi lấy mẫu), nếu môi trường PUF được giữ trong tủ lạnh để giảm thiểu thất thoát trước khi lấy mẫu. Quy trình này có thể tránh được nhiễm bẩn ngoài địa điểm và các vấn đề an toàn có thể cấm áp dụng tại địa điểm.

Giám sát dòng không khí đi qua hệ thống lấy mẫu được giám sát bằng thiết bị hoặc thiết bị kiểm soát dòng. Tiến hành hiệu chuẩn nhiều điểm hệ thống kiểm soát lưu lượng sáu tháng một lần sử dụng tám hiệu chuẩn đánh giá tiêu chuẩn, được gắn tạm thời ở lõi vào của thiết bị lấy mẫu. Cách khác, sử dụng đồng hồ đo khí khô lưu lượng lớn nếu chúng được kiểm tra xác nhận như là chuẩn chuyển.

Thiết bị lấy mẫu phải được hiệu chuẩn:

- a) Khi mua mới;
- b) Sau những sửa chữa hoặc bảo dưỡng lớn;
- c) Bất cứ khi nào điểm đánh giá chệch khỏi đường cong hiệu chuẩn lớn hơn 7 %; hoặc
- d) Tại tần suất được quy định trong hướng dẫn người sử dụng.

Hiệu chuẩn và hiệu chuẩn lại đồng hồ đo khí tại hiện trường được tiến hành theo tiêu chuẩn chất lượng phòng thử nghiệm, ví dụ sử dụng chuẩn chuyển tốc độ dòng lỗ tới hạn đã hiệu chuẩn.

Trong các điều kiện tải bụi truyền theo không khí rất lớn, lưu lượng dòng không khí đi qua cái lọc có thể giảm đáng kể trong khi lấy mẫu, đặc biệt nếu lưu lượng dòng không được kiểm soát tự động. Thậm chí với bơm có kiểm soát lưu lượng, tải cái lọc có thể trở nên quá lớn mà thiết bị có thể bị tắt tự động. Do vậy, cần phải thay cái lọc nếu lưu lượng dòng không khí thay đổi hơn 10 % so với giá trị ban đầu. Cái lọc mới cũng phải được thêm chuẩn bằng chuẩn lấy mẫu.

Nếu mong muốn hiệu chỉnh thể tích lấy mẫu với điều kiện tiêu chuẩn về nhiệt độ và áp suất (1 013,25 hPa; 173,15 K), sử dụng nhiệt độ trung bình và áp suất trung bình trong lấy mẫu.

Chú ý hệ thống lấy mẫu được lắp đặt sao cho không bị ảnh hưởng trực tiếp do gió lùa. Để đảm bảo lấy mẫu đại diện, chú ý tỉ lệ thay đổi không khí trong phòng trong quá trình lấy mẫu tương tự với trong việc sử dụng bình thường của phòng. Để giảm thiểu mức ồn có thể do thiết bị lấy mẫu, có thể được lắp đặt trong một phòng bên cạnh hoặc ngoài trời. Trong trường hợp này, nối modul lấy mẫu với bộ phận của hệ thống bơm sử dụng một bộ nối ống (ví dụ ống PVC, Farbic) đi qua ống nối. Tuy nhiên, chú ý ống dài hơn, sự giảm áp lớn hơn và gánh nặng được đặt lên hệ thống bơm. Hệ thống bơm nhỏ hơn có thể đỡ ồn hơn bằng cách đặt chúng trong một hộp chứa polyuretan hoặc polystyren như hộp chứa đá. Tuy nhiên, các biện pháp chú ý cần phải được thực hiện để hệ thống không bị quá nóng.

Để xác định giá trị trung bình đại diện cho nồng độ PCB/PCDD/PCDF trong không khí, có thể cần phải tiến hành lấy mẫu trong khoảng thời gian tương đối dài. Đối với phép đo thông thường, thể tích lấy mẫu phải không được vượt quá 360 m³ (tương đương với khoảng thời gian lấy mẫu 24 h tại 16 m³/h hoặc 7 ngày ở 2 m³/h). Phương pháp đã được xác nhận kiểm chứng đối với khoảng thời gian lên đến bảy ngày. Trong các trường hợp đặc biệt, thể tích lấy mẫu của thiết bị lấy mẫu thể tích lớn đến 1000 m³ đã được xác nhận kiểm chứng.

Sau khi lấy mẫu, ghi lại khoảng thời gian lấy mẫu, bọc modul lấy mẫu trong tấm nhôm và giữ chúng ở nơi mát cho đến khi chúng được đưa lại phòng thử nghiệm. Cần lấy cái lọc và bẫy PUF ra khỏi modul lấy mẫu trong phòng thử nghiệm và đặt trong một hộp chứa kín bằng thủy tinh hoặc kim loại và bảo quản ở 4 °C hoặc nhiệt độ thấp hơn cho đến khi phân tích. Giữ thời gian bảo quản càng ngắn càng tốt, nhưng không được quá hai tuần. Cách khác, nếu các biện pháp chú ý được tiến hành để tránh sự nhiễm bẩn, cacrit PUF và cái lọc có thể được đưa ra khỏi modul lấy mẫu và đặt trong hộp bảo quản ở địa điểm lấy mẫu.

Cần phải tránh khoảng thời gian lấy mẫu lớn hơn 24 h ngoại trừ cần đạt được giới hạn phát hiện cần thiết. Bởi vì thời gian lấy mẫu kéo dài, sử dụng thiết bị lấy mẫu với lưu lượng lấy mẫu lớn hơn cần phải được xem xét, nếu việc sử dụng chúng sẽ không phá vỡ lưu lượng thông gió của phòng hoặc không gian bên trong được quan trắc hoặc xuất hiện tình huống không chấp nhận được về tạo ra mức ồn hoặc chiếm không gian. Những cải biên của các bước xác định, như tăng từ từ nồng độ của dịch chiết hoặc sử dụng kỹ thuật MS nhạy hơn cũng có thể cho giới hạn phát hiện thấp hơn.

Quy trình chiết, làm sạch và phân tích được mô tả tại TCVN 10736-14 (ISO 16000-14).

9 Các yêu cầu tối thiểu đối với lấy mẫu

Phải đáp ứng các yêu cầu tối thiểu sau đây để xác định nồng độ PCB/PCDD/PCDF.

- Phải tiến hành kiểm tra rò rỉ trước và sau mỗi quy trình lấy mẫu. Modul lấy mẫu có bộ lấy được bọc kín phải được hút đến áp suất được dùng trong lấy mẫu và lưu lượng thể tích phải nhỏ hơn 5 % của lưu lượng dòng thông thường.
- Mẫu trắng hiện trường phải được lấy trước mỗi cuộc lấy mẫu.
- Phải sử dụng chuẩn đánh dấu ¹³C₁₂ như được mô tả tại Bảng 1 và 2.
- Dung dịch chuẩn lấy mẫu phải chứa tetradecan 4 % làm chất giữ.
- Tỉ lệ thu hồi đối với từng chuẩn lấy mẫu phải lớn hơn 50 % được tính dựa trên chuẩn chiết phù hợp.
- Nồng độ PCB/PCDD/PCDF trong mẫu trắng hiện trường phải dưới 5 lần các giá trị đo được thấp nhất (tính theo TEQ) giả thiết với thể tích mẫu trắng và thể tích mẫu được lấy như nhau. Nếu giá trị tính toán đo được nhỏ hơn giá trị trắng hiện trường, kết quả báo cáo được xác định là nhỏ hơn hoặc bằng giá trị mẫu trắng.

Phụ lục A
(Tham khảo)

Chi tiết của thiết bị lấy mẫu

A.1 Yêu cầu chung

Ví dụ một số hệ thống lấy mẫu có thể được dùng để thu thập một cách hiệu quả PCB, PCDD và PCDF từ không khí trong nhà được trình bày tại Phụ lục này. Tất cả thiết bị lấy mẫu này đều dựa trên nguyên tắc được mô tả tại Điều 5 và 6.1. Trong tất cả các trường hợp, môi trường lấy mẫu bao gồm cái lọc bụi sợi thủy tinh hoặc sợi thạch anh đặt trước bẫy PUF. Trong từng trường hợp, bẫy PUF được giữ trong cactric lấy mẫu hình trụ bằng thủy tinh hoặc thép không gỉ.

Đường kính của nút PUF cần bằng khoảng từ 2 mm đến 5 mm và lớn hơn đường kính trong của cactrit sao cho nó được nén chặt chút ít. Nếu không bị nén, không khí có thể tạo thành dòng giữa thành ống thủy tinh của cactrit với PUF, dẫn đến sai số lấy mẫu. Việc này có thể thực hiện dễ dàng bằng cách không nén xốp theo chiều dọc nếu xốp được nén vào ống, sau đó được kéo lại nhẹ nhàng.

Nếu có sẵn, có thể sử dụng bộ lựa chọn cỡ hạt đầu vào (ví dụ PM_{2,5} hoặc PM₁₀) nếu yêu cầu.

Người sử dụng có thể thay thế bằng các thiết bị lấy mẫu khác nhưng phải đáp ứng các yêu cầu của tiêu chuẩn này.

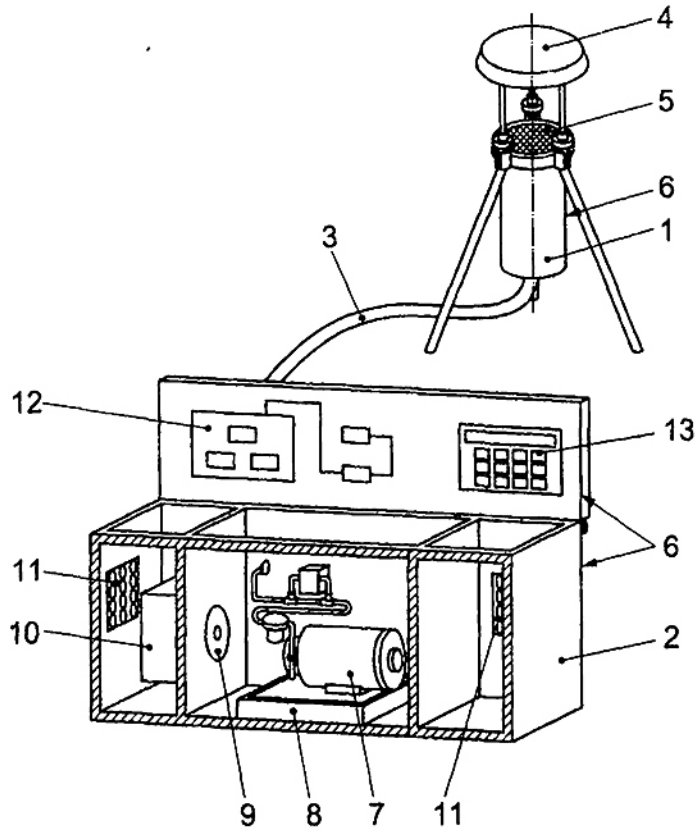
A.2 Thiết bị lấy mẫu thể tích nhỏ

A.2.1 Thiết bị lấy mẫu thể tích nhỏ theo phương pháp US EPA IP-7

Thiết bị lấy mẫu được trình bày ở Hình A.1 được thiết kế để vận hành ở 1,2 m³/h đến 1,6 m³/h và độ ồn đủ nhỏ cho phép sử dụng trong các nơi ở và văn phòng. Thiết bị lấy mẫu gồm một bơm không khí và bộ kiểm soát kèm theo đặt trong một khoang cách âm và được nối bằng ống đến modul lấy mẫu chứa cái lọc sợi thủy tinh hoặc thạch anh tròn hỗ trợ bằng một cactrit hấp thụ thủy tinh có chứa nút PUF hình trụ (xem Hình A.2). Thiết bị lấy mẫu được mô tả tại Tài liệu tham khảo [8] và [9].

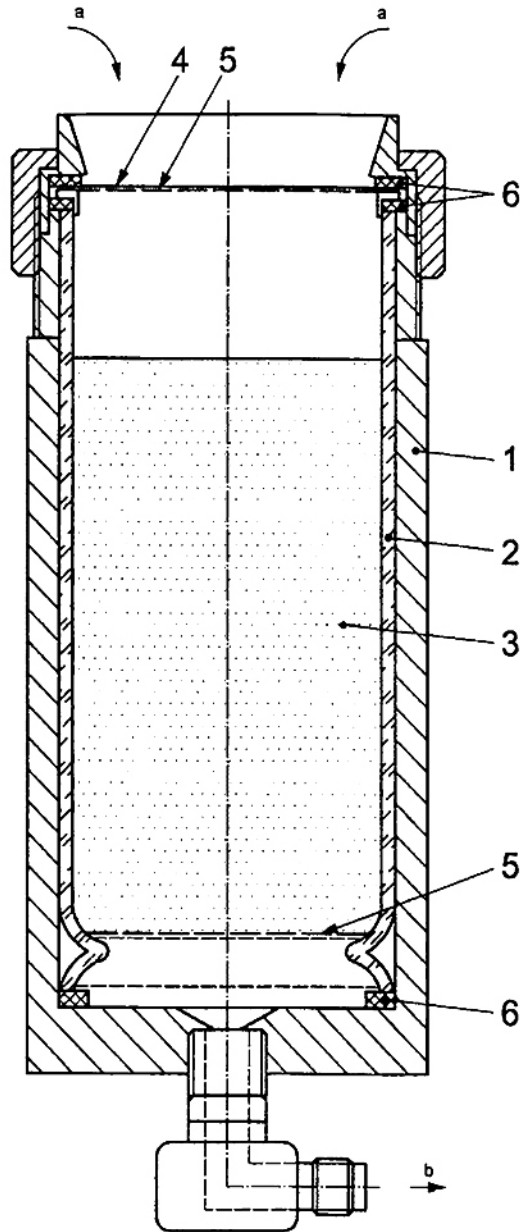
Có thể sử dụng các bơm cung cấp một lưu lượng dòng không khí như quy định, nhưng chúng phải được cách âm khi sử dụng trong những nơi ở hoặc văn phòng. Khi vận hành ở 1,2 m³/h, hệ thống bơm được mô tả ở Tài liệu tham khảo [7] và [8] đáp ứng tiêu chí về độ ồn thích hợp (PNC) 39 dB (nhỏ hơn 45 dB) (xem Tài liệu tham khảo [10]), mức này là đặc trưng cho mức ồn nền trong khu vực ở và văn phòng tư. Tuy nhiên, bơm không khí có bán sẵn có khả năng lấy mẫu ở 1,2 m³/h đến 1,6 m³/h là gần như yên tĩnh, và có thể giảm độ ồn của bơm có mức ồn lớn hơn bằng cách đặt chúng trong hộp cách âm như bộ làm mát xốp polystyren nếu chúng không bị quá nóng.

Có thể yêu cầu khoảng thời gian lấy mẫu lên đến bảy ngày để thu thập đủ mẫu để định lượng mức thấp PCB, PCDD và PCDF trong không khí trong nhà.

**CHÚ DẪN**

- 1 Modul lấy mẫu (xem Hình A.2)
- 2 Bộ bơm trong hộp cách âm, 51 cm x 35 cm x 21 cm
- 3 Ống lấy mẫu
- 4 Tấm che phủ bụi
- 5 Lưới hỗ trợ cái lọc xách tay
- 6 Lớp cách âm bằng sợi thủy tinh
- 7 Bộ đỡ
- 8 Bơm chân không
- 9 Bộ chuyển đổi dòng
- 10 Quạt
- 11 Lỗ thông
- 12 Bộ kiểm soát điện tử để kiểm soát dòng, ...
- 13 Đồng hồ lập chương trình bày ngày.

Hình A.1 – Thiết bị lấy mẫu không khí trong nhà thể tích nhỏ với bao cách âm



CHÚ DẪN

- 1 Modul lấy mẫu bằng nhôm, ống trụ, đường kính ngoài $\varnothing 64$ mm (đường kính trong $\varnothing 47$ mm) x dài 145 mm, có bộ giữ cái lọc bắt vít
 - 2 Cactric thủy tinh cho lớp hấp thụ PUF, ống trụ, đường kính ngoài $\varnothing 47$ mm (đường kính trong $\varnothing 42$ mm) x dài 125 mm
 - 3 Lớp hấp thụ PUF, loại polyete ngăn hờ, mật độ 22 mg/cm^3 , ống trụ, $\varnothing 45$ mm x dài 100 mm.
 - 4 Cái lọc bụi, sợi thủy tinh hoặc sợi thạch anh, tròn, $\varnothing 47$ mm
 - 5 Lưới hỗ trợ, vòng tròn, mở 1,2 mm (50 % diện tích hờ)
 - 6 Vòng đệm kín mềm, trơ (ví dụ PTFE), tròn.
- ^a Lối vào không khí
^b Xả

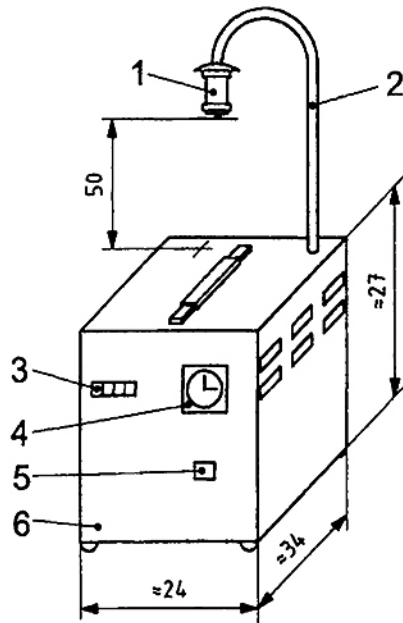
Hình A.2 – Modul lấy mẫu đối với thiết bị lấy mẫu thể tích nhỏ

A.2.2 Thiết bị lấy mẫu thể tích nhỏ VDI 3498-2

Thiết bị lấy mẫu được chỉ ra ở Hình A.3 được thiết kế để vận hành tại 2,7 m³/h đến 2,8 m³/h. Thiết bị lấy mẫu gồm một bơm không khí và hộp kiểm soát gắn kèm đặt trong một khoang và được nối bằng ống đến modul lấy mẫu giữ cái lọc sợi thủy tinh hoặc thạch anh tròn hỗ trợ bằng một cactric hấp phụ thủy tinh có chứa ống PUF hình trụ (xem Hình A.4). Thiết bị lấy mẫu được mô tả ở Tài liệu tham khảo [11]. Hệ thống lấy mẫu có thể được mua sẵn ngoài thị trường. Đầu lấy mẫu có thể thay đổi cho bộ chọn lọc đầu vào PM_{2,5} hoặc PM₁₀.

Có thể dùng bơm cung cấp lưu lượng dòng không khí, nhưng chúng phải được cách âm khi sử dụng trong nơi ở hoặc văn phòng. Hệ thống bơm được mô tả đáp ứng tiêu chí về độ ồn thích hợp (PNC) 39 dB (nhỏ hơn 45 dB), mức này là đặc trưng cho mức ồn nền trong khu vực ở và văn phòng cá nhân. Tuy nhiên, bơm không khí có bán sẵn có khả năng lấy mẫu ở 2,7 m³/h đến 2,8 m³/h là gần như yên tĩnh, và có thể giảm độ ồn của bơm có mức ồn lớn hơn bằng cách đặt chúng trong hộp cách âm như bộ làm mát bằng xốp polystyren nếu chúng không bị quá nóng. Cách khác, có thể kéo dài ống từ phòng ra ngoài.

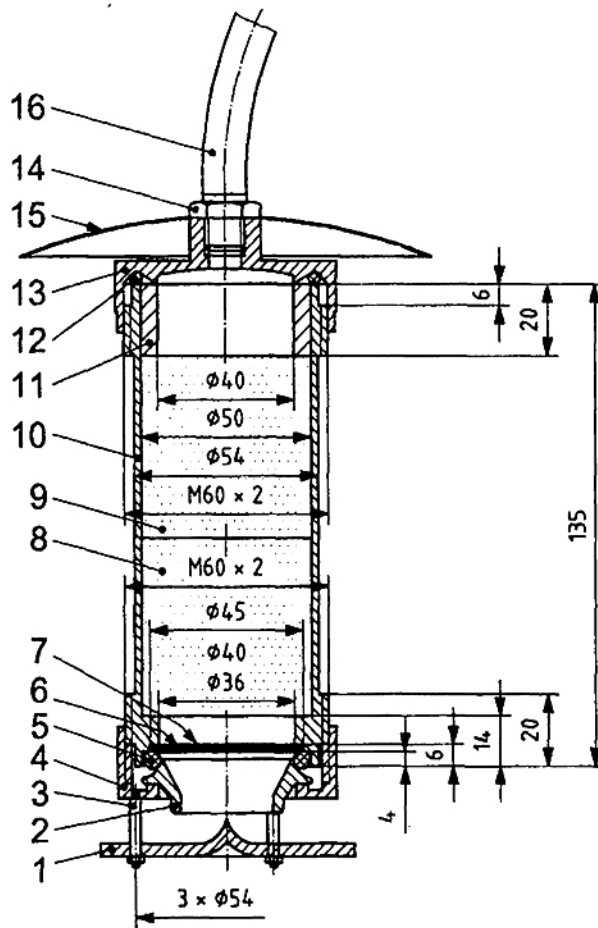
Có thể yêu cầu khoảng thời gian lấy mẫu lên đến bảy ngày để thu thập đủ mẫu để định lượng mức thấp PCB, PCDD và PCDF trong không khí trong nhà.



CHÚ DẪN

- 1 Đầu lấy mẫu
- 2 Ống hút
- 3 Bộ đếm
- 4 Đồng hồ
- 5 Công tắc
- 6 Hộp bảo vệ

Hình A.3 – Thiết bị lấy mẫu thể tích nhỏ (2,7 m³/h)

**CHÚ DẪN**

- 1 Tấm lưu lượng (thép không gỉ), $\varnothing 75$ mm, chóp nón $\varnothing 14$ mm, cao 3,5 mm
- 2 Cổng lối vào (nhôm) cứng, anot, đáy trơ $\varnothing 27$ mm, đường kính trong $\varnothing 27$ mm, đường kính ngoài $\varnothing 39$ mm, cao 15 mm, vòng hỗ trợ ngoài 50 mm
- 3 Các phần khung (thép không gỉ), chiều dài 15 mm
- 4 Bộ đỡ cái lọc với khớp vận (polycacbonat), tấm 40,5 mm, chiều cao 20 mm, đường kính trong $\varnothing 56$ mm, đường kính ngoài $\varnothing 64,5$ mm
- 5 Vòng đệm cao su, đường kính trong $\varnothing 39$ mm, độ dày 5 mm
- 6 Cái lọc sợi thủy tinh, $\varnothing 50$ mm, giữa hai vòng phẳng PTFE đường kính ngoài $\varnothing 50$ mm, đường kính trong $\varnothing 40,5$ mm và đường kính ngoài $\varnothing 50$ mm, đường kính trong $\varnothing 38$ mm
- 7 Lưới hỗ trợ, $\varnothing 40$ mm đến 44 mm, tùy thuộc vào diện tích bề mặt được hỗ trợ.
- 8 Bẫy sơ cấp PUF, chiều dài 50 mm, $\varnothing 55$ mm
- 9 Bẫy PUF phía sau, chiều dài 50 mm, $\varnothing 55$ mm với không gian không khí giữa các lớp bọt; lớp bọt hỗ trợ phải tách biệt với lớp bọt sơ cấp bằng khoảng không khí để ngăn ngừa trở kháng của dòng không khí
- 10 Cactric (ống thép không gỉ), tổng chiều dài 135 mm, đường kính trong $\varnothing 50$ mm, đường kính ngoài $\varnothing 54$ mm, giá đỡ lưới hỗ trợ 40 mm đến 44 mm. sợi thủy tinh hoặc giá đỡ vòng đệm $\varnothing 50$ mm
- 11 Đệm (vòng thép không gỉ), đường kính ngoài $\varnothing 49,5$ mm
- 12 Vòng đệm cao su, đường kính trong $\varnothing 49$ mm, độ dày 3 mm đến 3,5 mm
- 13 Nối vòng xoắn (polycacbonat), đường kính trong $\varnothing 56$ mm, đường kính ngoài $\varnothing 64,5$ mm, chiều cao 20 mm, lỗ 8,5 mm, chỉ đường kính trong $\varnothing 10,8$ mm, chỉ mảnh (12 mm)
- 14 Đai ốc khóa
- 15 Tấm chắn, đường kính ngoài $\varnothing 120$ mm
- 16 Ống hút (thép không gỉ), đường kính trong $\varnothing 9$ mm, đường kính ngoài $\varnothing 12$ mm.

Hình A.4 – Đầu lấy mẫu

A.3 Thiết bị lấy mẫu thể tích lớn

A.3.1 Yêu cầu chung

Điều này trình bày thiết bị lấy mẫu thể tích lớn vận hành ở lưu lượng dòng lên tới 16 m³/h và có thể sử dụng trong những nơi có không gian mở trong nhà lớn như phòng nghe nhạc, nhà hát và nơi làm việc có không gian mở. Chúng chỉ được sử dụng trong nhà và văn phòng khi không thể lấy được đủ thể tích mẫu với thiết bị lấy mẫu thể tích nhỏ hoặc thể tích trung bình và việc sử dụng chúng trong các trường hợp này sẽ làm xáo trộn sự thông gió thông thường của phòng hoặc tòa nhà. Cần chú ý rằng mức ồn tạo ra của thiết bị lấy mẫu thể tích lớn có thể không cho phép việc sử dụng các thiết bị này trong môi trường trong nhà ở. Ngoài ra, nhiệt từ khí xả có thể làm tăng nhiệt độ của phòng đến mức không thoải mái nếu thiết bị lấy mẫu được vận hành trong vài giờ.

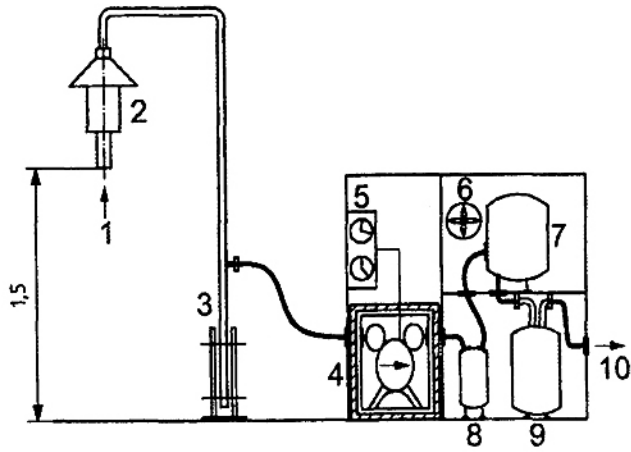
Thiết bị lấy mẫu được mô tả ở A.3.2 được thiết kế sao cho hệ thống bơm có thể được đặt ngoài nhà và được nối với modul lấy mẫu được đặt trong nhà bằng các đường ống lấy mẫu (ống/vòi hoặc ống kim loại). Tương tự, modul lấy mẫu có thể được tháo ra khỏi thiết bị lấy mẫu theo ISO 12884 như mô tả tại A.3.3 và nối với thiết bị lấy mẫu bằng đường ống lấy mẫu. Thiết bị lấy mẫu như mô tả tại A.3.4 có mức ồn nhỏ và có thể sử dụng trong nơi ở và thậm chí trong phòng ngủ trong khi mọi người vẫn đang ngủ.

A.3.2 Thiết bị lấy mẫu VDI 3498-1

Thiết bị lấy mẫu được chỉ ra ở Hình A.5 được thiết kế để vận hành ở 16 m³/h và ngoài độ ồn, thiết bị lấy mẫu được thiết kế sao cho hệ thống bơm có thể đặt ngoài nhà và được nối với modul lấy mẫu đặt trong nhà bằng đường ống lấy mẫu (ống hoặc ống kim loại). Thiết bị lấy mẫu gồm một bơm không khí và hộp kiểm soát gắn kèm đặt trong một khoang và được nối bằng ống đến modul lấy mẫu giữ cái lọc sợi thủy tinh hoặc thạch anh tròn hỗ trợ bằng một cacrit hấp thụ thủy tinh có chứa nút PUF hình trụ (xem Hình A.6). Thiết bị lấy mẫu được mô tả tại Tài liệu tham khảo [12]. Hệ thống lấy mẫu có thể được mua sẵn ngoài thị trường.

Có thể dùng bơm để cung cấp lưu lượng dòng không khí đã quy định, nhưng các bơm này phải được cách âm khi sử dụng trong nơi ở hoặc văn phòng.

Khoảng thời gian lấy mẫu từ 3 h đến vài ngày có thể được yêu cầu để thu thập đủ mẫu để định lượng mức thấp PCB, PCDD và PCDF trong không khí trong nhà.

**CHÚ DẪN**

1 Lối vào không khí

2 Đầu lấy mẫu

3 cột

4 Bơm và hai vách cách âm

5 Đồng hồ thời gian

6 Quạt

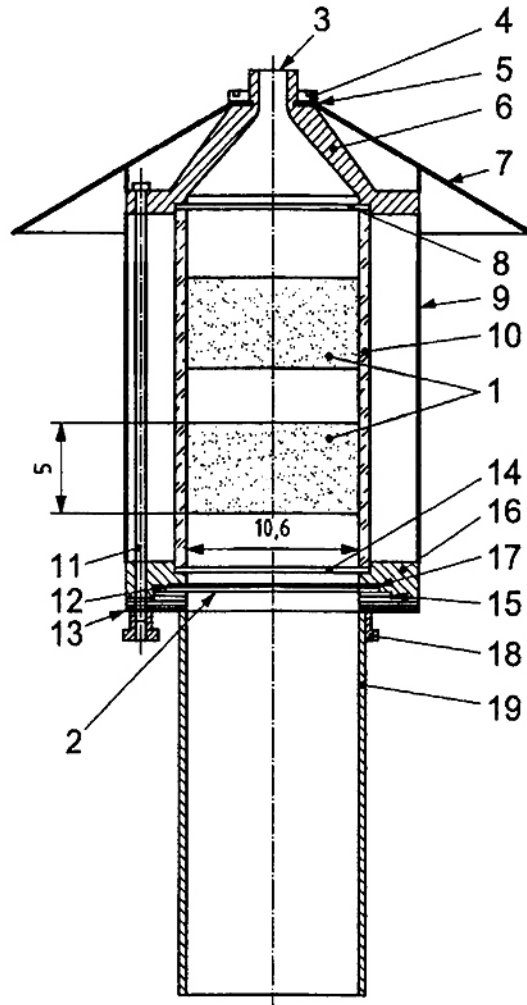
7 Bộ làm mát không khí

8 Lọc bụi

9 Đồng hồ đo khí

10 Xả

Hình A.5 – Thiết bị lấy mẫu VDI 3498-1

**CHÚ DẪN**

- | | |
|--|--|
| 1 Bã bột polyuretan, \varnothing 110 mm x dài 50 mm | 11 Sợi chỉ |
| 2 Cái lọc thủy tinh nhám hoặc cái lọc sợi thạch anh, 120 mm | 12 Giá đỡ cái lọc (thép không gỉ) |
| 3 Cổng vào | 13 Mặt bích nhôm với cổng lối vào |
| 4 Sợi chỉ | 14 Vòng đệm |
| 5 Vòng đệm làm kín | 15 Vòng đệm [polytetrafluoetylen (PTFE)] |
| 6 Đầu vào | 16 Mặt bích nhôm |
| 7 Tấm che chắn | 17 Vòng đệm (PTFE) |
| 8 Vòng đệm | 18 Sợi chỉ (đồng thau) |
| 9 Bộ bảo vệ ánh sáng (UVA) (không cần cho phép đo không khí trong nhà) | 19 Ống lối vào (nhôm), dài 200 mm, đường kính trong 100 mm |
| 10 Ống trụ thủy tinh | |

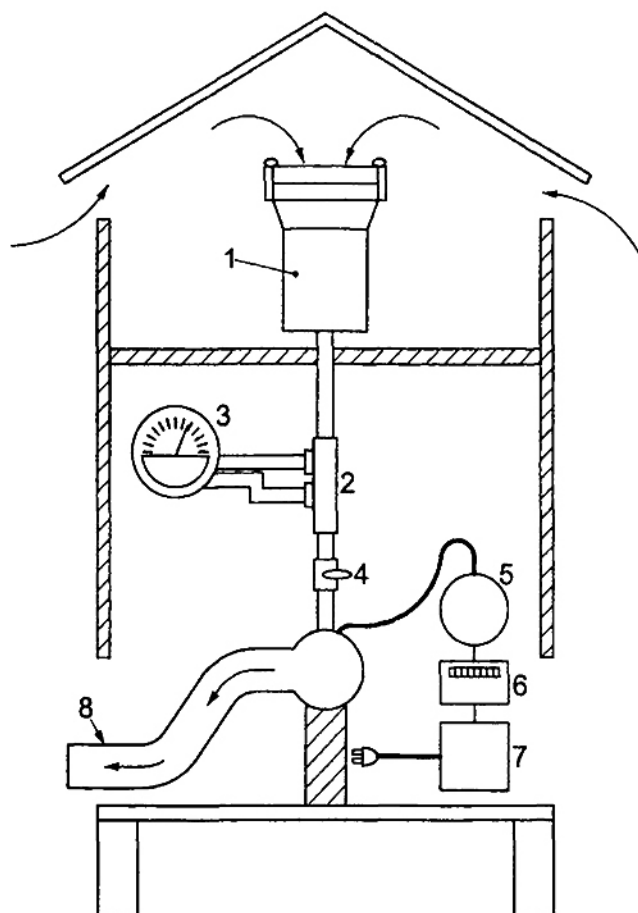
Hình A.6 – Đầu lấy mẫu VDI 3498-1

A.3.3 Thiết bị lấy mẫu theo ISO 12884

Thiết bị lấy mẫu không khí ngoài trời được mô tả tại ISO 12884 có thể được làm phù hợp cho việc sử dụng trong nhà để thu thập PCB, PCDD và PCDF từ không khí trong nhà ở lưu lượng lấy mẫu lớn (ví dụ 6 m³/h đến 16 m³/h). Thiết bị lấy mẫu tương tự được dựa trên Phương pháp Compendium của cơ quan bảo vệ môi trường Hoa Kỳ TO-9A đối với polychloro dibenzo-p-dioxin và dibenzofuran trong không khí xung quanh (Tài liệu tham khảo [7]). Thiết bị lấy mẫu của thiết kế này có bán sẵn rộng rãi trên thị trường. Sơ đồ hút của thiết bị lấy mẫu được trình bày ở Hình A.7. Thiết bị lấy mẫu gồm một thiết bị kiểm soát dòng, đồng hồ đo áp suất để đo sự giảm áp, modul lấy mẫu và đồng hồ đặt khoảng thời gian và ống xả khí để đưa khí xả cách xa ít nhất 3 m tính từ thiết bị lấy mẫu nhằm ngăn ngừa sự tái tuần hoàn của không khí đã lấy mẫu (Tài liệu tham khảo [13]). Nếu có thể, khí xả cần phải được thông ra ngoài phòng hoặc tòa nhà trong quá trình lấy mẫu.

Modul lấy mẫu đối với thiết bị lấy mẫu này là giống với modul được trình bày tại Hình 2. Modul bao gồm một giá đỡ cái lọc bằng kim loại [phần 9 trong Hình 2b)] có khả năng giữ cái lọc tròn kích thước 104 mm được hỗ trợ bằng một lưới thép không gỉ với diện tích mở 50 % và gắn với ống trụ bằng kim loại [phần 13 của Hình 2 b)] có khả năng giữ cactric chất hấp phụ bằng thủy tinh borosilicat đường kính ngoài Ø 64 mm (đường kính trong Ø 58 mm) x 125 mm. Giá đỡ cái lọc được kèm với vòng đệm kín bên trong (ví dụ polytetrafluoetylen) đặt trên mặt của cái lọc. Tương tự, sử dụng vòng đệm trợ mềm (ví dụ bằng cao su silicon) để làm kín khí tại từng đầu chóp của cactric hấp phụ. Cactric hấp thụ thủy tinh được lõm xuống 20 mm so với đầu thấp hơn để hỗ trợ cho lưới thép không gỉ 1,2 mm (50 % diện tích mở) giữ lớp chất hấp phụ, gồm một ngăn mở hình trụ loại polyete-PUF, khối lượng riêng 22 mg/cm³, Ø 62 mm x 100 mm dài. Cactric hấp thụ thủy tinh kết với phần 13 [Hình 2 b)], được vặn vào phần 9 [Hình 2 b)] cho đến khi cactric hấp phụ được gắn kín giữa các vòng đệm. Modul lấy mẫu được mô tả ở Tài liệu tham khảo [6] và [7]. Modul lấy mẫu tương tự có bán sẵn trên thị trường.

Thiết bị lấy mẫu có độ ồn lớn, nhưng có thể được sử dụng trong nhà ở những diện tích rất lớn, nơi mức ồn là không cần quan tâm. Cách khác, modul lấy mẫu có thể được đặt trong nhà và được nối với bơm bằng đường lấy mẫu đi qua cửa sổ hoặc tường nhà.

**CHÚ DẪN**

- 1 Modul lấy mẫu
- 2 Bộ kiểm soát dòng
- 3 Đồng hồ đo chân không
- 4 Van kiểm soát dòng
- 5 Bộ biến đổi điện thế (để điều chỉnh lưu lượng dòng)
- 6 Đồng hồ đo thời gian trễ
- 7 Đồng hồ thời gian bảy ngày
- 8 Ống xả, dài từ 3 m đến 4 m.

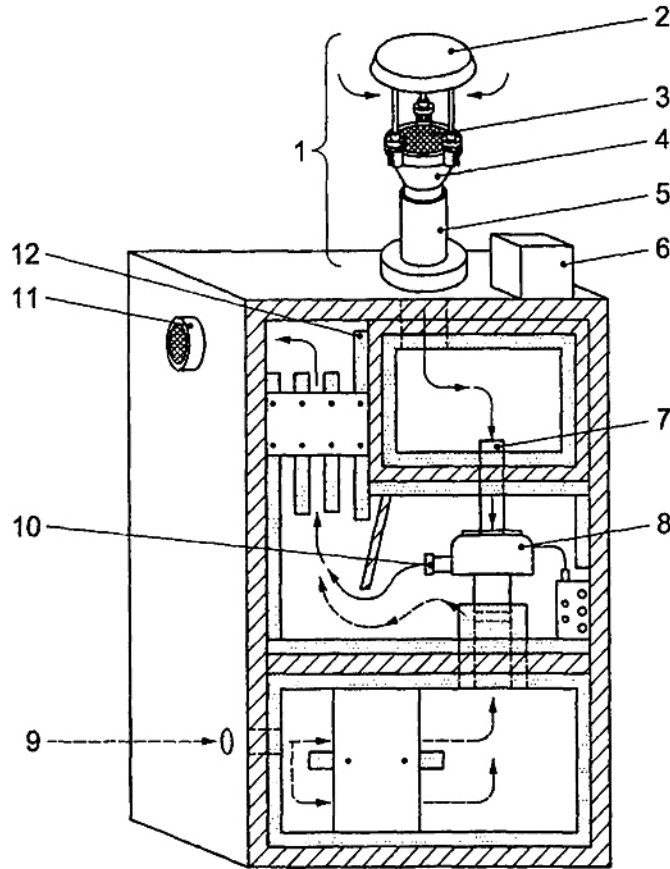
Hình A.7 – Thiết bị lấy mẫu ISO 12884

A.3.4 Thiết bị lấy mẫu thể tích lớn độ ồn nhỏ

Thiết bị lấy mẫu dưới đây được cách âm sao cho nó có thể được dùng trong các nơi ở. Thiết bị này được mô tả trong các tài liệu (xem Tài liệu tham khảo [9], [14] và [15]). Thiết bị lấy mẫu có thể được dùng ở dải lưu lượng từ 6 m³/h đến 16 m³/h.

Thiết bị lấy mẫu được bao bọc trong một hộp kín thô cao 91 cm x 58 cm dài x rộng 47 cm với hấp thụ âm tốt. Hộp được làm bằng gỗ nhẹ có khớp rãnh bịt kín bằng latex. Tấm sợi thủy tinh bán cứng, cắt để khít với xung quanh và vách ngăn trong hộp là môi trường hấp thụ âm cơ bản. Một mặt của hộp cách âm có thể được tháo ra để thanh tra và bảo dưỡng các cấu phần bên trong của thiết bị, nếu cần. Lưu lượng không khí được cung cấp bằng một mô-tơ chân không theo vòng (bypass) được ghép cặp với bộ

thông gió lối vào không khí có khung cách ly với độ rung và một vòng đệm xốp ngăn kín. Điều này cung cấp kín khí giữa mặt bích của khung và buồng ở lối vào. Thiết bị lấy mẫu được thiết kế đáp ứng giá trị tiêu chí mức ồn thích hợp NC-35, được so sánh với mức ồn nền trong một phòng ngủ điển hình. Thiết bị lấy mẫu sử dụng modul lấy mẫu giống nhau như được trình bày tại Hình 2 (được mô tả ở A.3.3). Sơ đồ hút của thiết bị lấy mẫu được trình bày ở Hình A.8.



CHÚ DẪN

- 1 Modul lấy mẫu
- 2 Tấm che phủ bụi
- 3 Lưới hỗ trợ cái lọc bụi
- 4 Giá đỡ cái lọc bụi
- 5 Giá đỡ cacritrit PUF
- 6 Hộp kiểm soát điện tử (bộ kiểm soát dòng, đồng hồ thời gian,...)
- 7 Buồng chân không và lối vào bơm
- 8 Bơm chân không với mô tơ tự làm mát, theo vòng
- 9 Lối vào không khí làm mát mô tơ
- 10 Xả
- 11 Vách ngăn âm thanh bán cứng sợi thủy tinh

CHÚ THÍCH Ống cần được nối với ống xả (11) để đưa khí xả cách xa ít nhất ba mét so với thiết bị lấy mẫu và nên đặt ở ngoài phòng hoặc tòa nhà được lấy mẫu.

Hình A.8 – Thiết bị lấy mẫu không khí trong nhà thể tích lớn với bao cách âm

Phụ lục B

(Quy định)

Xác định hiệu suất lấy mẫu hoặc hiệu suất lưu động lực

Hiệu suất lấy mẫu (E_s) được xác định bằng cách thêm chuẩn một dung dịch hợp chất quan tâm (hoặc lựa chọn đại diện) bao gồm cả phần lớn PCB/PCDD/PCDF bay hơi quan tâm lên cái lọc bụi được hỗ trợ bằng cactric hấp thụ, sau đó hút qua modul lấy mẫu đồng bộ một thể tích không khí tương đương với thể tích lớn nhất sẽ lấy.

Xác định hiệu suất lưu động lực (E_r) được xác định bằng cách thêm chuẩn trực tiếp chất hấp phụ, đặt chúng phía sau cái lọc sạch trong modul lấy mẫu, và cách khác, tiến hành theo quy trình tương tự.

Để xác định E_s , phải thêm từng giọt dung dịch thêm chuẩn lên cái lọc, sao cho để tải đồng đều và tránh sự quá bão hòa. Để xác định E_r , bơm cẩn thận dung dịch thêm chuẩn vào bề mặt ở lối vào của lớp hấp thụ theo cách sẽ áp dụng cho dung dịch đi qua đồng đều bề mặt và với một độ dày không quá 1 cm. Dung dịch thêm chuẩn phải ở trong một dung môi bay hơi, như n-hexan hoặc diclometan. Mức độ thêm chuẩn phải tương ứng với ít nhất 3 lần nhưng không quá 10 lần nồng độ các hợp chất mục tiêu được dự đoán trong không khí được hút qua modul lấy mẫu. Cái lọc đã thêm chuẩn hoặc lớp hấp thụ phải được sấy khô trong khoảng một giờ ở một nơi sạch, tránh ánh sáng chiếu trực tiếp vào trước khi hút không khí qua hệ thống.

Tốc độ lấy mẫu và khoảng thời gian lấy mẫu phải tương tự như được lập kế hoạch trong chương trình. Nhiệt độ xung quanh trong phép thử cũng phải xấp xỉ với nhiệt độ dự kiến trong khoảng thời gian lấy mẫu.

Để xác định hiệu suất lấy mẫu, chất hấp phụ và cái lọc đã thêm chuẩn phải được phân tích riêng biệt và lấy lượng thêm chuẩn ban đầu trừ đi các chất còn giữ lại trên cái lọc để tính hiệu suất lấy mẫu. Để xác định hiệu suất lưu động lực, chỉ chất hấp thụ được phân tích.

Hiệu suất lấy mẫu đối với một chất phân tích, tính theo phần trăm, được tính theo Công thức (B.1):

$$E_s = \frac{m}{m_0 - m_R} \times 100 \quad (1)$$

Trong đó

m là khối lượng chất phân tích được chiết khỏi chất hấp thụ sau khi không khí được hút qua chất hấp thụ, tính bằng picogam (pg);

m_0 là khối lượng chất phân tích được áp dụng ban đầu cho cái lọc, tính bằng picogam (pg).

m_R là khối lượng chất phân tích còn giữ lại trên cái lọc sau khi không khí được hút qua nó, tính bằng picogam (pg).

Hiệu suất lấy mẫu phải trong khoảng từ 75 % đến 125 %. Không chấp nhận các trường hợp có hiệu suất lấy mẫu nhỏ hơn 50 % hoặc lớn hơn 150 %.

Hiệu suất giữ động lực, tính bằng phần trăm được tính theo Công thức (B.2):

$$E_r = \frac{m}{m_0} \times 100 \quad (\text{B.2})$$

Trong đó m_0 là khối lượng chất phân tích được áp dụng ban đầu với lớp chất hấp thụ, tính bằng picogram (pg).

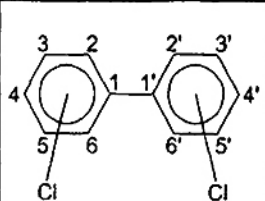
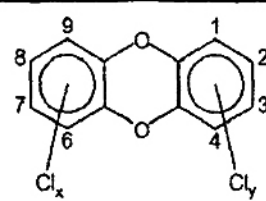
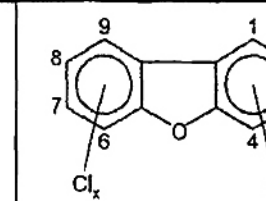
% E_r thông thường được tìm thấy xấp xỉ bằng hoặc thấp hơn một chút so với % E_s đối với các hợp chất hữu cơ bán bay hơi. Khoảng được chấp nhận áp dụng cho % E_r tương tự với % E_s .

Phụ lục C
(Tham khảo)

Cấu trúc, độc tính và tính toán độ độc tương đương

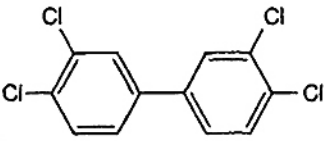
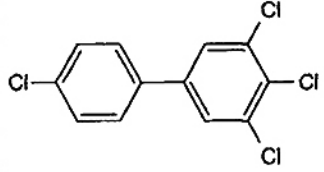
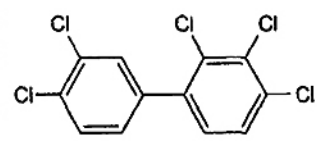
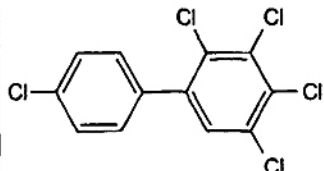
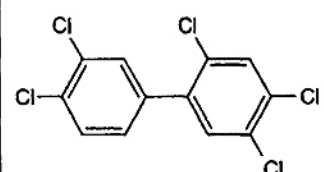
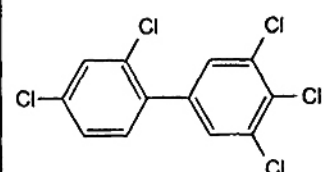
C.1 Cấu trúc tổng quát của PCB, PCDD và PCDF

Bảng C.1 – Cấu trúc của PCB, PCDD và PCDF và một số đồng phân có thể

Số nguyên tử clo			
	PCB Polyclo hóa biphenyl	PCDD Polyclo hóa dibenzodioxin	PCDF Polyclo hóa dibenzofuran
	Số đồng phân PCB	Số đồng phân CDD	Số đồng phân CDF
1	3	2	4
2	12	10	16
3	24	14	28
4	42	22	38
5	46	14	28
6	42	10	16
7	24	2	4
8	12	1	1
9	3	—	—
10	1	—	—
Tổng	209	75	135

C.2 Cấu trúc của các PCB đồng phẳng lựa chọn

Bảng C.2 – Cấu trúc của 12 polychloro biphenyl đồng phẳng lựa chọn

Tên UICPA và tên đồng nghĩa	Công thức thực nghiệm	Khối lượng phân tử g/mol	Công thức cấu tạo
3,3',4,4'-tetrachlorobiphenyl (3,3',4,4'-TeCB) PCB 77	$C_{12}H_6Cl_4$	291,9	
3,4,4',5-tetrachlorobiphenyl (3,4,4',5-TeCB) PCB 81	$C_{12}H_6Cl_4$	291,9	
2,3,3',4,4'-pentachlorobiphenyl (2,3,3',4,4'-PeCB) PCB 105	$C_{12}H_5Cl_5$	326,4	
2,3,4,4',5-pentachlorobiphenyl (2,3,4,4',5-PeCB) PCB 114	$C_{12}H_5Cl_5$	326,4	
2,3',4,4',5-pentachlorobiphenyl (2,3',4,4',5-PeCB) PCB 118	$C_{12}H_5Cl_5$	326,4	
2',3,4,4',5-pentachlorobiphenyl (2',3,4,4',5-PeCB) PCB 123	$C_{12}H_5Cl_5$	326,4	

Bảng C.2 – (kết thúc)

Tên UICPA và tên đồng nghĩa	Công thức thực nghiệm	Khối lượng phân tử g/mol	Công thức cấu tạo
3,3',4,4',5-Pentaclorobiphenyl (3,3',4,4',5-PeCB) PCB-126	$C_{12}H_5Cl_5$	326,4	
2,3,3',4,4',5-hexaclorobiphenyl (2,3,3',4,4',5-HxCB) PCB-156	$C_{12}H_4Cl_6$	360,9	
2,3,3',4,4',5'-Hexaclorobiphenyl (2,3,3',4,4',5'-HxCB) PCB-157	$C_{12}H_4Cl_6$	360,9	
2,3',4,4',5,5'-Hexaclorobiphenyl (2,3',4,4',5,5'-HxCB) PCB-167	$C_{12}H_4Cl_6$	360,9	
3,3',4,4',5,5'-Hexaclorobiphenyl (3,3',4,4',5,5'-HxCB) PCB-169	$C_{12}H_4Cl_6$	360,9	
2,3,3',4,4',5,5'-Heptaclorobiphenyl (2,3,3',4,4',5,5'-HpCB) PCB-189	$C_{12}H_3Cl_7$	396,3	

C.3 Độc tính và tính toán độ độc tương đương đối với PCDD/PCDF và PCB

Trong môi trường, PCDD/PCDF đặc biệt không bao giờ xuất hiện như một hợp chất đơn lẻ nhưng luôn luôn là hỗn hợp phức chất gắn với hợp chất khác có cấu trúc liên quan ("giống dioxin") như PCB.

Hệ thống TEQ sử dụng 2,3,7,8-TCDD làm chuẩn với độc tính của các hợp chất khác được so với độ độc tương đương (TEQ). Việc chuẩn hóa này được dựa trên giả thiết PCDD/F và hợp chất giống dioxin hoạt động qua cơ chế hoạt động như nhau. Hiệu ứng độc được đánh giá qua nghiên cứu độ độc tính tiểu mãn tính và từ các đặc tính hóa sinh nhất định như khả năng gắn vật nhận Ah.

Khả năng gây độc của một đồng loại đơn lẻ được chỉ thị qua hệ số độ độc tương đương (TEF) của nó mô tả từng độc tính liên quan đến hiệu ứng độc của 2,3,7,8-TCDD. Để tính toán TEQ, lượng hoặc nồng độ của mỗi đồng loại tương ứng được nhân với TEF tương ứng. Khi tất cả đồng loại được nêu là "tương đương 2,3,7,8-TCDD", đơn giản chúng có thể cộng với nhau và kết quả TEQ đại diện cho tổng độc tính của hỗn hợp.

Thậm chí nếu vẫn còn những xem xét không chắc chắn độc tính của PCDD/PCDF, hệ số độ độc tương đương quốc tế (I-TEF) đã được thiết lập bởi NATO/CCMS (Tài liệu tham khảo [16]) (xem Bảng C.3) và gần đây bởi WHO (Tài liệu tham khảo [5]) tiêu chuẩn hóa độc tính của 2,3,7,8-Cl thế nhóm dioxin và furan và PCB giống dioxin. Đối với tất cả đồng loại khác có thể có trong mẫu, giá trị TEQ được ấn định bằng không (zero).

Kế hoạch NATO/CCMS đã được quốc tế chấp thuận làm sở sở để xác định TEQ. Trong những năm gần đây, độc tính của PCDD/PCDF được báo cáo chủ yếu theo I-TEQ.

Phần lớn kế hoạch TEQ gần đây, được Tổ chức Y tế thế giới (WHO) và Chương trình quốc tế về An toàn hóa chất (IPCS) phát triển, tiêu chuẩn hóa độc tính của 17 đồng loại dioxin và furan và lần đầu tiên tiêu chuẩn hóa 12 PCB giống dioxin (Tài liệu tham khảo [5]). Những xem xét PCB đã được liệt kê trong đề xuất của WHO cho thấy độc tính có thể so sánh như PCDD/PCDF với nguyên tử clo thế chỗ tại vị trí 2,3,7,8. Độc tính này phản ánh kiến thức hiện tại về hiệu ứng độc của PCDD/PCDF và PCB giống dioxin (xem Bảng C.3).

Cách tiếp cận WHO-TEQ được liên kết với khuyến cáo của WHO xem xét lượng cho phép hàng ngày (TDI) đối với con người không được vượt quá từ 1 pg đến 4 pg WHO-TEQ/kg trọng lượng cơ thể (kể cả PCB). TDI khuyến cáo được dựa trên hiệu ứng tới hạn (bao gồm hệ phát triển, sinh sản, học môn, miễn dịch và hiệu ứng phản ứng thần kinh), mối quan hệ liều-đáp ứng và ngoại suy nguy cơ định lượng.

Trong ngữ cảnh đánh giá rủi ro hội nhập quốc tế, cần dựa trên phần lớn kiến thức hiện thời, hợp lý để đánh giá hệ thống WHO-TEQ_{PCB} và để thảo luận WHO-TDI như một thang đánh giá để đánh giá rủi ro trong tương lai ở mức độ quốc tế.

Thường tiến hành tính kết quả PCDD/PCDF TEQ bằng cách sử dụng hệ số độ độc tương đương quốc tế (I-TEF) của NATO/CCMS (xem ở trên). Việc tính toán TEQ của PCDD/PCDF và PCB giống dioxin

TCVN 10736-13:2016

(đồng phẳng và không phải ortho-PCB) chỉ có thể sử dụng hệ số độ độc tương đương của WHO (WHO-TEQ_{PCB}). Cả hai chương trình tính toán là không tương thích (xem Bảng C.3). Do trường hợp một số nước tính toán theo (I-TEQ) NATO/CCMS và một số nước khác tính theo WHO (WHO-TEQ_{PCB}) là bắt buộc, nên kết quả và chương trình tính toán phải được báo cáo.

Bảng C.3 – Hệ số độ độc tương đương WHO (WHO-TEF) (Tài liệu tham khảo [5]) và hệ số độ độc tương đương quốc tế (I-TEF) (Tài liệu tham khảo [16])

Đồng loại	WHO-TEF	I-TEF
2,3,7,8-TCDD	1	1
1,2,3,7,8-PeCDD	1	0,5
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	0,1
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	0,1
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	0,1
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01	0,01
OCDD	0,000 3	0,001
2,3,7,8-TCDF	0,1	0,1
1,2,3,7,8-PeCDF	0,03	0,05
2,3,4,7,8-PeCDF	0,3	0,5
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1	0,1
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1	0,1
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1	0,1
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1	0,1
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01	0,01
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01	0,01
OCDF	0,000 3	0,001
Không ortho PCB		
3,4,4',5'-TeCB (81)	0,000 1	—
3,3',4,4'-TeCB(77)	0,000 3	—
3,3',4,4',5'-PeCB (126)	0,1	—
3,3',4,4',5,5'-HxCB (169)	0,03	—
Mono-ortho PCB		
2,3,3',4,4'-PeCB (105)	0,000 03	—
2,3,4,4',5'-PeCB (114)	0,000 03	—
2,3',4,4',5'-PeCB (118)	0,000 03	—
2',3,4,4',5'-PeCB (123)	0,000 03	—
2,3,3',4,4',5'-HxCB (156)	0,000 03	—
2,3,3',4,4',5,5'-HxCB (157)	0,000 03	—
2,3',4,4',5,5'-HxCB (167)	0,000 03	—
2,3,3',4,4',5,5'-HpCB (189)	0,000 03	—

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 6751(ISO 9169) về Chất lượng không khí – Định nghĩa và xác định đặc trưng tính năng của hệ thống đo tự động
- [2] ISO 12219-1, *Indoor air – Road vehicles – Part 1: Whole vehicle test chamber – Specification and method for the determination of volatile organic compounds in car interiors*
- [3] ISO 16017-1, *Indoor, ambient and workplace air – Sampling and analysis of volatile organic compounds by sorbent tube/thermal desorption/capillary gas chromatography – Part 1: Pumped sampling*
- [4] ISO 16017-2, *Indoor, ambient and workplace air – Sampling and analysis of volatile organic compounds by sorbent tube/thermal desorption/capillary gas chromatography – Part 2: Diffusive sampling*
- [5] VAN DEN BERG, M., BIRNBAUM, L.S., DENISON, M., DE VITO, M., FARLAND, W., FEELEY, M., FIEDLER, H., HAKANSSON, H., HANBERG, A., HAWS, L., ROSE, M., SAFE, S., SCHRENK, D., TOHYAMA, C., TRITSCHER, A., TUOMISTO, J., TYSKLIND, M., WALKER, N., PETERSON, R.E. The 2005 World Health Organization reevaluation of human and mammalian toxic equivalency factors for dioxins and dioxin-like compounds. *Toxicol. Sci.* 2006, **93**, pp. 223-241 or http://www.who.int/ipcs/assessment/tef_update/en/
- [6] LEWIS, R.G., JACKSON, M.D. Modification and evaluation of a high-volume air sampler for pesticides and other semivolatile industrial organic chemicals. *Anal. Chem.* 1982, **54**, pp. 592-594
- [7] EPA Compendium Method TO-9A, *Determination of polychlorinated, polybrominated and brominated/chlorinated dibenzo-p-dioxins and dibenzofurans in ambient air.* Compendium of Methods for the Determination of Toxic Organic Compounds. In: *Ambient Air*, 2nd ed., EPA Report No. EPA/625/R-96/010b, U.S. Environmental Protection Agency, Research Triangle Park, NC, USA, 1999
- [8] WILSON, N.K., KULHMAN, M.R., CHUANG, J.C. Sampling polycyclic aromatic hydrocarbons and related semivolatile organic compounds in indoor air. *Indoor Air* 1991, **4**, pp. 513-523
- [9] WINBERRY, W.T., FOREHAND, L., MURPHY, N.T., CEROLI, A., PHINNEY, B., EVANS, A. *Methods for determination of indoor pollutants: EPA methods.* Noyes Data Corporation, Park Ridge, NJ, USA, 1993
- [10] BERNANEK, L.L., BLAZIER, W.E., FIGWER, J.J. Preferred noise criterion (PNC) curves and their application to rooms. *J. Acoust. Soc. Am.* 1971, **50**, pp. 1223-1228
- [11] VDI 3498-2, *Messen von Immissionen — Messen von Innenraumluft — Messen von polychlorierten Dibenzo-p-dioxinen und Dibenzofuranen; Verfahren mit kleinem Filter* [Ambient air measurement — Indoor air measurement — Measurement of polychlorinated dibenzo-p-dioxins and dibenzofurans; Method using small filters]
- [12] VDI 3498-1, *Messen von Immissionen — Messen von Innenraumluft — Messen von polychlorierten Dibenzo-p-dioxinen und Dibenzofuranen; Verfahren mit großem Filter* [Ambient air measurement — Indoor air measurement — Measurement of polychlorinated dibenzo-p-dioxins and dibenzofurans; Method using large filters]
- [13] LEWIS, R.G., ZIMMERMAN, N.J. Danger of recirculation in Hi-Vols. *Anal. Qual. Contr. Newsl.* 1976, **28**, pp. 7-8
- [14] WILSON, N.K., CHUANG, J.C., MARK, G.A., HOWES JR., J.E. A quiet sampler for the collection of semivolatile organic pollutants in indoor air. *Environ. Sci. Technol.*, 1989, **23**, pp. 1112-1116

TCVN 10736-13:2016

- [15] *Development of a sampler for particulate-associated and low volatility organic pollutants in indoor air.* EPA Report No. EPA/600/4-85/079, U.S. Environmental Protection Agency, Research Triangle Park, NC, USA, 1985
- [16] NATO/COMMITTEE for the CHALLENGES of MODERN SOCIETY. *Project for international information exchange on dioxins, furans and related chemicals — Toxicity equivalent factor method of risk assessment for complex mixtures of dioxins and related compounds.* CCMS Report No. 176, August 1998
-