

Số: 10 /2019/TT-BYT

Hà Nội, ngày 10 tháng 6 năm 2019

THÔNG TƯ

Ban hành Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia - Giá trị giới hạn tiếp xúc cho phép đối với 50 yếu tố hóa học tại nơi làm việc

Căn cứ Luật an toàn, vệ sinh lao động số 84/2015/QH13 ngày 25 tháng 6 năm 2015;

Căn cứ Luật tiêu chuẩn và quy chuẩn kỹ thuật số 68/2006/QH13 ngày 29 tháng 6 năm 2006;

Căn cứ Nghị định số 127/2007/NĐ-CP ngày 01 tháng 8 năm 2007 của Chính phủ quy định chi tiết thi hành một số điều của Luật tiêu chuẩn và Quy chuẩn kỹ thuật;

Căn cứ Nghị định số 75/2017/NĐ-CP ngày 20 tháng 6 năm 2017 của Chính phủ quy định chức năng, nhiệm vụ, quyền hạn và cơ cấu tổ chức của Bộ Y tế;

Theo đề nghị của Cục trưởng Cục Quản lý môi trường y tế;

Bộ trưởng Bộ Y tế ban hành Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia - Giá trị giới hạn tiếp xúc cho phép 50 yếu tố hóa học tại nơi làm việc.

Điều 1. Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về yếu tố hóa học

Ban hành kèm theo Thông tư này QCVN 03:2019/BYT - Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia - Giá trị giới hạn tiếp xúc cho phép đối với 50 yếu tố hóa học tại nơi làm việc.

Điều 2. Hiệu lực thi hành

1. Thông tư này có hiệu lực từ ngày 09 tháng 12 năm 2019.

2. Tiêu chuẩn vệ sinh lao động đối với các yếu tố: Aceton; Acid acetic; Acid hydrochloric; Acid sulfuric; Amonia; Anilin; Arsenic và hợp chất; Arsin; Benzen; n-Butanol; Cadmi và hợp chất; Carbon dioxide; Carbon disulfide; Carbon monoxide; Carbon tetrachloride; Chlor; Chloroform; Chromi (III) dạng hợp chất; Chromi (VI) (dạng hòa tan trong nước); Chromi (VI) oxide; Cobalt và hợp chất; Dichloromethan; Đồng (bụi); Đồng (hơi, khói); Ethanol; Fluor; Fluoride; Formaldehyde; n-Hexan; Hydro cyanide; Hydro sulfide; Kẽm oxide; Mangan và các hợp chất; Methanol; Methyl acetat; Nhôm và các hợp chất; Nicotin; Nitơ dioxide; Nitơ monoxide; Nitro benzen; Nitrotoluen; Phenol; Selen

dioxide; Selen và các hợp chất; Sulfur dioxide; Toluene; 2,4,6 –Trinitrotoluen; Vinyl chloride; Xăng; Xylen trong Tiêu chuẩn Vệ sinh lao động ban hành theo Quyết định số 3733/2002/QĐ-BYT ngày 10 tháng 10 năm 2002 của Bộ trưởng Bộ Y tế hết hiệu lực kể từ ngày Thông tư này có hiệu lực.

Điều 3. Trách nhiệm thi hành

Chánh văn phòng Bộ, Chánh thanh tra Bộ, Cục trưởng Cục Quản lý môi trường y tế, Vụ trưởng, Cục trưởng, Tổng cục trưởng thuộc Bộ Y tế, Thủ trưởng các cơ quan, đơn vị trực thuộc Bộ, Giám đốc Sở Y tế các tỉnh, thành phố trực thuộc Trung ương, Thủ trưởng cơ quan y tế các Bộ, ngành và các tổ chức, cá nhân liên quan chịu trách nhiệm thi hành Thông tư này.

Trong quá trình thực hiện nếu có khó khăn, vướng mắc, các cơ quan, tổ chức, cá nhân phản ánh về Bộ Y tế (Cục Quản lý môi trường y tế) để nghiên cứu giải quyết./.

Nơi nhận:

- Ủy ban về CVĐXH của Quốc hội (để giám sát);
- Văn phòng Chính phủ; (Công báo, Vụ KGVX, Công TTĐT Chính phủ);
- Bộ Tư pháp (Cục KTVBQPPL);
- Bộ, cơ quan ngang bộ, cơ quan thuộc Chính phủ;
- BHXH Việt Nam;
- HĐND, UBND các tỉnh, thành phố trực thuộc TW;
- Sở Y tế các tỉnh, thành phố trực thuộc TW;
- Bộ trưởng (để báo cáo);
- Các thứ trưởng (để biết);
- Các đơn vị trực thuộc Bộ Y tế;
- Y tế các bộ, ngành;
- Các Vụ, Cục, Tổng cục, TTra Bộ, VP Bộ;
- Công TTĐT Bộ Y tế;
- Lưu: VT, K2ĐT (02b), MT (03b), PC (02b).

**KT. BỘ TRƯỞNG
THỨ TRƯỞNG**



Nguyễn Trường Sơn



CỘNG HÒA XÃ HỘI CHỦ NGHĨA VIỆT NAM

QCVN 03: 2019/BYT

**QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA
GIÁ TRỊ GIỚI HẠN TIẾP XÚC CHO PHÉP
CỦA 50 YẾU TỐ HÓA HỌC TẠI NƠI LÀM VIỆC**

National Technical Regulation on Permissible Exposure

Limit Value of 50 chemicals at the Workplace

HÀ NỘI – 2019

Lời nói đầu

QCVN 03 :2019/BYT do Ban soạn thảo quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về vệ sinh lao động biên soạn, Cục Quản lý môi trường y tế trình duyệt, Bộ Khoa học và Công nghệ thẩm định và được ban hành theo Thông tư số 10/2019/TT-BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019 của Bộ trưởng Bộ Y tế.

QUY CHUẨN KỸ THUẬT QUỐC GIA
GIÁ TRỊ GIỚI HẠN TIẾP XÚC CHO PHÉP CỦA 50 YẾU TỐ HÓA HỌC
TẠI NƠI LÀM VIỆC

National Technical Regulation on Permissible Exposure

Limit Value of 50 chemicals at the Workplace

I. QUY ĐỊNH CHUNG

1. Phạm vi điều chỉnh

Quy chuẩn này quy định giá trị giới hạn tiếp xúc cho phép 50 yếu tố hóa học trong không khí nơi làm việc, bao gồm: Aceton; acid acetic; acid hydrochloric; acid sulfuric; amonia; anilin; arsenic và hợp chất; arsin; benzen; n-butanol; cadmi và hợp chất; carbon dioxide; carbon disulfide; carbon monoxide; carbon tetrachloride; chlor; chloroform; chromi (III) (dạng hợp chất); chromi (VI) (dạng hòa tan trong nước) như hexavalent chromi; chromi (VI) oxide; cobalt và hợp chất; dichloromethan; đồng và hợp chất (dạng bụi); đồng và hợp chất (dạng hơi, khói); ethanol; fluor; fluoride; formaldehyde; n-hexan; hydro cyanide; hydro sulfide; kẽm oxide; mangan và các hợp chất; methanol; methyl acetat; nhôm và các hợp chất; nicotin; nitơ dioxide; nitơ monoxide; nitro benzen; nitrotoluen; phenol; selen dioxide; selen và các hợp chất; sulfur dioxide; toluen; 2,4,6 –trinitrotoluen; vinyl chloride; xăng; xylen.

2. Đối tượng áp dụng

Quy chuẩn này áp dụng cho các cơ quan quản lý nhà nước về môi trường lao động; các cơ quan, tổ chức thực hiện quan trắc môi trường lao động; các tổ chức, cá nhân có các hoạt động phát sinh các hóa chất trong không khí nơi làm việc.

3. Giải thích từ ngữ

Trong quy chuẩn này các từ ngữ dưới đây được hiểu như sau:

(Tên của các hóa chất được viết theo quy định của TCVN 5529: 2010 Thuật ngữ hóa học - Nguyên tắc cơ bản và TCVN 5530: 2010 Thuật ngữ hóa học - Danh pháp các nguyên tố và hợp chất hóa học).

3.1. Aceton: Là hợp chất dạng lỏng hoặc hơi, không màu, dễ cháy, có mùi bạc hà. Công thức hóa học: $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$. Danh pháp theo IUPAC là propanone. Tên khác: Acetona; dimethylformaldehyde; dimethylformehyde; dimethylketal; dimethyl ketone; ketone; ketone propane; β -ketopropane; methyl ketone; 2-propanone; propanone; pyroacetic acid; pyroacetic ether.

3.2. Acid acetic: Là hợp chất dạng lỏng không màu hoặc dạng tinh thể, có mùi chua giống như giấm. Công thức hóa học: CH_3COOH . Danh pháp theo IUPAC là acetic acid hoặc ethanoic acid. Tên khác: 777 etch; glacial; acide acetique; acido acetic; aluminum etch 16-1-1-2; aluminum etch 82-3-15-0; micro-chrome etchant; copper, brass brite DIP 1127; dazzlens cleaner; essigsaeure; ethanoic acid; ethylic acid; freckle etch; glacial acetic acid (pure compound); glass etch; kodak 33 stop bath; kovar bright DIP (412X); KTI aluminum etch I/II; mae etchants; metal etch; methane carboxylic acid; poly etch 95%; vinegar (4 - 6% solution in water); vinegar acid; wet K-etch; wright etch.

3.3. Acid hydrochloric: Là hợp chất dạng lỏng không màu đến vàng nhẹ hoặc dạng hơi và có mùi hăng khó chịu. Công thức hóa học: HCl . Danh pháp theo IUPAC là hydrochloric acid. Tên khác: Hydrogen chloride; muriatic acid; hydronium chloride; anhydrous hydrochloric acid.

3.4. Acid sulfuric: Là hợp chất dạng lỏng không màu đến màu nâu sẫm hoặc dạng hơi. Công thức hóa học: H_2SO_4 . Danh pháp theo IUPAC là sulfuric acid. Tên khác: Hydrogen sulfat; dihydrogen sulfat; oil of vitriol; dipping acid.

3.5. Amonia: Là một loại khí không màu, có tính kiềm mạnh, dễ hòa tan, mùi hăng. Công thức hóa học: NH_3 . Danh pháp IUPAC là azane. Tên khác: Hydrogen nitride; trihydrogen nitride; nitrogen trihydride; am-fol; ammonia, anhydrous; ammoniac; ammonia gas; ammoniale; ammonium amide; ammonium hydroxide; anhydrous ammonia; aqua ammonia; daxad-32S; liquid ammonia.

3.6. Anilin: Là hợp chất hữu cơ dạng lỏng, dễ bay hơi, có mùi cá thối. Công thức hóa học: $\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2$. Danh pháp theo IUPAC là phenylamine. Tên khác: Aniline; aminobenzene; benzenamine; aniline oil; anyvim; arylamine; benzeneamine; benzene, amino-; blue oil; huile d'aniline; phenylamine.

3.7. Arsenic và hợp chất: Là đơn chất và hợp chất dạng hơi hoặc bụi. Công thức hóa học của arsenic: As. Danh pháp theo IUPAC là arsenic. Các hợp chất vô cơ của arsenic bao gồm arsenic trioxide (As_2O_3); arsenic pentoxide (As_2O_5) và một số muối của arsenic (không bao gồm arsin). Tên khác của arsenic: Arsenic black; grey arsenic; ruby arsenic; metallic arsenic.

3.8. Arsin: Là hợp chất dạng hơi hoặc khí, không màu, dễ cháy, có mùi tỏi nhẹ. Công thức hóa học: AsH_3 . Danh pháp theo IUPAC là arsenic trihydride. Tên khác: Arsenic hydride; hydrogen arsenide; arsenous hydride; arseniuretted hydrogen; arsenic anhydride.

3.9. Benzen: Là hợp chất dạng lỏng, dễ bay hơi, không màu, dễ cháy, có mùi thơm dễ chịu. Công thức hóa học: C_6H_6 . Danh pháp theo IUPAC là benzene. Tên khác: Benzol; benzole; phene; phenyl hydride; pyrobenzol.

3.10. N-butanol: Là hợp chất dạng lỏng hoặc hơi, không màu, có mùi cồn. Công thức hóa học: $CH_3(CH_2)_3OH$. Danh pháp theo IUPAC là butan-1-ol. Tên khác: N-butyl alcohol; 1-butanol; propylcarbinol; alcowipe; alpha 100 flux; alpha 850-33 flux; aqua-sol flux; avantine; boron B-30; boron B-40; boron B-50; boron B-60; burmar lab clean.

3.11. Cadmi và hợp chất: Là đơn chất hoặc hợp chất dạng hơi, khói hoặc bụi. Công thức hóa học: Cd, CdO. Danh pháp theo IUPAC của Cd là cadmium, của CdO là cadmium oxide. Tên khác của Cadmi: Cadmio; colloidal cadmium; elemental cadmium; kadmium.

3.12. Carbon dioxide: Là hợp chất dạng khí, không màu, không mùi. Công thức hóa học: CO_2 . Danh pháp theo IUPAC là carbon dioxide. Tên khác: Carbonic anhydride; acetylene black; elemental carbon.

3.13. Carbon disulfide: Là hợp chất dạng lỏng hoặc hơi, có mùi ête. Công thức hóa học: CS_2 . Danh pháp theo IUPAC là methanedithione. Tên khác: Carbon bisulfide; carbon sulfide; dithiocarbonic anhydride; schwefelkohlenstoff; sulphocarbonic anhydride; weeviltox.

3.14. Carbon monoxide: Là hợp chất dạng khí, không màu, không mùi, không vị, nhẹ hơn không khí. Công thức hóa học: CO. Danh pháp theo IUPAC là carbon monoxide. Tên khác: Carbonic oxide; carbon oxide; kohlenmonoxid.

3.15. Carbon tetrachloride: Là hợp chất dạng lỏng hoặc hơi, không màu. Công thức hóa học: CCl_4 . Danh pháp theo IUPAC là carbon

tetrachloride. Tên khác: Benzinoform; carbona; carbon chloride; carbon tet; asciolin; flukoids; freon 10; halon 104; katharin; methane tetrachloride; methane tetrachloro-; necatorina; necatorine; perchloromethane; tetrachlorormethane.

3.16. Chlor: Là đơn chất dạng hơi, không màu. Công thức hóa học: Cl_2 . Danh pháp theo IUPAC là chlorine. Tên khác là: Bertholite; chlore; chlorine molecular; chlorro; dichlorine; poly I gas.

3.17. Chloroform: Là hợp chất dạng hơi, không màu. Công thức hóa học: CHCl_3 . Danh pháp theo IUPAC là trichloromethane. Tên khác: Chloroforme; cloroformo; formyl trichloride; freon 20; methane trichloride; methane, trichloro-; methenyl trichloride; methyl trichloride; R 20 refrigerant; trichloroform; trichloromethane.

3.18. Chromi (III) (dạng hợp chất): Hợp chất có chromi hóa trị +3. Công thức hóa học: Cr^{3+} .

3.19. Chromi (VI) (dạng hòa tan trong nước): Là hợp chất dạng hơi, khói hoặc bụi của các muối chromi và các hợp chất mà chromi có hóa trị +6, tan được trong nước. Công thức hóa học: Cr^{+6} . Tên khác: Hexavalent chromium (Chromium VI).

3.20. Chromi (VI) oxide: Là hợp chất vô cơ có màu đỏ đậm ở dạng tinh thể, không mùi, tan trong H_2SO_4 , HNO_3 , $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O}$, CH_3COOH , $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$. Công thức hóa học: CrO_3 . Đây là anhydrit acid của acid chromic. Danh pháp theo IUPAC là chromium trioxide. Tên khác: Chromic anhydride; chromic acid (misnomer).

3.21. Cobalt và hợp chất: Là nguyên tố kim loại hoặc hợp chất ở dạng hơi, khói hoặc bụi. Cobalt kim loại là một chất rắn màu xám bạc đến màu đen. Công thức hóa học của cobalt: Co. Danh pháp theo IUPAC là cobalt. Tên khác: Cobalt metal, cobalt (II), cobalt oxide.

3.22. Dichloromethan: Là hợp chất dạng lỏng hoặc hơi, không màu. Công thức hóa học: CH_2Cl_2 . Danh pháp theo IUPAC là dichloromethane. Tên khác: Methylene chloride; methane dichloride; methylene bichloride; methylene dichloride; dichloromethane; solmethine; narkotil; solaesthin.

3.23. Đồng và hợp chất (dạng bụi): Là kim loại hoặc hợp chất của đồng ở dạng bụi. Công thức hóa học của đồng: Cu. Danh pháp theo IUPAC là copper. Tên khác của đồng: 1721 gold; allbri natural copper; anac 110;

arwood copper; bronze powder; C.I. pigment metal 2; cobre; copper bronze; elemental copper; gold bronze; kafar copper; M2 copper; MI (copper); OFHC Cu; raney copper.

3.24. Đồng và hợp chất (dạng hơi, khói): Là kim loại hoặc hợp chất của đồng ở dạng hơi, khói. Công thức hóa học: Cu, Cu₂O (copper oxide) và CuO (copper oxide fume).

3.25. Ethanol: Là hợp chất dạng lỏng, không màu, dễ bay hơi, dễ cháy. Công thức hóa học: CH₃CH₂OH. Danh pháp theo IUPAC là ethanol. Tên khác: Ethyl alcohol; alcohol; ethylic alcohol.

3.26. Fluor: Là đơn chất dạng hơi khí, màu vàng, có mùi hăng. Công thức hóa học: F₂. Danh pháp theo IUPAC là fluorine. Tên khác: Fluorine-19; fluorues acide; saeure fluoride.

3.27. Fluoride: Là hợp chất trong không khí ở dạng hơi, bụi, có mùi và màu phụ thuộc vào các hợp chất cụ thể với fluor. Thường gặp dưới dạng hợp chất với kim loại kiềm như NaF (floridine). Công thức hóa học: F⁻ hoặc M_xF_yoride. Danh pháp theo IUPAC là fluoride. Tên khác: Fluoride ion; fluoride (1-); perfluoride.

3.28. Formaldehyde: Là hợp chất dạng khí, không màu, có mùi hăng. Formaldehyde hòa tan trong nước dưới dạng dung dịch 37% được gọi là formalin hoặc formol. Công thức hóa học: HCHO. Danh pháp theo IUPAC là formaldehyde hoặc methanal. Tên khác là: Formalin; methyl aldehyde; methylene oxide; methylene glycol; formol; aldehyde formique; fannofom; formic aldehyde; oxymethylene.

3.29. n-Hexan: Là hợp chất dạng lỏng dễ bay hơi, không màu, dễ cháy, có mùi xăng. Công thức hóa học: CH₃(CH₂)₄CH₃. Danh pháp theo IUPAC là hexane. Tên khác: Sextane; exxsol hexane; genesolv 404 azeotrope; gettysolve-B; n-hexano; hexano; hexyl hydride; skellysolve B.

3.30. Hydro cyanide: Là hợp chất dạng lỏng có màu xanh nhạt hoặc dạng khí không màu, có mùi hạnh nhân. Công thức hóa học: HCN. Danh pháp theo IUPAC là formonitrile. Tên khác: Hydrogen cyanide; methanenitrile; hydrocyanic acid; prussic acid; zyklon B. Trong quân sự hay dùng ký hiệu là AC.

3.31. Hydro sulfide: Là hợp chất dạng lỏng hoặc hơi, không màu, có mùi trứng thối. Công thức hóa học: H₂S. Danh pháp theo IUPAC là hydrogen

sulfide. Tên khác: Sulfur hydride; hydrothionic acid; dihydrogen monosulfide; dihydrogen sulfide; hydrogen sulfuric acid.

3.32. Kẽm oxide: Là hợp chất dạng bột rắn vô định hình, màu trắng hoặc trắng vàng, không mùi. Trong không khí ở dạng hơi, bụi, khói. Công thức hóa học: ZnO. Danh pháp theo IUPAC là zinc oxide. Tên khác: Zinc white; chinese white; zincite; emar; catamine; zinc peroxide; zincoïd.

3.33. Mangan và các hợp chất: Là kim loại đơn chất và các hợp chất của mangan. Trong không khí ở dạng bụi, khói. Công thức hóa học của mangan: Mn. Danh pháp theo IUPAC là manganese. Tên khác của mangan: Colloidal manganese; cutaval; elemental manganese; manganese-55; manganese element; manganeso; tripart liquid; tronamag.

3.34. Methanol: Là hợp chất dạng lỏng dễ bay hơi, không màu, dễ cháy. Công thức hóa học: CH₃OH. Danh pháp theo IUPAC là methanol. Tên khác: Wood alcohol, methylol; wood spirit; carbinol; methyl alcohol.

3.35. Methyl acetat: Là hợp chất dạng lỏng hoặc hơi có mùi thơm. Công thức hóa học: CH₃COOCH₃. Danh pháp theo IUPAC là methyl acetate. Tên khác: Tereton; acetic acid methyl ester; methyl acetic ester; methyl ethanoate.

3.36. Nhôm và các hợp chất: Là kim loại đơn chất màu trắng bạc và các hợp chất của nhôm. Trong không khí tồn tại ở dạng bụi, hơi khói. Công thức hóa học của nhôm: Al. Danh pháp theo IUPAC là aluminum. Tên khác của nhôm: Alaun; alumina fibre; aluminio; aluminium; aluminium flake; aluminum 27; aluminum dehydrated; aluminum, aluminum powder; metana; metana aluminum paste; noral aluminum; noral extra fine lining grade; noral nonleafing grade.

3.37. Nicotin: Là hợp chất dạng bột hoặc dạng lỏng dầu, màu vàng nhạt đến nâu đậm, mùi tanh nhẹ. Trong không khí ở dạng hơi, khói hoặc bụi. Công thức hóa học: C₁₀H₁₄N₂. Danh pháp theo IUPAC là (S)-3-[1-methylpyrrolidin-2-yl] pyridine. Tên khác: Black leaf; campbell's nico-soap; destruxol orchard spray; di-tetrahydronicotyryne; emo-Nib; flux MAAG; fumeto-bac; mach-Nic; 1-methyl-2-(3-pyridyl)pyrrolidine; 3-(N-methylpyrrolidino) pyridine; (s)-3-(1-Methyl-2-pyrrolidinyl)pyridine; 3-(1-methyl-2-pyrrolidinyl) pyridine; (-)-3-(1-Methyl-2-pyrrolidyl)pyridine; 1-3-(1-methyl-2-pyrrolidyl) pyridine; 3-(1-methyl-2-pyrrolidyl)pyridine; niagra P.A. dust; nicocide; nicodust; nicofume; nicotina; 1-nicotine; nicotine alkaloid; nikotin; orthon-4 dust; orthon-5 dust; pyridine, 3-

(1-methyl-2-pyrrolidinyl)-; pyridine, (s)-3-(1-methyl-2-pyrrolidinyl)- and salts; pyridine, 3-(tetrahydro-1-methylpyrrol-2-yl); β -pyridyl- α -N-methylpyrrolidine; tendust.

3.38. Nitơ dioxide: Là khí màu nâu đậm (trên 21°C) hoặc dạng lỏng màu vàng (dưới 21°C), dễ bốc khói, mùi hăng. Công thức hóa học: NO_2 ; N_2O_4 . Danh pháp theo IUPAC là nitrogen dioxide. Tên khác: Dinitrogen dioxide; dinitrogen dioxide, di-; dinitrogen tetroxide (N_2O_4); dioxido de nitrogeno; nitrogen peroxide; nitrogen tetroxide; nitrogen(IV) oxide, deutoxide of nitrogen.

3.39. Nitơ monoxide: Là chất khí không màu. Công thức hóa học: NO . Danh pháp theo IUPAC là nitrogen monoxide; oxidonitrogen. Tên khác: Nitric oxide; bioxyde d'azote; monoxido de nitrogeno; oxido nitrico; oxyde nitrique; stickmonoxyd; nitrogen(II) oxide.

3.40. Nitro benzen: Là hợp chất dạng lỏng hoặc hơi, không tan trong nước, có mùi hạnh nhân. Ở dạng lỏng có màu vàng nhạt. Công thức hóa học: $\text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_2$. Danh pháp theo IUPAC là nitrobenzene. Tên khác: Nitrobenzol; nitrobenzole; oil of mirbane.

3.41. Nitrotoluen: Là hợp chất dạng rắn, lỏng hoặc hơi. Công thức hóa học: $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{NO}_2$. Có các loại đồng phân o, m, p. Danh pháp theo IUPAC của o-nitrotoluene là 1-methyl-2-nitrobenzene, m-nitrotoluene là 1-methyl-3-nitrobenzene, p-nitrotoluene là 1-methyl-4-nitrobenzene. Tên khác: Methylnitrobenzene; nitrotoluene; mixed isomers; 4-nitrotoluene; 3-nitrotoluene; 2-nitrotoluene; ortho-nitrotoluene.

3.42. Phenol: Là hợp chất dạng tinh thể màu trắng, dễ bay hơi. Công thức hóa học: $\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$. Danh pháp theo IUPAC là phenol. Tên khác: Acide carbolique; benzene hydroxy-; benzenol; carbolic acid; carbolsaure; fenol; hydroxybenzene; monohydroxybenzene; mono phenol; oxybenzene; phenic acid; phenole; phenyl alcohol; phenyl hydrate; phenyl hydroxide; phenylic acid; phenylic alcohol.

3.43. Selen dioxide: Là hợp chất ở dạng tinh thể màu trắng đến hơi đỏ, dạng lỏng màu vàng, dạng hơi màu xanh vàng. Công thức hóa học: SeO_2 . Danh pháp theo IUPAC là selenium dioxide. Tên khác: Selenium dioxide; selenium (IV) oxide; selenous anhydride; oxoselane oxide.

3.44. Selen và các hợp chất: Là đơn chất và hợp chất có dạng thù hình màu đen hoặc đỏ ở pha rắn. Trong không khí ở dạng bụi. Công thức hóa học của selen: Se. Danh pháp theo IUPAC là selenium. Tên khác của selen: Colloidal selenium; elemental selenium; selenate; selenio; selenium (colloidal); selenium alloy; selenium base;elenium dust; selenium element; selenium homopolymer; selenium powder.

3.45. Sulfur dioxide: Là hợp chất dạng hơi, không màu. Công thức hóa học: SO_2 . Danh pháp theo IUPAC là sulfur dioxide. Tên khác: Sulfurous oxide; sulfur oxide; sulfurous acid anhydride; sulfurous anhydride; sulfur (IV) oxide; bisulfite.

3.46. Toluene: Là chất lỏng không màu, có mùi hăng. Công thức hóa học: $C_6H_5CH_3$. Danh pháp theo IUPAC là toluene hoặc methyl benzene. Tên khác: Antisal 1A; benzene, methyl-; methacide; methane, phenyl-; methylbenzol; phenylmethane; tolueno; toluol; tolu-sol; phenyl methane; anisen.

3.47. 2,4,6 –Trinitrotoluen (TNT): Là hợp chất dạng rắn có màu vàng hoặc dạng hơi, bụi. Công thức hóa học: $C_7H_5N_3O_6$. Danh pháp theo IUPAC là 2-methyl-1,3,5-trinitrobenzene. Tên khác: Entsufo; 1-methyl-2,4,6-trinitrotoluen; α -TNT; TNT-tolite; tolit; tolite; toluene, 2,4,6-trinitro,-(wet); sym-trinitrotoluene; 2,4,6-trinitrotoluene; trinitrotoluene; trinitrotoluene, wet; s-trinitrotoluol; sym-trinitrotoluol; 2,4,6-trinitrotoluol; trinitrotoluol; tritol; trotyl; trotyl oil; trinol; 2,4,6-trinitromethylbenzene; tritolo.

3.48. Vinyl chloride: Là hợp chất chlor hữu cơ dạng khí, dễ cháy. Công thức hóa học: C_2H_3Cl . Danh pháp theo IUPAC là chloroethene. Tên khác: Chloroethylene; ethene chloro-; vinyl chloride monomer; vinyl chloride monomer; ethenechloro- (vinylchloride); monochloroethylene; monochloroethene.

3.49. Xăng: Là hợp chất ở dạng lỏng hay khí. Xăng thông thường là một hỗn hợp pha trộn của hơn 200 hydrocacbon khác nhau có công thức hóa học chung là C_nH_{2n+2} từ những hợp chất có chứa 4 đến 12 nguyên tử carbon. Tên khác: Gasoline; petrol.

3.50. Xylen: Là hợp chất lỏng không màu, dễ bay hơi, không hòa tan trong nước, có mùi thơm. Bao gồm một nhóm 3 đồng phân octo-, meta-,

và para- của dimethyl benzen. Công thức hóa học: $C_6H_4(CH_3)_2$. Các đồng phân o, m và p có danh pháp theo IUPAC lần lượt là 1,2-dimethyl benzene; 1,3-dimethyl benzene và 1,4-dimethyl benzene. Tên khác: m-isomer: benzene, m-dimethyl-; benzene, 1,3-dimethyl-; m-dimethyl benzene; 1,3-dimethyl benzene; m-methyl toluene; m-xileno; m-xylene; 1,3-xylene; xylene, m-; m-xylool o-isomer: benzene-o-dimethyl; benzene-1,2-dimethyl-; o-dimethyl benzene; 1,2-dimethyl benzene; o-methyl toluene; 1,2-methyl toluene; o-xileno; o-xylene; 1,2-xylene; xylene, o-; o-xylool p-isomer: benzene-p-dimethyl; benzene-1,4-dimethyl; chromar; p-dimethyl benzene; 1,4-dimethyl benzene; p-methyl toluene; 4-methyl toluene; scintillar; p-xileno; p-xylene; 1,4-xylene; xylene, p-xylool.

3.51. Giới hạn tiếp xúc ca làm việc (TWA – Time Weighted Average): Là giá trị nồng độ của một chất trong không khí môi trường lao động, tính trung bình theo thời lượng tiếp xúc 8 giờ/ca, 40 giờ/tuần làm việc mà không được phép để người lao động tiếp xúc vượt quá ngưỡng này.

Giá trị giới hạn cho TWA còn được sử dụng khi một chất không có quy định giới hạn tiếp xúc ngắn - STEL: Nếu nồng độ thời điểm trong ca làm việc vượt quá 3 lần giá trị TWA thì thời lượng tiếp xúc với nồng độ này không được vượt quá 30 phút; trong suốt ca làm việc nồng độ tiếp xúc tại bất cứ thời điểm nào không được vượt quá 5 lần giá trị TWA, cho dù mức tiếp xúc trung bình 8 giờ không vượt giới hạn TWA.

3.52. Giới hạn tiếp xúc ngắn (STEL – Short Term Exposure Limit): Là giá trị nồng độ của một chất trong không khí môi trường lao động, tính trung bình theo thời lượng 15 phút, mà không được phép để người lao động tiếp xúc vượt quá ngưỡng này. Nếu nồng độ chất trong môi trường lao động nằm trong khoảng giữa mức giới hạn TWA và STEL, không được phép để người lao động tiếp xúc quá 15 phút mỗi lần và không nhiều hơn 4 lần trong ca làm việc với khoảng cách giữa các lần phải trên 60 phút.

Giới hạn tiếp xúc ngắn áp dụng đối với các hóa chất có thể gây: Kích ứng da, niêm mạc; ức chế hoặc kích thích thần kinh trung ương; tổn thương cấp, bán cấp; tổn thương mô không hồi phục.

3.53. Thời lượng đo: Là thời gian một lần đo hoặc lấy mẫu hóa chất trong ca làm việc.

3.54. Thời lượng tiếp xúc: Là thời gian người lao động làm việc tiếp xúc với hóa chất trong ca làm việc.

3.55. Mẫu thời điểm: Là đo hoặc lấy mẫu hóa chất tại một thời điểm nhất định, trong khoảng thời gian ngắn, tối thiểu 15 phút.

3.56. CAS (Chemical Abstracts Service): Mã số đăng ký hoá chất của Hiệp hội hoá chất Mỹ.

3.57. IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry): Hiệp hội quốc tế về hoá học thuần túy và ứng dụng.

3.58. IARC (International Agency for Research on Cancer): Cơ quan quốc tế nghiên cứu về ung thư. Theo độc tính gây ung thư, IARC chia các hóa chất theo 5 nhóm sau:

- Nhóm 1: Chất (hoặc hỗn hợp) chắc chắn gây ung thư cho người.
- Nhóm 2A: Chất (hoặc hỗn hợp) có nguy cơ cao gây ung thư cho người.
- Nhóm 2B: Chất (hoặc hỗn hợp) có thể gây ung thư cho người.
- Nhóm 3: Chất (hoặc hỗn hợp) không xếp loại vào tác nhân có thể gây ung thư cho người.
- Nhóm 4: Chất (hoặc hỗn hợp) không gây ung thư cho người.

II. QUY ĐỊNH KỸ THUẬT

1. Giá trị giới hạn tiếp xúc cho phép các yếu tố hóa học tại nơi làm việc

Bảng 1. Giá trị giới hạn tiếp xúc tối đa cho phép các yếu tố hóa học tại nơi làm việc.

Đơn vị tính: mg/m³

STT	Tên hoá chất	Tên hóa chất tiếng Anh	Công thức hóa học	Phân tử lượng	Số CAS	Giới hạn tiếp xúc ca làm việc (TWA)	Giới hạn tiếp xúc ngắn (STEL)	Nhóm độc tính theo IARC
1	Aceton	Acetone	(CH ₃) ₂ CO	58,08	67-64-1	200	1000	-

STT	Tên hoá chất	Tên hóa chất tiếng Anh	Công thức hóa học	Phân tử lượng	Số CAS	Giới hạn tiếp xúc ca làm việc (TWA)	Giới hạn tiếp xúc ngắn (STEL)	Nhóm độc tính theo IARC
2	Acid acetic	Acetic acid	CH ₃ COOH	60,08	64-19-7	25	35	-
3	Acid hydrochloric	Hydrogen chloride	HCl	36,46	7647-01-0	5,0	7,5	3
4	Acid sulfuric	Sulfuric acid	H ₂ SO ₄	98,08	7664-93-9	1,0	2,0	1
5	Amonia	Ammonia	NH ₃	17,03	7664-41-7	17	25	-
6	Anilin	Aniline	C ₆ H ₅ NH ₂	93,13	62-53-3	4,0	-	3
7	Arsenic và hợp chất	Arsenic and compound	As	74,92	7440-38-2	0,01	-	1
8	Arsin	Arsine	AsH ₃	77,95	7784-42-1	0,05	-	1
9	Benzen	Benzene	C ₆ H ₆	78,12	78,12	5,0	15,0	1
10	n-Butanol	n-Butanol	C ₄ H ₉ OH	74,12	71-36-3	150	-	-
11	Cadmi và hợp chất	Cadmium and compounds	Cd CdO	112,41 128,41	7440-43-9 1306-19-0	0,005	-	1
12	Carbon dioxide	Carbon dioxide	CO ₂	44,01	124-38-9	9.000	18.000	-

STT	Tên hoá chất	Tên hóa chất tiếng Anh	Công thức hóa học	Phân tử lượng	Số CAS	Giới hạn tiếp xúc ca làm việc (TWA)	Giới hạn tiếp xúc ngắn (STEL)	Nhóm độc tính theo IARC
13	Carbon disulfide	Carbon disulfide	CS ₂	76,13	75-15-0	15	25	-
14	Carbon monoxide	Carbon monoxide	CO	28,01	630-08-0	20	40	-
15	Carbon tetrachloride	Carbon tetrachloride	CCl ₄	153,84	56-23-5	10	20	2B
16	Chlor	Chlorine	Cl ₂	70,90	7782-50-5	1,5	3,0	-
17	Chloroform	Chloroform	CHCl ₃	119,37	67-66-3	10	20	2B
18	Chromi (III) (dạng hợp chất)	Chromium (III) compounds	Cr ³⁺	52	16065-83-1	0,5	-	3
19	Chromi (VI) (dạng hòa tan trong nước)	Chromium (VI) compounds {water soluble)	Cr ⁶⁺	-	1333-82-0	0,01	-	1
20	Chromi (VI) oxide	Chromium trioxide	CrO ₃	99,99	1333-82-0	0,05	-	1
21	Cobalt và hợp chất	Cobalt and compounds	Co	58,93	7440-48-4	0,05	-	2B
22	Dichloromethan	Dichloromethane	CH ₂ Cl ₂	84,93	75-09-2	50	-	2A

STT	Tên hoá chất	Tên hóa chất tiếng Anh	Công thức hóa học	Phân tử lượng	Số CAS	Giới hạn tiếp xúc ca làm việc (TWA)	Giới hạn tiếp xúc ngắn (STEL)	Nhóm độc tính theo IARC
23	Đồng và hợp chất (dạng bụi)	Copper and compounds (dust)	Cu	63,55	7440-50-8	0,5	-	-
24	Đồng và hợp chất (dạng hơi, khói)	Copper and compounds (fume)	Cu	63,55	7440-50-8	0,1	-	-
			CuO	79,55	1317-38-0			
			CuO ₂	95,55	1317-39-1			
25	Ethanol	Ethanol	CH ₃ CH ₂ OH	46,08	64-17-5	1.000	3.000	1
26	Fluor	Fluorine	F ₂	38,00	7782-41-4	0,2	0,4	-
27	Fluoride	Fluorides	F ⁻	19,00	16984-48-8	1,0	-	3
28	Formaldehyde	Formaldehyde	HCHO	30,30	50-00-0	0,5	1,0	1
29	n-Hexan	n-Hexane	CH ₃ (CH ₂) ₄ CH ₃	86,20	110-54-3	90	-	-
30	Hydro cyanide	Hydrogen cyanide	HCN	27,03	74-90-8	0,3	0,6	-
31	Hydro sulfide	Hydrogen sulfide	H ₂ S	34,08	7783-06-4	10	15	-
32	Kẽm oxide (dạng khói, bụi)	Zinc oxide (dust, fume)	ZnO	81,37	1314-13-2	5,0	-	-

STT	Tên hoá chất	Tên hóa chất tiếng Anh	Công thức hóa học	Phân tử lượng	Số CAS	Giới hạn tiếp xúc ca làm việc (TWA)	Giới hạn tiếp xúc ngắn (STEL)	Nhóm độc tính theo IARC
33	Mangan và các hợp chất	Manganese and compounds	Mn	54,94	7439-96-5	0,3	-	-
34	Methanol	Methanol	CH ₃ OH	32,04	67-56-1	50	100	-
35	Methyl acetat	Methyl acetate	CH ₃ COOCH ₃	74,09	79-20-9	100	250	-
36	Nhôm và các hợp chất	Aluminum and compounds	Al	26,98	7429-90-5	2,0	-	-
37	Nicotin	Nicotine	C ₁₀ H ₁₄ N ₂	162,23	54-11-5	0,5	-	-
38	Nitơ dioxide	Nitrogen dioxide	NO ₂	46,01	10102-44-0	5,0	10	-
39	Nitơ monoxide	Nitric oxide	NO	30,01	10102-43-9	10	-	-
40	Nitro benzen	Nitrobenzene	C ₆ H ₅ NO ₂	123,12	98-95-3	3,0	-	2B
41	Nitro toluen	Nitrotoluene	CH ₃ C ₆ H ₄ NO ₂	137,15	99-99-0 99-08-1 88-72-2	11	-	3 3 2A
42	Phenol	Phenol	C ₆ H ₅ OH	94,12	108-96-2	4,0	-	3
43	Selen dioxide	Selenium dioxide	SeO ₂	110,96	7446-08-4	0,1	-	3

STT	Tên hoá chất	Tên hóa chất tiếng Anh	Công thức hóa học	Phân tử lượng	Số CAS	Giới hạn tiếp xúc ca làm việc (TWA)	Giới hạn tiếp xúc ngắn (STEL)	Nhóm độc tính theo IARC
44	Selen và các hợp chất	Selenium and compounds	Se	78,96	7782-49-2	0,1	-	3
45	Sulfur dioxide	Sulfur dioxide	SO ₂	66,06	7446-09-5	5,0	10	3
46	Toluen	Toluene	C ₆ H ₅ CH ₃	92,15	108-88-3	100	300	3
47	2,4,6 – Trinitrotoluen (TNT)	2,4,6 - Trinitrotoluene	C ₇ H ₅ N ₃ O ₆	227,15	118-96-7	0,1	-	3
48	Vinyl chloride	Vinyl chloride	C ₂ H ₃ Cl	62,50	75-01-4	1,0	-	1
49	Xăng	Petrol (Petrol distillates, gasoline)	C _n H _{2n+2}	99,99	8006-61-9; 89290-81-5	300	-	2A
50	Xylen	Xylene	C ₆ H ₄ (CH ₃) ₂	106	1330-20-7	100	300	3

2. Công thức chuyển đổi nồng độ ppm (part per million) của chất phân tích (dạng hơi, khí) trong không khí ra nồng độ mg/m³.

$$C \text{ (mg/m}^3\text{)} = \frac{\text{ppm} \times W_m}{24,45}$$

Trong đó:

- C (mg/m³): Nồng độ chất phân tích trong không khí tính bằng mg/m³.
- ppm: Nồng độ chất phân tích trong không khí có đơn vị đo là ppm.

- Wm: Trọng lượng phân tử chất phân tích.
- 24,45: Thể tích của một phân tử khí tính bằng lít ở điều kiện nhiệt độ và áp suất bình thường (25°C, 1 atm).

3. Giá trị giới hạn tiếp xúc ca làm việc điều chỉnh cho thời lượng tiếp xúc với hóa chất quá 8 giờ/ngày.

Được quy định, tính theo công thức sau:

$$TWA_n = \frac{8}{h} \times \frac{(24 - h)}{16} \times TWA$$

Trong đó:

- TWA_n: Giá trị giới hạn tiếp xúc ca làm việc điều chỉnh cho thời lượng tiếp xúc quá 8 giờ/ngày làm việc (mg/m³).
- TWA: Giá trị giới hạn tiếp xúc ca làm việc tính theo thời lượng tiếp xúc 8 giờ/ngày (mg/m³) được quy định tại Bảng 1 tương ứng với từng loại hóa chất.
- h: Số giờ tiếp xúc thực tế trong 1 ngày (h > 8).

4. Giá trị giới hạn tiếp xúc ca làm việc điều chỉnh cho thời lượng tiếp xúc với hóa chất quá 40 giờ/tuần làm việc.

Được quy định, tính theo công thức sau:

$$TWA_t = \frac{40}{H} \times \frac{(168 - H)}{128} \times TWA$$

Trong đó:

- TWA_t: Giá trị giới hạn tiếp xúc ca làm việc điều chỉnh cho thời lượng tiếp xúc quá 40 giờ trong 1 tuần làm việc (mg/m³).
- TWA: Giá trị giới hạn tiếp xúc ca làm việc tính theo thời lượng tiếp xúc 8 giờ/ngày và 40 giờ/tuần làm việc (mg/m³) được quy định tại Bảng 1 tương ứng với từng loại hóa chất.
- H: Số giờ tiếp xúc thực tế (H>40) trong 1 tuần làm việc.

5. Cách tính giá trị tiếp xúc ca làm việc thực tế.

5.1. Tính giá trị tiếp xúc ca làm việc khi tổng thời lượng đo tương đương tổng thời lượng tiếp xúc:

Giá trị tiếp xúc ca làm việc được tính theo công thức sau :

$$TWA = (C1.T1 + C2.T2 + \dots + Cn.Tn) : T$$

Trong đó:

- TWA: Giá trị tiếp xúc ca làm việc (mg/m^3).
- C1; C2;...;Cn: Nồng độ thực tế đo được (mg/m^3) tương ứng với thời lượng đo T1;T2;...; Tn (phút).

+ Đo, lấy mẫu có thể chỉ cần một lần với thời lượng kéo dài bằng thời gian tiếp xúc trong ca làm việc nếu nồng độ hóa chất thấp.

+ Đo, lấy mẫu thường là nhiều lần (2,3,4,..., n lần), thời lượng đo, lấy mẫu mỗi lần có thể khác nhau tùy thuộc vào nồng độ hóa chất tại vị trí đo để tránh quá tải hóa chất trên giấy lọc hoặc công cụ lấy mẫu, nhưng tổng thời lượng đo bằng tổng thời lượng tiếp xúc.

- T: Tổng thời lượng tiếp xúc (tính theo phút).

+ Nếu tổng thời lượng tiếp xúc dưới hoặc bằng 8 giờ/ngày thì được tính theo 8 giờ và T bằng 480 (tính theo phút).

+ Nếu tổng thời lượng tiếp xúc trên 8 giờ/ngày thì T là thời lượng tiếp xúc thực tế.

Có thể tiến hành đo, lấy mẫu với tổng thời lượng đo tối thiểu bằng 80% thời lượng tiếp xúc. Khi đó T là tổng thời lượng đo (tính theo phút). Trong trường hợp này, mức tiếp xúc ở khoảng thời gian còn lại sẽ được xem như tương đương với mức tiếp xúc ở khoảng thời gian đã được đo.

Ví dụ: Một (hoặc một nhóm) công nhân làm việc một ngày có 6 giờ tiếp xúc với formaldehyde, nồng độ trung bình đo được trong 6 giờ là $0,8 \text{ mg}/\text{m}^3$; 2 giờ còn lại nghỉ hoặc làm việc ở vị trí khác không tiếp xúc với formaldehyde. Trường hợp này cách tính TWA như sau:

$$TWA = (0,8\text{mg}/\text{m}^3 \times 6 \text{ giờ} + 0\text{mg}/\text{m}^3 \times 2 \text{ giờ}) : 8 \text{ giờ} = 0,6\text{mg}/\text{m}^3$$

5.2. Tính giá trị tiếp xúc ca làm việc khi tổng thời lượng đo nhỏ hơn tổng thời lượng tiếp xúc:

Trong đánh giá tiếp xúc ca làm việc, tốt nhất là đo, lấy mẫu cả ca với tổng thời lượng đo tương đương tổng thời lượng tiếp xúc. Trường hợp hạn

chế về nhân lực, trang thiết bị, điều kiện lao động sản xuất thì có thể lấy mẫu thời điểm để đánh giá tiếp xúc ca làm việc như sau:

Dựa vào quy trình sản xuất, dự đoán từng khoảng thời gian trong đó sự phát sinh phát tán hóa chất tương đối ổn định, sau đó lấy mẫu ngẫu nhiên đại diện cho từng khoảng thời gian đó. Số lượng và độ dài của khoảng thời gian phụ thuộc vào mức độ dao động của sự phát sinh, phát tán hóa chất trong ca làm việc. Trường hợp phát sinh, phát tán gây ô nhiễm hóa chất được dự đoán là tương đối đồng đều trong cả ca làm việc thì số lượng khoảng thời gian có thể bằng 2 ($n = 2$) với độ dài của mỗi khoảng thời gian bằng nhau và bằng 1/2 tổng thời lượng tiếp xúc.

Giá trị tiếp xúc ca làm việc được tính theo công thức sau:

$$TWA = (C1.K1 + C2.K2 + \dots + Cn.Kn) : T$$

Trong đó:

- TWA: Giá trị tiếp xúc ca làm việc (mg/m^3).
- C1; C2;...; Cn: Nồng độ trung bình (mg/m^3) trong khoảng thời gian K1; K2;...; Kn (phút).
- K1; K2;...; Kn: Các khoảng thời gian trong ca làm việc (phút). Tổng các khoảng thời gian $K1 + K2 + \dots + Kn$ bằng tổng thời gian ca làm việc.
- T: Tổng thời lượng tiếp xúc (tính theo phút).
- + Nếu tổng thời lượng tiếp xúc dưới hoặc bằng 8 giờ/ngày thì được tính cho 8 giờ và T bằng 480 (tính theo phút).
- + Nếu tổng thời lượng tiếp xúc trên 8 giờ/ngày thì T là thời lượng tiếp xúc thực tế.

Tính nồng độ trung bình (C1; C2;...; Cn) trong các khoảng thời gian ca làm việc, theo công thức sau:

$$Cx = (N1 + N2 + \dots + Nn) : n$$

Trong đó:

- Cx: Nồng độ trung bình khoảng thời gian Kx (mg/m^3) và $x = 1; 2; \dots; n$.
- N1; N2;...; Nn: Nồng độ đo được tại các thời điểm thứ 1,2,...,n trong khoảng thời gian Kx (mg/m^3).
- n: Tổng số mẫu đo ngẫu nhiên trong khoảng thời gian Kx. ($n > 2$)

Thời lượng đo của các mẫu thời điểm phải bằng nhau.

Ví dụ: Tại một phân xưởng, qua khảo sát ban đầu cho thấy sự phát tán amonia là tương đối đồng đều trong ca làm việc 8 giờ, chia khoảng thời gian đo làm 2 (mỗi khoảng thời gian là 4 giờ). Đo ngẫu nhiên 2 thời điểm đại diện cho 4 giờ đầu được 2 giá trị là 14 mg/m^3 và 13 mg/m^3 và đo ngẫu nhiên 2 thời điểm đại diện cho 4 giờ sau được 2 giá trị là 17 mg/m^3 và 18 mg/m^3 .

Cách tính TWA trong trường hợp này như sau:

$$\begin{aligned} \text{TWA} &= [(14 + 13)\text{mg/m}^3 : 2] \times 4 \text{ giờ} + [(17 + 18)\text{mg/m}^3 : 2] \times 4 \text{ giờ}] : 8 \text{ giờ} \\ &= 15,5\text{mg/m}^3 \end{aligned}$$

III. PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH

1. Kỹ thuật xác định acetone $[(\text{CH}_3)_2\text{CO}]$ theo Phụ lục 1 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

2. Kỹ thuật xác định acid acetic (CH_3COOH) theo Phụ lục 2 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

3. Kỹ thuật xác định acid hydrochloric (HCl) theo Phụ lục 3 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

4. Kỹ thuật xác định acid sulfuric (H_2SO_4) theo Phụ lục 4 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

5. Kỹ thuật xác định amonia (NH_3) theo Phụ lục 5 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

6. Kỹ thuật xác định anilin $(\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2)$ theo Phụ lục 6 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

7. Kỹ thuật xác định arsenic (As) và hợp chất theo Phụ lục 7 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

8. Kỹ thuật xác định arsin (AsH_3) theo Phụ lục 8 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

9. Kỹ thuật xác định benzen (C_6H_6) theo Phụ lục 9 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

10. Kỹ thuật xác định n-butanol $[(\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{OH})]$ theo Phụ lục 10 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

11. Kỹ thuật xác định cadmi (Cd) và hợp chất theo Phụ lục 11 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

12. Kỹ thuật xác định carbon dioxide (CO₂) theo Phụ lục 12 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

13. Kỹ thuật xác định carbon disulfide (CS₂) theo Phụ lục 13 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

14. Kỹ thuật xác định carbon monoxide (CO) theo Phụ lục 14 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

15. Kỹ thuật xác định carbon tetrachloride (CCl₄) theo Phụ lục 15 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

16. Kỹ thuật xác định chlor (Cl₂) theo Phụ lục 16 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

17. Kỹ thuật xác định chloroform (CHCl₃) theo Phụ lục 17 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

18. Kỹ thuật xác định chromi (III) (dạng hợp chất) (Cr³⁺) theo Phụ lục 18 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

19. Kỹ thuật xác định chromi (VI) (dạng hòa tan trong nước, Cr⁶⁺) theo Phụ lục 19 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

20. Kỹ thuật xác định chromi (VI) oxide (CrO₃) theo Phụ lục 20 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

21. Kỹ thuật xác định cobalt (Co) và hợp chất theo Phụ lục 21 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

22. Kỹ thuật xác định dichloromethan (CH₂Cl₂) theo Phụ lục 22 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

23. Kỹ thuật xác định đồng (Cu) và hợp chất (dạng bụi) theo Phụ lục 23 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

24. Kỹ thuật xác định đồng (Cu) và hợp chất (dạng hơi, khói) theo Phụ lục 24 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

25. Kỹ thuật xác định ethanol (CH₃CH₂OH) theo Phụ lục 25 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

26. Kỹ thuật xác định fluor (F₂) theo Phụ lục 50 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

27. Kỹ thuật xác định fluoride (F^-) theo Phụ lục 26 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

28. Kỹ thuật xác định formaldehyde (HCHO) theo Phụ lục 27 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

29. Kỹ thuật xác định n-hexan [$CH_3(CH_2)_4CH_3$] theo Phụ lục 28 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

30. Kỹ thuật xác định hydro cyanide (HCN) theo Phụ lục 29 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

31. Kỹ thuật xác định hydro sulfide (H_2S) theo Phụ lục 30 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

32. Kỹ thuật xác định kẽm oxide (ZnO) (dạng khói, bụi) theo Phụ lục 31 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

33. Kỹ thuật xác định mangan (Mn) và các hợp chất theo Phụ lục 32 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

34. Kỹ thuật xác định methanol (CH_3OH) theo Phụ lục 33 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

35. Kỹ thuật xác định methyl acetat (CH_3COOCH_3) theo Phụ lục 34 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

36. Kỹ thuật xác định nhôm (Al) và các hợp chất theo Phụ lục 35 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

37. Kỹ thuật xác định nicotin theo Phụ lục 36 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

38. Kỹ thuật xác định nitơ dioxide (NO_2) theo Phụ lục 37 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

39. Kỹ thuật xác định nitơ monoxit (NO) theo Phụ lục 38 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

40. Kỹ thuật xác định nitro benzen ($C_6H_5NO_2$) theo Phụ lục 39 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

41. Kỹ thuật xác định nitrotoluen ($CH_3C_6H_4NO_2$) theo Phụ lục 40 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

42. Kỹ thuật xác định phenol (C_6H_5OH) theo Phụ lục 41 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

43. Kỹ thuật xác định selen dioxide (SeO_2) theo Phụ lục 42 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

44. Kỹ thuật xác định selen (Se) và các hợp chất theo Phụ lục 43 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

45. Kỹ thuật xác định sulfur dioxide (SO_2) theo Phụ lục 44 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

46. Kỹ thuật xác định toluen ($\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3$) theo Phụ lục 45 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

47. Kỹ thuật xác định 2,4,6 – trinitrotoluen (TNT) theo Phụ lục 46 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

48. Kỹ thuật xác định vinyl chloride ($\text{C}_2\text{H}_3\text{Cl}$) theo Phụ lục 47 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

49. Kỹ thuật xác định xăng ($\text{C}_n\text{H}_{2n+2}$) theo Phụ lục 48 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

50. Kỹ thuật xác định xylen [$(\text{CH}_3)_2\text{C}_6\text{H}_4$] theo Phụ lục 49 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

51. Kỹ thuật xác định nồng độ các hóa chất trong không khí bằng thiết bị đo điện tử hiện số theo Phụ lục 50 ban hành kèm theo quy chuẩn này.

52. Chấp nhận các phương pháp xác định là các tiêu chuẩn quốc gia, tiêu chuẩn quốc tế có độ chính xác tương đương hoặc cao hơn phương pháp quy định trên. Trong những tình huống và yêu cầu cụ thể, có thể áp dụng các phương pháp xác định là các tiêu chuẩn hoặc phương pháp khác đáp ứng yêu cầu quy định.

IV. QUY ĐỊNH QUẢN LÝ

1. Các cơ sở có người lao động tiếp xúc với các yếu tố hóa học phải định kỳ quan trắc các yếu tố hóa học trong môi trường lao động tối thiểu 1 lần/năm và theo các quy định Bộ luật lao động; Luật an toàn, vệ sinh lao động.

2. Người sử dụng lao động phải cung cấp đầy đủ phương tiện bảo hộ lao động cho người lao động phù hợp với môi trường làm việc theo quy định của pháp luật về an toàn, vệ sinh lao động.

3. Trường hợp nồng độ các yếu tố hóa học tại nơi làm việc vượt giá trị giới hạn cho phép, người sử dụng lao động phải thực hiện ngay các giải pháp cải thiện điều kiện lao động và bảo vệ sức khỏe người lao động theo quy định của pháp luật về an toàn, vệ sinh lao động.

V. TỔ CHỨC THỰC HIỆN

1. Cục Quản lý môi trường y tế - Bộ Y tế chủ trì, phối hợp với các cơ quan chức năng có liên quan hướng dẫn, triển khai và tổ chức thực hiện quy chuẩn này.

2. Trong trường hợp các tiêu chuẩn quốc gia, tiêu chuẩn quốc tế, văn bản pháp quy được viện dẫn trong quy chuẩn này sửa đổi, bổ sung hoặc thay thế thì áp dụng theo quy định tại văn bản mới.

Phụ lục 1

KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH ACETON [$(\text{CH}_3)_2\text{CO}$] – PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ KHÍ

(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)

1. Nguyên lý

Aceton trong không khí được hấp phụ vào trong ống than hoạt tính. Sau đó mẫu được giải hấp bằng dung môi thích hợp rồi bơm lên hệ thống sắc ký khí theo một chương trình lò cột phù hợp. Quá trình rửa giải mẫu phân tích ra khỏi cột tách được phát hiện bằng detector FID, tín hiệu được ghi lại bằng sắc ký đồ. Trên cơ sở độ lớn của diện tích hay chiều cao pic của mẫu thử và mẫu chuẩn, thể tích mẫu không khí đã lấy, tính được nồng độ aceton có trong mẫu khí đem phân tích.

2. Phương pháp

2.1. Loại mẫu: Khí.

2.2. Thiết bị, dụng cụ:

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 0,01 - 0,2L/phút.
- Đầu lấy mẫu (ống than hoạt tính): Dài 7cm, đường kính ngoài (OD) 6mm, đường kính trong (ID) 4mm, đầu hàn kín, có chứa hai phần của than vỏ dừa đã hoạt hoá (trước: 100mg; sau: 50mg) ngăn cách bởi một nút xốp urethan 2mm. Một nút len thủy tinh silylated ở phần đầu trước và nút xốp urethan 3mm ở phần đầu sau. Có thể sử dụng ống bán sẵn.
- Bình định mức 10mL, 100mL.
- Pipet 1mL, 5mL, 10mL.
- Xy lanh 10 μ L và 25 μ L.
- Ống đong 1L.
- Lọ thủy tinh 2mL.
- Cân phân tích có độ chính xác 0,1mg.
- Máy sắc ký khí, detector FID, cột sắc ký.

2.3. Hóa chất và thuốc thử:

- Carbon disulfide (CS_2), tinh khiết phân tích.

- Khí nitơ, cấp độ tinh khiết.
- Khí hydro, cấp độ tinh khiết.
- Khí heli, cấp độ tinh khiết.
- Dung dịch chuẩn aceton [(CH₃)₂CO] gốc: Hoà tan 100mg của chuẩn gốc aceton trong carbon disulfide, định mức đến 100mL để được nồng độ 1000mg/L.

- Dung dịch chuẩn aceton nồng độ trung gian: Pha loãng 1mL dung dịch chuẩn aceton gốc thành 100mL bằng carbon disulfide để được nồng độ 10mg/L, bảo quản trong ngăn mát tủ lạnh (4 - 8°C). Từ dung dịch này pha loãng thành các dung dịch có nồng độ 10; 20; 50; 100; 150; 200µg/L để lập đường chuẩn.

2.4. Các bước tiến hành

2.4.1. Lấy mẫu

- Bẻ gãy hai đầu ống than hoạt tính và cắm vào ống mềm nối với máy lấy mẫu, bật máy.

- Lưu lượng lấy mẫu 0,01 - 0,2L/phút. Thể tích không khí lấy từ 0,5 – 3L (lấy mẫu tối thiểu 15 phút).

- Sau khi lấy mẫu, đẩy nút ống than hoạt tính và cho vào hộp bảo quản đem về phòng thí nghiệm để xử lý và phân tích mẫu.

2.4.2. Điều kiện sắc ký

- Nhiệt độ buồng bơm mẫu (injector): 250°C.
- Nhiệt độ detector: 300°C.
- Thể tích bơm mẫu: 5µL.
- Nhiệt độ cột tách: Nhiệt độ ban đầu 50°C giữ trong 5 phút, sau đó tăng dần với tốc độ tăng 10°C/phút tới 170°C và giữ trong 1 phút.
- Tốc độ khí mang (Ni hoặc He): 30mL/phút.

2.4.3. Xây dựng đường chuẩn

Dựng đường chuẩn aceton cần phân tích bằng cách bơm dãy dung dịch chuẩn aceton đã chuẩn bị lên máy GC/FID với các thông số kỹ thuật (2.4.2)

Dựa vào nồng độ chuẩn và diện tích pic (hoặc chiều cao pic) của chuẩn aceton, xác định được phương trình hồi quy $y = ax + b$ và hệ số tương quan r (giữa nồng độ chuẩn và diện tích pic chuẩn).

2.4.4. Phân tích mẫu

Chuyển phần than hoạt tính trong ống than hoạt tính dùng để lấy mẫu vào lọ thủy tinh 2mL. Thêm 1mL (V_E) carbon disulfide vào lọ. Để giải hấp ít nhất 30 phút. Sau đó bơm mẫu trên GC/FID.

2.5. Tính toán kết quả

Nồng độ aceton (X) trong không khí, được tính theo công thức:

$$X = (X_o \cdot V_E/m) \cdot P$$

Trong đó:

- X: Nồng độ aceton trong không khí (mg/m^3).
- X_o : Nồng độ được xác định theo đường chuẩn ($\mu\text{g}/\text{L}$).
- V_E : Thể tích dung dịch giải hấp (L).
- m: Thể tích không khí đã lấy (L).
- P: Độ tinh khiết của chất chuẩn (%).

Phụ lục 2**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH ACID ACETIC (CH₃COOH) –
PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ KHÍ**

*(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)*

1. Nguyên lý

Acid acetic trong không khí được hấp phụ vào trong ống than hoạt tính. Sau đó mẫu được giải hấp bằng dung môi thích hợp rồi bơm lên hệ thống sắc ký khí theo một chương trình lò cột phù hợp. Quá trình rửa giải mẫu phân tích ra khỏi cột tách được phát hiện bằng detector FID, tín hiệu được ghi lại bằng sắc ký đồ. Trên cơ sở độ lớn của diện tích hay chiều cao pic của mẫu thử và chuẩn, thể tích mẫu không khí đã lấy, tính được nồng độ acid acetic có trong mẫu khí đem phân tích.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ:**

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 0,01 – 1L/phút.
- Đầu lấy mẫu (ống than hoạt tính): Dài 7cm, đường kính ngoài (OD) 6mm, đường kính trong (ID) 4mm, đầu hàn kín, có chứa hai phần của than vỏ dừa đã hoạt hoá (trước: 100mg; sau: 50mg) ngăn cách bởi một nút xốp urethan 2mm. Một nút len thủy tinh silylated ở phần đầu trước và nút xốp urethan 3mm ở phần đầu sau. Có thể sử dụng ống bán sẵn.
- Bình định mức 10mL, 100mL.
- Pipet 1mL, 5mL, 10mL.
- Xy lanh 10 μ L và 25 μ L.
- Ống đong 1L.
- Lọ thủy tinh 2mL.
- Cân phân tích, độ chính xác 0,1mg.
- Máy sắc ký khí, detector FID.

2.3. Hóa chất và thuốc thử:

- Acid formic (HCOOH) (88% - 95%), tinh khiết phân tích.

- Khí nitơ, cấp độ tinh khiết.
- Khí hydro, cấp độ tinh khiết.
- Khí heli, cấp độ tinh khiết.

2.4. Các bước tiến hành

2.4.1. Lấy mẫu

- Bẻ gãy hai đầu ống than hoạt ngay trước khi lấy mẫu, cắm ống than theo chiều mũi tên vào ống mềm nối với máy lấy mẫu, bật máy.

- Lưu lượng lấy mẫu 0,01 - 1L/phút. Tổng thể tích lấy mẫu từ 20 - 300L (Thời gian lấy mẫu tối thiểu 20 phút).

- Sau khi lấy mẫu, đậy nút ống than hoạt tính và cho vào hộp bảo quản đem về phòng thí nghiệm để xử lý và phân tích mẫu.

2.4.2. Chuẩn bị mẫu

Chuyển phần than hoạt tính trong ống than hoạt tính dùng để lấy mẫu vào lọ 2mL. Thêm 1mL (V_E) acid formic (88% - 95%) vào lọ. Để giải hấp ít nhất 60 phút. Sau đó bơm mẫu trên GC/FID.

2.4.3. Xây dựng đường chuẩn và kiểm soát chất lượng

- Dụng đường chuẩn acid acetic cần pha ít nhất sáu mẫu chuẩn trong khoảng từ 0,01 - 10mg acid acetic và định mức trong bình định mức 10mL bằng acid formic (88% - 95%). Phân tích cùng với mẫu và mẫu trắng.

2.4.4. Phân tích mẫu

Chuyển phần than hoạt tính trong ống than hoạt tính dùng để lấy mẫu vào lọ 2mL. Thêm 1mL (V_E) acid formic (88% - 95%) vào lọ. Để giải hấp ít nhất 60 phút. Sau đó bơm mẫu trên GC/FID.

Điều kiện sắc ký

- Nhiệt độ buồng bơm mẫu: 230°C.
- Thể tích bơm mẫu: 5 μ L.
- Nhiệt độ cột tách: Nhiệt độ từ 130°C đến 180°C, tăng dần với tốc độ tăng 10°C/ phút.
- Tốc độ khí mang (He): 60mL/phút.
- Nhiệt độ detector: 230°C.

2.5. Tính toán kết quả

Nồng độ acid acetic (X) trong không khí (mg/m^3), được tính theo công thức:

$$X = X_0 \cdot V_E / m \cdot P$$

Trong đó:

- X: Nồng độ acid acetic trong không khí (mg/m^3).
- X_0 : Nồng độ được xác định theo đường chuẩn ($\mu\text{g}/\text{L}$).
- V_E : Phần mẫu thử thu được (dung dịch giải hấp) (L).
- m: Thể tích không khí đã lấy (L).
- P: Độ tinh khiết của chất chuẩn (%).

Phụ lục 3

KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH ACID HYDROCHLORIC (HCl) - PHƯƠNG PHÁP SO ĐỘ ĐỤC

(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)

1. Nguyên lý

Không khí có chứa HCl được hút qua dung dịch hấp thụ, sẽ phản ứng với chất hấp thụ và bị giữ lại trong đó.

Bạc nitrat tác dụng với HCl cho bạc chlorid trắng đục kết tủa.



So sánh độ đục với thang mẫu đã biết để định lượng HCl.

2. Phương pháp

2.1. Loại mẫu: Khí.

2.2. Thiết bị, dụng cụ

a. Quy định chung

- Hóa chất theo TCVN 1058: 1978.
- Nước cất theo TCVN 2117: 2009.

b. Dụng cụ

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 0,1 – 2L/phút.
- Ống hấp thụ.
- Ống nghiệm thủy tinh.
- Pipet các loại: 0,5mL, 1mL, 5mL, 10mL.

2.3. Hóa chất và thuốc thử

a. Hóa chất

- NaCl tinh khiết.
- HNO₃ đặc.
- AgNO₃.
- Nước cất.

b. Thuốc thử

- Dung dịch tiêu chuẩn HCl: Cân 0,1603g NaCl tinh khiết, khan, pha vào 1L nước cất. 1mL dung dịch này tương đương với 0,1mg HCl.
- Dung dịch HNO₃ 1%.

- Dung dịch AgNO₃ 1%.
- Dung dịch hấp thụ: Nước cất 2 lần.

2.4. Cách tiến hành

a. Lấy mẫu phân tích

Cho vào ống hấp thụ 5mL nước cất 2 lần. Lắp vào máy lấy mẫu, hút với lưu lượng 0,3L/phút, thể tích không khí cần lấy từ 5 – 10L.

b. Bảo quản và vận chuyển mẫu

Sau khi lấy mẫu xong, rót dung dịch đã hấp thụ vào lọ thủy tinh có nút mài. Khi vận chuyển đặt lọ đúng vị trí trong hộp chứa. Về phòng thí nghiệm, nên phân tích kịp thời.

c. Cách xác định

Pha thang mẫu: Lấy 10 ống nghiệm cùng cỡ, đánh số từ 0 - 9. Cho vào các ống theo thứ tự các dung dịch sau:

Số ống Dung dịch (mL)	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
	Dung dịch tiêu chuẩn 1mL = 0,1mg HCl	0	0,03	0,05	0,08	0,10	0,15	0,20	0,25	0,30
Dung dịch HNO ₃ 1%	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Dung dịch AgNO ₃ 1%	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Nước cất	3	2,97	2,95	2,92	2,90	2,85	2,80	2,75	2,70	2,60
Hàm lượng HCl (mg)	0	0,003	0,005	0,008	0,010	0,015	0,020	0,025	0,030	0,040

Phân tích mẫu: Lấy 3mL dung dịch trong ống hấp thụ cho vào ống nghiệm, thêm:

- + 1mL dung HNO₃ 1%.
- + 1mL dung dịch AgNO₃ 1%.

Lắc đều để 10 phút, so độ đục với thang mẫu (đặt ống so màu trên nền

đen).

2.5. Tính kết quả

Nồng độ HCl trong không khí tính theo công thức:

$$C = \frac{a \cdot b}{v \cdot V_0}$$

Trong đó:

- C: Nồng độ HCl trong không khí (mg/L).
- a: Hàm lượng HCl trong ống thang mẫu (mg).
- b: Tổng thể tích dung dịch hấp thụ (mL).
- v: Thể tích dung dịch hấp thụ lấy ra phân tích (mL).
- V_0 : Thể tích không khí lấy mẫu quy về điều kiện tiêu chuẩn (L).

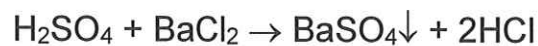
Phụ lục 4

KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH ACID SULFURIC (H₂SO₄) - PHƯƠNG PHÁP SO ĐỘ ĐỤC

(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)

1. Nguyên lý

Khi cho acid sulfuric (H₂SO₄) tác dụng với bari chlorid (BaCl₂) ta được bari sulfat (BaSO₄) kết tủa trắng. Nếu nồng độ acid thấp thì dung dịch trở lên trắng đục. Có thể áp dụng phép đo độ đục bằng mắt thường hoặc bằng máy. Cơ chế phản ứng:



Độ nhạy của phương pháp là 0,002mg trong 3mL dung dịch phân tích.

Chất trở ngại: Sulfur dioxide.

2. Phương pháp

2.1. Loại mẫu: Khí

2.2. Thiết bị, dụng cụ:

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 0,1 - 2L/phút.
- Ống hấp thụ (5mL - 25mL), ống nghiệm so màu (5mL, 10mL).
- Bình cầu 100mL có ngấn.
- Pipet các loại.

2.3. Hóa chất và thuốc thử:

- Dung dịch hấp thụ: Natri hydroxide (NaOH) 0,01N.
- Dung dịch HCl 10%.
- Dung dịch BaCl₂ 10%.
- Dung dịch tiêu chuẩn H₂SO₄: Cân 0,1776g kali sulfat hoà tan với 100mL nước cất trong bình cầu 100mL được dung dịch 1mL tương đương 0,1mg H₂SO₄.

2.4. Các bước tiến hành

a. *Lấy mẫu:* Trong ống hấp thụ cho 5mL dung dịch NaOH 0,01N. Lắp vào máy lấy mẫu, hút với lưu lượng 0,3L/phút. Thể tích không khí cần lấy là 10L.

b. *Bảo quản và vận chuyển mẫu:* Đồn dung dịch hấp thụ đã lấy mẫu có chứa H₂SO₄ vào ống nghiệm có nút mài. Đem mẫu về phòng thí nghiệm để ở ngăn mát tủ lạnh (4 - 8°C) và nên phân tích trong vòng 1 tháng.

c. *Pha thang mẫu:*

Lấy 10 ống nghiệm đánh số từ 0 - 9. Tiến hành theo bảng:

Số ống Dung dịch (mL)	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
	Dung dịch tiêu chuẩn (1mL = 0,1mg H ₂ SO ₄)	0	0,01	0,03	0,05	0,08	0,10	0,15	0,20	0,25
Dung dịch HCl 10%	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Dung dịch BaCl ₂ 10%	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Dung dịch NaOH 0,01N	2	1,99	1,97	1,95	1,92	1,90	1,85	1,80	1,75	1,70
Hàm lượng H ₂ SO ₄ (µg)	0	1	3	5	8	10	15	20	25	30

Lắc đều các ống. Để 10 - 15 phút, so độ đục với ống phân tích trên nền đen. Chỉ pha thang mẫu khi dùng.

- Phân tích:

Lấy 2mL dung dịch đã hấp thụ H₂SO₄, cho vào ống nghiệm so màu. Thêm 0,5mL dung dịch HCl 10% và 0,5mL dung dịch BaCl₂ 10%. Để 10 -15 phút sau so độ đục với thang mẫu.

2.5. Tính kết quả

Nồng độ acid sulfuric trong không khí được tính theo công thức sau:

$$C = \frac{a \cdot b}{v \cdot V_0}$$

Trong đó:

- C: Nồng độ hơi acid sulfuric trong không khí (µg/L).
- a: Hàm lượng acid sulfuric trong ống thang mẫu (µg).
- b: Tổng thể tích dung dịch hấp thụ (mL).
- v: Thể tích dung dịch hấp thụ lấy ra phân tích (mL).
- V₀: Thể tích không khí lấy mẫu quy về điều kiện tiêu chuẩn (L).

Phụ lục 5

KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH AMONIA (NH₃) –

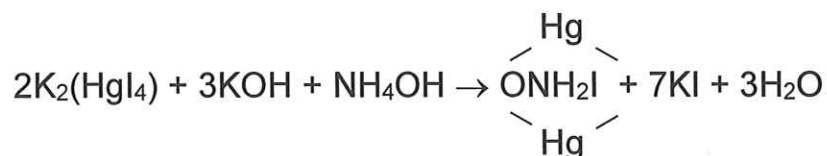
PHƯƠNG PHÁP SO MÀU

(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)

1. Nguyên lý

Không khí có chứa amonia được bơm hút đi qua dung dịch hấp thụ sẽ phản ứng hóa học với chất hấp thụ và bị giữ lại.

Khi cho amonia tác dụng với thuốc thử Nessler được một hợp chất màu vàng, nếu nồng độ amonia cao thì sẽ có màu nâu đục, theo phản ứng sau:



2. Phương pháp

2.1. Loại mẫu: Khí.

2.2. Dụng cụ, hóa chất

2.2.1. Quy định chung

- Hóa chất theo TCVN 1058: 1978.
- Nước cất theo TCVN 2117: 2009.

2.2.2. Dụng cụ

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 0,1 - 2L/phút.
- Ống hấp thụ.
- Pipet 1, 5, 10mL.
- Bình định mức 100mL.
- Ống đong 1L.
- Ống nghiệm so màu.
- Chai màu nâu 1L.

2.2.3. Hóa chất và thuốc thử

a. Hóa chất

- Acid sulfuric (H_2SO_4).
- Amonichlorid (NH_4Cl).
- Kali iodid (KI).
- Natri hydroxide (NaOH).
- Thủy ngân II chlorid ($HgCl_2$).
- Nước cất.

b. Thuốc thử

- **Dung dịch hấp thụ:** Acid sulfuric N/100.

- **Dung dịch tiêu chuẩn:** Cân 0,3142g amonichlorid thăng hoa cho vào bình định mức 100mL, thêm nước cất vừa đủ 100mL. 1mL dung dịch này chứa 1mg NH_3 . Sau đó, lấy 2mL cho vào bình định mức 100mL, thêm nước cất vừa đủ 100mL, được dung dịch 1mL chứa 0,02mg amonia.

- **Thuốc thử Nessler:**

Trong bình định mức 1, dung tích 100mL cho 17g thủy ngân II chlorid, thêm nước cất cho đủ 100 mL.

Trong bình định mức 2, dung tích 100mL cho 35g kali iodid, thêm nước cất cho đủ 100mL. Sau đó, đổ dung dịch bình 2 vào ống đong 1L rồi đổ dung dịch bình 1 vào từ từ đến khi được 1 kết tủa không tan thì dừng lại. Cho thêm 600mL dung dịch natri hydroxide 20%. Cuối cùng đổ hết dung dịch trong bình định mức 1 vào. Để 24 giờ, rồi gạn lớp nước trong ở trên ra, cho vào chai nâu để bảo quản.

Dung dịch phải trong và có màu vàng nhạt hoặc không màu.

2.3. Các bước tiến hành:

a. Lấy mẫu

Cho 5mL dung dịch hấp thụ là acid sulfuric 0,01N vào ống hấp thụ. Lắp ống hấp thụ vào máy lấy mẫu. Điều chỉnh lưu lượng hút của máy là 0,3L/phút và thời gian lấy mẫu 30 - 60 phút.

Sau khi lấy mẫu xong, rót dung dịch đã hấp thụ vào lọ thủy tinh nút mài, dung tích 10mL hoặc 20mL. Khi vận chuyển đặt lọ đúng vị trí trong hộp chứa. Bảo quản mẫu ở ngăn mát tủ lạnh (4 – 8°C).

b. Phân tích mẫu

- Pha thang mẫu tự nhiên:

Lấy 10 ống nghiệm cùng cỡ, đánh số từ 0 - 9, tiến hành pha theo bảng sau:

Số ống Dung dịch	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Dung dịch tiêu chuẩn 1mL = 0,02mg NH ₃	0	0,1	0,25	0,5	0,75	1,0	1,25	1,5	2,00	2,5
Nước cất (mL)	5	4,9	4,75	4,5	4,25	4,0	3,75	3,5	3,00	2,5
Thuốc thử Nessler (giọt)	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Hàm lượng NH ₃ (mg)	0	0,002	0,005	0,010	0,015	0,020	0,025	0,030	0,040	0,050

Thang mẫu này có thể để được 2 ngày trong phòng thí nghiệm.

- Phân tích mẫu:

Cho 5mL dung dịch đã hấp thụ amonia vào ống nghiệm, thêm 5 giọt thuốc thử Nessler. Lắc đều rồi đem so màu cùng thang mẫu.

2.4. Tính kết quả:

Nồng độ amonia trong không khí được tính theo công thức sau:

$$C = \frac{a \cdot b}{v \cdot V_0}$$

Trong đó:

- C: Nồng độ amonia trong không khí (mg/L).
- a: Hàm lượng amonia trong ống thang mẫu (mg).
- b: Tổng thể tích dung dịch hấp thụ (mL).
- v: Thể tích dung dịch hấp thụ lấy ra phân tích (mL).
- V₀: Thể tích không khí lấy mẫu quy về điều kiện tiêu chuẩn (L).

Phụ lục 6**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH ANILIN (C₆H₅NH₂) -
PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ KHÍ**

*(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)*

1. Nguyên lý

Anilin trong không khí được hấp phụ vào trong tuýp chất hấp phụ silicagel có bộ lọc sợi thủy tinh đã được xử lý acid sulfuric. Sau đó mẫu được giải hấp bằng dung môi thích hợp rồi bơm lên hệ thống sắc ký khí theo một chương trình nhiệt độ lò cột phù hợp. Quá trình rửa giải mẫu phân tích ra khỏi cột tách được phát hiện bằng detector FID, tín hiệu được ghi lại bằng sắc ký đồ. Trên cơ sở độ lớn của diện tích hay chiều cao pic của mẫu thử và chuẩn, thể tích mẫu không khí đã lấy, tính được nồng độ anilin có trong mẫu khí đem phân tích.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ:**

- Bộ chuỗi lấy mẫu:

Bộ lọc sợi thủy tinh, 37mm (Gelman hoặc tương đương) được xử lý bằng H₂SO₄ 0,26N trong casset polystyren.

Ống hấp phụ (ống than hoạt tính): Dài 11cm, đường kính ngoài (OD) 8mm, có chứa hai phần silicagel (trước: 520mg; sau: 260mg) ngăn cách và giữ lại bằng nút xốp polyurethan. Một nút len thủy tinh silylated ở phần đầu trước và nút xốp urethan ở phần đầu sau. Ống này có bán sẵn.

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 0,2L/phút.
- Máy sắc ký khí, FID, máy tính và cột sắc ký.
- Bể siêu âm.
- Các lọ tiêm mẫu tự động, nắp có lót màng ngăn PTFE.
- Lọ 4mL với nắp xoáy.
- Xy lạnh 10µL và các cỡ khác nếu cần, chia vạch tới 0,1µL.
- Các bình định mức cỡ khác nhau.

- Các pipet cỡ khác nhau.

2.3. Hóa chất và thuốc thử:

- Anilin ($C_6H_5NH_2$), tinh khiết.
- Ethanol (C_2H_5OH), loại sắc ký.
- Acid sulfuric (H_2SO_4), cấp thuốc thử tinh khiết, 0,26N. Pha loãng 1,5 mL dung dịch H_2SO_4 36N đến 200mL với nước khử ion.
- Dung dịch chuẩn gốc anilin, 102,2mg/mL. Pha loãng 1mL anilin đến 10mL với ethanol.
- Heli, đã tinh khiết.
- Khí hydro, tinh khiết.
- Không khí đã nén, lọc.

Chú ý đặc biệt: Anilin là chất độc có thể gây ung thư.

2.4. Các bước tiến hành

2.4.1. Lấy mẫu

- Lắp ráp bộ chuỗi lấy mẫu, nối bộ lọc casset có ống hấp thụ với máy lấy mẫu bằng ống mềm.
- Lấy mẫu ở lưu lượng 0,2L/phút. Tổng thể tích lấy mẫu 5 – 50L.

2.4.2. Điều kiện sắc ký

- Nhiệt độ buồng bơm mẫu: 250°C.
- Nhiệt độ detector: 300°C.
- Nhiệt độ cột tách: Tăng từ 35°C tới 150°C (tốc độ tăng 8°C/phút).
- Thể tích bơm mẫu: 1 μ L.
- Tốc độ khí mang heli: 2,4mL/phút.
- Cột mao quản dài 30m, đường kính trong (ID) 0,32mm, lớp film 1 μ m, (Rtx hoặc tương đương).
- Giải hấp: 2mL ethanol.

2.4.3. Xây dựng đường chuẩn và kiểm soát chất lượng

- Dung dịch chuẩn của anilin, trong ethanol.

- Chuẩn hàng ngày với dãy ít nhất sáu nồng độ chuẩn làm việc trên giới hạn quan tâm.

a. Thêm một lượng đã biết của dung dịch chuẩn gốc vào ethanol trong bình định mức 10mL và pha loãng tới vạch.

b. Phân tích cùng với mẫu thử và mẫu trắng.

c. Chuẩn bị đồ thị chuẩn (của diện tích pic với lượng μg anilin).

- Xác định độ thu hồi (R) ít nhất một lần cho mỗi lô các bộ lọc sợi thủy tinh và hiệu quả giải hấp (DE) cho từng lô ống hấp thụ silicagel dùng để lấy mẫu trong giới hạn chuẩn.

a. Chuẩn bị ba bộ lấy mẫu tại mỗi mức của dãy 6 nồng độ chuẩn và ba mẫu trắng.

b. Tiêm một lượng đã biết của dung dịch chuẩn gốc, trực tiếp lên bộ lọc sợi thủy tinh 37mm đã xử lý acid sulfuric và lên phần chất hấp thụ phía trước của mỗi tuýp silicagel.

c. Để bộ lọc và các ống cân bằng không khí trong vài phút, sau đó đậy nắp các đầu của ống và casset và để qua đêm.

d. Giải hấp và phân tích cùng với các chuẩn làm việc.

e. Chuẩn bị đồ thị của R và DE (hiệu quả giải hấp) với μg anilin đã thu hồi.

- Phân tích 3 mẫu mù spikes kiểm soát chất lượng và 3 mẫu phân tích spikes để đảm bảo rằng đồ thị chuẩn R, và đồ thị hiệu quả giải hấp ở trong kiểm soát.

2.4.4. Phân tích mẫu

- Đặt các phần hấp phụ phía trước (bao gồm cả nút bông thủy tinh) và phía sau của mỗi ống lấy mẫu trong các lọ 4mL riêng biệt. Loại bỏ nút xốp. Tháo bộ lọc sợi thủy tinh từ casset và đặt trong lọ 4mL.

- Thêm 2mL ethanol tới mỗi lọ và đóng nắp.

- Đặt các lọ trong bể lắc siêu âm 60 phút để trợ giúp giải hấp.

- Chuyển 1mL mẫu lỏng đến lọ của tiêm mẫu tự động và gắn nắp ép.

- Đặt chế độ máy sắc ký khí như mục 2.4.2. *Điều kiện sắc ký*. Tiêm 1 μ L phần mẫu thử bằng tay sử dụng kỹ thuật đẩy dung môi hoặc bằng tiêm mẫu tự động.

Chú ý: Nếu diện tích pic vượt trên giới hạn tuyến tính của các chuẩn làm việc, pha loãng với ethanol, phân tích lại và áp dụng hệ số pha loãng thích hợp trong tính toán.

- Đo diện tích pic.

2.5. Tính toán kết quả

- Xác định khối lượng, μ g (đã hiệu chỉnh R độ thu hồi) của anilin đã tìm được trên bộ lọc sợi thủy tinh (W_{Fil}) mẫu thử và bộ lọc sợi thủy tinh (B_{Fil}) mẫu trắng.

Tính nồng độ, C_{Fil} , của anilin trong thể tích không khí đã lấy mẫu, V (lít):

$$C_{Fil} = \frac{(W_{Fil} - B_{Fil})}{V}, \text{ (mg/m}^3\text{)}$$

Trong đó:

C_{Fil} : Nồng độ anilin trong không khí (mg/m^3).

W_{Fil} : Khối lượng anilin trên bộ lọc sợi thủy tinh mẫu thử (μ g).

B_{Fil} : Khối lượng anilin trên bộ lọc sợi thủy tinh mẫu trắng (μ g).

V: Thể tích không khí đã lấy mẫu (L).

Chú ý: Sử dụng công thức trên để tính toán mẫu dính và bám trên da, nếu thu thập được.

- Xác định khối lượng, μ g (đã hiệu chỉnh DE xác định hiệu quả giải hấp) của anilin đã tìm được trong phần silicagel phía trước ống mẫu (W_t) và phía sau ống mẫu (W_b) và trung bình phần hấp phụ mẫu trắng phương tiện phía trước ống (B_t) và phía sau ống (B_b).

Ghi chú: Nếu $W_b > W_t/10$, thông báo có sự quá tải ống lấy mẫu và có thể mất mẫu.

Tính nồng độ C_{SG} , của anilin trong thể tích không khí đã lấy mẫu, V (L):

$$C_{SG} = \frac{(W_t + W_b - B_t - B_b)}{V} \quad (\text{mg/m}^3)$$

Trong đó :

C_{SG} : Nồng độ anilin trong thể tích không khí đã lấy mẫu (mg/m^3). (Trong trường hợp dùng ống hấp thụ silicagel).

W_t : Khối lượng anilin trong phần silicagel phía trước ống mẫu (μg).

W_b : Khối lượng anilin trong phần silicagel phía sau ống mẫu (μg).

B_t : Khối lượng trung bình anilin trong phần hấp phụ mẫu trắng phía trước ống (μg).

B_b : Khối lượng trung bình anilin trong phần hấp phụ mẫu trắng phía sau ống (μg).

V : Thể tích không khí đã lấy mẫu (L).

Ghi chú: SG: silicagel.

Phụ lục 7

KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH ARSENIC (As) VÀ HỢP CHẤT – PHƯƠNG PHÁP PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ (AAS)

(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)

1. Nguyên lý

Lấy mẫu arsenic và hợp chất trong không khí bằng giấy lọc ester cellulose. Sau đó vô cơ hóa mẫu bằng hỗn hợp (acid nitric đặc, acid sulfuric đặc và acid perchloric đặc) tới khi được dung dịch trong suốt. Đo trên máy quang phổ hấp thụ nguyên tử ở bước sóng 193,7nm. Tỷ lệ độ hấp thụ quang trong vùng tuyến tính và nồng độ arsenic trong mẫu chuẩn sẽ tính toán được kết quả phân tích.

2. Phương pháp

2.1. Loại mẫu: Khí.

2.2. Thiết bị, dụng cụ:

- Giấy lọc ester cellulose, cỡ lỗ lọc 0,8 μ m, đường kính 37mm.
- Casset để chứa giấy lọc.
- Máy lấy mẫu, lưu lượng 1 – 3L/phút.
- Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử.
- Bình định mức, cốc thủy tinh chịu nhiệt, ống tuýp đựng mẫu, pipet các thể tích.
- Bếp điện.

Ghi chú: Tất cả đồ thủy tinh được làm sạch với acid nitric đặc trước khi sử dụng và rửa kỹ với nước cất hoặc nước khử ion.

2.3. Hoá chất, thuốc thử:

- Acid nitric (HNO₃) đặc, siêu tinh khiết.
- Acid hydrochloric (HCl) đặc, siêu tinh khiết.
- Acid sulfuric (H₂SO₄), đặc.
- Acid perchloric (HClO₄), đặc.

- Dung dịch chuẩn gốc, 1000mg/mL. Có thể dùng chuẩn gốc bán sẵn hoặc hoà tan 1,320g As_2O_3 chuẩn ban đầu trong 25mL KOH 20% (kl/tt). Trung tính hoá với HNO_3 20% (tt/tt) tới điểm dừng, chỉ thị phenolphthalein. Thêm 10mL HNO_3 đặc và pha loãng tới 1L với nước cất hoặc nước khử ion.

- Hỗn hợp vô cơ hóa: pha hỗn hợp (HNO_3 : H_2SO_4 : $HClO_4$) theo thể tích với tỉ lệ là (3:1:1).

- Hydrogen (H_2).
- Argon (Ar).
- Nước cất hoặc nước đã khử ion.
- Natri borohydrid ($NaBH_4$), dạng viên.
- Khí nén.

Ghi chú: Arsenic là chất gây ung thư, cần xử lý phù hợp. Thực hiện phá mẫu acid perchloric trong tủ hút.

2.4. Các bước tiến hành:

2.4.1. Lấy mẫu

Lấy mẫu không khí với lưu lượng 1 – 3L/phút. Thể tích không khí cần lấy từ 30 - 1000L.

2.4.2. Vô cơ hóa giấy lọc

- Chuyển giấy lọc đã hấp phụ mẫu vào cốc thủy tinh chịu nhiệt.
- Thêm 5mL hỗn hợp vô cơ hóa (3mL HNO_3 đậm đặc; 1mL H_2SO_4 đặc, 1mL $HClO_4$ đặc).
- Đun trên bếp điện ở nhiệt độ $140^\circ C$ cho đến khi dung dịch không màu.
- Thêm 1mL HNO_3 đặc hoặc nhỏ từng giọt $HClO_4$ 70%.
- Tiếp tục đun trên bếp điện ở $140^\circ C$ cho đến khi xuất hiện khói SO_3 đặc.
- Để mát dung dịch.
- Chuyển lượng dung dịch trên vào bình định mức 25mL.
- Pha loãng tới vạch bằng nước cất đã khử ion. Đây là dung dịch mẫu để xác định arsenic và hợp chất bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử.

2.4.3. Điều kiện phân tích

- Kỹ thuật: hấp thụ nguyên tử, ngọn lửa sinh arsin.
- Chất phân tích: arsenic.
- Tro hoá: 3mL HNO₃ đậm đặc; 1mL H₂SO₄ đặc, 1mL HClO₄ đặc, 140°C.
- Dung dịch cuối: 25mL H₂SO₄ 4%.
- Ngọn lửa: Hydrogen – argon.
- Bước sóng: 193,7nm.
- Hiệu chỉnh đường nền: liên tục D₂ hoặc H₂.
- Chuẩn: Dung dịch chuẩn As trong H₂SO₄ 4%.
- Giới hạn: 0,05 – 2,0µg mỗi mẫu.
- Giới hạn phát hiện ước tính: 0,02µg mỗi mẫu.
- Độ chính xác (Šr): 0,11.

2.4.4. Hiệu chuẩn và kiểm soát chất lượng

- Chuẩn bị dãy các chuẩn làm việc:

Từ dung dịch gốc arsenic có nồng độ 1000µg/mL pha dung dịch lập đường chuẩn có nồng độ dao động từ 0,2 - 8µg As/100mL bằng dung dịch H₂SO₄ 4%. Phân tích các nồng độ chuẩn song song với mẫu trắng và mẫu thử.

- Phân tích mỗi lô 10 mẫu thử thì xen 1 mẫu chuẩn.
- Để kiểm tra độ thu hồi tín hiệu phân tích, mỗi lô 10 mẫu thử dùng 1 mẫu trắng.

2.4.5. Đo trên máy

- Đặt chế độ máy quang phổ hấp thụ nguyên tử phù hợp với khuyến cáo của nhà sản xuất và các điều kiện trên mục 2.4.3.

2.4.6. Phân tích mẫu

- Thiết lập máy tạo arsin theo hướng dẫn của nhà sản xuất.
- Dùng pipet hút 5mL một phần của 25mL mẫu thử vào bình sinh arsin.
- Thêm 25mL nước cất hoặc khử ion, 3mL HCl đặc và trộn kỹ.

- Nối bình với hệ thống sinh (arsin).
- Đưa 1 viên đơn natri borohydride hoặc dung dịch natri borohydride vào dung dịch mẫu.
- Cho phép các chất khí để tuôn vào ngọn lửa của máy hấp thụ nguyên tử.
- Ghi độ hấp thụ máy đang đọc.

Chú ý: Nếu các giá trị độ hấp thụ của mẫu thử ở bên trên phạm vi tuyến tính của các dung dịch chuẩn thì phải pha loãng dung dịch thử hoặc sử dụng một phần nhỏ hơn, phân tích lại và sử dụng hệ số pha loãng thích hợp trong tính toán.

2.5. Tính toán kết quả:

Nồng độ arsenic trong không khí được tính theo công thức:

$$C = \frac{(Sc.Vs - Cb.Vb)}{V} \quad (\text{mg/m}^3)$$

Trong đó:

C: Nồng độ hơi khí arsenic trong không khí (mg/m³).

Sc: Nồng độ arsenic trong dung dịch mẫu thử tương ứng với đường chuẩn (µg/mL).

Cb: Nồng độ arsenic trong dung dịch mẫu trắng tương ứng với đường chuẩn (µg/mL).

Vs: Thể tích dung dịch hấp thụ (mL).

Vb: Thể tích dung dịch mẫu trắng (mL).

V: Thể tích không khí lấy mẫu (L).

Phụ lục 8**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH ARSIN (AsH_3) –****PHƯƠNG PHÁP PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ (AAS)**

*(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)*

1. Nguyên lý

Lấy mẫu arsin trong không khí bằng ống hấp phụ chứa sẵn than hoạt. Sau đó giải hấp, đo trên máy quang phổ hấp thụ nguyên tử ở bước sóng 193,7nm. Dựa vào độ hấp thụ của mẫu, các mẫu chuẩn, các mẫu trắng, thể tích không khí lấy mẫu, tính được nồng độ arsin trong mẫu phân tích.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ:**

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 0,01 - 0,2L/phút.

- Đầu lấy mẫu (ống than hoạt tính): Dài 7cm, đường kính ngoài (OD) 6mm, đường kính trong (ID) 4mm, đầu hàn kín, có chứa hai phần của than vỏ dừa đã hoạt hoá (trước: 100mg; sau: 50mg) ngăn cách bởi một nút xốp urethan 2mm. Một nút len thủy tinh silylated ở phần đầu trước và nút xốp urethan 3mm ở phần đầu sau. Có thể sử dụng ống bán sẵn.

- Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử với lò than chì, ống không nhiệt phân, hiệu chỉnh nền và điện cực phóng điện (và cung cấp điện) hoặc đèn catot rỗng cho arsenic.

- Bình định mức 1L và 100mL.

- Micropipet 5 đến 500 μ L.

- Ống ly tâm 10 hoặc 15mL.

- Bể lắc siêu âm.

- Máy ly tâm.

- Xy lanh 0,1mL, chia vạch tới 0,1 μ L.

2.3. Hoá chất, thuốc thử:

- Nước cất hoặc nước khử ion.

- Acid nitric (HNO_3) đặc.
 - Acid nitric (HNO_3) 0,01M. Pha loãng 0,4mL HNO_3 đặc tới 1L với nước cất.
 - Dung dịch gốc arsenic 1000 μg As(III)/mL: Chuẩn bán sẵn hoặc hoà tan 1,322g thuốc thử As_2O_3 khan trong 100mL HNO_3 0,1M, pha loãng tới 1L với HNO_3 0,1M.
 - Dung dịch chuẩn gốc, 1 μg As(III)/mL pha loãng 0,1mL dung dịch gốc arsenic (1000 μg As (III)/mL) tới 100mL với HNO_3 0,01M. Pha khi dùng.
 - Dung dịch nickel nitrat [$\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$] 1000 μg Ni/mL: Chuẩn hấp thụ nguyên tử nickel bán sẵn hoặc hoà tan 3,112g $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ thuốc thử khan trong 100mL HNO_3 0,1M, pha loãng tới 1L với nước.
 - Argon (Ar) lỏng.
 - Arsin (AsH_3) 99%, hoặc hỗn hợp trong nitrogen.
- Chú ý: Arsenic là chất độc gây ung thư, cần xử lý trong tủ hút.

2.4. Các bước tiến hành:

2.4.1. Lấy mẫu

- Bể các đầu ống than hoạt tính ngay trước khi sử dụng, cắm vào ống mềm nối với máy lấy mẫu.
- Lấy mẫu ở lưu lượng 0,01 - 0,2L/phút; tổng thể tích lấy mẫu 0,1 - 10L.
- Sau lấy mẫu, đậy nắp ống lấy mẫu và đóng gói an toàn để vận chuyển.

2.4.2. Điều kiện phân tích

- Kỹ thuật: Quang phổ hấp thụ nguyên tử, lò graphit.
- Chất phân tích: Arsin.
- Giải hấp: 1mL HNO_3 0,01M; 30 phút trong bể siêu âm.
- Ma trận: Ni^{2+} , 1000 μg /mL.
- Bước sóng: 193,7nm, hiệu chỉnh D_2 hoặc H_2 .
- Lò graphit: Chạy khô 40 giây ở 110°C; CHAR: 15 giây ở 1200°C; nguyên tử hoá 7 giây ở 2540°C.
- Tiêm: 50 μL .

- Chuẩn: Dung dịch chuẩn As trong HNO₃ 0,01M với 10mg than hoạt.
- Giới hạn: 0,01 - 0,3µg/mẫu.
- Giới hạn phát hiện ước tính: 0,004µg/mẫu.
- Độ chính xác (Šr): 0,06 - 0,012 tới 0,11µg/mẫu.

2.4.3. Chuẩn bị mẫu thử

- Đặt phần chất hấp phụ phía trước và phía sau của ống lấy mẫu trong các ống ly tâm riêng rẽ. Tháo bông thủy tinh và các nút xốp khỏi ống than hoạt.

- Thêm 1mL HNO₃ 0,01M vào các ống, đậy nắp.
- Khuấy 30 phút trong một bể siêu âm.
- Ly tâm từng ống.

2.4.4. Hiệu chuẩn và kiểm soát chất lượng

Hàng ngày, chuẩn với ít nhất 6 nồng độ hiệu dụng từ 0,004 tới 0,3µg arsenic mỗi mẫu.

a. Cho 1 lượng dung dịch chuẩn gốc đã biết vào ống ly tâm chứa 100mg than hoạt, thêm HNO₃ 0,001M cho vừa đủ 1mL.

b. Phân tích các ống chuẩn đồng thời với những mẫu trắng và mẫu thử (theo các bước đo trên máy). Cứ 5 mẫu thử lại phân tích lại các chuẩn để kiểm tra độ trôi tín hiệu của thiết bị.

c. Chuẩn bị đồ thị chuẩn (độ hấp thụ so với µg arsenic).

Xác định hiệu quả giải hấp (DE) ít nhất 1 lần cho mỗi lô than hoạt đã sử dụng để lấy mẫu trong giới hạn 0,004 tới 2µg arsenic mỗi mẫu. Cách 5 mức nồng độ thì chuẩn bị 3 ống thử và 3 ống trắng.

a. Tháo bỏ phần hấp phụ phía sau của ống trắng.

b. Tiêm một lượng đã biết khí arsin tinh khiết (hoặc một hỗn hợp khí chuẩn arsin) trực tiếp vào phần hấp phụ phía trước với một xy lanh microlit.

c. Đậy nắp ống, có thể để qua đêm.

d. Giải hấp như phần trên và phân tích cùng với các ống chuẩn (theo các bước đo trên máy).

e. Chuẩn bị đồ thị của DE (hiệu quả giải hấp) với µg arsenic thu hồi.

Phân tích 3 mức nồng độ để kiểm soát chất lượng, đảm bảo đồ thị chuẩn chính xác.

2.4.5. Đo trên máy

- Đặt chế độ máy quang phổ và lò graphit phù hợp với khuyến cáo của nhà sản xuất và các điều kiện ở mục 2.4.2. *Điều kiện phân tích.*

- Tiêm 50µL mẫu thử hoặc mẫu chuẩn, tiếp theo là 50µL dung dịch nickel nitrat trước khi bắt đầu chương trình phân tích; đo diện tích pic.

Chú ý: Nếu độ hấp thụ mẫu thử nằm ngoài khoảng tuyến tính của các chuẩn, pha loãng với HNO₃ 0,01M, phân tích lại và áp dụng các hệ số pha loãng thích hợp trong tính toán.

Giám sát độ lặp lại của diện tích pic cho một chuẩn trong suốt quá trình đo. Nếu kết quả thất thường, tối ưu hoá thông số máy và thay thế ống than hoạt.

2.5. Tính toán kết quả:

- Xác định khối lượng µg của arsin trong các phần hấp phụ trước (W_f) và sau (W_b) mẫu thử và trung bình các phần hấp phụ trước (B_f) và sau (B_b) mẫu trắng bằng việc nhân với khối lượng của arsenic đã tìm được cho mỗi phần này với 1,024 (MW của arsin /MW của arsenic).

Lưu ý: Nếu W_b > W_f / 10, thông tin có sự quá tải và có thể xảy ra mất mẫu.

- Tính nồng độ C, của arsin trong thể tích không khí đã lấy, V (L):

$$C = \frac{W_f + W_b - B_f - B_b}{V} \quad (\text{mg/m}^3)$$

Trong đó :

C: Nồng độ hơi khí arsin trong không khí (mg/m³).

W_f: Khối lượng của arsin trong phần hấp phụ trước ống lấy mẫu thử (µg).

W_b: Khối lượng của arsin trong phần hấp phụ sau ống lấy mẫu thử (µg).

B_f: Khối lượng trung bình của arsin trong các phần hấp phụ trước ống lấy mẫu trắng (µg).

B_b: Khối lượng trung bình của arsin trong các phần hấp phụ sau ống lấy mẫu trắng (μg).

V: Thể tích không khí lấy mẫu (L).

Phụ lục 9**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH BENZEN (C₆H₆) –
PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ KHÍ**

*(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)*

1. Nguyên lý

Benzen trong không khí được hấp phụ vào trong ống than hoạt tính. Sau đó mẫu được giải hấp bằng dung môi thích hợp rồi bơm lên hệ thống sắc ký khí theo một chương trình lò cột phù hợp. Quá trình rửa giải mẫu phân tích ra khỏi cột tách được phát hiện bằng detector FID, tín hiệu được ghi lại bằng sắc ký đồ. Trên cơ sở độ lớn của diện tích hay chiều cao pic của mẫu thử và chuẩn, thể tích không khí đã lấy mẫu, tính được nồng độ benzen.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ:**

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 0,01 - 1L/phút.

- Đầu lấy mẫu (ống than hoạt tính): Dài 7cm, đường kính ngoài (OD) 6mm, đường kính trong (ID) 4mm, đầu hàn kín, có chứa hai phần của than vô dũa đã hoạt hoá (trước: 100mg; sau: 50mg) ngăn cách bởi một nút xốp urethan 2mm. Một nút len thuỷ tinh silylated ở phần đầu trước và nút xốp urethan 3mm ở phần đầu sau. Có thể sử dụng ống bán sẵn.

- Bình định mức 10mL, 100mL.

- Pipet 1mL, 5mL, 10mL.

- Xy lanh 10 μ L và 25 μ L.

- Ống đong 1L.

- Lọ 2mL.

- Cân phân tích, độ chính xác 0,1mg.

- Máy sắc ký khí, detector FID, cột sắc ký.

2.3. Hóa chất và thuốc thử:

- Carbon disulfide (CS₂), tinh khiết phân tích, chất lượng sắc ký, không có benzen.

- Khí nitơ, tinh khiết.

- Khí hydro, tinh khiết.

- Khí heli, tinh khiết.

- Dung dịch chuẩn benzen gốc: Hoà tan 100mg của chuẩn benzen trong carbon disulfide, định mức đến 100mL: 1000mg/L.

- Dung dịch chuẩn benzen nồng độ trung gian: Pha loãng 1mL dung dịch chuẩn benzen gốc thành 100mL bằng carbon disulfide: 10mg/L, bảo quản trong tủ lạnh (4 - 8°C). Từ dung dịch này pha loãng thành các dung dịch có nồng độ thấp để lập đường chuẩn. Chuẩn bị dãy dung dịch chuẩn trước khi phân tích có các nồng độ 10; 20; 50; 100; 150; 200µg/L.

2.4. Các bước tiến hành

2.4.1. Lấy mẫu

- Bẻ các đầu của ống lấy mẫu ngay trước khi lấy mẫu. Gắn ống lấy mẫu vào ống mềm và nối với máy lấy mẫu.

- Lấy mẫu ở lưu lượng 0,01 - 0,2L/phút, tổng thể tích lấy mẫu 5 – 30L.

- Sau khi lấy mẫu, đậy nắp của ống lấy mẫu với các nút chất dẻo (không dùng nút cao su) và đóng gói bảo quản mẫu.

2.4.2. Điều kiện sắc ký

- Nhiệt độ buồng bơm mẫu: 240°C.

- Thể tích bơm mẫu: 5µL.

- Nhiệt độ cột tách: Nhiệt độ ban đầu 40°C giữ trong 5 phút, sau đó tăng dần với tốc độ tăng 20°C/phút đến 230°C và giữ trong 1 phút.

- Tốc độ khí mang (He): 1mL/phút.

- Nhiệt độ detector: 280°C.

- Tốc độ nitơ bổ trợ: 30mL/phút.

2.4.3. Xây dựng đường chuẩn

Dựng đường chuẩn benzen cần phân tích bằng cách bơm dãy dung dịch chuẩn benzen nồng độ trung gian đã chuẩn bị lên máy GC/FID với các thông số kỹ thuật (2.4.2).

Dựa vào nồng độ chuẩn và diện tích pic (hoặc chiều cao pic) của chuẩn benzen, xác định được phương trình hồi quy $y = ax + b$ và hệ số tương quan r (giữa nồng độ chuẩn và diện tích pic chuẩn).

2.4.4. Phân tích mẫu

Chuyển phần than hoạt tính trong ống than hoạt tính dùng để lấy mẫu vào lọ 2mL. Thêm 1mL (V_E) carbon disulfide vào lọ. Để giải hấp ít nhất 30 phút. Sau đó bơm mẫu trên GC/FID.

2.5. Tính toán kết quả

Nồng độ benzen trong không khí được tính theo công thức:

$$X = \frac{X_o \cdot V_E \cdot P}{V} \quad (\text{mg/m}^3)$$

Trong đó:

X: Nồng độ benzen trong không khí, (mg/m^3).

X_o : Nồng độ benzen trong mẫu thử được xác định theo đường chuẩn, ($\mu\text{g/L}$).

V_E : Thể tích phần mẫu thử thu được (dung dịch giải hấp), (L).

V: Thể tích không khí đã lấy mẫu, (L).

P: Độ tinh khiết của chất chuẩn, (%).

Phụ lục 10

**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH N-BUTANOL [(CH₃(CH₂)₃OH] -
PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ KHÍ**

(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)

1. Nguyên lý

N-butanol trong không khí được hấp phụ vào trong ống than hoạt (trước: 100mg; sau: 50mg) ngăn cách bởi một nút xốp urethane 2mm. Sau đó mẫu được giải hấp bằng dung dịch thích hợp rồi bơm lên hệ thống sắc ký khí theo một chương trình nhiệt độ lò cột phù hợp. Quá trình rửa giải mẫu phân tích ra khỏi cột tách được phát hiện bằng detector FID, tín hiệu được ghi lại bằng sắc ký đồ. Trên cơ sở độ lớn của tỉ lệ diện tích hay chiều cao pic của mẫu thử/ chuẩn nội và tỉ lệ diện tích hay chiều cao pic chuẩn/ chuẩn nội, thể tích mẫu không khí đã lấy, tính được nồng độ n-butanol có trong mẫu khí đem phân tích.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ:**

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 0,01 - 0,2L/phút.
- Đầu lấy mẫu (ống than hoạt tính): Dài 7cm, đường kính ngoài (OD) 6mm, đường kính trong (ID) 4mm, hai đầu hàn kín, có chứa hai phần của than hoạt (trước: 100mg; sau: 50mg), ngăn cách bởi một nút xốp urethane 2mm. Một nút bông thủy tinh silylated ở phần đầu trước và nút xốp urethane 3mm ở phần đầu sau. Có thể sử dụng ống bán sẵn.
- Máy sắc ký khí, FID, máy tính và cột sắc ký.
- Lọ thủy tinh 2mL, nắp ép có lót PTFE.
- Xy lanh 10 μ L, chia vạch tới 0,1 μ L.
- Bình định mức 2mL.

2.3. Hóa chất và thuốc thử:

- Carbon disulfide (CS₂), (cấp sắc ký).
- 2-Propanol [(CH₃)₂CHOH], (cấp sắc ký).

- Hexan (C₆H₁₄), (cấp sắc ký).
- Heptan (C₇H₁₆), (cấp sắc ký).
- Dung dịch giải hấp: Carbon disulfide với 2-propanol 5% (tt/tt) và hexan 0,05% như là một chuẩn nội.

Ghi chú: n-undecan 0,1% (tt/tt) hoặc chuẩn thích hợp khác có thể được sử dụng làm chuẩn nội.

- Chất phân tích (chất chuẩn n-butanol).
- Dung dịch gốc, 100mg/mL. Chuẩn bị các dung dịch của chất phân tích n-butanol trong heptan.
- Khí nitơ tinh khiết.
- Khí hydro, tinh khiết trước.
- Không khí đã nén, lọc.

Chú ý: Carbon disulfide là chất độc hại, propanol, hexan và heptan là những chất dễ cháy. Các thao tác liên quan phải được thực hiện trong tủ hút.

2.4. Các bước tiến hành

2.4.1. Lấy mẫu

- Bề các đầu của ống lấy mẫu ngay trước khi lấy mẫu. Gắn ống lấy mẫu với máy lấy mẫu bằng ống mềm.
- Lấy mẫu ở lưu lượng 0,01 - 0,2L/phút, tổng thể tích lấy mẫu 2 - 10L.
- Đậy ống lấy mẫu với các nắp chất dẻo (không phải cao su) và đóng gói an toàn để vận chuyển.

2.4.2. Điều kiện sắc ký

- Máy sắc ký khí, FID.
- Nhiệt độ buồng bơm mẫu: 200°C.
- Nhiệt độ detector: 250 - 300°C.
- Nhiệt độ cột: 35°C giữ 7 phút; tăng 5°C/phút đến 60°C, giữ 5 phút; tăng 10°C/phút đến 120°C, giữ 3 phút.
- Thể tích bơm mẫu: 1µL.
- Lưu lượng khí mang He: 4mL/phút.

- Cột sắc ký mao quản silica nung chảy kích thước 30m x 0,32mm ID, phim polyethylen glycol dày 0,5 μ m, DB wax hoặc tương đương.

- Giải hấp: 1mL 2-propanol 1% trong CS₂.

2.4.3. Xây dựng đường chuẩn và kiểm soát chất lượng

- Dung dịch chuẩn n-butanol trong dung dịch rửa giải (chuẩn nội tùy chọn).

- Chuẩn hàng ngày với ít nhất sáu nồng độ chuẩn làm việc bao hàm giới hạn của mẫu thử.

a. Thêm lượng đã biết của chuẩn tới dung dịch DS (dung dịch giải hấp) trong bình định mức 2mL và pha loãng tới vạch.

b. Phân tích cùng với mẫu thử và mẫu trắng.

c. Chuẩn bị đồ thị chuẩn (tỉ lệ diện tích pic của chất phân tích với diện tích pic của chuẩn nội với lượng μ g n-butanol).

- Xác định hiệu quả giải hấp (DE) ít nhất một lần cho mỗi lô ống than hoạt tính sử dụng cho lấy mẫu trong giới hạn chuẩn. Chuẩn bị ba ống lấy mẫu tại mỗi sáu mức cộng với ba mẫu trắng.

a. Chuyển và tháo bỏ phần hấp phụ phía sau của ống lấy mẫu trắng.

b. Tiêm một lượng đã biết của dung dịch gốc DE trực tiếp lên phần chất hấp thụ phía trước của mỗi ống than hoạt tính với một Xy lanh microlit.

c. Đậy nắp đầu ống và cho phép để yên qua đêm.

d. Giải hấp và phân tích cùng với chuẩn làm việc.

e. Chuẩn bị đồ thị của DE (hiệu quả giải hấp) với μ g chất phân tích đã thu hồi.

- Phân tích 3 mẫu mù kiểm soát chất lượng và 3 mẫu chuẩn phân tích để đảm bảo rằng đồ thị chuẩn và đồ thị hiệu quả giải hấp ở trong kiểm soát.

2.4.4. Phân tích mẫu

- Đặt phần chất hấp phụ ở phần phía trước và phần phía sau trong ống lấy mẫu vào lọ riêng biệt. Tháo bỏ nút xốp và nút bông thủy tinh.

- Thêm 1mL dung dịch giải hấp (DS) vào mỗi lọ. Gắn nắp kẹp tới mỗi lọ.

- Cho phép để yên 30 phút với thỉnh thoảng lắc khuấy.

- Đặt chế độ máy sắc ký khí phù hợp theo khuyến cáo của nhà sản xuất thiết bị và theo các điều kiện như mục 2.4.2. *Điều kiện sắc ký*. Tiêm phần mẫu thử bằng tay sử dụng kỹ thuật đẩy dung môi hoặc với tiêm mẫu tự động.

Chú ý: Nếu diện tích pic vượt trên giới hạn tuyến tính của các chuẩn làm việc, pha loãng với dung dịch rửa giải, phân tích lại và áp dụng hệ số pha loãng thích hợp trong tính toán.

- Đo diện tích pic. Chia diện tích của chất phân tích cho diện tích pic của chuẩn nội trên cùng một sắc ký đồ.

2.5. Tính toán kết quả

- Xác định khối lượng, μg (đã hiệu chỉnh xác định hiệu quả giải hấp DE) của n-butanol đã tìm được trong phần hấp phụ phía trước ống mẫu (W_f) và phía sau ống mẫu (W_b) và trung bình phần hấp phụ mẫu trắng phía trước ống (B_f) và phía sau ống (B_b).

Ghi chú: Nếu $W_b > W_f/10$, thông tin có sự quá tải của ống lấy mẫu và có thể mất mẫu.

Tính nồng độ, C, của n-butanol trong thể tích không khí đã lấy mẫu, V (L):

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V}, \text{ (mg/m}^3\text{)}$$

Trong đó :

C: Nồng độ n-butanol trong không khí (mg/m^3).

W_f : Khối lượng của n-butanol trong phần hấp phụ trước ống mẫu thử (μg).

W_b : Khối lượng của n-butanol trong phần hấp phụ sau ống mẫu thử (μg).

B_f : Khối lượng trung bình của n-butanol trong phần hấp phụ trước ống mẫu trắng (μg).

B_b : Khối lượng trung bình của n-butanol trong phần hấp phụ sau ống mẫu trắng (μg).

V: Thể tích không khí lấy mẫu (L).

Phụ lục 11**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH CADMI (Cd) VÀ HỢP CHẤT –
PHƯƠNG PHÁP PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ**

*(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)*

1. Nguyên lý

Lấy mẫu cadmi và hợp chất trong không khí bằng giấy lọc ester cellulose. Phá huỷ mẫu bằng hỗn hợp (acid nitric đặc và acid hydrochloric đặc), pha loãng mẫu tới nồng độ thích hợp bằng dung dịch acid hydrochloric 0,5N, đo trên máy quang phổ hấp thụ nguyên tử, ở bước sóng 228,8nm. Dựa vào tỷ lệ độ hấp thụ quang trong vùng tuyến tính và nồng độ cadmi và hợp chất trong mẫu chuẩn sẽ tính toán được kết quả phân tích.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ:**

- Giấy lọc ester cellulose cỡ lỗ 0,8 μ m, đường kính 37mm.
- Casset để chứa giấy lọc.
- Máy lấy mẫu, lưu lượng 1 – 3L/phút.
- Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử.
- Bình định mức, cốc thủy tinh chịu nhiệt, ống tuýp đựng mẫu, pipet các thể tích.
- Bếp điện.

2.3. Hoá chất, thuốc thử:

- Acid nitric (HNO₃) đặc, siêu tinh khiết.
- Acid hydrochloric (HCl) đặc, siêu tinh khiết.
- Acid hydrochloric (HCl) 0,5N. Thêm 41,5mL acid hydrochloric đặc vào nước, pha loãng tới 1L.
- Dung dịch chuẩn gốc, 100 μ g Cd/mL. Có thể dùng chuẩn gốc bán sẵn hoặc hoà tan 0,100g Cd kim loại trong thể tích tối thiểu với acid hydrochloric (1:1); pha loãng tới 1L với HCl 0,5N.

- Nước cất.
- Không khí sạch.
- Acetylen.

Chú ý: Thực hiện phá mẫu acid trong tủ hút. Các hợp chất cadmi rất độc hại, cần thận trọng khi thao tác.

2.4. Các bước tiến hành:

2.4.1. Lấy mẫu

Lưu lượng lấy mẫu từ 1 - 3 L/phút, thể tích lấy mẫu là 30 – 45L.

Tùy thuộc vào hàm lượng cadmi mà quyết định thời gian lấy mẫu phù hợp để đạt được hàm lượng cadmi hấp phụ trên giấy lọc, không bị bão hòa dễ mất mẫu.

2.4.2. Điều kiện phân tích

- Kỹ thuật: Quang phổ hấp thụ nguyên tử, ngọn lửa.
- Chất phân tích: Cadmi.
- Tro hoá: 6mL HNO₃ đậm đặc; 140°C.
6mL HNO₃ đậm đặc; 400°C.
- Dung dịch cuối: 25mL HCl 0,5N.
- Ngọn lửa: không khí - acetylen - oxy hoá.
- Bước sóng: 228,8nm.
- Hiệu chỉnh đường nền: Liên tục D₂ hoặc H₂.
- Chuẩn: Pha dung dịch chuẩn Cd trong HCl 0,5N.
- Giới hạn phát hiện ước tính: 0,05µg mỗi mẫu.
- Độ chính xác (Šr): 0,05 - 3 đến 23µg mỗi mẫu.

2.4.3. Chuẩn bị mẫu thử

- Chuyển giấy lọc từ casset vào cốc thủy tinh.
- Thêm 2mL HNO₃ đặc.
- Đun trên bếp điện ở 140°C cho tới khi thể tích được giảm xuống tới 0,5mL (khi đun đầy cốc bằng một tấm kính).
- Lặp lại hơn 2 lần, mỗi lần sử dụng 2mL HNO₃ đặc.

- Thêm 2mL HCl đặc (lặp lại hơn 2 lần), đun trên bếp điện ở nhiệt độ 140°C cho đến khi thể tích được giảm xuống tới 0,5mL (không cho các dung dịch bị khô ở bất kỳ thời điểm nào).

- Làm mát dung dịch và thêm 10mL nước cất.

- Chuyển lượng dung dịch vào bình định mức 25mL, pha loãng tới vạch bằng nước cất.

2.4.4. Hiệu chuẩn và kiểm soát chất lượng

- Hiệu chuẩn hàng ngày với ít nhất 6 nồng độ chất chuẩn. Thêm 1 lượng đã biết (0 đến 30µg Cd vào mỗi mẫu) dung dịch chuẩn gốc vào bình định mức 100mL và pha loãng đến vạch bằng HCl 0,5N.

- Phân tích các mẫu chuẩn song song với mẫu trắng và mẫu thử.

- Chuẩn bị đồ thị chuẩn của độ hấp thụ so với nồng độ dung dịch (µg/mL).

- Cứ 10 mẫu thử lại bơm một mẫu chuẩn để kiểm tra độ trôi tín hiệu máy.

- Cứ 10 mẫu thử lại kiểm tra độ thu hồi với ít nhất 2 mẫu trắng.

- Sử dụng phương pháp bổ sung chất chuẩn để kiểm tra nhiễu.

2.4.5. Đo trên máy

- Đặt chế độ máy quang phổ phù hợp với khuyến cáo của nhà sản xuất và các điều kiện trong mục 2.4.2.

Chú ý: Nếu các giá trị độ hấp thụ của mẫu thử ở bên trên phạm vi tuyến tính của các dung dịch chuẩn, pha loãng dung dịch thử với HCl 0,5N, phân tích lại, và sử dụng hệ số pha loãng thích hợp trong tính toán.

2.5. Tính toán kết quả:

Nồng độ cadmi trong không khí được tính theo công thức:

$$C = \frac{(C_s \cdot V_s - C_b \cdot V_b)}{V} \quad (\text{mg/m}^3)$$

Trong đó:

C: Nồng độ hơi khí cadmi trong không khí (mg/m^3).

C_s : Nồng độ cadmi tương ứng với đường chuẩn ($\mu\text{g}/\text{mL}$).

C_b : Nồng độ cadmi trong mẫu trắng tương ứng với đường chuẩn ($\mu\text{g}/\text{mL}$).

V_s : Thể tích dung dịch hấp thụ (mL).

V_b : Thể tích dung dịch mẫu trắng (mL).

V: Thể tích không khí lấy mẫu (L).



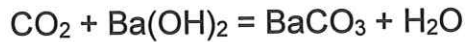
Phụ lục 12

**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH CARBON DIOXIDE (CO₂) -
PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ**

(Ban hành kèm theo QCVN :2019/BYT ngày tháng năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)

A. Phương pháp hấp thụ bằng barit**1. Nguyên lý:**

Carbon dioxide tác dụng với bari hydroxide tạo thành tủa bari carbonat.



Dựa vào nguyên tắc trên, cho không khí có carbon dioxide tác dụng với một lượng bari hydroxide, chuẩn độ lại lượng bari hydroxide thừa bằng acid oxalic.



Biết được lượng bari hydroxide thừa sẽ tính được lượng bari hydroxide đã tác dụng và do đó tính được nồng độ carbon dioxide trong không khí.

2. Quy định chung:

- Hóa chất theo TCVN 1058 – 78.
- Nước cất theo TCVN 2117 – 77.

3. Phương pháp xác định**3.1. Loại mẫu:** Khí**3.2. Trang thiết bị, dụng cụ:**

- Chai 1000mL, 500mL, nút thủy tinh (rửa sạch, ngâm vào dung dịch sulfochromic trong 5 giờ, sau rửa lại, tráng nước cất, sấy khô, để nguội và đậy nút ngay).

- Bơm cao su 100mL.
- Buret 25mL.
- Pipet 5, 10, 20mL.
- Bình nón 250mL.
- Cân phân tích độ chính xác 0,1mg.

3.3. Hoá chất, thuốc thử:

- Bari hydroxide Ba(OH)₂.H₂O.

- Bari chloride (BaCl_2).
- Acid oxalic ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).
- Phenolphthalein ($\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4$).

Chuẩn bị dung dịch thử:**+ Dung dịch barit:**

- Cân bari hydroxide $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$: 1,40g.
- Bari chloride: 0,08g.
- Pha trong nước cất, thêm vào vừa đủ 1000mL.

+ Dung dịch acid oxalic:

- Cân 0,56g acid oxalic pha vừa đủ 1L nước cất.
- 1mL dung dịch tương đương với 0,1mL carbon dioxide.

+ Dung dịch phenolphthalein 0,1%:

- Cân 0,1g phenolphthalein pha trong 100mL cồn methanol (CH_3OH) 90° .

3.4. Lấy mẫu, bảo quản và vận chuyển mẫu**- Lấy mẫu:**

Mang chai đến nơi lấy mẫu, bơm không khí vào chai gấp 6 lần thể tích chai. Xong rót vào 20mL dung dịch barit, lắc đều (có thể cho barit sau khi mang về phòng thí nghiệm). Đậy nút kín. Lắc. Mỗi điểm lấy 2 mẫu song song.

- Vận chuyển mẫu:

Vận chuyển mẫu bằng các phương tiện phù hợp, mẫu phải được đặt trong các thùng cứng bằng chất dẻo hoặc kim loại được chèn lót cẩn thận, tránh đổ vỡ.

- Bảo quản:

Nếu chưa phân tích ngay được thì nên bảo quản mẫu trong tủ mát ở $4 - 8^\circ\text{C}$.

3.5. Các bước tiến hành:**Phân tích mẫu thử:**

Sau 4 giờ lấy ra 10mL cho vào bình nón, nhỏ vào 4 giọt phenolphthalein và chuẩn độ với dung dịch acid oxalic. Ghi N mL dung dịch

acid oxalic đã dùng.

Ghi chú: Trong trường hợp không xuất hiện màu hồng, làm lại với barit gấp đôi (40mL) hoặc chuyển sang xác định bằng phương pháp hấp thụ bằng bari saccharat.

3.6. Tính kết quả:

Nồng độ carbon dioxide trong không khí được tính theo công thức sau:

$$C = \frac{(N - n) \cdot 0,1 \cdot b \cdot 1000}{a \cdot (V - v)}$$

Trong đó:

- C: Nồng độ carbon dioxide trong không khí (%).
- V: Thể tích chai (mL).
- v: Thể tích dung dịch barit cho vào chai (mL).
- a: Thể tích dung dịch barit đã hấp thụ carbon dioxide đem chuẩn độ (10mL).
- b: Thể tích dung dịch barit cho vào chai (20mL).
- N: Thể tích dung dịch acid oxalic đem chuẩn độ 10mL dung dịch barit đối chứng.
- n: Thể tích dung dịch acid oxalic đem chuẩn độ 10mL dung dịch barit phân tích.

B. Phương pháp hấp thụ bằng bari saccharat

1. Nguyên lý:

Carbon dioxide hấp thụ vào dung dịch bari saccharat, sau đó chuẩn độ lại lượng thừa của dung dịch hấp thụ bằng acid oxalic. Từ đó tính ra nồng độ carbon dioxide trong không khí.

2. Quy định chung:

- Hóa chất theo TCVN 1058 – 78.
- Nước cất theo TCVN 2117 – 77.

3. Phương pháp xác định

3.1. Loại mẫu: Khí.

3.2. Trang thiết bị, dụng cụ:

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 0,1 - 2,5L/phút.
- Ống hấp thụ kiểu Gelman.
- Buret 25mL.
- Pipet 5, 10 và 20mL.
- Bình nón 10 mL - 250mL.
- Cân phân tích độ chính xác 0,1mg.

3.3. Hoá chất, thuốc thử:

- Bari hydroxide: $\text{Ba(OH)}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$.
- Acid oxalic (HOOC-COOH).
- Saccharose ($\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$).
- Phenolphthalein ($\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4$).
- Ethanol 90° ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$).

Chuẩn bị dung dịch thử:

- Dung dịch phenolphthalein 1%: Cân 0,1g phenolphthalein pha vào 100mL ethanol 90°.
- Dung dịch acid oxalic: Cân 5,632g acid oxalic ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$) pha vào trong 1 lít nước cất (1ml tương đương với 1mL carbon dioxide khí).
- Dung dịch bari saccharat (dung dịch hấp thụ): Nghiền 10g bari hydroxide, 20g saccharose để tạo thành một hỗn hợp bột, thêm vào một phần nước cất đun ấm (40°C). Pha loãng thành 1L và lọc. Trước khi dùng, chuẩn độ lại bằng dung dịch acid oxalic.

3.4. Lấy mẫu, bảo quản và vận chuyển mẫu**- Lấy mẫu:**

Lấy 2 ống hấp thụ, mỗi ống chứa 10mL dung dịch bari saccharat (đã chuẩn) và thêm 2 giọt phenolphthalein. Lắp nối tiếp. Hút không khí với lưu lượng 0,1L/phút. Tổng thể tích lấy mẫu 1 – 2L.

- Bảo quản:

Đổ dung dịch đã hấp thụ không khí vào bình nón và đậy nút kín. Bảo quản bình nón chứa mẫu không bị va đập, tránh đổ vỡ. Bảo quản mẫu ở nhiệt

độ 4 - 8°C trong phòng thí nghiệm.

3.5. Các bước tiến hành:

Phân tích mẫu thử:

Lấy các bình nón đựng mẫu ra. Chuẩn độ bằng acid oxalic đến hết màu.

3.6. Tính kết quả:

Nồng độ carbon dioxide trong không khí được tính theo công thức sau:

$$C = \frac{(N - n) \times 0,1 \times 1000}{V}$$

Trong đó:

- C: Nồng độ carbon dioxide trong không khí (%).
- N: Thể tích dung dịch acid oxalic đem chuẩn độ 20ml dung dịch bari saccharat ban đầu (mL).
- n: Thể tích dung dịch acid oxalic đem chuẩn độ dung dịch bari saccharat đã hấp thụ carbon dioxide (mL).
- V: Thể tích không khí đã lấy mẫu (mL) quy về điều kiện tiêu chuẩn 25°C, 760mmHg).

Phụ lục 13

**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH CARBON DISULFIDE (CS₂) –
PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ KHÍ**

*(Ban hành kèm theo QCVN :2019/BYT ngày tháng năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)*

1. Nguyên lý

Carbon disulfide trong không khí được hấp phụ vào trong tuýp chất hấp phụ than hoạt tính. Sau đó mẫu được giải hấp bằng dung môi thích hợp rồi bơm lên hệ thống sắc ký khí theo một chương trình nhiệt độ lò cột phù hợp. Quá trình rửa giải mẫu phân tích ra khỏi cột tách được phát hiện bằng detector Sulfur FPD, tín hiệu được ghi lại bằng sắc ký đồ. Trên cơ sở độ lớn của diện tích hay chiều cao pic của mẫu thử và chuẩn, thể tích mẫu không khí đã lấy, tính được nồng độ carbon disulfide có trong mẫu khí đem phân tích.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ:**

- Bộ lấy mẫu:

+ Ống khô: Ống thủy tinh, dài 7cm, đường kính ngoài (OD) 6mm, đường kính trong (ID) 4mm, phần đôn 270mg hạt natri sulfat khan giữa hai nút bông thủy tinh silylated. Phần này loại bỏ độ ẩm tương đương với 6L không khí ở RH 100% và 22°C.

+ Ống hấp phụ (ống than hoạt tính): Dài 7cm, đường kính ngoài (OD) 6mm hai đầu hàn kín, đậy bằng nút nhựa, có chứa hai phần của than hoạt (trước: 100mg; sau: 50mg) ngăn cách bởi một nút xốp urethane 2mm. Có thể mua loại ống bán sẵn.

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 0,01 - 0,2L/phút.
- Tuýp PTFE, đường kính trong (ID) 5mm.
- Chất làm lạnh, đã được đóng túi (0°C).
- Máy sắc ký khí, FPD với lọc sulfur, máy tính và cột sắc ký.
- Lọ 25mL bằng thủy tinh, nắp có lót màng ngăn PTFE.

- Bình định mức 10mL.
- Xy lanh 10 μ L, chia vạch tới 0,1 μ L.
- Các pipet: 1 μ L - 100 μ L, 1mL, với quả bóp pipet.

2.3. Hóa chất và thuốc thử:

- Carbon disulfide (CS₂), chất lượng sắc ký.
- Toluene, tinh khiết sắc ký.
- Dung dịch chuẩn gốc: 0,0253mg/ μ L. Pha loãng 0,253g CS₂ (0,02mL ở 20°C) tới 10mL với toluene. Chuẩn bị 2 chuẩn.
- Oxy, tinh khiết.
- Nitơ hoặc heli, tinh khiết.
- Khí hydro, tinh khiết trước.
- Không khí đã nén, lọc, đã nén.

Chú ý đặc biệt: Carbon disulfide là độc hại và nguy hiểm, cháy nổ (điểm chớp cháy -30°C), phải thao tác trong tủ hút.

2.4. Các bước tiến hành

2.4.1. Lấy mẫu

- Bề các đầu của ống than hoạt tính ngay trước khi lấy mẫu, cắm nối ống than hoạt vào ống mềm và nối với máy lấy mẫu. Nối ống khô với phần phía trước của ống than hoạt bằng ống PTFE (chiều dài 20mm).

- Lấy mẫu ở lưu lượng 0,01 - 0,2L/phút, tổng thể tích lấy mẫu 2 – 25L.

Lưu ý: Sau khi lấy mẫu, không tháo ống khô khỏi ống than hoạt. Đậy mũ các đầu mở. Đóng gói an toàn cho vận chuyển. Bảo quản mẫu ở tủ lạnh (0°C) để ngăn chặn CS₂ di chuyển đến phần sau.

2.4.2. Điều kiện sắc ký

- Nhiệt độ buồng bơm mẫu: 150°C.
- Nhiệt độ detector: 145°C.
- Nhiệt độ cột tách: 30°C.
- Thể tích bơm mẫu: 5 μ L.
- Lưu lượng khí mang N₂ hoặc He: 20mL/phút.

- Cột thủy tinh, kích thước 2m x 6mm OD, OV-17 5% trên GasChrom Q 80/100 mesh hoặc tương đương.

- Giải hấp: 1mL toluen, để 30 phút.

2.4.3. Xây dựng đường chuẩn và kiểm soát chất lượng

- Dung dịch chuẩn của CS₂, trong toluen.

- Chuẩn hàng ngày với ít nhất sáu nồng độ chuẩn làm việc

a. Thêm một lượng đã biết của dung dịch chuẩn gốc vào toluen trong bình định mức 10mL và pha loãng tới vạch để chuẩn bị các dung dịch trong giới hạn 0,02 tới 0,5mg CS₂/mL.

b. Phân tích cùng với mẫu thử và mẫu trắng.

c. Chuẩn bị đồ thị chuẩn (của diện tích pic với lượng µg CS₂).

LƯU Ý: Detector FPD có giới hạn tuyến tính nhỏ. Có thể phải thêm các chuẩn làm việc.

Xác định hiệu quả giải hấp (DE) ít nhất một lần cho mỗi lô than hoạt được sử dụng cho lấy mẫu trong giới hạn quan tâm. Chuẩn bị ba ống tại mỗi mức chuẩn và ba mẫu trắng.

a. Chuyển và tháo bỏ phần chất hấp phụ phía sau của ống lấy mẫu trắng.

b. Tiêm một lượng đã biết (1 - 20µL) của dung dịch chuẩn gốc, trực tiếp lên phần chất hấp thụ phía trước với một xy lanh microlit.

c. Đậy nút ống. Để yên qua đêm.

d. Giải hấp và phân tích cùng với các chuẩn làm việc.

e. Chuẩn bị đồ thị của DE (hiệu quả giải hấp) với µg CS₂ đã thu hồi.

- Phân tích 3 mẫu mù để kiểm soát chất lượng và 3 mẫu phân tích để đảm bảo rằng đồ thị chuẩn và đồ thị hiệu quả giải hấp ở trong kiểm soát.

Chú ý: Ở các mức thấp (< 0,1mg CS₂ mỗi mẫu), hiệu quả giải hấp DE có thể thấp và thay đổi.

2.4.4. Phân tích mẫu

- Tháo và loại bỏ ống khô. Đặt các phần hấp phụ phía trước (bao gồm cả nút bông thủy tinh) và phía sau của mỗi ống lấy mẫu trong các lọ riêng biệt. Loại bỏ nút bông thủy tinh và nút xốp ở phía trước và phía sau ống.

- Dùng pipet cho 1,0mL toluen tới mỗi lọ. Đậy nắp các lọ.
- Cho phép để yên 60 phút với thỉnh thoảng lắc khuấy.

Lưu ý: Giữ mẫu đã được giải hấp và mẫu chuẩn khỏi nguồn CS₂ để tránh ô nhiễm.

- Đặt chế độ máy sắc ký khí như mục 2.4.2. *Điều kiện sắc ký.* Tiêm phần mẫu thử bằng tay sử dụng kỹ thuật đẩy dung môi hoặc với tiêm mẫu tự động.

Chú ý 1: Thời gian lưu cho carbon disulfide là khoảng 30 phút, có thể được rút ngắn bởi chương trình nhiệt độ.

Chú ý 2: Nếu diện tích pic vượt trên giới hạn tuyến tính của các chuẩn làm việc, pha loãng một phần mẫu đã giải hấp với toluen, phân tích lại và áp dụng hệ số pha loãng thích hợp trong tính toán.

- Đo diện tích pic.

2.5. Tính toán kết quả

- Xác định khối lượng, µg (đã hiệu chỉnh xác định hiệu quả giải hấp) của CS₂ đã tìm được trong phần hấp phụ phía trước ống mẫu (W_t) và phía sau ống mẫu (W_b) và trung bình phần hấp phụ mẫu trắng phía trước ống (B_t) và phía sau ống (B_b).

Ghi chú: Nếu W_b > W_t/10, thông báo rằng có sự quá tải ống lấy mẫu và có thể mất mẫu.

Tính nồng độ C, của CS₂ trong thể tích không khí đã lấy mẫu, V (L):

$$C = \frac{(W_t + W_b - B_t - B_b)}{V} \text{ (mg/m}^3\text{)}$$

Trong đó:

C: Nồng độ CS₂ trong không khí (mg/m³).

W_t: Khối lượng của CS₂ trong phần hấp phụ trước ống mẫu thử (µg).

W_b: Khối lượng của CS₂ trong phần hấp phụ sau ống mẫu thử (µg).

B_t: Khối lượng trung bình của CS₂ trong phần hấp phụ trước ống mẫu trắng (µg).

B_b: Khối lượng trung bình của CS₂ trong phần hấp phụ sau ống mẫu trắng (µg).

V: Thể tích không khí lấy mẫu (L).

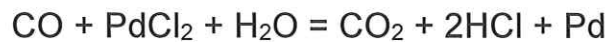
Phụ lục 14

KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH CARBON MONOXIDE (CO) – PHƯƠNG PHÁP SO MÀU

(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)

1. Nguyên lý

Khí carbon monoxide tác dụng với paladi chlorid tạo thành paladi kim loại như sau:



Cho thuốc thử Folin-Ciocalteu với paladi, thuốc thử sẽ bị khử chuyển màu vàng thành màu xanh theo phương trình sau:



Dựa vào phản ứng trên, phân tích carbon monoxide bằng phương pháp so màu hoặc trắc quang.

2. Phương pháp

2.1. Loại mẫu: Khí

2.2. Thiết bị, dụng cụ

- Máy lấy mẫu không khí hoặc bình hút, hoặc chai để hút chân không (0,5 - 1L).
- Ống hấp thụ, ống nghiệm so màu.
- Pipet 1mL, 2mL, 5mL.
- Bình hút chân không 0,5L; 1L (đã ngâm dung dịch sulfochromic, rửa sạch, sấy khô).
- Ống sinh hàn.
- Bình cầu 1,5L.
- Bình cầu có ngán 0,5L.
- Bình trụ 50mL.
- Phễu nhỏ, giấy lọc.
- Quang kế có kính lọc 65 hoặc chỉnh sóng ở mức 650 - 680nm.

- Ống nghiệm có đường kính 16mm, cao 180mm.

2.3. Hóa chất và thuốc thử

- Paladi chloride (PdCl_2).
- Natri carbonat (Na_2CO_3).
- Natri tungstat ($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).
- Natri molybdat (Na_2MoO_4).
- Acid hydrochloric (HCl) (d = 1,18).
- Acid phosphoric (H_3PO_4) 85%.
- Liti sulfat ($\text{LiSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).
- Dung dịch paladi chlorid 1%.

Paladi chlorid tinh khiết sấy khô ở 105°C trong 1 giờ, để nguội. Cân 0,5g cho vào bình định mức dung tích 500mL, thêm 200mL nước cất, 2mL acid hydrochloric đặc, lắc cho tan. Cuối cùng, thêm nước cất vừa đủ 500mL.

- Dung dịch natri carbonat 20%

Cân 20g natri carbonat pha vào bình 100mL nước cất.

- Thuốc thử Folin-Ciocalteu (phospho molybdic):

Cho vào bình thể tích 1500mL:

- Natri tungstat ($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 100g.
- Natri molybdat (Na_2MoO_4) 25g.
- Nước cất 700mL.

Lắc cho tan hết, sau đó cho thêm:

- Acid hydrochloric (d = 1,18) 100mL.
- Acid phosphoric 85% 50mL.

Lắc đều và đun sôi 10 giờ trong bình cầu có lắp ống sinh hàn ở trên, tránh để cạn. Để nguội, cho nước cất vừa đủ 1L. Bảo quản trong chai màu nâu.

2.4. Các bước tiến hành

- Chuẩn bị mẫu thử

Cho vào bình 1L (có vòi thủy tinh hoặc khoá vặn) dung dịch paladi chlorid 1% 1mL. Đậy nút kỹ, hút chân không, gắn nút kín bằng parafin.

Mang bình tới nơi lấy mẫu, mở vòi lấy mẫu song song hai bình cùng một lúc. Khoá vòi, lắc đều. Để tiếp xúc 4 giờ.

- Dụng biểu đồ mẫu

Lấy 5 bình, thể tích 500mL đã rửa kỹ bằng dung dịch sulfochromic, đánh số từ 1 - 5. Cho vào từng bình dung dịch paladi chlorid 1% tương ứng hàm lượng carbon monoxide theo bảng sau:

Chai số	1	2	3	4	5
Dung dịch (mL)					
Dung dịch paladi chlorid 1%	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
Hàm lượng CO (mg)	0,0314	0,0628	0,0942	0,1256	0,1570

Đưa vào chai một lượng carbon monoxide thừa để khử hết paladi chlorid trong bình cầu. Carbon monoxide được điều chế bằng cách đun acid formic với acid sulfuric đặc:



Đậy nút lại. Để tiếp xúc trong 4 giờ, thỉnh thoảng lắc đều, tránh làm cho kết tủa đen dính lên thành bình. Đem đun cách thủy 5 phút, bơm không khí sạch vào để đuổi hết carbon monoxide thừa, cho thêm dung dịch paladi chlorid 1% vào cho đủ 1mL (0,8 - 0,6 - 0,4 - 0,2 - 0,0). Lấy thêm một bình nữa và cho vào 1mL dung dịch paladi chlorid 1%.

Cho vào bình 1,5mL thuốc thử Folin-Ciocalteu, trộn đều, đun cách thủy 30 phút, trên mỗi bình để một phễu con, thực hiện như mục 2.4 (cách xác định và xây dựng biểu đồ mẫu).

- Cách xác định

Bình đựng mẫu để tiếp xúc với dung dịch paladi chlorid 1% trong 4 giờ, cho thêm vào 1,5mL thuốc thử Folin-Ciocalteu. Lắc đều, đồng thời làm một mẫu trắng. Cho vào bình khác 1mL dung dịch paladi chlorid 1%, 1,5mL thuốc thử Folin-Ciocalteu.

Đun cách thủy 30 phút, trên mỗi bình để một phễu con, giữ cho khỏi bị cạn. Thỉnh thoảng lắc cho tan hết tủa. Để nguội, dồn qua hai ống hình trụ có ngắn 50mL. Rửa và tráng bằng 20 đến 25mL nước cất, đổ cả vào ống đong.

Cho thêm vào mỗi ống 10mL dung dịch natri carbonat 20% và nước cất vừa đủ 50mL. Trộn đều, lọc.

Sau 10 đến 15 phút, soi bằng máy quang kế, dùng kính lọc màu đỏ (số 65) bước sóng $\lambda_{\max} = 650\text{nm}$ đến 680nm , công thủy tinh dày 1cm. Số đọc được ở máy quang kế đối chiếu với đồ thị mẫu để tính nồng độ carbon monoxide.

2.5. Tính kết quả

Nồng độ carbon monoxide trong không khí được tính theo công thức:

$$C = \frac{a}{V}$$

Trong đó:

- C: Nồng độ carbon monoxide trong không khí (mg/L).
- a: Hàm lượng carbon monoxide đối chiếu với đồ thị mẫu hoặc so màu với thang mẫu (mg).
- V: Thể tích chai (L).

Phụ lục 15**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH CARBON TETRACHLORIDE (CCl₄) –
PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ KHÍ**

*(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)*

1. Nguyên lý

Carbon tetrachloride trong không khí được hấp phụ vào trong ống than hoạt tính. Sau đó mẫu được giải hấp bằng dung môi thích hợp rồi bơm lên hệ thống sắc ký khí theo một chương trình nhiệt độ lò cột phù hợp. Quá trình rửa giải mẫu phân tích ra khỏi cột tách được phát hiện bằng detector FID, tín hiệu được ghi lại bằng sắc ký đồ. Trên cơ sở độ lớn của diện tích hay chiều cao pic của mẫu thử và chuẩn, thể tích mẫu không khí đã lấy, tính được nồng độ carbon tetrachloride có trong mẫu khí đem phân tích.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ:**

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 0,01 - 0,2L/phút.
- Đầu lấy mẫu (ống than hoạt tính): Dài 7cm, đường kính ngoài (OD) 6mm, đường kính trong (ID) 4mm, hai đầu hàn kín, có chứa hai phần của than hoạt (trước: 100mg; sau: 50mg), ngăn cách bởi một nút xốp urethane 2mm. Một nút bông thủy tinh silylated ở phần đầu trước và nút xốp urethan 3mm ở phần đầu sau. Có thể sử dụng ống bán sẵn.
- Máy sắc ký khí, FID, máy tính và cột sắc ký.
- Lọ 2mL bằng thủy tinh, nắp ép có lót màng ngăn PTFE.
- Bình định mức 10mL.
- Micro pipet 10 μ L tới 1mL, chia vạch tới 0,1 μ L.
- Pipet 1mL với quả bóp pipet.

2.3. Hóa chất và thuốc thử:

- Carbon disulfide (CS₂), tinh khiết phân tích, chất lượng sắc ký.
- Chất phân tích CCl₄ (chất chuẩn carbon tetrachloride), tinh khiết phân tích.

- Khí nitơ hoặc heli, tinh khiết phân tích.
- Khí hydro, tinh khiết phân tích.
- Không khí, tinh khiết phân tích.
- Dung dịch chuẩn carbon tetrachloride gốc: Hoà tan 100mg của chuẩn carbon tetrachloride trong carbon disulfide, định mức đến 100mL: 1000mg/L.
- Dung dịch chuẩn carbon tetrachloride nồng độ trung gian: Pha loãng 1mL dung dịch chuẩn carbon tetrachloride gốc thành 100mL bằng carbon disulfide: 10mg/L, bảo quản trong tủ lạnh. Từ dung dịch này pha loãng thành các dung dịch có nồng độ thấp để lập đường chuẩn. Chuẩn bị dãy dung dịch chuẩn trước khi phân tích có các nồng độ 10; 20; 50; 100; 150; 200µg/L.

Chú ý đặc biệt: Carbon disulfide là chất độc hại và cháy, nổ nguy hiểm nghiêm trọng (điểm chớp cháy -30°C). Chỉ làm việc với nó trong một tủ hút. Một số chất phân tích là chất nghi ngờ gây ung thư (carbon tetrachloride). Mặc quần áo bảo vệ thích hợp và thao tác với các hợp chất này trong tủ hút.

2.4. Các bước tiến hành

2.4.1. Lấy mẫu

- Bề các đầu của ống lấy mẫu ngay trước khi lấy mẫu, nối ống lấy mẫu với máy lấy mẫu bằng ống mềm.
- Lấy mẫu ở lưu lượng 0,01 - 0,2L/phút, tổng thể tích lấy mẫu 3 -150L.
- Đậy nắp của ống lấy mẫu với các nút nhựa và đóng gói an toàn để vận chuyển.

2.4.2. Điều kiện sắc ký

- Nhiệt độ buồng bơm mẫu: 200°C .
- Nhiệt độ detector: 250°C .
- Nhiệt độ cột tách: Nhiệt độ ban đầu 35°C giữ trong 3 phút, sau đó tăng dần tới 150°C với tốc độ tăng $8^{\circ}\text{C}/\text{phút}$ và giữ trong 1 phút.
- Thể tích bơm mẫu: 1µL.
- Tốc độ khí mang (He): 2,6mL/phút.
- Cột mao quản, silica nung chảy film mỏng 1,80µm diphenyl/ dimethyl polysiloxane, Rtx® -502.2, kích thước 30m x 0,32mm ID hoặc tương đương.
- Giải hấp: 1mL CS_2 , để yên 30 phút.

2.4.3. Xây dựng đường chuẩn

Dung dịch chuẩn carbon tetrachloride trong CS₂.

Dựng đường chuẩn carbon tetrachloride cần phân tích bằng cách bơm dãy dung dịch chuẩn carbon tetrachloride nồng độ trung gian trong CS₂ đã chuẩn bị lên máy GC/FID với các thông số kỹ thuật (2.4.2).

Dựa vào nồng độ chuẩn và diện tích pic (hoặc chiều cao pic) của chuẩn carbon tetrachloride, xác định được phương trình hồi quy $y = ax + b$ và hệ số tương quan r (giữa nồng độ chuẩn và diện tích pic chuẩn).

2.4.4. Phân tích mẫu

Chuyển phần than hoạt tính ở phần trước và phần sau trong ống than hoạt tính dùng để lấy mẫu vào lọ 2mL riêng. Nút bông thủy tinh nên được để trong lọ chứa phần hấp phụ phía trước ống. Bỏ nút bông thủy tinh và nút xốp phía sau ống. Thêm mL (V_E) carbon disulfide vào mỗi lọ. Để giải hấp ít nhất 30 phút, thỉnh thoảng khuấy trộn. Sau đó bơm mẫu trên GC/FID.

2.5. Tính toán kết quả

Nồng độ carbon tetrachloride trong không khí được tính theo công thức:

$$X = \frac{X_o \cdot V_E \cdot P}{V} \quad (\text{mg/m}^3)$$

Trong đó:

- X: Nồng độ carbon tetrachloride trong không khí (mg/m³).
- X_o: Nồng độ carbon tetrachloride trong mẫu thử được xác định theo đường chuẩn (µg/L).
- V_E: Thể tích phần mẫu thử thu được (dung dịch giải hấp) (L).
- V: Thể tích không khí đã lấy mẫu (L).
- P: Độ tinh khiết của chất chuẩn (%).

Lưu ý: Nồng độ carbon tetrachloride (µg/L) trong mẫu thử $X_o = X_1 + X_2$

Trong đó :

X_1 : Nồng carbon tetrachloride trong mẫu thử trong lọ giải hấp phần phía trước của ống hấp phụ ($\mu\text{g/L}$).

X_2 : Nồng carbon tetrachloride trong mẫu thử trong lọ giải hấp phần phía sau của ống hấp phụ ($\mu\text{g/L}$).

Trong trường hợp $X_2 > X_1/ 10$, có thể ống hấp phụ đã bị quá tải và mất mẫu khi lấy mẫu.

Phụ lục 16**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH CHLOR (Cl_2) –****PHƯƠNG PHÁP SO MÀU**

*(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)*

1. Nguyên lý

Không khí có chứa chlor được bơm hút đi qua dung dịch hấp thụ sẽ phản ứng hóa học với chất hấp thụ và bị giữ lại trong đó.

Chlor oxy hoá ortho - toluidin tạo thành một dung dịch màu vàng. Căn cứ vào cường độ màu có thể định lượng chlor bằng phương pháp so màu (bằng mắt thường hoặc so màu bằng quang kế ở bước sóng 620nm). Độ nhạy của phương pháp đạt 0,0003mg chlor.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ:****a. Quy định chung:**

- Hóa chất theo TCVN 1058 : 1978.
- Nước cất theo TCVN 2117 : 2009.

b. Dụng cụ:

- Máy quang phổ UV-VIS.
- Máy lấy mẫu, lưu lượng 0,01 - 2L/phút.
- Ống hấp thụ 25mL kiểu Gelman.
- Chai đựng dung dịch 1000mL và 500mL.
- Bình nón 200mL.
- Ống nghiệm đường kính 10mm, dài 120mm.
- Bình định mức 100mL.
- Pipet 1mL, chia vạch tới 0,01mL.
- Pipet 3mL, có chia vạch tới 0,05mL.

2.3. Hóa chất và thuốc thử:

2.3.1. Hóa chất:

- Chloramin B ($C_6H_5CINNaO_2S$).
- Kali iodide (KI).
- Acid acetic (CH_3COOH).
- Natri thiosulfat ($Na_2S_2O_3$).
- Acid hydrochloric (HCl) (d =1,18).
- Acid sulfuric (H_2SO_4) (d = 1,84).
- Tinh bột hoà tan.
- Ortho - toluidin ($CH_3C_6H_4NH_2$).
- Đồng sulfat ($CuSO_4.2H_2O$).
- Kali dichromat ($K_2Cr_2O_7$).

2.3.2. Thuốc thử:

- Dung dịch chuẩn:

Dung dịch chloramin B: Cân 5g chloramin B, hoà tan trong 100mL nước cất. Đựng vào chai nâu và để tủ lạnh.

Chuẩn độ chlor: Cho vào bình nón dung tích 200mL:

- + Dung dịch chloramin B: 10mL.
- + Nước cất: 50mL.
- + Dung dịch KI 10%: 10mL.

Lắc đều, chuẩn độ bằng dung dịch natri thiosulfat 0,1N đến khi có màu vàng nhạt, thêm 3 giọt hồ tinh bột và tiếp tục chuẩn độ đến khi mất màu.

Hàm lượng chlor trong dung dịch được tính bằng: $C = (3,55 \cdot n) / 10$

Trong đó:

- C: Hàm lượng chlor (mg/mL).
- 3,55: Chlor tương ứng 1mL dung dịch natri thiosulfat 0,1N đem chuẩn độ.
- n: Số mL dung dịch natri thiosulfat 0,1N đã dùng.
- 10: Số mL chloramin B cho vào bình nón đem chuẩn độ.

Pha dung dịch chuẩn: Điều chỉnh dung dịch để có 1mL chứa 1mg chlor. Sau đó pha loãng dung dịch đã điều chỉnh để có dung dịch 1mL chứa 0,010mg chlor. Mỗi khi phân tích phải pha và định lượng lại.

- Dung dịch Ortho - toluidin:

* Dung dịch đặc: Cho 0,1g ortho - toluidin và 10mL HCl đặc ($d = 1,18$) vào bình định mức dung tích 100mL. Lắc đều, sau đó thêm nước cất vừa đủ 100mL.

* Dung dịch hấp thụ: Pha loãng dung dịch trên 10 lần.

- Dung dịch đồng sulfat: Cân 1,5g đồng sulfat ($\text{CuSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) cho vào bình định mức dung tích 100mL, thêm ít nước cất rồi cho 1 giọt acid sulfuric đặc ($d = 1,84$). Lắc đều, sau đó thêm nước cất vừa đủ 100mL.

- Dung dịch kali dichromat: Cân 0,25g kali dichromat cho vào bình định mức dung tích 100mL, thêm ít nước cất. Lắc cho tan. Thêm nước cất vừa đủ 100mL (dung dịch A). Từ dung dịch A pha thành 2 dung dịch:

+ Dung dịch 1: Từ dung dịch A pha loãng 5 lần.

+ Dung dịch 2: Từ dung dịch A pha loãng 10 lần.

2.4. Các bước tiến hành

a. Lấy mẫu

Cho vào ống hấp thụ Gelman 6mL dung dịch hấp thụ (ortho-toluidin loãng). Hút không khí có chlor đi qua với lưu lượng 0,1L/phút, khi nào dung dịch trong ống có màu vàng thì ngừng lại. Ghi thể tích không khí đã hút.

b. Bảo quản và vận chuyển mẫu

Sau khi lấy mẫu xong, thực hiện phân tích và đọc kết quả ngay với thang mẫu có sẵn (bước c), nếu không mẫu dễ bị mất màu, gây sai số.

c. Cách xác định

Lấy 3mL dung dịch hấp thụ cho vào ống nghiệm cùng cỡ với thang mẫu. Sau đó đem phân tích.

Có 2 cách phân tích:

* **Đo mẫu bằng mắt thường:** So sánh cường độ màu giữa mẫu cần phân tích và thang mẫu nhân tạo. Thang mẫu nhân tạo được chuẩn bị như sau:

Ống số Dung dịch (mL)	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
	Dung dịch dichromat 1	0	0,2	0,3	0,6	1,2	2,0	2,8	-	-
Dung dịch dichromat 2	-	-	-	-	-	-	-	1,3	2,4	2,7
Dung dịch đồng sulfat	0	0,01	0,02	0,2	0,2	0,2	0,2	0,3	0,3	0,3
Nước cất	3	2,79	2,68	2,2	1,6	0,8	0,0	1,4	0,3	0,0
Hàm lượng chlor (µg)	0	0,3	0,5	0,8	1,0	1,5	2,0	3,0	4,0	5,0

Các ống thang mẫu nhân tạo cần được hàn kín và bảo quản chỗ tối. Thời gian sử dụng 6 tháng.

* **Xác định bằng quang kế:** Theo cách làm thang mẫu dụng đường chuẩn. Ống phân tích rót vào cồng dày 1cm, đem soi ở máy quang phổ UV-VIS ở bước sóng $\lambda = 620\text{nm}$.

Thang mẫu tự nhiên dùng để dụng đường mẫu nếu chọn cách xác định chlor bằng cách soi quang kế.

Lấy 10 ống nghiệm có cỡ bằng nhau, đánh số từ 0 đến 9 rồi tiến hành như sau để pha thang mẫu tự nhiên dụng đường chuẩn:

Ống số Dung dịch (mL)	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
	Dung dịch tiêu chuẩn (1mL=0,01mg)	0	0,03	0,05	0,08	0,10	0,15	0,20	0,30	0,40
Dung dịch hấp thụ	3	2,97	2,95	2,92	2,90	2,85	2,80	2,70	2,60	2,50
Hàm lượng chlor (µg)	0	0,3	0,5	0,8	1,0	1,5	2,0	3,0	4,0	5,0

Để yên 10 phút đem soi máy quang kế, bước sóng 620nm. Dùng cồng có chiều dày 1cm. Số liệu thu được dùng để dụng đường chuẩn.

2.5. Tính kết quả

Nồng độ chlor trong không khí tính theo công thức:

$$C = \frac{a \cdot b}{v \cdot V_0}$$

Trong đó:

- C: Nồng độ chlor trong không khí ($\mu\text{g/L}$).
- a: Lượng chlor tương ứng với thang mẫu (nhân tạo) hoặc đường mẫu (μg).
- b: Tổng thể tích dung dịch hấp thụ (mL).
- v: Thể tích dung dịch hấp thụ lấy ra phân tích (mL).
- V_0 : Thể tích không khí lấy mẫu quy về điều kiện tiêu chuẩn (L).

Phụ lục 17**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH CHLOROFORM (CHCl₃) –
PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ KHÍ**

*(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)*

1. Nguyên lý

Chloroform trong không khí được hấp phụ vào trong ống than hoạt tính. Sau đó mẫu được giải hấp bằng dung môi thích hợp rồi bơm lên hệ thống sắc ký khí theo một chương trình nhiệt độ lò, cột phù hợp. Quá trình rửa giải mẫu phân tích ra khỏi cột tách được phát hiện bằng detector FID, tín hiệu được ghi lại bằng sắc ký đồ. Trên cơ sở độ lớn của diện tích hay chiều cao pic của mẫu thử và chuẩn, thể tích mẫu không khí đã lấy, tính được nồng độ chloroform có trong mẫu khí đem phân tích.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ:**

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 0,01 - 0,2L/phút.
- Đầu lấy mẫu (ống than hoạt tính): Dài 7cm, đường kính ngoài (OD) 6mm, đường kính trong (ID) 4mm, hai đầu hàn kín, có chứa hai phần của than hoạt (trước: 100mg; sau: 50mg), ngăn cách bởi một nút xốp urethane 2mm. Một nút bông thủy tinh silylated ở phần đầu trước và nút xốp urethan 3mm ở phần đầu sau. Có thể sử dụng ống bán sẵn.
- Máy sắc ký khí, FID, máy tính và cột sắc ký.
- Lọ 2mL bằng thủy tinh, nút có lót màng ngăn PTFE.
- Bình định mức 10mL.
- Micro pipet 10 μ L tới 1mL, chia vạch tới 0,1 μ L.
- Pipet 1mL với quả bóp pipet.

2.3. Hóa chất và thuốc thử:

- Carbon disulfide (CS₂), tinh khiết phân tích, chất lượng sắc ký.
- Chất phân tích (chất chuẩn chloroform), tinh khiết phân tích.

- Khí nitơ hoặc heli, tinh khiết phân tích.
- Khí hydro, tinh khiết phân tích.
- Không khí, tinh khiết phân tích.

Dung dịch chuẩn chloroform gốc: Hoà tan 100mg của chuẩn chloroform trong carbon disulfide, định mức đến 100mL để thành hỗn hợp 1000mg/L.

- Dung dịch chuẩn chloroform nồng độ trung gian: Pha loãng 1mL dung dịch chuẩn chloroform gốc thành 100mL bằng carbon disulfide: 10mg/L, bảo quản trong tủ lạnh 4 - 8°C. Từ dung dịch này pha loãng thành các dung dịch có nồng độ thấp để lập đường chuẩn. Chuẩn bị dãy dung dịch chuẩn trước khi phân tích có các nồng độ 10; 20; 50; 100; 150; 200µg/L.

Chú ý: Carbon disulfide là chất độc hại và nguy cơ cháy nổ. Các thao tác thực hiện trong tủ hút.

2.4. Các bước tiến hành

2.4.1. Lấy mẫu

- Bỏ các đầu của ống lấy mẫu ngay trước khi lấy mẫu, cắm vào ống mềm và nối ống với máy lấy mẫu.
- Lấy mẫu ở lưu lượng 0,01 - 0,2L/phút, tổng thể tích lấy mẫu là 1 - 50L.
- Đậy nắp ống lấy mẫu bằng nắp nhựa và đóng gói để vận chuyển.

2.4.2. Điều kiện sắc ký

- Nhiệt độ buồng bơm mẫu: 200°C.
- Nhiệt độ detector: 250°C.
- Nhiệt độ cột tách: Nhiệt độ ban đầu 35°C giữ trong 3 phút, sau đó tăng dần tới 150°C với tốc độ tăng 8°C/phút và giữ trong 1 phút.
- Thể tích bơm mẫu: 1µL.
- Lưu lượng khí mang (He): 2,6mL/phút.
- Cột mao quản, silica nung chảy fim mỏng 1,80µm diphenyl/ dimethyl polysiloxan, Rtx® -502.2 kích thước 30m x 0.32mm ID hoặc tương đương.
- Giải hấp: 1mL CS₂, để 30 phút.

2.4.3. Xây dựng đường chuẩn

Dung dịch chuẩn chloroform trong CS₂.

Dụng cụ chuẩn chloroform cần phân tích bằng cách bơm dây dung dịch chuẩn chloroform nồng độ trung gian trong CS₂ đã chuẩn bị lên máy GC/FID với các thông số kỹ thuật (2.4.2).

Dựa vào nồng độ chuẩn và diện tích pic (hoặc chiều cao pic) của chuẩn Clorofom, xác định được phương trình hồi quy $y = ax + b$ và hệ số tương quan r (giữa nồng độ chuẩn và diện tích pic chuẩn).

2.4.4. Phân tích mẫu

Chuyển phần than hoạt tính ở phần trước và phần sau trong ống than hoạt tính dùng để lấy mẫu vào lọ 2mL riêng. Nút bông thủy tinh nên để cả vào trong lọ chứa phần hấp phụ phía trước. Bỏ nút bông thủy tinh và nút xốp phía sau ống. Thêm 1mL (V_E) carbon disulfide vào mỗi lọ. Để giải hấp ít nhất 30 phút - thỉnh thoảng khuấy trộn. Sau đó bơm mẫu trên GC/FID.

2.5. Tính toán kết quả

Nồng độ chloroform trong không khí được tính theo công thức:

$$X = \frac{X_0 \cdot V_E \cdot P}{V} \quad (\text{mg/m}^3)$$

Trong đó:

- X: Nồng độ chloroform trong không khí (mg/m³).
- X₀: Nồng độ chloroform trong mẫu thử được xác định theo đường chuẩn (µg/L).
- V_E: Thể tích phần mẫu thử thu được (dung dịch giải hấp) (L).
- V: Thể tích không khí đã lấy mẫu (L).
- P: Là độ tinh khiết của chất chuẩn, tính bằng phần trăm (%).

Lưu ý: Nồng độ chloroform (µg/L). Trong mẫu thử $X_0 = X_1 + X_2$

Trong đó :

X₁: Nồng độ chloroform trong mẫu thử trong lọ giải hấp phần phía trước của ống hấp phụ (µg/L).

X₂: Nồng độ chloroform trong mẫu thử trong lọ giải hấp phần phía sau của ống hấp phụ (µg/L).

Trong trường hợp $X_2 > X_1/ 10$, thông báo rằng ống hấp thụ đã bị quá tải và có thể xảy ra mất mẫu khi lấy mẫu.

Phụ lục 18**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH CHROMI (III) (DẠNG HỢP CHẤT) (Cr^{3+}) –
PHƯƠNG PHÁP PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ (AAS)**

*(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)*

1. Nguyên lý

Dưới năng lượng của hỗn hợp khí không khí và acetylen, các ion Cr^{3+} được nguyên tử hóa và hấp thụ ánh sáng đơn sắc do đèn chromi phát ra ở bước sóng nhất định. Tỷ lệ hàm lượng Cr^{3+} trong mẫu và độ hấp thụ quang trong vùng tuyến tính sẽ cho phép tính toán kết quả phân tích.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ:**

- Bình định mức 10mL, 100mL.
- Pipet 1mL, 5mL, 10mL.
- Ống đong 1L.
- Lọ thủy tinh 2mL.
- Cân phân tích, độ chính xác 0,1mg.
- Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử.
- Máy lấy mẫu, lưu lượng 1 – 3L/phút.

2.3. Hóa chất và thuốc thử:

- HNO_3 , tinh khiết phân tích.
- HCl , tinh khiết phân tích.
- Giấy lọc ester cellulose (lỗ lọc 0,8 μm).
- Khí acetylen, cấp độ tinh khiết.
- Nước cất.
- Dung dịch chuẩn gốc Cr^{3+} .

2.4. Các bước tiến hành**2.4.1. Lấy mẫu**

Lắp giấy lọc vào đầu casset, nối với máy lấy mẫu. Lấy mẫu không khí với lưu lượng 1 – 3L/ phút, thể tích không khí lấy mẫu 10 – 1000L.

2.4.2. Chuẩn bị mẫu

- Mở casset và chuyển giấy lọc có chứa mẫu cần phân tích vào một chén chịu nhiệt. Thêm 3mL dung dịch HCl đặc đun ở nhiệt độ 140°C cho đến khi thể tích còn 0,5mL. Thêm tiếp 3mL dung dịch HCl đặc và lặp lại như lần một.

- Thêm 3mL dung dịch HNO₃ đặc, đun ở nhiệt độ 140°C cho đến khi thể tích còn 0,5mL. Thêm tiếp 3mL dung dịch HNO₃ đặc và lặp lại như lần một.

- Làm lạnh dung dịch đến thể tích 1mL HNO₃.

- Chuyển dung dịch sang ống đong và định mức bằng nước cất với thể tích 15mL.

2.4.3. Lập đường chuẩn

Lập đường chuẩn ít nhất 6 điểm, với hàm lượng dao động trong khoảng từ 0 – 1000µg (0 – 200µg/mẫu) trong bình định mức 100mL bằng dung dịch HNO₃ 5%. Làm mẫu trắng.

2.4.4. Phân tích

Mẫu cần phân tích và mẫu chuẩn đem phân tích trên máy AAS với bước sóng là 357,9nm.

Dung dịch phân tích trên máy là HNO₃ 5%.

2.5. Tính toán kết quả

Nồng độ chromi (III) dạng hợp chất được tính theo công thức:

$$C = \frac{M}{V}$$

Trong đó:

- C: Nồng độ chromi (III) dạng hợp chất được xác định theo đường chuẩn (mg/m³).

- M: Hàm lượng chromi (III) dạng hợp chất có trong mẫu (mg).

- V: Thể tích không khí lấy mẫu (m³).

Phụ lục 19**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH CHROMI (VI) (DẠNG HÒA TAN TRONG NƯỚC, Cr⁺⁶) - PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ ION**

(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019 của Bộ trưởng Bộ Y tế)

1. Nguyên lý

Lấy mẫu chromi (VI) (dạng tan được trong nước) trong không khí bằng bộ lọc polyvinyl chloride (PVC), màng lọc polyvinyl chloride có cỡ lỗ lọc 5,0µm và đường kính 37mm đặt trong casset polystyren giữ màng lọc. Sau đó chiết 5mL dung dịch hỗn hợp NaOH 2%/Na₂CO₃ 3%, pha loãng mẫu tới nồng độ thích hợp, bằng dung dịch chiết xuất, làm nóng tới gần nhiệt độ sôi (100°C tới 115°C) để hòa tan, làm mát, pha loãng với nước cất tới thể tích phù hợp, tiêm dung dịch mẫu thử và mẫu chuẩn vào hệ thống sắc ký ion với cột sắc ký ion, detector UV ở bước sóng 340 nm, thực hiện quá trình sắc ký trên cột sắc ký ion thu được sắc ký đồ với các giá trị chiều cao hoặc diện tích pic của mẫu thử và mẫu chuẩn. Dựa vào chiều cao pic đo được của mẫu thử, các mẫu chuẩn, các mẫu trắng, thể tích không khí của mẫu thử, tính được nồng độ chromi (VI) (dạng tan được trong nước) trong thể tích mẫu không khí đã lấy.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ:**

- Đầu lấy mẫu: Bộ màng lọc polyvinyl chloride (PVC), cỡ lỗ lọc 5,0µm, đường kính 37mm, casset polystyren giữ màng lọc.

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 1 - 4L/phút.

- Lọ đựng mẫu thủy tinh 20mL với nắp xoáy có lót màng ngăn PTFE**.

- Kẹp phi kim loại.

- Găng tay polypropylen hoặc cao su.

- Máy sắc ký lỏng gồm modul tiêm mẫu tự động; bơm; cột bảo vệ NG1 hoặc tương đương; cột tách HPLC - AS7, 4 x 250mm hoặc tương đương; hệ thống cung cấp thuốc thử sau cột, 2,2m ống tuýp PEEK™ loop trộn/phản ứng với 1m chìm trong bể nước ở 32°C ± 3°C; và detector UV.

- Thiết bị lọc, bộ lọc khóa hãm PTFE luer-lock/Xy lanh.

- Cốc, borosilicate, 50mL**.
- Kính đồng hồ**.
- Bình định mức 25, 100 và 1000mL**.
- Lò nhiệt ở 100°C, không vượt quá 115°C.

Lưu ý: Bếp tấm nóng có thể được sử dụng. Bể lắc siêu âm có thể được sử dụng thay cho lò nhiệt hoặc bếp tấm nóng.

- Micropipet 10µL tới 0,5mL.
- Pipet TD 5mL**.
- Chất làm lạnh đã đóng gói.

Ghi chú: (**) Cần làm sạch với HNO₃ : H₂O với tỷ lệ 1:1 và rửa sạch trước khi sử dụng.

2.3. Hóa chất và thuốc thử:

- Acid sulfuric (H₂SO₄) đặc (98% kl/kl).
- Amoni hydroxide (NH₄OH) đặc (28%).
- Amoni sulfat monohydrat (NH₄)₂SO₄, cấp thuốc thử.
- Natri carbonat (NaCO₃) khan.
- Natri hydroxide (NaOH), cấp thuốc thử.
- Methanol (CH₃OH), cấp HPLC.
- 1,5-Diphenylcarbazine (C₁₃H₁₄N₄O), cấp thuốc thử.
- Kali dichromat (K₂Cr₂O₇) hoặc kali chromat (K₂CrO₄)*. Sấy khô ở 100°C và bảo quản trong bình hút ẩm.

- Thuốc thử dẫn xuất hóa sau cột: dung dịch diphenylcarbazine. Hòa tan 500mg 1,5-diphenylcarbazine trong 100mL methanol cấp HPLC. Trong khi khuấy, thêm 500mL nước chứa 28mL acid sulfuric đặc. Pha loãng bằng nước đến vừa đủ 1L. Thuốc thử này ổn định cho 4 - 5 ngày. Chuẩn bị với số lượng 1L như cần thiết.

- Chuẩn Cr(VI) 1000µg/mL. Hòa tan 2,829g kali dichromat trong nước khử ion tới một lít, hoặc sử dụng dung dịch bán sẵn (Có thể dùng 3,731g K₂CrO₄)

- Dung dịch chuẩn gốc 1,0 μ g/mL: Pha loãng chuẩn Cr (VI) 1000 μ g/mL với nước khử ion theo tỷ lệ 1:1000 .
- Dung dịch chiết xuất màng lọc, NaOH 2% / Na₂CO₃ 3%. Hòa tan 20g NaOH và 30g Na₂CO₃ trong nước khử ion để làm tới một lít dung dịch.
- Dung dịch rửa giải (pha động) amoni sulfat 250mM/amoni hydroxide 200mM. Hòa tan 33g amoni sulfat trong 500mL nước cất và thêm 6,5mL amoni hydroxide đặc, pha loãng tới một lít bằng nước cất và trộn đều.
- Nitơ, đã tinh khiết.

* **Lưu ý:** Nhiều hợp chất chromat là chất nguy hại, amoni hydroxide là chất kích ứng hô hấp, methanol là chất dễ cháy và độc hại, các acid và bazo đặc đều độc hại và ăn mòn vì vậy các thao tác với các chất trên nên được thực hiện trong tủ hút.

2.4. Các bước tiến hành

2.4.1. Lấy mẫu, bảo quản và vận chuyển mẫu

- Lấy mẫu ở lưu lượng 1 - 4L/phút, tổng thể tích lấy mẫu 1L - 400L Không lấy mẫu vượt quá 1mg trên màng lọc.
- Màng lọc được đặt trong casset khi vận chuyển. Khi xử lý màng lọc, phải đeo găng và dùng kẹp phi kim loại.

2.4.2. Điều kiện phân tích

- Kỹ thuật: Sắc ký ion (IC) với dẫn xuất hóa sau cột và detector UV.
- Chất phân tích: CrO₄⁻² – diphenylcarbazine (DPC) phức hợp.
- Chiết xuất: 5mL dung dịch hỗn hợp NaOH 2% - NaCO₃ 3%. Pha loãng tới 25mL sau khi gia nhiệt.
- Thể tích tiêm: 100 μ L.
- Cột: cột bảo vệ Dionex NG1 Guard, cột tách HPIC-AS7 hoặc tương đương.
- Pha động: (NH₄)SO₄ 250mM / NHOH 100mM.
- Lưu lượng 1,0mL/phút; cột sau (post column) 0,7mL/phút.
- Thuốc thử post-column: DPC 2,0mM + MeOH 10% +H₂SO₄ 1N.
- Detector: 340nm.
- Chuẩn: Dung dịch chuẩn K₂Cr₂O₇ trong đệm NaOH - Na₂CO₃.

- Giới hạn: 0,05 tới 20 μ g mỗi mẫu.
- Giới hạn phát hiện ước tính: 0,02 μ g mỗi mẫu.
- Độ chính xác (Šr): 0,015; 0,5 tới 5 μ g/mẫu.

2.4.3. Chuẩn bị mẫu thử

- Đeo găng tay nhựa loại dùng một lần (để tránh nhiễm bẩn mẫu). Dùng panh gấp màng lọc PVC vào một cốc 50mL, và thêm 5,0mL dịch chiết màng lọc, NaOH 2% / Na₂CO₃ 3%. Bắt đầu làm mẫu trắng tại thời điểm này.

Chú ý 1: Nếu có lượng đáng kể Cr [III] trong các mẫu thì (a) đuổi khí dung dịch chiết natri hydroxide/natri carbonat bằng bọt nitơ trong 5 phút trước khi tiến hành hoặc (b) dùng thuốc thử để kết tủa.

Chú ý 2: Nếu chỉ quan tâm đến chromat hòa tan, sử dụng đệm amoni sulfat ở dung dịch chiết carbonat.

- Đậy cốc thủy tinh bằng một tấm kính và đun nóng đến gần điểm sôi (100 - 115°C) trên bếp, thỉnh thoảng lắc trong 45 phút. Không đun sôi dung dịch. Không để các dung dịch bay hơi đến khô vì hexavalent chromi có thể bị mất do phản ứng với các màng lọc PVC và/hoặc các thành phần aerosol lẫn trong mẫu. Dấu hiệu cho thấy hexavalent chromi bị mất là màng lọc PVC có màu nâu .

Lưu ý: Có thể dùng bếp phẳng hoặc bể lắc siêu âm để xử lý mẫu.

a. Làm nguội dung dịch và chuyển về với lượng nước cất tráng vào bình định mức 25mL. Làm đầy đến vạch thể tích với nước cất.

Lưu ý: Nếu dung dịch đục, lọc một phần nổi thông qua một bộ lọc khóa hãm PTFE luer-lock gắn liền với một Xy lanh.

b. Chuyển một phần nổi của dung dịch tới các lọ thích hợp cho bộ phận tiêm mẫu tự động của máy sắc ký và phân tích.

2.4.4. Chuẩn hoá và kiểm soát chất lượng

- Các dung dịch chuẩn K₂Cr₂O₇ trong đệm NaOH - Na₂CO₃.

- Chuẩn hóa hàng ngày với ít nhất 6 chuẩn làm việc chuẩn. Chuyển 5mL dung dịch chiết xuất cho mỗi một loạt bình định mức thể tích 25mL. Dùng pipet hút thể tích đã biết (0 - 5mL) của dung dịch chuẩn gốc (1,0 μ g/mL) vào các bình định mức. Đối với chuẩn cao hơn, dùng pipet hút 10 - 20 μ L của

chuẩn gốc đặc 1000µg/mL và đưa vào bình định mức 25mL pha loãng với nước cất. Những chuẩn làm việc này chứa 0 - 20µg Cr(VI) mỗi mẫu.

- Phân tích các chuẩn làm việc cùng với mẫu thử, mẫu trắng.
- Chuẩn bị một đồ thị chuẩn (đáp ứng của thiết bị với µg Cr(VI)).

2.4.5. Đo trên máy

- Đặt bước sóng trên detector tới 450nm.
- Đặt chế độ máy sắc ký lỏng với khuyến cáo của nhà sản xuất thiết bị và các tham số trong mục 2.4.2. *Điều kiện phân tích.*

Với lưu lượng pha động là 1,0mL/phút. Lưu lượng thuốc thử chảy sau cột 0,7mL/phút và một ống sau cột 2,2m, thời gian lưu dẫn xuất khoảng 3,7 - 4,7 phút.

- Tiêm một dung dịch mẫu thử (ví dụ 100µL) vào máy sắc ký và đo chiều cao pic. Nếu chiều cao pic vượt quá giới hạn đường chuẩn tuyến tính, pha loãng với dung dịch rửa giải, phân tích lại và áp dụng hệ số pha loãng phù hợp trong tính toán.

Chú ý: Nếu đáp ứng thiết bị cho các mẫu thử cao hơn so với chuẩn, pha loãng bằng cách sử dụng độ pha loãng dung dịch chiết : nước với tỷ lệ 1:5 để duy trì một cường độ ion không đổi; lặp lại các phân tích và nhân nồng độ đã đo bằng hệ số pha loãng thích hợp. Ngoài ra, tiêm một thể tích nhỏ hơn và nhân bởi hệ số thích hợp.

- Sau khi phân tích xong, xả toàn bộ hệ thống với nước ASTM Type II trong ít nhất một giờ tại 1,0mL/phút. với tất cả các cột trên dòng. Tháo các cột và tiếp tục xả nước cho thêm hai giờ. Đẩy qua bộ phận tiêm mẫu tự động với một vài lần tiêm nước.

2.5. Tính toán kết quả

- Từ đồ thị chuẩn, xác định khối lượng của Cr(VI) trong mỗi mẫu thử, W (µg), và trong trung bình mẫu trắng, B (µg).

- Tính nồng độ, C (mg/m³), của Cr(VI) trong thể tích không khí đã lấy mẫu, V (L):

$$C = \frac{W - B}{V}, \text{ mg/m}^3$$



Trong đó:

C: Nồng độ Cr(VI) trong không khí (mg/m^3).

W: Khối lượng Cr(VI) trong mẫu thử (μg).

B: Khối lượng Cr(VI) trung bình trong mẫu trắng (μg).

V: Thể tích không khí đã lấy mẫu (L).

Phụ lục 20

**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH CHROMI (VI) OXIDE (CrO₃) –
PHƯƠNG PHÁP TRẮC QUANG**

*(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)*

1. Nguyên tắc

Chromi (VI) oxide (CrO₃) tác dụng với dung dịch diphenyl carbazide trong cồn sẽ có màu hồng. Áp dụng phương pháp so màu với thang mẫu để định lượng chromi (VI) oxide (CrO₃) trong không khí. Nếu trong 10mL dung dịch phân tích có 1mg sắt, có dưới 0,8mg molybden thì không trở ngại cho phản ứng.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị**

- Ống hấp thụ.
- Máy lấy mẫu, lưu lượng 0,01 - 2L/phút.
- Ống so màu.
- Máy UV-VIS có bước sóng $\lambda = 540\text{nm}$.
- Pipet 1mL, 5mL, 10mL.
- Bình định mức 50mL, 100mL.

2.3. Thuốc thử

- Dung dịch diphenyl carbazide: Cân 1g diphenyl carbazide cho vào bình cầu 250mL, thêm 20mL acid acetic tinh khiết, rồi thêm cồn 90° cho đủ 250mL.

- Dung dịch tiêu chuẩn chromi (VI) oxide (CrO₃): Cân chính xác 0,147g kali chromat đã sấy khô ở 130°C trong 2 giờ, cho vào bình cầu 100mL. Thêm nước cất vừa đủ 100mL (1mL dung dịch này tương đương với 1mg CrO₃). Pha loãng dung dịch này ra làm 100 lần để có dung dịch 1mL tương đương với 0,01mg CrO₃.

2.4. Kỹ thuật lấy mẫu

Hai ống hấp thụ mắc nối tiếp nhau và mắc vào ống than hoạt trước khi lắp vào máy lấy mẫu. Mỗi ống hấp thụ cho vào 20mL nước cất. Bật máy lấy mẫu với lưu lượng 0,3L/phút. Thể tích không khí lấy mẫu 50 – 80L.

2.5. Phân tích

Lấy 5mL dung dịch đã hấp thụ CrO₃ cho vào ống so màu theo bảng sau:

Ống số Dung dịch (mL)	0	1	2	3	4	5	6	7
	Dung dịch tiêu chuẩn CrO ₃	0	0,05	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5
Nước cất	5	4,95	4,9	4,8	4,7	4,6	4,5	4,4
Dung dịch diphenyl carbazide	1	1	1	1	1	1	1	1
Hàm lượng CrO ₃ (µg)	0	0,5	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0	6,0

Lắc đều, để 20 phút sau. So màu với ống phân tích.

2.6. Tính toán kết quả

Nồng độ CrO₃ trong không khí tính theo công thức:

$$C = \frac{a \cdot b}{v \cdot V_0}$$

Trong đó:

- C: Nồng độ CrO₃ trong không khí (mg/L).
- a: Hàm lượng CrO₃ trong ống phân tích (mg).
- b: Tổng dung dịch hấp thụ lấy ra phân tích (mL).
- v: Dung dịch hấp thụ lấy ra phân tích (mL).
- V₀: Thể tích không khí lấy mẫu quy về điều kiện tiêu chuẩn (L).

Phụ lục 21

**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH COBALT (Co) VÀ HỢP CHẤT –
PHƯƠNG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ**

(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)

1. Nguyên lý

Lấy mẫu cobalt và hợp chất trong không khí bằng màng lọc ester cellulose. Sau đó phá huỷ mẫu bằng hỗn hợp nước cường toan (3 thể tích HCl đặc với 1 thể tích HNO₃ đặc) có gia nhiệt ở 140°C tới gần khô, pha loãng mẫu tới nồng độ thích hợp bằng HNO₃ 5%, đo trên máy quang phổ hấp thụ nguyên tử, ngọn lửa không khí - acetylen, với đèn catot rỗng cobalt, ở bước sóng 240,7nm, song song đo mẫu chuẩn và mẫu trắng. Dựa vào độ hấp thụ đo được của mẫu thử, các mẫu chuẩn, các mẫu trắng, thể tích không khí của mẫu thử và mẫu trắng, tính được nồng độ cobalt trong thể tích mẫu không khí đã lấy.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ:**

- Đầu lấy mẫu: Màng lọc ester cellulose cỡ lỗ 0,8µm, đường kính 37mm, casset có vòng kẹp màng lọc.
- Máy lấy mẫu, lưu lượng 1 - 3L/phút..
- Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử với một đầu đốt không khí - acetylen, đèn catot rỗng cobalt.
- Các đồng hồ điều chỉnh 2 tầng, cho không khí và acetylen.
- Các cốc Philips 125mL, hoặc cốc Griffin, 50mL, với các nắp kính đồng hồ*.
- Bình định mức 10 và 100mL*.
- Micropipet 5 đến 60µL*.
- Bếp tấm nóng, nhiệt độ bề mặt 140°C.

Ghi chú: (*): Cần được làm sạch với acid nitric đặc và rửa kỹ với nước cất hoặc nước khử ion trước khi sử dụng.

2.3. Hoá chất, thuốc thử:

- Acid nitric (HNO₃) đặc.
- Acid hydrochloric (HCl) đặc.
- Nước cường toan: Trộn đều 3 thể tích HCl đặc với 1 thể tích HNO₃ đặc.
- Acid nitric (HNO₃) 5% (kl/tt). Thêm 50mL HNO₃ đặc vào nước, hoà loãng tới 1L.
- Dung dịch chuẩn gốc, 1000µg/mL Co. Có thể dùng chuẩn gốc thương mại hoặc hoà tan 1,000g cobalt kim loại chuẩn trong thể tích tối thiểu nước cường toan. Pha loãng tới 1L với HNO₃ 5%.
- Không khí đã nén, lọc.
- Acetylen (CH ≡ CH).

Chú ý: Thực hiện phá mẫu acid trong tủ hút.

2.4. Các bước tiến hành:**2.4.1. Lấy mẫu**

- Lấy mẫu ở lưu lượng 1 - 3L/phút, tổng thể tích lấy mẫu 30 - 1500L. Không được quá tải bộ lọc, khoảng 2mg bụi.

2.4.2. Điều kiện phân tích

- Kỹ thuật: Quang phổ hấp thụ nguyên tử, ngọn lửa.
- Chất phân tích: Cobalt.
- Tro hoá: Cho mẫu vào chén (bát) sứ, cho tiếp 3mL nước cường toan đun nóng đến 140°C, cho tiếp 6mL HNO₃ đặc duy trì nhiệt độ 140°C; để mẫu trong 30 phút ở nhiệt độ phòng; Đun nóng đến 140°C tới gần khô.
- Dung dịch cuối: 10mL HNO₃ 5%.
- Ngọn lửa: Không khí – acetylen, oxy hoá.
- Bước sóng: 240,7nm.
- Hiệu chỉnh đường nền: Đèn D₂ hoặc H₂.
- Chuẩn: Co²⁺ trong HNO₃ 5%.
- Giới hạn: 3 – 90µg mỗi mẫu.
- Giới hạn phát hiện ước tính: 0,6µg mỗi mẫu.

- Độ chính xác (S_r): 0,02.

2.4.3. Chuẩn bị mẫu thử

- Mở các vòng kẹp giấy lọc của casset và chuyển mẫu thử và mẫu trắng vào các cốc sạch.
- Thêm 3mL nước cường toan, đặt với một tấm kính, để ở nhiệt độ phòng 30 phút. Bắt đầu xử lý mẫu trắng, thuốc thử ở thời điểm này.
- Làm nóng trên bếp (140°C) cho đến khi hầu hết acid đã bốc hơi (còn lại khoảng 0,5mL).
- Nhắc lại 3 lần sử dụng 3mL HNO₃ đặc mỗi lần. Để lại khoảng 1mL dung dịch sau khi đã phá hủy mẫu cuối cùng.
- Để nguội các cốc. Tháo bỏ các nắp kính và rửa vào cốc với HNO₃ 5%.
- Chuyển lượng dung dịch vào bình định mức 10mL.
- Pha loãng tới vạch với HNO₃ 5%.

2.4.4. Hiệu chuẩn và kiểm soát chất lượng

- Dung dịch chuẩn Co²⁺ trong HNO₃ 5%.
- Chuẩn hàng ngày với ít nhất 6 chuẩn làm việc. Thêm các lượng đã biết, bao gồm các giới hạn của mẫu (0 - 60µg Co mỗi mẫu) dung dịch chuẩn gốc vào bình định mức 10mL với HNO₃ 5%.
- Phân tích các chuẩn làm việc cùng với mẫu trắng và mẫu thử.
- Chuẩn bị đồ thị chuẩn độ hấp thụ so với với nồng độ dung dịch (µg/mL).
- Hút một chuẩn cho mỗi 10 mẫu thử để kiểm tra độ trôi thiết bị.
- Kiểm tra độ thu hồi với ít nhất 1 mẫu trắng spike (có đỉnh nhọn) mỗi lô 10 mẫu thử.
- Thường xuyên sử dụng phương pháp thêm chuẩn để kiểm tra nhiễu.

2.4.5. Đo trên máy

- Đặt chế độ máy quang phổ phù hợp với khuyến cáo của nhà sản xuất và các điều kiện trong mục 2.4.2. Điều kiện phân tích.
- Hút chuẩn và mẫu. Ghi độ hấp thụ máy đang đọc.

Chú ý: Nếu giá trị độ hấp thụ của mẫu thử vượt quá khoảng tuyến tính của các dung dịch chuẩn, tiến hành pha loãng dung dịch mẫu thử bằng dung dịch HCl 0,5N, phân tích lại và nhân với độ pha loãng khi tính toán kết quả.

2.5. Tính toán kết quả:

- Sử dụng độ hấp thụ đã đo, tính toán nồng độ dung dịch tương ứng ($\mu\text{g/mL}$) của cobalt trong mẫu thử (C_s) và trung bình trong mẫu trắng (C_b), từ đồ thị chuẩn.

- Sử dụng thể tích dung dịch (mL) của mẫu thử (V_s), và mẫu trắng phương tiện (V_b), tính toán nồng độ, C (mg/m^3), của cobalt trong thể tích mẫu không khí đã lấy, V (L).

$$C = \frac{(C_s \cdot V_s - C_b \cdot V_b)}{V} \quad (\text{mg/m}^3)$$

Trong đó:

C : Nồng độ cobalt trong không khí (mg/m^3).

C_s : Nồng độ cobalt trong mẫu thử ($\mu\text{g/mL}$).

C_b : Nồng độ cobalt trung bình trong mẫu trắng ($\mu\text{g/mL}$).

V_s : Thể tích dung dịch của mẫu thử (mL).

V_b : Thể tích dung dịch của mẫu trắng (mL).

V : Thể tích không khí đã lấy mẫu (m^3).

Phụ lục 22**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH DICHLOROMETHAN (CH₂Cl₂) –
PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ KHÍ**

*(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)*

1. Nguyên lý

Dichloromethan trong không khí được hấp phụ vào trong tuýp hấp phụ than hoạt. Sau đó mẫu được giải hấp bằng dung môi thích hợp rồi bơm lên hệ thống sắc ký khí theo một chương trình nhiệt độ lò cột phù hợp. Quá trình rửa giải mẫu phân tích ra khỏi cột tách được phát hiện bằng detector FID, tín hiệu được ghi lại bằng sắc ký đồ. Trên cơ sở độ lớn của diện tích hay chiều cao pic của mẫu thử và chuẩn, thể tích mẫu không khí đã lấy, tính được nồng độ dichloromethan có trong mẫu khí đem phân tích.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ:**

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 0,01 - 0,2L/phút.
- Đầu lấy mẫu (ống than hoạt tính): Dài 7cm, đường kính ngoài (OD) 6mm, đường kính trong (ID) 4mm, hai đầu hàn kín, có chứa hai phần của than hoạt (trước: 100mg; sau: 50mg), ngăn cách bởi một nút xốp urethane 2mm. Một nút bông thủy tinh silylated ở phần đầu trước và nút xốp urethan 3mm ở phần đầu sau. Có thể sử dụng ống bán sẵn.
- Máy sắc ký khí, FID, máy tính và cột sắc ký.
- Lọ 2mL bằng thủy tinh, nắp ép có lót màng ngăn PTFE.
- Bình định mức 10mL.
- Micro pipet 10 μ L tới 1mL, chia vạch tới 0,1 μ L.
- Pipet 1mL với quả bóp pipet.

2.3. Hóa chất và thuốc thử:

- Methyl acetat (CH₃COOCH₃), tinh khiết phân tích.
- Carbon disulfide (CS₂), tinh khiết phân tích.

- Khí heli tinh khiết.
- Khí hydro, tinh khiết.
- Decan, tinh khiết phân tích; hoặc chuẩn nội phù hợp khác.
- Không khí đã nén, lọc , nén.

Chú ý đặc biệt: Carbon disulfide độc hại có nguy cơ cháy nổ. Dichloromethan là một chất gây ung thư. Thao tác với các chất này trong tủ hút.

2.4. Các bước tiến hành

2.4.1. Lấy mẫu

- Bỏ các đầu của ống lấy mẫu ngay trước khi lấy mẫu, cắm vào ống mềm và nối với máy lấy mẫu.
- Lấy mẫu ở lưu lượng 0,01 - 0,2L/phút, tổng thể tích lấy mẫu 0,5 – 2,5L.

2.4.2. Điều kiện sắc ký

- Nhiệt độ buồng bơm mẫu: 250°C.
- Nhiệt độ detector: 300°C.
- Nhiệt độ cột tách: Nhiệt độ ban đầu 80°C, sau đó tăng dần tới 150°C với tốc độ tăng 10°C/phút và giữ trong 1phút.
- Thể tích bơm mẫu: 1µL.
- Lưu lượng khí mang (He): 2,4mL/phút.
- Cột mao quản, kích thước 30m x 0,32mm ID, phim polyethylen glycol 0,25µm, Stabilwax, hoặc tương đương.
- Giải hấp: 1mL CS₂.

2.4.3. Xây dựng đường chuẩn và kiểm soát chất lượng

- Chuẩn hóa bằng dung dịch dichloromethan trong CS₂.
- Chuẩn hàng ngày với ít nhất sáu nồng độ chuẩn làm việc trên giới hạn quan tâm. Ba chuẩn (trong mức nhân đôi) nên được phủ giới hạn từ LOD tới LOQ.

a. Thêm một lượng đã biết của chuẩn dichloromethan vào CS₂ trong bình định mức 10mL và pha loãng tới vạch.

Lưu ý: Chuẩn nội như 2-butanol hoặc hexan có thể được thêm vào CS₂.

- b. Phân tích song song với mẫu thử và mẫu trắng.
- c. Chuẩn bị đồ thị chuẩn (của diện tích hoặc chiều cao pic với lượng μg dichloromethan).
 - Xác định hiệu quả giải hấp (DE) ít nhất một lần cho mỗi lô ống than hoạt được sử dụng cho lấy mẫu trong giới hạn chuẩn. Chuẩn bị ba ống lấy mẫu tại mỗi nồng độ trong 6 mức chuẩn, cộng với ba mẫu trắng.
 - a. Chuyển và tháo bỏ phần chất hấp phụ phía sau của ống lấy mẫu và mẫu trắng.
 - b. Tiêm một lượng đã biết của chất chuẩn dichloromethan, trực tiếp lên phần chất hấp thụ phía trước của mỗi tuýp than hoạt bằng Xy lanh microlit.
 - c. Để các ống cân bằng không khí trong vài phút, sau đó đậy nút các đầu ống và để yên qua đêm.
 - d. Giải hấp các mẫu và phân tích cùng với các chuẩn và mẫu trắng.
 - e. Chuẩn bị đồ thị của DE (hiệu quả giải hấp) với μg dichloromethan đã thu hồi.

- Phân tích 3 mẫu mù spikes kiểm soát chất lượng và 3 mẫu phân tích spikes để đảm bảo rằng đồ thị chuẩn và đồ thị hiệu quả giải hấp ở trong kiểm soát.

2.4.4. Phân tích mẫu

- Đặt các phần hấp phụ phía trước (bao gồm cả nút bông thủy tinh) và phía sau của mỗi ống lấy mẫu trong các lọ riêng biệt. Tháo bỏ các nút xóp.

- Thêm 1,0mL dung môi giải hấp CS₂ tới mỗi lọ và gắn nắp kẹp các lọ.

Lưu ý: Nhiệt đáng kể được tạo ra khi các dung dịch giải hấp được thêm vào than hoạt. Để giảm thiểu mất mẫu, làm lạnh dung dịch giải hấp trước khi thêm vào than hoạt.

- Để 30 phút, thỉnh thoảng lắc để giải hấp.

- Đặt chế độ máy sắc ký khí như mục 2.4.2. *Điều kiện sắc ký.* Tiêm 1 μL phần mẫu thử bằng tay, sử dụng kỹ thuật đẩy dung môi hoặc với tiêm mẫu tự động.

Chú ý: Nếu diện tích pic vượt trên giới hạn tuyến tính của các chuẩn làm việc, pha loãng, phân tích lại và áp dụng hệ số pha loãng trong tính toán.

- Đo diện tích pic.

2.5. Tính toán kết quả

- Xác định khối lượng, μg (đã hiệu chỉnh xác định hiệu quả giải hấp) của dichloromethan đã tìm được trong phần hấp phụ phía trước ống mẫu (W_t) và phía sau ống mẫu (W_b) và trung bình phần hấp phụ mẫu trắng phía trước ống (B_t) và phía sau ống (B_b).

Ghi chú: Nếu $W_b > W_t/10$, thông báo rằng có sự quá tải ống lấy mẫu và có thể mất mẫu.

Tính nồng độ C của dichloromethan trong thể tích không khí đã lấy mẫu, V (L):

$$C = \frac{(W_t + W_b - B_t - B_b)}{V}, \text{ (mg/m}^3\text{)}$$

Trong đó:

C: Nồng độ dichloromethan trong không khí (mg/m^3).

W_t : Khối lượng của dichloromethan trong phần hấp phụ trước ống mẫu thử (μg).

W_b : Khối lượng của dichloromethan trong phần hấp phụ sau ống mẫu thử (μg).

B_t : Khối lượng trung bình của dichloromethan trong phần hấp phụ mẫu trắng trước ống (μg).

B_b : Khối lượng trung bình của dichloromethan trong phần hấp phụ mẫu trắng sau ống (μg).

V: Thể tích không khí lấy mẫu (L).

Phụ lục 23**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH ĐỒNG VÀ HỢP CHẤT (DẠNG BỤI) -
PHƯƠNG PHÁP PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ**

*(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)*

1. Nguyên lý

Lấy mẫu bụi đồng trong không khí bằng màng lọc cellulose ester, kích thước lỗ lọc 0,8 μ m, đường kính 37mm. Sau đó phá hủy mẫu bằng acid nitric đặc và acid hydrochloric đặc. Đo trên máy quang phổ hấp thụ nguyên tử, ngọn lửa không khí - acetylen, ở bước sóng 324,7nm, song song đo mẫu chuẩn và mẫu trắng. Dựa vào độ hấp thụ đo được của mẫu thử, các mẫu chuẩn, các mẫu trắng, thể tích không khí của mẫu thử và mẫu trắng, tính được nồng độ đồng trong thể tích mẫu không khí đã lấy.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ**

- Đầu lấy mẫu: Màng lọc ester cellulose, kích thước lỗ lọc 0,8 μ m, đường kính 37mm, được giữ trong đầu lấy mẫu.

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 1 - 3L/phút.

- Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử với đầu đốt không khí - acetylen, đèn catot rỗng Cu, van điều chỉnh 2 giai đoạn cho không khí - acetylen.

- Cốc Beakers, Philips hoặc Griffin các loại có nắp đậy và các tấm đậy kiểu mặt kính đồng hồ.

- Bình định mức các loại.

- Pipet các loại.

- Thiết bị có bề mặt tạo nhiệt độ 140°C và 400°C.

2.3. Hóa chất và thuốc thử

- Acid nitric đặc (HNO₃), loại tinh khiết.

- Acid hydrochloric đặc (HCl), loại tinh khiết.

- Dung dịch HCl 0,5N: Thêm từ từ 41,5mL acid hydrochloric đặc vào bình định mức 1L đã có nước cất hai lần rồi cho thêm nước cất hai lần đến vạch định mức.

- Dung dịch chuẩn gốc 1000 μ g/mL. Có thể dùng dung dịch chuẩn gốc thương mại hoặc hoà tan 1g đồng trong một lượng thể tích tối thiểu (1:1) HNO₃ rồi định mức tới 1L bằng dung dịch HCl 0,5N.

- Nước cất hai lần hoặc nước đã khử ion.
- Không khí đã được lọc sạch.
- Khí acetylen.

2.4. Các bước tiến hành

2.4.1. Lấy mẫu

- Lấy mẫu ở lưu lượng 1 - 3L/phút, tổng thể tích lấy mẫu 50 - 1500L. Lượng mẫu lấy không vượt quá 2mg bụi để tránh quá tải của màng lọc.

2.4.2. Điều kiện phân tích

- Kỹ thuật: Quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa.
- Chất phân tích: Đồng.
- Tro hoá: 6mL HNO₃ đậm đặc, đun ở 140°C; 6mL HCl đặc, đun ở 400°C.
- Dung dịch cuối: Định mức đến 25mL bằng dung dịch HCl 0,5N.
- Ngọn lửa: Không khí - acetylen hoặc ngọn lửa oxy hóa.
- Bước sóng: 324,7nm.
- Chuẩn: Dung dịch chuẩn Cu²⁺ trong HCl 0,5N.
- Khoảng đo: 5 – 125 μ g mỗi mẫu.
- Giới hạn phát hiện ước tính: 0,05 μ g mỗi mẫu.
- Độ chính xác (S_r): 0,03.

2.4.3. Chuẩn bị mẫu thử

- Mở đầu lấy mẫu, chuyển màng lọc của mẫu thử và mẫu trắng vào các cốc sạch.

- Thêm 6mL HNO₃ đặc và đậy cốc bằng nắp đậy kiểu mặt kính đồng hồ. Đặt trên tấm nhiệt hoặc bề mặt nóng rồi gia nhiệt đến 140°C cho đến khi

thể tích giảm còn khoảng 0,5mL. Lặp lại như vậy nhiều hơn 2 lần với 2mL HNO₃ đặc mỗi lần.

- Thêm 2mL HCl đặc và đậy cốc bằng nắp đậy kiểu mặt kính đồng hồ. Đặt trên tấm nhiệt hoặc bề mặt nóng rồi gia nhiệt đến 400°C cho đến khi thể tích giảm còn khoảng 0,5mL. Lặp lại như vậy nhiều hơn 2 lần với 2mL HCl đặc mỗi lần. Không được để dung dịch bị cạn.

- Để nguội rồi thêm 10mL nước cất hai lần.

- Chuyển dung dịch vào bình rồi định mức 25mL bằng nước cất hai lần.

2.4.4. Hiệu chuẩn và kiểm soát chất lượng

- Hiệu chuẩn hàng ngày với ít nhất 6 dung dịch chuẩn công tác.

- Phân tích các chuẩn công tác cùng với mẫu trắng và mẫu thử.

- Lập đường chuẩn giữa độ hấp thụ với với nồng độ dung dịch ($\mu\text{g}/\text{mL}$).

- Phân tích một chuẩn sau mỗi 10 mẫu thử để kiểm tra thiết bị.

- Kiểm tra độ thu hồi phân tích với ít nhất 1 mẫu trắng có thêm chuẩn cho mỗi 10 mẫu thử.

- Thường xuyên sử dụng phương pháp thêm chuẩn để kiểm tra nhiều.

2.4.5. Đo trên máy

- Cài đặt chế độ hoạt động của máy quang phổ theo yêu cầu của nhà sản xuất và theo như mục 2.4.2 nêu trên.

- Phân tích mẫu chuẩn, mẫu thử và mẫu trắng. Ghi lại giá trị độ hấp thụ do máy đọc được.

Chú ý: Nếu giá trị độ hấp thụ của mẫu thử vượt quá khoảng tuyến tính của các dung dịch chuẩn, tiến hành pha loãng dung dịch mẫu thử bằng dung dịch HCl 0,5N, phân tích lại và nhân với độ pha loãng khi tính toán kết quả.

2.5. Tính toán kết quả:

- Sử dụng độ hấp thụ đã đo, tính toán nồng độ dung dịch tương ứng của đồng trong mẫu thử C_s ($\mu\text{g}/\text{mL}$) và giá trị trung bình của mẫu trắng C_b ($\mu\text{g}/\text{mL}$) từ đường chuẩn.

- Sử dụng thể tích dung dịch của mẫu thử V_s (mL) và thể tích mẫu trắng V_b (mL), tính toán nồng độ C (mg/m^3), của đồng trong thể tích không khí đã lấy mẫu V (L):

$$C = \frac{(C_s \cdot V_s - C_b \cdot V_b)}{V} \text{ (mg/m}^3\text{)}$$

Trong đó:

C: Nồng độ đồng trong không khí (mg/m³).

C_s: Nồng độ đồng trong mẫu thử (µg/mL).

C_b: Nồng độ đồng trung bình trong mẫu trắng (µg/mL).

V_s: Thể tích dung dịch mẫu thử (mL).

V_b: Thể tích dung dịch mẫu trắng (mL).

V: Thể tích không khí lấy mẫu (L).

Phụ lục 24

KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH ĐỒNG VÀ HỢP CHẤT (DẠNG HƠI, KHÓI) – PHƯƠNG PHÁP PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ

(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)

1. Nguyên lý

Lấy mẫu đồng (dạng hơi, khói) trong không khí bằng màng lọc ester cellulose, kích thước lỗ lọc 0,8 μ m, đường kính 37mm. Sau đó tách khói, bụi. Phá huỷ mẫu bằng HNO₃ đặc có gia nhiệt ở 140°C tới gần khô, xử lý tiếp mẫu bằng HCl đặc ở nhiệt độ 400°C đến gần khô, pha loãng mẫu tới nồng độ thích hợp bằng nước cất, đo trên máy quang phổ hấp thụ nguyên tử, ngọn lửa không khí - acetylen, với đèn catot rỗng đồng, ở bước sóng 324,7nm, song song đo mẫu chuẩn và mẫu trắng. Dựa vào độ hấp thụ đo được của mẫu thử, các mẫu chuẩn, các mẫu trắng, thể tích không khí của mẫu thử và mẫu trắng, tính được nồng độ đồng trong thể tích mẫu không khí đã lấy.

2. Phương pháp

2.1. Loại mẫu: Khí.

2.2. Thiết bị, dụng cụ:

- Đầu lấy mẫu: màng lọc ester cellulose cỡ lỗ 0,8 μ m, đường kính 37mm đặt trong casset.
- Máy lấy mẫu, lưu lượng 1 - 3L/phút.
- Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử với một đầu đốt không khí - acetylen, đèn catot rỗng đồng và các đồng hồ điều chỉnh, 2 tầng, cho không khí và acetylen.
- Các cốc 125mL, hoặc cốc Griffin, 50mL, với các nắp kính đồng hồ*.
- Bình định mức 25mL*.
- Pipet định mức đã phân loại, như cần thiết*.
- Bếp tấm nóng, nhiệt độ bề mặt 140°C và 400°C.
- Thiết bị cho các bước tách khói/bụi:
 - + Bộ lọc màng ester cellulose, 47mm, kích thước lỗ 0,3 μ m (Millipore PHWP hoặc tương đương);

- + Bộ lọc màng ester cellulose, 47mm, kích thước lỗ 5µm (Millipore SMWP hoặc tương đương);
- + Dụng cụ lọc (Gelman No. 1107 hoặc tương đương).

* Tất cả đồ thủy tinh được làm sạch với acid nitric đặc và rửa kỹ với nước cất hoặc nước khử ion trước khi sử dụng.

2.3. Hóa chất và thuốc thử:

- Acid nitric (HNO₃) đặc.
- Acid hydrochloric (HCl) đặc.
- Acid hydrochloric 0,5N: Thêm 41,4mL HCl đặc vào nước, pha loãng tới 1L.

- Dung dịch chuẩn gốc Cu, 1000µg/mL, có thể dùng chuẩn bán sẵn hoặc hoà tan 1,000g Cu kim loại chuẩn trong thể tích tối thiểu của dung dịch HNO₃ (1:1). Pha loãng tới 1L với HCl 0,5N.

- Nước cất đã khử ion.
- Không khí đã nén, lọc.
- Acetylen.

Chú ý đặc biệt: Thực hiện tất cả các phá mẫu acid trong một tủ hút.

2.4. Các bước tiến hành

2.4.1. Lấy mẫu

- Lấy mẫu ở lưu lượng 1 - 3L/phút, tổng thể tích lấy mẫu 50 -1500L.

2.4.2. Điều kiện phân tích

- Kỹ thuật: Quang phổ hấp thụ nguyên tử, ngọn lửa.
- Chất phân tích: Đồng.
- Tro hoá: 6mL HNO₃ đặc, 140°C; 6mL HCl đặc, 400°C .
- Dung dịch cuối: 25mL HCl 0,5N.
- Ngọn lửa: không khí – acetylen, oxy hoá.
- Bước sóng: 324,7nm.
- Hiệu chỉnh đường nền: không yêu cầu.
- Chuẩn: Dung dịch chuẩn Cu²⁺ trong HCl 0,5N.

- Giới hạn: 5 – 125 μ g mỗi mẫu..
- Giới hạn phát hiện ước tính: 0,05 μ g mỗi mẫu..
- Độ chính xác (Šr): 0,03..

2.4.3. Chuẩn bị mẫu thử

- Tách khói /bụi.
 - + Sử dụng kẹp, làm ướt trước màng lọc ester cellulose 47mm, kích thước lỗ 0,3 μ m bằng cách đặt nó trên bề mặt của nước cất, tháo bộ lọc, rút bỏ nước dư và gắn trên các phin lọc.
 - + Chuyển lọc mẫu từ các ngăn đựng màng lọc casset tới bộ lọc, đặt đồng tâm trên đỉnh của màng lọc 47mm có khói tích tụ.
 - + Lọc chân không để các bộ lọc 37mm ướt nhẹ, độ ẩm giữ lại trên bộ lọc 47mm, điều này cũng đảm bảo việc loại bỏ các bong bóng không khí giữa các màng lọc.
 - + Khi thấy các mẫu khói có bóng khí, hút chân không từ 10 đến 15PSIG (69-103kPa), xả chân không để loại bóng khí.
 - + Đặt một màng lọc ester cellulose 47mm, kích thước lỗ lọc 5 micromet trên bề mặt của nước cất để làm ướt, loại bỏ nước dư thừa bằng cách thấm với khăn giấy và đặt nó đồng tâm trên đỉnh của bộ lọc 37mm, ép bề mặt của bộ lọc phía trên đỉnh với một khăn giấy sạch để đảm bảo không có bong bóng không khí giữa các bộ lọc.
 - + Gắn kết các phần trên của đơn vị lọc, thêm 5mL nước cất, và hút chân không để rút nước qua các bộ lọc, lặp lại với 5mL nước một lần nữa; đôn các bộ lọc chứa các hợp chất đồng hòa tan trong một cốc thủy tinh sạch; bắt đầu làm mẫu trắng thuốc thử vào thời điểm này.
 - + Chuyển tất cả các bộ lọc vào một cốc thủy tinh sạch.

Chú ý: Cứ 3 mẫu cần 1 mẫu trắng.

- Thêm 6mL HNO₃ đặc, đậy với một tấm kính và làm nóng trên tấm nóng (140°C) cho đến khi thể tích giảm xuống xấp xỉ 0,5mL, lặp lại hơn 2 lần sử dụng 2mL HNO₃ đặc mỗi lần.
- Thêm 2ml HCl đặc, đậy với một tấm kính, làm nóng trên bếp (400°C) cho đến khi thể tích giảm xuống còn khoảng 0,5mL; lặp lại hai lần, sử dụng 2mL HCl đặc; không được để các dung dịch khô ở bất kỳ thời điểm nào.

- Làm mát dung dịch và thêm 10mL nước cất.
- Chuyển lượng dung dịch vào bình định mức 25mL, pha loãng tới thể tích với nước cất.

2.4.4. Hiệu chuẩn và kiểm soát chất lượng

- Dung dịch chuẩn Cu^{2+} trong HCl 0,5N.
- Chuẩn hàng ngày với ít nhất 6 chuẩn làm việc, thêm các lượng đã biết, bao gồm các giới hạn của mẫu 0 - 125 μ g Cu mỗi mẫu, của dung dịch chuẩn gốc vào bình định mức 25mL và pha loãng tới thể tích với HCl 0,5N.
- Phân tích các chuẩn làm việc cùng với các mẫu trắng và mẫu thử.
- Chuẩn bị đồ thị chuẩn bằng cách vẽ độ hấp thụ so với với nồng độ dung dịch (μ g/mL).
- Hút một chuẩn cho mỗi 10 mẫu thử để kiểm tra độ trôi thiết bị.
- Kiểm tra độ thu hồi phân tích với ít nhất 1 mẫu trắng (có đỉnh nhọn) mỗi 10 mẫu thử.
- Thỉnh thoảng sử dụng phương pháp bổ sung chuẩn để kiểm tra nhiều.

2.4.5. Đo trên máy

- Đặt chế độ máy quang phổ phù hợp với khuyến cáo của nhà sản xuất và các điều kiện trong mục 2.4.2. Điều kiện phân tích.

- Hút chuẩn, mẫu thử và mẫu trắng, ghi độ hấp thụ máy đang đọc.

Chú ý: Nếu giá trị độ hấp thụ của mẫu thử vượt quá khoảng tuyến tính của các dung dịch chuẩn, tiến hành pha loãng dung dịch mẫu thử bằng dung dịch HCl 0,5N, phân tích lại và nhân với độ pha loãng khi tính toán kết quả.

2.5. Tính toán kết quả:

- Sử dụng độ hấp thụ đã đo, tính toán nồng độ tương ứng (μ g/mL) của đồng trong mẫu thử (C_s) và trung bình trong mẫu trắng (C_b), từ đồ thị chuẩn.

- Sử dụng thể tích dung dịch (mL) của mẫu thử (V_s), và mẫu trắng phương tiện (V_b), tính toán nồng độ đồng, C (mg/m^3), trong thể tích mẫu không khí đã lấy, V (L).

$$C = \frac{(C_s \cdot V_s - C_b \cdot V_b)}{V} \quad (mg/m^3)$$

Trong đó:

C: Nồng độ đồng trong không khí (mg/m^3).

C_s : Nồng độ đồng trong mẫu thử ($\mu\text{g}/\text{mL}$).

C_b : Nồng độ đồng trung bình trong mẫu trắng ($\mu\text{g}/\text{mL}$).

V_s : Thể tích dung dịch mẫu thử (mL).

V_b : Thể tích dung dịch mẫu trắng (mL).

V: Thể tích không khí lấy mẫu (L).

Phụ lục 25**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH ETHANOL (CH₃CH₂OH) –
PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ KHÍ**

(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)

1. Nguyên lý

Ethanol trong không khí được hấp phụ vào trong ống than hoạt tính. Sau đó mẫu được giải hấp bằng dung môi thích hợp rồi bơm lên hệ thống sắc ký khí theo một chương trình nhiệt độ lò cột phù hợp. Quá trình rửa giải mẫu phân tích ra khỏi cột tách được phát hiện bằng detector FID, tín hiệu được ghi lại bằng sắc ký đồ. Trên cơ sở độ lớn của diện tích hay chiều cao pic của mẫu thử và chuẩn, thể tích mẫu không khí đã lấy, tính được nồng độ ethanol có trong mẫu khí đem phân tích.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ:**

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 0,01 - 0,2L/phút.

- Đầu lấy mẫu (ống than hoạt tính): Dài 7cm, đường kính ngoài (OD) 6mm, đường kính trong (ID) 4mm, hai đầu hàn kín, có chứa hai phần than hoạt (trước: 100mg; sau: 50mg) ngăn cách bởi một nút xốp urethane 2mm. Một nút bông thủy tinh silylated ở phần đầu và nút xốp urethane 3mm ở phần đầu sau của ống than. Các ống này có bán sẵn.

- Chất làm lạnh, đã đóng túi (Băng xanh, hoặc tương đương).

- Máy sắc ký khí, FID, máy tính và cột sắc ký.

- Lọ 2mL bằng thủy tinh, nắp ép và có lót PTFE.

- Xy lanh 10 μ L chia vạch tới 0,1 μ L.

- Bình định mức 10mL.

2.3. Hóa chất và thuốc thử:

- Dung dịch ngâm rửa: Carbon disulfide tinh khiết phân tích, cấp sắc ký với 2-butanol 1% (tt/tt) và n-undecan 0,2% (tt/tt), ethyl benzen 0,1% (tt/tt), hoặc chuẩn nội thích hợp khác.

- Chất phân tích (chất chuẩn ethanol), tinh khiết phân tích.
- Khí nitơ, tinh khiết.
- Khí hydro, tinh khiết.
- Không khí đã nén, lọc.

Chú ý: Carbon disulfide là chất độc hại và nguy cơ cháy nổ nên mọi thao tác liên quan được làm trong tủ hút.

2.4. Các bước tiến hành

2.4.1. Lấy mẫu

- Bỏ các đầu của ống lấy mẫu ngay trước khi lấy mẫu, cắm vào ống mềm nối với máy lấy mẫu.
- Lấy mẫu ở lưu lượng 0,01 - 0,2L/phút, tổng thể tích lấy mẫu 0,1 - 1L.
- Đậy nắp của ống lấy mẫu với các nút chất dẻo và đóng gói an toàn để vận chuyển.

2.4.2. Điều kiện sắc ký:

- Máy sắc ký khí, FID.
- Nhiệt độ buồng bơm mẫu: 200°C.
- Nhiệt độ detector: 250 - 300°C.
- Nhiệt độ cột: 65 – 70°C.
- Thể tích bơm mẫu: 5µL.
- Lưu lượng khí mang (N₂ hoặc He): 30mL/phút.
- Cột thủy tinh, kích thước 2m x 4mm ID, Carbowax 1500 0,2% trên Carbopack C 60/80 hoặc tương đương.
- Giải hấp: 1mL 2-butanol 1% trong CS₂.

2.4.3. Xây dựng đường chuẩn và kiểm soát chất lượng

- Chuẩn ethanol trong chất rửa giải CS₂ (chuẩn nội tùy chọn).
- Chuẩn hàng ngày với ít nhất sáu nồng độ chuẩn làm việc bao phủ phạm vi của mẫu thử.

a. Thêm một lượng đã biết của chất phân tích (chất chuẩn ethanol) để rửa giải vào bình định mức 10mL và pha loãng tới vạch.

b. Phân tích cùng với mẫu thử và mẫu trắng.

c. Chuẩn bị đồ thị chuẩn (tỉ lệ diện tích pic của chất phân tích với diện tích pic của chuẩn nội với lượng mg chất phân tích).

- Xác định hiệu quả giải hấp (DE) ít nhất một lần cho mỗi lô than hoạt được sử dụng cho lấy mẫu trong giới hạn chuẩn. Cứ 5 nồng độ, chuẩn bị ba ống và ba mẫu trắng.

a. Chuyển và tháo bỏ phần hấp phụ phía sau của ống lấy mẫu trắng.

b. Tiêm một lượng đã biết của chất phân tích trực tiếp lên phần chất hấp thụ phía trước với một Xy lanh microlit.

c. Đậy mũ ống, để yên qua đêm.

d. Giải hấp và phân tích song song với chuẩn làm việc.

e. Chuẩn bị đồ thị của DE (hiệu quả giải hấp) với mg chất phân tích đã thu hồi.

- Phân tích 3 mẫu mù spikes kiểm soát chất lượng và 3 mẫu phân tích spikes để đảm bảo rằng đồ thị chuẩn và đồ thị hiệu quả giải hấp ở trong kiểm soát.

2.4.4. Phân tích mẫu

- Chuyển phần chất hấp phụ ở phần trước và phần sau trong ống than hoạt tính dùng để lấy mẫu vào lọ riêng biệt. Bỏ nút len thủy tinh và nút xốp.

- Thêm 1mL chất rửa giải (carbon disulfide) vào mỗi lọ. Gắn nắp kẹp tới mỗi lọ.

- Để yên 30 phút với thỉnh thoảng lắc khuấy trộn. Sau đó bơm mẫu trên GC/FID.

- Đặt chế độ máy sắc ký khí như mục 2.4.2. *Điều kiện sắc ký*. Tiêm mẫu chất lỏng bằng tay sử dụng kỹ thuật đẩy dung môi hoặc bằng tiêm mẫu tự động.

Chú ý: Nếu diện tích pic vượt trên giới hạn tuyến tính của các chuẩn làm việc, pha loãng với chất rửa giải CS₂, phân tích lại và áp dụng hệ số pha loãng trong tính toán.

- Đo diện tích pic. Chia diện tích pic của chất phân tích với diện tích pic của chuẩn nội trên cùng một sắc ký đồ.

2.5. Tính toán kết quả

- Xác định khối lượng, mg (đã hiệu chỉnh xác định hiệu quả giải hấp) của ethanol đã tìm được trong phần hấp phụ phía trước ống mẫu (W_t) và phía sau ống mẫu (W_b) và trung bình phần hấp phụ mẫu trắng phương tiện phía trước ống (B_t) và phía sau ống (B_b).

Ghi chú: Nếu $W_b > W_t/10$, thông báo rằng có sự quá tải ống lấy mẫu và có thể mất mẫu.

Tính nồng độ, C, của ethanol trong thể tích không khí đã lấy mẫu, V (L):

$$C = \frac{(W_t + W_b - B_t - B_b) \cdot 103}{V}, \text{ (mg/m}^3\text{)}$$

Trong đó:

C: Nồng độ ethanol trong không khí (mg/m³).

W_t : Khối lượng của ethanol trong phần hấp phụ phía trước ống mẫu (µg).

W_b : Khối lượng của ethanol trong phần hấp phụ phía sau ống mẫu (µg).

B_t : Khối lượng trung bình của ethanol trong phần hấp phụ mẫu trắng phía trước ống (µg).

B_b : Khối lượng trung bình của ethanol trong phần hấp phụ mẫu trắng phía sau ống (µg).

V: Thể tích không khí lấy mẫu (L).

Phụ lục 26**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH FLUORIDE (F⁻) –
PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ ION**

*(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)*

1. Nguyên lý

Lấy mẫu fluoride (F⁻) trong không khí bằng dung dịch hấp thụ NaOH 0,1N. Sau đó xử lý để được dung dịch có nồng độ ion F⁻ thích hợp. Tiêm dung dịch mẫu thử và mẫu chuẩn vào hệ thống sắc ký ion, với detector độ dẫn, thực hiện quá trình sắc ký trên cột trao đổi ion thu được sắc ký đồ với các giá trị chiều cao hoặc diện tích pic của mẫu thử và mẫu chuẩn. Dựa vào chiều cao pic hoặc diện tích pic đo được của mẫu thử, các mẫu chuẩn, các mẫu trắng, thể tích không khí của mẫu thử, tính được nồng độ fluoride (F⁻) trong thể tích mẫu không khí đã lấy.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ:**

- Đầu lấy mẫu: Ống hấp thụ chứa 15mL dung dịch NaOH 0,1N.
- Máy lấy mẫu, lưu lượng 1 - 2L/phút.
- Máy sắc ký ion, với tiền cột (50mm x 4,0mm), cột trao đổi ion (200mm x 4,0mm), cột ức chế (4mm) và detector độ dẫn và đã nối tới đơn vị xử lý dữ liệu.
- Bể siêu âm.
- Lọ chất dẻo tro hoá học 10mL, với nắp xoáy.
- Bình định mức 25 tới 1000mL.
- Pipet 50 -10000µl.
- Cốc 25 – 100mL.
- Máy lọc với phễu lọc.
- Đầu lọc dùng một lần, cellulosic, cỡ lỗ 0,45µm.
- Cartridge nhựa acid sulfonic nền styren.

- Hệ thống cấp nước tinh khiết, để chuẩn bị nước khử ion điện trở suất lớn hơn hoặc tương đương 18MΩ-cm.
- Chai polyethylen 100mL.
- Xy lạnh chất dẻo 5mL và/hoặc 10mL.
- Hộp đầu lọc xy lạnh, với màng lọc polytetrafluoroethylen (PTFE) cỡ lỗ lọc 0,8μm.
- Xy lạnh 50μL với kim tiêm 60mm x 0,6mm.
- Các lọ của module tiêm mẫu tự động polypropylen, dung tích 0,75mL

2.3. Hoá chất, thuốc thử:

- Nước khử ion (DI), điện trở suất $\geq 18 \text{ M}\Omega\text{-cm}$.
- NaOH 0,1N.
- Natri carbonat (Na_2CO_3), khan, tinh khiết phân tích.
- Natri hydrocarbonat (NaHCO_3), cấp độ phân tích ACS.
- Dung dịch chuẩn fluoride (F^-), 1000mg/L.
- Dung dịch chuẩn gốc, 100mg/L (như anion). Đặt một phần 10mL dung dịch chuẩn fluorid vào bình định mức 100mL, pha loãng đến vạch với nước khử ion và trộn đều. Dung dịch ổn định ít nhất 4 tuần ở nhiệt độ phòng.

Chú ý: Acid, HF là chất ăn mòn với da, mắt và màng nhày. HF phá huỷ dụng cụ thủy tinh nên dùng dụng cụ phòng thí nghiệm bằng chất dẻo. Mang găng tay, áo choàng phòng thí nghiệm và kính an toàn trong khi xử lý. Bắt buộc acid cho thêm vào nước (không thêm nước vào acid) để tránh phản ứng tỏa nhiệt dữ dội.

2.4. Các bước tiến hành:

2.4.1. Lấy mẫu, bảo quản và vận chuyển mẫu

- Lấy mẫu ở lưu lượng 1 - 2L/phút, tổng thể tích lấy mẫu 15 - 1000L.
- Giữ lạnh tất cả các mẫu thử nếu bảo quản qua đêm (hoặc lâu hơn) trước khi vận chuyển đến phòng thí nghiệm.
- Phân tích mẫu trong vòng 2 tuần sau lấy mẫu. Các mẫu có thể được bảo quản ở nhiệt độ phòng trong một tuần; để lưu trữ lâu hơn, giữ lạnh mẫu (4 - 8°C).

2.4.2. Điều kiện phân tích

- Kỹ thuật: Sắc ký ion (IC), với detector độ dẫn.
- Chất phân tích: Ion fluorid (F^-).
- Chiết xuất: Dung dịch nước natri carbonat/ natri hydrocarbonat.
- Thể tích tiêm: 50 μ L.
- Rửa giải: Na_2CO_3 8 mM / $NaHCO_3$ 1mM, tốc độ dòng 1,0mL/phút.
- Cột: Tiền cột, cột trao đổi ion và cột ức chế.
- Giới hạn chuẩn: F^- ; 0,4 – 8,0mg/L.
- Giới hạn phát hiện ước tính: 0,1mg/L/0,009 mg/m³ (thể tích không khí 120L, như F^-).
- Độ chính xác (Šr): Fluoride, 0033; HF, 0,056.

2.4.3. Chuẩn bị mẫu thử

- Chuyển các bình mẫu từ nơi bảo quản và mang tới nhiệt độ phòng.
- Lắc siêu âm các mẫu trong bể lắc siêu âm ít nhất 15 phút và cho phép tới nguội ít nhất 30 phút.
- Sử dụng xy lanh 5 hoặc 10mL, lọc từng dịch chiết mẫu thử qua màng lọc PTFE và cartridge nhựa acid sulfonic nền styren (theo hướng dẫn của nhà sản xuất), bỏ 2mL đầu tiên và chuyển dung dịch còn lại vào trong bình chất dẻo sạch.

2.4.4. Chuẩn hoá và kiểm soát chất lượng

- Pha loãng dung dịch chuẩn gốc trong dung dịch rửa giải, chuẩn bị các dung dịch chuẩn làm việc chuẩn hoá bao phủ phạm vi khoảng 0,4 đến 8 μ L của fluorid. Bảo quản các chuẩn làm việc trong chai polyethylen đã đậy kín. Chuẩn bị các chuẩn làm việc mới 2 tuần một lần.
- Hiệu chuẩn sắc ký ion ít nhất 6 chuẩn làm việc chuẩn hoá bao phủ phạm vi (ít nhất) 0,4 đến 8 μ L của fluoride mỗi mẫu bằng sự chuẩn bị đồ thị chuẩn của chiều cao pic anion (mm hoặc μ S) so với nồng độ (μ g/mL).
- Phân tích các chuẩn làm việc cùng với mẫu thử, mẫu trắng thuốc thử và mẫu trắng hiện trường ở tần suất ít nhất 1 lần cho mỗi 20 mẫu thử (tối thiểu 3 mẫu trắng của mỗi mẫu thử). Bộ lọc cellulose nitrat giải thích sự thay đổi các giá trị mẫu trắng phụ thuộc theo lô, do đó hiệu chỉnh mẫu trắng là cần thiết.

2.4.5. Đo trên máy

- Đặt chế độ máy sắc ký ion với tốc độ dòng rửa giải đã khuyến cáo (ví dụ: 1,0mL/phút hoặc áp suất 13MPa), và các điều kiện khác như đã được xác định bởi nhà sản xuất thiết bị.

- Tiêm một dung dịch mẫu thử (ví dụ 50µL) vào máy sắc ký và đo chiều cao pic của fluoride. Nếu chiều cao pic vượt quá giới hạn đường chuẩn tuyến tính, pha loãng với dung dịch rửa giải, phân tích lại và áp dụng hệ số pha loãng phù hợp trong tính toán.

2.5. Tính toán kết quả:

- Tính nồng độ khối lượng của fluoride (F⁻), C (mg/m³), trong thể tích không khí đã lấy mẫu, V(L)

$$C = \left\{ \frac{(C_1 \cdot V_1 \cdot F_d) - (C_o \cdot V_o)}{V \cdot \eta} \right\} \cdot F_c$$

Trong đó:

- C: Nồng độ fluoride (F⁻) trong không khí (mg/m³).
- C: Nồng độ trung bình của fluoride dung dịch kiểm tra mẫu trắng hiện trường (µg/mL).
- C₁: Nồng độ của fluorid dung dịch kiểm tra mẫu thử (µg/mL).
- V: Thể tích của mẫu không khí (L).
- V_o: Thể tích của dung dịch kiểm tra mẫu trắng hiện trường (mL).
- V₁: Thể tích của dung dịch kiểm tra mẫu thử (mL).
- F_d: Hệ số pha loãng cho mỗi dung dịch mẫu thử kiểm tra.
- F_c = 1,053: Hệ số chuyển đổi để chuyển từ fluoride sang nồng độ HF (nếu có).
- η: độ phục hồi.

Độ phục hồi của HF do tác dụng của độ ẩm tương đối (RH) lớn hơn 60 % có thể được tính như sau:

$$\eta = \frac{[226,5 - (2,0914 \cdot RH)]}{100}$$

Phụ lục 27**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH FORMALDEHYDE (HCHO) –
PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ LỎNG HIỆU NĂNG CAO**

*(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)*

1. Nguyên lý

Formaldehyde trong không khí được hấp phụ vào vật liệu chuyên dụng hoặc ống than hoạt tính. Sau đó mẫu được giải hấp bằng dung môi thích hợp rồi bơm lên hệ thống sắc ký lỏng hiệu năng cao theo một điều kiện sắc ký phù hợp. Quá trình rửa giải mẫu phân tích ra khỏi cột tách được phát hiện bằng detector DAD, tín hiệu được ghi lại bằng sắc ký đồ. Trên cơ sở độ lớn của diện tích hay chiều cao pic của mẫu thử và chuẩn, thể tích mẫu không khí đã lấy, tính được nồng độ formaldehyde có trong mẫu khí đem phân tích.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ:**

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 0,01 - 0,2L/phút.

- Đầu lấy mẫu (ống than hoạt tính): Dài 7cm, đường kính ngoài (OD) 6mm, đường kính trong (ID) 4mm, hai đầu hàn kín, có chứa hai phần than hoạt (trước: 100mg; sau: 50mg) ngăn cách bởi một nút xốp urethane 2mm. Một nút bông thủy tinh silylated ở phần đầu và nút xốp urethane 3mm ở phần đầu sau của ống than. Các ống này có bán sẵn.

- Bình định mức 10mL, 100mL.

- Pipet 1mL, 5mL, 10mL.

- Xy lanh 10 μ L và 25 μ L.

- Ống đong 1L.

- Lọ 2mL.

- Cân phân tích, độ chính xác 0,1mg.

- Máy sắc ký lỏng hiệu năng cao, detector DAD.

2.3. Hóa chất và thuốc thử:

- Acetonitril (CH_3CN), tinh khiết phân tích.
- NaOH, tinh khiết phân tích.
- CH_3COONa , tinh khiết phân tích.
- CH_3COOH , tinh khiết phân tích.
- DNPH, tinh khiết phân tích.
- Dung dịch chuẩn formaldehyde gốc: Hoà tan 100mg của chuẩn formaldehyde trong acetonitril, định mức đến 100mL để thành 1000mg/L.
- Dung dịch chuẩn formaldehyde nồng độ trung gian: Pha loãng 1mL dung dịch chuẩn formaldehyde gốc thành 100mL bằng acetonitril để thành 10mg/L, bảo quản trong tủ lạnh. Từ dung dịch này pha loãng thành các dung dịch có nồng độ thấp để lập đường chuẩn. Chuẩn bị dãy dung dịch chuẩn trước khi phân tích có các nồng độ 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0 $\mu\text{g/L}$.

2.4. Các bước tiến hành

2.4.1. Lấy mẫu

- Bỏ các đầu của ống lấy mẫu ngay trước khi lấy mẫu, cắm vào ống mềm và nối với máy lấy mẫu.
- Lấy mẫu ở lưu lượng 0,03 – 1,5L/phút, tổng thể tích lấy mẫu 1 – 15L.
- Đậy nắp của ống lấy mẫu với các nút chất dẻo (không dùng cao su) và đóng gói để vận chuyển.

2.4.2. Điều kiện sắc ký

- Nhiệt độ cột tách: 25°C.
- Thể tích bơm mẫu: 10L.
- Pha động: Acetonitril / nước khử ion (60/40).
- Lưu lượng: 1mL/phút.
- Bước sóng: 360nm.

2.4.3. Xây dựng đường chuẩn

Dựng đường chuẩn formaldehyde cần phân tích bằng cách bơm dãy dung dịch chuẩn formaldehyde nồng độ trung gian đã chuẩn bị lên máy HPLC với các thông số kỹ thuật (2.4.2).

Dựa vào nồng độ chuẩn và diện tích pic (hoặc chiều cao pic) của chuẩn formaldehyde, xác định được phương trình hồi quy $y = ax + b$ và hệ số tương quan r (giữa nồng độ chuẩn và diện tích pic chuẩn).

2.4.4. Phân tích mẫu

Chuyển phần than hoạt trong ống lấy mẫu vào bình nón. Thêm 10mL acetonitril và 6mL DNPH và 4mL đệm acetat (pH = 5). Trộn đều hỗn hợp trên, lọc qua cartridge lọc 0,45 μ m trước khi bơm mẫu trên HPLC.

2.5. Tính toán kết quả

Nồng độ formaldehyde trong không khí được tính theo công thức:

$$X = \frac{X_o \cdot V_E \cdot P}{V} \quad (\text{mg/m}^3)$$

Trong đó:

- X: Nồng độ formaldehyde trong không khí (mg/m³).
- X_o: Nồng độ formaldehyde trong mẫu thử được xác định theo đường chuẩn (μ g/L).
- V_E: Thể tích phần mẫu thử thu được (dung dịch giải hấp) (L).
- V: Thể tích không khí đã lấy mẫu (L).
- P: Nồng độ của chất chuẩn (%).

Phụ lục 28

**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH N-HEXAN ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{CH}_3$) -
PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ KHÍ**

*(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)*

1. Nguyên lý

N-hexan trong không khí được hấp phụ vào trong ống than hoạt tính. Sau đó mẫu được giải hấp bằng dung môi thích hợp rồi bơm lên hệ thống sắc ký khí theo một chương trình nhiệt độ lò cột phù hợp. Quá trình rửa giải mẫu phân tích ra khỏi cột tách được phát hiện bằng detector FID, tín hiệu được ghi lại bằng sắc ký đồ. Trên cơ sở độ lớn của diện tích hay chiều cao pic của mẫu thử và chuẩn, thể tích mẫu không khí đã lấy, tính được nồng độ n-hexan có trong mẫu khí phân tích.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ:**

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 0,01 - 0,2L/phút.

- Đầu lấy mẫu (ống than hoạt tính): Dài 7cm, đường kính ngoài (OD) 6mm, đường kính trong (ID) 4mm, hai đầu hàn kín, có chứa hai phần than hoạt (trước: 100mg; sau: 50mg) ngăn cách bởi một nút xốp urethane 2mm. Một nút bông thủy tinh silylated ở phần đầu và nút xốp urethane 3mm ở phần đầu sau của ống than. Các ống này có bán sẵn.

- Bình định mức 10mL, 100mL.

- Pipet 1mL, 5mL, 10mL.

- Xy lanh 10 μ L và 25 μ L.

- Ống đong 1L.

- Lọ thủy tinh 2mL.

- Cân phân tích, độ chính xác 0,1mg.

- Máy sắc ký khí, detector FID, cột sắc ký.

2.3. Hóa chất và thuốc thử:

- Carbon disulfide (CS₂), tinh khiết phân tích.
- Khí nitơ, cấp độ tinh khiết.
- Khí hydro, cấp độ tinh khiết.
- Khí heli, cấp độ tinh khiết.
- Dung dịch chuẩn n-hexan gốc: Hoà tan 100mg của chuẩn gốc n-hexan trong cacbon disulfide, định mức đến 100mL: 1000mg/L.
- Dung dịch chuẩn n-hexan nồng độ trung gian: Pha loãng 1mL dung dịch chuẩn n-hexan gốc thành 100mL bằng carbon disulfide: 10mg/L, bảo quản trong tủ lạnh. Từ dung dịch này pha loãng thành các dung dịch có nồng độ thấp để lập đường chuẩn. Chuẩn bị dãy dung dịch chuẩn trước khi phân tích có các nồng độ 10; 20; 50; 100; 150; 200µg/L.

2.4. Các bước tiến hành

2.4.1. Lấy mẫu

- Bẻ gãy hai đầu ống than hoạt ngay trước khi lấy mẫu, cắm ống than theo chiều mũi tên vào ống mềm và nối với máy lấy mẫu và bật máy.
- Lưu lượng lấy mẫu 0,1 – 1L/phút, tổng thể tích lấy mẫu tối thiểu 10L.

2.4.2. Điều kiện sắc ký

- Nhiệt độ buồng bơm mẫu: 250°C.
- Thể tích bơm mẫu: 5µL.
- Nhiệt độ cột tách: Nhiệt độ ban đầu 35°C giữ trong 8 phút, sau đó tăng dần với tốc độ tăng 7,5°C lên 230°C và giữ trong 1 phút.
- Lưu lượng khí mang (He): 1mL/phút.
- Nhiệt độ detector: 300°C.

2.4.3. Xây dựng đường chuẩn

Dựng đường chuẩn n-hexan cần phân tích bằng cách bơm dãy dung dịch chuẩn n-hexan nồng độ trung gian đã chuẩn bị lên máy GC/FID với các thông số kỹ thuật (2.4.2).

Dựa vào nồng độ chuẩn và diện tích pic (hoặc chiều cao pic) của chuẩn n-hexan, xác định được phương trình hồi quy $y = ax + b$ và hệ số tương quan r (giữa nồng độ chuẩn và diện tích pic chuẩn).

2.4.4. Phân tích mẫu

Chuyển phần than hoạt tính trong ống than hoạt tính dùng để lấy mẫu vào lọ thủy tinh 2mL. Thêm 1mL (V_E) carbon disulfide vào lọ thủy tinh. Để giải hấp ít nhất 30 phút. Sau đó bơm mẫu trên GC/FID.

2.5. Tính toán kết quả

Nồng độ n-hexan trong không khí được tính theo công thức:

$$X = X_o \cdot V_E / m \cdot P$$

Trong đó:

- X: Nồng độ n-hexan trong không khí (mg/m^3).
- X_o : Nồng độ n-hexan được xác định theo đường chuẩn ($\mu\text{g}/\text{L}$).
- V_E : Thể tích phân mẫu thử thu được (dung dịch giải hấp) (L).
- m: Thể tích không khí đã lấy (L).
- P: Độ tinh khiết của chất chuẩn (%).

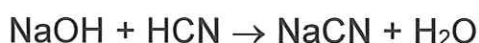
Phụ lục 29

**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH HYDRO CYANIDE (HCN) -
PHƯƠNG PHÁP SO MÀU**

(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)

1. Nguyên lý

Hydro cyanide và các cyanide tác dụng với natri tetrathionat trong môi trường kiềm tạo thành natri sulfocyanide:



Natri sulfocyanide tác dụng với sắt III chloride tạo thành sắt III sulfocyanide màu đỏ:



Áp dụng phương pháp so màu.

Phương pháp không đặc hiệu, các chất gây trở ngại: acid acetic, acid sulfurous (H_2SO_3), sulfit (SO_3^{-2})...

Độ nhạy của phương pháp: + 0,002mg trong dung dịch phân tích;
+ 0,020mg/m³ không khí.

2. Phương pháp

2.1. Loại mẫu: Khí.

2.2. Thiết bị, dụng cụ:

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 0,5-1L/phút.
- Ống hấp thụ, ống nghiệm so màu.
- Pipet 1mL, 2mL, 5mL.
- Ống hình trụ 50mL.
- Quang kế chỉnh sóng ở mức 400 -700nm.
- Ống nghiệm có đường kính 16 mm, cao 180mm.

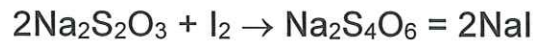
2.3. Hóa chất và thuốc thử:

- Dung dịch tiêu chuẩn: Cân đúng 0,2409g kali cyanide tinh khiết cho vào ống 1000ml. Thêm nước cất vừa đủ 1000mL. Lắc cho tan. 1mL dung dịch này tương đương với 0,1mg HCN.

Cần chuẩn độ lại dung dịch bằng dung dịch bạc nitrat 0,1N. 1mL dung dịch bạc nitrat 0,1N tương đương với 5,5mg hydro cyanide hoặc 13mg kali cyanide hoặc 9,8mg natri cyanide.

Dung dịch natri hydroxide 0,1N.

Dung dịch natri tetrathionat ($\text{Na}_2\text{S}_4\text{O}_6$) 1%. Có thể điều chế natri tetrathionat từ natri hyposulfit ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$), cho tác dụng với iod theo phản ứng:



- Cân 50g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ và 30g iod cho vào cối tán nhỏ thêm ít nước và khuấy đều thành một chất lỏng sệt. Thêm từ 30 - 50mL cồn 90°, khuấy và để cho natri tetrathionat lắng xuống. Lọc và sấy khô được chất tinh thể màu bơ nhạt, pha dung dịch 1% trong nước.

- Dung dịch amoni hydroxide 10%.

- Dung dịch acid nitric 2/3 trong nước (2 phần acid nitric $d = 1,42$ và 3 phần nước).

- Dung dịch sắt III chloride 10%.

2.4. Các bước tiến hành

2.4.1. Lấy mẫu

Cho vào ống hấp thụ 5mL dung dịch natri hydroxide 0,1N, lấy mẫu với lưu lượng 0,5 - 1L/phút. Thể tích không khí lấy mẫu 50 - 100L.

2.4.2. Phân tích mẫu

Sau khi lấy mẫu, lấy ra 4mL để phân tích. Đánh số, cho các thuốc thử và làm như thang mẫu.

Pha thang mẫu:

Lấy 10 ống so màu, đánh số từ 0 - 9 và cho các dung dịch theo bảng dưới đây.

Sau khi cho các dung dịch, lắc đều. Đun cách thủy ở 50 – 55°C trong 5 phút.

Để nguội, cho thêm vào mỗi ống (cả ống phân tích) acid nitric 2/3: 1 mL; sắt III chloride 10%: 0,2mL. Lắc đều, sau 10 phút so màu.

Số ống	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Dung dịch tiêu chuẩn 1mL= 0,1mg HCN	0	0,02	0,05	0,10	0,15	0,20	0,25	0,30	0,35	0,40
Dung dịch NaOH 0,1N	4	3,98	3,95	3,90	3,85	3,80	3,75	3,70	3,65	3,60
Dung dịch natri tetrathionat 1%	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Dung dịch NH ₄ OH 10%	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Hàm lượng HCN (mg)	0	0,002	0,005	0,010	0,015	0,020	0,025	0,030	0,035	0,040

2.5. Tính toán kết quả

Nồng độ HCN trong không khí được tính theo công thức sau:

$$C = \frac{a \cdot b}{v \cdot V_0}$$

Trong đó:

- C: Nồng độ HCN trong không khí (mg/L).
- a: Hàm lượng HCN trong ống thang mẫu (mg).
- b: Tổng thể tích dung dịch hấp thụ (mL).
- v: Thể tích dung dịch hấp thụ lấy ra phân tích (mL).
- V₀: Thể tích không khí lấy mẫu quy về điều kiện tiêu chuẩn (L).

Độ nhạy phương pháp: Với 0,002mg HCN trong ống mẫu.



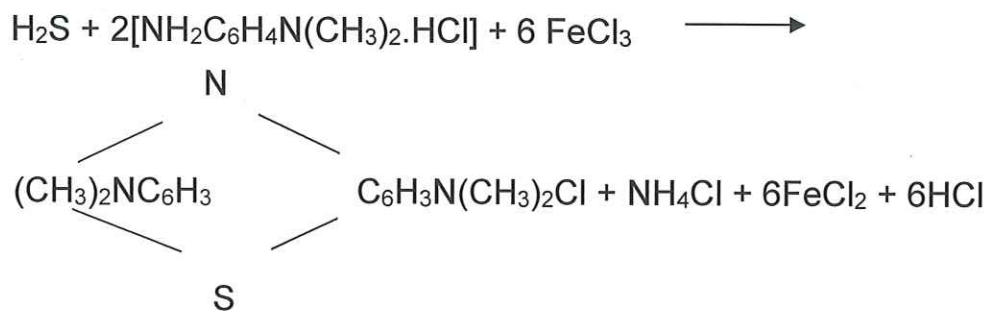
Phụ lục 30

KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH HYDRO SULFIDE (H₂S) – PHƯƠNG PHÁP SO MÀU

(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)

1. Nguyên lý

Hơi H₂S được hấp thụ vào dung dịch cadmi sulfat, cho tác dụng với dung dịch p-amino dimethyl anilin với sự có mặt của FeCl₃ trong môi trường acid cho màu xanh methylen.



(Màu xanh methylen)

Theo cường độ màu, ta có thể định lượng H₂S có mặt trong không khí bằng phương pháp so màu.

Độ nhạy của phương pháp là 0,25µg.

2. Phương pháp xác định

2.1. Loại mẫu: Khí.

2.2. Thiết bị, dụng cụ:

- Buret, pipet, ống nghiệm.
- Ống hấp thụ Gelman.
- Chai đựng dung dịch.
- Máy lấy mẫu không khí.

2.3. Hoá chất, thuốc thử:

- Dung dịch acid sulfuric (H₂SO₄) 0,5N.
- Dung dịch acid hydrochloric (HCl) 6N.
- Dung dịch iod 0,1N.

- Dung dịch natri thiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 0,1N.
- Dung dịch hấp thụ: Cân 2,5g cadmi sulfat (CdSO_4) pha vào 500mL dung dịch acid sulfuric 0,5N.

- Dung dịch H_2S tiêu chuẩn:

Lấy vài giọt $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ (amoni sulfide) cho vào bình định mức 100mL, cho nước cất đến vạch.

Lấy 5mL dung dịch amoni sulfide vừa pha cho vào bình nón, thêm 20mL dung dịch iod 0,1N và 2mL acid hydrochloric 6N, để yên trong tối 5 phút. Dùng natri thiosulfat 0,1N chuẩn độ. Ta được số liệu n.

Tiến hành mẫu trắng: Lấy 5mL dung dịch hấp thụ cho vào bình nón, thêm 20mL dung dịch iod 0,1N và 2mL acid hydrochloric 6N, để yên trong tối 5 phút. Dùng natri thiosulfat 0,1N chuẩn độ với chỉ thị là hồ tinh bột. Ta được số liệu N.

Tính lượng H_2S :

$$\text{mg H}_2\text{S trong 1 mL dung dịch} = \frac{(N - n) \cdot m}{V}$$

Trong đó:

- N: Số mL $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1N chuẩn độ mẫu trắng.
- n: Số mL $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1N chuẩn độ mẫu có $(\text{NH}_4)_2\text{S}$.
- m: Số mg của H_2S tương ứng với 1mL iod 0,1N ($m = 1,7$).
- V: Số mL dung dịch $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ đem chuẩn độ. Từ dung dịch $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ trên, sau khi đã biết lượng tương ứng H_2S , pha bằng dung dịch hấp thụ để có 1mL với 0,010mg H_2S .

Dung dịch FeCl_3 1%: Cân 1g FeCl_3 khan pha vào trong 100 mL nước cất. Để tránh thủy phân, người ta phải thêm một ít acid hydrochloric ($d = 1,19$).

Dung dịch p-amino dimethyl anilin:

Dung dịch methyl da cam 0,5%: Cân 0,5g methyl da cam cho vào bình định mức dung tích 100mL, thêm nước cất đến vạch. Đặt vào nồi cách thủy 50 – 60°C cho tan hết.

Dung dịch p-amino dimethyl anilin: lấy bình nón dung tích 50mL cho

vào 10mL dung dịch methyl da cam 0,5% và 20mL dung dịch acid hydrochloric (d = 1,19). Lắc đều, cho tiếp vào 5g bột kẽm. Hơ bình nón trên ngọn lửa. Hơi hydrogen thoát ra và dung dịch trắng dần. Khi còn lại kẽm chưa tan hết, thêm vào một ít acid hydrochloric đã pha loãng 1:3. Quá trình khử kéo dài 15 đến 30 phút. Dung dịch đem lọc qua bông thủy tinh, cho vào dịch lọc trên 10mL HCl (d = 1,19) và 5,3mL dung dịch FeCl₃. Dung dịch trở nên màu vàng. Bảo quản chỗ tối và lạnh. Dùng trong 3 tháng.

2.4. Lấy mẫu, bảo quản và vận chuyển mẫu:

a. Lấy mẫu:

Đổ 6mL dung dịch hấp thụ vào ống hấp thụ Gelman, lắp vào máy lấy mẫu, bật máy với lưu lượng 0,5L/phút. Tổng thể tích lấy mẫu 15 – 20L.

- Vận chuyển mẫu:

Vận chuyển mẫu bằng các phương tiện phù hợp, mẫu phải được đặt trong các thùng cứng bằng chất dẻo hoặc kim loại được chèn lót cẩn thận, tránh đổ vỡ.

- Bảo quản:

Bảo quản nơi mát, tránh đổ vỡ. Nếu chưa phân tích ngay được thì nên bảo quản mẫu trong ngăn mát tủ lạnh (4 - 8°C).

2.5. Các bước tiến hành:

- Pha thang mẫu chuẩn:

Thang mẫu: Chuẩn bị 7 ống nghiệm cùng cỡ, pha theo bảng sau:

Số ống	0	1	2	3	4	5	6
Dung dịch (mL)							
Dung dịch tiêu chuẩn 1mL = 0,01mg H ₂ S	0	0,025	0,05	0,10	0,20	0,40	0,60
Dung dịch hấp thụ	3	2,975	2,95	2,9	2,8	2,6	2,4
Dung dịch p-amino dimethyl anilin	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Hàm lượng H ₂ S (mg)	0	0,00025	0,0005	0,001	0,002	0,004	0,006

- Phân tích mẫu thử:

Lấy 3mL dung dịch đã hấp thụ, thêm vào 0,5mL dung dịch p-amino dimethyl anilin. Lắc đều. Sau 10 phút so màu với thang mẫu chuẩn hoặc đo trên máy quang kế (UV - VIS) ở bước sóng 660nm.

2.6. Tính kết quả:

Nồng độ hydro sulfide trong không khí được tính theo công thức:

$$C = \frac{a \cdot b}{v \cdot V_0}$$

Trong đó:

- C: Nồng độ hydro sulfide trong không khí (mg/L).
- a: Lượng H₂S ứng với thang mẫu hoặc đồ thị mẫu chuẩn (mg).
- b: Dung dịch hấp thụ đem dùng (mL).
- v: Thể tích dung dịch hấp thụ lấy ra phân tích (mL).
- V₀: Thể tích không khí lấy mẫu quy về điều kiện tiêu chuẩn (L).

Phụ lục 31**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH KẼM OXIDE (ZnO) -
PHƯƠNG PHÁP NHIỄU XẠ TIA X**

*(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)*

1. Nguyên lý

Lấy mẫu kẽm oxide trong không khí màng lọc polyvinyl chlorid (PVC) hoặc PVC-acrylonitril. Sau đó phân tích mẫu trực tiếp trên màng lọc sắp đặt trên giá giữ mẫu XRD, trên máy nhiễu xạ bột tia X, trang bị với ống tia X đích đồng và detector nhấp nháy. Quét bước chậm, $0,02^\circ/10$ giây. Cường độ tích hợp với trừ nền. Song song đo mẫu chuẩn và mẫu trắng. Dựa vào cường độ bình thường (nhiều xạ) đo được của mẫu thử, các mẫu chuẩn, các mẫu trắng, thể tích không khí của mẫu thử, tính được nồng độ kẽm oxide trong thể tích không khí đã lấy mẫu.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ:**

- Bộ lấy mẫu: Màng lọc polyvinyl chloride (PVC) hoặc PVC-acrylonitril, đường kính 25mm, cỡ lỗ $0,8\mu\text{m}$, casset lọc 3 mảnh.
- Máy lấy mẫu, lưu lượng 1 - 3L/phút.
- Máy nhiễu xạ bột tia X trang bị với ống tia X đích đồng và detector nhấp nháy.
- Mẫu đối chiếu (mica, đá Arkansas hoặc chuẩn ổn định khác) để chuẩn hóa dữ liệu.
- Máy lọc và bình chân không nhánh bên với giá giữ màng lọc 25mm.
- Cân phân tích độ chính xác 0,01mg.
- Máy khuấy từ; bể lắc hoặc đầu siêu âm; pipet và bình định mức; bình hút ẩm; chai thuốc thử với nút thủy tinh mặt bằng; tủ sấy; chai rửa polyethylen.

2.3. Hoá chất, thuốc thử:

- Kẽm oxide (ZnO), cấp thuốc thử ACS. Cỡ hạt trung bình giữa 0,5µm và 10µm.
- 2-Propanol [(CH₃)₂CHOH].
- Chất hút ẩm.
- Keo dán hoặc băng dính để đảm bảo bộ lọc với giá giữ XDR.

2.4. Các bước tiến hành:**2.4.1. Lấy mẫu**

- Lấy mẫu mặt mở ở 1 - 3L/phút, tổng thể tích lấy mẫu 10 - 400L. Không vượt 2mg bụi trên màng lọc.

2.4.2. Điều kiện phân tích

- Kỹ thuật: Nhiễu xạ bột tia X.
- Chất phân tích: Kẽm oxide tinh thể, phân tích trực tiếp trên màng lọc.
- XRD: Ống tia X đích đồng. Tối ưu hoá cường độ, khe 1°, Graphit đơn sắc, detector nhấp nháy. Quét bước chậm, 0,02°/10 giây. Cường độ tích hợp với trừ nền.
- Chuẩn hoá: Dịch treo ZnO 2-propanol.
- Giới hạn: 50 – 2000mg mỗi mẫu.
- Giới hạn phát hiện ước tính: 5g mỗi mẫu.
- Độ chính xác (Šr): 0,06 - 0,15 với 1mg/m³; 0,05 cho lớn hơn 2mg/m³.

2.4.3. Chuẩn bị mẫu thử

- Sắp đặt mẫu hiện trường và mẫu trắng trên giá giữ mẫu XRD sử dụng phương pháp thích hợp để đảm bảo mẫu tới giá giữ XRD.

2.4.4. Hiệu chuẩn và kiểm soát chất lượng

- Chuẩn bị 2 dịch treo của ZnO trong 2-propanol bằng việc cân 10mg và 50 mg bột khô tới gần nhất (chính xác) 0,01mg. Chuyển lượng tới một chai thủy tinh có nút đậy sử dụng 1L 2-propanol.
- Treo bột trong 2-propanol bằng cách sử dụng một đầu siêu âm hoặc bể lắc siêu âm trong 20 phút. Ngay lập tức chuyển bình tới một máy khuấy từ

với đầu cách nhiệt và thêm một que khuấy vào dịch treo. Làm nguội dung dịch đến nhiệt độ phòng trước khi rút dịch lỏng.

- Chuẩn bị một loạt các màng lọc chuẩn sử dụng dịch treo 10 và 50mg/L. Sử dụng các pipet thích hợp, chuẩn bị một số lượng đủ của chuẩn trong ba lần để phủ phạm vi phân tích (hoặc phạm vi mẫu nếu biết). Các chuẩn ở mức 20, 30, 50, 100, 200 và 500 μ g.

- Đặt một bộ lọc trên máy lọc; nhỏ một vài mL 2-propanol trên bề mặt bộ lọc; tắt máy khuấy và lắc thật mạnh bằng tay trong vài giây, đặt chai xuống, mở nắp và rút một dịch chất từ trung tâm của dịch treo. Nếu có nhiều hơn dịch chất mong muốn được rút ra, trả lại tất cả dịch treo vào chai, rửa sạch và lau khô pipet. Chuyển dịch chất từ pipet vào phễu lọc, giữ đầu của pipet gần bề mặt của chất lỏng, nhưng không nhấn chìm.

- Rửa sạch các pipet bằng 2-propanol, tháo rửa vào phễu. Lặp lại rửa thêm vài lần.

- Hút chân không để lọc nhanh dịch treo. Hút chân không cho đến khi bộ lọc khô. Không rửa xuống các bên của phễu sau khi lớp chất đọng lại ở trong chỗ đặt để tránh làm xáo trộn. Chuyển bộ lọc tới sắp đặt mẫu XRD.

- Thực hiện các bước quét trên các chuẩn sử dụng các pic nhiễu xạ và điều kiện máy tương tự như đối với mẫu thử. Cường độ kết quả cho các chuẩn, I_x^o , là bình thường trong các quá trình sau đây.

- Xác định số lượng tinh, I_r , các mẫu đối chiếu trước khi hoặc sau mỗi mẫu chuẩn, mẫu không biết hoặc mẫu trắng được quét. Sử dụng pic nhiễu xạ cường độ cao có thể được đo nhanh (ít hơn 1% Sr). Chọn một hệ số thang bình thường thuận tiện, N, mà xấp xỉ tương đương với số lượng tinh cho pic mẫu đối chiếu. Hệ số này không bao giờ thay đổi và cần được sử dụng cho tất cả các phép đo được thực hiện trên một máy đo nhiễu xạ cụ thể.

Tính toán và ghi lại cường độ bình thường, \hat{I}_x^o , cho các pic chất phân tích hoặc bạc trên mỗi mẫu thử, mẫu trắng hiện trường, mẫu trắng phương tiện và mẫu chuẩn:

$$\hat{I}_x^o = \frac{I_x^o}{I_r} \cdot N$$

Chú ý: Bình thường hoá mẫu cường độ mẫu đối chiếu đền bù cho độ trôi lâu dài trong cường độ ống tia X. Nếu đo cường độ ổn định, các mẫu đối chiếu có thể được chạy tần suất ít hơn. Trong trường hợp này, cường độ thuần chất phân tích, I_x , nên được bình thường hoá với cường độ đối chiếu đo được gần đây nhất.

- Chuẩn bị một đồ thị chuẩn (I_x° so với μg chất phân tích).

Chú ý: Độ lặp lại kém cho thấy sai sót trong kỹ thuật chuẩn bị mẫu và nên thực hiện các chuẩn mới. Các dữ liệu cần nằm dọc một đường thẳng. Bình phương tối thiểu trọng lượng ($1/\sigma^2$ trọng lượng) là thích hợp hơn. Độ cong có thể được loại bỏ bằng việc hiệu chỉnh độ hấp thụ dựa trên hệ số hấp thụ khối lượng của chất phân tích.

- Xác định độ dốc ban đầu m , trong phần tuyến tính của đồ thị chuẩn trong các số đếm được/ μg . Điểm cắt, b , của đường thẳng với trục I_x° nên vào khoảng 0.

Chú ý: Một điểm cắt giá trị âm lớn chỉ thị một lỗi trong việc xác định nền. Điều này có thể phát sinh từ đo sai đường nền hoặc từ nhiễu của giai đoạn khác tại góc đo đường nền. Một điểm cắt giá trị dương lớn cho biết một lỗi trong xác định đường nền hoặc một tạp chất được bao gồm trong pic đo được.

2.4.5. Đo trên máy

- Nhận một lượng nhiều xạ tia X quét (giới hạn rộng 2 theta) của mẫu để xác định sự hiện diện của ZnO và bất kỳ nhiễu ma trận nào. Các pic nhiễu xạ dự kiến như sau:

Pic ZnO (2-Theta độ)

Cấp 1	Cấp 2	Cấp 3
36.26	31.75	34.44

- Phân tích các bộ lọc mẫu theo quét - bước pic nhiễu xạ không có can nhiễu cường độ lớn nhất của kẽm oxide và xác định cường độ tích hợp. Đo nền trên mỗi bên của pic cho một nửa thời gian sử dụng để quét pic và thêm các số đếm được từ mỗi bên cho một tổng số (trung bình) nền. Xác định vị trí 2-theta của nền cho từng mẫu. Số đếm tinh hoặc cường độ, I_x , là sự khác biệt giữa số đếm tích hợp pic và số đếm nền tổng số. Cường độ tinh là bình thường để nhận được I_x .

- Quét từng mẫu trắng hiện trường trên cùng giới hạn 2-theta đã sử dụng cho việc phân tích. Những phân tích phục vụ chỉ để xác minh rằng ô nhiễm của các bộ lọc đã không xảy ra. Pic chất phân tích nên không được xuất hiện.

2.5. Tính toán kết quả:

Nồng độ của ZnO trong không khí là:

$$C = \frac{(\hat{I}_x - b)}{m \cdot V}, \text{ mg/m}^3$$

Trong đó:

C: Nồng độ của ZnO trong không khí (mg/m³).

\hat{I}_x : Cường độ bình thường hoá cho pic mẫu thử.

B: Số cắt (chặn) của đường chuẩn (I_x^o so với trọng lượng-W).

M: Độ dốc ban đầu của đồ thị chuẩn (số đếm được / μg).

V: Thể tích không khí đã lấy mẫu (L).

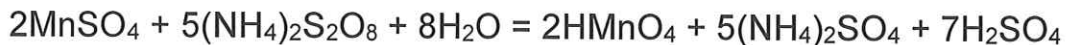
Phụ lục 32

KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH MANGAN (Mn) VÀ CÁC HỢP CHẤT – PHƯƠNG PHÁP SO MÀU

(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)

1. Nguyên lý

Khi cho Mn tác dụng với amoni persulfat với sự có mặt của bạc nitrat làm xúc tác thì Mn sẽ chuyển thành acid manganic.



Kết quả của phản ứng trong dung dịch xuất hiện màu tím. Cường độ màu được so sánh với thang mẫu.

Phương pháp này bị sắt gây cản trở, khi thêm H_3PO_4 thì tránh được ảnh hưởng.

Độ nhạy của phương pháp: $0,8\mu\text{g}/3\text{mL}$.

2. Phương pháp

2.1. Loại mẫu: Khí.

2.2. Thiết bị, dụng cụ:

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 2L/phút.
- Đầu lấy mẫu: giấy lọc 37mm, casset 3 mảnh.
- Bình cầu 250mL và 200mL, cốc 25mL, pipet 1,5mL.
- Nồi cách thủy, nồi cách cát.
- Ống so màu.
- Nhiệt kế, giấy lọc, bát sứ đường kính 30 và 50mm.

2.3. Hóa chất và thuốc thử:

Phải sử dụng các hóa chất loại "tinh khiết hóa học" (TKHH) hoặc tinh khiết phân tích (TKPT).

- Dung dịch tiêu chuẩn: trong một bình cầu 250mL nhỏ vào 23,75mL dung dịch KMnO_4 0,1N từ buret. Thêm 20mL dung dịch H_2SO_4 1:9 (10%). Trên buret khác chứa dung dịch H_2O_2 0,3% nhỏ vào bình cầu trên đến khi mất màu KMnO_4 . Thêm nước vừa đủ 250mL lắc đều, 1mL dung dịch này (A)

chứa 0,1mg Mn, pha loãng dung dịch ra 10 lần bằng H₂SO₄ 10% để có dung dịch (B) 1mL chứa 0,01mg Mn. Dung dịch ổn định trong một tuần.

- Acid sulfuric (H₂SO₄) d = 1,82 pha loãng 1:9.
- Acid oxalic (HOCCOOH) 8%.
- Hỗn hợp acid sulfuric và acid oxalic (H₂SO₄ d = 1,82 cho vào acid oxalic 8% theo tỉ lệ 1:1 thể tích (pha khi dùng).
- Amoni persulfat (NH₄)₂S₂O₈ hoặc kali persulfat K₂S₂O₈. Nếu là amoni persulfat thì dùng loại kết tinh không chảy nước.
- Acid phosphoric đặc (H₃PO₄).
- Bạc nitrat (AgNO₃) dung dịch 1%, pha loãng 100 lần khi làm.
- Kali persulfat dung dịch 0,1N (chính xác).

2.4. Các bước tiến hành

2.4.1. Lấy mẫu

Nồi đầu lấy mẫu vào máy lấy mẫu bằng ống mềm, lấy mẫu ở lưu lượng 2L/phút, thời gian lấy mẫu tối thiểu 20 phút:

2.4.3. Xây dựng đường chuẩn

Lấy 8 ống nghiệm so màu:

Ống số	0	1	2	3	4	5	6	7
Dung dịch (mL)								
DD tiêu chuẩn 0,01mg	0	0,08	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
Dung dịch H ₂ SO ₄ 10%	3	2,92	2,9	2,8	2,6	2,4	2,2	2,0
Dung dịch AgNO ₃ 1%	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
Dung dịch H ₃ PO ₄	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Hàm lượng Mn (µg)	0	0,8	1	2	4	6	8	10

Thêm vào mỗi ống của thang mẫu (cả ống phân tích) một ít tinh thể kali persulfat (dùng đầu đũa thủy tinh bẹt) khuấy đều các ống, đặt vào nồi cách thủy 70°C trong 5 phút. Làm lạnh các ống so màu. Có thể so màu bằng máy, bước sóng 540nm.

2.4.4. Phân tích mẫu

- Lấy giấy lọc ra khỏi casset, cho vào chén sứ hoặc bát sứ, nung hoặc đốt cho giấy cháy hết.

- Pha hỗn hợp acid. Cho 0,5mL hỗn hợp acid vào bát sứ, trộn đều rồi đặt lên nồi cách cát, đun nóng từ 20 - 30 phút đến khi sủi bọt của CO₂ và CO do acid oxalic bị phá huỷ và có khói trắng SO₃ bốc ra.

- Làm lạnh bằng cách rót vào chén 1mL nước cất.

- Lọc dung dịch vào một ống đong, tráng chén bằng 2mL nước cất, trộn đều dung dịch rồi đo tổng số dung dịch.

- Lấy dung dịch ra so màu khi cho đủ các thuốc thử cần thiết. Lấy 1mL dung dịch, thêm H₂SO₄ 10% đủ 3mL rồi thêm 0,3mL dung dịch AgNO₃ 1%, 0,1mL dung dịch H₃PO₄ lắc đều. Thêm một ít kali persulfat vào ống - cho cùng một lúc với thang mẫu.

2.5. Tính toán kết quả

Nồng độ mangan (Mn) trong không khí tính theo công thức:

$$C = \frac{a.b}{v.V_0}$$

Trong đó:

- C: Nồng độ mangan (Mn) trong không khí (µg/L).
- a: Hàm lượng mangan (Mn) tương đương với thang mẫu (µg).
- b: Tổng thể tích dịch đã lọc được (mL).
- v: Dung dịch lấy ra phân tích (mL).
- V₀: Thể tích không khí lấy mẫu quy về điều kiện tiêu chuẩn (L).

Phụ lục 33**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH METHANOL (CH₃OH) -
PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ KHÍ**

*(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)*

1. Nguyên lý

Methanol trong không khí được hấp phụ vào trong ống silicagel. Sau đó mẫu được giải hấp bằng dung dịch thích hợp rồi bơm lên hệ thống sắc ký khí theo một chương trình nhiệt độ lò cột phù hợp. Quá trình rửa giải mẫu phân tích ra khỏi cột tách được phát hiện bằng detector FID, tín hiệu được ghi lại bằng sắc ký đồ. Trên cơ sở độ lớn của diện tích hay chiều cao pic của mẫu thử và chuẩn, thể tích mẫu không khí đã lấy, tính được nồng độ methanol có trong mẫu khí đem phân tích.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ:**

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 0,02 - 0,2L/phút.

- Đầu lấy mẫu (ống than hoạt tính): Dài 7cm, đường kính ngoài (OD) 6mm, đường kính trong (ID) 4mm, hai đầu hàn kín, có chứa hai phần than hoạt (trước: 100mg; sau: 50mg) ngăn cách bởi một nút xốp urethane 2mm. Một nút bông thủy tinh silylated ở phần đầu và nút xốp urethane 3mm ở phần đầu sau của ống than. Các ống này có bán sẵn.

- Máy sắc ký khí, detector ion hóa ngọn lửa, máy tính và cột sắc ký mao quản Rtx-35 hoặc tương đương.

- Bể siêu âm.

- Ống tiêm mẫu tự động với nắp có lót PTFE.

- Xy lanh 10 μ L và các cỡ khác nếu cần, chia vạch tới 0,1 μ L.

- Bình định mức các cỡ khác nhau.

2.3. Hóa chất và thuốc thử:

- Methanol (CH₃OH), cấp sắc ký.

- Nước đã cất và làm tinh khiết.

- Isopropanol [(CH₃)₂CHOH] (IPA), cấp sắc ký.
- Khí heli, tinh khiết.
- Khí hydro, tinh khiết.
- Không khí đã nén, lọc.
- Dung dịch giải hấp: 5% isopropanol trong 95% nước cất.
- Dung dịch chuẩn gốc, 2µg/mL. Thêm 25,3µL methanol (CH₃OH) tới 10mL dung dịch giải hấp.

Chú ý đặc biệt: Methanol là chất dễ cháy nổ, độc hại với đường tiêu hóa và đường hô hấp. Isopropanol dễ cháy, nguy cơ gây hỏa hoạn. Thao tác các chất này trong tủ hút.

2.4. Các bước tiến hành

2.4.1. Lấy mẫu

- Bế các đầu của ống lấy mẫu ngay trước khi lấy mẫu, Cắm với ống mềm và nối với máy lấy mẫu.
- Lấy mẫu ở lưu lượng 0,02 - 0,2L/phút, tổng thể tích lấy mẫu 1 – 5L.
- Đậy nắp của ống lấy mẫu với các nắp chất dẻo và đóng gói an toàn để vận chuyển.

2.4.2. Điều kiện sắc ký

- Máy sắc ký khí, FID.
- Nhiệt độ buồng bơm mẫu: 250°C.
- Nhiệt độ detector: 300°C.
- Nhiệt độ cột: 50 tới 90°C (8°C/phút) (Tỉ lệ chia 10:1).
- Thể tích tiêm mẫu: 1µL.
- Lưu lượng khí mang He: 2,6mL/phút.
- Cột ký mao quản kích thước 30m x 0,53mm ID, bề dày film 3µm diphenyl 5% dimethyl polysilozane 65%, Rtx-35 hoặc tương đương.
- Giải hấp: 1mL nước/isopropanol (95:5).

2.4.3. Xây dựng đường chuẩn và kiểm soát chất lượng

- Dung dịch chuẩn methanol trong nước/isopropanol (95:5).

- Chuẩn hàng ngày với ít nhất sáu nồng độ chuẩn làm việc trên giới hạn quan tâm. Ba chuẩn (trong mức nhân đôi) nên nằm trong giới hạn từ LOD tới LOQ.

a. Thêm lượng đã biết của dung dịch chuẩn gốc với nước/isopropanol (95:5) vào bình định mức 10mL và pha loãng tới vạch.

b. Phân tích cùng với mẫu thử và mẫu trắng.

c. Chuẩn bị đồ thị chuẩn (diện tích pic hoặc chiều cao pic của chất phân tích với lượng mg methanol).

- Xác định hiệu quả giải hấp (DE) ít nhất một lần cho mỗi lô ống silicagel sử dụng cho lấy mẫu trong giới hạn chuẩn. Chuẩn bị ba ống lấy mẫu tại mỗi sáu mức cộng với ba mẫu trắng.

a. Chuyển và tháo bỏ phần hấp phụ phía sau của ống lấy mẫu thử và trắng.

b. Tiêm một lượng đã biết của dung dịch chuẩn gốc trực tiếp lên phần chất hấp thụ phía trước của mỗi ống silicagel.

c. Để các ống cân bằng khí trong vài phút, rồi đậy nút các đầu ống và cho phép để yên qua đêm.

d. Giải hấp mẫu thử và phân tích cùng với chuẩn và mẫu trắng.

e. Chuẩn bị đồ thị của DE (hiệu quả giải hấp) với mg chất phân tích đã thu hồi.

- Phân tích 3 mẫu mù, kiểm soát chất lượng và 3 mẫu phân tích để đảm bảo rằng đồ thị chuẩn và đồ thị hiệu quả giải hấp ở trong kiểm soát.

2.4.4. Phân tích mẫu

- Dung dịch chuẩn methanol trong nước/isopropanol (95/5).

- Chuẩn hàng ngày với ít nhất sáu nồng độ chuẩn làm việc trên giới hạn quan tâm. Ba chuẩn (trong mức nhân đôi) nên nằm trong giới hạn từ LOD tới LOQ.

a. Thêm lượng đã biết của dung dịch chuẩn gốc với nước/isopropanol (95/5) vào bình định mức 10mL và pha loãng tới vạch.

b. Phân tích cùng với mẫu thử và mẫu trắng.

c. Chuẩn bị đồ thị chuẩn (diện tích pic hoặc chiều cao pic của chất phân tích với lượng mg methanol).

- Xác định hiệu quả giải hấp (DE) ít nhất một lần cho mỗi lô ống silicagel sử dụng cho lấy mẫu trong giới hạn chuẩn. Chuẩn bị ba ống lấy mẫu tại mỗi sáu mức cộng với ba mẫu trắng.

a. Chuyển và tháo bỏ phần hấp phụ phía sau của ống lấy mẫu thử và trắng.

b. Tiêm một lượng đã biết của dung dịch chuẩn gốc trực tiếp lên phần chất hấp thụ phía trước của mỗi ống silicagel.

c. Để các ống cân bằng khí trong vài phút rồi đậy nút các đầu ống và cho phép để yên qua đêm.

d. Giải hấp mẫu thử và phân tích cùng với chuẩn và mẫu trắng.

e. Chuẩn bị đồ thị của DE (hiệu quả giải hấp) với mg chất phân tích đã thu hồi.

- Phân tích 3 mẫu mù, kiểm soát chất lượng và 3 mẫu phân tích để đảm bảo rằng đồ thị chuẩn và đồ thị hiệu quả giải hấp ở trong kiểm soát.

2.5. Tính toán kết quả

- Xác định khối lượng, μg (đã hiệu chỉnh xác định hiệu quả giải hấp DE) của methanol đã tìm được trong phần hấp phụ phía trước ống mẫu (W_f) và phía sau ống mẫu (W_b) và trung bình phần hấp phụ mẫu trắng phía trước ống (B_f) và phía sau ống (B_b).

Ghi chú: Nếu $W_b > W_f/10$, thông báo rằng có sự quá tải ống lấy mẫu và có thể mất mẫu.

Tính nồng độ, C, của methanol trong thể tích không khí đã lấy mẫu, V (L):

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V}, \text{ (mg/m}^3\text{)}$$

Trong đó:

C: Nồng độ methanol trong không khí (mg/m^3).

W_f : Khối lượng của methanol trong phần hấp phụ trước ống mẫu (μg).

W_b : Khối lượng của methanol trong phần hấp phụ sau ống mẫu (μg).

B_f : Khối lượng trung bình của methanol trong phần hấp phụ mẫu trắng trước ống (μg).

B_b : Khối lượng trung bình của methanol trong phần hấp phụ mẫu trắng sau ống (μg).

V : Thể tích không khí lấy mẫu (L).

Phụ lục 34**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH METHYL ACETAT (CH₃COOCH₃) –
PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ KHÍ**

*(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)*

1. Nguyên lý

Methyl acetat trong không khí được hấp phụ vào trong tuýp chất than hoạt tính. Sau đó mẫu được giải hấp bằng dung môi thích hợp rồi bơm lên hệ thống sắc ký khí theo một chương trình nhiệt độ lò cột phù hợp. Quá trình rửa giải mẫu phân tích ra khỏi cột tách được phát hiện bằng detector FID, tín hiệu được ghi lại bằng sắc ký đồ. Trên cơ sở độ lớn của diện tích hay chiều cao pic của mẫu thử và chuẩn, thể tích mẫu không khí đã lấy, tính được nồng độ methyl acetat có trong mẫu khí đem phân tích.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ:**

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 0,02 - 0,2L/phút.

- Đầu lấy mẫu (ống than hoạt tính): Dài 7cm, đường kính ngoài (OD) 6mm, đường kính trong (ID) 4mm, hai đầu hàn kín, có chứa hai phần than hoạt (trước: 100mg; sau: 50mg) ngăn cách bởi một nút xốp urethane 2mm. Một nút bông thủy tinh silylated ở phần đầu và nút xốp urethane 3mm ở phần đầu sau của ống than. Các ống này có bán sẵn.

- Chất làm lạnh, đã được đóng túi.

- Máy sắc ký khí, trang bị với FID, máy tính và cột sắc ký.

- Lọ 2mL bằng thủy tinh, nắp ép có lót màng ngăn PTFE.

- Xy lanh 10 μ L và các cỡ khác nếu cần, chia vạch tới 0,1 μ L.

- Pipet 1mL, chia vạch tới 0,1 μ L.

- Bình định mức 10mL.

2.3. Hóa chất và thuốc thử:

- Methyl acetat (CH₃COOCH₃), tinh khiết phân tích.

- Carbon disulfide (CS₂), cấp sắc ký.
- Khí heli tinh khiết.
- Khí hydro, tinh khiết.
- Decan, tinh khiết phân tích, hoặc chuẩn nội phù hợp khác.
- Không khí đã nén, lọc.

Chú ý đặc biệt: Carbon disulfide là độc hại và nguy cơ cháy nổ. Thao tác trong tủ hút.

2.4. Các bước tiến hành

2.4.1. Lấy mẫu

- Bỏ các đầu của ống lấy mẫu ngay trước khi lấy mẫu, cắm vào ống mềm và nối với máy lấy mẫu.
- Lưu lượng lấy mẫu 0,01 - 0,2L/phút, tổng thể tích lấy mẫu 0,2 – 10L.
- Đậy nắp ống lấy mẫu với các mũ chất dẻo và đóng gói an toàn để vận chuyển với chất làm lạnh đã đóng túi.

2.4.2. Điều kiện sắc ký

- Nhiệt độ buồng bơm mẫu: 250°C.
- Nhiệt độ detector: 300°C.
- Nhiệt độ cột tách: Nhiệt độ ban đầu 35°C giữ trong 2 phút, sau đó tăng dần tới 150°C với tốc độ tăng 10°C/phút và giữ trong 1phút.
- Thể tích tiêm mẫu: 1µL.
- Lưu lượng khí mang (He): 1mL/phút.
- Cột mao quản, DB-wax, kích thước 30m x 0,32mm ID, độ dày phim 1µm.
- Chiết xuất: 1mL CS₂.

2.4.3. Xây dựng đường chuẩn và kiểm soát chất lượng

- Dung dịch methyl acetat trong CS₂.
- Chuẩn hàng ngày với ít nhất sáu nồng độ chuẩn làm việc trên giới hạn 2 tới 2000µg chất chuẩn phân tích mỗi mẫu.

a. Thêm một lượng đã biết của chuẩn vào CS₂ trong bình định mức 10mL và pha loãng tới vạch.

- b. Phân tích cùng với mẫu thử và mẫu trắng.
- c. Chuẩn bị đồ thị chuẩn (của diện tích pic với lượng μg Methyl acetat)
 - Xác định hiệu quả giải hấp (DE) ít nhất một lần cho mỗi lô than hoạt được sử dụng cho lấy mẫu trong giới hạn chuẩn. Cứ năm mức trong thang, chuẩn bị ba ống cộng với ba mẫu trắng.
- a. Chuyển và tháo bỏ phần chất hấp phụ phía sau của ống lấy mẫu trắng.
- b. Tiêm một lượng đã biết của chất phân tích hoặc dung dịch chuẩn của chất phân tích trong CS_2 , trực tiếp lên phần chất hấp thụ phía trước với một xy lanh microlit.
- c. Đậy nắp ống. Để yên qua đêm.
- d. Giải hấp và phân tích cùng với các chuẩn làm việc.
- e. Chuẩn bị đồ thị của DE (hiệu quả giải hấp) với μg chất phân tích đã thu hồi.
 - Phân tích song song 3 mẫu mù spikes kiểm soát chất lượng và 3 mẫu phân tích spikes để đảm bảo rằng đồ thị chuẩn và đồ thị hiệu quả giải hấp ở trong kiểm soát.

2.4.4. Phân tích mẫu

- Đặt các phần hấp phụ phía trước (bao gồm cả nút bông thủy tinh) và phía sau của mỗi ống lấy mẫu trong các lọ riêng biệt.
- Thêm 1,0mL CS_2 tới mỗi lọ và gắn nắp kẹp an toàn tới mỗi lọ.
- Cho phép để yên 30 phút với thỉnh thoảng lắc khuấy.
- Đặt chế độ máy sắc ký khí như mục 2.4.2. Điều kiện sắc ký.
- Tiêm mẫu chất lỏng bằng tay sử dụng kỹ thuật đẩy dung môi hoặc bằng tiêm mẫu tự động.

Chú ý: Nếu diện tích pic vượt trên giới hạn tuyến tính của các chuẩn làm việc, pha loãng, phân tích lại và áp dụng hệ số pha loãng trong tính toán.

- Đo diện tích pic.

2.5. Tính toán kết quả

- Xác định khối lượng, μg (đã hiệu chỉnh xác định hiệu quả giải hấp) của methyl acetat đã tìm được trong phần hấp phụ phía trước ống mẫu (W_t)

và phía sau ống mẫu (W_b) và trung bình phần hấp phụ mẫu trắng phía trước ống (B_t) và phía sau ống (B_b).

Ghi chú: Nếu $W_b > W_t/10$, thông báo rằng có sự quá tải ống lấy mẫu và có thể mất mẫu.

Tính nồng độ, C , của methyl acetat trong thể tích không khí đã lấy mẫu, V (L):

$$C = \frac{(W_t + W_b - B_t - B_b)}{V}, \text{ (mg/m}^3\text{)}$$

Trong đó:

C : Nồng độ methyl acetat trong không khí (mg/m^3).

W_t : Khối lượng của methyl acetat trong phần hấp phụ phía trước ống mẫu (μg).

W_b : Khối lượng của methyl acetat trong phần hấp phụ phía sau ống mẫu (μg).

B_t : Khối lượng trung bình của methyl acetat trong phần hấp phụ mẫu trắng phía trước ống (μg).

B_b : Khối lượng trung bình của methyl acetat trong phần hấp phụ mẫu trắng phía sau ống (μg).

V : Thể tích không khí lấy mẫu (L).

Phụ lục 35

**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH NHÔM (Al) VÀ CÁC HỢP CHẤT –
PHƯƠNG PHÁP PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ (AAS)**

*(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)*

1. Nguyên lý

Phương pháp này được áp dụng để xác định nhôm (aluminium) và các hợp chất trong không khí môi trường lao động.

Dưới năng lượng của hỗn hợp khí không khí và acetylen, các ion nhôm được nguyên tử hóa và hấp thụ ánh sáng đơn sắc do đèn nhôm phát ra ở bước sóng nhất định. Tỷ lệ hàm lượng nhôm trong mẫu và độ hấp thụ quang trong vùng tuyến tính sẽ cho phép tính toán kết quả phân tích.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ:**

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 1 – 3L/phút.
- Giấy lọc 37mm, casset 3 mảnh.
- Bình định mức 10mL, 100mL.
- Pipet 1mL, 5mL, 10mL.
- Ống đong 1L.
- Lọ thủy tinh 2mL.
- Cân phân tích, độ chính xác 0,1mg.
- Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử.

2.3. Hóa chất và thuốc thử:

- HNO₃ 10%: Thêm 100mL HNO₃ vào 500mL nước cất và pha loãng thành 1L dung dịch.
- Dung dịch chuẩn nhôm: Dung dịch gốc 1000µg Al/mL pha loãng đến nồng độ yêu cầu bằng dung dịch HNO₃ 1%.
- Giấy lọc ester cellulose (0,8µm).

- Khí acetylen, cấp độ tinh khiết;
- Nước cất.

2.4. Các bước tiến hành

2.4.1. Lấy mẫu

Lắp giấy lọc vào đầu casset, nối vào đầu máy lấy mẫu. Lưu lượng lấy mẫu 1 - 3L/ phút, tổng thể tích lấy mẫu 10 – 400L.

2.4.2. Chuẩn bị mẫu

- Mở casset và chuyển giấy lọc có chứa mẫu cần phân tích vào một chén chịu nhiệt. Thêm 6mL dung dịch HNO₃ đặc đun ở nhiệt độ 140°C cho đến khi mẫu được cô cạn. Chuyển mẫu sang chén lớn với dung dịch HNO₃ 10%.

- Làm khô mẫu đến thể tích còn lại từ 3 - 5mL HNO₃ 10%.

- Chuyển dung dịch sang bình định mức 10mL và thêm 0,2mL dung dịch CsNO₃ (50mg/mL Cs). Định mức bằng dung dịch HNO₃ 10%.

2.4.3. Lập đường chuẩn

- Lập đường chuẩn ít nhất 06 điểm, với hàm lượng dao động trong khoảng từ 0 – 1000µg (0 – 200µg/mẫu) trong bình định mức 10mL bằng dung dịch HNO₃ 10% và dung dịch CsNO₃ (50mg/mL Cs) (theo như mục 2.4.2).

2.4.4. Phân tích

Mẫu cần phân tích và mẫu chuẩn đem phân tích trên máy AAS với bước sóng là 309,3nm.

2.5. Tính toán kết quả

Nồng độ nhôm và các hợp chất được tính theo công thức:

$$C = \frac{M}{V}$$

Trong đó:

- C: Nồng độ nhôm và các hợp chất được xác định theo đường chuẩn (mg/m³).
- M: Hàm lượng nhôm và các hợp chất có trong mẫu (mg).
- V: Thể tích không khí lấy mẫu (m³).

Phụ lục 36**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH NICOTIN –
PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ KHÍ**

*(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)*

1. Nguyên lý

Nicotin trong không khí được hấp phụ vào trong ống chất thụ XAD-4. Sau đó mẫu được giải hấp bằng dung môi thích hợp rồi bơm lên hệ thống sắc ký khí theo một chương trình nhiệt độ lò cột phù hợp. Quá trình rửa giải mẫu phân tích ra khỏi cột tách được phát hiện bằng detector NPD, tín hiệu được ghi lại bằng sắc ký đồ. Trên cơ sở độ lớn tỉ lệ diện tích hay chiều cao pic của mẫu thử và chuẩn so với diện tích hay chiều cao của pic nội chuẩn, thể tích mẫu không khí đã lấy, tính được hàm nồng độ nicotin có trong mẫu khí đem phân tích.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ:**

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 1L/phút.
- Đầu lấy mẫu (ống than hoạt tính): Dài 7cm, đường kính ngoài (OD) 6mm, đường kính trong (ID) 4mm, hai đầu hàn kín, có chứa hai phần than hoạt (trước: 100mg; sau: 50mg) ngăn cách bởi một nút xốp urethane 2mm. Một nút bông thủy tinh silylated ở phần đầu và nút xốp urethane 3mm ở phần đầu sau của ống than. Các ống này có bán sẵn.
- Máy sắc ký khí, detector nitơ - phosphor, máy tính và cột sắc ký mao quản Rtx-5® hoặc tương đương.
- Bể lắc siêu âm.
- Lọ tiêm mẫu tự động, với nắp có lót màng ngăn PTFE.
- Xy lanh 10 μ L và các cỡ khác nếu cần, chia vạch tới 0,1 μ L.
- Bình định mức các cỡ khác nhau.
- Pipet các cỡ khác nhau.
- Các gói chất làm lạnh.

2.3. Hóa chất và thuốc thử:

- Ethyl acetat ($\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$), cấp sắc ký.
- Triethylamin $[(\text{C}_2\text{H}_5)_3\text{N}]$, cấp thuốc thử.
- Dung dịch giải hấp (dung dịch ethyl acetat đã biến đổi) triethylamin 0,01% trong ethyl acetat.
- Dung dịch chuẩn gốc cấp một nicotin (1,0mg/mL). Pha loãng 100mg chuẩn nicotin tới 100mL với dung dịch giải hấp.
- Dung dịch chuẩn gốc cấp hai nicotin (10,0 μg /mL). Pha loãng 1mL dung dịch chuẩn gốc cấp một nicotin tới 100mL với dung dịch giải hấp.
- Dung dịch chuẩn gốc cấp một quinolin (chuẩn nội) (1,0mg/mL). Pha loãng 100mg quinolin tới 100mL với dung dịch giải hấp.
- Dung dịch chuẩn gốc cấp hai quinolin (100 μg /mL). Pha loãng 10,0mL dung dịch chuẩn gốc cấp một quinolin tới 100mL với dung dịch giải hấp.
- Khí heli, tinh khiết.
- Khí hydro, tinh khiết.
- Không khí đã nén, lọc.

Chú ý: Nicotin là chất độc thần kinh, tránh hít, nuốt hay tiếp xúc với da. Quinolin gây kích ứng mắt. Ethyl acetat là chất dễ cháy nổ. Triethylamin là chất kích ứng mắt, da, và đường hô hấp. Thao tác các chất này trong tủ hút.

2.4. Các bước tiến hành

2.4.1. Lấy mẫu

- Bỏ các đầu của ống lấy mẫu ngay trước khi lấy mẫu, cắm vào ống mềm và nối với máy lấy mẫu.
- Lấy mẫu ở lưu lượng 1,0L/phút, tổng thể tích lấy mẫu 60 – 400L.
- Đậy ống lấy mẫu bằng nắp chất dẻo và đóng gói an toàn để vận chuyển. Bảo vệ mẫu khỏi tiếp xúc với ánh sáng.

2.4.2. Điều kiện sắc ký

- Máy sắc ký khí, NPD.
- Nhiệt độ buồng bơm mẫu: 200°C.

- Nhiệt độ detector: 300°C.
- Nhiệt độ cột tách: Nhiệt độ ban đầu 60°C, sau đó tăng dần tới 200°C với tốc độ tăng 20°C/phút và giữ trong 3 phút.
- Thể tích bơm mẫu: 1µL.
- Lưu lượng khí mang (He): 2,4mL/phút.
- Cột mao quản, kích thước 30m x 0,32mm ID, bề dày phim 1µm pha liên kết diphenyl 5% dimethyl polysiloxan 95%, RTX-5® hoặc tương đương.
- Giải hấp: 1mL ethyl acetat với triethylamin 0,01%.

2.4.3. Xây dựng đường chuẩn và kiểm soát chất lượng

- Chuẩn hóa bằng dung dịch nicotin trong dung dịch giải hấp.
- Chuẩn hàng ngày với ít nhất sáu nồng độ chuẩn làm việc trên giới hạn quan tâm.
 - a. Thêm một lượng đã biết của dung dịch chuẩn gốc nicotin vào 1mL dung dịch giải hấp trong các lọ riêng biệt.
 - b. Thêm một lượng đã biết của dung dịch chuẩn nội gốc cấp hai quinolin bằng với lượng đã sử dụng trong pha mẫu thử tới mỗi lọ.
 - c. Đậy kín lọ với nút có lót màng ngăn PTFE.
 - d. Phân tích cùng với mẫu thử và mẫu trắng.
 - e. Chuẩn bị đồ thị chuẩn (tỉ lệ của diện tích pic nicotin/quinolin với lượng µg nicotin).
 - Xác định hiệu quả giải hấp (DE) ít nhất một lần cho mỗi lô ống chất hấp phụ XAD-4 được sử dụng cho lấy mẫu trong giới hạn chuẩn. Chuẩn bị ba ống lấy mẫu tại mỗi 6 mức cộng với ba mẫu trắng phương tiện.
 - a. Chuyển và tháo bỏ phần chất hấp phụ phía sau của ống lấy mẫu.
 - b. Tiêm một thể tích đã biết của dung dịch chuẩn gốc (nicotin) trực tiếp lên phần chất hấp thụ phía trước của mỗi ống XAD-4.
 - c. Cho phép các ống để cân bằng không khí trong vài phút, sau đó đậy mũ các đầu ống và để yên qua đêm.
 - d. Giải hấp các mẫu và phân tích cùng với các chuẩn và mẫu trắng.
 - e. Chuẩn bị đồ thị của DE (hiệu quả giải hấp) với µg nicotin đã thu hồi.

- Phân tích 3 mẫu mù spikes kiểm soát chất lượng và 3 mẫu phân tích spikes để đảm bảo rằng đồ thị chuẩn và đồ thị hiệu quả giải hấp DE ở trong kiểm soát.

2.4.4. Phân tích mẫu

- Đặt các phần hấp phụ phía trước (bao gồm cả nút bông thủy tinh) và phía sau của mỗi ống lấy mẫu trong các lọ riêng biệt. Tháo bỏ các nút bông thủy tinh ở giữa và phần sau ống.

- Thêm 1mL dung dịch giải hấp (ethyl acetat đã biến đổi) tới mỗi lọ.

- Thêm các phần (10 - 50 μ L) của các dung dịch chuẩn nội gốc cấp hai quinoline cho cả hai các lọ dung dịch chuẩn và dung dịch thử và gắn các nắp ép có lót màng ngăn PTFE.

Lưu ý: Xác định mức độ gần đúng của nicotin sẽ có trong mẫu thử và thêm một lượng tương tự quinoline. Khói thuốc trong môi trường thường có mức độ nicotin thấp. Hoạt động thuốc trừ sâu thường có mức độ tương đối cao.

- Đặt các lọ trong bể lắc siêu âm trong 30 phút để hỗ trợ giải hấp.

- Đặt chế độ máy sắc ký khí như mục 2.4.2. *Điều kiện sắc ký.*

- Tiêm 1 μ L phần mẫu thử bằng tay sử dụng kỹ thuật đẩy dung môi hoặc bằng tiêm mẫu tự động.

Chú ý: Nếu diện tích pic vượt trên giới hạn tuyến tính của các chuẩn làm việc, pha loãng, phân tích lại và áp dụng hệ số pha loãng phù hợp trong tính toán.

- Đo diện tích pic và tính tỉ lệ diện tích pic nicotin với diện tích pic quinolin.

2.5. Tính toán kết quả

- Xác định khối lượng, μ g (đã hiệu chỉnh xác định hiệu quả giải hấp) của nicotin đã tìm được trong phần hấp phụ phía trước ống mẫu (W_f) và phía sau ống mẫu (W_b) và trung bình phần hấp phụ mẫu trắng phía trước ống (B_f) và phía sau ống (B_b).

Ghi chú: Nếu $W_b > W_f/10$, thông tin có sự quá tải ống lấy mẫu và có thể mất mẫu.

Tính nồng độ, C, của nicotin trong thể tích không khí đã lấy mẫu, V (L):

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V}, \text{ (mg/m}^3\text{)}$$

Trong đó:

C: Nồng độ nicotin trong không khí (mg/m³).

W_f: Khối lượng của nicotin trong phần hấp phụ phía trước ống mẫu (µg).

W_b: Khối lượng của nicotin trong phần hấp phụ phía sau ống mẫu (µg).

B_f: Khối lượng trung bình của nicotin trong phần hấp phụ mẫu trắng phía trước ống (µg).

B_b: Khối lượng trung bình của nicotin trong phần hấp phụ mẫu trắng phía sau ống (µg).

V: Thể tích không khí lấy mẫu (L).

Phụ lục 37

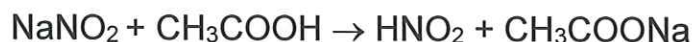
**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH NITƠ DIOXIDE (NO₂) -
PHƯƠNG PHÁP SO MÀU**

(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)

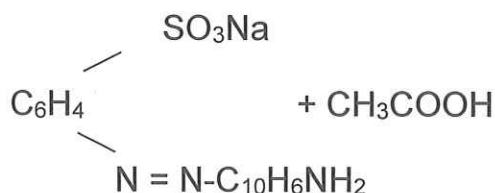
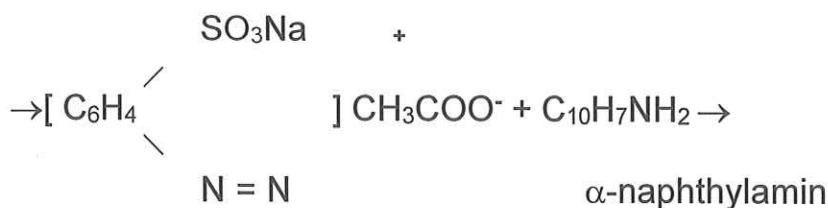
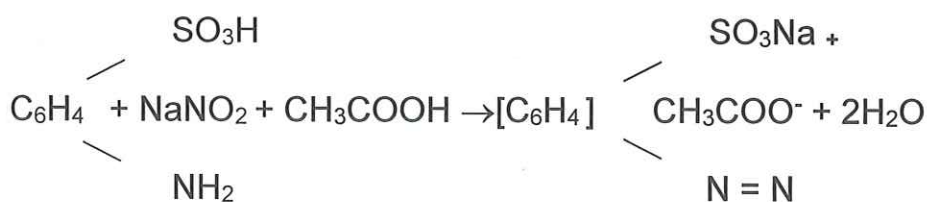
1. Nguyên lý

Phương pháp đo màu dựa trên phản ứng của hydro dioxonitrat (HNO₂) với thuốc thử Griess - Ilesvay cho một hợp chất màu hồng.

Trước hết nitơ dioxide được hấp thụ vào dung dịch natri hydroxide sau đó thêm acid acetic để chuyển thành hydro dioxonitrat (HNO₂).



Hydro dioxonitrat (HNO₂) tác dụng với acid sulfanilic và α-naphthylamin cho hợp chất azoic màu hồng .



Hợp chất màu hồng

Độ nhạy phương pháp: Với 0,0005 mg NO₂⁻

Với 0,0001 mg NO₂

2. Phương pháp

2.1. Loại mẫu: Khí.

2.2. Thiết bị, dụng cụ

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 0,3L/phút.
- Ống hấp thụ (5mL – 25mL), ống nghiệm so màu (5mL, 10mL).
- Pipet 1mL, 2mL, 5mL.

2.3. Hóa chất và thuốc thử

- Thuốc thử Griess:

+ *Griess A*: Cân 0,5g acid sulfanilic cho vào 150mL dung dịch acid acetic loãng (70mL acid acetic đặc với 500mL nước cất) đun cách thủy cho tan.

+ *Griess B*: Cân 0,1g naphthylamin cho vào 20mL nước cất. Đun cách thủy 15 phút, sau đó lọc lấy nước trong cho vào 150mL dung dịch acid acetic loãng (như trên).

Khi dùng tùy theo lượng cần thiết, lấy cùng thể tích dung dịch griess A và B trộn đều, dung dịch này không bảo quản được lâu.

- Dung dịch tiêu chuẩn natri nitrit (NaNO_2):

Cân 0,15g natri nitrit tinh khiết và khô, hoà tan nước cất vừa đủ 1L. Như vậy, 1mL dung dịch này chứa 0,1mg nitơ dioxide. Pha loãng 1/20 để có dung dịch 1mL = 0,005mg nitơ dioxide.

Chú ý: Theo phản ứng, cứ 2NO_2 thì cho 1 NO_2^- , do đó khi định lượng nitơ dioxide trong không khí phải nhân kết quả lên hai lần.

Thí dụ: 1mL dung dịch chứa 0,005mg NO_2^- thì tương đương với 0,010mg khí NO_2 .

- *Dung dịch acid acetic 5N*: Acid acetic đặc pha loãng 1/3.

- *Dung dịch natri hydroxide 0,5N hoặc 0,1N*: Nước cất dùng phải đảm bảo tốt, không có màu với thuốc thử Griess.

2.4. Các bước tiến hành

- *Lấy mẫu*: Cho vào ống hấp thụ 5mL natri hydroxide N/2 lắp vào hệ thống, lấy mẫu không khí với lưu lượng 0,3L/phút. Lấy 5L không khí trở lên.

- *Pha thang mẫu:* Lấy 10 ống nghiệm dài 8 cm, có đường kính bằng nhau, đánh số từ 0 - 9.

Số ống Dung dịch (mL)	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
	Dung dịch tiêu chuẩn NO ₂ (mL)	0	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	1,2	1,6
Nước cất (mL)	4	3,9	3,8	3,6	3,4	3,2	3,0	2,8	2,4	2,0
Thuốc thử griess A (mL)	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Thuốc thử griess B (mL)	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Hàm lượng NO ₂ (mg)	0	0,001	0,002	0,004	0,006	0,008	0,010	0,012	0,016	0,020

Thang mẫu tự nhiên chỉ nên dùng trong vòng 2 giờ, để lâu bị mất màu.

- *Phân tích:*

Lấy ra từ 1 - 2mL dung dịch đã hấp thụ NO₂ cho vào ống so màu. Acid hoá bằng acid acetic. Cứ 1mL natri hydroxide N/2 thì thêm 0,5mL acid acetic 5N, cho nước cất đủ 4mL. Cho thêm 0,5mL griess A và 0,5mL griess B. Lắc đều, để 10 phút so màu với thang mẫu.

2.5. Tính kết quả

Nồng độ nitơ dioxide trong không khí tính theo công thức:

$$C = \frac{a \cdot b}{v \cdot V_0}$$

Trong đó:

- C: Nồng độ nitơ dioxide trong không khí (mg/L).
- a: Hàm lượng nitơ dioxide trong ống thang mẫu (mg).
- b: Tổng thể tích dung dịch hấp thụ (mL).
- v: Thể tích dung dịch hấp thụ lấy ra phân tích (mL).
- V₀: Thể tích không khí lấy mẫu quy về điều kiện tiêu chuẩn (L).

Phụ lục 38

**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH NITƠ MONOXIT (NO) –
PHƯƠNG PHÁP TRẮC QUANG**

*(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)*

1. Nguyên tắc

Nitơ monoxide (NO) trong không khí được hấp thụ vào dung dịch triethanolamin, sau đó được acid hóa bằng H_2O_2 . Phương pháp đo màu dựa trên phản ứng của acid HNO_3 với thuốc thử sulfanilamide và N-(1-naphthyl)-ethylenđiamin dihydrochloride (NEDA) tạo thành màu hồng. Đo tại bước sóng $\lambda = 540nm$. Độ chính xác: 0,061. LOD: $1\mu g NO^{-2}$.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị**

- Ống hấp thụ.
- Máy lấy mẫu, lưu lượng 0,02 – 0,2L/phút.
- Máy UV-VIS có bước sóng $\lambda = 540nm$.
- Pipet 1mL, 5mL, 10mL.
- Bình định mức 50mL, 100mL.

2.3. Hóa chất & thuốc thử**2.3.1. Hóa chất**

- Triethanolamin (TEA).
- Butanol.
- Acid phosphoric (H_3PO_4).
- N-(1-naphthyl)-ethylenđiamin dihydrochloride (NEDA).
- $NaNO_2$.

2.3.2. Thuốc thử

- Dung dịch hấp thụ: Hòa tan 15g triethanolamin (TEA) trong 500mL nước cất khử ion, thêm 0,5mL n-butanol và pha loãng thành 1L.

- Dung dịch H₂O₂ (0,02%): Pha 0,2mL H₂O₂ 30% vào bình định mức 250mL bằng nước cất khử ion.

- Dung dịch sulfanilamide: Hòa tan 10g sulfanilamide trong 400mL nước cất khử ion, thêm 25mL H₃PO₄ và định mức 500mL nước cất khử ion.

- Dung dịch NEDA: Hòa tan 0,5g NEDA trong 500mL nước cất khử ion.

- Dung dịch chuẩn (100μg NO⁻²/mL): Hòa tan 0,15g NaNO₂ trong 1L nước cất khử ion.

2.4. Lấy mẫu

Cho vào ống hấp thụ 50mL dung dịch TEA. Lưu lượng lấy mẫu 0,025L/phút. Tổng thể tích lấy mẫu 1,5 – 6L.

2.5. Thang mẫu chuẩn

- Làm ít nhất 6 điểm chuẩn có nồng độ dao động từ 1 - 18μg NO⁻². Định mức bình 50mL.

- Thêm các thuốc thử giống mục *Phân tích mẫu*.

2.6. Phân tích mẫu

- Lấy 10mL dung dịch đã hấp thụ vào bình định mức 50mL, song song làm mẫu trắng.

- Thêm 1mL H₂O₂ 0,02% + 10mL dung dịch sulfanilamide + 1,4mL NEDA, định mức thành 50mL, lắc đều.

- Để 10 phút cho ổn định màu.

- Dem phân tích đường chuẩn và mẫu trên máy trắc quang với bước sóng λ = 540nm.

2.7. Tính toán kết quả

Nồng độ NO trong không khí tính theo công thức sau:

$$C_{NO} \text{ (mg/m}^3\text{)} = \frac{(W_a - B_b) \times 0,652}{0,63 \times V}$$

Trong đó:

- C_{NO}: Nồng độ NO trong không khí (mg/m³).

- W_a: Hàm lượng NO⁻² trong dung dịch phân tích (μg).

- B_b: Hàm lượng NO⁻² trong mẫu trắng (µg).
- V: Thể tích không khí lấy mẫu (L).
- 0,652: Hệ số tương ứng (MW NO / MW NO⁻²).
- 0,63: Hệ số chuyển đổi.

Phụ lục 39

**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH NITRO BENZEN (C₆H₅NO₂) -
PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ KHÍ**

(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)

1. Nguyên lý

Nitro benzen trong không khí được hấp phụ vào trong ống chất thụ silicagel có bộ lọc sợi thủy tinh đã được xử lý acid sulfuric. Sau đó mẫu được giải hấp bằng dung môi thích hợp rồi bơm lên hệ thống sắc ký khí theo một chương trình nhiệt độ lò cột phù hợp. Quá trình rửa giải mẫu phân tích ra khỏi cột tách được phát hiện bằng detector FID, tín hiệu được ghi lại bằng sắc ký đồ. Trên cơ sở độ lớn của diện tích hay chiều cao pic của mẫu thử và chuẩn, thể tích mẫu không khí đã lấy, tính được nồng độ nitro benzen có trong mẫu khí đem phân tích.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ:**

- Bộ chuỗi lấy mẫu:

Bộ lọc sợi thủy tinh, 37mm (Gelman, hoặc tương đương) được xử lý bằng H₂SO₄ 0,26N trong casset polystyren.

Ống hấp phụ (ống than hoạt tính): Dài 11cm, đường kính ngoài (OD) 8mm, có chứa hai phần silicagel (trước: 520mg; sau: 260mg) ngăn cách bằng nút xốp polyurethan. Một nút bông thủy tinh silylated phần đầu trước. Có ống bán sẵn.

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 0,2L/phút.
- Máy sắc ký khí, FID, máy tính và cột sắc ký.
- Bể lắc siêu âm.
- Các lọ, tiêm mẫu tự động, nắp có lót màng ngăn PTFE.
- Lọ 4mL với nắp xoáy.
- Xy lanh 10μL và các cỡ khác nếu cần, chia vạch tới 0,1μL.
- Các bình định mức cỡ khác nhau.

- Các pipet cỡ khác nhau.

2.3. Hóa chất và thuốc thử:

- Nitro benzen ($C_6H_5NO_2$), cấp thuốc thử.
- Ethanol (C_2H_5OH), cấp sắc ký.
- Acid sulfuric (H_2SO_4), cấp thuốc thử, 0,26N. Pha loãng 1,5ml dung dịch H_2SO_4 36N đến 200mL với nước khử ion.
- Dung dịch chuẩn gốc nitro benzen, 120,3mg/mL. Pha loãng 1mL nitro benzen đến 10mL với ethanol.
- Heli, đã tinh khiết.
- Khí hydro, tinh khiết.
- Không khí đã nén, lọc.

Chú ý: Nitrobenzen có tác dụng hiệp đồng về độc tính với anilin (là chất độc có nguy cơ gây ung thư) và o-toluidine. Ethanol là chất dễ cháy nổ. Thao tác với các chất này trong tủ hút.

2.4. Các bước tiến hành

2.4.1. Lấy mẫu

- Lắp ráp bộ lấy mẫu. Gắn bộ lọc casset với ống hấp thụ và bơm lấy mẫu bằng ống mềm.
- Lấy mẫu ở lưu lượng 0,2L/phút, tổng thể tích lấy mẫu 5 – 50L.

2.4.2. Điều kiện sắc ký

- Nhiệt độ buồng bơm mẫu: 250°C.
- Nhiệt độ detector: 300°C.
- Nhiệt độ cột tách: 35°C tới 150°C (8°C/phút).
- Thể tích bơm mẫu: 1 μ L.
- Lưu lượng khí mang heli: 2,4mL/phút.
- Cột mao quản, 30m, đường kính trong ID 0,32mm, fim 1 μ m, (Rtx hoặc tương đương).
- Giải hấp: 2mL ethanol.

2.4.3. Xây dựng đường chuẩn và kiểm soát chất lượng

- Dung dịch chuẩn của nitro benzen, trong ethanol.
- Chuẩn hàng ngày với ít nhất sáu nồng độ chuẩn làm việc trên giới hạn quan tâm.
 - a. Thêm một lượng đã biết của dung dịch chuẩn gốc vào ethanol trong bình định mức 10mL và pha loãng tới vạch.
 - b. Phân tích cùng với mẫu thử và mẫu trắng.
 - c. Chuẩn bị đồ thị chuẩn (của diện tích pic với lượng μg nitrobenzen).
 - Xác định độ thu hồi (R) ít nhất một lần cho mỗi lô các bộ lọc sợi thủy tinh và hiệu quả giải hấp (DE) cho từng lô ống hấp thụ silicagel dùng để lấy mẫu trong giới hạn chuẩn.
 - a. Chuẩn bị ba bộ lấy mẫu tại mỗi 6 mức cộng với ba mẫu trắng.
 - b. Tiêm một lượng đã biết của dung dịch chuẩn gốc, trực tiếp lên bộ lọc sợi thủy tinh 37mm đã xử lý acid sulfuric và lên phần chất hấp thụ phía trước của mỗi ống silicagel.
 - c. Cho phép các bộ lọc và các ống để cân bằng không khí trong vài phút, sau đó đậy nắp các đầu của ống và casset và để qua đêm.
 - d. Giải hấp và phân tích cùng với các chuẩn làm việc.
 - e. Chuẩn bị đồ thị của R và DE (hiệu quả giải hấp) với μg nitro benzen đã thu hồi.
 - Phân tích 3 mẫu mù kiểm soát chất lượng và 3 mẫu chuẩn phân tích để đảm bảo rằng đồ thị chuẩn R, và đồ thị hiệu quả giải hấp ở trong kiểm soát.

2.4.4. Phân tích mẫu

- Đặt các phần hấp phụ phía trước (bao gồm cả nút bông thủy tinh) và phía sau của mỗi ống lấy mẫu trong các lọ 4mL riêng biệt. Loại bỏ nút xốp. Tháo bộ lọc sợi thủy tinh từ casset và đặt trong lọ 4mL.
 - Thêm 2mL ethanol tới mỗi lọ và đóng nắp.
 - Đặt các lọ trong bể lắc siêu âm 60 phút để trợ giúp giải hấp.
 - Chuyển 1mL mẫu lỏng đến lọ tiêm mẫu tự động và gắn nắp.

- Đặt chế độ máy sắc ký khí như mục 2.4.2. *Điều kiện sắc ký*. Tiêm 1 μ L phần mẫu bằng tay sử dụng kỹ thuật đẩy dung môi hoặc với tiêm mẫu tự động.

Chú ý: Nếu diện tích pic vượt trên giới hạn tuyến tính của các chuẩn làm việc, pha loãng với ethanol, phân tích lại và áp dụng hệ số pha loãng thích hợp trong tính toán.

- Đo diện tích pic.

2.5. Tính toán kết quả

- Xác định khối lượng, μ g (đã hiệu chỉnh R độ thu hồi) của nitro benzen đã tìm được trên bộ lọc sợi thủy tinh (W_{Fil}) mẫu thử và bộ lọc sợi thủy tinh (B_{Fil}) mẫu trắng.

Tính nồng độ, C_{Fil} , của nitro benzen trong thể tích không khí đã lấy mẫu, V (L):

$$C_{Fil} = \frac{(W_{Fil} - B_{Fil})}{V}, \text{ (mg/m}^3\text{)}$$

Trong đó:

C_{Fil} : Nồng độ nitro benzen trong không khí đã lấy mẫu (mg/m^3).

W_{Fil} : Khối lượng nitro benzen đã tìm được trên bộ lọc sợi thủy tinh mẫu thử (μ g).

B_{Fil} : Khối lượng nitro benzen đã tìm được trên bộ lọc sợi thủy tinh mẫu trắng (μ g).

V : Thể tích không khí đã lấy mẫu, V (L).

Chú ý: Sử dụng công thức này để tính toán với mẫu lau và bám trên da, nếu thu thập được.

- Xác định khối lượng, μ g (đã hiệu chỉnh DE xác định hiệu quả giải hấp) của nitro benzen đã tìm được trong phần silicagel phía trước ống mẫu (W_f) và phía sau ống mẫu (W_b) và trung bình phần hấp phụ mẫu trắng phía trước ống (B_f) và phía sau ống (B_b).

Ghi chú: Nếu $W_b > W_f/10$, thông tin rằng có sự quá tải ống lấy mẫu và có thể mất mẫu.

Tính nồng độ C_{SG} , của nitro benzen trong thể tích không khí đã lấy mẫu, V (L):

$$C_{SG} = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V}, \text{ (mg/m}^3\text{)}$$

Trong đó:

C_{SG} : Nồng độ nitro benzen trong không khí (mg/m³). (Trường hợp sử dụng ống hấp phụ bằng silicagel).

W_f : Khối lượng của nitro benzen trong phần silicagel phía trước ống mẫu (μg).

W_b : Khối lượng của nitro benzen trong phần silicagel phía sau ống mẫu (μg).

B_f : Khối lượng của nitro benzen trung bình trong phần silicagel phía trước ống mẫu trắng (μg).

B_b : Khối lượng của nitro benzen trung bình trong phần silicagel phía sau ống mẫu trắng (μg).

Ghi chú: SG: silicagel.

Phụ lục 40**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH NITROTOLUEN ($\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{NO}_2$) –
PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ KHÍ**

(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)

1. Nguyên lý

Nitrotoluen trong không khí được hấp phụ vào trong ống hấp phụ rắn silicagen. Sau đó mẫu được giải hấp bằng dung môi thích hợp rồi bơm lên hệ thống sắc ký khí theo một chương trình nhiệt độ lò cột phù hợp. Quá trình rửa giải mẫu phân tích ra khỏi cột tách được phát hiện bằng detector FID, tín hiệu được ghi lại bằng sắc ký đồ. Trên cơ sở độ lớn của diện tích hay chiều cao pic của mẫu thử và chuẩn, thể tích mẫu không khí đã lấy, tính được nồng độ nitrotoluen có trong mẫu khí đem phân tích.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ:**

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 0,01 - 1L/phút.
- Đầu lấy mẫu (ống than hoạt tính): Dài 7cm, đường kính ngoài (OD) 6mm, đường kính trong (ID) 4mm, hai đầu hàn kín, có chứa hai phần than hoạt (trước: 100mg; sau: 50mg) ngăn cách bởi một nút xốp urethane 2mm. Một nút bông thủy tinh silylated ở phần đầu và nút xốp urethane 3mm ở phần đầu sau của ống than. Các ống này có bán sẵn.
- Máy sắc ký khí, FID, máy tính và cột sắc ký.
- Lọ 2mL cho tiêm mẫu tự động, bằng thủy tinh, nắp ép có lót màng ngăn PTFE.
- Bình định mức 10mL.
- Pipet 5mL và 3mL với quả bóp pipet.
- Xy lanh 10 μ L, 100 μ L, và 1mL.
- Bể siêu âm.

2.3. Hóa chất và thuốc thử:

- Methanol (CH_3OH), tinh khiết phân tích GC.

- Các đồng phân o-, m-, p- nitrotoluen [$C_6H_4(CH_3)NO_2$], tinh khiết phân tích.
- Dung dịch chuẩn gốc, 500 μ g/mL. Chuẩn bị chất phân tích trong methanol.
- Khí heli, tinh khiết phân tích.
- Khí hydro, tinh khiết phân tích.
- Không khí đã nén, lọc.

Chú ý: Những chất phân tích là những chất độc và kích ứng mạnh. Tránh tiếp xúc với mắt, da bằng cách đeo kính bảo vệ mắt, găng tay chịu hóa chất và mặc áo choàng phòng thí nghiệm.

2.4. Các bước tiến hành

2.4.1. Lấy mẫu

- Bỏ các đầu của ống lấy mẫu ngay trước khi lấy mẫu, cắm ống lấy mẫu vào ống mềm và nối với máy lấy mẫu.
- Lấy mẫu ở lưu lượng 0,01 - 0,02L/phút cho các đồng phân nitrotoluen, thể tích lấy mẫu 1 – 30L.
- Đậy nắp cả hai đầu của ống lấy mẫu và đóng gói an toàn để vận chuyển.

2.4.2. Điều kiện sắc ký

- Nhiệt độ buồng bơm mẫu: 250°C.
- Nhiệt độ detector: 300°C.
- Nhiệt độ cột tách: Nhiệt độ ban đầu 80°C giữ trong 1 phút, sau đó tăng dần tới 180°C với tốc độ tăng 8°C/phút và giữ trong 1 phút.
- Thể tích bơm mẫu: 1 μ L.
- Lưu lượng khí mang (He): 2,5 – 3mL/phút.
- Cột mao quản, kích thước 30m x 0,32mm ID phim μ m, pha liên kết diphenyl 5% /dimethyl polysiloxan 95%, Rtx® -5 Amin hoặc tương đương.
- Giải hấp: 1mL methanol trong bể lắc siêu âm khoảng 30 phút.

2.4.3. Xây dựng đường chuẩn

- Chất chuẩn pha trong methanol.

- Chuẩn hàng ngày với ít nhất sáu nồng độ chuẩn làm việc trong phạm vi phân tích của phương pháp. Nếu cần thiết, có thể thêm chuẩn để mở rộng đường chuẩn.

a. Thêm một lượng đã biết của chuẩn gốc vào methanol trong bình định mức 10 mL và pha loãng tới vạch.

b. Phân tích cùng với mẫu thử và mẫu trắng.

c. Chuẩn bị đồ thị chuẩn (của diện tích pic với lượng μg chất phân tích).

- Xác định hiệu quả giải hấp (DE) ít nhất một lần cho mỗi lô silicagel được sử dụng để lấy mẫu trong giới hạn chuẩn.

a. Chuẩn bị ba ống tại mỗi mức chuẩn cộng với ba mẫu trắng.

b. Tiêm một lượng đã biết của dung dịch chuẩn gốc trực tiếp lên phần chất hấp thụ phía trước của mỗi ống silicagel với một xy lanh microlit.

c. Để các ống cân bằng không khí trong một vài phút, sau đó đậy mũ các đầu của mỗi ống và để yên qua đêm.

d. Giải hấp và phân tích cùng với chuẩn và mẫu trắng.

e. Chuẩn bị đồ thị của DE (hiệu quả giải hấp) với μg chất phân tích đã thu hồi.

- Phân tích 3 mẫu mù spikes kiểm soát chất lượng và 3 mẫu phân tích spikes để đảm bảo rằng đồ thị chuẩn và đồ thị hiệu quả giải hấp ở trong kiểm soát.

2.4.4. Phân tích mẫu

- Đặt các phần hấp phụ phía trước (bao gồm cả nút bông thủy tinh) và phía sau của mỗi ống trong các lọ riêng biệt. Tháo bỏ các nút xốp.

- Thêm 1,0mL methanol tới mỗi lọ. Gắn nắp kẹp an toàn cho mỗi lọ.

- Cho phép giải hấp 30 phút trong bể lắc siêu âm.

- Đặt chế độ máy sắc ký khí như mục 2.4.2. *Điều kiện sắc ký*. Tiêm phần mẫu thử bằng tay sử dụng kỹ thuật đẩy dung môi hoặc với tiêm mẫu tự động.

Chú ý: Nếu diện tích pic vượt trên giới hạn tuyến tính của các chuẩn làm việc, pha loãng với methanol, phân tích lại và áp dụng hệ số pha loãng trong tính toán.

- Đo diện tích pic.

2.5. Tính toán kết quả

- Xác định khối lượng, mg (đã hiệu chỉnh xác định hiệu quả giải hấp) của nitrotoluen đã tìm được trong phần hấp phụ phía trước ống mẫu (W_t) và phía sau ống mẫu (W_b) và trung bình phần hấp phụ mẫu trắng phía trước ống (B_t) và phía sau ống (B_b).

Ghi chú: Nếu $W_b > W_t/10$, thông báo có sự quá tải ống lấy mẫu và có thể mất mẫu.

Tính nồng độ C, của nitrotoluen trong thể tích không khí đã lấy mẫu, V (L):

$$C = \frac{(W_t + W_b - B_t - B_b)}{V}, \text{ (mg/m}^3\text{)}.$$

Trong đó:

C: Nồng độ nitrotoluen trong không khí (mg/m^3).

W_t : Khối lượng của nitrotoluen trong phần silicagel hấp phụ phía trước ống mẫu (μg).

W_b : Khối lượng của nitrotoluen trong phần silicagel hấp phụ phía sau ống mẫu (μg).

B_t : Khối lượng trung bình của nitrotoluen phần hấp phụ mẫu trắng phía trước ống (μg).

B_b : Khối lượng trung bình của nitrotoluen phần hấp phụ mẫu trắng phía sau ống (μg).

V: Thể tích không khí lấy mẫu (L).

Phụ lục 41**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH PHENOL (C₆H₅OH) –
PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ KHÍ**

*(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)*

1. Nguyên lý

Phenol trong không khí được hấp phụ vào trong ống hấp phụ XAD-7. Sau đó mẫu được giải hấp bằng dung môi thích hợp rồi bơm lên hệ thống sắc ký khí theo một chương trình nhiệt độ lò cột phù hợp. Quá trình rửa giải mẫu phân tích ra khỏi cột tách được phát hiện bằng detector FID, tín hiệu được ghi lại bằng sắc ký đồ. Trên cơ sở độ lớn diện tích hay chiều cao pic của mẫu thử và chuẩn, thể tích mẫu không khí đã lấy, tính được nồng độ phenol có trong mẫu khí đem phân tích.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ:**

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 0,01 - 0,1L/phút.

- Đầu lấy mẫu (ống than hoạt tính): Dài 7cm, đường kính ngoài (OD) 6mm, đường kính trong (ID) 4mm, hai đầu hàn kín, có chứa hai phần than hoạt (trước: 100mg; sau: 50mg) ngăn cách bởi một nút xốp urethane 2mm. Một nút bông thủy tinh silylated ở phần đầu và nút xốp urethane 3mm ở phần đầu sau của ống than. Các ống này có bán sẵn.

- Máy sắc ký khí, FID, máy tính và cột sắc ký.

- Lọ thủy tinh 2mL, nắp ép có lót màng ngăn PTFE.

- Xy lanh 10 μ L, chia vạch tới 0,1 μ L.

- Pipet 1mL với quả bóp pipet.

- Bình định mức 10mL.

- Bể lắc siêu âm.

2.3. Hóa chất và thuốc thử:

- Methanol (CH₃OH), chất lượng sắc ký.

- n-Hexan [$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{CH}_3$].
- Dung dịch chuẩn gốc: 10,4mg/mL. Hòa tan 104mg phenol ($\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$) tới 10mL với n-hexan.
- Khí hydro, tinh khiết trước.
- Khí nitơ, tinh khiết.
- Không khí đã nén, lọc.

Chú ý: Phenol có thể gây bỏng, gây độc hại nếu hấp thụ qua da, đường hô hấp, tiêu hóa. Thao tác liên quan đến các hóa chất này phải được thực hiện trong tủ hút.

2.4. Các bước tiến hành

2.4.1. Lấy mẫu

- Bỏ các đầu của ống lấy mẫu ngay trước khi lấy mẫu. Gắn ống lấy mẫu tới bơm lấy mẫu bằng ống mềm.
- Lấy mẫu ở lưu lượng 0,01 - 0,1L/phút, tổng thể tích lấy mẫu 1 - 24L.
- Đậy ống lấy mẫu với các nắp bằng chất dẻo (không phải cao su) và đóng gói an toàn để vận chuyển.

2.4.2. Điều kiện sắc ký

- Máy sắc ký khí, FID.
- Nhiệt độ buồng bơm mẫu: 250°C.
- Nhiệt độ detector: 300°C.
- Nhiệt độ cột tách: Nhiệt độ ban đầu 160°C, sau đó tăng dần tới 225°C với tốc độ tăng 3°C/phút.
- Thể tích bơm mẫu: 1 μ L (Tỉ lệ chia 10:1).
- Lưu lượng khí mang He: 1mL/phút.
- Cột mao quản silica nung chảy Stabilwax DA, kích thước 30m x 0,32mm ID, bề dày phim 0,25mm hoặc cột tương đương.
- Giải hấp: 2mL methanol, lắc siêu âm.

2.4.3. Xây dựng đường chuẩn và kiểm soát chất lượng

- Dung dịch chuẩn phenol trong methanol.

- Chuẩn hàng ngày với ít nhất sáu chuẩn làm việc trên giới hạn 1 tới 800 μ g phenol mỗi mẫu.

a. Thêm một lượng đã biết của dung dịch chuẩn gốc vào methanol trong bình định mức 10mL và pha loãng tới vạch.

b. Phân tích cùng với mẫu thử và mẫu trắng.

c. Chuẩn bị đồ thị chuẩn (diện tích pic với lượng μ g phenol).

- Xác định hiệu quả giải hấp (DE) ít nhất một lần mỗi năm cho mỗi lô ống chất hấp phụ được sử dụng cho lấy mẫu trong giới hạn chuẩn. Chuẩn bị ba ống lấy mẫu tại mỗi 6 mức nồng độ cộng với ba mẫu trắng.

a. Chuyển và tháo bỏ phần chất hấp phụ phía sau của ống lấy mẫu trắng.

b. Tiêm một thể tích đã biết của dung dịch chuẩn gốc (phenol), trực tiếp lên phần chất hấp phụ phía trước của mỗi ống với Xy lanh microlit.

c. Đậy nắp ống và cho phép để yên qua đêm.

d. Giải hấp các mẫu và phân tích cùng với các chuẩn làm việc.

e. Chuẩn bị đồ thị của DE (hiệu quả giải hấp) với μ g phenol đã thu hồi.

- Phân tích 3 mẫu mù kiểm soát chất lượng và 3 mẫu phân tích để đảm bảo rằng đồ thị chuẩn và đồ thị hiệu quả giải hấp DE ở trong kiểm soát.

2.4.4. Phân tích mẫu

- Đặt các phần hấp phụ phía trước (cùng với nút bông thủy tinh phía trước) và phần hấp phụ phía sau của mỗi ống lấy mẫu trong các lọ riêng biệt. Tháo bỏ các nút bông thủy tinh ở giữa và phần sau ống.

- Thêm 2mL methanol tới mỗi lọ. Gắn nắp kẹp tới mỗi lọ.

- Lắc siêu âm 30 phút.

- Đặt chế độ máy sắc ký khí phù hợp với khuyến cáo của nhà sản xuất thiết bị và theo điều kiện như mục 2.4.2. *Điều kiện sắc ký.*

- Tiêm 1 μ L phần mẫu thử bằng tay sử dụng kỹ thuật đẩy dung môi hoặc với tiêm mẫu tự động.

Chú ý: Nếu diện tích pic vượt trên giới hạn tuyến tính của các chuẩn làm việc, pha loãng với methanol, phân tích lại và áp dụng hệ số pha loãng phù hợp trong tính toán.

- Đo diện tích pic.

2.5. Tính toán kết quả

- Xác định khối lượng, μg (đã hiệu chỉnh xác định hiệu quả giải hấp) của phenol đã tìm được trong phần hấp phụ phía trước ống mẫu (W_f) và phía sau ống mẫu (W_b) và trung bình phần hấp phụ mẫu trắng phía trước ống (B_f) và phía sau ống (B_b).

Ghi chú: Nếu $W_b > W_f/10$, thông báo rằng có sự xuyên thủng (quá tải) ống lấy mẫu và có thể mất mẫu.

Tính nồng độ C, của phenol trong thể tích không khí đã lấy mẫu, V (L):

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V}, \text{ (mg/m}^3\text{)}$$

Trong đó:

C: Nồng độ phenol trong không khí (mg/m^3).

W_f : Khối lượng của phenol trong phần hấp phụ phía trước ống mẫu (μg).

W_b : Khối lượng của phenol trong phần hấp phụ phía sau ống mẫu (μg).

B_f : Khối lượng trung bình của phenol phần hấp phụ mẫu trắng phía trước ống (μg).

B_b : Khối lượng trung bình của phenol phần hấp phụ mẫu trắng phía sau ống (μg).

V: Thể tích không khí lấy mẫu (L).

Phụ lục 42

**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH SELEN DIOXIDE (SeO₂) -
PHƯƠNG PHÁP PHỔ PHÁT XẠ NGUYÊN TỬ
PLASMA GHÉP ĐÔI CẢM ỨNG**

*(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)*

1. Nguyên lý

Lấy mẫu selen dioxide trong không khí bằng màng lọc ester cellulose. Sau đó phá huỷ mẫu bằng acid hydrochloric đặc và acid nitric đặc. Đo trên máy quang phổ phát xạ nguyên tử plasma ghép đôi cảm ứng (ICP-AES), ở bước sóng 196,09nm, song song đo mẫu chuẩn và mẫu trắng. Dựa vào độ phát xạ đo được của mẫu thử, các mẫu chuẩn, các mẫu trắng, thể tích không khí của mẫu thử và mẫu trắng, tính được nồng độ selen dioxide trong thể tích mẫu không khí đã lấy.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ**

- Đầu lấy mẫu: Màng lọc ester cellulose, kích thước lỗ lọc 0,8µm, đường kính 37mm, được giữ trong đầu lấy mẫu (casset).
- Máy lấy mẫu, lưu lượng 1 - 4L/phút.
- Máy quang phổ phát xạ nguyên tử plasma ghép đôi cảm ứng (ICP-AES) đi kèm những trang bị theo khuyến nghị của nhà sản xuất để phân tích selen dioxide.
- Cốc, lọ các loại có nắp đậy và các tấm đậy kiểu mặt kính đồng hồ.
- Bình định mức các loại.
- Pipet các loại.
- Bếp, nhiệt độ 95°C.
- Các loại kẹp dụng cụ.

2.3. Hóa chất và thuốc thử

- Acid nitric đặc (HNO_3), loại tinh khiết.
- Acid hydrochloric đặc (HCl), loại tinh khiết.
- Dung dịch HCl 5% - HNO_3 5%: Cho 600mL nước cất hai lần vào bình định mức 1L, thêm từ từ 50mL acid hydrochloric đặc và 50mL acid nitric đặc rồi thêm nước cất đến vạch định mức.
- Dung dịch chuẩn gốc 50 - 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$. Có thể dùng dung dịch chuẩn gốc bán sẵn hoặc hoà tan 1g selen dioxide trong dung dịch HCl 5% - HNO_3 5% rồi định mức tới 1L bằng chính dung dịch đó.
- Khí argon loại tinh khiết.
- Nước cất hai lần hoặc nước đã khử ion.

2.4. Các bước tiến hành

2.4.1. Lấy mẫu

- Lấy mẫu ở lưu lượng 1 - 4L/phút, tổng thể tích lấy mẫu 13 - 2000L. Lượng mẫu lấy không được vượt 2mg bụi vì có thể gây quá tải.

2.4.2. Điều kiện phân tích

- Kỹ thuật: Quang phổ phát xạ nguyên tử plasma.
- Chất phân tích: Selen dioxide.
- Hóa chất thử: 1,25mL HCl đặc và 1,25mL HNO_3 đặc.
- Dung dịch cuối: 25mL HCl 5% / HNO_3 5%.
- Bước sóng: 196,09nm.
- Dung dịch chuẩn: SeO_2 trong HCl 5% / HNO_3 5%.
- Khoảng đo: 1,6 - 50.000 μg mỗi mẫu.
- Giới hạn phát hiện ước tính: 0,021 $\mu\text{g}/\text{mL}$.

2.4.3. Chuẩn bị mẫu thử

- Mở đầu lấy mẫu, chuyển màng lọc của mẫu thử và mẫu trắng vào các cốc sạch 50mL.
- Thêm 1,25mL HCl đặc và đậy cốc bằng tấm đậy kiểu mặt kính đồng hồ. Đặt cốc trên tấm nhiệt hoặc bề mặt nóng rồi cài đặt nhiệt độ sao cho nhiệt bên trong dung dịch đạt 95°C và để trong 15 phút.

- Bỏ cốc ra khỏi bề mặt nóng rồi để nguội trong 5 phút. Bỏ tấm đậy trên miệng cốc, thêm 1,25mL HNO₃ đặc, đặt tấm đậy mới khác thay thế lên trên miệng cốc. Đặt cốc trên tấm nhiệt hoặc bề mặt nóng rồi cài đặt nhiệt độ sao cho nhiệt bên trong dung dịch đạt 95°C và để vậy trong 15 phút.

- Bỏ cốc ra khỏi bề mặt nóng rồi để nguội trong ít nhất 5 phút. Rửa và thu lại nước rửa gộp vào mẫu. Chuyển dung dịch vào bình định mức 25mL rồi định mức bằng nước cất hai lần đến vạch.

2.4.4. Hiệu chuẩn và kiểm soát chất lượng

- Hiệu chuẩn thiết bị theo khuyến nghị của nhà sản xuất.

- Sử dụng các mẫu chuẩn trong dung dịch HCl 5% : HNO₃ 5% để phân tích như phân tích mẫu.

- Phân tích một chuẩn sau mỗi lô 10 mẫu thử để kiểm tra thiết bị.

- Kiểm tra độ thu hồi với ít nhất 1 mẫu trắng có thêm chuẩn cho mỗi lô 10 mẫu thử.

2.4.5. Đo trên máy

- Cài đặt chế độ hoạt động của máy ICP-AES theo yêu cầu của nhà sản xuất và theo như mục 2.4.2 nêu trên.

- Phân tích mẫu chuẩn, mẫu thử và mẫu trắng. Ghi lại giá trị độ phát xạ do máy đọc được.

Chú ý: Nếu giá trị đo của mẫu thử vượt qua khoảng tuyến tính của các dung dịch chuẩn, tiến hành pha loãng dung dịch mẫu thử bằng dung dịch HCl 5% - HNO₃ 5%, phân tích lại và nhân với độ pha loãng khi tính toán kết quả .

2.5. Tính toán kết quả:

- Sử dụng độ phát xạ do máy đo được, tính toán nồng độ dung dịch tương ứng của selen dioxide trong mẫu thử C_s (µg/mL) và giá trị trung bình của mẫu trắng C_b (µg/mL) từ đường chuẩn.

- Sử dụng thể tích dung dịch của mẫu thử V_s (mL) và mẫu trắng V_b (mL), tính toán nồng độ C (mg/m³), của selen dioxide trong thể tích không khí đã lấy mẫu V (L):

$$C = \frac{(C_s \cdot V_s - C_b \cdot V_b)}{V} \quad (\text{mg/m}^3)$$

Trong đó:

C: Nồng độ selen dioxide trong không khí (mg/m^3).

C_s : Nồng độ selen dioxide trong mẫu thử ($\mu\text{g}/\text{mL}$).

C_b : Nồng độ selen dioxide trung bình trong mẫu trắng ($\mu\text{g}/\text{mL}$).

V_s : Thể tích dung dịch mẫu thử (mL).

V_b : Thể tích dung dịch mẫu trắng (mL).

V: Thể tích không khí lấy mẫu (L).

Phụ lục 43**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH SELEN (Se) VÀ CÁC HỢP CHẤT –
PHƯƠNG PHÁP KHỐI PHỔ PLASMA CẢM ỨNG (ICP-MS)**

*(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)*

1. Nguyên lý

ICP-MS là kỹ thuật phân tích các nguyên tố vô cơ, dựa trên nguyên tắc ghi đo phổ theo khối lượng (m/z).

Mẫu được ion hóa thành ion (+) trong nguồn Plasma nhiệt độ cao. Sau đó dòng ion này được hướng đi vào thiết bị tách ion (+), loại bỏ phần lớn các phân tử trung hòa và các photon.

Dòng ion tiếp tục được hướng vào thiết bị tách các ion cản trở - ion đa nguyên tử (polyatomic) bằng cơ chế va đập suy giảm năng lượng.

Các ion còn lại sẽ di chuyển tiếp vào bộ phân tách khối theo m/z , tách khối từ 2 - 250amu và các khối này được ghi nhận lại bởi detector gồm các diod quang.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ:**

- Máy lấy mẫu không khí, lưu lượng 1 – 4L/phút.
- Đầu lấy mẫu: Casset có chứa giấy lọc, đường kính 37mm.
- Bình định mức 10mL, 25mL, 100mL.
- Pipet 1mL, 5mL, 10mL.
- Ống đong 250mL
- Lọ thủy tinh 2mL.
- Cân phân tích, độ chính xác 0,1mg.
- Máy quang phổ plasma cảm ứng kết nối khối phổ (ICP-MS).

2.3. Hóa chất và thuốc thử:

- HNO₃, tinh khiết phân tích.

- HClO₄, tinh khiết phân tích.
- Hỗn hợp acid (4:1 theo tt/tt) của HNO₃: HClO₄
- Dung dịch chuẩn gốc của Se (seleni): 1000µg/mL
- Dung dịch pha loãng: HNO₃ 4% và HClO₄ 1%. Thêm 50mL hỗn hợp dung dịch trên vào 600mL nước cất, định mức vào bình định mức 1L.
- Giấy lọc ester cellulose (0,8µm).
- Khí argon, tinh khiết.
- Nước cất.

2.4. Các bước tiến hành

2.4.1. Lấy mẫu

Lắp giấy lọc vào đầu casset, nối vào đầu máy lấy mẫu, lưu lượng lấy mẫu 1 - 4 L/ phút, thể tích lấy mẫu 13 – 2000L.

2.4.2. Chuẩn bị mẫu

- Mở casset và chuyển giấy lọc có chứa mẫu cần phân tích vào một chén chịu nhiệt. Thêm 5mL hỗn hợp dung dịch HNO₃ : HClO₄ (4:1) để yên ở nhiệt độ phòng 30 phút, sau đó đem cô cạn ở nhiệt độ 120°C cho đến khi còn lại 0,5mL dung dịch.

- Thêm 2mL hỗn hợp dung dịch HNO₃ : HClO₄ (4:1) và vẫn đun trên nhiệt độ 120°C cho đến khi cạn dung dịch trong cốc.

- Rửa toàn bộ cạn mẫu sang một cốc thủy tinh khác bằng nước cất, sau đó tăng nhiệt độ lên 150°C cho đến khi cô cạn còn lại khoảng 0,5mL dung dịch.

- Hòa tan cạn trong 2 - 3mL dung dịch pha loãng, sau đó chuyển vào bình định mức 25mL, pha loãng đến vạch bằng dung dịch pha loãng.

2.4.3. Lập đường chuẩn

Lập đường chuẩn ít nhất 6 điểm, với hàm lượng dao động trong khoảng từ 0 – 1000µg (0 – 200µg/mẫu) trong bình định mức 25mL bằng dung dịch HNO₃ 4% và HClO₄ 1%.

Làm đồng thời mẫu trắng.

2.4.4. Phân tích

Mẫu cần phân tích và mẫu chuẩn đem phân tích trên máy ICP.

2.5. Tính toán kết quả

Nồng độ selen (Se) và các hợp chất được tính theo công thức:

$$C = \frac{M}{V}$$

Trong đó:

- C: Nồng độ selen được xác định theo đường chuẩn (mg/m³).
- M: Hàm lượng selen (Se) và các hợp chất có trong mẫu (mg).
- V: Thể tích không khí lấy mẫu (m³).

Phụ lục 44**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH SULFUR DIOXIDE (SO₂) –
PHƯƠNG PHÁP SO MÀU**

*(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)*

1. Nguyên lý

Hơi sulfur dioxide được hấp thụ vào dung dịch natri tetrachloromercurat, tạo ra phức chất dichlorosulfitomercurat, thêm dung dịch acid sulfamic vào để phá hủy bất cứ ion nitrit nào được hình thành trong dung dịch natri tetrachloromercurat bằng nitơ monoxide có mặt trong mẫu khí. Tiếp tục cho tác dụng với thuốc thử p-rosanilin đã acid hoá bằng acid hydrochloric, với sự có mặt của formaldehyde, tạo thành acid p-rosanilin methyl sulfonic, có màu tím thẫm.

Xác định phổ hấp thụ của dung dịch mẫu ở bước sóng khoảng 550nm bằng cách dùng phổ quang kế thích hợp (hoặc máy so màu). Tính nồng độ khối lượng của sulfur dioxide bằng đồ thị chuẩn.

Phương pháp xác định chỉ giới hạn ở mức thấp nhất 0,01mg/L không khí.

2. Phương pháp xác định**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Trang thiết bị, dụng cụ:**

- Chai đựng dung dịch 500mL.
- Ống nghiệm đường kính 15mm, dài 160mm.
- Bình định mức 25, 50, 100, 500, 1000mL.
- Pipet 1mL, 2mL và 5mL có vạch.
- Buret 25, 50mL.
- Pipet 1µl - 5000µL.
- Máy lấy mẫu, lưu lượng 0,5 - 1L/phút.
- Máy quang kế có bước sóng 550nm hoặc máy UV-VIS, công dày 1cm.

- Bình hấp thụ kiểu Gelman, dung tích 25mL. Hiệu suất hấp thụ của bình hấp thụ sulfur dioxide phải được xác định trước khi dùng và phải đạt ít nhất là 0,95.

- Bình polyetylen, dung tích 100mL để chuyển vận các dung dịch hấp thụ tới phòng thí nghiệm.

- Cân phân tích độ chính xác 0,1mg.

2.3. Hoá chất, thuốc thử:

2.3.1. Hóa chất

- Thủy ngân II chloride (HgCl_2).

- Kali chloride (KCl) hoặc natri chloride (NaCl).

- Muối dinatri dihydrat của acid ethylen dinitrotetra acetic, $[(\text{HOCOCH}_2)_2\text{N}(\text{CH}_2)_2\text{N}(\text{CH}_2\text{COONa})_2.2\text{H}_2\text{O}]$ EDTA.

- Natri sulfit khan ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$).

- Iod.

- Tinh bột tan.

- P-rosanilin hydrochloride $\{[(\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_4)_3\text{C}]\text{Cl}\}$ (PRA).

- Acid hydrochloric (HCl).

- N-butanol $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{OH}]$.

- Acid phosphoric (H_3PO_4).

- Formaldehyde (HCHO).

- Acid sulfamic ($\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$).

- Natri disulfit hay natri metabisulfit ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$).

2.3.2. Chuẩn bị dung dịch thử

2.3.2.1. Dung dịch hấp thụ:

Hoà tan 10,9g thủy ngân II chloride và 4,7g natri chloride; 0,07g muối dinatri dihydrat của acid ethylen dinitrotetra acetic, $[(\text{HOCOCH}_2)_2\text{N}(\text{CH}_2)_2\text{N}(\text{CH}_2\text{COONa})_2.2\text{H}_2\text{O}]$ EDTA trong 1L nước cất.

2.3.2.2. Natri disulfit, dung dịch 0,012g/L.

2.3.2.2.1. Hoà tan 0,3g natri disulfit ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$) trong 500mL nước mới cất đã được loại khí, thí dụ bằng đun sôi và làm nguội đến nhiệt độ phòng.

Dung dịch này không bền.

Dung dịch này chứa khối lượng tương đương với 320 µg tới 400µg sulfur dioxide trên mL.

Xác định nồng độ khối lượng hiện tại của sulfur dioxide có mặt trong dung dịch, như được chỉ ra sau đây :

A. Thuốc thử

A1. Iod, dung dịch iod dự trữ - c(I₂) 0,05mol/L.

Cân 12,7g iod (I₂) vào trong cốc 250mL, cho thêm 40g kali iodide và 25mL nước, khuấy cho đến khi tan hoàn toàn và chuyển cả dung dịch vào bình định mức 1000mL. Thêm nước vào cho tới vạch.

A.2. Dung dịch iod (I₂) 0,005mol/L.

Pha loãng 50mL dung dịch dự trữ (A1) đến 500mL bằng nước cất.

A.3. Dung dịch chỉ thị hồ tinh bột 2g/L.

Nghiền 0,4g tinh bột tan và 0,002g thủy ngân iodide (HgI₂) để bảo quản, với một ít nước và cho thêm từ từ bột nhão vào 200mL nước sôi. Tiếp tục đun sôi cho đến khi dung dịch trở nên trong, làm nguội và chuyển vào chai có nút thủy tinh.

A.4. Dung dịch kali iodat (KIO₃) 3,0g/L: Kali iodat sấy ở 180°C trong 1 giờ, để nguội. Cân đúng 1,5g (chính xác tới 0,1mg), cho vào bình định mức dung tích 500mL và hòa tan nước tới vạch.

A.5. Acid hydrochloric 44g/L (3M).

Hoà 100mL acid hydrochloric đậm đặc 37% (khối lượng/thể tích) ($\rho \approx 1,19\text{g/mL}$) thành 1000mL.

A.6. Natri thiosulfat, dung dịch dự trữ c (Na₂S₂O₃.5H₂O) 0,1mol/L.

Hoà tan 25g natri thiosulfat pentahydrat trong 1L nước cất mới đun sôi và cho thêm 0,1g natri carbonat vào dung dịch.

Để yên dung dịch trong 1 ngày trước khi chuẩn như sau:

Dùng pipet hút 25mL dung dịch kali iodat (A.4) cho vào bình phản ứng (bình nón) 500mL. Thêm 1g kali iodid (KI) và 10mL acid hydrochloric (A.5). Đậy nút bình. Sau 5 phút, chuẩn độ bằng dung dịch natri thiosulfat cho tới màu vàng nhạt. Thêm 2mL hồ tinh bột (A.3) và chuẩn độ cho tới khi mất màu

xanh.

Tính nồng độ chất C_1 , biểu thị bằng mol/L, của dung dịch natri thiosulfat bằng sử dụng phương trình:

$$C_1 = \frac{m_2 \times 10^3 \times 0,1 \times 10}{V_3 \times 35,67} = \frac{1000.m_2}{35,67V_3}$$

Trong đó:

- m_2 là khối lượng tính bằng gam của kali iodat trong 25mL của dung dịch (A.4).
- V_3 là thể tích, tính bằng mL, của dung dịch natri thiosulfat đã dùng cho chuẩn độ.
- 35,67 là khối lượng phân tử tương đối của $(KIO_3)/6$.

A.7. Natri thiosulfat, dung dịch chuẩn c ($Na_2S_2O_3.5H_2O$) 0,01mol/L.

Hoà loãng 50 mL dung dịch gốc natri thiosulfat (A.6) vào 500mL nước và trộn đều.

Dung dịch không bền vững và cần được pha chế vào ngày sử dụng.

B. Quy trình xác định nồng độ khối lượng của sulfur dioxide, $\rho(SO_2)$ ($\mu\text{g/mL}$)

Để pha chế mẫu trắng, cho 25mL nước vào bình nón 500mL, sau đó dùng pipet hút 50mL dung dịch iod (A.2) cho vào bình nón thứ nhất. Hút 25mL dung dịch natri disulfit cho vào bình nón thứ hai và dùng pipet hút 50mL dung dịch iod (A.2) vào bình này. Đậy nút các bình nón và để cho phản ứng trong 5 phút.

Chuẩn độ hàm lượng của mỗi bình lần lượt với dung dịch natri thiosulfat (A.7) cho tới màu vàng nhạt. Cho thêm 5mL hồ tinh bột (A.3) và tiếp tục chuẩn độ cho tới khi mất màu xanh.

C. Biểu thị các kết quả

Tính nồng độ khối lượng của sulfur dioxide, $\rho(SO_2)$ được biểu thị bằng $\mu\text{g/mL}$, trong dung dịch natri disulfat bằng phương trình:

$$\rho(SO_2) = \frac{(V_4 - V_5).32,02.C_2}{V_6}$$

Trong đó:

- V_4 là thể tích của dung dịch natri thiosulfat (A.7) đã dùng để chuẩn độ dung dịch trắng (mL);
- V_5 là thể tích của natri thiosulfat đã dùng để chuẩn độ mẫu thử (mL);
- V_6 là thể tích của dung dịch natri disulfit đã dùng (mL);
- C_2 là nồng độ của natri thiosulfat trong dung dịch natri thiosulfat (A.7) (mol/L).
- 32,02 là khối lượng phân tử tương đối của $(SO_2)/2$.

Nồng độ sulfur dioxide trong dung dịch natri disulfit được tính bằng cách chia kết quả cho 50.

2.3.2.2.2. Ngay sau khi xác định nồng độ khối lượng hiện tại của sulfur dioxide có mặt trong dung dịch, dùng pipet lấy 2,0mL dung dịch đó cho vào bình định mức dung tích 100mL. Thêm dung dịch hấp thụ vào bình cho tới vạch và trộn đều. (Dung dịch chuẩn này để pha dãy chuẩn)

Dung dịch này ổn định trong 30 ngày nếu giữ ở nhiệt độ 5°C, hoặc chỉ một ngày nếu ở nhiệt độ trong phòng.

2.3.2.3. Dung dịch acid phosphoric 3M:

Lấy 205mL dung dịch H_3PO_4 85%, định mức bằng nước cất trong bình 1000mL. Thêm nước cất tới vạch và lắc đều.

2.3.2.4. Dung dịch p-rosanilin:

- Dung dịch gốc:

Cân 0,06g p-rosanilin, thêm vào 25mL acid hydrochloric đặc ($d = 1,18$) pha loãng bằng nước cất vừa đủ 100mL.

- Dung dịch p-rosanilin phân tích:

Tinh chế: Lấy 50mL dung dịch p-rosanilin gốc cho vào bình chiết và lắc với n-butanol (đã acid hoá bằng HCl 3N), chiết lấy phần màu: 2 lần đầu, mỗi lần 20mL và nhiều lần sau, mỗi lần 10mL n-butanol đã acid hoá đến thật mất màu. Lọc dung dịch qua bông thủy tinh. Pha chế: dung dịch p-rosanilin phân tích pha theo tỷ lệ thể tích như sau:

Dung dịch p-rosanilin tinh chế /acid phosphoric 3M /nước cất = 1/1/3.

2.3.2.5. Dung dịch formaldehyde 0,2%:

Lấy 2,5mL formaldehyde 37 - 40% (khối lượng/thể tích) pha vào 500mL nước cất, pha trước khi dùng.

2.3.2.6. Dung dịch acid sulfamic 6g/L:

Hoà tan 0,6g acid sulfamic (NH₂SO₃H) trong 100mL nước. Dung dịch này ổn định được vài ngày, nếu tránh được không khí.

2.4. Lấy mẫu, bảo quản và vận chuyển mẫu

- *Lấy mẫu:*

Lấy hai ống hấp thụ kiểu Gelman mắc nối tiếp, mỗi ống cho 10mL dung dịch hấp thụ, hút không khí có sulfur dioxide qua với lưu lượng 0,5 - 1L/phút. Thể tích không khí lấy mẫu 20 – 30L.

- *Bảo quản:*

Chuyển dung dịch trong ống hấp thụ đã hấp thụ hơi sulfur dioxide (SO₂) vào lọ thủy tinh có nắp xoáy sạch dung tích 25mL hoặc 50mL, vặn nắp chặt. Bảo quản nơi mát, tránh đổ vỡ. Nếu chưa phân tích ngay được thì nên bảo quản mẫu trong ngăn mát tủ lạnh, ở nhiệt độ 4 - 8°C..

2.5. Các bước tiến hành:

- *Pha thang mẫu chuẩn:*

Lấy 5 bình định mức 25mL, tiến hành theo thứ tự trong bảng:

Số bình	0	1	2	3	4
Dung dịch (mL)					
Dung dịch tiêu chuẩn (2.3.2.2.2), mL	0	1,0	2,0	3,0	4,0
Dung dịch hấp thụ, mL	10	9	8	7	6
Acid sulfamic(2.3.2.6), mL, giữ 10 phút	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Dung dịch formaldehyde (2.3.2.5), mL	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
Dung dịch p-rosanilin phân tích (2.3.2.4), mL	4,0	4,0	4,0	4,0	4,0
Thêm nước cất đun sôi để nguội, mL, tới vạch của bình định mức	7,0	7,0	7,0	7,0	7,0

Lắc đều, để yên sau 30 phút đến 60 phút. Đo trên máy quang phổ UV-VIS ở bước sóng 550nm.

- Phân tích mẫu thử:

Lấy dung dịch hấp thụ ở hai ống. Lấy ra 5mL của từng ống hấp thụ để phân tích.

Sau khi lấy mẫu, để ít nhất trong 20 phút cho ozon đã bị lọt vào sẽ được phân hủy.

Lấy 5mL dung dịch đã hấp thụ cho vào bình định mức 25mL (Thực hiện đầy đủ các bước giống như **Pha thang mẫu chuẩn**). Thêm 5mL dung dịch hấp thụ, thêm các dung dịch formaldehyd, dung dịch p-rosanilin phân tích, nước cất như trong bảng. Lắc đều.

Sau 30 phút đến 60 phút, đo trên máy quang phổ UV-VIS với bước sóng 550nm.

2.6. Tính kết quả

Lập đường chuẩn $y = ax + b$

- y: Độ hấp thụ (Abs) của dung dịch chuẩn.

- x: Khối lượng của sulfur dioxide (μg) trong dung dịch chuẩn.

Hiệu chỉnh các giá trị hấp thụ của dung dịch trắng. Lập đồ thị hấp thụ của mỗi dung dịch theo khối lượng của sulfur dioxide, tính bằng microgam, trong mẫu khí mà nó đã được lấy. Tính hệ số chuẩn f (nghịch đảo của độ dốc a) để dùng trong khi tính toán kết quả.

Tính khối lượng của sulfur dioxide $X_{(\text{SO}_2)}$ trong bình mẫu thử, biểu thị bằng microgam, bằng biểu thức dựa trên đường chuẩn:

$$X = f \cdot (A_s - A_b)$$

Trong đó:

- f là hệ số chuẩn.

- A_s là độ hấp thụ của dung dịch mẫu.

- A_b là độ hấp thụ của mẫu trắng.

Nồng độ sulfur dioxide trong không khí được tính theo công thức sau:

$$C = \frac{X \cdot b}{v \cdot V_0}$$

Trong đó:

- C: Nồng độ sulfur dioxide trong không khí ($\mu\text{g/L}$ hay mg/m^3).
- X: Hàm lượng sulfur dioxide trong bình mẫu thử tính theo đường chuẩn (μg).
- b: Tổng thể tích dung dịch hấp thụ (mL).
- v: Thể tích dung dịch hấp thụ lấy ra phân tích (mL).
- V_0 : Thể tích không khí lấy mẫu quy về điều kiện tiêu chuẩn (L).

Lưu ý:

- Tính nồng độ sulfur dioxide trong không khí theo 2 ống Gelman riêng biệt như khi lấy mẫu mắc nối tiếp. Trên cơ sở đó tính hiệu suất hấp thụ của ống Gelman thứ nhất và phải đạt ít nhất là 0,95.

- Nồng độ sulfur dioxide trong không khí mg/m^3 sẽ bằng tổng nồng độ sulfur dioxide tính theo ống Gelman thứ nhất và ống Gelman thứ hai.

Phụ lục 45

**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH TOLUEN ($C_6H_5CH_3$) -
PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ KHÍ**

*(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)*

1. Nguyên lý

Toluen trong không khí được hấp thụ vào trong ống than hoạt tính chuyên dụng. Sau đó mẫu được giải hấp bằng dung môi thích hợp rồi bơm lên hệ thống sắc ký khí theo một chương trình nhiệt độ lò cột phù hợp. Quá trình rửa giải mẫu phân tích ra khỏi cột tách được phát hiện bằng detector FID, tín hiệu được ghi lại bằng sắc ký đồ. Trên cơ sở độ lớn của diện tích hay chiều cao pic của mẫu thử và chuẩn, thể tích không khí mẫu đã lấy, tính được nồng độ toluen trong mẫu phân tích.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ:**

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 0,01 - 1L/phút.
- Đầu lấy mẫu (ống than hoạt tính): Dài 7cm, đường kính ngoài (OD) 6mm, đường kính trong (ID) 4mm, đầu hàn kín, có chứa hai phần của than hoạt (trước: 100mg; sau: 50mg) ngăn cách bởi một nút xốp urethane 2mm. Một nút bông thủy tinh silylated ở phần đầu trước và nút xốp urethane 3 mm ở phần đầu sau. Hiện có bán sẵn các ống lấy mẫu này.
- Bình định mức 10mL, 100mL.
- Pipet 1mL, 5mL, 10mL.
- Xy lanh 10 μ L và 25 μ L.
- Ống đong 1L.
- Lọ thủy tinh 2mL.
- Cân phân tích, độ chính xác 0,1mg.
- Máy sắc ký khí, detector FID, cột sắc ký.

2.3. Hóa chất và thuốc thử:

- Carbon disulfide (CS₂), tinh khiết phân tích.
- Khí nitơ, cấp độ tinh khiết.
- Khí hydro, cấp độ tinh khiết.
- Khí heli, cấp độ tinh khiết.
- Dung dịch chuẩn toluen gốc: Hoà tan 100mg của chuẩn gốc toluen trong carbon disulfide, định mức đến 100mL: 1000mg/L.
- Dung dịch chuẩn toluen nồng độ trung gian: Pha loãng 1mL dung dịch chuẩn toluen gốc thành 100mL bằng carbon disulfide (CS₂): 10mg/L, bảo quản trong tủ lạnh. Từ dung dịch này pha loãng thành các dung dịch có nồng độ thấp để lập đường chuẩn. Chuẩn bị dãy dung dịch chuẩn trước khi phân tích có các nồng độ 5; 10; 20; 30; 40; 50; 60µg/L.

2.4. Các bước tiến hành

2.4.1. Lấy mẫu

- Bẻ gãy hai đầu ống than hoạt ngay trước khi lấy mẫu, cắm ống than theo chiều mũi tên ký hiệu trên ống than vào máy lấy mẫu và bật máy.
- Lưu lượng lấy mẫu 0,2L/phút, tổng thể tích lấy mẫu 1 - 8L.

2.4.2. Điều kiện sắc ký

- Nhiệt độ buồng bơm mẫu: 240°C.
- Thể tích bơm mẫu: 5µL.
- Nhiệt độ cột tách: Nhiệt độ ban đầu 40°C giữ trong 5 phút, sau đó tăng dần với tốc độ tăng 20°C/phút đến nhiệt độ 200°C và giữ trong 1 phút.
- Lưu lượng khí mang (He): 1mL/phút.
- Nhiệt độ detector: 280°C.
- Lưu lượng nitơ bổ trợ: 30mL/phút.

2.4.3. Xây dựng đường chuẩn

Dựng đường chuẩn toluen cần phân tích bằng cách bơm dãy dung dịch chuẩn toluen nồng độ trung gian đã chuẩn bị lên máy GC/FID với các thông số kỹ thuật (2.4.2).

Dựa vào nồng độ chuẩn và diện tích pic (hoặc chiều cao pic) của chuẩn toluen, xác định được phương trình hồi quy $y = ax + b$ và hệ số tương quan r (giữa nồng độ chuẩn và diện tích pic chuẩn).

2.4.4. Phân tích mẫu

Chuyển phần than hoạt tính trong ống than hoạt tính dùng để lấy mẫu vào lọ thủy tinh 2mL. Thêm 1mL (V_E) carbon disulfide vào lọ. Để giải hấp ít nhất 30 phút. Sau đó bơm mẫu trên GC/FID.

2.5. Tính toán kết quả

Nồng độ toluen (X) trong không khí được tính theo công thức:

$$X = X_o \cdot V_E / m \cdot P$$

Trong đó:

- X: Nồng độ toluen trong không khí.
- X_o : Nồng độ được xác định theo đường chuẩn ($\mu\text{g/L}$).
- V_E : Phần mẫu thử thu được (dung dịch giải hấp) (L).
- m: Thể tích không khí đã lấy (L).
- P: Độ tinh khiết của chất chuẩn (%).

Phụ lục 46**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH 2,4,6 - TRINITROTOLUEN (TNT) -
PHƯƠNG PHÁP SO MÀU**

(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)

1. Nguyên lý

Dung dịch TNT trong cồn hoặc aceton tác dụng với kiềm tạo thành một phức chất màu tím. Dựa trên phản ứng này, có thể định lượng TNT theo phương pháp so màu.

Tuy vậy, phương pháp này không đặc hiệu. Các hợp chất polynitro của nhân thơm cũng gây trở ngại.

Độ nhạy của phương pháp là 1µg trong 5mL dung dịch phân tích.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ:**

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 1 - 2L/phút; ống hấp thụ xốp (2 chiếc).
- Pipet các loại.
- Ống nghiệm, ống so màu.

2.3. Hóa chất và thuốc thử:

- Ethanol (C₂H₅OH) 96%.
- Dung dịch NaOH 5%, KOH 5%.
- Dung dịch tiêu chuẩn TNT [C₆H₂(NO₂)₃CH₃]: pha trong cồn để được dung dịch 0,1mg TNT/1mL.

2.4. Các bước tiến hành**2.4.1. Lấy mẫu**

- Mắc nối tiếp hai ống hấp thụ xốp, trong mỗi ống cho 20mL dung dịch hấp thụ cồn 96%. Hút không khí với lưu lượng 1 - 2L/phút. Lấy từ 30 – 50L không khí. Dồn hai ống hấp thụ làm một để đem về phân tích.

2.4.2. Phân tích mẫu

- Lấy 5 mL dung dịch đã lấy mẫu TNT đem làm song song cùng thang mẫu theo bảng sau:

Ống số Dung dịch (mL)	0	1	2	3	4	5	6	7
Dung dịch tiêu chuẩn TNT.	0	0,01	0,03	0,05	0,07	0,09	0,10	0,20
Còn 96%	5	4,99	4,97	4,95	4,93	4,91	4,90	4,80
Dung dịch NaOH 5%	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
Hàm lượng TNT (µg)	0	1	3	5	7	9	10	20

Sau đó, lắc đều các ống nghiệm (cả ống mẫu). Để 10 phút rồi đem so màu.

2.5. Tính toán kết quả

Nồng độ TNT trong không khí tính theo công thức sau:

$$C = \frac{a \cdot b}{v \cdot V_0}$$

Trong đó:

- C: Nồng độ TNT trong không khí (µg/L).
- a: Hàm lượng TNT tương đương với thang mẫu (µg).
- b: Tổng thể tích dung dịch hấp thụ mẫu (mL).
- v: Thể tích dung dịch dung dịch hấp thụ mẫu lấy ra phân tích (mL).
- V₀: Thể tích không khí lấy mẫu quy về điều kiện tiêu chuẩn (L).

Phụ lục 47

**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH VINYL CHLORIDE (C₂H₃Cl) -
PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ KHÍ**

(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)

1. Nguyên lý

Vinyl chloride trong không khí được hấp phụ vào trong ống than hoạt tính. Sau đó mẫu được giải hấp bằng dung môi thích hợp rồi bơm lên hệ thống sắc ký khí theo một chương trình nhiệt độ lò cột phù hợp. Quá trình rửa giải mẫu phân tích ra khỏi cột tách được phát hiện bằng detector FID, tín hiệu được ghi lại bằng sắc ký đồ. Trên cơ sở độ lớn của diện tích hay chiều cao pic của mẫu thử và chuẩn, thể tích mẫu không khí đã lấy, tính được nồng độ chloride có trong mẫu khí đem phân tích.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ:**

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 0,05L/phút.

- Đầu lấy mẫu (ống than hoạt): 2 ống than hoạt nối tiếp, dài 7cm, đường kính ngoài (OD) 6mm, đường kính trong (ID) 4mm, hai đầu hàn kín, mỗi ống chứa 150mg than hoạt (trước: 100mg; sau: 50mg). Một nút bông thủy tinh silylated ở phần đầu ống than hoạt và nút xốp urethan 3mm ở đầu sau ống than hoạt.

Ghi chú: Có thể được sử dụng cặp ống than hoạt có 2 phần (100 mg/50 mg).

- Máy sắc ký khí, FID, máy tính và cột sắc ký.

- Lọ 2mL bằng thủy tinh, nắp ép và có lót màng ngăn PTFE.

- Bình định mức 10mL với nút polyethylen.

- Pipet 1mL, chia vạch 0,1mL; 2 và 5mL với quả bóp pipet.

- Túi lấy mẫu khí, Tedlar, 10L.

- Xy lanh khí với van kín khí 0,1 và 1mL.

- Micro pipet 10µL, chia vạch 0,1µL.

2.3. Hóa chất và thuốc thử:

- Carbon disulfide (CS₂), tinh khiết phân tích, chất lượng sắc ký.
- Vinyl chloride (H₂C=CHCl), 99,9% trong chai lecture đã lắp van với vách ngăn.
- Dung dịch chuẩn gốc 0,26mg/ml vinyl chloride trong CS₂.
 - + Nhúng đầu Xy lanh chứa 1mL khí vinyl chloride dưới bề mặt của 5mL CS₂ trong bình định mức 10mL.
 - + Mở van Xy lanh và kéo pít tông để hút CS₂ vào Xy lanh (khí vinyl chloride hòa tan, chân không sẽ hút CS₂ vào Xy lanh).
 - + Bơm dung dịch từ Xy lanh vào bình định mức. Rửa Xy lanh 2 lần với 1 phần 1mL CS₂ và thêm dịch rửa này vào bình định mức.
 - + Pha loãng đến vạch với CS₂.
- Khí heli, tinh khiết.
- Khí hydro, tinh khiết.
- Không khí đã nén, lọc.

Chú ý: Carbon disulfide là chất độc hại và dễ cháy nổ, cần thao tác trong tủ hút.

2.4. Các bước tiến hành

2.4.1. Lấy mẫu

- Bề các đầu của ống lấy mẫu ngay trước khi lấy mẫu. Gắn 2 ống lấy mẫu với các đầu hở với một đoạn ngắn của ống dẫn khí. Dán nhãn 1 ống lấy mẫu như ống ở phía sau và cắm ống phía sau vào đường ống dẫn khí mềm tới bơm lấy mẫu.
- Lấy mẫu ở lưu lượng 0,05L/phút, thời gian lấy mẫu 15 - 100 phút. Thể tích lấy mẫu 0,7 - 5L không khí. Không lấy nhiều hơn 5L không khí.
- Tách riêng ống thứ nhất và ống thứ 2, đậy nắp của mỗi ống lấy mẫu sau khi lấy mẫu.

2.4.2. Điều kiện sắc ký:

- Máy sắc ký khí, FID.
- Nhiệt độ buồng bơm mẫu: 230°C.

- Nhiệt độ detector: 230°C.
- Nhiệt độ cột: 60°C.
- Thể tích bơm mẫu: 5µL.
- Tốc độ khí mang (He): 40mL/phút.
- Cột thép không rỉ, kích thước 6,1m x 3,2mm, SE30 10% trên Chromosorb 80/100mesh W (AW-DMCS).
- Giải hấp: 1mL carbon disulfide, 30 phút.

2.4.3. Xây dựng đường chuẩn và kiểm soát chất lượng

- Dung dịch chuẩn vinyl chloride trong CS₂.
- Chuẩn với ít nhất sáu nồng độ chuẩn làm việc bao gồm phạm vi 0,2 - 200µg mỗi mẫu.

a. Thêm một lượng đã biết của dung dịch chuẩn gốc vào CS₂ trong bình định mức 10mL và pha loãng tới vạch, sử dụng dây pha loãng phù hợp.

Chú ý: Các dung dịch chuẩn làm việc có thể được lưu trữ ở -20°C ít nhất ba ngày.

b. Phân tích cùng với mẫu thử và mẫu trắng.

c. Chuẩn bị đồ thị chuẩn của diện tích pic với lượng (µg) vinyl chloride mỗi ống và diện tích pic với lượng (ng) mỗi lần tiêm.

- Xác định hiệu quả giải hấp (DE) ít nhất một lần cho mỗi lô than hoạt được sử dụng trong giới hạn chuẩn. Chuẩn bị ba ống cho từng mức nồng độ với ba mẫu trắng.

a. Chuẩn bị 3 mẫu khí vinyl chloride trong không khí bằng việc tiêm 0,01; 0,08; và 0,2mL khí vinyl chloride vào 10L không khí trong túi Tedlar. Nồng độ tạo thành là khoảng 2,6; 21; 52mg/m³.

b. Lấy mẫu khí theo hệ thống sau đây:

Nồng độ trong túi (mg/m ³)	Thể tích mẫu lấy (L)	Lượng vinyl chloride (µg)
2,6	0,8	2
	2,2	6

21	0,8	17
	2,2	46
52	2,5	130

Nhận 3 mẫu lấy ở mỗi mức.

c. Giải hấp và phân tích cùng với các chuẩn làm việc. Không nên có vinyl chloride trong ống thứ 2.

d. Phân tích khí trong các túi sử dụng 1mL mẫu khí để xác định nồng độ.

e. Chuẩn bị đồ thị chuẩn của DE (hiệu quả giải hấp) với (μg) vinyl chloride đã thu hồi.

f. Phân tích 3 mẫu mù spikes kiểm soát chất lượng và 3 mẫu phân tích spikes để đảm bảo rằng đồ thị chuẩn và đồ thị hiệu quả giải hấp ở trong kiểm soát.

2.4.4. Phân tích mẫu

- Thêm 1mL CS_2 vào 1 lọ rỗng. Đậy nắp lọ.

- Ghi mỗi ống lấy mẫu với một hồ sơ trong phía trước nút bông thủy tinh. Bẻ gãy ống ở vạch dấu.

- Chuyển than hoạt từ phần ống trước và ống sau tới các lọ riêng biệt. Bỏ bông thủy tinh và nút xốp. Đậy kín các lọ ngay lập tức.

- Để 30 phút, thỉnh thoảng lắc đều. Phân tích mẫu trong vòng 30 phút sau đó.

- Đặt chế độ máy sắc ký khí như mục 2.4.2. Điều kiện sắc ký.

- Tiêm phần mẫu thử bằng tay theo đúng kỹ thuật tiêm mẫu hoặc bằng tiêm mẫu tự động.

Thời gian lưu của vinyl chloride khoảng 1,7 phút.

Chú ý: Nếu diện tích pic vượt trên giới hạn tuyến tính của các chuẩn làm việc, pha loãng với CS_2 , phân tích lại và áp dụng hệ số pha loãng trong tính toán.

- Đo diện tích pic.

2.5. Tính toán kết quả

- Xác định khối lượng, μg (đã hiệu chỉnh xác định hiệu quả giải hấp) của vinyl chloride đã tìm được trong phần phía trước ống mẫu (W_t) và phần phía sau ống mẫu (W_b) và trung bình mẫu trắng (B).

Tính nồng độ C, của vinyl chloride trong thể tích không khí đã lấy mẫu, V (L):

$$C = \frac{(W_t + W_b - 2B)}{V}, \text{ (mg/m}^3\text{)}$$

Trong đó:

C: Nồng độ vinyl chloride trong không khí (mg/m^3).

W_t : Khối lượng của vinyl chloride trong phần phía trước ống mẫu (μg).

W_b : Khối lượng của vinyl chloride trong phần phía sau ống mẫu (μg).

B: Khối lượng trung bình của vinyl chloride trong mẫu trắng (μg).

V: Thể tích không khí lấy mẫu (L).

Phụ lục 48**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH XĂNG (C_nH_{2n+2})**

(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)

I. Phương pháp sắc ký khí**1. Nguyên lý**

Xăng trong không khí được hấp thụ vào trong ống than hoạt tính chuyên dụng. Sau đó mẫu được giải hấp bằng dung môi thích hợp rồi bơm lên hệ thống sắc ký khí theo một chương trình nhiệt độ lò cột phù hợp. Quá trình rửa giải mẫu phân tích ra khỏi cột tách được phát hiện bằng detector FID, tín hiệu được ghi lại bằng sắc ký đồ. Trên cơ sở độ lớn của diện tích hay chiều cao pic của mẫu thử và chuẩn, thể tích không khí mẫu đã lấy, ta tính được nồng độ xăng có trong mẫu khí đem phân tích.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ:**

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 0,1L/phút
- Đầu lấy mẫu (ống than hoạt tính): Dài 7cm, đường kính ngoài (OD) 6mm, đường kính trong (ID) 4mm, đầu hàn kín, có chứa hai phần của than hoạt (trước: 100mg; sau: 50mg) ngăn cách bởi một nút xốp urethane 2mm. Một nút bông thủy tinh silylated ở phần đầu trước và nút xốp urethane 3 mm ở phần đầu sau. Hiện có bán sẵn các ống lấy mẫu này.

- Bình định mức 10mL, 100mL.
- Pipet 1mL, 5mL, 10mL.
- Xy lanh 10 μ L và 25 μ L.
- Ống đong 1L.
- Lọ thủy tinh 2mL.
- Cân phân tích độ chính xác 0,1mg.
- Máy sắc ký khí, detector FID.

2.3. Hóa chất và thuốc thử:

- Carbon disulfide (CS₂), tinh khiết phân tích.
- Khí nitơ, cấp độ tinh khiết.
- Khí hydro, cấp độ tinh khiết.
- Khí heli, cấp độ tinh khiết.
- Dung dịch chuẩn xăng trắng: Được pha trong CS₂ để được 1mL dung dịch tiêu chuẩn có chứa 1mg xăng. Dung dịch này để được 7 ngày.

2.4. Các bước tiến hành

2.4.1. Lấy mẫu

Lấy ống than hoạt tính, bẻ hai đầu và cắm vào ống mềm nối với máy lấy mẫu, bật máy với lưu lượng 0,1L/phút, thời gian lấy mẫu 30 phút.

2.4.2. Điều kiện sắc ký

- Nhiệt độ buồng bơm mẫu: 175°C.
- Nhiệt độ cột tách: 60°C - 160°C (10°C/phút).
- Lưu lượng khí mang (H₂): 30mL/phút.
- Lưu lượng nitơ bổ trợ: 30mL /phút.
- Không khí: 240mg/phút.

2.4.3. Xây dựng đường chuẩn

Dựng đường chuẩn xăng cần phân tích bằng cách bơm dãy dung dịch chuẩn xăng nồng độ trung gian đã chuẩn bị lên máy GC/FID với các thông số kỹ thuật (2.4.2).

Dựa vào nồng độ chuẩn và diện tích pic (hoặc chiều cao pic) của chuẩn xăng, xác định được phương trình hồi quy $y = ax + b$ và hệ số tương quan r (giữa nồng độ chuẩn và diện tích pic chuẩn).

2.4.4. Phân tích mẫu

Chuyển phần than hoạt tính trong ống than hoạt tính dùng để lấy mẫu vào lọ thủy tinh 2mL. Thêm 1mL (V_E) carbon disulfide vào lọ. Để giải hấp ít nhất 30 phút. Sau đó bơm mẫu trên GC/FID.

2.5. Tính toán kết quả

Nồng độ xăng trong không khí theo công thức:

$$X = X_0 \cdot V_E / m \cdot P$$

Trong đó:

X: Nồng độ xăng trong không khí (mg/m^3).

X_0 : Nồng độ xăng được xác định theo đường chuẩn ($\mu\text{g}/\text{L}$).

V_E : Phần mẫu thử thu được (dung dịch giải hấp) (L).

m: Thể tích không khí đã lấy (L).

P: Độ tinh khiết của chất chuẩn (%).

II/ Phương pháp so màu

1. Nguyên tắc

Khi anhydric chromic tác dụng với xăng sẽ bị khử thành chromi oxide:



Anhydric chromic có màu vàng chuyển thành màu xanh lá khi bị khử thành chromic oxide.

Độ nhạy của phương pháp: 0,03mg xăng trong dung dịch phân tích. Các chất gây trở ngại là aceton, cồn, một số carbon hydrogen.

2. Dụng cụ

- Bình hấp thụ loại nhỏ (25mL).
- Máy lấy mẫu lưu lượng 0,1L/phút.
- Pipet các loại.
- Bình định mức 25mL – 100mL.
- Ống nghiệm, máy so màu.

3. Thuốc thử

Dung dịch tiêu chuẩn: Xăng trắng (nếu không có thì có thể dùng xăng đem cất lại) được pha trong acid acetic (CH_3COOH) để được 1mL dung dịch tiêu chuẩn có chứa 1mg xăng. Dung dịch này để được 7 ngày.

Thuốc thử anhydric chromic (CrO_3) trong dung dịch H_2SO_4 đặc: Cân 0,4g anhydric chromic trong chén thủy tinh, thêm 10mL H_2SO_4 đặc và khuấy cho tan (có thể thay thế anhydric chromic bằng kalibichromat ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$), dung dịch 3% trong H_2SO_4 đặc).

Acid sulfuric (H₂SO₄) đặc (d = 1,84) tinh khiết.

Dung dịch hấp thụ: Acid acetic (CH₃COOH) đặc tinh khiết (thường dùng loại do Đức sản xuất – không có carbonhydrogen).

4. Kỹ thuật phân tích

4.1. Lấy mẫu

Cho vào 2 ống hấp thụ, mỗi ống 2mL H₂SO₄ đặc. Hút không khí qua 2 ống hấp thụ (mắc nối tiếp nhau) với lưu lượng 0,1L/phút. Lấy từ 3 – 6L không khí. Sau khi ngừng lấy mẫu, dồn dung dịch trong 2 ống hấp thụ làm một, lắc đều, đem phân tích.

4.2. Phân tích

Lấy 2mL dung dịch hấp thụ cho vào ống nghiệm, thêm 0,15mL thuốc thử anhydric chromic, lắc nhẹ nhàng (không để thuốc thử bám lên thành ống). Song song cùng làm với thang mẫu theo bảng dưới đây:

Dung dịch (mL) \ Ống số	0	1	2	3	4
Dung dịch tiêu chuẩn 10mg/mL	0	0,03	0,05	0,10	0,20
Acid acetic đặc (mL)	2	1,97	1,95	1,90	1,80
Thuốc thử anhydric chromic (mL)	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15
Hàm lượng xăng (mg)	0	0,03	0,05	0,10	0,20

Lắc đều các ống (không để thuốc thử bám lên thành ống). Sau đó buộc các ống nghiệm lại thành bó (kể cả ống phân tích) đặt vào nồi cách thủy sôi 4 phút. Mang ra làm lạnh dưới vòi nước. Sau 10 phút đem so màu ở bước sóng 600nm.

5. Tính kết quả

Nồng độ xăng trong không khí tính theo công thức:

$$C = \frac{a \cdot b}{v \cdot V_0}$$

Trong đó:

- C: Nồng độ xăng trong không khí (mg/L).

- a: Hàm lượng xăng trong ống phân tích (mg).
- b: Tổng dung dịch hấp thụ lấy ra phân tích (mL).
- v: Dung dịch hấp thụ lấy ra phân tích (mL).
- V_0 : Thể tích không khí lấy mẫu qui về điều kiện tiêu chuẩn (L).

Phụ lục 49

**KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH XYLEN [(CH₃)₂C₆H₄] -
PHƯƠNG PHÁP SẮC KÝ KHÍ**

(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)

1. Nguyên lý

Xylen trong không khí được hấp phụ vào trong ống than hoạt tính. Sau đó mẫu được giải hấp bằng dung môi thích hợp rồi bơm lên hệ thống sắc ký khí theo một chương trình nhiệt độ lò cột phù hợp. Quá trình rửa giải mẫu phân tích ra khỏi cột tách được phát hiện bằng detector FID, tín hiệu được ghi lại bằng sắc ký đồ. Trên cơ sở độ lớn của diện tích hay chiều cao pic của mẫu thử và chuẩn, thể tích mẫu không khí đã lấy, tính được nồng độ xylen trong mẫu phân tích.

2. Phương pháp**2.1. Loại mẫu:** Khí.**2.2. Thiết bị, dụng cụ:**

- Máy lấy mẫu, lưu lượng 0,01 - 1L/phút.
- Đầu lấy mẫu (ống than hoạt tính): Dài 7cm, đường kính ngoài (OD) 6mm, đường kính trong (ID) 4mm, đầu hàn kín, có chứa hai phần của than hoạt (trước: 100mg; sau: 50mg) ngăn cách bởi một nút xốp urethane 2mm. Một nút bông thủy tinh silylated ở phần đầu trước và nút xốp urethane 3 mm ở phần đầu sau. Hiện có bán sẵn các ống lấy mẫu này.
- Bình định mức 10mL, 100mL.
- Pipet 1mL, 5mL, 10mL.
- Xy lanh 10 μ L và 25 μ L.
- Ống đong 1L.
- Lọ thủy tinh 2mL.
- Cân phân tích, độ chính xác 0,1mg.
- Máy sắc ký khí, detector FID.

2.3. Hóa chất và thuốc thử:

- Carbon disulfide (CS₂), tinh khiết phân tích.
- Khí nitơ, cấp độ tinh khiết.
- Khí hydro, cấp độ tinh khiết.
- Khí heli, cấp độ tinh khiết.
- Dung dịch chuẩn xylen gốc: Hoà tan 100mg của chuẩn gốc xylen trong carbon disulfide, định mức đến 100mL: 1000mg/L.
- Dung dịch chuẩn xylen nồng độ trung gian: Pha loãng 1mL dung dịch chuẩn xylen gốc thành 100mL bằng carbon disulfide: 10mg/L, bảo quản trong tủ lạnh. Từ dung dịch này pha loãng thành các dung dịch có nồng độ thấp để lập đường chuẩn. Chuẩn bị dãy dung dịch chuẩn trước khi phân tích có các nồng độ 5; 10; 15; 20; 25; 30; 40µg/L.

2.4. Các bước tiến hành

2.4.1. Lấy mẫu

- Bẻ gãy hai đầu ống than hoạt ngay trước khi lấy mẫu, cắm ống than theo chiều mũi tên ký hiệu trên ống than vào ống mềm và nối với máy lấy mẫu và bật máy.
- Lưu lượng lấy mẫu 0,2L/phút, tổng thể tích lấy mẫu 2 - 23L.

2.4.2. Điều kiện sắc ký

- Nhiệt độ buồng bơm mẫu: 240°C.
- Thể tích bơm mẫu: 5µL.
- Nhiệt độ cột tách: Nhiệt độ ban đầu 40°C giữ trong 5 phút, sau đó tăng dần với tốc độ tăng 20°C/phút đến nhiệt độ 200°C và giữ trong 1 phút.
- Lưu lượng khí mang (He): 1mL/phút.
- Nhiệt độ detector: 280°C.
- Lưu lượng nitơ bổ trợ: 30mL/phút.

2.4.3. Xây dựng đường chuẩn

Dựng đường chuẩn xylen cần phân tích bằng cách bơm dãy dung dịch chuẩn xylen nồng độ trung gian đã chuẩn bị lên máy GC/FID với các thông số kỹ thuật (2.4.2).

Dựa vào nồng độ chuẩn và diện tích pic (hoặc chiều cao pic) của chuẩn xylen, xác định được phương trình hồi quy $y = ax + b$ và hệ số tương quan r (giữa nồng độ chuẩn và diện tích pic chuẩn).

2.4.4. Phân tích mẫu

Chuyển phần than hoạt tính trong ống than hoạt tính dùng để lấy mẫu vào lọ thủy tinh 2mL. Thêm 1mL (V_E) carbon disulfide vào lọ thủy tinh. Để giải hấp ít nhất 30 phút. Sau đó bơm mẫu trên GC/FID.

2.5. Tính toán kết quả

Nồng độ xylen trong không khí được tính theo công thức:

$$X = X_o \cdot V_E / m \cdot P$$

Trong đó:

- X: Nồng độ xylen trong không khí (mg/m^3).
- X_o : Nồng độ xylen được xác định theo đường chuẩn ($\mu\text{g}/\text{L}$).
- V_E : Phần mẫu thử thu được (dung dịch giải hấp) (L).
- m: Thể tích không khí đã lấy (L).
- P: Độ tinh khiết của chất chuẩn (%).

Phụ lục 50

KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH NỒNG ĐỘ CÁC HÓA CHẤT TRONG KHÔNG KHÍ BẰNG THIẾT BỊ ĐO ĐIỆN TỬ HIỆN SỐ

(Ban hành kèm theo QCVN 03 :2019/BYT ngày 10 tháng 6 năm 2019
của Bộ trưởng Bộ Y tế)

1. Nguyên lý

Nồng độ hóa chất được xác định dựa trên sự phát hiện của các loại sensor (hồng ngoại, điện hóa, quang ion hóa...) của thiết bị đo khi tương tác với các hóa chất có trong không khí. Kết quả được hiển thị bằng đơn vị mg/m^3 hoặc ppm.

2. Phương pháp xác định

2.1. Thiết bị, dụng cụ

- Máy đo nồng độ hóa chất điện tử hiện số.
 - + Độ nhạy: Tối thiểu bằng 10% giá trị giới hạn tiếp xúc ca làm việc.
 - + Đo được nồng độ hóa chất trung bình theo thời gian.
- Máy đo nồng độ hóa chất phải được hiệu chuẩn định kỳ tối thiểu 1 lần/năm.

2.2. Các bước tiến hành

a. Chuẩn bị thiết bị tại phòng thí nghiệm trước khi đi hiện trường

- Kiểm tra pin của máy để đảm bảo pin đã được nạp đầy đủ, chuẩn bị pin dự phòng.
- Kiểm tra tình trạng hoạt động của máy.
- Hiệu chỉnh máy đo theo hướng dẫn của nhà sản xuất thiết bị với từng loại máy.

b. Tiến hành đo tại hiện trường

- Xác định vị trí điểm đo: Khu vực người lao động làm việc.
- Lắp pin vào thiết bị (nếu cần). Bật máy để kiểm tra tình trạng hoạt động của máy rồi tắt máy.

+ Thiết bị hoặc đầu ống hút đặt ở chiều cao ngang tầm hô hấp của người lao động, thông thường từ 1,5 đến 1,8m so với mặt sàn, vuông góc với nguồn phát sinh hóa chất. Có thể cầm thiết bị bằng tay hoặc đặt trên chân giá đỡ.

- **Bật máy đo:** Đo liên tục theo thời gian đã định hoặc theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

+ Kết thúc thời gian đo, đọc và ghi lại giá trị trung bình của lần đo hiển thị trên màn hình của máy, tắt máy. Ghi lại điều kiện lao động và tình trạng sản xuất trong thời gian đo.

Lưu ý: Không sử dụng máy đo điện tử trong môi trường có độ ẩm cao (trên 95%), phun các chất kết dính như sơn, dầu mỡ, keo... vì làm hư hỏng các mạch điện tử và làm bẩn các sensor trong buồng đo.

2.3. Kết quả đo

Kết quả nồng độ hóa chất là giá trị trung bình của lần đo hiển thị trên màn hình của máy.

3. Bảo quản thiết bị

- Sau mỗi lần đo tại hiện trường, máy đo được vệ sinh sạch sẽ bên trong và ngoài máy bằng các dụng cụ chuyên dụng đi kèm theo máy của nhà sản xuất.
- Tháo pin khỏi máy (nếu sử dụng pin rời) khi bảo quản trong phòng.
- Bảo quản máy trong phòng có kiểm soát độ ẩm từ 40 - 80%. Nhiệt độ phòng từ 20 - 30°C.
- Nếu không sử dụng máy trong thời gian dài, định kỳ 2 tuần/lần bật máy chạy kiểm tra hoạt động từ 5 -10 phút/lần.

4. Điều kiện sử dụng phương pháp đo bằng thiết bị đo điện tử hiện số

Trường hợp vì lý do an toàn hay kỹ thuật của điều kiện sản xuất không thể lấy mẫu hoặc nồng độ hóa chất dự kiến thấp thì có thể xác định nồng độ các hóa chất bằng thiết bị đo điện tử hiện số theo phụ lục này và phải đáp ứng yêu cầu đánh giá tại *Mục 5.2, phần II Quy định kỹ thuật* của quy chuẩn này. Nếu nồng độ hóa chất đo được bằng thiết bị đo điện tử hiện số vượt giá trị giới hạn tiếp xúc cho phép hoặc kết quả có nghi ngờ thì phải tiến hành lấy mẫu và phân tích lại tại phòng thí nghiệm.