BỘ Y TẾ
VIỆN SỨC KHỎE NGHỀ NGHIỆP VÀ MÔI TRƯỜNG

THƯỜNG QUY KỸ THUẬT
SỨC KHỎE NGHỀ NGHIỆP VÀ MÔI TRƯỜNG

TẬP 1
SỨC KHỎE NGHỀ NGHIỆP

NHÀ XUẤT BẢN Y HỌC

BỘ Y TẾ
VIỆN SỨC KHỎE NGHỀ NGHIỆP VÀ MÔI TRƯỜNG

Kính tặng.

THƯỜNG QUY KỸ THUẬT SỨC KHỎE NGHỀ NGHIỆP VÀ MÔI TRƯỜNG

TẬP I
SỨC KHỎE NGHỀ NGHIỆP

NHÀ XUẤT BẢN Y HỌC
HÀ NỘI - 2015

Mangt
Ngô Thị Mai

BAN BIÊN SOẠN

Chủ biên: TS. Doãn Ngọc Hải

Ban hiệu đính:

1. PGS.TS. Nguyễn Duy Bảo
2. PGS.TS. Tạ Thị Tuyết Bình
3. PGS.TS. Nguyễn Bích Diệp
4. PGS.TS. Nguyễn Khắc Hải
5. TS. Doãn Ngọc Hải
6. TS. Đặng Anh Ngọc
7. TS. Nguyễn Văn Sơn

Thư ký:

1. ThS. Trần Huy Bình
2. ThS. Vũ Thị Mỹ Hạnh
3. CN. Nguyễn Thị Thu Hiền

Ban biên soạn:

- Phạm Thị Hoài An
- Võ Thị Minh Anh
- Tô Vân Anh
- Nguyễn Bảo Ái
- Nguyễn Duy Bảo
- Từ Hải Bằng
- Tạ Thị Tuyết Bình
- Tạ Thị Bình
- Trần Bá Bộ
- Trần Hữu Chi
- Nguyễn Đức Cường
- Đào Phú Cường
- Nguyễn Bích Diệp
- Trần Văn Đại
- Nguyễn Huy Đản
- Nguyễn Tất Hà
- Tạ Thanh Hà
- Lê Thái Hà
- Nguyễn Thu Hà
- Trần Thanh Hà
- Doãn Ngọc Hải
- Nguyễn Thị Minh Hải
- Nguyễn Thị Thanh Hải
- Lê Minh Hạnh
- Nguyễn Phương Hằng
- Nguyễn Xuân Hiên
- Vũ Bích Hoạt
- Nguyễn Thị Huyền
- Trần Ngọc Hưng
- Vương Thị Thu Hương
- Lê Gia Khải
- Hà Huy Kỳ
- Nguyễn Hùng Long
- Đặng Viết Lương
- Nguyễn Tuyết Mai
- Lê Đình Minh
- Nguyễn Thị Minh
- Nguyễn Khắc Hoài Nam
- Nguyễn Ngọc Ngà
- Hoàng Thị Nghĩa
- Đặng Anh Ngọc
- Nguyễn Bạch Ngọc
- Đặng Minh Ngọc
- Nguyễn Thị Minh Ngọc
- Đinh Xuân Ngôn
- Nguyễn Thái Hiệp Nhi
- Hà Lan Phương
- Phạm Ngọc Quỳ
- Nguyễn Văn Sơn
- Phạm Quý Soạn
- Nguyễn Xuân Tạc
- Phùng Thị Thảo
- Trần Quốc Thành
- Từ Hữu Thiêm
- Bùi Thụ
- Nguyễn Bích Thủy
- Đàm Anh Thư
- Nguyễn Quốc Thức
- Lương Thị Thanh Thủy
- Nguyễn Thị Toán
- Trần Quang Toàn
- Đỗ Văn Trân
- Lê Trung
- Bùi Văn Trường
- Phạm Văn Tuấn
- Phạm Thanh Tú
- Hoàng Tùng
- Dương Khánh Vân
- Phùng Thanh Vân
- Lại Thị Tuấn Việt
- Đỗ Thị Xuyên
- Khúc Xuyền
- Lê Thị Yến

LỜI TỰA

Với chặng đường 70 năm phát triển, nền Y học Việt Nam nói chung và hệ thống y tế dự phòng nói riêng đã tận tâm cống hiến vì sự nghiệp chăm sóc và bảo vệ sức khỏe nhân dân; vì sự tồn vong của giống nòi và dân tộc. Viện Sức khỏe nghề nghiệp và môi trường là đơn vị trực thuộc Bộ Y tế được giao thực hiện nhiệm vụ thuộc các lĩnh vực Sức khỏe nghề nghiệp, Vệ sinh – Sức khỏe môi trường và Vệ sinh – Sức khỏe trường học trong công tác bảo vệ, chăm sóc và nâng cao sức khỏe người lao động, sức khỏe cộng đồng và sức khỏe học sinh, sinh viên.

Cuốn *Thường quy kỹ thuật Sức khỏe nghề nghiệp và môi trường* do Viện Sức khỏe nghề nghiệp và môi trường biên soạn nhằm cung cấp cho cán bộ y tế thuộc hệ thống y tế dự phòng cả nước những kiến thức, kỹ thuật cần thiết trong công tác nghiên cứu, quản lý, giám sát vệ sinh lao động, vệ sinh môi trường, vệ sinh trường học và chăm sóc sức khỏe người lao động, cộng đồng và học sinh, sinh viên. Đây là tài liệu quý, là một cẩm nang kỹ thuật cho các cán bộ y tế dự phòng.

Thay mặt Viện Sức khỏe nghề nghiệp và môi trường, tôi rất vinh dự giới thiệu tới quý vị bạn đọc cuốn "**Thường quy kỹ thuật Sức khỏe nghề nghiệp và môi trường**". Hy vọng với nội dung khoa học, bổ ích, cuốn sách sẽ đáp ứng được sự mong đợi của quý vị.

Thầy thuốc nhân dân

PGS.TS. NGUYỄN KHẮC HẢI

Nguyên Viện trưởng Viện SKNN&MT

LỜI NÓI ĐẦU

Viện Sức khỏe nghề nghiệp và môi trường (trước đây là Viện Y học lao động và Vệ sinh môi trường) là viện đầu ngành trực thuộc Bộ Y tế, có chức năng nhiệm vụ về nghiên cứu khoa học, đào tạo bồi dưỡng cán bộ, chỉ đạo chuyên môn nghiệp vụ trong công tác Sức khỏe nghề nghiệp, Vệ sinh – Sức khỏe môi trường và Vệ sinh – Sức khỏe trường học. Năm 1993, chúng tôi đã biên soạn và xuất bản cuốn *Thường quy kỹ thuật Y học lao động và Vệ sinh môi trường.* Sau đó 9 năm – năm 2002, chúng tôi đã biên soạn lại, có sửa chữa và bổ sung các kỹ thuật mới với tên mới: *Thường quy kỹ thuật Y học lao động- Vệ sinh môi trường- Sức khỏe trường học.*

Quá trình công nghiệp hóa với sự phát triển nhanh chóng và mạnh mẽ của nền công nghiệp Việt Nam trong giai đoạn hiện nay tất yếu sẽ nảy sinh nhiều vấn đề về sức khỏe người lao động, cộng đồng và môi trường, vì vậy năm 2015 chúng tôi biên soạn lại, có sửa chữa và bổ sung nhiều kỹ thuật mới, phù hợp với những tiến bộ khoa học kỹ thuật trong thời kỳ công nghiệp hóa, hiện đại hóa đất nước và tiến trình hội nhập quốc tế.

Cuốn *Thường quy kỹ thuật Sức khỏe nghề nghiệp và môi trường* mới biên soạn lại có sửa chữa và bổ sung, gồm 2 tập với 5 chương và 208 kỹ thuật:

Tập 1: Sức khỏe nghề nghiệp

Chương 1: Vệ sinh lao động

I. Yếu tố vật lý, bụi

II. Yếu tố hóa học

Chương 2: Tâm sinh lý lao động và Ecgônômi

I. Đánh giá gánh nặng thể lực

II. Đánh giá gánh nặng nhiệt

III. Đánh giá ecgônômi vị trí lao động – tư thế lao động

IV. Các kỹ thuật khác

Chương 3: Bệnh nghề nghiệp

I. Chẩn đoán bệnh nghề nghiệp

II. Sinh hóa nghề nghiệp

III. Kỹ thuật sinh học phân tử

Tập 2: Vệ sinh – Sức khỏe môi trường

Vệ sinh – Sức khỏe trường học

Chương 1: Vệ sinh – Sức khỏe môi trường

I. Kỹ thuật vệ sinh môi trường

II. Kỹ thuật phân tích lý – hóa nước

III. Kỹ thuật xét nghiệm vi sinh vật

Chương 2: Vệ sinh – Sức khỏe trường học

Các kỹ thuật được trình bày trong cuốn sách là những kỹ thuật cần khuyến cáo thống nhất áp dụng tại các trung tâm y tế tỉnh, thành của hệ thống y tế dự phòng và trung tâm y tế các ngành trong cả nước, đối với công tác giám sát, điều tra nghiên cứu, đánh giá về vệ sinh lao động, tâm sinh lý lao động và ecgônômi, chẩn đoán bệnh nghề nghiệp, vệ sinh - sức khỏe môi trường, vệ sinh - sức khỏe trường học.

Chúng tôi hy vọng cuốn sách sẽ có ích cho các đồng nghiệp đang công tác trong lĩnh vực Sức khỏe nghề nghiệp, Sức khỏe môi trường và Sức khỏe trường học. Chúng tôi rất mong nhận được sự chia sẻ, trao đổi, đóng góp ý kiến của các nhà chuyên môn để nội dung cuốn sách ngày càng hoàn thiện hơn.

Xin trân trọng cảm ơn.

Hà Nội, ngày 01 tháng 11 năm 2015

TM. Ban biên soạn

Chủ biên

TS. DOÃN NGỌC HẢI

Viện trưởng

Viện Sức khỏe nghề nghiệp và môi trường

MỤC LỤC

CHƯƠNG I: VỆ SINH LAO ĐỘNG

I. YẾU TỐ VẬT LÝ VÀ BỤI

KỸ THUẬT ĐO VÀ ĐÁNH GIÁ VI KHÍ HẬU

1. Phạm vi áp dụng

Kỹ thuật này áp dụng để đo và đánh giá vi khí hậu trong môi trường lao động.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 5508:2009: Không khí vùng làm việc - Yêu cầu về điều kiện vi khí hậu và phương pháp đo.

3. Giải thích từ ngữ

– Vi khí hậu nơi làm việc (Microclimate in the workplace): Điều kiện khí tượng của môi trường nơi làm việc, gồm sự tác động tổng hợp của các yếu tố nhiệt độ, độ ẩm, tốc độ chuyển động của không khí và nhiệt độ của các bề mặt vật dụng và thiết bị xung quanh tới người lao động.

– Nhiệt độ (Temperature): Là yếu tố biểu thị độ nóng của vật chất. Đơn vị đo nhiệt độ: ^{0}C.

– Độ ẩm (Humidity):

+ Độ ẩm tuyệt đối (Ha): Là lượng hơi nước có trong không khí vào thời điểm nhất định, ở nhiệt độ nhất định tính bằng gam/m^3.

+ Độ ẩm cực đại (Hm) hay độ ẩm bão hoà: Là lượng hơi nước bão hoà trong không khí tại một thời điểm và nhiệt độ nhất định tính bằng gam/m^3.

+ Độ ẩm tương đối (Hr): Là tỷ lệ phần trăm giữa độ ẩm tuyệt đối và độ ẩm bão hoà.

$$Hr\ (\%) = \frac{Ha}{Hm} \times 100$$

– Vận tốc gió (Wind velocity): Là tốc độ chuyển động của không khí, đơn vị m/s.

– Bức xạ nhiệt (Radiant heat): Là dạng trao đổi nhiệt không cần có sự tiếp xúc trực tiếp giữa các vật tham gia trao đổi nhiệt.

– Lao động nhẹ (Light workload): Gồm các dạng lao động liên quan đến ngồi, đứng, đi lại, phần lớn các động tác làm bằng tay, tiêu hao năng lượng từ 120 đến 150 kcal/giờ.

– Lao động trung bình (Medium workload): Gồm các dạng lao động liên quan đến đứng, đi lại, dịch chuyển và gia công các chi tiết dưới 1kg ở tư thế đứng hoặc ngồi, mang vác vật nặng dưới 10kg, tiêu hao năng lượng từ 151 đến 250 kcal/giờ.

– Lao động nặng (Heavy workload): Gồm các dạng lao động và các thao tác thực hiện ở tư thế đứng hoặc đi lại nhiều, dịch chuyển và gia công các vật nặng trên 10 kg, tiêu hao năng lượng trên 250 kcal/giờ.

– Nhiệt độ cầu ướt (Wet bulb globe temperature - WBGT):

Chỉ số thực nghiệm thể hiện sự căng thẳng nhiệt mà một cá thể phải tiếp xúc.

Chỉ số WBGT (còn được gọi là nhiệt độ tam cầu) kết hợp phép đo bao gồm hai thông số dẫn xuất là nhiệt độ cầu ướt tự nhiên (t_{nw}) và nhiệt độ cầu đen (t_g) và trong một số trường hợp chỉ là phép đo một thông số cơ bản là nhiệt độ không khí (t_a)(nhiệt độ cầu khô). Công thức sau đây chỉ ra mối liên quan giữa các thông số này:

+ Khi trong nhà và ngoài trời không có nắng:

$$T^0_{WBGT} = 0,7\ t_{nw} + 0,3\ t_g$$

+ Khi ngoài trời có nắng:

$$T^0_{WBGT} = 0,7\ t_{nw} + 0,2\ t_g + 0,1\ t_a$$

4. Nguyên lý

4.1. Đo nhiệt độ

– Đo nhiệt độ trực tiếp:

+ Cặp nhiệt điện.

+ Nhiệt điện trở kim loại.

+ Nhiệt điện trở bán dẫn.

– Đo nhiệt độ gián tiếp:

+ Nhiệt kế hồng ngoại.

+ Nguyên lý: Điện trở vật dẫn thay đổi theo nhiệt độ.

4.2. Đo độ ẩm bằng ẩm kế điện trở

– Ẩm kế điện trở là các thiết bị đo độ ẩm dựa trên các cảm biến điện trở như điện trở kim loại và chất điện phân.

– Điện trở kim loại được phủ chất hút ẩm và gắn hai điện cực bằng kim loại không bị ăn mòn và bị ôxy hóa. Giá trị điện trở đo được giữa hai cực phụ thuộc vào hàm lượng nước và nhiệt độ chất hút ẩm.

– Chất điện phân là những chất dẫn điện. Điện trở của chúng phụ thuộc vào thể tích bị thay đổi theo hàm lượng nước, do đó có thể biến độ ẩm tương đối thành điện.

4.3. Đo tốc độ gió

Máy đo tốc độ gió có cảm biến tốc độ gió thông qua cảm ứng từ hoặc cánh quạt với các thông số đo được hiển thị trực tiếp lên màn hình.

4.4. Đo bức xạ nhiệt

Năng lượng được truyền dưới dạng sóng hồng ngoại, được xác định (bởi nhiệt độ của vật qua nhiệt) bằng sự phản xạ bức xạ nhiệt, nhiệt kế vi sai, nhiệt cao kế toàn phần, nhiệt cao kế dây tóc, pin nhiệt điện.

5. Phương pháp đo

5.1. Thiết bị, dụng cụ

5.1.1. Thiết bị đo nhiệt độ, độ ẩm, tốc độ gió

a. Thiết bị cơ học

– Đo nhiệt độ: Nhiệt kế thủy tinh, nhiệt kế khô của ẩm kế Assman.

– Đo độ ẩm: Ẩm kế Augusst, ẩm kế Assman, ẩm kế khí tượng, ẩm kế tự ghi.

– Đo tốc độ gió: Phong tốc kế cầm tay, nhiệt kế Cata.

b. Thiết bị điện tử

Thiết bị điện tử hiện nay có rất nhiều loại của nhiều hãng khác nhau, có hướng dẫn sử dụng riêng của từng loại máy. Có những máy đo riêng từng yếu tố vi khí hậu, có máy đo được cả 3 yếu tố: nhiệt độ, độ ẩm, tốc độ gió. Cần đọc kỹ hướng dẫn sử dụng của từng máy.

5.1.2. Thiết bị đo bức xạ nhiệt

a. Thiết bị cơ học

– Nhiệt kế cầu Vermon đo nhiệt độ cầu, nhiệt độ ướt, nhiệt độ khô, tốc độ gió rồi tính ra nhiệt độ bức xạ theo công thức:

$$T^4s \cdot 10^9 = T^4c - 0,25\sqrt{V}\,(t_c - t_k)$$

Trong đó:

+ Ts: Nhiệt độ bức xạ tuyệt đối tính bằng độ Kevin (^oK).

+ Tc: Nhiệt độ cầu tuyệt đối tính bằng độ Kevin (^oK).

+ V: Vận tốc gió (m/s).

+ t_c: Nhiệt độ cầu tính bằng độ C (^oC).

+ t_k: Nhiệt độ không khí tính bằng độ C (^oC).

b. Thiết bị điện tử

Các thiết bị điện tử không cho kết quả nhiệt độ cầu, nhiệt độ ướt, nhiệt độ khô mà cho ra kết quả tính bằng cal/cm^2/phút hoặc W/m^2 trên màn hình hiển thị. Khi đo cần đọc kỹ hướng dẫn sử dụng và đọc kết quả khi số hiển thị ổn định.

5.2. Các bước tiến hành

5.2.1. Xác định vị trí đo

Đo trong môi trường lao động

– Xác định vị trí cần đo nhiệt độ, độ ẩm, tốc độ gió tại một khu vực sản xuất: nhà xưởng; dây chuyền sản xuất, văn phòng ...Còn bức xạ nhiệt chỉ đo khi có nguồn nhiệt lớn và có ánh nắng mặt trời.

– Thực hiện đo ít nhất 4 vị trí cho khu vực lao động diện tích 100m^2; diện tích 100m^2 - 400m^2 số mẫu đo là 8 mẫu; diện tích > 400m^2 xác định khoảng cách giữa các vị trí làm việc không vượt quá 10m.

– Nhiệt độ, độ ẩm và tốc độ gió đo ở độ cao 1,0m cách mặt sàn đối với người lao động ngồi và 1,5m đối với người lao động đứng, đi lại. Việc đo đạc cần tiến hành đồng thời cả hai vị trí cố định và không cố định.

– Đặt thiết bị đo cách người lao động 10 - 25cm.

– Để đo nhiệt độ các bề mặt bao che (tường, nền, trần, phông, rèm, màn) và bề mặt các thiết bị máy móc kỹ thuật, cần phải tiến hành ở các vị trí làm việc cố định và không cố định.

– Kiểm tra tình trạng hoạt động của máy: Máy phải hoạt động bình thường, pin phải đủ cho cả quá trình đo.

– Kiểm tra chân giá đỡ máy phải chắc chắn, tránh rung lắc, tránh đổ, đảm bảo độ cao cần thiết khi đo.

– Chuẩn bị: Biên bản hiện trường, bút viết, pin dự phòng.

5.2.2. Tiến hành đo

Sau khi xác định và lựa chọn vị trí cần đo, cần thực hiện theo các trình tự sau:

– Xác định hướng gió chủ đạo trong khu vực đo.

– Tại vị trí làm việc ngoài trời: gắn máy lên chân giá đỡ thẳng đứng, vuông góc với mặt đất ở độ cao 1,5-2,0m.

– Hướng cánh quạt và đầu cảm biến (sensor) cảm ứng vuông góc với hướng gió.

– Mở nắp bảo vệ đầu cảm biến (sensor) đo nhiệt độ, độ ẩm, tốc độ gió và để ổn định.

– Bật nguồn cho khởi động máy.

– Điền vị trí đo vào biểu mẫu.

5.2.3. Đọc kết quả

– Chờ máy chạy ổn định trong 1-5 phút sau đó nhấn SELECT để chọn các giá trị cần đo ổn định sau 10 phút thì ghi lại các số liệu cần đo.

– Ghi biên bản hiện trường.

6. Đánh giá kết quả

– So sánh kết quả với giới hạn tham chiếu xem đạt hay không đạt (vượt) tiêu chuẩn cho phép.

7. Giới hạn tham chiếu

– TCVN 5508:2009: Không khí vùng làm việc - Yêu cầu về điều kiện vi khí hậu và phương pháp đo.

– Tiêu chuẩn Vệ sinh lao động do Bộ Y tế ban hành theo Quyết định số 3733/2002/QĐ-BYT ngày 10/10/2002.

Khi các tiêu chuẩn, quy định trên có bổ sung, thay thế hoặc có quy chuẩn, tiêu chuẩn, quy định mới thì có thể áp dụng để tham chiếu.

8. Kiểm soát chất lượng

Hiệu chuẩn máy đo định kỳ 1 lần/năm.

Định kỳ thực hiện kiểm tra lại độ lặp lại và độ tái lặp ít nhất 1 lần/năm.

9. Yêu cầu về an toàn

Trang bị đầy đủ các thiết bị bảo hộ lao động khi thực hiện đo tại hiện trường.

10. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

Các loại pin sau khi không còn sử dụng phải được thu gom, sau đó đem đi xử lý tại các đơn vị có chức năng thích hợp.

11. Tài liệu tham khảo

1. Viện Y học lao động và Vệ sinh môi trường, Thường quy kỹ thuật y học lao động Vệ sinh môi trường Sức khoẻ trường học, Nhà xuất bản Y học, 2002.
2. Tiêu chuẩn Vệ sinh lao động do Bộ Y tế ban hành theo Quyết định số 3733/2002/QĐ-BYT ngày 10/10/2002.
3. TCVN 7112: 2002 (ISO 7243:1989), Ecgônômi - Môi trường nóng - Đánh giá stress nhiệt đối với người lao động bằng chỉ số WBGT (nhiệt độ cầu ướt).
4. TCVN 7439: 2004 (ISO 9886: 1992) Ecgônômi – Đánh giá căng thẳng nhiệt bằng phép đo các thông số sinh lý.
5. TCVN 5508: 2009 Không khí vùng làm việc – Vi khí hậu – Giá trị cho phép, phương pháp đo và đánh giá.
6. TCVN 7321:2009 (ISO 7933 : 2004)- Ecgônômi môi trường nhiệt. Xác định bằng phương pháp phân tích và giải thích stress nhiệt thông qua tính toán căng thẳng nhiệt dự đoán.

KỸ THUẬT ĐO VÀ ĐÁNH GIÁ TIẾNG ÒN

1. Phạm vi áp dụng

Kỹ thuật này áp dụng để đo và đánh giá tiếng ồn trong môi trường lao động.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

– TCVN 7878-2:2010, ISO 1996-2:2007 Âm học-Mô tả, đo và đánh giá tiếng ồn môi trường – Phần 2: Xác định mức tiếng ồn trong môi trường.

– TCVN 9799:2013 (ISO 9612:2009) Âm học – Xác định mức tiếp xúc tiếng ồn nghề nghiệp – Phương pháp kỹ thuật.

3. Giải thích từ ngữ

– Mức âm chung: dB đo theo lưới tuyến tính (Line). Đơn vị đo dB (deciBell-đề xi ben).

$$dB = 10\lg\frac{P}{Po}$$

Trong đó:

+ dB: Số đo được theo máy.

+ P_0: Mức tối thiểu tai người có thể nghe thấy ($P_0 = 10^{-16}W/cm^2$) ứng với 0dB ở tần số 1000Hz.

+ P: Mức công suất âm cần đo.

+ P_{max}: Gây chói tai $P_{max} = 10^{-3}W/cm^2$, thang đo ồn từ 0-130dB.

– Mức âm đo theo đặc tính A: dBA. Lưới A là lưới đã suy giảm bớt mức âm ở các tần số thấp làm cho kết quả đo được phản ánh đúng với lực sinh học tác dụng của tiếng ồn lên tai người.

Bảng 1: Sự suy giảm của A so với Line ở các tần số

Tần số Hz	63	125	250	500	1000	2000	4000	8000
A so với Line dB	- 26	- 16	-9	- 3	0	+1	+1	- 1

Trong các tiêu chuẩn vệ sinh hiện nay sử dụng đơn vị dBA.

– Mức âm ở các tần số chính của ốc ta - dB.

Ốc ta (octave-bát độ) là khoảng tần số mà âm thanh đầu có tần số bằng 1/2 tần số của âm thanh cuối, tần số chính của ốc ta là tần số trung bình nhân. Phổ tần số của tiếng ồn chia làm 8 ốc ta như sau:

63Hz (45 - 90Hz).

125Hz (90 - 180Hz).

250 Hz (180 - 355Hz).

500Hz (355 - 710Hz).

1000Hz (710 - 1400Hz).

2000Hz (1400 - 2800Hz).

4000Hz (2800 - 5500Hz).

8000Hz (5500 - 10.000Hz).

Các giá trị này đã thiết kế theo máy, trong bộ phân tích tần số của máy.

4. Nguyên lý

Tiếng ồn trong môi trường tác động lên micro, micro chuyển năng lượng ồn thành tín hiệu dòng điện tương ứng và cho hiển thị thành số trên máy đo.

5. Phương pháp

5.1. Máy đo

Máy đo ồn thường xác định mức áp âm chung (Line) và mức áp âm theo các đặc tính A, B, C nên yêu cầu tối thiểu máy phải đo được mức áp âm chung (Line) và mức áp âm theo các đặc tính A.

5.2. Chuẩn máy

– Máy đo ồn phải được chuẩn với bộ phát chuẩn ngay trước khi tiến hành đo để đảm bảo máy hoạt động bình thường trong suốt thời gian đo và kết quả đo thu được là chính xác.

– Sau khi đo xong tiếng ồn nơi làm việc, máy đo ồn phải được kiểm lại theo nguồn ồn chuẩn.

5.3. Vị trí đo

5.3.1. Trong môi trường lao động có nguồn ồn

– Đo tại chỗ làm việc của người tiếp xúc.

– Micro của máy đo ồn để ngang tầm tai người công nhân (tuỳ thuộc vào người công nhân đứng hay ngồi), hướng về phía nguồn ồn.

– Máy đo ồn để cách cán bộ kỹ thuật đo 0,5m.

– Tốt nhất là sử dụng máy đo liều ồn (Noise dosimeter). Cài máy trên người tiếp xúc với tiếng ồn theo đúng tài liệu chỉ dẫn sử dụng máy.

5.3.2. Trong môi trường lao động không có nguồn phát sinh tiếng ồn như văn phòng, phòng làm việc...

– Đo ít nhất ba vị trí đo riêng biệt phân bố đều trong diện tích của phòng.

– Các vị trí đo cách tường, trần ít nhất 0,5m và cách ít nhất 1m từ các khu vực truyền âm chính như cửa sổ, đường thông khí.

– Đo ở mức chiều cao ngang tầm tai của người lao động theo tư thế làm việc.

– Máy đo ồn để cách người đo 0,5m.

– Cài đặt máy ở chế độ đo tiếng ồn tương đương (LeqA).

– Kiểm tra kết quả đo:

+ Kết quả đo ở Line: bao giờ cũng lớn hơn kết quả đo ở các tần số.

+ Kết quả đo ở A: Có thể bằng Line khi tiếng ồn cao ở tần số cao và nhỏ hơn Line nếu tiếng ồn cao ở tần số thấp nhưng không bao giờ cao hơn Line.

+ Kết quả đo ở các tần số: Ở các tần số 63-500Hz có thể cao hơn ở A; ở các tần số > 1000Hz chỉ có thể nhỏ hơn ở A.

+ Tính toán và hiệu chỉnh các kết quả đo theo kết quả chuẩn máy trước và sau khi tiến hành các thao tác đo ồn.

6. Đánh giá kết quả

So sánh kết quả với giới hạn tham chiếu xem đạt hay không đạt (vượt) tiêu chuẩn cho phép.

7. Giới hạn tham chiếu

– TCVN 3985:1999. Âm học – Mức ồn cho phép tại các vị trí làm việc.

– 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.

Khi các tiêu chuẩn, quy định trên có bổ sung, thay thế hoặc có quy chuẩn, tiêu chuẩn, quy định mới thì có thể áp dụng để tham chiếu.

8. Yêu cầu về an toàn

Các trang bị bảo hộ cá nhân đảm bảo an toàn khi tiếp xúc với tiếng ồn như nút tai, chụp tai để tránh tác động bất lợi của tiếng ồn đến người đo kiểm.

Cán bộ đo kiểm phải thực hiện đúng quy định, chỉ dẫn của cơ sở sản xuất về an toàn nơi làm việc.

9. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

Các loại pin sau khi không còn sử dụng phải được thu gom, sau đó đem đi xử lý tại các đơn vị có chức năng thích hợp.

10. Tài liệu tham khảo

1. TCVN 7878-2:2010, ISO 1996-2:2007 Âm học- mô tả, đo và đánh giá tiếng ồn môi trường – Phần 2: Xác định mức tiếng ồn trong môi trường.
2. Tiêu chuẩn vệ sinh lao động theo Quyết định số 3733/2002/QĐ-BYT ngày 10/10/2002 của Bộ Y tế.
3. Viện Y học lao động và Vệ sinh môi trường, *Thường quy kỹ thuật Y học lao động Vệ sinh môi trường Sức khoẻ trường học*, Nhà xuất bản Y học, 2002.
4. TCVN 9799:2013 (ISO 9612:2009) Âm học – Xác định mức tiếp xúc tiếng ồn nghề nghiệp – Phương pháp kỹ thuật.
5. Phương pháp 1910.95 App G (OSHA - Monitoring noise levels).
6. Noise in the workplace (Government of south Australia – 2008).

KỸ THUẬT ĐO VÀ ĐÁNH GIÁ RUNG CHUYỂN

1. Phạm vi áp dụng

Kỹ thuật này quy định các bước đo và đánh giá rung chuyển.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

– TCVN 5127-90. Rung cục bộ - Giá trị cho phép và phương pháp đánh giá.

– TCVN 6964-1:2001 (ISO 2631-1:1997) – Rung động và chấn động cơ học – Đánh giá sự tiếp xúc của con người với rung động toàn thân – Phần 1: Yêu cầu chung.

– TCVN 6963 : 2001. Rung động và chấn động - Rung do các hoạt động xây dựng và sản xuất công nghiệp - Phương pháp đo. (Vibration and shock - Vibration emitted by construction works and factories - Method of measurement).

3. Giải thích từ ngữ và phân loại

3.1. Giải thích từ ngữ

– Rung (Rung chuyển): Là những dao động cơ học phát sinh từ các động cơ và dụng cụ lao động. Những dao động đó có thể là dao động điều hoà hoặc không điều hoà. Trong dao động điều hoà (hay dao động hình sin) vật chuyển từ vị trí xuất phát (vị trí cân bằng) về phía này hoặc phía kia sau đó trở về vị trí xuất phát trong một khoảng thời gian nhất định.

Rung chuyển là loại dao động có tần số lớn và biên độ nhỏ, rung chuyển đơn giản nhất là một dao động hình sin đơn thuần. $x = A\sin(\omega t + \varphi)$

– Tần số rung (f): Là số dao động trong một đơn vị thời gian, đơn vị là Hertz (Hz).

$$f = \frac{1}{T}$$

– Chu kỳ rung (T): Là thời gian hoàn tất một dao động.

$$T = \frac{1}{f}$$

– Biên độ rung (A): Là độ lệch lớn nhất so với vị trí cân bằng của một dao động.

Đơn vị đo là: mm; cm; m.

– Vận tốc rung (v): Là đại lượng vectơ đặc trưng cho phương, chiều và độ nhanh chậm của chất điểm chuyển động.

$$v = 2\pi fa$$

Đơn vị đo là: mm/s; cm/s; m/s

– Gia tốc rung (a): Là đại lượng vectơ đặc trưng cho phương, chiều và giá trị của vận tốc của chất điểm chuyển động.

$$g = 2\pi fv = (2\pi f)^2 A$$

Đơn vị đo là: mm/s^2, cm/s^2, m/s^2.

– Gia tốc hiệu đính: Là tổng trung bình bình phương của gia tốc đo được ở từng dải ốc ta tần số nhân với hệ số quy định cho từng dải ốc ta.

– Vận tốc hiệu đính: Là tổng trung bình bình phương của vận tốc đo được ở từng dải ốc ta.

3.2. Phân loại

3.2.1. Phân loại theo vị trí tác động

– Rung toàn thân: Là rung chuyển tác động lên toàn thân của người lao động. Tuỳ theo phương tác động của rung chuyển mà chia ra rung chuyển đứng (tác động theo chiều thẳng đứng của thân) và rung chuyển ngang (tác động theo chiều ngang của thân).

– Rung cục bộ: Là rung chuyển tác động cục bộ lên một bộ phận cơ thể.

3.2.2. Phân loại theo tần số

– Rung chuyển tần số rất thấp < 2Hz.

– Rung chuyển tần số thấp 2 -20 Hz.

– Rung chuyển tần số cao 20 - 20.000 Hz.

Cũng như ồn, rung có thể đánh giá theo decibel (dB). Các mức vận tốc, gia tốc rung biểu thị bằng dB được xác định theo công thức:

+ Vận tốc $Lv = 20\lg \frac{v}{5.10^{-8}} dB$

+ Gia tốc $La = 20\lg \frac{a}{3.10^{-4}} dB$

+ 5.10^{-8}m/s là ngưỡng 0 dB của vận tốc.

+ 3.10^{-4}m/s là ngưỡng 0 dB của gia tốc.

Cũng cần phân biệt là: Các mức dB tính được theo các công thức trên là dB tiêu chuẩn chứ không phải là số dB đo được của từng máy. Các máy khác nhau phụ thuộc vào độ nhậy của đầu gia tốc có các ngưỡng đo (0dB) khác nhau. Các số dB ghi trong các tiêu chuẩn vệ sinh và dẫn ra trong các tài liệu đều là dB tiêu chuẩn. Vì vậy khi đo xong nếu được kết quả là dB thì phải đổi ra đơn vị hệ mét thì mới đánh giá được.

3.2.3. Ví dụ

– Búa tán rivê Trung Quốc có f rung 16Hz vận tốc 14cm/s.

– Búa gõ rỉ Pháp có f rung 30Hz vận tốc 2,7cm/s.

– Búa dùi Nga có f rung 25Hz vận tốc 5,0cm/s.

– Các tần số khác có các giá trị thấp hơn.

4. Nguyên lý

Các thiết bị đo rung chuyển dựa trên các nguyên lý sau:

Đầu cảm biến để nhận tín hiệu: Tại đầu cảm biến này, dao động cơ (rung động) được biến thành dao động điện và tín hiệu điện này được truyền đến các mạch sau máy đo. Đầu cảm biến có hai loại chính: Loại điện động (hiện nay hầu như không còn sản xuất nữa) và loại dùng tinh thể áp điện. Các đầu đo áp điện có cấu tạo nhỏ, gọn nhẹ, thường có khối lượng chỉ vài chục gam.

Thân máy đo: trong thân máy đo rung động có các mạch điện, khuếch đại, lọc biến đổi tín hiệu điện nhận được từ đầu đo và cuối cùng thể hiện được ở bộ phận chỉ thị (đồng hồ hoặc hiện số).

5. Phương pháp xác định

5.1. Nguyên tắc

Sử dụng máy đo rung chuyển đo được cường độ rung chuyển ở 3 tham số: Biên độ, vận tốc, gia tốc và đo được tần số ở dải ốc ta.

5.2. Thiết bị đo

Yêu cầu kỹ thuật:

– Dải đo tối thiểu: Vận tốc: 0,03 cm/s - 100 cm/s, gia tốc: 0,03 – 100 cm/s2.

– Độ nhạy: Vận tốc: 0,1 cm/s, gia tốc 0,1 cm/s2.

– Chế độ đo tối thiểu: Đo được rung chuyển chung và rung ở các dải ốc ta.

– Máy phải đo được các tham số: Biên độ, vận tốc, gia tốc. Máy phải có các thiết bị phụ trợ kèm theo để gắn, cố định đầu đo vào vị trí định đo như nam châm, ốc vít... tùy theo máy.

5.3. Các bước tiến hành

5.3.1. Chuẩn bị máy

– Lắp máy, lắp đầu đo vào máy.

– Lắp pin, thử pin và chuẩn máy theo bản hướng dẫn sử dụng của máy.

5.3.2. Xác định vị trí đo

– Đo tại vị trí cơ thể người lao động tiếp xúc với rung chuyển.

– Rung chuyển cục bộ: Gắn đầu gia tốc vào nơi cầm.

– Rung chuyển toàn thân: Đầu gia tốc gắn vào ghế ngồi, sàn làm việc hoặc các bộ phận điều khiển, vị trí người lao động tiếp xúc với rung chuyển.

5.3.3. Tiến hành đo

– Gắn đầu đo vào các vị trí cần đo.

– Đo lần lượt các chỉ số: Biên độ, vận tốc, gia tốc theo từng dải ốc ta trên máy.

6. Đánh giá kết quả

– So sánh kết quả với giới hạn tham chiếu xem đạt hay không đạt (vượt) tiêu chuẩn cho phép.

– Giới hạn tham chiếu:

+ 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.

+ Khi các tiêu chuẩn, quy định trên có bổ sung, thay thế hoặc có quy chuẩn, tiêu chuẩn, quy định mới thì có thể áp dụng để tham chiếu.

7. Kiểm soát chất lượng

Hiệu chuẩn máy đo định kỳ 1 lần/năm.

Định kỳ thực hiện kiểm tra lại độ lặp lại và độ tái lặp ít nhất 1 lần/năm.

8. Yêu cầu về an toàn

Trang bị đầy đủ các thiết bị bảo hộ lao động khi thực hiện đo tại hiện trường.

9. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

Các loại pin sau khi không còn sử dụng phải được thu gom, sau đó đem đi xử lý tại các đơn vị có chức năng thích hợp.

10. Tài liệu tham khảo

1. TCVN 5125-1990: Rung - Ký hiệu và đơn vị các đại lượng.
2. TCVN 5128-1990: Thiết bị đo rung - Thuật ngữ và định nghĩa
3. Tiêu chuẩn Vệ sinh lao động do Bộ Y tế ban hành theo Quyết định số 3733/2002/QĐ-BYT ngày 10/10/2002.
4. Viện Y học lao động và Vệ sinh môi trường, *Thường quy kỹ thuật Y học lao động Vệ sinh môi trường Sức khoẻ trường học*, Nhà xuất bản Y học, 2002.
5. Các phương pháp giám sát rung động, Viện Năng suất và bảo trì, 2015.

6. Measure vibration, Fluke.com.
7. Vibration measurement-Lion precision.com.
8. Vibration-Measure, Control and Standards, Canadian Center for Occupational Health and Safety, Document last updated on October 21, 2008.
9. Vibration Meter, PCE, Instruments.
10. Acceleration/Vibration, A Practical Approach to Vibration Detection and Measurement. Part 1: Physical Principles and Detection Techniques February 1, 1999 By: Jon Wilson, The Dynamic Consultant, LLC. Sensor online.www.Sensorsmag.com.
11. Vibration Measurements Personal, personal.city.edu.hk/bsapplec/vibratio2.htm.

KỸ THUẬT ĐO VÀ ĐÁNH GIÁ MỨC CHIẾU SÁNG

1. Phạm vi áp dụng

Kỹ thuật này áp dụng để đo và đánh giá chiếu sáng nhân tạo tại nơi làm việc, các tòa nhà công nghiệp, nông nghiệp, văn phòng, công sở, cơ sở chăm sóc sức khỏe và các công trình công cộng khác nhằm xác định sự phù hợp của độ rọi thực tế so với các quy định hiện hành.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 5176: 1990 Chiếu sáng nhân tạo – Phương pháp đo độ rọi.

3. Giải thích từ ngữ

– Độ rọi (độ chiếu sáng): Là độ sáng của một vật được một chùm sáng chiếu vào, đơn vị là Lux (ký hiệu là Lx). 1 Lux là độ sáng của một vật được một nguồn sáng ở cách xa 1m có quang thông bằng 1 Lumen chiếu trên diện tích bằng $1m^2$.

– Độ rọi duy trì ($\overline{Em}$): Độ rọi trung bình trên bề mặt quy định không được nhỏ hơn giá trị cho phép.

4. Nguyên lý

– Độ rọi cần được đo trên mặt phẳng tương ứng với mặt phẳng quy định hoặc trên bề mặt làm việc của thiết bị.

– Đối với chiếu sáng làm việc và chiếu sáng sự cố, độ rọi cần được đo vào lúc tối, đảm bảo tỉ số giữa độ rọi tự nhiên và độ rọi do chiếu sáng nhân tạo không lớn hơn 0,1.

– Đo độ rọi chiếu sáng nhân tạo tại phòng học khi độ rọi chiếu sáng tự nhiên bên ngoài thấp ≤3.000 Lux hoặc che ánh sáng tự nhiên chiếu vào không gian được đo.

5. Phương pháp đo

5.1. Thiết bị đo

Thiết bị đo ánh sáng gồm hai bộ phận chính: Tế bào quang điện và điện kế. Tế bào quang điện làm bằng một tấm kim loại phủ vàng và selen. Khi có nguồn sáng chiếu vào tế bào quang điện biến quang năng thành điện năng và được đo bằng điện kế. Điện kế hiển thị kết quả trực tiếp tính ra Lux.

Độ nhạy của tế bào quang điện với các phổ nhìn thấy là khác nhau. Có một số thiết bị đo ánh sáng được khắc độ theo đèn dây tóc, cho nên khi đo độ sáng của nguồn khác thì phải nhân với hệ số điều chỉnh (ghi trong catalô). Hệ số điều chỉnh của ánh sáng tự nhiên là 0,8, của đèn huỳnh quang là 1,15; của ánh sáng ban ngày là 0,9.

5.2. Các bước tiến hành

5.2.1. Xác định vị trí đo

a. Đo độ rọi chiếu sáng chung

Các điểm đo độ rọi phải bố trí ở trung tâm của phòng, cách tường 50 - 60cm, phía dưới đèn điện, giữa các đèn điện và giữa các dãy của chúng. Số điểm đo không dưới 5 điểm.

– Đối với khu vực người lao động ngồi thực hiện thao tác thì đo tại vị trí 1m so với mặt đất hoặc mặt sàn làm việc.

– Đối với khu vực người lao động đứng thực hiện thao tác thì đo tại vị trí 1,5 m so với mặt đất hoặc mặt sàn làm việc.

– Đối với văn phòng thì đo tại vị trí ngang mặt bàn làm việc.

b. Đo độ rọi chiếu sáng cục bộ

Các điểm đo độ rọi chiếu sáng cục bộ được xác định ở vị trí thao tác của người lao động. Vị trí làm việc của đèn điện chiếu sáng cục bộ do người lao động xác định.

c. Đo độ rọi chiếu sáng hỗn hợp

Đối với chiếu sáng hỗn hợp thì đầu tiên đo đội rọi do các đèn điện chiếu sáng chung sau đó thắp sáng các đèn điện chiếu sáng cục bộ ở vị trí làm việc và đo độ rọi tổng do đèn điện chiếu sáng chung và đèn điện chiếu sáng cục bộ.

5.2.2. Tiến hành đo

– Bật điện để thắp sáng các bóng đèn.

– Đặt ngửa tế bào quang điện trên mặt phẳng cần đo.

– Bật máy chờ giá trị đo hiển thị ổn định rồi ghi lại kết quả (đơn vị đo: Lux).

– Vị trí đo, thời gian đo và số mẫu đo cần được xác định tùy tính chất công việc.

Chú ý:

– Không để bóng của người đo in lên tế bào quang điện của thiết bị đo.

– Nếu trong thực tế chỗ làm việc bị che tối bởi chính người công nhân hay chi tiết nhô cao của thiết bị thì cũng cần đo độ rọi trong điều kiện thực tế này.

– Các thiết bị đo phải bố trí ở tư thế làm việc.

– Không để thiết bị đo gần những vật nhiễm từ hoặc từ trường mạnh.

– Không để ánh sáng mặt trời chiếu trực tiếp vào mặt tế bào quang điện.

5.2.3. Bảo quản thiết bị

– Sau mỗi đợt đo đo cần tháo pin và phụ kiện khỏi thân máy. Vệ sinh sạch sẽ máy và cho vào hộp bảo quản máy.

– Bảo quản máy trong phòng có hút ẩm.

– Máy phải được định kỳ kiểm tra hàng tuần.

6. Đánh giá kết quả

– So sánh kết quả với giới hạn tham chiếu xem đạt hay không đạt (vượt) tiêu chuẩn cho phép.

7. Giới hạn tham chiếu

– 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.

– TCVN 7114 - 1: 2008 (ISO 8995-1:2002) Écgônômi - Chiếu sáng nơi làm việc - Phần 1: Trong nhà

Khi các tiêu chuẩn, quy định trên có bổ sung, thay thế hoặc có quy chuẩn, tiêu chuẩn, quy định mới thì có thể áp dụng để tham chiếu.

8. Kiểm soát chất lượng

Hiệu chuẩn máy đo định kỳ 1 lần/năm.

Định kỳ thực hiện kiểm tra lại độ lặp lại và độ tái lặp ít nhất 1 lần/năm.

9. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

Các loại pin sau khi không còn sử dụng phải được thu gom, sau đó đem đi xử lý tại các đơn vị có chức năng thích hợp.

10. Yêu cầu về an toàn

Trang bị đầy đủ các thiết bị bảo hộ lao động khi thực hiện đo tại hiện trường.

11. Tài liệu tham khảo

1. TCVN 5176: 1990. Chiếu sáng nhân tạo – Phương pháp đo độ rọi.
2. Viện Y học lao động và Vệ sinh môi trường, *Thường quy kỹ thuật Y học lao động Vệ sinh môi trường Sức khoẻ trường học*, Nhà xuất bản Y học, 2002.
3. TCVN 7114 - 1: 2008 (ISO 8995-1:2002) Écgônômi - Chiếu sáng nơi làm việc - Phần 1: Trong nhà.

KỸ THUẬT ĐO VÀ ĐÁNH GIÁ
ĐIỆN TỪ TRƯỜNG TẦN SỐ CÔNG NGHIỆP

1. Phạm vi áp dụng

Kỹ thuật này quy định các bước đo và đánh giá điện từ trường tần số công nghiệp trong môi trường lao động.

2. Giải thích từ ngữ

– Điện từ trường tần số công nghiệp (Industrial Frequency Electromagnetic Fields): Là sóng điện từ có tần số từ 50Hz đến 60Hz phát sinh do cảm ứng tĩnh điện và điện từ từ các nguồn điện, đường dây tải điện và các thiết bị dùng điện.

– Cường độ điện trường (Electric field intensity): Là độ lớn hiệu dụng của véctơ điện trường (E) tại một điểm, xác định bằng lực (F) tác dụng lên một đơn vị điện tích (q) tại một điểm trong trường, tính bằng vôn trên mét (V/m), nghĩa là:

$$E = \frac{F}{q}$$

– Cường độ từ trường (Magnetic field intensity): Là độ lớn hiệu dụng của véctơ từ trường. Cường độ từ trường được ký hiệu là H, đơn vị tính Ampe trên mét (A/m).

3. Nguyên lý

Năng lượng điện từ trường tác động lên sensor chuyển hóa thành tín hiệu điện, tín hiệu điện được dẫn đến chíp xử lý tạo ra kết quả tương ứng với năng lượng điện từ trường trong môi trường.

4. Phương pháp xác định

4.1. Nguyên tắc chung

Đo ở tất cả các điểm có nguồn phát sinh điện từ trường tần số công nghiệp (Các thiết bị, đồ vật có phát điện, hệ thống truyền tải điện, các trạm biến thế, máy biến thế, các thiết bị dùng điện...), nơi làm việc, khu vực dân cư.

Đo vào các thời điểm: Khi mới đưa thiết bị vào vận hành, khi tổ chức nơi làm việc mới, khi có thay đổi kết cấu thiết bị và đo định kỳ hàng năm.

4.2. Thiết bị đo

– Thiết bị đo điện từ trường tần số công nghiệp phải có đầu anten thu được điện từ trường tần số 50 - 60Hz.

– Giới hạn đo:

+ Điện trường: 0,1 V/m – tối thiểu 30 kV/m.

+ Từ trường: 0,1 mA/m – tối thiểu 5000 A/m.

+ Độ nhạy tối thiểu: Điện trường 0,1V/m; Từ trường: 0,1 mA/m.

4.3. Kỹ thuật đo

Đo điện từ trường tại các thiết bị dùng điện: máy phát điện, máy biến thế đặt trên mặt đất, sàn làm việc.

– Chuẩn bị thiết bị: Máy đo, giá đỡ, thước dây, pin, giấy, bút ghi kết quả.

– Lắp pin vào máy, thử pin, xem hiển thị đơn vị đo; đảm bảo máy hoạt động tốt trước khi đo.

– Vị trí đo: Đo ngang ngực người làm việc (nếu đứng), ngang đầu (nếu ngồi); nếu ở các tư thế khác đo tại vị trí cơ thể tiếp xúc gần nguồn nhất.

– Tiến hành đo: Lần lượt đo điện trường, từ trường; khi màn hiển thị hiện số ổn định mới đọc kết quả.

Đo điện từ trường tại các thiết bị cao thế, đường dây: các trạm biến thế, đường dây truyền tải điện.

– Chuẩn bị thiết bị: Máy đo, giá đỡ, thước dây, pin, giấy, bút ghi kết quả.

– Lắp pin vào máy, thử pin, xem hiển thị đơn vị đo; đảm bảo máy hoạt động tốt trước khi đo.

– Đối với đường dây truyền tải điện đo dưới đường dây hoặc khoảng cách 1,2m; 5m v.v. tính từ tim đường dây hoặc tại vị trí làm việc hoặc dân sinh nghi có ảnh hưởng của điện từ trường từ đường dây.

– Đối với các trạm biến thế: Đo tại các vị trí trong trạm theo chức danh kỹ thuật.

– Tại mỗi vị trí đo: Đo 3 điểm ở độ cao 0,5m; 0,8m và 1,63m tính từ mặt đất hoặc sàn làm việc và cách bộ phận nối đất 0,5m.

– Tiến hành đo: Đặt máy trên giá, máy cách người đo 1,5m; chỉnh độ cao của máy cách sàn 0,5m; 0,8m và 1,63m, đo điện trường và từ trường tại các điểm trên; khi màn hiển thị cho kết quả ổn định mới đọc và ghi kết quả.

4.4. Lưu ý an toàn khi đo

– Khi đo phải tuân thủ tuyệt đối quy phạm an toàn điện, phải có cán bộ an toàn điện và vận hành điện đi theo giám sát. Không đo và ở gần trạm biến áp, đường dây cao thế khi trời mưa, có sương mù dầy, có gió to hay gió giật (vận tốc gió >9,5m/s), có sấm, sét.

– Không được đo điện từ trường nơi có điện thế cao áp ngoài trời khi: Có mưa to hay mưa phùn; có sương mù dày; có gió lớn hay gió giật; có sấm, sét.

– Khi đo cần chú ý và có biện pháp phòng tránh ảnh hưởng nguy hiểm của điện từ trường: do phóng điện từ các bộ phận mang điện; do ảnh hưởng của điện từ trường;

do ảnh hưởng cảm ứng điện từ, cảm ứng tĩnh điện; do ảnh hưởng của điện thế chạm, điện thế bước, nối đất khi có ngắn mạch.

5. Đánh giá kết quả

So sánh kết quả với giới hạn tham chiếu xem đạt hay không đạt (vượt) tiêu chuẩn cho phép.

6. Giới hạn tham chiếu

– 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.

– Nghị định số 14/2014/NĐ-CP ban hành ngày 26/02/1014 quy định chi tiết thi hành Luật điện lực về an toàn điện.

Khi các tiêu chuẩn, quy định trên có bổ sung, thay thế hoặc có quy chuẩn, tiêu chuẩn, quy định mới thì có thể áp dụng để tham chiếu.

7. Kiểm soát chất lượng

Hiệu chuẩn máy đo định kỳ 1 lần/năm.

Định kỳ thực hiện kiểm tra lại độ lặp lại và độ tái lặp ít nhất 1 lần/năm.

8. Yêu cầu về an toàn

Trang bị đầy đủ các thiết bị bảo hộ lao động khi thực hiện đo tại hiện trường.

9. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

Các loại pin sau khi không còn sử dụng phải được thu gom, sau đó đem đi xử lý tại các đơn vị có chức năng thích hợp.

10. Tài liệu tham khảo

1. Tiêu chuẩn Vệ sinh lao động do Bộ Y tế ban hành theo Quyết định số 3733/2002/QĐ-BYT ngày 10/10/2002.
2. Interim guidelines on limits of exposure to 50/60 Hz electric and magnetic fields (1989), Radiation health series No.30, Approved at the 108th session of the National Health and Medical Research Council, Canberra, November 1989.
3. The EMF UK rough guide to choosing an EMF meter, 2008.
4. Less EMF.com, DC Magnetic Field Gauss Meters & Detectors, 2014.
5. NIOSH (1998). Manual for measuring occupational electric and magnetic field exposures.
6. IEEE std (1994) Standard procedures for measurement of power frequency electric and magnetic fields from AC power lines.

KỸ THUẬT ĐO VÀ ĐÁNH GIÁ ĐIỆN TỪ TRƯỜNG TẦN SỐ CAO

1. Phạm vi áp dụng

Kỹ thuật này quy định các bước đo và đánh giá điện từ trường tần số cao (radio).

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 3718-2:2007 Quản lý an toàn trong trường bức xạ tần số radio. Phần 2.

3. Giải thích từ ngữ, nguồn phát sinh và đơn vị đo

3.1. Giải thích từ ngữ

– Điện từ trường (Electromagnetic): Là một trong những trường của vật lý học. Nó là một dạng vật chất đặc trưng cho tương tác giữa các hạt mang điện. Điện từ trường cũng do các hạt mang điện sinh ra, và là trường thống nhất của điện trường và từ trường.

– Điện từ trường tần số cao hay tần số radio (High frequency electromagnetic): Là điện từ trường có tần số từ 3KHz đến 300GHz.

– Cường độ điện trường (Electric field intensity): Là độ lớn hiệu dụng của vectơ điện trường E xác định bằng lực (F) trên một đơn vị điện tích (q) tại một điểm trong trường, tính bằng vôn trên mét (V/m), nghĩa là:

$$E = \frac{F}{q}$$

– Cường độ từ trường (Magnetic field intensity): Là độ lớn hiệu dụng của véctơ từ trường.

– Cường độ từ trường được ký hiệu là H, đơn vị tính Ampe trên mét (A/m).

– Mật độ dòng năng lượng – P (Energy density): là tỷ số giữa dòng năng lượng RF trên một đơn vị diện tích bề mặt (S), tính bằng oát trên centimét vuông (W/cm^2).

3.2. Nguồn phát sinh

3.2.1. Khu vực thông tin

Phát thanh, truyền hình, viễn thông, rada quân sự và hàng không, khí tượng... có sử dụng các loại máy phát sóng.

Các loại máy phát sóng vô tuyến từ 100KHz - 300GHz.

3.2.2. Khu vực không phải thông tin

– Vật lý trị liệu trong y tế, lò nung cao tần trong công nghiệp, công nghệ điện tử...

– Các loại máy phát sóng cao tần và siêu cao tần.

3.3. Đơn vị đo

3.3.1. Các tham số

Điện từ trường từ nguồn phát lan toả ra môi trường xung quanh dưới dạng sóng điện từ với các bước sóng và tần số khác nhau.

$$\lambda = \frac{C}{f.\sqrt{\varepsilon'.\mu'}}$$

Trong đó:

λ: Bước sóng, đơn vị mm - km.

c: Vận tốc bằng vận tốc ánh sáng - 3.10^8m/s.

ε', μ': Độ xuyên qua của điện từ trường trong không khí.

f: Tần số đơn vị là Hezt (Hz).

3.3.2. Các thông số

Độ mạnh của trường đo được bằng 3 đại lượng.

+ E - Cường độ điện trường, đơn vị đo Vôn/mét (V/m).

+ H - Từ trường, đơn vị đo Ampe/mét (A/m).

Hai đại lượng trên xác định cường độ trường của vùng sóng dài, sóng trung, sóng ngắn và cực ngắn (dải sóng 3KHz - 300MHz).

+ P - Mật độ dòng năng lượng, đơn vị đo Watt/cm^2 (W/cm^2).

Đối với bức xạ siêu cao tần, dải sóng từ 300MHz - 300GHz dùng đơn vị đo mật độ dòng năng lượng (MĐDNL).

$1W/cm^2 = 10^3 mW/cm^2 = 10^6 \mu W/cm^2$

+ Giữa E, H và P có mối liên quan với nhau:

$$P(mW/cm^2) = \frac{E^2(V/m)}{7450} = 19.H^2(A/m)$$

4. Nguyên lý

Năng lượng điện từ trường tác động lên sensor chuyển hóa thành tín hiệu điện, tín hiệu điện được dẫn đến chíp xử lý tạo ra kết quả tương ứng với năng lượng điện từ trường trong môi trường.

5. Phương pháp xác định

5.1. Nguyên tắc

Sử dụng các loại máy đo có sử dụng 1 hoặc nhiều loại đầu anten bắt được các loại sóng điện từ tần số cao.

Đo ở tất cả các cơ sở làm việc có máy phát sóng, khu vực lân cận có người làm việc và qua lại.

5.2. Thiết bị đo

Yêu cầu máy đo có khoảng đo tối thiểu: 0,1V/m - 200V/m; 0,1μW/cm^2 - 2000μW/cm^2; 0,1 A/m - 20 A/m.

5.3. Các bước tiến hành

5.3.1. Chuẩn bị máy

– Lắp máy, lắp đầu đo vào máy.

– Lắp pin, thử pin và chuẩn máy theo bản hướng dẫn sử dụng của máy.

5.3.2. Xác định vị trí đo

– Tủ máy phát sóng.

– Khoảng cách 0,5m nơi có nhân viên vào làm việc.

– Đo tại các bàn làm việc của nhân viên trực máy.

– Đo ở độ cao 0,5m, 1m, 1,5m cách nền nhà, lấy kết quả trung bình.

– Đo dưới các khớp nối cáp dẫn sóng trong phòng và ngoài trời, cột anten ở độ cao 1,5m.

5.3.3. Tiến hành đo

Trước khi đo cần khảo sát để nắm được tần số, công suất của máy phát, thiết kế vệ sinh nơi làm việc.

Bật máy, hướng anten của máy vào cực có công suất phát tối đa và hướng có cường độ trường lớn nhất. Đo trong 5 phút. Ghi kết quả hiển thị trên máy vào biên bản đo hiện trường.

6. Đánh giá kết quả

So sánh kết quả với giới hạn tham chiếu xem đạt hay không đạt (vượt) tiêu chuẩn cho phép.

7. Giới hạn tham chiếu

– 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.

– TCVN 3718-82: Điện từ trường tần số radio. Mức tối đa cho phép trong môi trường lao động.

– TCVN 3718-2:2007 Quản lý an toàn trong trường bức xạ tần số radio. Phần 1.

– QCVN 78:2014/BTTTT: Quy chuẩn kỹ thuật quốc gia về phơi nhiễm trường điện từ của các đài phát thanh, truyền hình.

– Khi các tiêu chuẩn, quy định trên có bổ sung, thay thế hoặc có quy chuẩn, tiêu chuẩn, quy định mới thì có thể áp dụng để tham chiếu.

8. Kiểm soát chất lượng

– Hiệu chuẩn máy đo định kỳ 1 lần/năm.

– Định kỳ thực hiện kiểm tra lại độ lặp lại và độ tái lặp ít nhất 1 lần/năm.

9. Yêu cầu về an toàn

Trang bị đầy đủ các thiết bị bảo hộ lao động khi thực hiện đo tại hiện trường.

10. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

Các loại pin sau khi không còn sử dụng phải được thu gom, sau đó đem đi xử lý tại các đơn vị có chức năng thích hợp.

11. Tài liệu tham khảo

1. Tiêu chuẩn vệ sinh lao động số 3733/2002/QĐ-BYT, ban hành ngày 10/10/2002.
2. Nonionizing Radiation and Physical Agents Papers (174-180). *http://www.aiha.org/abs98/8nonion.htmL Last Updated on May 27, 1998 by our webmaster jmyers@aiha.org Copyright 1998, American Industrial Hygiene Association.*
3. Directive 2004/40/EC of the European Parliament and of the Council of 29 April 2004 on the minimum health and safety requirements regarding the exposure of workers to the risks arising from physical agents (electromagnetic fields) (18th individual Directive within the meaning of Article 16(1) of Directive 89/391/EEC). G.U. UE L184 del 24 maggio 2004.
4. NIOSH (1998). Manual for measuring occupational electric and magnetic field exposures.

KỸ THUẬT ĐO VÀ ĐÁNH GIÁ BỨC XẠ ION HÓA

1. Phạm vi áp dụng

Kỹ thuật này áp dụng để xác định liều suất bức xạ trong không khí tại các cơ sở có sử dụng bức xạ ion hóa.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

– Thông tư số 19/2012/TT-BKHCN ngày 08/11/2012: Quy định về kiểm soát và bảo đảm an toàn bức xạ trong chiếu xạ nghề nghiệp và chiếu xạ công chúng.

– Thông tư liên tịch số 13/2014/TTLT-BKHCN-BYT ngày 09/6/2014 về Hướng dẫn đảm bảo an toàn bức xạ trong y tế.

– TCVN 7885-1:2008. An toàn bức xạ. Thuật ngữ và định nghĩa. Phần 1: Các thuật ngữ xếp theo thứ tự chữ cái trong tiếng anh từ A đến E.

– TCVN 6892:2001. An toàn bức xạ. Bức xạ Gamma và tia X. Liều kế bỏ túi kiểu tụ điện đọc gián tiếp hoặc trực tiếp.

– TCVN 7077:2002. An toàn bức xạ. Liều kế phim dùng cho cá nhân.

– TCVN 7174:2002. Năng lượng hạt nhân. An toàn bức xạ. Liều kế nhiệt phát quang dùng cho cá nhân để đo liều bức xạ các đầu chi và mắt.

– TCVN 7944:2008. An toàn bức xạ. Các nguyên tắc chung về lấy mẫu chất phóng xạ trong không khí.

3. Giải thích từ ngữ

3.1. Liều tương đương (ký hiệu là $H_{T,R}$)

Là đại lượng dùng để đánh giá liều bức xạ trong một tổ chức mô hoặc cơ quan của cơ thể người và được xác định theo công thức sau:

$$H_{T,R} = D_{T,R} \times W_R$$

Trong đó:

$D_{T,R}$: Là liều hấp thụ do loại bức xạ R gây ra, lấy trung bình trên cơ quan hoặc tổ chức mô T; W_R là trọng số bức xạ của bức xạ loại R.

Khi trường bức xạ gồm nhiều loại bức xạ với các trọng số bức xạ W_R khác nhau thì liều tương đương được xác định theo công thức sau, trong đó tổng được lấy cho tất cả các loại bức xạ liên quan:

$$H_T = \sum_R D_{T,R} \times W_R$$

Đơn vị của liều tương đương là jun trên kilôgam (J/kg) và được gọi là sivơ (Sv). 1 J/kg = 1 Sv.

3.2. Liều hiệu dụng (ký hiệu là E)

Là tổng liều tương đương của từng mô nhân với trọng số mô tương ứng tính cho tất cả các mô và cơ quan trong cơ thể, được xác định theo công thức sau:

$$E = \sum_{T} W_T \times H_T$$

Trong đó:

H_T là liều tương đương của mô T.

W_T là trọng số mô của mô T.

Tổng được lấy cho tất cả các mô và cơ quan trong cơ thể.

Đơn vị của liều hiệu dụng là jun trên kilôgam (J/kg) và được gọi là sivơ (Sv). 1 J/kg = 1 Sv.

3.3. Nhân viên bức xạ

Là nhân viên làm việc trong khu vực kiểm soát và khu vực giám sát.

3.4. Khu vực kiểm soát

Là nơi phải áp dụng các biện pháp bảo vệ và các quy định an toàn đặc biệt nhằm kiểm soát sự chiếu xạ hoặc ngăn ngừa nhiễm bẩn phóng xạ lan rộng trong điều kiện làm việc bình thường, ngăn ngừa hoặc hạn chế mức độ chiếu xạ tiềm ẩn.

3.5. Khu vực giám sát

Là nơi các điều kiện chiếu xạ luôn được theo dõi mặc dù không cần thiết phải có các biện pháp bảo vệ và các quy định an toàn đặc biệt như đối với khu vực kiểm soát.

4. Nguyên lý

Các thiết bị đo phóng xạ dựa trên các nguyên lý sau:

4.1. Buồng ion hoá

Bức xạ ion hoá đi qua một số hơi khí sẽ ion hoá nó tạo thành các ion (+) và các ion (-); nếu có một hiệu điện thế giữa hai cực thì các ion (+) sẽ chạy về anôt và các ion (-) sẽ chạy về catôt và tạo thành dòng điện làm thay đổi điện thế. Đo dòng điện này sẽ tính được mức độ phóng xạ.

Cấu tạo: Buồng ion hoá là một ống kim loại hay phủ kim loại, thể tích vài cm^3 đến vài trăm dm^3 (càng lớn càng nhạy); thành ống là cực âm, sợi kim loại xuyên giữa là cực dương được nối với các cực tương ứng của nguồn điện và một vi điện kế. Buồng ion hoá chỉ sử dụng được một thời gian, hơi khí bị ion hoá dần dần bị phá huỷ.

Các máy đo phóng xạ đều dùng buồng ion hoá và chỉ đo bức xạ gamma, tia X. Đối với bức xạ anpha phải có buồng ion hoá riêng, vách buồng phải thật mỏng; đối với neutron buồng ion hoá có phủ BF3.

4.2. Ống đếm nhấp nháy

Một số chất khi bị bức xạ ion hoá chiếu qua sẽ phát quang, ánh sáng đó rất yếu nên phải khuyếch đại rồi chuyển quang năng thành điện năng và được đo bằng một vi điện kế.

Một số chất phát quang thường dùng:

+ Sunphua kẽm để đo bức xạ anpha.
+ Anthracen để đo bức xạ beta.
+ Natri iodua để đo bức xạ gamma.
+ Liti iodua để đo bức xạ neutron.

Ống đếm nhấp nháy có độ nhạy cao hơn buồng ion hoá nhưng có nhược điểm là mỗi loại bức xạ phải dùng chất phát quang riêng và điện áp cho tế bào nhân quang điện phải lớn.

4.3. Nhiệt phát quang (TLD)

Dùng một tấm kính phủ một lớp metaphotphat bạc và những tinh thể canxi florua (CaF_2) hay liti florua (LiF); nếu nung nóng tấm kính đó khi đã bị chiếu bức xạ ion hoá nó sẽ phát ra ánh sáng. Đo ánh sáng đó bằng quang kế sẽ biết mức độ chiếu xạ. Phương pháp này dùng rộng rãi trong đo liều cá nhân. Nhược điểm là phải có máy đọc kết quả.

4.4. Phim ảnh

Các bức xạ ion hoá làm đen phim ảnh. Độ đen của phim tỷ lệ với liều chiếu của tia bức xạ. Phương pháp này có nhiều nhược điểm nên hiện nay ít dùng.

5. Phương pháp đo

5.1. Chỉ định đo

Cơ sở sử dụng bức xạ ion hóa phải tiến hành đo kiểm xạ môi trường theo các quy định sau:

– Đo kiểm xạ môi trường làm việc và xác lập các mức điều tra khi lập hồ sơ đề nghị cấp giấy phép tiến hành công việc bức xạ.

– Định kỳ hằng năm kiểm tra mức bức xạ tại các vị trí nhân viên bức xạ làm việc, mức bức xạ môi trường tại các vị trí cửa ra vào và khu vực xung quanh các phòng đặt thiết bị bức xạ.

5.2. Vị trí đo

– Cần đo tất cả các vị trí của những người làm việc trực tiếp với nguồn bức xạ ion hoá và vị trí của những đối tượng xung quanh như: Người làm gián tiếp, người lân cận, bệnh nhân, dân cư xung quanh, xung quanh phòng đặt nguồn.

– Đo đánh giá hiệu quả của các phương tiện phòng hộ chung cũng như phòng hộ cá nhân.

– Nếu diện đo rộng và phức tạp cần lập biểu đồ và kẻ ô vuông để đo theo toạ độ.

Chú ý đo vị trí của cả 3 loại đối tượng bị chiếu xạ: Loại A, loại B, loại C và đo ở vị trí của cả 3 nhóm của cơ thể theo phân loại đối tượng và nhóm bị chiếu.

Ghi chú:

Loại A: Nhân viên làm việc trực tiếp với bức xạ ion hóa.

Loại B: Những người làm việc lân cận.

Loại C: Công chúng.

5.3. Thiết bị đo

Dùng các máy đo liều suất, suất liều tương đương dựa trên nguyên lý buồng ion hoá, ống đếm nhấp nháy…

Máy đo có giải đo đáp ứng được các giá trị trong tiêu chuẩn tham chiếu.

5.4. Nguyên tắc chung khi sử dụng thiết bị

– Đọc kỹ hướng dẫn sử dụng máy.

– Xem đơn vị đo của thiết bị có phù hợp với mục đích đo hay không, khi cần nên tính đổi đơn vị đo cho phù hợp.

– Xem thiết bị có thể đo được loại bức xạ nào: Anpha, beta, gamma, tia X, neutron v.v…

– Xem năng lượng đáp ứng của máy có phù hợp với năng lượng bức xạ định đo hay không.

– Xem giới hạn đo và giới hạn chịu đựng liều của máy để tránh đo nơi có liều vượt quá giới hạn của máy.

– Khi đo một nguồn phóng xạ đã biết nên để thang đo ở mức cao nhất rồi hạ thấp dần để tránh hỏng máy.

– Bảo quản thiết bị nơi khô, mát. Sau khi hoàn thành đo thì tắt máy, tháo pin và phụ kiện khỏi thân máy. Vệ sinh sạch sẽ máy và cho vào hộp bảo quản máy tránh va đập.

5.5. Phương pháp đo

– Đơn vị đo suất liều tương đương (μSv/h).

– Đặt thiết bị tại vị trí cần đo. Bật máy chờ giá trị đo ổn định rồi ghi lại kết quả vào biên bản hiện trường.

– Vị trí đo, thời gian đo và số mẫu đo cần được xác định tùy tính chất công việc.

5.6. Trong một số trường hợp cụ thể

Có thể xác định theo TCVN 7078 - 1: 2002 (ISO 7503 - 1:1988): An toàn bức xạ. Đánh giá nhiễm xạ bề mặt. Phần 1: Nguồn phát bêta (năng lượng bêta cực đại lớn hơn 0,15 MeV) và nguồn phát anpha.

6. Đánh giá kết quả

– Số liệu đo được ghi vào biên bản đo bức xạ ion hóa tại hiện trường.

– So sánh kết quả với giới hạn tham chiếu xem đạt hay không đạt (vượt) tiêu chuẩn cho phép.

7. Giới hạn tham chiếu

– Thông tư số 19/2012/TT-BKHCN ngày 08/11/2012: Quy định về kiểm soát và bảo đảm an toàn bức xạ trong chiếu xạ nghề nghiệp và chiếu xạ công chúng.

– Thông tư liên tịch số 13/2014/TTLT-BKHCN-BYT ngày 09/6/2014 về Hướng dẫn đảm bảo an toàn bức xạ trong y tế.

– 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.

Khi các tiêu chuẩn, quy định trên có bổ sung, thay thế hoặc có quy chuẩn, tiêu chuẩn, quy định mới thì có thể áp dụng để tham chiếu.

8. Kiểm soát chất lượng

Máy phải được định kỳ kiểm tra hàng tuần và trước mỗi lần đo.

Định kỳ thực hiện kiểm tra lại độ lặp lại và độ tái lặp theo qui định ít nhất 1lần/năm.

Kiểm chuẩn máy đo tối thiểu 1 lần/1năm.

9. Yêu cầu về an toàn

Trang bị đầy đủ các thiết bị bảo hộ lao động khi thực hiện đo tại hiện trường.

10. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

Các loại pin sau khi không còn sử dụng phải được thu gom, sau đó đem đi xử lý tại các đơn vị có chức năng thích hợp.

11. Tài liệu tham khảo

1. Tiêu chuẩn Vệ sinh lao động do Bộ Y tế ban hành theo Quyết định số 3733/2002/QĐ-BYT ngày 10/10/2002.
2. TCVN 7468:2005. An toàn bức xạ. Dấu hiệu cơ bản về bức xạ ion hoá.
3. TCVN 7469:2005. An toàn bức xạ. Đo hoạt độ vật liệu rắn được coi như chất thải không phóng xạ để tái chế, tái sử dụng hoặc chôn cất.

4. TCVN 7941:2008. Máy đo hạt nhân. Máy đo được thiết kế để lắp đặt cố định.

5. TCVN 7942-1:2008. An toàn bức xạ. Bức xạ chuẩn tia X và gamma hiệu chuẩn liều kế và máy đo suất liều và xác định đáp ứng của thiết bị theo năng lượng photon. Phần 1: Đặc tính bức xạ và phương pháp tạo ra bức xạ.

6. TCVN 7942-2:2008. An toàn bức xạ. Bức xạ chuẩn tia X và gamma hiệu chuẩn liều kế và máy đo suất liều và xác định đáp ứng của thiết bị theo năng lượng photon. Phần 2: Đo liều trong bảo vệ bức xạ cho dải năng lượng từ 8 KeV đến 1,3 MeV và và từ 4 MeV đến 9 MeV.

7. TCVN 8663:2011. An toàn bức xạ. Cảnh báo bức xạ ion hóa. Dấu hiệu bổ sung.

8. US. Nuclear Regulatory Commission, Protecting People and the Environment, Measuring Radiation, Page Last Reviewed/Updated Friday, October 17, 2014.

9. Health Physics Society, How can we detect radiation? Last updated: 13 August 2014.

10. Radiation Detection and Measurement, Office of the assistance secretary of the defense for nuclear, chemical, and biological defense programs/nuclear matters, 2015.

11. Guidance for radiation accident management, Radiation emergency assistance center/Training site (REAC/TS), https://orise.orau.gov/reacts/guide/detect.htm, 2015.

KỸ THUẬT ĐO VÀ ĐÁNH GIÁ BỨC XẠ TIA X

1. Phạm vi áp dụng

Kỹ thuật này áp dụng để xác định liều suất bức xạ trong không khí tại các cơ sở có sử dụng bức xạ tia X.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

– Thông tư số 19/2012/TT-BKHCN ngày 08/11/2012: Quy định về kiểm soát và bảo đảm an toàn bức xạ trong chiếu xạ nghề nghiệp và chiếu xạ công chúng.

– Thông tư liên tịch số 13/2014/TTLT-BKHCN-BYT ngày 09/6/2014 về Hướng dẫn đảm bảo an toàn bức xạ trong y tế.

– TCVN 7885-1:2008. An toàn bức xạ. Thuật ngữ và định nghĩa. Phần 1: Các thuật ngữ xếp theo thứ tự chữ cái trong tiếng anh từ A đến E.

– TCVN 6892:2001. An toàn bức xạ. Bức xạ Gamma và tia X. Liều kế bỏ túi kiểu tụ điện đọc gián tiếp hoặc trực tiếp.

– TCVN 7077:2002. An toàn bức xạ. Liều kế phim dùng cho cá nhân.

– TCVN 7174:2002. Năng lượng hạt nhân. An toàn bức xạ. Liều kế nhiệt phát quang dùng cho cá nhân để đo liều bức xạ các đầu chi và mắt.

– TCVN 7944:2008. An toàn bức xạ. Các nguyên tắc chung về lấy mẫu chất phóng xạ trong không khí.

3. Giải thích từ ngữ

3.1. Liều tương đương (ký hiệu là $H_{T,R}$)

Là đại lượng dùng để đánh giá liều bức xạ trong một tổ chức mô hoặc cơ quan của cơ thể người và được xác định theo công thức sau:

$$H_{T,R} = D_{T,R} \times W_R$$

Trong đó:

$D_{T,R}$: Là liều hấp thụ do loại bức xạ R gây ra, lấy trung bình trên cơ quan hoặc tổ chức mô T.

W_R: Là trọng số bức xạ của bức xạ loại R.

Khi trường bức xạ gồm nhiều loại bức xạ với các trọng số bức xạ W_R khác nhau thì liều tương đương được xác định theo công thức sau, trong đó tổng được lấy cho tất cả các loại bức xạ liên quan:

$$H_T = \sum_R D_{T,R} \times W_R$$

Đơn vị của liều tương đương là jun trên kilôgam (J/kg) và được gọi là sivơ (Sv). 1 J/kg = 1 Sv.

3.2. Liều hiệu dụng (ký hiệu là E)

Là tổng liều tương đương của từng mô nhân với trọng số mô tương ứng tính cho tất cả các mô và cơ quan trong cơ thể, được xác định theo công thức sau:

$$E = \sum_T W_T \times H_T$$

Trong đó:

H_T là liều tương đương của mô T.

W_T là trọng số mô của mô T. Tổng được lấy cho tất cả các mô và cơ quan trong cơ thể.

Đơn vị của liều hiệu dụng là jun trên kilôgam (J/kg) và được gọi là sivơ (Sv). 1 J/kg = 1 Sv

3.3. Nhân viên bức xạ

Là nhân viên làm việc trong khu vực kiểm soát và khu vực giám sát.

3.4. Khu vực kiểm soát

Là nơi phải áp dụng các biện pháp bảo vệ và các quy định an toàn đặc biệt nhằm kiểm soát sự chiếu xạ hoặc ngăn ngừa nhiễm bẩn phóng xạ lan rộng trong điều kiện làm việc bình thường, ngăn ngừa hoặc hạn chế mức độ chiếu xạ tiềm ẩn.

3.5. Khu vực giám sát

Là nơi các điều kiện chiếu xạ luôn được theo dõi mặc dù không cần thiết phải có các biện pháp bảo vệ và các quy định an toàn đặc biệt như đối với khu vực kiểm soát.

4. Nguyên lý

Các thiết bị đo phóng xạ dựa trên các nguyên lý sau:

4.1. Buồng ion hoá

Bức xạ ion hoá đi qua một số hơi khí sẽ ion hoá nó tạo thành các ion (+) và các ion (-); nếu có một hiệu điện thế giữa hai cực thì các ion (+) sẽ chạy về anôt và các ion (-) sẽ chạy về catôt và tạo thành dòng điện làm thay đổi điện thế. Đo dòng điện này sẽ tính được mức độ phóng xạ.

Cấu tạo: Buồng ion hoá là một ống kim loại hay phủ kim loại, thể tích vài cm^3 đến vài trăm dm^3 (càng lớn càng nhạy); thành ống là cực âm, sợi kim loại xuyên giữa là cực dương được nối với các cực tương ứng của nguồn điện và một vi điện kế. Buồng ion hoá chỉ sử dụng được một thời gian, hơi khí bị ion hoá dần dần bị phá huỷ.

4.2. Ống đếm nhấp nháy

Một số chất khi bị bức xạ ion hoá chiếu qua sẽ phát quang, ánh sáng đó rất yếu nên phải khuyếch đại rồi chuyển quang năng thành điện năng và được đo bằng một vi điện kế.

Một số chất phát quang thường dùng:

- Sunphua kẽm để đo bức xạ anpha.
- Anthracen để đo bức xạ beta.
- Natri iodua để đo bức xạ gamma.
- Liti iodua để đo bức xạ neutron.

4.3. Nhiệt phát quang (TLD)

Dùng một tấm kính phủ một lớp metaphotphat bạc và những tinh thể canxi florua (CaF_2) hay liti florua (LiF); nếu nung nóng tấm kính đó khi đã bị chiếu bức xạ ion hoá nó sẽ phát ra ánh sáng. Đo ánh sáng đó bằng quang kế sẽ biết mức độ chiếu xạ. Phương pháp này dùng rộng rãi trong đo liều cá nhân. Nhược điểm là phải có máy đọc kết quả.

4.4. Phim ảnh

Các bức xạ ion hoá làm đen phim ảnh. Độ đen của phim tỷ lệ với liều chiếu của tia bức xạ. Phương pháp này có nhiều nhược điểm nên hiện nay ít dùng.

5. Phương pháp đo

5.1. Chỉ định đo

– Đo kiểm xạ môi trường làm việc và xác lập các mức điều tra khi lập hồ sơ đề nghị cấp giấy phép tiến hành công việc bức xạ tia X.

– Định kỳ hằng năm kiểm tra mức bức xạ tia X tại các vị trí nhân viên bức xạ làm việc, mức bức xạ môi trường tại các vị trí cửa ra vào và khu vực xung quanh các phòng đặt thiết bị bức xạ tia X.

5.2. Vị trí đo

Cần đo tất cả các vị trí của những người làm việc trực tiếp với nguồn bức xạ tia X và vị trí của những đối tượng xung quanh như: Người làm gián tiếp, người lân cận, bệnh nhân, dân cư xung quanh, xung quanh phòng đặt nguồn.

Đo đánh giá hiệu quả của các phương tiện phòng hộ chung cũng như phòng hộ cá nhân.

Nếu diện đo rộng và phức tạp cần lập biểu đồ và kẻ ô vuông để đo theo toạ độ.

Chú ý đo vị trí của cả 3 loại đối tượng bị chiếu xạ: Loại A, loại B, loại C và đo ở vị trí của cả 3 nhóm của cơ thể theo phân loại đối tượng và nhóm bị chiếu.

Ghi chú:

Loại A: Nhân viên làm việc trực tiếp với bức xạ tia X.

Loại B: Những người làm việc lân cận.

Loại C: Công chúng.

5.3. Thiết bị đo

Dùng các máy đo liều suất, suất liều tương đương dựa trên nguyên lý buồng ion hoá, ống đếm nhấp nháy…

Máy đo có giải đo đáp ứng được các giá trị trong tiêu chuẩn tham chiếu.

5.4. Nguyên tắc chung khi sử dụng thiết bị

– Đọc kỹ hướng dẫn sử dụng máy.

– Xem đơn vị đo của thiết bị có phù hợp với mục đích đo hay không, khi cần nên tính đổi đơn vị đo cho phù hợp.

– Xem năng lượng đáp ứng của máy có phù hợp với năng lượng bức xạ tia X định đo hay không.

– Xem giới hạn đo và giới hạn chịu đựng liều của máy để tránh đo nơi có liều vượt quá giới hạn của máy.

– Bảo quản thiết bị nơi khô, mát. Sau khi hoàn thành đo thì tắt máy, tháo pin và phụ kiện khỏi thân máy. Vệ sinh sạch sẽ máy và cho vào hộp bảo quản máy tránh va đập.

6. Phương pháp đo

– Đơn vị đo suất liều tương đương (μSv/h)

– Đặt thiết bị tại vị trí cần đo. Bật máy chờ giá trị đo ổn định rồi ghi lại kết quả vào biên bản hiện trường.

– Vị trí đo, thời gian đo và số mẫu đo cần được xác định tùy tính chất công việc.

7. Đánh giá kết quả

– Số liệu đo được ghi vào biên bản đo bức xạ tia X tại hiện trường.

– So sánh kết quả với giới hạn tham chiếu xem đạt hay không đạt (vượt) tiêu chuẩn cho phép.

8. Giới hạn tham chiếu

– Thông tư số 19/2012/TT-BKHCN ngày 08/11/2012: Quy định về kiểm soát và bảo đảm an toàn bức xạ trong chiếu xạ nghề nghiệp và chiếu xạ công chúng.

– Thông tư liên tịch số 13/2014/TTLT-BKHCN-BYT ngày 09/6/2014 về Hướng dẫn đảm bảo an toàn bức xạ trong y tế.

– 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.

– Khi các tiêu chuẩn, quy định trên có bổ sung, thay thế hoặc có quy chuẩn, tiêu chuẩn, quy định mới thì có thể áp dụng để tham chiếu.

9. Kiểm soát chất lượng

– Máy phải được định kỳ kiểm tra hàng tuần và trước mỗi lần đo.

– Định kỳ thực hiện kiểm tra lại độ lặp lại và độ tái lặp theo qui định ít nhất 1lần/năm.

– Kiểm chuẩn máy đo tối thiểu 1 lần/1năm

10. Yêu cầu về an toàn

Trang bị đầy đủ các thiết bị bảo hộ lao động khi thực hiện đo tại hiện trường.

11. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

Các loại pin sau khi không còn sử dụng phải được thu gom, sau đó đem đi xử lý tại các đơn vị có chức năng thích hợp.

12. Tài liệu tham khảo

1. Tiêu chuẩn Vệ sinh lao động do Bộ Y tế ban hành theo Quyết định số 3733/2002/QĐ-BYT ngày 10/10/2002.
2. TCVN 7468:2005. An toàn bức xạ. Dấu hiệu cơ bản về bức xạ ion hoá.
3. TCVN 7469:2005. An toàn bức xạ. Đo hoạt độ vật liệu rắn được coi như chất thải không phóng xạ để tái chế, tái sử dụng hoặc chôn cất.
4. TCVN 7941:2008. Máy đo hạt nhân. Máy đo được thiết kế để lắp đặt cố định.
5. TCVN 7942-1:2008. An toàn bức xạ. Bức xạ chuẩn tia X và gamma hiệu chuẩn liều kế và máy đo suất liều và xác định đáp ứng của thiết bị theo năng lượng photon. Phần 1: Đặc tính bức xạ và phương pháp tạo ra bức xạ.
6. TCVN 7942-2:2008. An toàn bức xạ. Bức xạ chuẩn tia X và gamma hiệu chuẩn liều kế và máy đo suất liều và xác định đáp ứng của thiết bị theo năng lượng photon. Phần 2: Đo liều trong bảo vệ bức xạ cho dải năng lượng từ 8 KeV đến 1,3 MeV và và từ 4 MeV đến 9 MeV.
7. TCVN 8663:2011. An toàn bức xạ. Cảnh báo bức xạ ion hóa. Dấu hiệu bổ sung.
8. US. Nuclear Regulatory Commission, Protecting People and the Environment, Measuring Radiation, Page Last Reviewed/Updated Friday, October 17, 2014.
9. Health Physics Society, How can we detect radiation? Last updated: 13 August 2014.
10. Radiation Detection and Measurement, Office of the assistance secretary of the defense for nuclear, chemical, and biological defense programs/nuclear matters, 2015.
11. Guidance for radiation accident management, Radiation emergency assistance center/Training site (REAC/TS), https://orise.orau.gov/reacts/guide/detect.htm, 2015.

KỸ THUẬT ĐO VÀ ĐÁNH GIÁ BỨC XẠ TỬ NGOẠI

1. Phạm vi áp dụng

Kỹ thuật này áp dụng để xác định và đánh giá sự tiếp xúc với bức xạ tử ngoại tại các cơ sở có sử dụng bức xạ tử ngoại.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

– ACGIH-American Conference of Governmental Industrial Hygienists 1992 "Recommendation for TLV of Ultraviolet radiation".

– Australian Government, Australian Radiation Protection and Nuclear Safety Agency. "Occupational Exposure to Ultraviolet Radiation". Radiation protection standard.

– ICNIRP (International Commission on Non-ionizing Radiation Protection). ICNIRP guidelines, "on limits of exposure to ultraviolet radiation of wavelength between 100 nm and 400nm (incoherent optical radiation). Published in: health physics 87(2):171-186;2004.

– INIRC/IRPA. Non-Ionizing Radiation Committee of the International Radiation Protection Association 1992 "Recommendation for TLV of Ultraviolet radiation".

3. Giải thích từ ngữ

Trong kỹ thuật này, các từ ngữ dưới đây được hiểu như sau:

– Phổ tử ngoại vùng A (vùng gần – sóng dài): Là các sóng ánh sáng có bước sóng trong khoảng từ 315nm – 400nm.

– Phổ tử ngoại vùng B – sóng trung: Là các sóng ánh sáng có bước sóng trong khoảng từ 280nm – 315nm.

– Phổ tử ngoại vùng C – sóng ngắn: Là các sóng ánh sáng có bước sóng trong khoảng từ 100nm – 280nm.

– Bức xạ hiệu dụng (effective irradiance - Eeff): Được xác định bởi phương trình sau:

$$E_{eff} = \sum_{180}^{400} E_{\lambda}.S_{\lambda}.\Delta_{\lambda}$$

Trong đó :

E_{λ} = Phổ bức xạ tính bằng W/(cm^2.nm).

S_{λ} = Hệ số hiệu lực phổ.

$\Delta\lambda$ = Độ rộng bước sóng tính bằng nm.

– Hệ số hiệu lực phổ (Relative spectral effectiveness - Sλ) là yếu tố cho phép sự nhạy cảm sinh học khác nhau của da và mắt chống lại λ. Sλ được dựa trên dữ liệu xác định các loài linh trưởng, thỏ và sự tiếp xúc của con người với ngưỡng gần mắt.

4. Nguyên lý

Năng lượng bức xạ tác động lên sensor chuyển hóa thành tín hiệu điện, tín hiệu điện được dẫn đến chíp xử lý tạo ra kết quả tương ứng với năng lượng bức xạ trong môi trường.

5. Phương pháp đo

5.1. Quy định chung

– Xác định vị trí cần đo bức xạ tử ngoại: Đo tất cả các vị trí của người làm việc có tiếp xúc với bức xạ tử ngoại.

– Đặt thiết bị đo cách nguồn phát bức xạ tử ngoại 25cm, 5 cm, 1,5m, 2m.

5.2. Thiết bị đo

– Thiết bị đo gồm 3 bộ phận: Bộ phận ghi nhận, bộ phận dẫn truyền và máy đo.

– Thông số kỹ thuật: Khoảng đo bước sóng từ 180nm - 400nm, độ phân giải cao - 0,001mW/cm^2.

5.3. Chuẩn bị máy

– Kiểm tra tình trạng hoạt động của máy, chuẩn bị pin đủ cho cả quá trình đo.

5.4. Tiến hành đo

– Đặt thiết bị tại vị trí cần đo, bật máy, đo trong 5 phút và đọc kết quả hiển thị trên màn hình.

– Ghi số liệu vào biên bản hiện trường.

5.5. Bảo quản thiết bị

– Sau mỗi đợt đo đo cần tháo pin và phụ kiện khỏi thân máy. Vệ sinh sạch sẽ máy và cho vào hộp bảo quản máy.

– Bảo quản máy trong phòng có hút ẩm.

– Máy phải được định kỳ kiểm tra hàng tuần.

6. Đánh giá kết quả

So sánh kết quả với giới hạn tham chiếu xem đạt hay không đạt (vượt) tiêu chuẩn cho phép.

7. Giới hạn tham chiếu

– 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.

– Khi tiêu chuẩn có bổ sung, thay thế hoặc có quy chuẩn, quy định mới thì có thể áp dụng để tham chiếu.

8. Kiểm soát chất lượng

– Định kỳ thực hiện kiểm tra lại độ lặp lại và độ tái lặp ít nhất 1 lần/năm.

– Hiệu chuẩn máy đo định kỳ theo tiêu chuẩn nhà sản xuất.

9. Yêu cầu về an toàn

Trang bị đầy đủ các thiết bị bảo hộ lao động khi thực hiện đo tại hiện trường.

10. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

Các loại pin sau khi không còn sử dụng phải được thu gom, sau đó đem đi xử lý tại các đơn vị có chức năng thích hợp.

11. Tài liệu tham khảo

1. Tiêu chuẩn vệ sinh lao động số 3733/2002/QĐ-BYT, ban hành ngày 10/10/2002.
2. ACGIH-American Conference of Governmental Industrial Hygienists 1992 "Recommendation for TLV of Ultraviolet radiation".
3. Australian Government, Australian Radiation Protection and Nuclear Safety Agency. "Occupational Exposure to Ultraviolet Radiation". Radiation protection standard.
4. Canadian OSHA "Ultraviolet radiation. Occupational exposure limits" 1994.
5. G.A. Suvorop, Iu.P. Palsev. "Ultraviolet radiation". Moscow 1999.
6. INIRC/IRPA- Non-Ionizing Radiation Committee of the International Radiation Protection Association 1992 "Recommendation for TLV of Ultraviolet radiation".
7. ICNIRP (International commission on non-ionizing radiation protection). ICNIRP guidelines, "on limits of exposure to ultraviolet radiation of wavelength between 100 nm and 400nm (incoherent optical radiation). Published in: health physics 87(2):171-186; 2004.
8. U.S. Department of health, education, and welfare. "Occupational exposure to ultraviolet radiation". Public Health Service. Health Services and Mental Health Administration. National Insttiute for Occupational Safety and Health, 1972.
9. Threshold Limit Values and Biological Exposures Indices for 1986-1987. American Conference of Governmental Industrial Hygienists, 6500 Glenway Avenue, Building D-7, Cincinnati, Ohio 45211-4438.
10. WHO. Ultraviolet radiation and the INTERSUN programme. Geneva 2007.
11. WHO. Environmental health criteria 160. Ultraviolet radiation. Geneve 1994.

KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH BỤI TOÀN PHẦN BẰNG PHƯƠNG PHÁP TRỌNG LƯỢNG (CÂN GIẤY LỌC)

1. Phạm vi áp dụng

Kỹ thuật này áp dụng để xác định nồng độ bụi toàn phần trong không khí môi trường lao động theo thời điểm hoặc ca làm việc.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

– TCVN 5704:1993. Không khí vùng làm việc - Phương pháp xác định hàm lượng bụi.

– TCVN 5067:1995. Chất lượng không khí - Phương pháp khối lượng xác định hàm lượng bụi.

3. Giải thích từ ngữ

– Môi trường lao động: Là không gian của khu vực lao động trong đó người lao động làm việc cùng các phương tiện phục vụ công việc.

– Nồng độ bụi toàn phần: Là khối lượng bụi trong không khí thu được ở giải hạt có đường kính khí động dưới 100micromet trên một đơn vị thể tích không khí, biểu thị bằng đơn vị mg/m^3.

– Lấy mẫu bụi thời điểm: Là lấy mẫu bụi trong thời gian ngắn, tối thiểu 30 phút của ca làm việc 8 giờ.

– Lấy mẫu bụi ca làm việc: Là lấy mẫu bụi trong thời gian cả ca làm việc 8 giờ hoặc tối thiểu là 4 giờ trong ca làm việc 8 giờ.

4. Nguyên lý

Không khí được hút qua đầu lấy mẫu có chứa giấy lọc bằng một bơm hút. Khi không khí đi qua giấy lọc, các hạt bụi có đường kính khí động học dưới 100micromet sẽ được giữ lại trên giấy lọc. Cân giấy lọc trước và sau lấy mẫu. Dựa vào lượng bụi thu được và thể tích không khí đã lấy mẫu để tính nồng độ bụi toàn phần trong không khí, đơn vị tính mg/m^3.

5. Phương pháp xác định

5.1. Thiết bị, dụng cụ

– Bơm hút lấy mẫu không khí. Có thể sử dụng bơm hút lưu lượng 18 lít/phút (sử dụng giấy lọc đường kính 47mm) hoặc lưu lượng 2 lít/phút (sử dụng giấy lọc đường kính 37mm).

– Đầu lấy mẫu: Là bộ phận thu bụi trong đó có đặt giấy lọc. Đầu lấy mẫu tương ứng với kích thước giấy lọc.

– Giấy lọc: Có thể sử dụng một trong các loại giấy lọc như: sợi thuỷ tinh, PVC, Vinyl metricel, Teflon...

– Tấm giấy đệm làm giá đỡ giấy lọc.

– Ống cao su hoặc ống Nylon: Nối từ đầu lấy mẫu tới bơm lấy mẫu. Ống cao su phải dẻo, kín và đường kính bên trong đồng đều.

– Giá 3 chân để đặt đầu lấy mẫu, có thể điều chỉnh được chiều cao và hướng.

– Panh mũi phẳng để gắp giấy lọc.

– Tủ sấy có khả năng kiểm soát nhiệt độ.

– Cân phân tích độ chính xác 0,01mg.

– Bao đựng giấy lọc.

– Các hộp bảo quản mẫu.

– Trong thường hợp bơm lấy mẫu không khí không gắn kèm lưu lượng kế và bộ đo thời gian thì cần có lưu lượng kế và đồng hồ tính thời gian bên ngoài.

– Buồng cân mẫu ổn định về nhiệt độ và độ ẩm (nhiệt độ: 25 ± 1^0C; độ ẩm: 50±10%).

5.2. Lấy mẫu, bảo quản mẫu và vận chuyển

– Kiểm tra tình trạng bơm hút lấy mẫu và chuẩn lưu lượng hút. Nếu bơm hút không có lưu lượng kế gắn kèm thì phải sử dụng lưu lượng kế ngoài để chuẩn.

– Sấy giấy lọc trước khi cân: Giấy lọc đựng trong bao kép bằng giấy can kỹ thuật. Bao ngoài để bảo vệ, bao trong chứa giấy lọc và có cùng số thứ tự với bao ngoài. Bao trong được sấy, cân cùng giấy lọc. Sấy ở nhiệt độ 50^0C trong 2 giờ.

– Cân bao trong có chứa giấy lọc, ghi lại trọng lượng, P(mg).

– Đặt bao trong vào bao bảo vệ (bao ngoài) và để trong hộp bảo quản mẫu.

– Nếu có nhiều đầu lấy mẫu, có thể lắp giấy lọc vào đầu lấy mẫu và để trong hộp bảo quản.

– Giấy lọc sau khi lấy mẫu được cho vào bao kép tương ứng đặt trong hộp bảo quản mẫu hoặc đặt đầu lấy mẫu vào hộp bảo quản mẫu.

– Tới nơi lấy mẫu, xác định vị trí cần lấy mẫu và hướng lấy mẫu.

– Đặt giấy lọc vào đầu lấy mẫu.

– Đặt đầu lấy mẫu lên giá 3 chân, điều chỉnh chiều cao sao cho ngang tầm hô hấp người lao động làm việc và vuông góc với hướng phát bụi.

– Nối ống dây cao su một đầu vào đầu lấy mẫu, một đầu vào lỗ vào của bơm hút.

– Bật máy, ghi địa điểm lấy mẫu, số thứ tự của mẫu, tình trạng sản xuất.

– Đo đạc và ghi lại điều kiện vi khí hậu (nhiệt độ, độ ẩm, tốc độ gió, áp suất không khí).

– Khi đủ thời gian lấy mẫu, tắt máy ghi lại thời gian lấy mẫu.

– Tuỳ thuộc vào nồng độ bụi nơi sản xuất mà quyết định thời gian lấy mẫu phù hợp để đạt được lượng bụi phân tán đều trên giấy lọc, không bị quá tải gây giảm áp lực hút.

– Tới vị trí lấy mẫu tiếp theo thay giấy lọc hoặc đầu lấy mẫu khác.

5.3. Các bước tiến hành sau lấy mẫu

– Sấy bao trong có chứa giấy lọc. Sấy ở nhiệt độ 50^0C trong 2 giờ.

– Cân bao trong có chứa giấy lọc ngay khi lấy ra khỏi tủ sấy, ghi lại trọng lượng (P', mg).

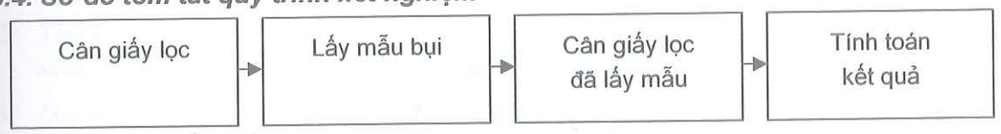
– Cân giấy lọc làm chứng.

– Ghi tình trạng giấy lọc: Bình thường, quá tải bụi, thủng, rách, ướt…

– Chú ý: Cân mẫu trên cùng một chiếc cân và cùng người cân.

– Mỗi một lô 10 giấy lọc dùng để lấy mẫu phải để tối thiểu 2 giấy lọc làm chứng, các giấy lọc này cũng đem ra hiện trường nhưng không lấy mẫu.

5.4. Sơ đồ tóm tắt quy trình xét nghiệm



5.5. Tính toán kết quả

– Tính giá trị hiệu chỉnh K

Các loại giấy lọc đều ít nhiều chịu ảnh hưởng của nhiệt độ, độ ẩm. Để tránh sai số do nhiệt độ, độ ẩm gây ra cần sử dụng giá trị hiệu chỉnh K. Giá trị này được tính từ mẫu chứng:

$$K = \frac{(P1s - P1t) + (P2s - P2t)... (Pns - Pnt)}{n}$$

Trong đó:

P1s: Trọng lượng giấy lọc chứng số 1 sau lấy mẫu (mg).

P1t: Trọng lượng giấy lọc chứng số 1 trước lấy mẫu (mg).

P2s: Trọng lượng giấy lọc chứng số 2 sau lấy mẫu (mg).

P2t: Trọng lượng giấy lọc chứng số 2 trước lấy mẫu (mg).

Pns: Trọng lượng giấy lọc chứng thứ n sau lấy mẫu (mg).

Pnt: Trọng lượng giấy lọc chứng thứ n trước lấy mẫu (mg).

Giá trị K có thể >0 hoặc <0.

Nếu K >0 thì trọng lượng bụi phải trừ đi K.

Nếu K <0 thì trọng lượng bụi phải cộng với K.

– Tính nồng độ bụi toàn phần trong không khí

Nồng độ bụi toàn phần trong không khí vùng làm việc được tính theo công thức sau:

$$C = \frac{[(P'-P) \pm K] \times 1000}{V}$$

Trong đó:

C: Nồng độ bụi toàn phần (mg/m^3).

P': Trọng lượng giấy lọc sau khi lấy mẫu (mg).

P: Trọng lượng giấy lọc trước lấy mẫu (mg).

K: Giá trị hiệu chỉnh mẫu.

1000: Hệ số quy đổi từ đơn vị lít ra đơn vị m^3.

V: Thể tích không khí đã lấy mẫu = Thời gian lấy mẫu (phút) x Lưu lượng bơm hút lấy mẫu (lít/phút).

Chú ý: V phải tính theo điều kiện tiêu chuẩn:

$$Vo = \frac{298 \times V \times P}{(273 + T^0) \times 760}$$

Trong đó:

Vo: Thể tích không khí quy về điều kiện tiêu chuẩn (lít).

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

P: Áp suất không khí tại vị trí lấy mẫu, đo trong thời gian lấy mẫu (mmHg).

T^0: Nhiệt độ không khí tại vị trí lấy mẫu (^0C).

760: Áp suất không khí tại điều kiện tiêu chuẩn (mmHg).

6. Đánh giá kết quả

So sánh kết quả với giới hạn tham chiếu xem đạt hay không đạt (vượt) tiêu chuẩn cho phép.

7. Giới hạn tham chiếu

– 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.

– Khi tiêu chuẩn trên có bổ sung, thay thế hoặc có quy chuẩn, tiêu chuẩn, quy định mới thì có thể áp dụng để tham chiếu.

8. Kiểm soát chất lượng

– Thực hiện đúng các bước của quy trình.

– Trang thiết bị lấy mẫu và phân tích phải được hiệu chuẩn tối thiểu 1lần/năm.

9. Yêu cầu về an toàn

– Sử dụng trang thiết bị bảo hộ lao động phù hợp khi lấy mẫu hiện trường và phân tích tại phòng thí nghiệm.

– Thực hiện đúng các quy trình lấy mẫu và quy định an toàn phòng thí nghiệm.

10. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

Thu gom các giấy lọc sau khi phân tích và băng co dãn đã sử dụng để xử lý như chất thải nguy hại.

11. Tài liệu tham khảo

1. Tiêu chuẩn Vệ sinh lao động do Bộ Y tế ban hành theo Quyết định số 3733/2002/QĐ-BYT ngày 10/10/2002.
2. *Thường quy kỹ thuật Y học lao động Vệ sinh môi trường Sức khoẻ trường học,* Nhà xuất bản Y học, 2002.
3. *Determination of respirable and total inhalable dust in air – Gravimetric method,* MTA/MA-014/R88, INSHT-Baracaldo, Spain.
4. Mark, D. *Problems associated with the use of membrane filter for dust sampling when compositional analysis is required.* Ann. Occup. Hyg. 1974
5. NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM); Fourth edition; *Particulates not otherwise regulated, Total*; Method: 0500, Issue 2, 1994.
6. NIOSH. *Nuisance dust, Total.* Manual of Analytical Methods 3rd Ed., Vol.1, Method: 0500, 1984.

KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH BỤI HÔ HẤP BẰNG PHƯƠNG PHÁP TRỌNG LƯỢNG (CÂN GIẤY LỌC)

1. Phạm vi áp dụng

Kỹ thuật này áp dụng để xác định nồng độ bụi hô hấp trong không khí môi trường lao động theo thời điểm hoặc cả ca làm việc.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

– TCVN 5704: 1993. Không khí vùng làm việc – Phương pháp xác định hàm lượng bụi.

– TCVN 5067: 1995. Chất lượng không khí – Phương pháp khối lượng xác định hàm lượng bụi.

3. Giải thích từ ngữ

– Môi trường lao động: Là không gian của khu vực lao động trong đó người lao động làm việc cùng các phương tiện phục vụ công việc.

– Nồng độ bụi hô hấp: Là khối lượng bụi trong không khí thu được ở giải hạt có đường kính khí động dưới 5micromet trên một đơn vị thể tích không khí, biểu thị bằng đơn vị mg/m^3.

– Lấy mẫu bụi thời điểm: Là lấy mẫu bụi trong thời gian ngắn, tối thiểu 30 phút của ca làm việc 8 giờ.

– Lấy mẫu bụi ca làm việc: Là lấy mẫu bụi trong thời gian cả ca làm việc 8 giờ hoặc tối thiểu là 4 giờ trong ca làm việc 8 giờ.

– Cyclon (đầu lốc): Là một bộ phận của đầu thu mẫu bụi, được thiết kế để tách các hạt bụi hô hấp và không hô hấp.

4. Nguyên lý

Không khí được hút vào đầu lấy mẫu có chứa giấy lọc bằng một bơm hút, bộ phận cyclone của đầu lấy mẫu sẽ tách các hạt bụi thành hai phần: Phần có kích thước lớn hơn hoặc bằng 5micromet theo trọng lực rơi xuống cốc phía dưới, phần có kích thước nhỏ hơn 5micromet (bụi hô hấp) đi tiếp đến bề mặt giấy lọc và được giữ lại trên giấy lọc. Cân giấy lọc trước và sau lấy mẫu, dựa vào lượng bụi thu được và thể tích không khí đã lấy mẫu để tính nồng độ bụi hô hấp trong không khí, đơn vị tính mg/m^3.

5. Phương pháp xác định

5.1. Thiết bị, dụng cụ

– Bơm lấy mẫu không khí lưu lượng 2,5 lít/phút có gắn kèm lưu lượng kế và bộ đo thời gian lấy mẫu.

– Đầu thu mẫu bụi: Là bộ phận thu bụi trong đó có đặt giấy lọc, đường kính 37mm, gồm các phần: bầu giữ cát-xét có ống nối với bơm hút, cát-xét 3 mảnh và đầu lốc (cyclon) bằng nylon hoặc nhôm.

– Giấy lọc đường kính 37mm. Có thể sử dụng một trong các loại giấy lọc như: sợi thuỷ tinh, PVC, Vinyl metricel, Teflon...

– Tấm giấy đệm làm giá đỡ giấy lọc, đường kính 37mm.

– Panh mũi phẳng để gắp giấy lọc và tấm giấy đệm.

– Dụng cụ mở cát-xét.

– Dụng cụ tháo giấy lọc.

– Cân phân tích độ chính xác tới 0,01mg.

– Bao đựng giấy lọc, các hộp bảo quản mẫu.

– Buồng cân mẫu ổn định về nhiệt độ và độ ẩm (nhiệt độ: 25 ± 1^0C; độ ẩm: $50 \pm 10\%$).

Trong trường hợp bơm lấy mẫu không khí không gắn kèm lưu lượng kế và bộ đo thời gian thì cần có lưu lượng kế và đồng hồ tính thời gian bên ngoài.

5.2. Lấy mẫu, bảo quản mẫu và vận chuyển

– Kiểm tra tình trạng bơm lấy mẫu và lưu lượng hút. Nếu không có lưu lượng kế gắn liền máy phải sử dụng lưu lượng kế ngoài để chuẩn máy cho đạt 2,5 lít/phút.

– Chuẩn bị đầu lấy mẫu, ghi số thứ tự của cát-xét vào phần đáy cát-xét.

– Sấy giấy lọc trước khi cân: Giấy lọc đựng trong bao kép bằng giấy can kỹ thuật. Bao ngoài để bảo vệ, bao trong chứa giấy lọc và có cùng số thứ tự với bao ngoài. Bao trong được sấy, cân cùng giấy lọc. Sấy ở nhiệt độ 50^0C trong 2 giờ.

– Cân bao trong chứa giấy lọc, ghi lại trọng lượng, P (mg).

– Lắp giấy lọc vào cát-xét. Ghi lại số thứ tự của bao tương ứng với số thứ tự cát-xét đặt giấy lọc:

+ Đặt miếng đệm đỡ giấy lọc xuống phần đáy cát xét (phần có khứa).

+ Dùng panh kẹp giấy lọc từ trong bao nhẹ nhàng đặt lên miếng đệm đỡ giấy lọc.

+ Ghép phần thứ hai của cát-xét với đáy cát-xét.

+ Đặt tiếp phần nắp cát-xét lên trên cùng.

Chú ý: Tránh làm rách và nhiễm bẩn giấy lọc.

+ Dùng băng keo gắn phần đầu và phần thứ hai với nhau, ghi số thứ tự cát-xét lên trên băng keo.

+ Lắp cát-xét vào bầu giữ cát-xét:

+ Tháo phần nắp cát-xét ra.

+ Đặt Cyclone vào.

+ Đưa vào bầu giữ cát-xét.

– Mẫu bụi hô hấp được lấy tại vị trí người lao động, đầu lấy mẫu cách mũi miệng không quá 30cm.

– Xác định vị trí cần lấy mẫu và người công nhân sẽ đeo máy sao cho vị trí của người công nhân đeo máy là đại diện cho một thao tác hoặc một bộ phận hay công đoạn trong quy trình sản xuất.

– Cho người công nhân đeo máy vào thắt lưng, đầu lấy mẫu gắn vào ve áo, một đầu ống dẫn khí gắn vào máy bơm hút.

– Hướng dẫn công nhân nắm được yêu cầu lấy mẫu và cách bảo quản thiết bị.

– Bật máy, ghi lại vị trí lấy mẫu và số đầu lấy mẫu.

– Đo đạc và ghi lại điều kiện vi khí hậu (nhiệt độ, độ ẩm, tốc độ gió) và áp suất không khí.

– Khi đủ thời gian lấy mẫu, tắt máy ghi lại thời gian lấy mẫu trên máy hoặc bằng đồng hồ bấm giây.

– Tuỳ thuộc vào ước lượng nồng độ bụi nơi sản xuất mà quyết định thời gian lấy mẫu phù hợp để đạt được lượng bụi phân tán đều trên giấy lọc, không bị quá tải gây giảm áp lực hút. Lượng bụi phân tán trên giấy lọc không quá 2mg/giấy lọc. Lấy mẫu cả ca hoặc nửa ca sản xuất.

– Tới vị trí lấy mẫu tiếp theo thay đầu lấy mẫu khác, điều chỉnh lại lưu lượng đạt 2,5 lít/phút.

– Khi tháo cát-xét khỏi bầu giữ lưu ý không được xoay cyclon xuống vì sẽ làm cho bụi từ đáy cyclon rơi xuống giấy lọc. Các cát-xét đã lấy mẫu được đóng nút và để trong hộp bảo quản mẫu riêng, đầu cát-xét có lỗ không khí vào hướng lên trên.

5.3. Các bước tiến hành sau lấy mẫu

– Tháo băng keo dán bên ngoài cát-xét, mở cát-xét, lấy giấy lọc ra nhẹ nhàng và đặt vào bao trong tương ứng.

– Sấy bao trong chứa giấy lọc ở nhiệt độ 50^0C trong 2 giờ.

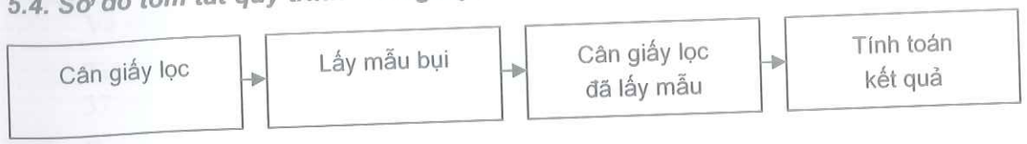
– Cân bao trong có chứa giấy lọc ngay khi lấy ra khỏi tủ sấy, ghi lại trọng lượng, P'(mg). Cân giấy lọc làm chứng.

– Ghi tình trạng giấy lọc: bình thường, quá tải bụi, thủng, rách, ướt…

– Chú ý: Cân mẫu trên cùng một chiếc cân và cùng người cân.

– Mỗi một lô 10 giấy lọc phải để tối thiểu 2 giấy lọc làm chứng, các giấy lọc này cũng đem ra hiện trường nhưng không lấy mẫu.

5.4. Sơ đồ tóm tắt quy trình xét nghiệm



5.5. Tính toán kết quả

Tính giá trị hiệu chỉnh K

Các loại giấy lọc đều ít nhiều chịu ảnh hưởng của nhiệt độ, độ ẩm. Để tránh sai số do nhiệt độ, độ ẩm gây ra cần sử dụng giá trị hiệu chỉnh K. Giá trị này được tính từ mẫu chứng:

$$K = \frac{(P1s - P1t) + (P2s - P2t)...(Pns - Pnt)}{n}$$

Trong đó:

P1s: Trọng lượng giấy lọc chứng số 1 sau lấy mẫu (mg).

P1t: Trọng lượng giấy lọc chứng số 1 trước lấy mẫu (mg).

P2s: Trọng lượng giấy lọc chứng số 2 sau lấy mẫu (mg).

P2t: Trọng lượng giấy lọc chứng số 2 trước lấy mẫu (mg).

Pns: Trọng lượng giấy lọc chứng thứ n sau lấy mẫu (mg).

Pnt: Trọng lượng giấy lọc chứng thứ n trước lấy mẫu (mg).

Giá trị K có thể >0 hoặc <0.

- Nếu K >0 thì trọng lượng bụi phải trừ đi K.

- Nếu K <0 thì trọng lượng bụi phải cộng với K.

Tính nồng độ bụi hô hấp trong không khí.

Nồng độ bụi hô hấp trong không khí được tính theo công thức sau:

$$C = \frac{[(P' - P) \pm K] \times 1000}{V}$$

Trong đó:

C: Nồng độ bụi hô hấp (mg/m^3).

P': Trọng lượng giấy lọc sau khi lấy mẫu (mg).

P : Trọng lượng giấy lọc trước lấy mẫu (mg).

K: Giá trị hiệu chỉnh mẫu.

1000: Hệ số quy đổi từ đơn vị lít ra đơn vị m^3.

V: Thể tích không khí đã lấy mẫu = Thời gian lấy mẫu (phút) x Lưu lượng bơm hút (lít/phút).

Chú ý: V phải tính theo điều kiện tiêu chuẩn:

$$Vo = \frac{298 \times V \times P}{(273 + T^0) \times 760}$$

Trong đó:

Vo: Thể tích không khí quy về điều kiện tiêu chuẩn (lít).

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

P: Áp suất không khí tại vị trí lấy mẫu, đo trong thời gian lấy mẫu (mmHg).

T^0: Nhiệt độ không khí tại vị trí lấy mẫu (^0C).

760: Áp suất không khí tại điều kiện tiêu chuẩn (mmHg)

6. Đánh giá kết quả

So sánh kết quả với giới hạn tham chiếu xem đạt hay không đạt (vượt) tiêu chuẩn cho phép.

7. Giới hạn tham chiếu

– 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.

– TCVN 5509:2009 Không khí vùng làm việc-Silic dioxit trong bụi hô hấp-Giới hạn tiếp xúc tối đa. *Workplace air –Silica in respirable dusts – Maximum exposure limit (MEL).*

Khi các tiêu chuẩn trên có bổ sung, thay thế hoặc có quy chuẩn, tiêu chuẩn, quy định mới thì có thể áp dụng để tham chiếu.

8. Kiểm soát chất lượng

– Thực hiện đúng các bước của quy trình.

– Trang thiết bị lấy mẫu và phân tích phải được hiệu chuẩn 1lần/năm.

9. Yêu cầu về an toàn

Sử dụng trang thiết bị bảo hộ lao động phù hợp khi lấy mẫu hiện trường và phân tích tại phòng thí nghiệm.

Thực hiện đúng các quy trình lấy mẫu và quy định an toàn phòng thí nghiệm.

10. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

Thu gom các giấy lọc sau khi phân tích và băng co dãn đã sử dụng để xử lý như chất thải nguy hại.

11. Tài liệu tham khảo

1. Viện Y học lao động và Vệ sinh môi trường, Thường quy kỹ thuật Y học lao động Vệ sinh môi trường Sức khoẻ trường học, Nhà xuất bản Y học, 2002.
2. Tiêu chuẩn Vệ sinh lao động do Bộ Y tế ban hành theo Quyết định số 3733/2002/QĐ-BYT ngày 10/10/2002.
3. Determination of respirable and total inhalable dust in air – Gravimetric method, MTA/MA-014/R88, INSHT-Baracaldo, Spain.
4. Higgins,RI and P.Dewell, A gravimetric size selecting personal dust sampler, in C.N Davies, ED., Inhaled Particles and vapors II, Pergammon Press, Oxford, 1967
5. NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM); Fourth edition; Particulates not otherwise regulated, Respirable; Method: 0600, Issue 2, 1994.
6. NIOSH. Nuisance dust, Respirable. Manual of Analytical Methods 3rd Ed., Vol.1, Method: 0600, 1984.

KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH BỤI TOÀN PHẦN VÀ BỤI HÔ HẤP BẰNG THIẾT BỊ ĐO BỤI ĐIỆN TỬ HIỆN SỐ

1. Phạm vi áp dụng

Kỹ thuật này áp dụng để xác định nồng độ bụi toàn phần và bụi hô hấp trong không khí môi trường lao động bằng thiết bị đo bụi điện tử hiện số.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

– TCVN 5966: 2009 (ISO 4225 : 1994), Chất lượng không khí - Những khái niệm chung – Thuật ngữ và định nghĩa.

– TCVN 9469: 2012 Chất lượng không khí. Xác định bụi bằng phương pháp hấp thụ tia beta.

– AS/NZS 3580.9.7:2009 (Methods for sampling and analysis of ambient air - Determination of suspended particulate matter - Dichotomous sampler (PM10, coarse PM and PM2,5) - Gravimetric method) - Phương pháp lấy mẫu và phân tích không khí xung quanh - Xác định bụi - Phương pháp trọng lượng lấy mẫu chia đôi (PM10, bụi thô và PM2,5).

3. Giải thích từ ngữ

Trong kỹ thuật này, các từ ngữ dưới đây được hiểu như sau:

– Môi trường lao động: Là không gian của khu vực lao động trong đó người lao động làm việc cùng các phương tiện phục vụ công việc.

– Nồng độ bụi toàn phần: Là khối lượng bụi thu được trong không khí ở giải hạt có đường kính khí động dưới 100micromet trên một đơn vị thể tích không khí, biểu thị bằng đơn vị mg/m^3.

– Nồng độ bụi hô hấp: Là khối lượng bụi thu được trong không khí ở giải hạt có đường kính khí động dưới 5micromet trên một đơn vị thể tích không khí, biểu thị bằng đơn vị mg/m^3.

– Thiết bị đo bụi điện tử hiện số: Là thiết bị đo bụi, hiển thị trực tiếp kết quả nồng độ bụi trên màn hình của máy khi đo tại hiện trường.

4. Nguyên lý

Xác định nồng độ bụi toàn phần và bụi hô hấp dựa trên sự tán xạ của chùm tia (hồng ngoại, laze...) khi tương tác với các hạt bụi có trong không khí. Kết quả được hiển thị bằng mg/m^3.

5. Phương pháp

5.1. Loại mẫu: không khí.

5.2. Thiết bị, dụng cụ

Máy đo bụi điện tử hiện số:

– Dải đo: Tùy thuộc từng thiết bị, tối thiểu $0,01mg/m^3 \sim 25mg/m^3$.

– Độ nhạy: Tối thiểu $0,01mg/m^3$.

– Đo được kết quả trọng lượng trung bình theo thời gian, mg/m^3 .

Bơm lấy mẫu (khi xác định nồng độ bụi hô hấp):

– Có thể điều chỉnh lưu lượng hút từ 0,5 - 5 L/phút.

– Giữ lưu lượng ổn định với sai số không quá 5% trong suốt thời gian lấy mẫu.

5.3. Các bước tiến hành

a. Xác định vị trí đo

1. Đánh giá tiếp xúc: Đo tại vị trí có người lao động làm việc.

2. Đánh giá ô nhiễm: Đo tại vị trí đại diện của khu vực cần đánh giá.

Có thể đo tại nguồn phát sinh bụi và các khoảng cách từ nguồn để đánh giá mức độ phát tán bụi.

b. Phương pháp đo bụi toàn phần

– Lắp pin, bật máy và kiểm tra tình trạng thiết bị.

– Chuẩn máy theo tài liệu hướng dẫn kèm theo máy.

– Mở nắp che, để buồng đo ở chiều cao từ 1,5 đến 2m so với mặt sàn, nằm ngang và vuông góc với nguồn phát sinh ra bụi, tránh ánh sáng mặt trời hoặc đèn sợi đốt chiếu vào buồng đo.

– Bật máy đo: Đo trong ít nhất 10 phút, đọc và ghi lại giá trị trung bình của lần đo hiển thị trên màn hình của máy.

– Mỗi vị trí thực hiện đo 3 lần.

c. Phương pháp đo bụi hô hấp

– Lắp pin, bật máy đo và kiểm tra tình trạng thiết bị.

– Chuẩn máy theo tài liệu hướng dẫn kèm theo máy.

– Tắt máy, mở nắp che và lắp đầu lọc bụi hô hấp vào buồng đo để loại bỏ các hạt bụi cỡ lớn.

– Kết nối đầu không khí đi ra của buồng đo với bơm lấy mẫu. Bật bơm lấy mẫu và cài đặt tốc độ dòng 2,2 L/phút. Đặt buồng đo ở chiều cao từ 1,5 đến 2m so với mặt

sàn, đầu không khí đi vào buồng đo hướng thẳng xuống sàn để tránh các hạt bụi cỡ lớn rơi vào đầu chứa. Chú ý tránh ánh sáng mặt trời hoặc đèn sợi đốt chiếu vào buồng đo.

– Bật máy đo. Sau ít nhất 10 phút đọc và ghi lại giá trị trung bình của lần đo hiển thị trên màn hình của máy.

– Mỗi vị trí thực hiện đo 3 lần.

6. Đánh giá kết quả

– Số liệu đo được ghi vào biên bản đo bụi tại hiện trường.

– Kết quả thể hiện trong báo cáo là trung bình của 3 lần đo lặp lại.

– So sánh kết quả với giới hạn tham chiếu xem đạt hay không đạt (vượt) tiêu chuẩn cho phép.

7. Giới hạn tham chiếu

– 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.

– TCVN 5509:2009 Không khí vùng làm việc-Silic dioxit trong bụi hô hấp-Giới hạn tiếp xúc tối đa. *Workplace air –Silica in respirable dusts – Maximum exposure limit (MEL).*

8. Kiểm soát chất lượng

– Hiệu chuẩn máy đo định kỳ theo tiêu chuẩn nhà sản xuất.

– Chuẩn máy trước mỗi lần đo.

– Định kỳ thực hiện kiểm tra lại độ lặp lại và độ tái lặp ít nhất 1 lần/năm.

– Giới hạn tham chiếu:

+ 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.

+ TCVN 5509:2009 Không khí vùng làm việc-Silic dioxit trong bụi hô hấp-Giới hạn tiếp xúc tối đa. *Workplace air –Silica in respirable dusts – Maximum exposure limit (MEL).*

+ Khi các tiêu chuẩn, quy định trên có bổ sung, thay thế hoặc có quy chuẩn, tiêu chuẩn, quy định mới thì có thể áp dụng để tham chiếu.

9. Yêu cầu về an toàn

Trang bị đầy đủ các thiết bị bảo hộ lao động khi thực hiện đo tại hiện trường.

10. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

Các loại pin sau khi không còn sử dụng phải được thu gom, sau đó đem đi xử lý tại các đơn vị có chức năng thích hợp.

11. Tài liệu tham khảo

1. Casella MicroDust Pro User Manual.
2. Parrett, Technical Development, Dust Mearurement-Basic Information, 2008, F.W Farrett limited.
3. Sustainable Aggregates, Information gateway, Dust-Monitoring.
4. Silica, Crytalline-Dust Control handbook, Chapter 7, United States, Department of Labor, https://www.osha.gov/dsg/topics/.../dust/chapter_7.htmL.
5. OSHA Standard applies to Free Silica dust 29 CFR 1910.1000 Table Z-3.

KỸ THUẬT ĐẾM SỢI AMIĂNG BẰNG KÍNH HIỂN VI QUANG HỌC TƯƠNG PHẢN PHA

1. Phạm vi áp dụng

Kỹ thuật này áp dụng để xác định nồng độ sợi amiăng trong không khí.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 6504:1999. Chất lượng không khí. Xác định nồng độ số sợi vô cơ trong không khí bằng kính hiển vi quang học phản pha. Phương pháp lọc màng (ISO 8672:1993).

3. Nguyên lý

Không khí được hút vào đầu lấy mẫu có chứa giấy lọc bằng một bơm hút. Giấy lọc được làm trong và gắn lên tiêu bản kính hiển vi, dưới kính hiển vi quang học tương phản pha có thể đếm được các sợi amiăng. Dựa vào số sợi đếm được, diện tích giấy lọc đếm sợi và thể tích không khí lấy mẫu sẽ xác định được nồng độ số lượng sợi amiăng trong một đơn vị thể tích (sợi/cm^3).

Sợi đếm được là các sợi có chiều dài lớn hơn 5μm, chiều rộng nhỏ hơn 3μm và tỷ số chiều dài chia chiều rộng lớn hơn 3:1.

4. Phương pháp xác định

4.1. Loại mẫu: Không khí.

4.2. Thiết bị, dụng cụ

4.2.1. Bơm lấy mẫu

- Lưu lượng 0,5 - 5,5 lít/phút.
- Có đồng hồ hiển thị hoặc hẹn giờ thời gian lấy mẫu.
- Có lưu lượng kế gắn kèm.

4.2.2. Giấy lọc

- Sử dụng giấy lọc este của cellulose hoặc cellulose nitrat, kích thước lỗ lọc 0,8 - 1,2μm, đường kính 25mm.

4.2.3. Đầu lấy mẫu

Đường kính 25mm, loại mặt mở, bầu lọc không tích điện, chiều dài của bầu lọc gấp 3 lần đường kính hiệu quả của giấy lọc (là đường kính của phần giấy lọc tiếp xúc với bụi).

4.2.4. Ống nối

- Được làm bằng nhựa hoặc cao su có đầu gắn khớp với đầu lấy mẫu.
- Dẻo, kín và có đường kính bên trong đồng đều.

4.2.5. Dụng cụ làm tiêu bản và soi tiêu bản

- Kính hiển vi quang học tương phản pha, vật kính x40, độ phóng đại 400 - 600 lần.
- Thị kính Walton - Beckett loại G - 22 đường kính 100μm.
- Tiêu bản kính loại 1, độ dày số 2.
- Lá kính loại 1, độ dày 1S.
- Thước Micromet, dài 1mm chia vạch 2μm.
- Triacetin cho các sợi có độ chiết quang > 1,51.
- Axeton/etch/water cho các sợi có độ chiết quang < 1,51.
- Dao cắt giấy lọc.
- Panh mũi phẳng.
- Đĩa Petri.
- Hộp đựng mẫu.
- Bơm và kim tiêm.

4.3. Lấy mẫu

4.3.1. Chuẩn bị

Lắp giấy lọc vào đầu lấy mẫu:

- Đặt đệm đỡ giấy lọc xuống phần đáy của đầu lấy mẫu.
- Dùng panh gắp giấy lọc đặt lên trên.
- Gắn với phần thân bầu lọc.
- Đậy phần nắp bầu lọc .

4.3.2. Lấy mẫu

- Xác định vị trí lấy mẫu đại diện cho vị trí làm việc của người lao động, đầu lấy mẫu đặt ngang tầm hô hấp của công nhân, vuông góc với nguồn phát bụi.
- Nối ống dây cao su một đầu vào đầu lấy mẫu, một đầu vào bơm hút.
- Bật máy, chỉnh lưu lượng 2 lít/phút.
- Sau khi lấy mẫu ghi lại địa điểm, thời gian lấy mẫu, số mẫu.

Lưu ý:

– Thời gian lấy mẫu, sử dụng công thức sau:

$$t = \frac{A.L}{a.C_c.r}$$

Trong đó:

t: Thời gian lấy mẫu đơn (phút).

A: Diện tích giấy lọc hiệu quả (mm^2).

L: Số sợi yêu cầu trên giấy lọc/trường đếm.

a: Diện tích trường đếm (mm^2).

C_c: Nồng độ trung bình sợi amiăng dự đoán (sợi/mL).

r: Lưu lượng (mL/phút) .

Sau khi lấy mẫu ghi lại địa điểm, thời gian lấy mẫu, số mẫu, điều kiện vi khí hậu.

4.4. Bảo quản mẫu

– Hộp bảo quản mẫu bằng nhựa có nắp đậy.

– Tháo đầu lấy mẫu ở vị trí sạch sẽ, khô ráo, kín gió.

– Để mẫu vào hộp bảo quản mẫu ở vị trí tránh xóc, nghiêng, đổ, khi vận chuyển.

– Mẫu khi lấy về để trong tủ bảo quản mẫu ở phòng cân.

4.5. Xử lý mẫu

– Giấy lọc sau khi lấy về được đặt vào đĩa Petri, mặt có bụi ở phía trên.

– Chuẩn bị một số lam kính và lá kính.

– Dùng dao cắt 1/4 giấy lọc (chú ý không để mép cắt quăn).

– Dùng panh mũi phẳng gắp phần giấy lọc đã cắt đặt lên tiêu bản kính.

– Sử dụng hơi axeton để làm trong giấy lọc.

– Dùng triacetin để tạo độ tương phản cao nhất.

– Đậy lá kính lên.

– Mỗi lô 7 - 10 giấy lọc phải để lại 1 giấy lọc để làm mẫu trắng. Giấy lọc này cũng được xử lý như giấy lọc đã lấy mẫu.

– Khi soi trên tiêu bản kính hiển vi nếu mẫu trắng có trên 5 sợi/100 trường đếm thì mẫu đó phải bỏ đi.

* Đếm sợi amiăng

Nguyên tắc đếm:

– Chọn trường đếm một cách ngẫu nhiên, đo diện tích trường đếm dưới kính hiển vi, đếm các sợi có chiều dài hơn 5μm, chiều rộng nhỏ hơn 3μm và tỷ số chiều dài chia chiều rộng lớn hơn 3:1.

– Đếm ít nhất 100 sợi hoặc 100 trường đếm tuỳ điều kiện nào đến trước. Tuy nhiên số sợi phải đếm ít nhất ở 20 trường đếm mặc dù số sợi vượt quá 100.

5. Tính toán và đánh giá kết quả

Nồng độ bụi amiăng được tính theo công thức sau:

$$C = \frac{A.N}{a.n.r.t}$$

Trong đó:

C: Nồng độ sợi amiăng trong không khí (sợi/mL).

A: Diện tích thu bụi trên giấy lọc(mm^2).

N: Số sợi amiăng đếm được (sợi).

a: Diện tích trường đếm đo được trên kính hiển vi (mm^2).

n: Số trường đã đếm.

r: Lưu lượng hút qua giấy lọc (mL/phút).

t: Thời gian lấy mẫu.

6. Đánh giá kết quả

So sánh kết quả với giới hạn tham chiếu xem đạt hay không đạt (vượt) tiêu chuẩn cho phép.

7. Giới hạn tham chiếu

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.

Khi tiêu chuẩn trên có bổ sung, thay thế hoặc có quy chuẩn, tiêu chuẩn, quy định mới thì có thể áp dụng để tham chiếu.

8. Kiểm soát chất lượng

– Thực hiện đúng các bước của quy trình.

– Các thiết bị dùng cho lấy mẫu, phân tích phải được hiệu chuẩn hàng năm.

9. Yêu cầu về an toàn

– Sử dụng trang thiết bị bảo hộ lao động phù hợp khi lấy mẫu hiện trường và phân tích tại phòng thí nghiệm.

– Thực hiện đúng các quy trình lấy mẫu và quy định an toàn phòng thí nghiệm.

– Lưu ý: Hơi axeton không được sử dụng ở gần ngọn lửa.

10. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

Thu gom các giấy lọc sau khi phân tích để xử lý như chất thải nguy hại.

11. Tài liệu tham khảo

1. Tiêu chuẩn vệ sinh lao động, ban hành theo Quyết định số 3733/2002/QĐ-BYT ngày 10/10/2002 của Bộ Y tế.
2. Viện Y học lao động và Vệ sinh môi trường, *Thường quy kỹ thuật Y học lao động Vệ sinh môi trường Sức khoẻ trường học*, Nhà xuất bản Y học, 2002.
3. NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM), Asbestos and other fibers by PCM, Method 7400, NIOSH, CDC, US, Fourth edition, Issue 2,1994.

KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH BỤI BÔNG BẰNG THIẾT BỊ SÀNG THẲNG ĐỨNG

1. Phạm vi áp dụng

Kỹ thuật này áp dụng để xác định nồng độ bụi bông trong không khí môi trường lao động, sử dụng thiết bị sàng thẳng đứng.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

OSHA: Cotton Dust Standard (29 CFR 1910.1043).

3. Giải thích từ ngữ

Bụi bông: Là bụi trong không khí sinh ra trong quá trình xử lý, chế biến bông, có thể chứa một hỗn hợp của nhiều chất trong đó có chất xơ, vi khuẩn, nấm, đất cát, thuốc trừ sâu, các mảnh cây không phải bông và chất gây ô nhiễm khác có thể đã tích lũy cùng với bông trong quá trình trồng bông, sinh trưởng, thu hoạch và thời gian chế biến hoặc bảo quản.

Bất kỳ sự có mặt của bụi trong quá trình xử lý, chế biến bông qua dệt hoặc đan các loại vải, trong các hoạt động khác hoặc các quy trình sản xuất bằng cách sử dụng sợi bông nguyên liệu hoặc chất thải và sản phẩm phụ của sợi bông từ các nhà máy sợi, dệt, may đều được coi là bụi bông.

4. Nguyên lý

Không khí được hút vào bộ đầu lấy mẫu là tấm sàng thẳng đứng có gắn cát-xét (cassette) chứa giấy lọc bằng một bơm hút. Tấm sàng thẳng đứng làm việc theo nguyên tắc tạo ra dòng khí lớp mỏng chậm tương đương tốc độ rơi của phân tử bụi ở điểm cuối trên của giải hô hấp. Các phân tử với tốc độ rơi lớn hơn tốc độ rơi này như sợi xơ vải, bụi bông bay và các loại bụi có đường kính khí động lớn hơn 15μm và tỷ trọng bằng 1 sẽ không đi tới giấy lọc và như vậy sẽ không được lấy mẫu. Mẫu thu thập sẽ bao gồm tất cả bụi mịn trừ xơ vải và xấp xỉ tổng số bụi lắng đọng trong khí quản và phế nang. Mẫu thu thập được giữ lại trên giấy lọc. Cân giấy lọc trước và sau lấy mẫu. Dựa vào lượng bụi thu được và thể tích không khí đã lấy mẫu để tính nồng độ bụi bông trong không khí, đơn vị tính mg/m^3.

5. Phương pháp xác định

5.1. Thiết bị, dụng cụ

– Máy lấy mẫu (bơm hút):

Máy lấy mẫu với lưu lượng khí được kiểm soát ở 7,4 ± 0,2 lít/phút.

Sàng thẳng đứng phải được làm sạch trước khi lấy mẫu.

– Bầu lọc:

Sử dụng cát-xét 3 mảnh làm bằng polystyrene để chứa giấy lọc, đường kính 37mm. Để đảm bảo gắn kín 3 mảnh của cát-xét, giữa phần trung tâm và 2 phần đáy của cát-xét được gắn bằng một vòng băng (băng này bằng xenlulô màu trắng đục, co giãn được) để tăng liên kết.

– Giấy lọc và tấm đệm:

Giấy lọc được sử dụng là giấy PVC, cỡ lỗ lọc 5μm và đường kính 37mm. Tấm đệm (thường được gọi là tấm đáy) phải được đặt ở dưới giấy lọc trong cát-xét.

– Ống cao su hoặc ống Nylon: nối từ đầu cát-xét tới bơm hút. Ống cao su phải dẻo, kín và đường kính bên trong đồng đều.

– Cân: Sử dụng cân có độ nhạy tối thiểu 0,01mg.

– Panh: Panh mũi phẳng để gắp giấy lọc.

– Các hộp bảo quản mẫu.

– Buồng cân mẫu:

Buồng cân ổn định về nhiệt độ và độ ẩm (nhiệt độ: 25 ± 1^0C; độ ẩm: 50 ± 5%).

5.2. Các bước tiến hành

5.2.1. Chuẩn bị bảng (hoặc sổ) để điền các thông tin bao gồm:

– Ngày lấy mẫu.

– Thời gian lấy mẫu.

– Vị trí lấy mẫu.

– Số cát-xét.

– Thời gian bắt đầu và kết thúc lấy mẫu và khoảng thời gian lấy mẫu.

– Trọng lượng giấy lọc trước và sau lấy mẫu.

– Trọng lượng bụi thu được (đã điều chỉnh với các mẫu chứng).

– Nồng độ bụi đo được.

– Các thông tin chủ yếu khác.

– Tên người lấy mẫu.

5.2.2. Lắp ráp cát-xét lọc

– Tháo cát-xét 3 mảnh.

– Đánh số vào cát-xét ở mảnh đỉnh và mảnh đáy .

– Đặt tấm đệm hấp thu vào đáy cát-xét.

– Cân giấy lọc với độ chính xác 0,01mg (giấy lọc để trong buồng cân 24h trước khi cân và không đòi hỏi sấy giấy lọc trước khi cân).

– Đặt giấy lọc vào cát-xét.

– Ghi trọng lượng giấy lọc vào sổ, khẳng định mẫu bằng cách sử dụng số ghi trên cát-xét.

– Lắp cát-xét đầy đủ, dùng lực tay để ép chặt các phần của cát-xét với nhau .

– Đậy nút vào đáy và đỉnh của cát-xét.

– Đặt giải băng co giãn vào cát-xét, che phủ khớp nối giữa phần trung tâm và 2 phần kia của cát-xét.

– Đặt cát-xét sang một bên cho đến khi dải băng co giãn khô thật sự.

5.2.3. Lấy mẫu

– Làm sạch các xơ vải bông ở bên ngoài mô tơ và tấm sàng.

– Lắp bộ sàng thẳng đứng vào vị trí lấy mẫu đã chọn ở trên với chiều cao mẫu đo 1,5 - 1,8m cách sàn nhà xưởng (chiều cao trong vùng hô hấp).

– Tháo phần đỉnh của cát-xét.

– Lắp cassette vào vòng sắt đệm của bộ sàng, vòng cát-xét ngập vào vòng sắt đệm là 2,5cm sẽ làm cho cát-xét kín khít.

– Tháo nút đáy của cát-xét và lắp ống cao su từ bơm hút vào cát-xét.

– Bật máy.

– Ghi thời gian bắt đầu chạy, số cát-xét và số máy lấy mẫu.

– Thời gian lấy mẫu 6 giờ. Tuy nhiên ở những khu vực ô nhiễm bụi nhiều, để tránh tình trạng quá tải bụi trên giấy lọc, thời gian lấy mẫu có thể ngắn hơn. Kết thúc lấy mẫu thì tắt bơm và ghi thời gian.

– Mẫu chứng: với mỗi lô giấy lọc (7 mẫu bụi) cần có 1 mẫu thêm vào để làm mẫu chứng. Các mẫu chứng này cũng được bảo quản đúng như các mẫu bụi trừ một điểm là không được mở ra. Các giấy lọc chứng này được cân như giấy lọc thu bụi. Bất cứ sự khác nhau nào về trọng lượng của các giấy lọc chứng này cũng chỉ ra rằng quy trình bảo quản giấy lọc lấy mẫu có thể chưa đầy đủ và cũng nên đánh giá các nguyên nhân dẫn đến sự khác nhau đó, cần thiết phải điều chỉnh và thu thập thêm các mẫu bụi.

5.2.4. Đóng gói

Các cát-xét và các mẫu đã thu bụi cùng với các mẫu chứng đã được đánh số phù hợp được gửi về phòng thí nghiệm phân tích trong các hộp bảo quản mẫu phù hợp để phòng sự hư hỏng trong khi vận chuyển.

5.2.5. Cân mẫu

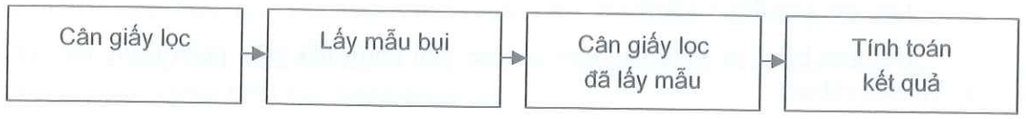
– Để mẫu đã lấy trong phòng cân 24h trước khi cân.

– Tháo vòng băng co giãn.

– Tháo mảnh đỉnh của cát-xét và nút đáy.

– Tháo giấy lọc khỏi cát-xét và cân với độ chính xác 0,01mg. Ghi trọng lượng dựa vào trọng lượng ban đầu.

5.3. Sơ đồ tóm tắt quy trình xét nghiệm



5.4. Tính toán kết quả

5.4.1. Tính thể tích không khí lấy mẫu

– Từ thời gian bắt đầu và kết thúc giai đoạn lấy mẫu, xác định khoảng thời gian lấy mẫu tính bằng phút. Thể tích không khí lấy mẫu được tính như sau:

V (lít) = Thời gian lấy mẫu (phút) x lưu lượng khí qua lỗ giới hạn (lít/phút).

Chú ý: V phải tính theo điều kiện tiêu chuẩn:

$$Vo = \frac{298 \times V \times P}{(273 + T^0) \times 760}$$

Trong đó:

Vo: Thể tích không khí quy về điều kiện tiêu chuẩn (lít).

V: Thể tính không khí đã lấy mẫu (lít).

P: Áp suất không khí tại vị trí lấy mẫu đo trong thời gian lấy mẫu (mmHg).

T^0: Nhiệt độ không khí tại vị trí lấy mẫu (^{0}C).

5.4.2. Tính nồng độ bụi

Các loại giấy lọc đều ít nhiều chịu ảnh hưởng của nhiệt độ, độ ẩm. Để tránh sai số do độ ẩm gây ra cần sử dụng giá trị hiệu chỉnh K. Giá trị này được tính từ mẫu chứng:

$$K = \frac{(P1s - p1t) + (P2s - P2t)}{2}$$

Trong đó:

P1s: Trọng lượng giấy lọc chứng số 1 sau lấy mẫu (mg).

P1t: Trọng lượng giấy lọc chứng số 1 trước lấy mẫu (mg).

P2s: Trọng lượng giấy lọc chứng số 2 sau lấy mẫu (mg).

P2t: Trọng lượng giấy lọc chứng số 2 trước lấy mẫu (mg).

Giá trị K có thể >0 hoặc < 0. Nếu K > 0 thì trọng lượng bụi phải trừ đi K.

Nếu K < 0 thì trọng lượng bụi phải cộng với K.

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

$$C = \frac{[(P' - P) \pm K] \times 1000}{V}$$

Trong đó:

C: Nồng độ bụi (mg/m^3).

P': Trọng lượng giấy lọc sau khi lấy mẫu (mg).

P: Trọng lượng giấy lọc trước lấy mẫu (mg).

K: Giá trị hiệu chỉnh mẫu.

1000: Hệ số quy đổi từ đơn vị lít ra đơn vị m^3.

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

6. Đánh giá kết quả

So sánh kết quả với giới hạn tham chiếu xem đạt hay không đạt (vượt) tiêu chuẩn cho phép.

7. Giới hạn tham chiếu

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.

Khi tiêu chuẩn trên có bổ sung, thay thế hoặc có quy chuẩn, tiêu chuẩn, quy định mới thì có thể áp dụng để tham chiếu.

8. Kiểm soát chất lượng

Thực hiện đúng các bước của quy trình.

Trang thiết bị lấy mẫu và phân tích phải được hiệu chuẩn.

9. Yêu cầu về an toàn

Sử dụng trang thiết bị bảo hộ lao động phù hợp khi lấy mẫu hiện trường và phân tích tại phòng thí nghiệm.

Thực hiện đúng các quy trình lấy mẫu và quy định an toàn phòng thí nghiệm.

10. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

Thu gom các giấy lọc sau khi phân tích và băng co dãn đã sử dụng để xử lý như chất thải nguy hại.

11. Tài liệu tham khảo

1. Viện Y học lao động và Vệ sinh môi trường, Thường quy kỹ thuật Y học lao động Vệ sinh môi trường Sức khoẻ trường học, Nhà xuất bản Y học, 2002.
2. Tiêu chuẩn Vệ sinh lao động do Bộ Y tế ban hành theo Quyết định số 3733/2002/QĐ-BYT ngày 10/10/2002.
3. Morton Corn. "Methods to assess airborne concentrations of cotton dust". American Journal of Industrial Medicine 02/1987; 12(6):677-86.
4. K.Q. Robert, JA and A., JR. Southern Regional Research Center, Agricultural Research Service, USDA, New Orleans, LA 70179, JAOCS, Vol. 61, no 10, October 1984.
5. Baril Technical News Feature, Sampling for respirable cotton dust.

KỸ THUẬT ĐỊNH LƯỢNG SILIC TỰ DO (SIO_2) TRONG BỤI BẰNG PHƯƠNG PHÁP SO MÀU

1. Phạm vi áp dụng

Kỹ thuật này này quy định các bước xác định hàm lượng silic tự do trong bụi bằng phương pháp so màu (Polejaev).

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

OSHA Standard applies to Free Silica dust 29 CFR 1910.1000 Table Z-3. (Tiêu chuẩn Mỹ).

3. Giải thích từ ngữ

– Silic tự do: silic tự do hay còn gọi là dioxit silic hay anhydric silic có công thức SiO_2, là một hợp chất có nhiều trong tự nhiên, thường lẫn với các chất vô cơ khác ở dạng quặng khoáng chất. Silic tự do có thể gây bệnh bụi phổi silic.

– Thang mẫu tự nhiên: Là các mẫu dung dịch được chế tạo từ silic tự do nguyên chất có màu vàng đậm, nhạt khác nhau tương ứng với các mức hàm lượng silic. Các bước chế tạo thang mẫu tự nhiên tương tự các bước phân tích mẫu.

– Thang mẫu nhân tạo: Là các mẫu dung dịch được chế tạo từ dung dịch borat bão hoà và dung dịch kali cromat có màu vàng đậm, nhạt khác nhau tương ứng với các mức hàm lượng silic.

4. Nguyên lý

Ở nhiệt độ cao (800°C) silic tự do tác dụng với hỗn hợp kiềm chảy để tạo thành silicat kiềm hoà tan được trong nước (Na_2SiO_3 hay K_2SiO_3). Đây là phản ứng chọn lọc đối với kiềm và silic tự do, các silicat khác không có phản ứng này.

Ở môi trường axit, silicat kiềm tác dụng với amonimolipdat tạo thành hợp chất silicomolipdic màu vàng. Dựa trên phản ứng này có thể so màu với thang mẫu tự nhiên (chế tạo từ silic tự do tinh khiết) hoặc thang mẫu nhân tạo (chế tạo từ dung dịch borat bão hoà và dung dịch kali cromat 0,55%), từ đó xác định hàm lượng silic tự do trong bụi.

5. Phương pháp xác định

5.1. Loại mẫu: Mẫu rắn.

5.2. Thiết bị, dụng cụ

– Lò nung điện: Khoảng nhiệt độ từ 0 - 1000°C.

– Tủ sấy 0-300^{0}C .

– Cân phân tích, độ nhạy 0,1mg và cân độ nhạy 0,1g.

– Chén bạch kim hoặc niken có nắp.

– Kẹp chén bằng sắt và găng tay chịu nhiệt.

– Bếp điện.

– Đèn xì.

– Giấy lọc không tro.

– Cốc thuỷ tinh 250mL và 50mL (cốc Becher).

– Phễu thuỷ tinh .

– Đũa thuỷ tinh.

– Ống đong thuỷ tinh 100mL đáy bằng, cao 20cm, đường kính 2,5cm, có chia vạch.

– Ống đong thuỷ tinh 25mL, có chia vạch.

– Ống định mức 50mL, 100mL, 200mL.

– Bình thuỷ tinh tam giác 100mL.

– Ống nghiệm so màu cỡ 16x180mm, làm bằng thuỷ tinh trắng.

– Pipet 5, 10, 20mL.

– Giấy lọc thường và giấy lọc không tro.

5.3. Hóa chất, thuốc thử

– Hỗn hợp kiềm chảy: Có thể dùng một trong hai hỗn hợp có cùng trọng lượng sau đây:

+ Kali hyđro cacbonat tinh khiết ($KHCO_3$).

+ Kali clorua tinh khiết (KCl).

Hoặc :

+ Natri hyđro cacbonat tinh khiết ($NaHCO_3$).

+ Natri clorua tinh khiết (NaCl).

– Muối natri cacbonat tinh khiết ($Na_2CO_3.10H_2O$), pha thành dung dịch 5% và 10%.

– Muối amonimolipdat tinh khiết ($Mo_7O_{24}(NH_4)_6$ .10 H_2O pha thành dung dịch 10%.

– Axit clohydric (HCl) tinh khiết, pha loãng theo tỉ lệ 1/2 và 1/4.

– Axit nitric (HNO_3) tinh khiết, pha loãng theo tỉ lệ 1/2.

– Dung dịch amoni clorua 2%.

– Axit tactric bão hoà.

– Hoá chất làm thang mẫu tự nhiên:

+ Dung dịch kali cacbonat 6,9% và chứa 10% kali clorua tinh khiết được pha như sau: trong một cốc thuỷ tinh 100mL, cho vào 6,9g K_2CO_3 tinh khiết, đổ vào 50mL nước cất 2 lần để hoà tan. Thêm 10g KCl tinh khiết vào cốc, sau đó đổ nước cất 2 lần vào cho vừa đủ 100mL.

+ Dung dịch dioxit silic tinh khiết làm thang mẫu (có thể dùng thạch anh) 1mL tương ứng với 0,5 mg dioxit silic được pha như sau: trong một chén bạch kim (hoặc niken) cho vào: bột dioxit silic tinh khiết 0,05g (cân chính xác). Cho tiếp 2,5g hỗn hợp kiềm chảy kali hoặc 2g hỗn hợp kiềm chảy natri. Trộn kỹ hỗn hợp trong chén và nung ở nhiệt độ 800^{0}C cho hỗn hợp nóng chảy hoàn toàn. Sau khi nung, cho vào chén 40mL dung dịch Na_2CO_3 5%. Đun nhỏ lửa cho tan đều (nếu chén nhỏ có thể đổ 40mL dung dịch Na_2CO_3 vào chén làm nhiều lần). Lọc cẩn thận, tráng nước cất nhiều lần và cuối cùng thêm nước cất 2 lần vừa đủ 100mL.

– Hoá chất làm thang mẫu nhân tạo:

+ Muối kali cromat tinh khiết, pha thành dung dịch có nồng độ chính xác 0,55%: pha 0,55g kali cromat tinh khiết trong 100mL nước cất trước khi dùng.

+ Dung dịch borat bão hoà trong nước.

– Cồn 90°.

– Nước cất 2 lần.

5.4. Lấy mẫu

– Mỗi điểm hoặc nhiều điểm lấy mẫu bụi cùng chịu ảnh hưởng ô nhiễm của nguồn bụi giống nhau, phải lấy tối thiểu 1 mẫu bụi để xác định hàm lượng SiO_2 tự do.

– Lấy mẫu bụi theo một trong những cách thức sau đây:

+ Lấy mẫu bụi trên các loại lọc thu mẫu bụi.

+ Dùng vật dụng thông thường, sạch (giấy, đĩa nhựa, đĩa thuỷ tinh) để hứng bụi tại ngay điểm lấy mẫu.

+ Lấy bụi dạng nhỏ mịn, lắng đọng trên các bệ máy, dụng cụ, gờ tường, cửa... hoặc một nơi nào đó và ở ngay tầm hô hấp của người lao động.

– Mẫu bụi đem phân tích phải được rây lại trên rây có kích thước mắt lưới là 50 - 70μm.

5.5. Các bước tiến hành

5.5.1. Chế tạo thang mẫu tự nhiên và thang mẫu nhân tạo

Bảng 1. Thang mẫu nhân tạo

Dung dịch (mL) \ Số ống	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Borat bão hoà	12,5	12,5	12,5	12,5	12,5	12,5	12,5	12,5	12,5	12,5	12,5	12,5
Kalicromat 0,55%	0	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	2,0	3,0	4,0	6,0	8,0	10,0
Nước cất	37,5	37,3	37,1	36,9	36,7	36,5	35,5	34,5	33,5	31,5	29,5	27,5
Hàm lượng SiO_2 (mg)	0	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	2,0	3,0	4,0	6,0	8,0	10,0

Bảng 2. Thang mẫu tự nhiên

Dung dịch (mL) \ Số ống	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Mẫu 1mL có chứa 0,5mg SiO_2	0	0,4	0,8	1,2	1,6	2,0	4,0	6,0	8,0	12,0	16,0	20,0
Natricacbonat 10%	10	9,9	9,8	9,8	9,7	9,6	9,2	8,8	8,2	7,6	6,8	6,5
K_2CO_3 6,9% chứa 10% KCl	6,2	6,2	6,1	6,1	6,0	6,0	5,7	5,5	5,2	4,7	4,2	3,5
Nước cất	13,8	13,5	13,3	12,9	12,7	12,4	11,1	9,7	8,6	5,7	3,0	0
Amonimolipdat 10%	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
HCl 1/4	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
Hàm lượng SiO_2 (mg)	0	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	2,0	3,0	4,0	6,0	8,0	10,0

5.5.2. Xử lý mẫu

– Cân mẫu bụi: Mẫu bụi đem phân tích phải mịn, khô. Cân 50mg bụi cho vào cốc thuỷ tinh 50mL.

– Loại các chất như sắt, magiê, canxi... Đổ vào cốc thuỷ tinh chứa mẫu bụi đã cân 10mL hỗn hợp HCl 1/2 và HNO_3 1/2 (pha cùng thể tích). Đun từ từ cho sôi 2 phút.

– Lọc dung dịch vừa đun qua giấy lọc không tro, cặn còn lại trong cốc được tráng sang phễu theo thứ tự:

+ Amoniclorua 2% lấy 20mL, mỗi lần chỉ cho 3-4mL vào cốc đựng mẫu, đun sôi để tráng.

+ Dung dịch natri cacbonat 10% mới pha lấy 20mL, mỗi lần lấy 3-4mL cho vào cốc đựng mẫu, đun sôi để tráng.

+ Amoniclorua 2% lấy 20mL và tráng như các bước trên.

– Để dung dịch chảy hết khỏi giấy lọc, gấp giấy lọc làm 4 với mặt chứa mẫu vào trong, đặt trên một miếng giấy lọc khô, ép cho giấy lọc kiệt nước, sau đó cho vào chén bạch kim.

– Đốt chén bạch kim chứa giấy lọc có mẫu bằng đèn hơi cho đến khi tạo tro trắng.

5.5.3. Nung với kiềm chảy

– Cho vào chén bạch kim vừa tro hoá 2g kiềm chảy natri (hoặc 2,5g kiềm chảy kali), trộn đều và đem nung ở nhiệt độ 800^0C trong khoảng 15-20 phút. Nung silicat kiềm chảy đều cho đến khi có bề mặt nhẵn.

– Cho vào chén đựng silicat kiềm dung dịch natri cacbonat 5% mới pha, mỗi lần 3-4mL, đun chén cho sôi, đổ vào phễu có giấy lọc, nước lọc chứa vào ống đong 100mL. Cho tiếp tục đến hết 40mL dung dịch natri cacbonat 5%.

– Nếu so màu với thang mẫu tự nhiên thì cho nước cất vừa đủ 100mL.

– Nếu so màu với thang mẫu nhân tạo thì cho nước cất vừa đủ 60mL.

– Khi cho thêm nước cất, nếu dung dịch đục thì lọc.

– Lấy dung dịch ra so màu.

5.5.4. So màu

Trong ống đong 100mL cho vào :

– Dung dịch vừa lọc (dung dịch mẫu): 30mL.

– Dung dịch amonimolipdat 10%: 10mL.

– Lắc đều ống đong để dung dịch trong ống trộn đều hoàn toàn.

– Thêm từ từ 10mL HCl 1/4 (để tránh khí CO_2 sục lên).

– Đợi 1-3 phút sẽ có màu vàng trong ống đong.

– Chuyển dung dịch sang ống so màu và so màu với thang mẫu. Lưu ý ống so màu phải cùng loại với ống thuỷ tinh chứa thang mẫu.

Lưu ý:

– Nếu trong bụi có lẫn phốt phát (như apatit...) sẽ ảnh hưởng đến màu vàng của axit silicomolipdic. Khi đó cần có thêm 1mL dung dịch axit tactric bão hoà trước khi so màu và đợi 1-2 phút.

– Nếu ống phân tích có màu vượt quá ống cao nhất của thang mẫu tự nhiên thì bớt nước lọc đi và thêm thuốc thử theo bảng sau:

Thuốc thử cho thêm	Nước lọc cần dùng (mL)			
	30	20	10	5
Dung dịch Na_2CO_3 10%	0	4,4	6,7	8,4
Dung dịch K_2CO_3 6,9 % có chứa 10% KCl	0	2,1	4,2	5,2
Nước cất	0	3,5	9,1	11,4

– Nếu ống dung dịch phân tích có mầu vượt quá ống cao nhất của thang mẫu nhân tạo thì phải pha loãng.

Ví dụ: Lấy 5mL dung dịch mẫu + 25mL nước cất = 30mL

Cho vào ống đong chứa dung dịch mẫu đã pha loãng :

10mL amonimolipdat 10%

10mL axit clohydric 1/4.

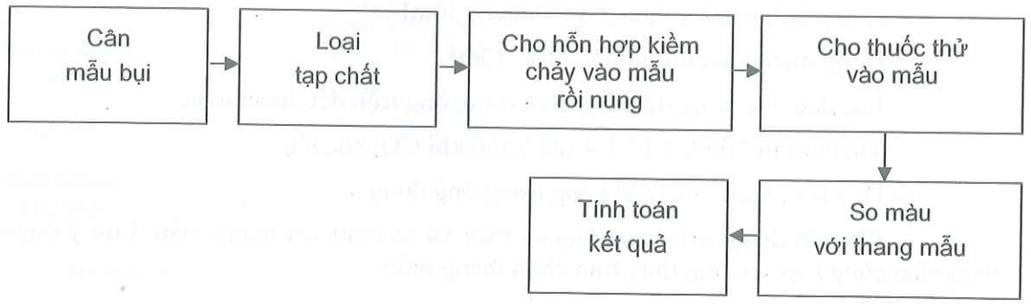
Đem so màu với thang mẫu nhân tạo. Khi tính kết quả phải nhân với độ pha loãng.

$$\text{Độ pha loãng} = \frac{\text{Tổng thể tích dung dịch mẫu đã pha loãng}}{\text{Thể tích dung dịch mẫu đem pha loãng}}$$

Theo thí dụ trên, ta có độ pha loãng là: 30mL : 5mL = 6

Nếu kết quả so màu của ống phân tích trên ứng với ống số 8 của thang mẫu nhân tạo, tức là hàm lượng của SiO_2 = 4mg. Khi đó ta phải nhân với độ pha loãng để ra kết quả của mẫu: 4mg x 6 = 24mg. Sau đó tính kết quả % theo công thức tại mục 5.7.

5.6. Sơ đồ tóm tắt quy trình xét nghiệm



5.7. Tính toán kết quả

Hàm lượng silic tự do (SiO_2) tính theo công thức sau:

$$\text{Silic tự do } (SiO_2\%) = \frac{g.V.100}{v.P}$$

Trong đó :

g: Hàm lượng dioxit silic ở thang mẫu (mg).

V: Tổng thể tích dung dịch mẫu (mL).

v: Thể tích dung dịch mẫu dùng để phân tích (mL).

P: Khối lượng bụi đã dùng để định lượng SiO_2 (mg).

100: Tính ra đơn vị %.

6. Đánh giá kết quả

Kết quả hàm lượng SiO_2 trong mẫu bụi được tính theo đơn vị phần trăm (%).

7. Giới hạn tham chiếu

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.

8. Kiểm soát chất lượng

– Thực hiện đúng các bước của quy trình.

– Trang thiết bị lấy mẫu và phân tích phải được hiệu chuẩn.

– Sau 6 tháng phải làm thang mẫu mới.

9. Yêu cầu về an toàn

– Sử dụng trang thiết bị bảo hộ lao động phù hợp khi lấy mẫu hiện trường và phân tích tại phòng thí nghiệm.

– Thực hiện đúng các quy trình lấy mẫu và quy định an toàn phòng thí nghiệm.

– Phòng thí nghiệm phải có tủ hút khí độc (tủ hốt), thiết bị cấp cứu khẩn cấp khi bị bỏng axit, kiềm...tủ thuốc cấp cứu.

– Tránh hít phải bụi silic trong quá trình lấy mẫu và phân tích mẫu.

10. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

– Các chất thải rắn được thu gom và đem đi xử lý như chất thải nguy hại.

– Các dung dịch thải có chứa các axit phải được thu hồi vào trong một can nhựa riêng, sau đó đem đi xử lý tại hệ thống xử lý chất thải của cơ quan xét nghiệm hoặc tại các điểm xử lý chất thải hóa học tập trung. Các dung dịch thải có chứa các bazơ, kiềm... phải được thu hồi vào trong một can nhựa riêng, sau đó đem đi xử lý tại hệ thống xử lý chất thải của cơ quan xét nghiệm hoặc tại các điểm xử lý chất thải hóa học tập trung.

11. Tài liệu tham khảo

1. Viện Y học lao động và Vệ sinh môi trường, Thường quy kỹ thuật Y học lao động Vệ sinh môi trường Sức khoẻ trường học, Nhà xuất bản Y học, 2002.
2. CPL-02-07-007 CPL 2-2.7, Crystalline Silica Occupational Safety and Health Administration.
3. United states Department of Labor. Occupational safety & Health administration. Quartz and cristobalite in workplace atmospheres.
4. Dave K. Vema , A comparison of two methods of sampling and analysis for free crystalline silica or quartz, Appl. Occup. Environ. Hyg., 1992.
5. Floyd A. Madsen et all, Review of quartz analytical methodologies: present and future needs, Appl. Occup. Environ. Hyg., 1995.

KỸ THUẬT ĐỊNH LƯỢNG SILIC TỰ DO (SIO_2) TRONG BỤI BẰNG PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HỒNG NGOẠI

1. Phạm vi áp dụng

Kỹ thuật này quy định các bước xác định hàm lượng silic tự do trong bụi bằng phương pháp quang phổ hồng ngoại.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

– TCVN 8945:2011. Không khí vùng làm việc - Hướng dẫn đo silic dioxit tinh thể hô hấp (Guidance for the measurement of respirable crystalline silica).

– OSHA Standard applies to free silica dust 29 CFR 1910.1000 Table Z-3. (Tiêu chuẩn Mỹ).

3. Giải thích từ ngữ

– Silic tự do: Silic tự do hay còn gọi là dioxit silic hay anhydric silic có công thức SiO_2, là một hợp chất có nhiều trong tự nhiên, thường lẫn với các chất vô cơ khác ở dạng quặng khoáng chất. Bụi chứa silic tự do có thể gây bệnh bụi phổi silic.

– Bụi hô hấp: Là bụi ở giải hạt có đường kính khí động dưới 5micromet, có thể xâm nhập và lắng đọng ở các phế nang của phổi.

– Phương pháp quang phổ hồng ngoại: Là phương pháp phân tích dựa trên sự biến đổi tính chất ánh sáng ở bước sóng hồng ngoại (700nanomet đến 100micromet) do phân tử chất phân tích hấp thụ ánh sáng hồng ngoại tạo nên.

– Pic (peak) hấp thụ: Khi liên kết phân tử hấp thụ cực đại ánh sáng tại một bước sóng nhất định làm thay đổi cường độ ánh sáng tạo ra tín hiệu trên đồ thị.

– Giải hấp thụ: Là khoảng bước sóng ở đó xuất hiện các pic hấp thụ của chất phân tích.

– Đường chuẩn: Là đồ thị biểu thị mối liên quan giữa tập hợp các nồng độ đã biết trước của chất cần phân tích (chất chuẩn) và chiều cao hoặc diện tích pic tương ứng của các nồng độ chất chuẩn đem phân tích. Người ta dùng đường chuẩn để xác định khối lượng mẫu phân tích.

4. Nguyên lý

Silic tự do có pic (peak) hấp thụ sóng hồng ngoại đặc trưng tại $800cm^{-1}$. Độ rộng của pic tỷ lệ thuận với khối lượng mẫu đem phân tích.

Những chất gây nhiễu: Silic vô định hình, cristobalite, canxi, cao lanh và tridymite.

5. Phương pháp xác định

5.1. Loại mẫu: Rắn.

5.2. Thiết bị, dụng cụ

– Thiết bị lấy mẫu bụi:

+ Đối với lấy mẫu bụi bằng phương pháp hút: Bơm hút, đầu lấy mẫu, giấy lọc PVC với kích thước lỗ lọc 0,5μm và đường kính giấy lọc tùy thuộc vào kỹ thuật sử dụng.

+ Có thể sử dụng các dụng cụ hứng bụi như đĩa, giấy… hoặc sử dụng thìa, túi nilon nhỏ lấy bụi dạng mịn, lắng đọng trên các bệ máy, dụng cụ, gờ tường, gờ cửa.

– Máy ép viên thuỷ lực: Ép viên có đường kính 13mm.

– Máy đo quang phổ hồng ngoại: Bước sóng từ 4000cm^{-1} đến 600cm^{-1} .

– Lò nung (0-1000°C) và chén nung bạch kim có nắp.

– Cối và chày: Bằng đá mã não, đường kính cối 50mm và nhiều thìa nhỏ bằng kim loại không có răng cưa, không có lực hút tĩnh điện.

– Bình hút ẩm, chổi quét làm bằng lông lạc đà, giấy thuỷ tinh.

– Cân phân tích có độ nhạy tối thiểu 0,01mg.

– Thiết bị lọc màng (kích thước tương ứng với giấy lọc lấy mẫu).

5.3. Hóa chất, thuốc thử

– SiO_2 tinh khiết (quartz).

– KBr tinh khiết, loại dùng trong phân tích bằng hồng ngoại.

– Ethanol 95% để làm sạch dụng cụ .

– Axit clohyđric 9% w/w. Hoà tan 25mL HCl đặc (37% w/w) trong 100mL nước không ion hoá.

– Hỗn hợp chuẩn mẹ: 0,5% w/w. Cân chính xác và trộn cẩn thận hỗn hợp 5g KBr (làm khô qua đêm ở 110°C) với 25mg quartz. Bảo quản trong chai để trong bình hút ẩm (Desiccator).

5.4. Lấy mẫu

– Lấy mẫu bụi bằng phương pháp hút qua giấy lọc theo các bước sau:

+ Bước 1: Chuẩn bị dụng cụ lấy mẫu bụi: Bơm hút, giấy lọc, đầu lấy mẫu... để lấy mẫu bụi toàn phần hoặc bụi hô hấp.

Lưu ý: Giấy lọc dùng để lấy mẫu là giấy lọc PVC với đường kính lỗ lọc 0,5μm.

+ Bước 2: Cân giấy lọc trước khi lấy mẫu.

– Bước 3: Lấy mẫu bụi tại hiện trường. Lưu lượng lấy mẫu tùy thuộc vào kỹ thuật sử dụng.

+ Bước 4: Cân giấy lọc đã lấy mẫu để tính lượng bụi.

– Có thể lấy bằng các dụng cụ hứng bụi như đĩa, giấy… hoặc lấy bụi mịn, lắng đọng trên các bệ máy, dụng cụ, gờ tường, gờ cửa...sau đó phết bụi lên giấy lọc PVC, cân giấy lọc trước và sau phết bụi để xác định lượng bụi trên giấy lọc đem phân tích.

5.5. Các bước tiến hành

5.5.1. Dựng đường chuẩn

– Cân từ 5 đến 6 mẫu chất chuẩn mẹ chứa 0 - 200g quartz.

– Thêm 300mg KBr đã được làm khô trong 12 giờ ở nhiệt độ 110°C, trực tiếp cho từng mẫu. Trộn mẫu với bột KBr bằng bộ chày, cối mã não. Sau khi hỗn hợp mẫu và KBr đã được trộn đều, đổ mẫu vào khuôn (tránh mất mẫu) và đem ép viên bằng máy ép thuỷ lực. Hỗn hợp thành dạng viên đường kính 13mm, không màu, trong suốt và không được nứt vỡ. Cân các viên hoàn thành. Tính tỷ lệ (trọng lượng viên hoàn thành/trọng lượng KBr thêm vào ban đầu), giá trị thường vào khoảng 0,98. Rửa sạch dụng cụ đã sử dụng bằng Ethanol.

– Xác định sự hấp thụ ở bước sóng 800cm^{-1} cho mỗi viên tiêu chuẩn theo quy trình phân tích. Đặt máy quang phổ hồng ngoại ở chế độ hấp thụ và các bước đặt phù hợp với phép phân tích định lượng. Khoảng quét của viên từ 1000cm^{-1} tới 600cm^{-1}. Quay viên đi 450 và quét ở đường kính này. Lặp lại hơn hai lần đo cho đến khi đạt được 4 giải quét. Nếu như pic ở 800cm^{-1} nhỏ thì sử dụng 5x mở rộng trục tung để tăng độ cao của pic. Vạch một đường phù hợp dưới giải hấp thụ ở 800cm^{-1} từ khoảng 820 - 670cm^{-1}. Đo hấp thụ ở 800cm^{-1} từ điểm tối đa tới đường kẻ trong từng đơn vị hấp thụ. Lấy trung bình 4 giá trị cho mỗi mẫu. Có thể tính toán kết quả trên máy vi tính.

– Vẽ đồ thị hấp thụ SiO_2 chuẩn (g).

5.5.2. Phân tích mẫu

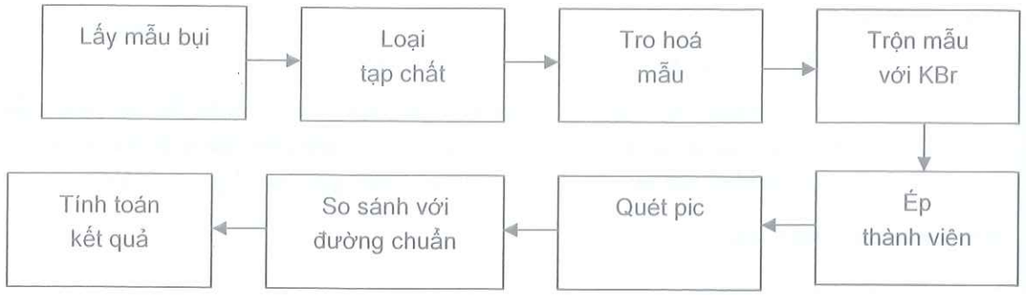
– Đối với các mẫu chứa một lượng canxi đáng kể (> 20% tổng số bụi) thì rửa các giấy lọc với dung dịch HCl 9% như sau: Đặt giấy lọc đã lấy mẫu vào phễu lọc trong thiết bị lọc. Kẹp phễu trên bình thuỷ tinh sao cho bụi có trên giấy lọc được tiếp xúc hoàn toàn với dung dịch rửa. Thêm 10mL dung dịch HCl 9% và 5mL dung dịch 2- propanol; đợi trong 5 phút. Hút chân không với tốc độ chậm cho axit và cồn vào phễu. Rửa liên tiếp ba lần 10mL nước cất. Tháo chân không.

– Đặt các giấy lọc chứa mẫu và mẫu trắng vào trong chén bạch kim có đánh số, đậy nắp lỏng và tro hoá trong lò nung trong 2 giờ ở nhiệt độ 600°C (800°C nếu mẫu có graphite).

– Mẫu sau khi nung xong, tiến hành phân tích như các bước dựng đường chuẩn.

– Sau khi thu được pic, sử dụng đường chuẩn để tính toán khối lượng silic tự do (quartz) có trong mẫu.

5.6. Sơ đồ tóm tắt quy trình xét nghiệm



5.7. Tính toán kết quả

Tỷ lệ silic tự do (quartz) trong mẫu được tính theo công thức sau:

$$Q(\%) = \frac{Wq}{Ws} \times 100$$

Trong đó:

- Wq : Khối lượng silic tự do (quartz) đo được (mg).
- Ws : Khối lượng mẫu cân trên giấy lọc (mg).
- Q : Tỷ lệ silic tự do (quartz) có trong mẫu bụi (%).
- 100: Tính ra đơn vị %.

5.8. Chú ý

– Quartz và cristobalite: có thể được xác định trong khi có mặt một trong hai chất này bằng cách sử dụng các giải hấp thụ ít nhạy hơn ở 695cm^{-1} đối với quartz và 625cm^{-1} đối với cristobalite. Tridymite chỉ có thể được xác định trong khi không có mặt 2 dạng silic kia. Nó hiếm khi gặp phải trong các mẫu vệ sinh công nghiệp. Nhiễu silicate có thể được loại ra bằng cách áp dụng quy trình làm sạch bằng axit phosphoric.

– Canxi: Nếu lớn hơn 20% trọng lượng bụi toàn phần có thể gây nhiễu bởi sự phản ứng với quartz trong lúc tro hoá trong lò nung. Quy trình loại bỏ canxi được nêu trong mục 5.5.2.

– Silic vô định hình có thể gây nhiễu nếu có mặt với số lượng lớn. Nhiễu này có thể được giảm thiểu bằng cách xác định giải hấp thụ mở rộng của nó khi vẽ đường cơ bản.

6. Đánh giá kết quả

Kết quả hàm lượng SiO_2 trong mẫu bụi được tính theo đơn vị phần trăm (%).

7. Giới hạn tham chiếu

– TCVN 5509:2009 Không khí vùng làm việc-Silic dioxit trong bụi hô hấp-Giới hạn tiếp xúc tối đa. *Workplace air - Silica in respirable dusts - Maximum exposure limit (MEL).*

– 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.

8. Kiểm soát chất lượng

– Thực hiện đúng các bước của quy trình.

– Trang thiết bị lấy mẫu và phân tích phải được hiệu chuẩn.

9. Yêu cầu về an toàn

– Sử dụng trang thiết bị bảo hộ lao động phù hợp khi lấy mẫu ở hiện trường và phân tích tại phòng thí nghiệm.

– Thực hiện đúng các quy trình lấy mẫu và quy định an toàn phòng thí nghiệm.

– Phòng thí nghiệm phải có tủ hút khí độc (tủ hốt),thiết bị cấp cứu khẩn cấp khi bị bỏng axit, kiềm... tủ thuốc cấp cứu.

– Tránh hít phải bụi silic khi lấy mẫu và phân tích.

– Ethanol là chất dễ cháy nên phải để tránh xa ngọn lửa.

10. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

– Các chất thải rắn được thu gom và đem đi xử lý như chất thải nguy hại.

– Các dung dịch thải có chứa các axit phải được thu hồi vào trong một can nhựa riêng, sau đó đem đi xử lý tại hệ thống xử lý chất thải của cơ quan xét nghiệm hoặc tại các điểm xử lý chất thải hóa học tập trung.

– Các dung dịch thải có chứa các bazơ, kiềm… phải được thu hồi vào trong một can nhựa riêng, sau đó đem đi xử lý tại hệ thống xử lý chất thải của cơ quan xét nghiệm hoặc tại các điểm xử lý chất thải hóa học tập trung.

11. Tài liệu tham khảo

1. Viện Y học lao động và Vệ sinh môi trường, Thường quy kỹ thuật Y học lao động Vệ sinh môi trường Sức khoẻ trường học, Nhà xuất bản Y học, 2002.
2. H. Gillieson and D.M. Farrell, The determination of quartz in dust by infrared spectroscopy, Canadian Spectroscopy, Jan. 1991.
3. Dave K. Vema, A comparison of two methods of sampling and analysis for free crystalline silica or quartz, Appl. Occup. Environ. Hyg., 1992.
4. Floyd A. Madsen et all, Review of quartz analytical methodologies: present and future needs, Appl. Occup. Environ. Hyg., 1995.

5. MDHS 101, Cristalline silica in respirable airborne dusts-Direct-on-filter analyses by inftrared spectroscopy and X-ray diffraction, 2005: Phương pháp xác định các chất nguy hại 101, silic tinh thể trong bụi hô hấp trong không khí. Phân tích trực tiếp trên cái lọc bằng phổ hồng ngoại và nhiễu xạ tia X, 2005 (Tiêu chuẩn Anh).

6. CPL-02-07-007 CPL 2-2.7, Crystalline Silica Occupational Safety and Health Administration.

7. United States Department of Labor. Occupational safety & Health Administration. Quartz and cristobalite in workplace atmospheres.

II. YẾU TỐ HÓA HỌC

KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH CACBON MONOXIT (CO) TRONG KHÔNG KHÍ BẰNG PHƯƠNG PHÁP SO MÀU

1. Phạm vi áp dụng

Kỹ thuật này áp dụng để xác định nồng độ cacbon monoxit (CO) trong không khí môi trường lao động.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

– TCVN 5972:1995 (ISO 8186:1989) Không khí xung quanh. Xác định nồng độ khối lượng của cacbon monoxit (CO). Phương pháp sắc ký khí.

– TCVN 7725:2007. Không khí xung quanh. Xác định cacbon monoxit. Phương pháp đo phổ hồng ngoại không phân tán.

3. Giải thích từ ngữ

– Dung dịch: Là những hỗn hợp đồng nhất của hai hoặc nhiều chất tham gia vào các tương tác vật lý và hoá học.

– Dung dịch hấp thụ: Là dung dịch mà khi cho không khí đi qua chất cần phân tích sẽ được giữ lại.

– Thuốc thử: Là các chất rắn, lỏng, khí có độ tinh khiết khác nhau dùng cho phân tích, pha chế, các công việc trong phòng thí nghiệm hoá học và các phòng thí nghiệm khác.

– Điều kiện tiêu chuẩn: Là điều kiện vật lí được xác định bởi áp suất:

p = 1atm = 101,325 Pa (khí áp chuẩn) và nhiệt độ 298°K (25°C).

4. Nguyên lý

Khí cacbon monoxit tác dụng với paladi clorit tạo thành paladi kim loại như sau:

$$CO + PdCl_2 + H_2O = CO_2 + 2HCl + Pd$$

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

$$2H_3PO_4.10MoO_3 + 4HCl + 2Pd = 2PdCl_2 + 2H_2O + 2[(MoO_3)_4.(MoO_2).H_3PO_4]$$

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

5. Phương pháp

5.1. Loại mẫu: Không khí.

5.2. Thiết bị, dụng cụ

– Máy lấy mẫu không khí hoặc bình hút, hoặc chai để hút chân không (0,5-1 lít).

– Ống hấp thụ, ống nghiệm so màu.

– Pipet 1mL, 2mL, 5mL.

– Bình hút chân không thể tích 1 lít; 0,5 lít (đã ngâm dung dịch sunfochromic, rửa sạch, sấy khô).

– Ống sinh hàn.

– Bình cầu dung tích 1,5 lít.

– Bình cầu có ngấn 0,5 lít.

– Ống hình 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.

5.3. Hóa chất, thuốc thử

– Paladi clorit.

– Natri cacbonat.

– Natri tungstat ($Na_2WO_4.2H_2O$).

– Natri molipdat (Na_2MoO_4).

– Axit hydrocloric (d = 1,18).

– Axit photphoric 85%.

– Liti sunfat ($LiSO_4.\ 2H_2O$).

– Dung dịch paladi clorit 1%

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

– Dung dịch natri cacbonat 20%

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

– Thuốc thử folinxiocantơ (photpho molipdic):

Cho vào bình thể tích 1500mL:

– Natri tungstat ($Na_2WO_4.2H_2O$) 100g

– Natri molipdat (Na_2MoO_4) 25g

– Nước cất 700mL

– Lắc cho tan hết, sau đó cho thêm:

– Axit clohydric (d = 1,18) 100mL

– Axit photphoric 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 1 lít. Giữ lại trong chai nâu.

5.4. Các bước tiến hành

– Chuẩn bị mẫu thử

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

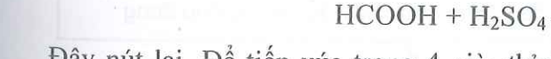
Mang bình tới nơi lấy mẫu, mở vòi lấy mẫu song song hai bình cùng một lúc. Khoá vòi, lắc. Để tiếp xúc 4 giờ.

– Dựng biểu đồ mẫu

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

Chai số / Dung dịch (mL)	1	2	3	4	5
Dung dịch paladi clorit 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 cacbon monoxit thừa để khử hết paladi clorit trong bình cầu. Cacbon monoxit được điều chế bằng cách đun axit focmic với axit sunfuric đặc:



$$HCOOH + H_2SO_4 \rightarrow CO + H_2O$$

Đậy nút lại. Để tiếp xúc trong 4 giờ, thỉnh thoảng lắc, tránh làm cho kết tủa đen dính lên thành bình. Đem đun cách thuỷ 5 phút, bơm không khí sạch vào để đuổi hết cacbon monoxit thừa, cho thêm dung dịch paladi clorit 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 clorit 1%.

Cho vào bình 1,5mL thuốc thử folinxiocantơ, trộn đều, đun cách thuỷ 30 phút, trên mỗi bình để một phễu con, thực hiện như mục 5.4 (cách xác định và xây dựng đồ thị mẫu).

– Cách xác định

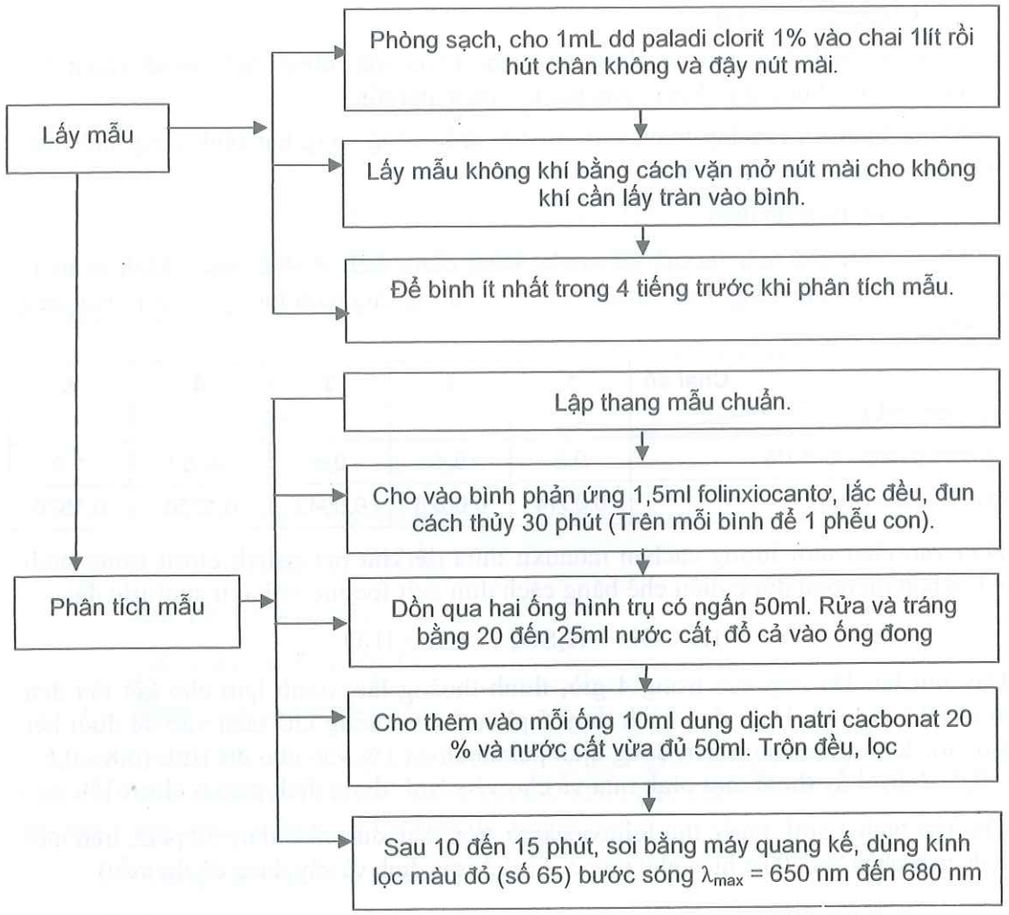
Bình đựng mẫu để tiếp xúc với dung dịch paladi clorit 1% trong 4 giờ, cho thêm vào 1,5mL thuốc thử folinxiocantơ. Lắc đều, đồng thời làm một mẫu trắng. Cho vào bình khác 1mL dung dịch paladi clorit 1%, 1,5mL thuốc thử folinxiocantơ.

Đun cách thuỷ 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 ngấn 50mL. Rửa và tráng bằng 20 đến 25mL nước cất, đổ cả vào ống đong.

Cho thêm vào mỗi ống 10mL dung dịch natri cacbonat 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 λ_{max} = 650 nm đến 680 nm, cóng thuỷ tinh dày 1 cm. Số đọc được ở máy quang kế đối chiếu với đồ thị mẫu để tính nồng độ cacbon monoxit.

5.5. Sơ đồ tóm tắt quy trình xét nghiệm



5.6. Tính kết quả

Nồng độ cacbon monoxit trong không khí được tính theo công thức:

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

Trong đó:

C: Nồng độ cacbon monoxit trong không khí (mg/L).

a: Hàm lượng cacbon monoxit đối chiếu với đồ thị mẫu hoặc so màu với thang mẫu (mg).

V: Thể tích chai (lít).

Độ nhậy phương pháp: Với 0,0005 mg NO_2^-

Với 0,0001 mg NO_2^-

5.7. Độ tin cậy

- Độ lặp lại (CV_r): $\leq 10\%$.
- Độ tái lặp (CV_R): $\leq 10\%$.
- Độ tuyến tính (R^2): $0,99 \leq R^2 \leq 1$.

6. Đánh giá kết quả

So sánh kết quả với giới hạn tham chiếu xem đạt hay không đạt (vượt) tiêu chuẩn cho phép.

7. Giới hạn tham chiếu

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.

Khi tiêu chuẩn trên có bổ sung, thay thế hoặc có quy chuẩn, tiêu chuẩn, quy định mới thì có thể áp dụng để tham chiếu.

8. Kiểm soát chất lượng

- Thực hiện đúng các bước lấy mẫu và phân tích mẫu.
- Ghi đầy đủ quá trình lấy mẫu, phân tích vào hồ sơ.
- Hệ số tương quan của đường chuẩn mẫu chuẩn $r \geq 0,990$.
- Định kỳ thực hiện kiểm tra lại độ lặp lại và độ tái lặp ít nhất 1 lần/năm.
- Các thiết bị dùng cho lấy mẫu, phân tích phải được hiệu chuẩn ít nhất 1 lần/năm.

9. Yêu cầu về an toàn

Phòng thí nghiệm phải có:

– Tủ hút khí độc (tủ hốt).

– Các yêu cầu đảm bảo an toàn hóa học

+ Cán bộ phân tích phải mặc quần áo bảo hộ lao động, đeo kính bảo vệ mắt, đi găng tay và đi giày khi thực hiện phân tích mẫu.

+ Cán bộ phân tích phải thực hiện đúng nội quy phòng thí nghiệm về an toàn hóa học, phòng chống cháy nổ.

– Thiết bị cấp cứu khẩn cấp khi bị bỏng axit, kiềm...

– Tủ thuốc cấp cứu.

10. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

Các dung dịch thải có chứa axit, kiềm, Pd phải được thu hồi vào trong một can nhựa riêng, sau đó đem đi xử lý tại hệ thống xử lý chất thải của cơ quan xét nghiệm hoặc tại các điểm xử lý chất thải hóa học tập trung.

11. Tài liệu tham khảo

1. Tiêu chuẩn Vệ sinh lao động được ban hành theo Quyết định số 3733/2002/QĐ-BYT ngày 10/10/2002 của Bộ Y tế.
2. Viện y học lao động và vệ sinh môi trường, *Thường quy kỹ thuật Y học lao động Vệ sinh môi trường Sức khoẻ trường học*, Nhà xuất bản y học, 2002.
3. Viện Kiểm nghiệm An toàn Thực phẩm Quốc gia, *Thẩm định phương pháp trong phân tích Hóa học và Vi sinh vật*, Nhà xuất bản Khoa học Kỹ thuật – 2010.
4. NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM); Fourth edition; *Carbon monoxide*; Method: 6604, Issue 1, 15 May 1996.

KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH CACBON DIOXIT (CO_2) TRONG KHÔNG KHÍ BẰNG PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ

1. Phạm vi áp dụng

Kỹ thuật này áp dụng để xác định nồng độ cacbon dioxit (CO_2) trong không khí môi trường lao động .

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 8712:2011. Phát thải nguồn tĩnh. Xác định cacbon monoxit, cacbon dioxit và oxy. Đặc tính tính năng và hiệu chuẩn các hệ thống đo tự động.

3. Giải thích từ ngữ

– Dung dịch: Là những hỗn hợp đồng nhất của hai hoặc nhiều chất tham gia vào các tương tác vật lý và hoá học.

– Dung dịch hấp thụ: Là dung dịch mà khi cho không khí đi qua chất cần phân tích sẽ được giữ lại.

– Thuốc thử: Là các chất rắn, lỏng, khí có độ tinh khiết khác nhau dùng cho phân tích, pha chế, các công việc trong phòng thí nghiệm hoá học và các phòng thí nghiệm khác.

– Điều kiện tiêu chuẩn: Là điều kiện vật lí được xác định bởi áp suất p = 1atm = 101,325 Pa (khí áp chuẩn) và nhiệt độ 298°K (25°C).

4. Phương pháp hấp thụ bằng barit

4.1. Nguyên lý

Cacbon dioxit tác dụng với bari hyđroxit tạo thành tủa bari cacbonat.

$$CO_2 + Ba(OH)_2 = BaCO_3 + H_2O$$

Dựa vào nguyên tắc trên, cho không khí có cacbon dioxit tác dụng với một lượng bari hydroxit, chuẩn độ lại lượng bari hydroxit thừa bằng axit oxalic.

$$Ba(OH)_2 + HOOC\text{-}COOH = Ba(COO)_2 + 2H_2O$$

Biết được lượng bari hydroxit thừa sẽ tính được lượng bari hydroxit đã tác dụng và do đó tính được nồng độ cacbon dioxit trong không khí.

4.2. Quy định chung

– Hóa chất theo TCVN 1058 - 78

– Nước cất theo TCVN 2117 - 77

4.3. Phương pháp xác định

4.3.1. Loại mẫu: Không khí.

4.3.2. Thiết bị, dụng cụ

– Chai 1000mL, 500mL, nút thủy tinh (rửa sạch, ngâm vào dung dịch sunfocromic 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 (d=0,1mg)

4.3.3. Hoá chất, thuốc thử

– Bari hyđroxit $Ba(OH)_2.\ H_2O$.

– Bari clorit.

– Axit oxalic $H_2C_2O_4.2H_2O$.

– Phenolphthalein.

Chuẩn bị dung dịch thử:

+ Dung dịch barit:

Cân bari hyDroxit $Ba(OH)_2.\ H_2O$: 1,40g.

Bari clorit: 0,08g.

Pha trong nước cất, thêm vào vừa đủ 1000mL.

+ Dung dịch axit oxalic:

Cân 0,56g axit oxalic pha vừa đủ 1lít nước cất.

1mL dung dịch tương đương với 0,1mL cacbon dioxit.

+ Dung dịch phenolphthalein 0,1%:

Cân 0,1g phenolphthalein pha trong 100mL cồn metanol (CH_3OH) 90^0.

4.3.4. 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 (b). Đậy nút (hoặc đậy kỹ mang về cho barit). Lắc. Mỗi điểm lấy 2 mẫu song song.

– Bảo quản:

Bảo quản chai lấy mẫu không bị va đập, tránh đổ vỡ. Nếu chưa phân tích ngay được thì nên bảo quản mẫu trong tủ mát.

– 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.

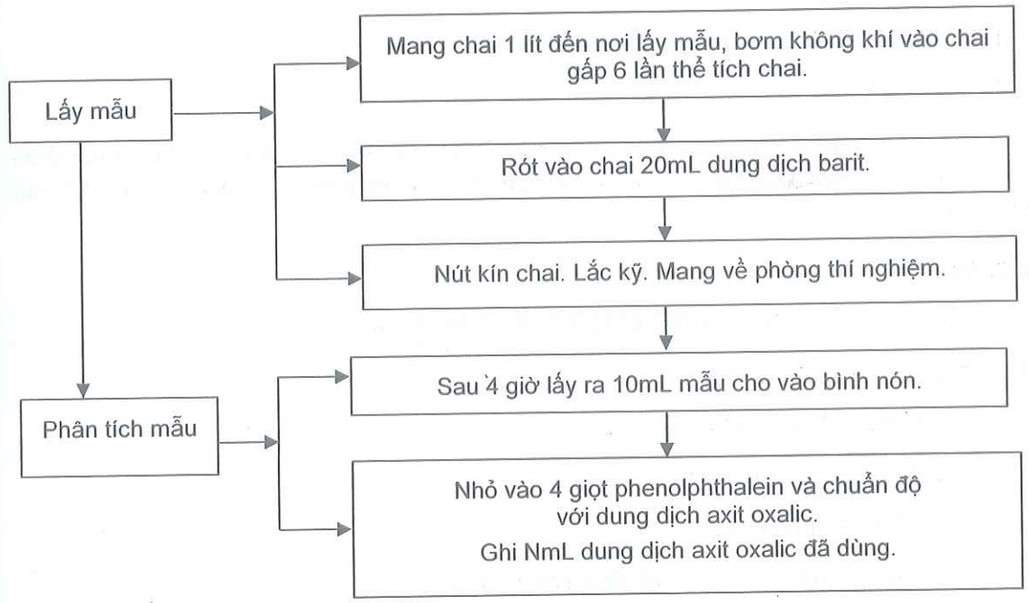
4.3.5. Các bước tiến hành

Phân tích mẫu thử:

Sau 4 giờ lấy ra 10mL (a) cho vào bình nón, nhỏ vào 4 giọt phenolphthalein và chuẩn độ với dung dịch axit oxalic. Ghi NmL dung dịch axit oxalic đã dùng.

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

4.3.6. Sơ đồ tóm tắt quy trình xét nghiệm



4.3.7. Tính kết quả

Nồng độ cacbon dioxit 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 cacbon dioxit 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 cacbon dioxit đem chuẩn độ (10mL).
- b: Thể tích dung dịch barit cho vào chai (20mL).
- N: Thể tích dung dịch axit oxalic đem chuẩn độ 10mL dung dịch barit đối chứng.
- n: Thể tích dung dịch axit oxalic đem chuẩn độ 10mL dung dịch barit phân tích.

4.3.8. Độ tin cậy

- Độ lặp lại phải đạt RSD $\leq 1\%$.
- Độ đúng phải $\geq 99\%$.
- Độ tin cậy $\geq 99{,}0\%$ ($p < 0{,}01$).

5. Phương pháp hấp thụ bằng bari saccharat

5.1. Nguyên lý

Cacbon dioxit hấp thụ vào dung dịch bari saccharat, sau đó chuẩn độ lại lượng thừa của dung dịch hấp thụ bằng axit oxalic. Từ đó tính ra nồng độ cacbon dioxit trong không khí.

5.2. Quy định chung

Theo mục 5.2. của phương pháp hấp thụ bằng barit.

5.3. Phương pháp xác định

5.3.1. Loại mẫu: Không khí.

5.3.2. Thiết bị, dụng cụ

- Máy hút không khí.
- Lưu lượng kế: 0 – 2,5 lít/phút (chia vạch).
- Ống hấp thụ kiểu Gelman.
- Buret 25mL.
- Pipet 5,10 và 20mL.
- Bình nón 100mL-250mL.
- Cân phân tích (d=0,1mg).

5.3.3. Hoá chất, thuốc thử

- Bari hyđroxit $Ba(OH)_2 . H_2O$.
- Axit oxalic.
- Saccharose.
- Phenolphthalein.
- Cồn etylic 90^0.

Chuẩn bị dung dịch thử:

+ Dung dịch phenol phthalein 1%:

Cân 0,1g phenolphtalein pha vào 100mL cồn etylic 90^0.

+ Dung dịch axit oxalic:

Cân 5,632g axit oxalic ($H_2C_2O_4$) pha vào trong 1 lít nước cất.

1mL tương đương với 1mL cacbon dioxit khí.

+ Dung dịch bari saccharat (dung dịch hấp thụ):

Nghiền 10g bari hydroxit, 20g saccharose để tạo ra một hỗn hợp bột đồng thể, thêm vào một phần nước cất đun ấm (40 °C). Pha loãng ra 1 lít và lọc. Trước khi dùng, chuẩn độ lại bằng dung dịch axit oxalic.

5.3.4. 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 phenolphtalein. Lắp nối tiếp. Hút không khí qua với tốc độ 0,1 lít/phút. Lấy từ 1 – 2 lít không khí. Ngừng lấy nếu thấy màu dung dịch phai đi, ghi lại thể tích không khí đã lấy.

Ở hầm lò, giếng sâu, cho phép dòng ống cao su nối với ống hấp thụ và lấy mẫu ngay tại miệng lò.

- Bảo quản:

Lượng dung dịch đã cho không khí qua, chứa trong hai ống hấp thụ, cho vào bình nón cẩn thận, tráng ống hấp thụ bằng nước cất rồi đổ vào bình nón. Đậy bình nón lại.

Bảo quản bình nón đựng mẫu không bị va đập, tránh đổ vỡ. Nếu chưa phân tích ngay được thì nên bảo quản mẫu trong tủ mát.

- Vận chuyển mẫu:

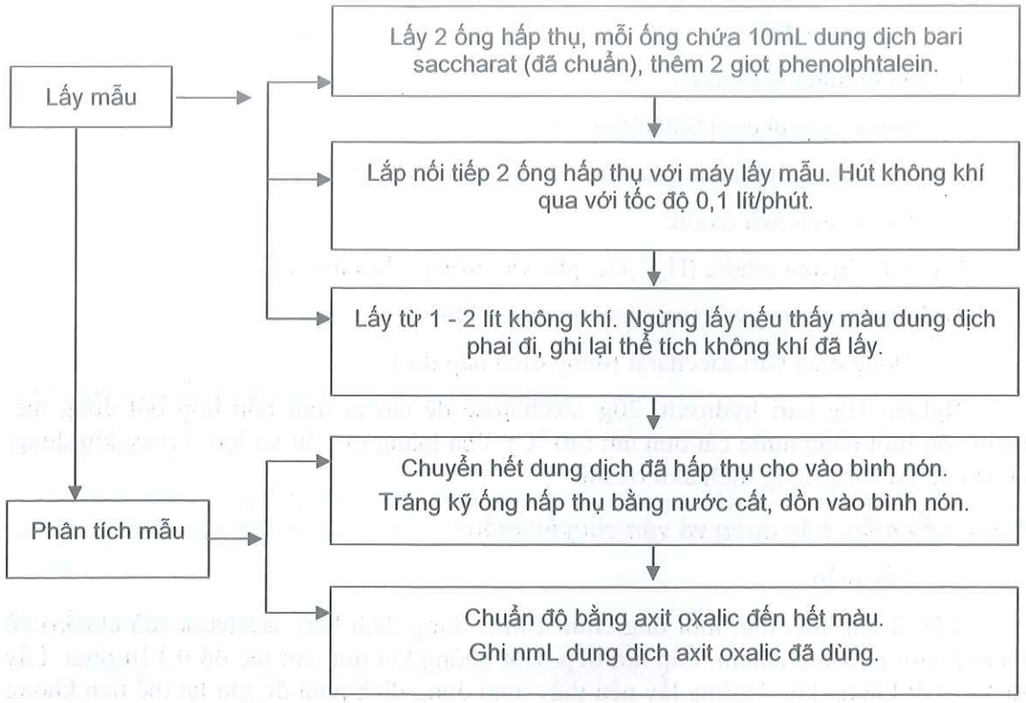
Vận chuyển mẫu bằng các phương tiện phù hợp, mẫu phải được đặt trong các thùng cứng bằng chất dẻo hoặc kim loại được chèn lót cẩn thận, tránh đổ vỡ.

5.3.5. Các bước tiến hành

– Phân tích mẫu thử:

Lấy các bình nón đựng mẫu ra. Dùng nước cất kéo hết dung dịch mẫu bám ở cổ bên trong bình nón và nắp bình nón xuống đáy bình. Chuẩn độ bằng axit oxalic đến hết màu.

5.3.6. Sơ đồ tóm tắt quy trình xét nghiệm



5.3.7. Tính kết quả

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

$$C = \frac{(N - n) \cdot 0,1.1000}{V}$$

Trong đó:

C: Nồng độ cacbon dioxit trong không khí (‰).

N: Thể tích dung dịch axit oxalic đem chuẩn độ 20mL dung dịch bari saccharat ban đầu (mL).

n: Thể tích dung dịch axit oxalic đem chuẩn độ dung dịch bari saccharat đã hấp thụ cacbon dioxit (mL).

V: Thể tích không khí đã lấy mẫu (mL) tính ở điều kiện chuẩn 25°C, 760mmHg.

5.3.8. Độ tin cậy

Độ lặp lại phải đạt RSD $\leq 1\%$.

Độ đúng phải $\geq 99\%$.

Độ tin cậy $\geq 99,0\%$ ($p < 0,01$).

6. Đánh giá kết quả

So sánh kết quả với giới hạn tham chiếu xem đạt hay không đạt (vượt) tiêu chuẩn cho phép.

7. Giới hạn tham chiếu

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.

Khi tiêu chuẩn trên có bổ sung, thay thế hoặc có quy chuẩn, tiêu chuẩn, quy định mới thì có thể áp dụng để tham chiếu.

8. Kiểm soát chất lượng

– Thực hiện đúng các bước lấy mẫu và phân tích mẫu.

– Ghi đầy đủ quá trình lấy mẫu, phân tích vào hồ sơ.

– Hệ số tương quan của đường chuẩn mẫu chuẩn $r \geq 0,990$.

– Định kỳ thực hiện kiểm tra lại độ lặp lại và độ tái lặp ít nhất 1 lần/năm.

– Các thiết bị dùng cho lấy mẫu, phân tích phải được hiệu chuẩn ít nhất 1 lần/năm.

9. Yêu cầu về an toàn

Phòng thí nghiệm phải có:

– Tủ hút khí độc (tủ hốt).

– Các yêu cầu đảm bảo an toàn hóa học.

+ Cán bộ phân tích phải mặc quần áo bảo hộ lao động, đeo kính bảo vệ mắt, đi găng tay và đi giày khi thực hiện phân tích mẫu.

+ Cán bộ phân tích phải thực hiện đúng nội quy phòng thí nghiệm về an toàn hóa học, phòng chống cháy nổ.

– Thiết bị cấp cứu khẩn cấp khi bị bỏng axit , kiềm...

– Tủ thuốc cấp cứu.

– Không được để bari hydroxit, axit oxalic và các hóa chất khác xâm nhập vào cơ thể bằng các con đường: hô hấp, tiêu hóa và tiếp xúc qua da.

10. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

Các dung dịch thải có chứa bari hyđroxit, bari clorit, axit oxalic, $BaCO_2$ phải được thu hồi vào trong một can nhựa riêng, sau đó đem đi xử lý tại hệ thống xử lý chất thải của cơ quan xét nghiệm hoặc tại các điểm xử lý chất thải hóa học tập trung.

11. Tài liệu tham khảo

1. Nguyễn Trọng Biểu, *Chuẩn bị dung dịch cho phân tích hoá học,* Nhà xuất bản khoa học và kỹ thuật. Hà Nội, 1974.
2. Tiêu chuẩn vệ sinh lao động ban hành theo Quyết định số: 3733/2002/QĐ-BYT của Bộ Y tế ngày 10 tháng 10 năm 2002.
3. Viện Y học lao động và Vệ sinh môi trường, *Thường quy kỹ thuật y học lao động Vệ sinh môi trường Sức khoẻ trường học*, Nhà xuất bản Y học, 2002.
4. National Institute for Occupational Safety and Health, NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM). Fourth edition; *Carbon dioxide*; Method: 6603, Issue 2, 1994.

KỸ THUẬT ĐO CACBON DIOXIT (CO_2) TRONG KHÔNG KHÍ BẰNG MÁY ĐIỆN TỬ HIỆN SỐ

1. Phạm vi áp dụng

Kỹ thuật này áp dụng để đo xác định nồng độ CO_2 trong không khí trong môi trường lao động.

2. Giải thích từ ngữ

– Đơn vị đo: Phần triệu (ppm = Parts Per Million).

ppm chỉ tỷ lệ của lượng một chất trong tổng số lượng của hỗn hợp chứa chất đó. Ở đây lượng có thể hiểu là khối lượng, thể tích, số hạt (số mol),... Khi dùng cần chỉ rõ lượng là gì.

Giá trị của ppm là:

ppm = 1/1 000 000 = 10^{-4}%

– Ngoài ra còn có thể dùng nồng độ ppb:

Giá trị của ppb là:

1ppb = 1/1000 000 000 = 10^{-7}%

– Đơn vị đo khối lượng/thể tích: mg/m^3.

3. Nguyên lý

Khí CO_2 được khuyếch tán hoặc hút vào máy đo. Khi chiếu ánh sáng hồng ngoại qua ống chứa không khí trong máy, phân tử khí CO_2 sẽ hấp thụ ánh sáng hồng ngoại có bước sóng thích hợp, trong khi cho phép ánh sáng có các bước sóng khác đi qua bộ lọc quang. Bộ lọc quang hấp thụ toàn bộ ánh sáng có các bước sóng khác với bước sóng mà phân tử khí CO_2 có thể hấp thụ. Cảm biến đo cho biết sự chênh lệch giữa lượng ánh sáng hồng ngoại phát ra với lượng ánh sáng còn lại. Sự chênh lệch này tỷ lệ thuận với số lượng phân tử CO_2 bên trong ống.

4. Phương pháp

4.1. Thiết bị

- Máy đo đo được ở các chế độ trung bình theo thời gian (TWA), từng lần tối đa (STEL), MIN, MAX.

- Máy có độ nhạy tối thiểu là 1ppm, khoảng đo tối thiểu 10.000ppm.

- Máy có phần mềm kết nối với máy tính để theo dõi, cập nhật và lưu giữ cũng như xử lý số liệu đo được. Máy có thể dùng chuẩn nội hoặc chuẩn ngoại.

- Sử dụng, vận hành máy theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Bảo quản máy ở nơi khô mát. Đặc biệt chú ý giữ gìn đầu đo (Sensor) - bộ phận nhạy cảm và dễ bị hỏng nhất của máy.

- Thay hoặc sạc đầy pin trước khi tiến hành đo, nhất là đo trung bình theo thời gian (TWA) để tránh hết pin trong thời gian đo.

- Bình khí chuẩn: Khí nén CO_2 chuẩn hoặc khí chuẩn tương đương theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

4.2. Chuẩn máy

Máy đo CO_2 cần phải được hiệu chuẩn định kỳ hàng năm.

4.3. Các bước tiến hành

a. Xác định vị trí đo

Đo tại các vị trí có người lao động làm việc, điểm đo ngang tầm hô hấp của người lao động trong suốt thời gian đo, tốt nhất là ở bán kính 30cm với tâm là mũi của người lao động.

b. Cách đo

- Dùng máy đo CO_2 để đo mẫu ngay tại hiện trường. Nếu máy được lắp bơm trong thì máy có thể đo theo chế độ chủ động hút mẫu.

- Khi tiến hành đo, máy tự tính toán thời lượng và cho kết quả trung bình theo thời gian đo. Người đo kiểm có thể đọc các kết quả trung bình theo thời gian (TWA) hay từng lần tối đa (STEL) trong khi đo.

- Bật máy, chờ số hiển thị ổn định thì đọc kết quả trực tiếp trên máy.

d. Kiểm tra kết quả đo

Khi đo xong, nên kiểm tra lại độ chính xác của máy đo với khí chuẩn. Nồng độ đáp ứng của máy với khí chuẩn không được sai lệch so với khí chuẩn quá 5% hoặc theo hướng dẫn của nhà sản xuất máy.

e. Tính toán kết quả đo

Máy hiện số cho kết quả trực tiếp. Một số máy cho kết quả với đơn vị đo là ppm trong khi tiêu chuẩn tham chiếu dùng đơn vị đo là mg/m^3. Vì vậy có thể phải đổi kết quả nồng độ khí đo được từ ppm sang mg/m^3 theo công thức:

$$\text{Nồng độ } mg/m^3 = \text{nồng độ ppm} \times 1{,}8$$

Lưu ý rằng ppm và ppb nồng độ trong các công thức này là đo khối lượng. Thể tích mol khí ở điều kiện 1 atm và nhiệt độ 25°C là 24,5 L.

5. Đánh giá kết quả

So sánh kết quả với giới hạn tham chiếu xem đạt hay không đạt (vượt) tiêu chuẩn cho phép.

6. Giới hạn tham chiếu

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.

Khi tiêu chuẩn trên có bổ sung, thay thế hoặc có quy chuẩn, tiêu chuẩn, quy định mới thì có thể áp dụng để tham chiếu.

7. Kiểm soát chất lượng

- Thực hiện đúng các bước đo.

- Ghi đầy đủ quá trình đo vào hồ sơ.

- Định kỳ thực hiện kiểm tra lại độ lặp lại và độ tái lặp ít nhất 1 lần/năm.

- Các thiết bị dùng cho lấy mẫu, phân tích phải được hiệu chuẩn ít nhất 1 lần/năm.

8. Yêu cầu về an toàn

- Khí CO_2 là khí gây ngạt, vì vậy cán bộ đo kiểm cần tuân thủ qui trình an toàn, hướng dẫn sử dụng máy, phòng chống ô nhiễm môi trường khí do CO_2.

- Khi chuẩn máy với bình khí nén, cần tuân thủ các qui trình, hướng dẫn về an toàn trong làm việc với khí nén, tránh nổ, ô nhiễm, ngạt do CO_2.

- Các trang bị bảo hộ cá nhân đảm bảo an toàn tiếp xúc với khí độc như khẩu trang phòng độc để tránh tác động bất lợi của hơi khí đến người đo kiểm.

- Cán bộ đo kiểm phải thực hiện đúng quy định, chỉ dẫn của cơ sở sản xuất về an toàn nơi làm việc.

- Cơ sở sản xuất phải đảm bảo điều kiện để việc đo kiểm được an toàn, chính xác.

9. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

Các loại pin sau khi không còn sử dụng phải được thu gom, sau đó đem đi xử lý tại các đơn vị có chức năng thích hợp.

10. Tài liệu tham khảo

1. Quyết định số 3733 của Bộ Y tế ban hành 21 tiêu chuẩn vệ sinh lao động (3733/2002/QĐ-BYT).
2. Viện Y học lao động và Vệ sinh môi trường, *Thường quy kỹ thuật Y học lao động Vệ sinh môi trường Sức khoẻ trường học*, Nhà xuất bản Y học, 2002.
3. NIOSH method - electronic gas monitor – NMAM 6604.

KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH NITƠ DIOXIT (NO_2) TRONG KHÔNG KHÍ BẰNG PHƯƠNG PHÁP SO MÀU

1. Phạm vi áp dụng

Kỹ thuật này áp dụng để xác định nồng độ nitơ đioxit (NO_2) trong không khí môi trường lao động.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

- TCVN 7172:2002 Sự phát thải của nguồn tĩnh – Xác định nồng độ khối lượng nitơ oxit – Phương pháp trắc quang dùng naphtyletylendiamin.

- TCVN 6137:2009 (ISO 6768:1998) Không khí xung quanh. Xác định nồng độ khối lượng của nitơ dioxit. Phương pháp Griess-Saltzman cải biên.

3. Giải thích từ ngữ

- Dung dịch: Là những hỗn hợp đồng nhất của hai hoặc nhiều chất tham gia vào các tương tác vật lý và hoá học.

- Dung dịch hấp thụ: Là dung dịch mà khi cho không khí đi qua chất cần phân tích sẽ được giữ lại.

- Thuốc thử: Là các chất rắn, lỏng, khí có độ tinh khiết khác nhau dùng cho phân tích, pha chế, các công việc trong phòng thí nghiệm hoá học và các phòng thí nghiệm khác.

- Điều kiện tiêu chuẩn: Là điều kiện vật lí được xác định bởi áp suất p = 1atm = 101,325 Pa (khí áp chuẩn) và nhiệt độ 298°K (25°C).

4. Nguyên lý

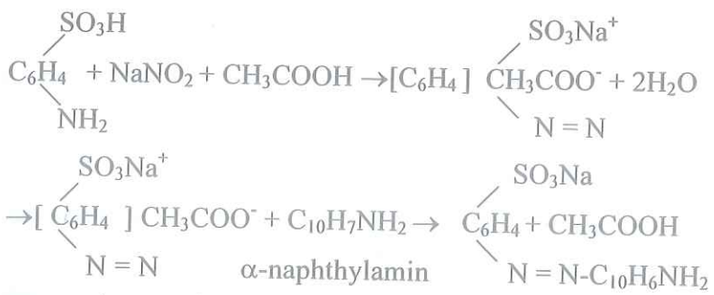
Phương pháp đo màu dựa trên phản ứng của axit nitơ (HNO_2) với thuốc thử Griess - Ilesvay cho một hợp chất màu hồng.

Trước hết nitơ dioxit được hấp thụ vào dung dịch natri hydroxit, sau đó thêm axit axêtic để chuyển thành axit nitơ.

$$2NO_2 + 2NaOH \rightarrow NaNO_2 + NaNO_3 + H_2O$$

$$NaNO_2 + CH_3COOH \rightarrow HNO_2 + CH_3COONa$$

Axit nitơ tác dụng với axit sunfanilic và α-naphthylamin cho hợp chất azoic màu hồng.



Hợp chất màu hồng.

Độ nhậy phương pháp: Với 0,0005 mg NO_2^-.

Với 0,0001 mg NO_2^-.

5. Phương pháp

5.1. Loại mẫu: Không khí.

5.2. Thiết bị, dụng cụ

– Máy lấy mẫu không khí hoặc bình hút, hoặc chai để hút chân không (0,5 - 1 lít).

– Ống hấp thụ (5mL – 25mL), ống nghiệm so màu (5mL, 10mL).

– Pipet 1mL, 2mL, 5mL.

5.3. Hóa chất và thuốc thử

– Thuốc thử Griess:

+ Griess A: Cân 0,5g axit sunfanilic cho vào 150mL dung dịch axit axêtic loãng (70mL axit axêtic đặc với 500mL nước cất) đun cách thuỷ cho tan.

+ Griess B: Cân 0,1g naphthylamin cho vào 20mL nước cất. Đun cách thuỷ 15 phút, sau đó lọc lấy nước trong cho vào 150mL dung dịch axit axêtic loãng (như trên).

Khi dùng tuỳ 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 1 lít. Như vậy, 1mL dung dịch này chứa 0,1mg nitơ dioxit. Pha loãng 1/20 để có dung dịch 1mL = 0,005mg nitơ đioxit.

Chú ý: Theo phản ứng, cứ $2NO_2$ thì cho 1 NO_2^-, do đó khi định lượng nitơ đioxit trong không khí phải nhân kết quả lên hai lần.

Thí dụ: 1mL dung dịch chứa 0,005mg NO_2^- thì tương đương với 0,010 mg khí NO_2.

– Dung dịch axit axêtic 5N: Axit axêtic đặc pha loãng 1/3.

– Dung dịch natri hyđroxit 0,5N hoặc 0,1N: Nước cất dùng phải đảm bảo tốt, không có màu với thuốc thử Griess.

5.4. Các bước tiến hành

Lấy mẫu: Cho vào ống hấp thụ 5mL natri hydroxit N/2 lắp vào hệ thống, lấy mẫu không khí với tốc độ 15 lít/giờ. Lấy 5 lít không khí.

Pha thang mẫu: Lấy 10 ống nghiệm dài 8cm, có đường kính bằng nhau, đánh số từ 0 - 9.

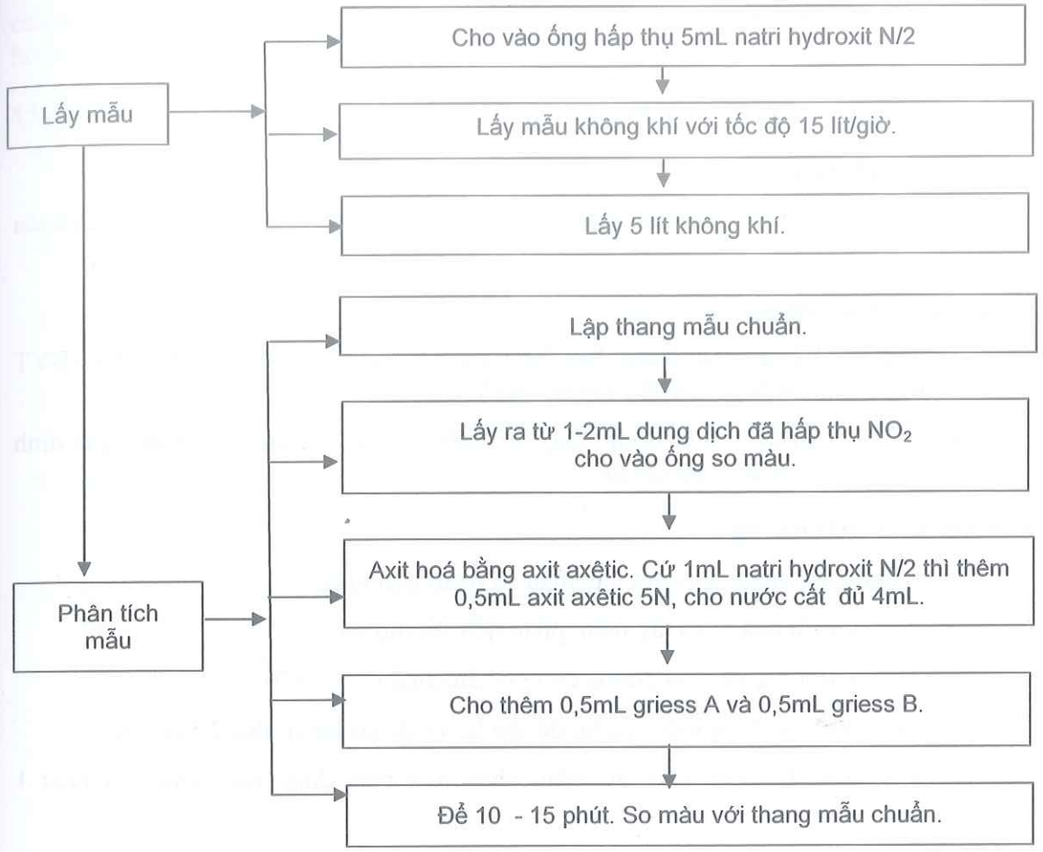
Số ống / Dung dịch (mL)	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Dung dịch tiêu chuẩn NO_2	0	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	1,2	1,6	2,0
Nước cất (mL)	4	3,9	3,8	3,6	3,4	3,2	3,0	2,8	2,4	2,0
Thuốc thử griess A	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Thuốc thử griess B	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Hàm lượng NO_2 (mg)	0	0,001	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 NO_2 cho vào ống so màu. Axit hoá bằng axit axêtic. Cứ 1mL natri hydroxit N/2 thì thêm 0,5mL axit axêtic 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.

5.5. Sơ đồ tóm tắt quy trình xét nghiệm



5.6. Tính kết quả

Nồng độ nitơ dioxit trong không khí tính theo công thức:

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

Trong đó:

– C: Nồng độ nitơ dioxit trong không khí (mg/L).

– a: Hàm lượng nitơ dioxit 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).

– Vo: Thể tích không khí lấy mẫu quy về điều kiện tiêu chuẩn (lít).

5.7. Độ tin cậy

- Độ lặp lại (CV_r): $\leq 11\%$.
- Độ tái lặp (CV_R): $\leq 11\%$.
- Độ tuyến tính (R^2): $0,99 \leq R^2 \leq 1$

6. Đánh giá kết quả

So sánh kết quả với giới hạn tham chiếu xem đạt hay không đạt (vượt) tiêu chuẩn cho phép.

7. Giới hạn tham chiếu

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.

Khi tiêu chuẩn trên có bổ sung, thay thế hoặc có quy chuẩn, tiêu chuẩn, quy định mới thì có thể áp dụng để tham chiếu.

8. Kiểm soát chất lượng

- Thực hiện đúng các bước lấy mẫu và phân tích mẫu.
- Ghi đầy đủ quá trình lấy mẫu, phân tích vào hồ sơ.
- Hệ số tương quan của đường chuẩn mẫu chuẩn $r \geq 0,990$.
- Định kỳ thực hiện kiểm tra lại độ lặp lại và độ tái lặp ít nhất 1 lần/năm.
- Các thiết bị dùng cho lấy mẫu, phân tích phải được hiệu chuẩn ít nhất 1 lần/năm.

9. Yêu cầu về an toàn

Phòng thí nghiệm phải có:

- Tủ hút khí độc (tủ hốt).
- Các trang bị bảo hộ cá nhân đảm bảo an toàn hóa học.
- Thiết bị cấp cứu khẩn cấp khi bị bỏng axit, kiềm...
- Tủ thuốc cấp cứu.

Cán bộ phân tích phải thực hiện đúng nội quy phòng thí nghiệm về an toàn hóa học, phòng chống cháy nổ, phải mặc quần áo bảo hộ lao động, đeo kính bảo vệ mắt, đi găng tay và đi giày khi thực hiện phân tích mẫu.

10. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

- Các dung dịch thải có chứa axit, bazơ phải được thu hồi vào trong một can nhựa riêng, sau đó đem đi xử lý tại hệ thống xử lý chất thải của cơ quan xét nghiệm hoặc tại các điểm xử lý chất thải hóa học tập trung.

- Các dung dịch thải có chứa Gress A, Gress B phải được thu hồi vào trong một can nhựa riêng, sau đó đem đi xử lý tại hệ thống xử lý chất thải của cơ quan xét nghiệm hoặc tại các điểm xử lý chất thải hóa học tập trung.

11. Tài liệu tham khảo

1. Tiêu chuẩn Vệ sinh lao động do Bộ Y tế ban hành theo Quyết định số 3733/2002/QĐ-BYT ngày 10/10/2002.
2. Nguyễn Trọng Biểu, *Chuẩn bị dung dịch cho phân tích hoá học,* Nhà xuất bản khoa học và kỹ thuật. Hà Nội, 1974.
3. Viện Y học lao động và Vệ sinh môi trường, *Thường quy kỹ thuật Y học lao động Vệ sinh môi trường Sức khoẻ trường học*, Nhà xuất bản Y học, 2002.
4. Viện Kiểm nghiệm An toàn Thực phẩm Quốc gia, *Thẩm định phương pháp trong phân tích Hóa học và Vi sinh vật*, Nhà xuất bản Khoa học Kỹ thuật – 2010.
5. National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH). NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM), Fourth edition; *NITRIC OXIDE and NITROGEN DIOXIDE*; Method: 6014, Issue 1, 1994.
6. National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH). NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM), Fourth edition; *NITROGEN DIOXIDE (Diffusive sampler);* Method: 6700, Issue 2, 1998.

KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH LƯU HUỲNH DIOXIT (SO_2) TRONG KHÔNG KHÍ BẰNG PHƯƠNG PHÁP SO MÀU

1. Phạm vi áp dụng

Kỹ thuật này áp dụng để xác định nồng độ lưu huỳnh dioxit (SO_2) trong không khí môi trường lao động.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

– TCVN 5971:1995 Không khí xung quanh - Xác định nồng độ khối lượng của SO_2 - Phương pháp Tetrachloromercurat (TCM) / pararosanilin.

– TCVN 5978:1995 (ISO 4221:1980). Chất lượng không khí. Xác định nồng độ khối lượng của lưu huỳnh dioxit trong không khí xung quanh. Phương pháp trắc quang dùng thorin.

– TCVN 6750:2005 Sự phát thải của nguồn tĩnh - Xác định nồng độ khối lượng lưu huỳnh dioxit – Phương pháp sắc ký khí ion.

– TCVN 7726:2007 (ISO 10498:2004) Không khí xung quanh. Xác định sunfua dioxit. Phương pháp huỳnh quang cực tím.

– TCVN 5975:2010. Phát thải nguồn tĩnh - Xác định nồng độ khối lượng lưu huỳnh dioxit -Phương pháp hydro peroxyt/bari perclorat/thorin.

3. Giải thích từ ngữ

– Dung dịch: Là những hỗn hợp đồng nhất của hai hoặc nhiều chất tham gia vào các tương tác vật lý và hoá học.

– Dung dịch hấp thụ: Là dung dịch mà khi cho không khí đi qua chất cần phân tích sẽ được giữ lại.

– Thuốc thử: Là các chất rắn, lỏng, khí có độ tinh khiết khác nhau dùng cho phân tích, pha chế, các công việc trong phòng thí nghiệm hoá học và các phòng thí nghiệm khác.

– Điều kiện tiêu chuẩn: Là điều kiện vật lí được xác định bởi áp suất p = 1atm = 101,325 Pa (khí áp chuẩn) và nhiệt độ 298 ^{o}K (25°C).

4. Nguyên lý

Hơi lưu huỳnh dioxit được hấp thụ vào dung dịch natri tetrachlorurmercurat, tạo ra phức chất diclorosunfitomercurat, thêm dung dịch axit sunfamic vào để phá huỷ bất cứ ion nitrit nào được hình thành trong dung dịch natri tetracloromercurat bằng oxit nitơ có mặt trong mẫu khí. Tiếp tục cho tác dụng với thuốc thử p-rosanilin đã axit hoá bằng

axit hydrocloric, với sự có mặt của focmanđêhit, tạo thành axit p-rosanilin metyl sunfonic 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 mầu). Tính nồng độ khối lượng của lưu huỳnh dioxit bằng đồ thị chuẩn.

Phương pháp xác định chỉ giới hạn ở mức thấp nhất 0,01mg/L không khí.

5. Phương pháp xác định

5.1. Loại mẫu: Không khí.

5.2. Trang thiết bị, dụng cụ

– Chai đựng dung dịch dung tích 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.

– Pipetman 1µL- 5000 µL.

– Máy hút không khí có đặt thời gian và tốc độ hút.

– Máy quang kế có bước sóng 550nm hoặc máy UV-VIS , cóng dày 1cm.

– Bình hấp thụ kiểu Gelman, dung tích 25mL. Hiệu suất hấp thụ của bình hấp thụ lưu huỳnh dioxit phải được xác định trước khi dùng và phải đạt ít nhất là 0,95.

– Bình polyethylen, dung tích 100mL để chuyển vận các dung dịch hấp thụ tới phòng thí nghiệm.

– Cân phân tích (d= 0,1mg)

5.3. Hoá chất, thuốc thử

5.3.1. Hóa chất

– Thuỷ ngân II clorua.

– Kali clorua hoặc natri clorua.

- Muối dinatri dihydrat của axit etylen dinitrotetra axêtic, $[(HOCOCH_2)_2 N(CH_2)_2 N (CH_2COONa)_2.2H_2O]$ EDTA.

– Natri sunfit khan.

– Iốt.

– Tinh bột tan.

– P-rosanilin hydroclorua (PRA).

– Axit clohydric.

– N-butanol.

– Axit photphoric H_3PO_4.

– Focmandehit.

– Axit sunfamic.

– Natri disunfit hay natri metabisunfit ($Na_2S_2O_5$).

5.3.2. Chuẩn bị dung dịch thử

5.3.2.1. Dung dịch hấp thụ

Hoà tan 10,9g thuỷ ngân II clorua và 4,7g natri clorua; 0,07g muối dinatri dihydrat của axit ethylen dinitrotetra axêtic, $[(HOCOCH_2)_2 N(CH_2)_2 N(CH_2COONa)_2.2H_2O]$ EDTA trong 1 lít nước cất.

5.3.2.2. Natri disunfit, dung dịch 0,012g/L

5.3.2.2.1. Hoà tan 0,3g natri disunfit ($Na_2S_2O_5$) 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 320µg tới 400µg lưu huỳnh dioxit trên mililít.

Xác định nồng độ khối lượng hiện tại của lưu huỳnh dioxit có mặt trong dung dịch, như được chỉ ra sau đây :

A. Thuốc thử

A1. Iốt, dung dịch iốt dự trữ - $c(I_2) \approx 0,05$mol/L.

Cân 12,7g iốt (I_2) vào trong cốc 250mL, cho thêm 40g kali iođua 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 iốt $c(I_2) \approx 0,005$mol/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 thuỷ ngân iođua (HgI_2) 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 thuỷ tinh.

A.4. Dung dịch kali iođat (KIO_3) 3,0g/L

Kali iođat sấy ở 180^0C 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. Axit clohyđric 44g/L (3M)

Hoà 100mL axit clohyđric đậm đặc 37% (khối lượng/thể tích) ($\rho \approx 1,19$ g/mL) thành 1000mL.

A.6. Natri thiosunfat, dung dịch dự trữ c ($Na_2S_2O_3.5H_2O$) ≈ 0,1mol/L.

Hoà tan 25g natri thiosunfat pentahydrat trong 1 lít nước cất mới đun sôi và cho thêm 0,1g natri cacbonat vào dung dịch.

Để yên dung dịch trong 1 ngày trước khi chuẩn như sau:

Dùng pipet hút 25mL dung dịch kali iođat (A.4) cho vào bình phản ứng (bình nón) 500mL. Thêm 1g kali iođua (KI) và 10mL axit clohyđric (A.5). Đậy nút bình. Sau 5 phút, chuẩn độ bằng dung dịch natri thiosunfat cho tới mầu vàng nhạt. Thêm 2mL hồ tinh bột (A.3) và chuẩn độ cho tới khi mất mầu xanh.

Tính nồng độ chất C1, biểu thị bằng mol/lit, của dung dịch natri thiosunfat 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: Khối lượng tính bằng gam của kali iodat trong 25mL của dung dịch (A.4).

– V_3: Thể tích, tính bằngmL, của dung dịch natri thiosunfat đã dùng cho chuẩn độ.

– 35,67 là khối lượng phân tử tương đối của $(KIO_3)/6$.

A.7. Natri thiosunfat, dung dịch chuẩn c ($Na_2S_2O_3.5H_2O$) ≈ 0,01mol/L.

Hoà loãng 50mL dung dịch gốc natri thiosunfat (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 lưu huỳnh dioxit, $\rho(SO_2)$ (µg/mL)

Để pha chế mẫu trắng, cho 25mL nước vào bình nón 500mL, sau đó dùng pipet hút 50mL dung dịch iốt (A.2) cho vào bình nón thứ nhất. Hút 25mL dung dịch natri disunfit (*5.3.2.2.1.*) cho vào bình nón thứ hai và dùng pipet hút 50mL dung dịch iốt (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 thiosunfat (A.7) cho tới mầu vàng nhạt. Rồi cho thêm 5mL hồ tinh bột (A.3) và tiếp tục chuẩn độ cho tới khi mất mầu xanh.

C. Biểu thị các kết quả

Tính nồng độ khối lượng của lưu huỳnh dioxit, $\rho(SO_2)$ được biểu thị bằng microgam trong 1 mililit, trong dung dịch natri disunfat bằng phương trình:

$$\rho(SO_2) = \frac{(V_4 - V_5)32{,}02C_2 1000}{V_6}$$

Trong đó:

- V4 là thể tích bằngmL, của dung dịch natri thiosunfat (A.7) đã dùng để chuẩn độ dung dịch trắng;

- V5 là thể tích bằngmL, của natri thiosunfat đã dùng để chuẩn độ mẫu thử;

- V6 là thể tích, tính bằngmL, của dung dịch natri disunfit (*5.3.2.2.1.*) đã dùng;

- C2 là nồng độ, tính bằng mol/lit, của natri thiosunfat trong dung dịch natri thiosunfat (A.7).

- 32.02 là khối lượng phân tử tương đối của $(SO_2)/2$.

Nồng độ lưu huỳnh dioxit trong dung dịch natri disunfit (*5.3.2.2.1.*) được tìm bằng cách chia kết quả cho 50.

5.3.2.2.2. Ngay sau khi xác định nồng độ khối lượng hiện tại của lưu huỳnh dioxit có mặt trong dung dịch như được chỉ ra trong *5.3.2.2.1*, dùng pipet lấy 2,0mL dung dịch đó cho vào bình mức dung tích 100mL. Thêm dung dịch hấp thụ (*5.3.2.1.*) 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 1 ngày nếu ở nhiệt độ trong phòng.

5.3.2.3. Dung dịch axit photphoric 3M

Lấy 205mL dung dịch H_3PO_4 85%, định mức bằng nước cất trong bình 1000mL. Thêm nước cất tới vạch và trộn đều.

5.3.2.4. Dung dịch p-rosanilin

• Dung dịch gốc:

Cân 0,06g p-rosanilin, thêm vào 25mL axit hydrocloric 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 axit hoá bằng HCl 3N), chiết lấy phần màu: 2 lần đầu, mỗi lần 20mL và nhiều lần sau, mỗi lần 10mL n-butanol đã axit hoá đến thật mất màu. Lọc dung dịch qua bông thuỷ tinh. Pha chế: dung dịch p-rosanilin phân tích pha theo tỷ lệ thể tích như sau:

Dung dịch p-rosanilin tinh chế/axit photphoric 3M/nước cất = 1/1/3.

5.3.2.5. Dung dịch focmandehit 0,2%

Lấy 2,5mL focmandehit 37-40% (khối lượng/thể tích) pha vào 500mL nước cất, pha trước khi dùng.

5.3.2.6. Dung dịch axit sunfamic 6g/L

Hoà tan 0,6g axit sunfamic (NH_2SO_3H) trong 100mL nước. Dung dịch này ổn định được vài ngày, nếu tránh được không khí.

5.4. Lấy mẫu, bảo quản và vận chuyển mẫu

– Lấy mẫu:

Mỗi địa điểm lấy hai mẫu song song, đồng thời ghi nhiệt độ và áp suất không khí.

Đặt máy lấy mẫu trên giá có chiều cao từ 1,5m đến 2m so với mặt sàn làm việc của người lao động.

Nơi lấy mẫu là giữa khu vực có khí SO_2 bay ra. Đặt máy lấy mẫu theo cuối hướng gió (tránh đặt máy đầu hướng gió). Địa hình nơi lấy mẫu phải thuận tiện, thông thoáng và đại diện cho khu vực quan tâm.

Lấy hai ống hấp thụ kiểu Gelman mắc nối tiếp, mỗi ống cho 10mL dung dịch hấp thụ, hút không khí có lưu huỳnh dioxit qua với tốc độ 0,5 -1 lít/phút. Thời gian lấy mẫu 30 phút hoặc 60 phút. Hút khoảng 20 - 30 lít không khí tuỳ theo hàm lượng lưu huỳnh dioxit trong không khí vùng làm việc. Ghi thể tích không khí đã lấy.

– Bảo quản:

Chuyển dung dịch trong ống hấp thụ đã hấp thụ hơi lưu huỳnh dioxit (SO_2) 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.

– Vận chuyển mẫu:

Vận chuyển mẫu bằng các phương tiện phù hợp. Khi vận chuyển đặt lọ đúng vị trí trong hộp chứa là các thùng cứng bằng chất dẻo hoặc kim loại được chèn lót cẩn thận, tránh va đập, đổ vỡ.

5.5. Các bước tiến hành

– Pha thang mẫu chuẩn:

Lấy 5 bình định mức 25mL, tiến hành theo thứ tự trong bảng:

Dung dịch (mL) \ Số ống	0	1	2	3	4
Dung dịch tiêu chuẩn (*5.3.2.2.2*),mL	0	1,0	2,0	3,0	4,0
Dung dịch hấp thụ,mL	10	9	8	7	6
Axit sunfamic (*5.3.2.6*),mL, giữ 10 phút	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Dung dịch focmandehit (*5.3.2.5*),mL	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
Dung dịch p-rosanilin phân tích (*5.3.2.4*),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:

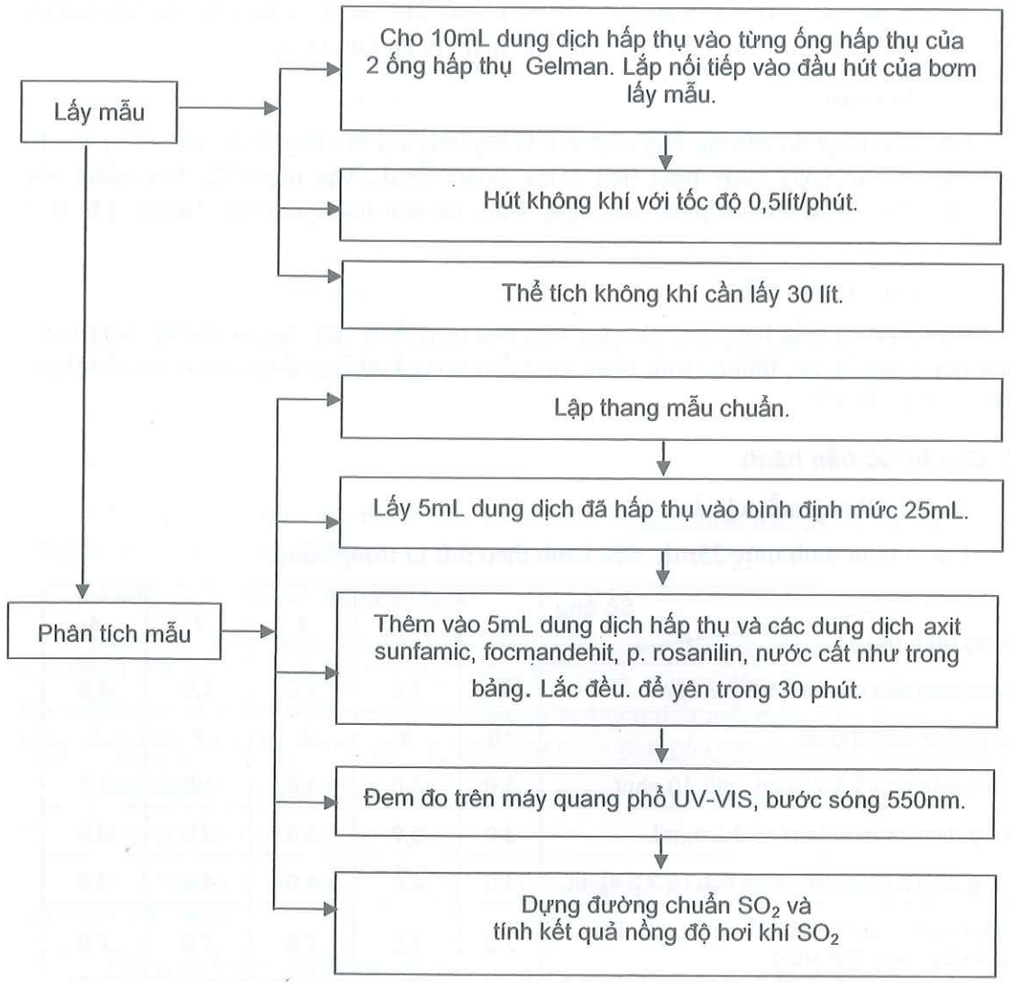
Lấy dung dịch hấp thụ ở hai ống. Lấy ra 5mL của từng ống hấp thụ để phân tích.

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 focmanđêhit (*5.3.2.5*), dung dịch p-rosanilin phân tích (*5.3.2.4*), nước cất như trong bảng. Lắc đều.

Sau 30 phút đến 60 phút, đo trên máy quang phổ UV-VIS với bước sóng 550nm.

5.6. Sơ đồ tóm tắt quy trình xét nghiệm



5.7. Tính kết quả

Lập đường chuẩn y = ax + b

– y : độ hấp thụ (Abs) của dung dịch chuẩn.

– x: khối lượng của lưu huỳnh dioxit (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 lưu huỳnh dioxit, 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 lưu huỳnh dioxit X (SO_2) trong bình mẫu thử, biểu thị bằng microgam, bằng biểu thức dựa trên đường chuẩn:

X = f .(As- Ab)

Trong đó:

f: Hệ số chuẩn.

As : Độ hấp thụ của dung dịch mẫu.

Ab : Độ hấp thụ của mẫu trắng.

Nồng độ lưu huỳnh dioxit trong không khí được tính theo công thức sau:

$$C = \frac{X \cdot b}{v \cdot V_o}$$

Trong đó:

C: Nồng độ lưu huỳnh dioxit trong không khí (µg/L hay mg/m^3).

X: Hàm lượng lưu huỳnh dioxit 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_o: Thể tích không khí lấy mẫu quy về điều kiện tiêu chuẩn (lít).

Lưu ý:

– Tính nồng độ lưu huỳnh dioxit 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 lưu huỳnh dioxit trong không khí mg/m^3 sẽ bằng tổng nồng độ lưu huỳnh dioxit tính theo ống Gelman thứ nhất và ống Gelman thứ hai.

5.8. Độ tin cậy

– Độ lặp lại phải đạt RSD $\leq$ 1%.

– Độ đúng phải $\geq$ 99%.

– Độ tin cậy ≥ 99,0% (p< 0,01).

– r ≥ 0,990.

6. Đánh giá kết quả

So sánh kết quả với giới hạn tham chiếu xem đạt hay không đạt (vượt) tiêu chuẩn cho phép.

7. Giới hạn tham chiếu

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.

Khi tiêu chuẩn trên có bổ sung, thay thế hoặc có quy chuẩn, tiêu chuẩn, quy định mới thì có thể áp dụng để tham chiếu.

8. Kiểm soát chất lượng

– Thực hiện đúng các bước lấy mẫu và phân tích mẫu.

– Ghi đầy đủ quá trình lấy mẫu, phân tích vào hồ sơ.

– Hệ số tương quan của đường chuẩn mẫu chuẩn r ≥ 0,990.

– Định kỳ thực hiện kiểm tra lại độ lặp lại và độ tái lặp ít nhất 1 lần/năm.

– Các thiết bị dùng cho lấy mẫu, phân tích phải được hiệu chuẩn ít nhất 1 lần/năm.

9. Yêu cầu về an toàn

Phòng thí nghiệm phải có:

– Tủ hút khí độc (tủ hốt).

– Các trang bị bảo hộ cá nhân đảm bảo an toàn hóa học.

– Thiết bị cấp cứu khẩn cấp khi bị bỏng axit, kiềm...

– Tủ thuốc cấp cứu.

– Cẩn thận khi sử dụng H_2SO_4 đặc d =1,84 và HCl đặc, H_3PO_4 đặc.

– Không được để natri tetracloromercurat, $HgCl_2$, các hợp chất có chứa thủy ngân và các hóa chất khác xâm nhập vào cơ thể bằng các con đường: Hô hấp, tiêu hóa và tiếp xúc qua da.

Cán bộ phân tích phải thực hiện đúng nội quy phòng thí nghiệm về an toàn hóa học, phòng chống cháy nổ, phải mặc quần áo bảo hộ lao động, đeo kính bảo vệ mắt, đi găng tay và đi giày khi thực hiện phân tích mẫu.

10. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

– Các dung dịch thải có chứa SO_2, EDTA, focmandehit, natri thiosunfat, natri disunfit, P-rosanilin hyđroclorit, kali iođat, kali iođua, iốt và các hợp chất của S phải

được thu hồi vào trong một can nhựa riêng, sau đó đem đi xử lý tại hệ thống xử lý chất thải của cơ quan xét nghiệm hoặc tại các điểm xử lý chất thải hóa học tập trung.

– Các dung dịch thải có chứa H_2SO_4, HCl, H_3PO_4, axit sunfamic phải được thu hồi vào trong một can nhựa riêng, sau đó đem đi xử lý tại hệ thống xử lý chất thải của cơ quan xét nghiệm hoặc tại các điểm xử lý chất thải hóa học tập trung.

– Các dung dịch thải có chứa natri tetracloromercurat, $HgCl_2$, các hợp chất có chứa thủy ngân phải được thu hồi vào trong một can nhựa riêng (màu đen), sau đó đem đi xử lý tại hệ thống xử lý chất thải của cơ quan xét nghiệm hoặc tại các điểm xử lý chất thải hóa học tập trung.

11. Tài liệu tham khảo

1. Nguyễn Trọng Biểu, *Chuẩn bị dung dịch cho phân tích hoá học,* Nhà xuất bản Khoa học và Kỹ thuật. Hà Nội, 1974.
2. Quyết định về việc ban hành 21 tiêu chuẩn vệ sinh lao động, 05 nguyên tắc và 07 thông số vệ sinh lao động. Số: 3733/2002/QĐ– BYT của Bộ Y tế, Hà Nội ngày 10 tháng 10 năm 2002.
3. TCVN 5971:1995 Không khí xung quanh - Xác định nồng độ khối lượng của SO_2 - Phương pháp Tetracloromercurat (TCM) / pararosanilin.
4. Viện Y học lao động và Vệ sinh môi trường, *Thường quy kỹ thuật Y học lao động Vệ sinh môi trường Sức khoẻ trường học*, Nhà xuất bản Y học, 2002.
5. National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH). NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM), Fourth edition; *sulfur dioxide;* Method: 6004, Issue 2, 1994.
6. National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH). NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM), Fourth edition; *organic and inorganic gases by extractive* FTIR *spectrometry*; Method: 8003, Issue 1, 2003.

KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH ÔZÔN (O_3) TRONG KHÔNG KHÍ BẰNG PHƯƠNG PHÁP SO MÀU

1. Phạm vi áp dụng

Kỹ thuật này áp dụng để xác định nồng độ ôzôn (O_3) trong không khí môi trường lao động theo.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

– TCVN 6157:1996 (ISO 10313:1993) Không khí xung quanh. Xác định nồng độ khối lượng ôzôn. Phương pháp phát quang hóa học.

– TCVN 7171:2002 (ISO 13964:1998) Chất lượng không khí. Xác định ôzôn trong không khí xung quanh. Phương pháp trắc quang tia cực tím.

3. Giải thích từ ngữ

– Dung dịch: Là những hỗn hợp đồng nhất của hai hoặc nhiều chất tham gia vào các tương tác vật lý và hoá học.

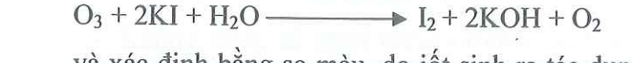
– Dung dịch hấp thụ: Là dung dịch mà khi cho không khí đi qua chất cần phân tích sẽ được giữ lại.

– Thuốc thử: Là các chất rắn, lỏng, khí có độ tinh khiết khác nhau dùng cho phân tích, pha chế, các công việc trong phòng thí nghiệm hoá học và các phòng thí nghiệm khác.

– Điều kiện tiêu chuẩn: Là điều kiện vật lí được xác định bởi áp suất p = 1atm = 101,325 Pa (khí áp chuẩn) và nhiệt độ 298°K (25°C).

4. Nguyên lý

Phương pháp dựa vào sự hấp thụ ôzôn bằng kali iođua:



$$O_3 + 2KI + H_2O \longrightarrow I_2 + 2KOH + O_2$$

và xác định bằng so màu, do iốt sinh ra tác dụng với dimethyl p-phenylendiamin thành màu hồng.

Độ nhạy của phương pháp 0,1mg/m^3.

Các nitơ ôxit và chất oxy hóa gây trở ngại việc xác định này.

5. Phương pháp xác định

5.1. Loại mẫu: Không khí.

5.2. Thiết bị, dụng cụ

– Máy hút không khí, lưu lượng kế 0-5 lít/phút.

– Ống hấp thụ màng xốp.

– Ống so màu đường kính 15mm, dài 120mm.

– Bình định mức dung tích 25, 50, 100mL.

– Các pipet 1, 2, 5 và 10mL có độ chia vạch tương ứng với 0,01 – 0,02 - 0,05 và 0,1mL

5.3. Hóa chất, thuốc thử

– Dung dịch kali iođua 1%.

– Dung dịch dimethyl p-phenylendiamin clohyđrat 0,02%: cân 0,02g hóa chất hòa tan vào 100mL nước cất.

– Dung dịch iốt 0,1N (chính xác)

– Dung dịch chuẩn:

Lấy 10mL dung dịch iốt 0,1N cho vào bình định mức dung tích 50mL và thêm vào dung dịch kali iođua 1% cho đến vạch. Cứ 1mL dung dịch này chứa 0,254mg iốt.

Pha loãng bằng dung dịch kali iođua để có dung dịch 1mL =0,01mg iốt.

Dung dịch tiêu chuẩn này pha ngay sau khi phân tích.

5.4. Lấy mẫu, bảo quản và vận chuyển mẫu

– Lấy mẫu:

Mỗi địa điểm lấy hai mẫu song song, đồng thời ghi nhiệt độ và áp suất không khí.

Hút 10 lít không khí cần xác định qua ống hấp thụ màng xốp có chứa 10mL dung dịch kali iođua 1%, tốc độ hút 1 lít /phút.

– Bảo quản:

Chuyển dung dịch trong ống hấp thụ đã hấp thụ ôzôn (O_3) vào lọ thủy tinh có nắp xoáy sạch dung tích 10mL, 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.

– 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.

5.5. Các bước tiến hành

– Pha thang mẫu chuẩn:

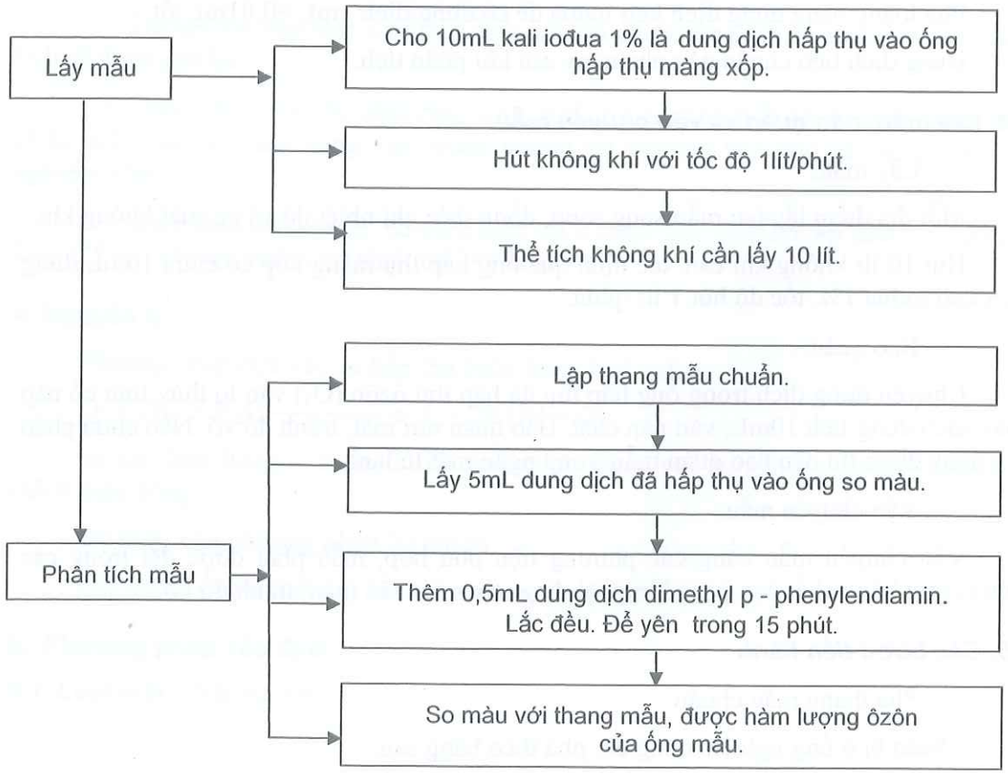
Chuẩn bị 6 ống nghiệm cùng cỡ, pha theo bảng sau:

Dung dịch \ Số ống	0	1	2	3	4	5
Dung dịch chuẩn (mL)	0	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
Dung dịch KI 1% (mL)	5,0	4,8	4,6	4,4	4,2	4,0
Dung dịch dimethyl p-phenylendiamin (mL)	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Hàm lượng iốt (µg)	0	2,0	4,0	6,0	8,0	10,0
Hàm lượng ôzôn tương ứng (µg)	0	0,4	0,75	1,15	1,5	1,9

– Phân tích mẫu thử:

Lấy 5mL dung dịch hấp thụ cho vào ống so màu, thêm vào 0,5mL dung dịch dimethyl p - phenylendiamin và lắc. Để yên chờ lên màu (tiến hành đồng thời với việc pha thang mẫu chuẩn). Sau 15 phút đem so sánh với thang mẫu.

5.6. Sơ đồ tóm tắt quy trình xét nghiệm



5.7. Tính kết quả

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

$$C = \frac{a.b}{v.V_o} \times \frac{1}{1000}$$

Trong đó:

C: Nồng độ ôzôn trong không khí (mg/L).

a: Lượng ôzôn tương ứng ống thang mẫu (µg).

b: 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 (lít).

$\frac{1}{1000}$ hệ số chuyển từ µg ra mg.

5.8. Độ tin cậy

– Giới hạn nồng độ của phương pháp từ 0 – 1,9 µg O_3/5,5mL dung dịch thang mẫu chuẩn.

– Độ lặp lại phải đạt RSD $\leq$ 1%.

– Độ đúng phải $\geq$ 99%.

– Độ tin cậy $\geq$ 99,0% ($p < 0,01$).

6. Đánh giá kết quả

So sánh kết quả với giới hạn tham chiếu xem đạt hay không đạt (vượt) tiêu chuẩn cho phép.

7. Giới hạn tham chiếu

– 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.

– Khi tiêu chuẩn trên có bổ sung, thay thế hoặc có quy chuẩn, tiêu chuẩn, quy định mới thì có thể áp dụng để tham chiếu.

8. Kiểm soát chất lượng

– Thực hiện đúng các bước lấy mẫu và phân tích mẫu.

– Ghi đầy đủ quá trình lấy mẫu, phân tích vào hồ sơ.

– Hệ số tương quan của đường chuẩn mẫu chuẩn $r \geq 0,990$.

– Định kỳ thực hiện kiểm tra lại độ lặp lại và độ tái lặp ít nhất 1 lần/năm.

– Các thiết bị dùng cho lấy mẫu, phân tích phải được hiệu chuẩn ít nhất 1 lần/năm.

9. Yêu cầu về an toàn

Phòng thí nghiệm phải có:

– Tủ hút khí độc (tủ hốt).

– Các trang bị bảo hộ cá nhân đảm bảo an toàn hóa học.

– Thiết bị cấp cứu khẩn cấp khi bị bỏng axit, kiềm...

– Tủ thuốc cấp cứu.

– Không được để các hóa chất xâm nhập vào cơ thể bằng các con đường: hô hấp, tiêu hóa và tiếp xúc qua da.

Cán bộ phân tích phải thực hiện đúng nội quy phòng thí nghiệm về an toàn hóa học, phòng chống cháy nổ, phải mặc quần áo bảo hộ lao động, đeo kính bảo vệ mắt, đi găng tay và đi giày khi thực hiện phân tích mẫu

10. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

Các dung dịch thải có chứa dimethyl p-phenylendiamin, KI, I_2, KOH phải được thu hồi vào trong một can nhựa riêng, sau đó đem đi xử lý tại hệ thống xử lý chất thải của cơ quan xét nghiệm hoặc tại các điểm xử lý chất thải hóa học tập trung.

11. Tài liệu tham khảo

1. Tiêu chuẩn Vệ sinh lao động do Bộ Y tế ban hành theo Quyết định số 3733/2002/QĐ-BYT ngày 10/10/2002.
2. Nguyễn Trọng Biểu, *Chuẩn bị dung dịch cho phân tích hoá học,* Nhà xuất bản Khoa học và kỹ thuật. Hà Nội, 1974.
3. Viện Y học lao động và Vệ sinh môi trường, *Thường quy kỹ thuật Y học lao động Vệ sinh môi trường Sức khoẻ trường học*, Nhà xuất bản Y học, 2002.
4. Lawrence B. Kilham, (2005), Monitoring Ozone in the Workplace.

   http://www.cemag.us/articles/2005/05/monitoring-ozone-workplace.
5. Ozone In Workplace Atmospheres (Impregnated Glass Fiber Filter), OSHA Method ID-214 | March 1995, Revised January 2008.

   http://www.osha.gov/dts/sltc/methods/inorganic/id214/id214.htmL.
6. ASTM D5156 - 02(2008), Standard Test Methods for Continuous Measurement of Ozone in Ambient, Workplace, and Indoor Atmospheres (Ultraviolet Absorption), Active Standard ASTM D5156 | Developed by Subcommittee: D22.03, Book of Standards Volume: 11.07.

   http://www.astm.org/Standards/D5156.htm.

KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH CLO (Cl_2) TRONG KHÔNG KHÍ BẰNG PHƯƠNG PHÁP SO MÀU

1. Phạm vi áp dụng

Kỹ thuật này áp dụng để xác định nồng độ clo (Cl_2) trong không khí môi trường lao động.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

– TCVN 1058:1978. Hoá chất. Phân nhóm và ký hiệu mức độ tinh khiết.

– TCVN 2117:2009. Nước thuốc thử. Yêu cầu kỹ thuật.

3. Giải thích từ ngữ

– Dung dịch: Là những hỗn hợp đồng nhất của hai hoặc nhiều chất tham gia vào các tương tác vật lý và hoá học.

– Dung dịch hấp thụ: Là dung dịch mà khi cho không khí đi qua chất cần phân tích sẽ được giữ lại.

– Thuốc thử: Là các chất rắn, lỏng, khí có độ tinh khiết khác nhau dùng cho phân tích, pha chế, các công việc trong phòng thí nghiệm hoá học và các phòng thí nghiệm khác.

– Điều kiện tiêu chuẩn: Là điều kiện vật lí được xác định bởi áp suất p = 1atm = 101,325 Pa (khí áp chuẩn) và nhiệt độ 298°K (25°C).

4. Nguyên lý

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

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

5. Phương pháp

5.1. Loại mẫu: Không khí.

5.2. 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 hút không khí.
- 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 dung tích 100mL.
- Pipet 1mL có độ chia đến 0,01mL.
- Pipet 3mL có độ chia đến 0,05mL.

5.3. Hóa chất, thuốc thử

5.3.1. Hóa chất

- Cloramin B.
- Kali iốt.
- Axit axetic.
- Natri thiosunfat.
- Axit clohyđric (d=1,18).
- Axit sunfuric (d= 1,84).
- Tinh bột hoà tan.
- Octo-tolidin.
- Đồng sunfat ($CuSO_4.2H_2O$).
- Kali đicromat.

5.3.2. Thuốc thử

- Dung dịch chuẩn:

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

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

+ Dung dịch cloramin B: 10mL.

+ Nước cất: 50mL.

+ Dung dịch KI 10%: 10mL.

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

Hàm lượng clo trong dung dịch được tính bằng: C = (3,55 . n) / 10

Trong đó:

C: Hàm lượng clo (mg/mL).

3,35: Clo tương ứng 1mL dung dịch natri thiosunfat 0,1N đem chuẩn độ.

n: Số mL dung dịch natri thiosunfat 0,1N đã dùng.

10: Số mL cloramin B cho vào bình nón đem chuẩn độ.

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

- Dung dịch Octo – tolidin:

+ Dung dịch đặc: Cho 0,1g octo – tolidin 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 sunfat: Cân 1,5g đồng sunfat ($CuSO_4.2H_2O$) cho vào bình định mức dung tích 100mL, thêm ít nước cất rồi cho 1 giọt axit sunfuric đặc (d = 1,84). Lắc đều, sau đó thêm nước cất vừa đủ 100mL.

- Dung dịch kali dicromat: Cân 0,25g kali dicromat 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.

5.4. Các bước tiến hành

a. Lấy mẫu phân tích

Đặt máy hút theo chiều hô hấp của công nhân (xuôi) hoặc vuông góc với hướng chất độc bay ra (tránh lấy ngược chiều).

Nơi lấy mẫu: Giữa khu vực chất độc bay ra, nơi công nhân làm việc. Tránh vị trí thông hơi, cửa sổ. Khoảng cách từ nguồn 10m, 50m, 100m, xét thấy cần xác định mức ô nhiễm do nguồn chính gây ra.

- Xác định một số điều kiện bên ngoài:

+ Nhiệt độ nơi lấy mẫu.

+ Áp suất không khí.

+ Tốc độ chuyển động của không khí.

+ Độ ẩm không khí.

Nhiệt độ và áp suất không khí bao giờ cũng phải đo trong khi lấy mẫu. Còn tốc độ gió và độ ẩm nếu có điều kiện đo thì càng giúp thêm cho việc xác định và kết luận về sau được chính xác.

– Lấy mẫu:

+ Nguyên tắc lấy mẫu: Hút không khí qua dụng cụ có chứa dung dịch hấp thụ (ống hấp thụ), chất độc có trong không khí sẽ được dung dịch hấp thụ giữ lại.

+ Phương pháp lấy mẫu: Cho vào ống hấp thụ Gelman 6mL dung dịch hấp thụ (Octo-tolidin loãng). Hút không khí có clo đi qua với tốc độ 0,1 lít/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, rót dung dịch đã hấp thụ vào lọ thuỷ tinh có nút mài, dung tích 25mL hoặc 50mL. Khi vận chuyển đặt lọ đúng vị trí trong hộp chứa. Về phòng thí nghiệm, nên phân tích kịp thời. Nếu không mẫu dễ bị mất mầu.

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 dicromat 1	0	0,2	0,3	0,6	1,2	2,0	2,8	-	-	-
Dung dịch dicromat 2	-	-	-	-	-	-	-	1,3	2,4	2,7
Dung dịch đồng sunfat	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 clo (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 dựng đường chuẩn. Ống phân tích rót vào cóng dày 1cm, đem soi ở máy quang phổ UV-VIS ở bước sóng λ = 620nm.

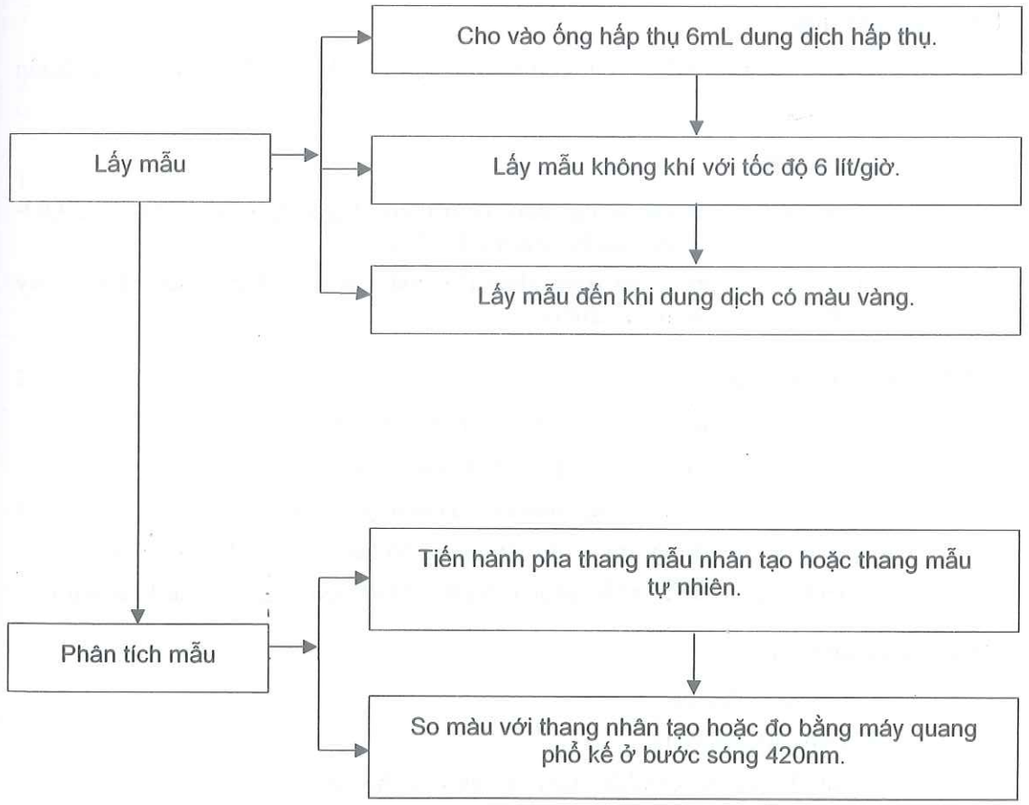
Thang mẫu tự nhiên dùng để dựng đường mẫu nếu chọn cách xác định clo bằng cách soi quang kế.

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 dựng 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	0,50
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 clo (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 cóng có chiều dày 1cm. Số liệu thu được dùng để dựng đường chuẩn.

5.5. Sơ đồ tóm tắt quy trình xét nghiệm



5.6. Tính kết quả

Nồng độ clo trong không khí tính theo công thức:

$$C = \frac{a.b}{v.V_o}$$

Trong đó:

C : Nồng độ clo trong không khí (µg/l).

a : Lượng clo 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_o: Thể tích không khí lấy mẫu quy về điều kiện tiêu chuẩn (lít).

5.7. Độ tin cậy

- Độ lặp lại (CV_r): $\leq 11\%$.
- Độ tái lặp (CV_R): $\leq 11\%$.
- Độ tuyến tính (R^2): $0,99 \leq R^2 \leq 1$

6. Đánh giá kết quả

So sánh kết quả với giới hạn tham chiếu xem đạt hay không đạt (vượt) tiêu chuẩn cho phép.

7. Giới hạn tham chiếu

– 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.

– Khi tiêu chuẩn trên có bổ sung, thay thế hoặc có quy chuẩn, tiêu chuẩn, quy định mới thì có thể áp dụng để tham chiếu.

8. Kiểm soát chất lượng

- Thực hiện đúng các bước lấy mẫu và phân tích mẫu.
- Ghi đầy đủ quá trình lấy mẫu, phân tích vào hồ sơ.
- Hệ số tương quan của đường chuẩn mẫu chuẩn $r \geq 0,990$.
- Định kỳ thực hiện kiểm tra lại độ lặp lại và độ tái lặp ít nhất 1 lần/năm.
- Các thiết bị dùng cho lấy mẫu, phân tích phải được hiệu chuẩn ít nhất 1 lần/năm.

9. Yêu cầu về an toàn

Phòng thí nghiệm phải có:

- Tủ hút khí độc (tủ hốt).
- Các trang bị bảo hộ cá nhân đảm bảo an toàn hóa học.

- Thiết bị cấp cứu khẩn cấp khi bị bỏng axit, kiềm...
- Tủ thuốc cấp cứu.

10. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

Các dung dịch thải phải được thu hồi vào trong một can nhựa riêng, sau đó đem đi xử lý tại hệ thống xử lý chất thải của cơ quan xét nghiệm hoặc tại các điểm xử lý chất thải hóa học tập trung.

11. Tài liệu tham khảo

1. Tiêu chuẩn Vệ sinh lao động được ban hành theo Quyết định số 3733/2002/QĐ-BYT ngày 10/10/2002 của Bộ Y tế.
2. Hoàng Văn Bính, Nguyễn Xuân Tạc. Phương pháp xác định các chất độc trong không khí môi trường công nghiệp. Hà Nội, 1985.
3. Lê Trung (2001) "Các bệnh hô hấp nghề nghiệp", Nhà xuất bản Y học, trang 522-524.
4. Viện Y học lao động và Vệ sinh môi trường, *Thường quy kỹ thuật y học lao động Vệ sinh môi trường Sức khoẻ trường học*, Nhà xuất bản Y học, 2002, trang 142-145.
5. http://tratu.soha.vn/dict/en_vn.
6. P. P Kôrôxtelev. Chuẩn bị dung dịch cho phân tích Hoá học - NXB Khoa học kỹ thuật- 1974.
7. www.hoahocngaynay.com/nghiencuugiangday/hoahocnhatruong/249danhphapvietcua cachopchatvoco.htmL.
8. Phạm Luận - Các phương pháp xử lý mẫu phân tích - NXB Khoa học kỹ thuật 1998.
9. TCVN 5754 : 1993: Không khí vùng làm việc. Phương pháp xác định nồng độ hơi độc. Phương pháp chung lấy mẫu.
10. National Institute for Occupational Safety and Health: Criteria for a Recommended Standard - Occupational Exposure to Chlorine (DHEW/NIOSH Pub. No. 76-170). Cincinnati, OH: National Institute for Occupational Safety and Health, 1976.
11. Occupational Safety and Health Administration Technical Center: Chlorine in Workplace Atmospheres - Backup Report (ID-101) by J. Ku. Salt Lake City, UT. Revised 1991.
12. National Council of the Paper Industry for Air and Stream Improvement, Inc.: A Laboratory Evaluation of the Sulfamic Acid-Iodometric Method for Determining Chlorine in Pulp Bleaching Area Workplace Atmospheres (Special Report No. 82-02). New York: NCASI, March 1982.
13. Takeuari, J. et al.: Measurement of Chlorine in the Atmosphere. Osen Kenkyu (Air Pollution Research) 9(2): 210 (1974).
14. Orion Research, Inc.: Residual Chlorine Electrode, Model 9970 Instruction Manual. Cambridge, MA: Orion Research, Inc., 1976.
15. Rando, R.J., and Y.Y. Hammad: A Diffusive Sampler for Gaseous Chlorine Utilizing an Aqueous Sulfamic Acid Collection Medium and Specific Ion Electrode Analysis. Appl. Occup. Environ. Hyg. 5(10): 700-706 (1990).
16. Occupational Safety and Health Administration Technical Center: Standard Operating Procedure - Ion Specific Electrodes. Salt Lake City, UT. In progress.

KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH AMONIAC (NH_3) TRONG KHÔNG KHÍ BẰNG PHƯƠNG PHÁP SO MÀU

1. Phạm vi áp dụng

Kỹ thuật này áp dụng để xác định nồng độ amoniac (NH_3) trong không khí môi trường lao động.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 5293:1995. Chất lượng không khí. Phương pháp indophenol xác định hàm lượng amoniac.

3. Giải thích từ ngữ

– Dung dịch: Là những hỗn hợp đồng nhất của hai hoặc nhiều chất tham gia vào các tương tác vật lý và hoá học.

– Dung dịch hấp thụ: Là dung dịch mà khi cho không khí đi qua chất cần phân tích sẽ được giữ lại.

– Thuốc thử: Là các chất rắn, lỏng, khí có độ tinh khiết khác nhau dùng cho phân tích, pha chế, các công việc trong phòng thí nghiệm hoá học và các phòng thí nghiệm khác.

– Điều kiện tiêu chuẩn: Là điều kiện vật lí được xác định bởi áp suất p = 1atm = 101,325 Pa (khí áp chuẩn) và nhiệt độ 298°K (25°C).

4. Nguyên lý

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

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

$$2K_2(HgI_4) + 3KOH + NH_4OH \rightarrow ONH_2I + 7KI + 3H_2O$$

(Hg liên kết với ONH₂I)

Độ nhậy của phương pháp là 0,001mg trong 10mL dung dịch. Phương pháp này bị hydrogen sunfit và focmanđêhyt gây trở ngại.

5. Phương pháp

5.1. Loại mẫu: Không khí.

5.2. 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 không khí.

– Ống hấp thụ.

– Pipet 1, 5, 10mL.

– Bình định mức 100mL.

– Ống đong 1 lít.

– Ống nghiệm so màu.

– Chai màu nâu 1 lít.

5.3. Hóa chất, thuốc thử

a. Hóa chất

– Axit sunfuric.

– Amoniclorit.

– Kali iođua.

– Natri hydroxit.

– Thủy ngân clorit.

– Nước cất.

b. Thuốc thử

– Dung dịch hấp thụ: Axit sunfuric N/100.

– Dung dịch tiêu chuẩn: Cân 0,3142g amoniclorit 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 ta được dung dịch 1mL chứa 0,02mg amoniac.

– Thuốc thử Nessler:

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

Trong bình định mức 2, dung tích 100mL cho 35g kali iođua, thêm nước cất cho đủ 100mL. Sau đó, đổ dung dịch bình 2 vào ống đong 1 lít 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

hydroxit 20%. Cuối cùng đổ hết dung dịch trong bình định mức 1 vào. Để yên 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.

5.4. Các bước tiến hành

a. Lấy mẫu phân tích

– Đặc điểm nơi lấy mẫu:

Trước hết phải điều tra nơi phát sinh ra khí độc. Nguồn hơi, khí sinh ra ở khâu nào: Nguyên liệu, thành phẩm, chất trung gian hoặc tạp chất gây nên.

– Vị trí lấy mẫu:

+ Ngang tầm hô hấp công nhân: Vị trí làm việc của công nhân có thể đứng hoặc ngồi, thực tế nhất là đặt đầu hút không khí theo chiều hô hấp của công nhân (xuôi), hoặc đặt ngang tầm hô hấp nhưng thẳng góc với hướng chất độc bay ra. Cần tránh hút ngược chiều với chiều chất độc bay ra.

+ Giữa khu vực có chất độc, hoặc bên cạnh, hoặc những vị trí cố định, nơi đi lại, tránh vị trí thông hơi, cửa sổ…

+ Ngoài khu vực sản xuất, khoảng cách tính từ nơi chất độc thoát ra.

Mỗi vị trí tối thiểu cần lấy 2 mẫu song song cùng chiều hướng, cách nhau 20cm.

– Xác định một số điều kiện bên ngoài:

+ Nhiệt độ nơi lấy mẫu.

+ Áp suất không khí.

+ Tốc độ chuyển động của không khí.

+ Độ ẩm không khí.

Nhiệt độ và áp suất không khí bao giờ cũng phải đo trong khi lấy mẫu. Còn tốc độ gió và độ ẩm nếu có điều kiện đo thì càng giúp thêm cho việc xác định và kết luận về sau được chính xác.

– Lấy mẫu:

+ Nguyên tắc lấy mẫu: Hút không khí qua dụng cụ có chứa dung dịch hấp thụ (ống hấp thụ), chất độc có trong không khí sẽ được dung dịch hấp thụ giữ lại.

+ Phương pháp lấy mẫu: Cho 5mL dung dịch hấp thụ là axit sunfuric 0,01N vào ống hấp thụ. Lắp ống hấp thụ vào máy hút, gắn đầu không khí ra của ống hấp thụ vào đầu hút không khí vào của máy. Điều chỉnh tốc độ hút không khí của máy là 0,3 lít/phút và thời gian lấy mẫu 30 - 60phút.

b. Bảo quản và vận chuyển mẫu

Sau khi lấy mẫu xong, rót dung dịch đã hấp thụ vào lọ thuỷ tinh nút mài, dung tích 10mL hoặc 20mL. Khi vận chuyển đặt lọ đúng vị trí trong hộp chứa. Về phòng thí nghiệm đặt ở ngăn mát của tủ lạnh. Nên phân tích kịp thời.

Nói chung, nên có mẫu lưu. Các mẫu lưu không giữ quá 3 tháng. Quá 3 tháng nếu không có điều gì nghi ngại, lập biên bản để huỷ mẫu.

c. Cách xác định

– Pha thang mẫu tự nhiên:

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

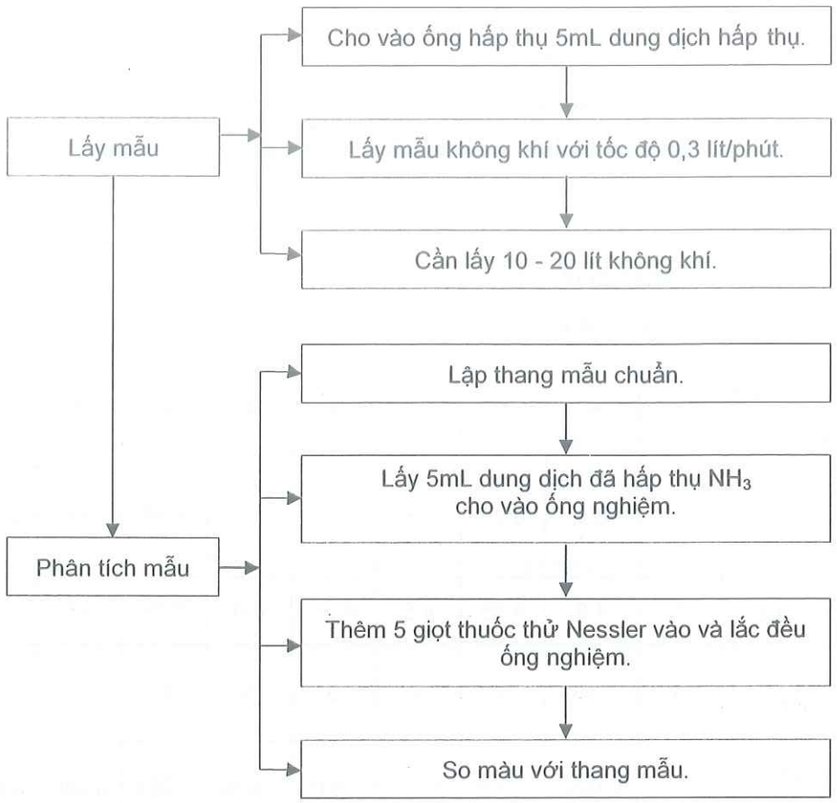
Số ống / Dung dịch	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Dung dịch tiêu chuẩn 1mL = 0,02 mg NH_3	0	0,1	0,25	0,5	0,75	1,0	1,25	1,5	2,00	2,5
Nước cất (mL)	5	4,9	4,75	4,5	4,25	4,0	3,75	3,5	3,00	2,5
Thuốc thử Nessler (giọt)	5	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Hàm lượng NH_3 (mg)	0	0,002	0,005	0,010	0,015	0,020	0,025	0,030	0,040	0,050

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

– Phân tích mẫu:

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

5.5. Sơ đồ tóm tắt quy trình xét nghiệm



5.6. Tính kết quả

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

$$C = \frac{a.b}{v.V_o}$$

Trong đó:

- C: Nồng độ amoniac trong không khí (mg/L).
- a: Hàm lượng amoniac 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_o: Thể tích không khí lấy mẫu quy về điều kiện tiêu chuẩn (lít).

5.7. Độ tin cậy

- Độ lặp lại (CV_r): $\leq 11\%$.
- Độ tái lặp (CV_R): $\leq 11\%$.
- Độ tuyến tính (R^2): $0,99 \leq R^2 \leq 1$

6. Đánh giá kết quả

So sánh kết quả với giới hạn tham chiếu xem đạt hay không đạt (vượt) tiêu chuẩn cho phép.

7. Giới hạn tham chiếu

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.

Khi tiêu chuẩn trên có bổ sung, thay thế hoặc có quy chuẩn, tiêu chuẩn, quy định mới thì có thể áp dụng để tham chiếu.

8. Kiểm soát chất lượng

- Thực hiện đúng các bước lấy mẫu và phân tích mẫu.
- Ghi đầy đủ quá trình lấy mẫu, phân tích vào hồ sơ.
- Hệ số tương quan của đường chuẩn mẫu chuẩn $r \geq 0,990$.
- Định kỳ thực hiện kiểm tra lại độ lặp lại và độ tái lặp ít nhất 1 lần/năm.
- Các thiết bị dùng cho lấy mẫu, phân tích phải được hiệu chuẩn ít nhất 1 lần/năm.

9. Yêu cầu về an toàn

Phòng thí nghiệm phải có:

- Tủ hút khí độc (tủ hốt).
- Các trang bị bảo hộ cá nhân đảm bảo an toàn hóa học.
- Thiết bị cấp cứu khẩn cấp khi bị bỏng axit, kiềm...
- Tủ thuốc cấp cứu.

10. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

Các dung dịch thải phải được thu hồi vào trong một can nhựa riêng, sau đó đem đi xử lý tại hệ thống xử lý chất thải của cơ quan xét nghiệm hoặc tại các điểm xử lý chất thải hóa học tập trung.

11. Tài liệu tham khảo

1. Tiêu chuẩn Vệ sinh lao động do Bộ Y tế ban hành theo Quyết định số 3733/2002/QĐ-BYT ngày 10/10/2002.
2. Viện Y học lao động và Vệ sinh môi trường, *Thường quy kỹ thuật Y học lao động Vệ sinh môi trường Sức khoẻ trường học*, Nhà xuất bản Y học, 2002.
3. P.P. Kôrôxtelev. Chuẩn bị dung dịch cho phân tích hoá học - NXB Khoa học kỹ thuật-1974.

4. Hoàng Văn Bính, Nguyễn Xuân Tạc - Phương pháp xác định các chất độc trong không khí môi trường công nghiệp. Hà Nội, 1985.

5. Phạm Luận - Các phương pháp xử lý mẫu phân tích - NXB Khoa học kỹ thuật 1998.

6. TCVN 5754 : 1993: Không khí vùng làm việc. Phương pháp xác định nồng độ hơi độc. Phương pháp chung lấy mẫu.

7. National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH). NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM), Fourth edition; ORGANIC AND INORGANIC GASES BY EXTRACTIVE FTIR SPECTROMETRY; Method: 3800, Issue 1, 2003.

8. National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH). NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM), Fourth edition; AMMONIA; Method: 6015, Issue 1, 1994.

9. National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH). NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM), Fourth edition; AMMONIA by IC; Method: 6016, Issue 1, 1996.

XÁC ĐỊNH AXIT SUNFUHYĐRIC (H_2S) TRONG KHÔNG KHÍ BẰNG PHƯƠNG PHÁP SO MÀU

1. Phạm vi áp dụng

Kỹ thuật này áp dụng để xác định nồng độ axit sunfuhydric (H_2S) trong không khí môi trường lao động.

2. Giải thích từ ngữ

– Dung dịch: Là những hỗn hợp đồng nhất của hai hoặc nhiều chất tham gia vào các tương tác vật lý và hoá học.

– Dung dịch hấp thụ: Là dung dịch mà khi cho không khí đi qua chất cần phân tích sẽ được giữ lại.

– Thuốc thử: Là các chất rắn, lỏng, khí có độ tinh khiết khác nhau dùng cho phân tích, pha chế, các công việc trong phòng thí nghiệm hoá học và các phòng thí nghiệm khác.

– Điều kiện tiêu chuẩn: Là điều kiện vật lí được xác định bởi áp suất p = 1atm = 101,325 Pa (khí áp chuẩn) và nhiệt độ 298°K (25°C).

3. Nguyên lý

Hơi H_2S được hấp thụ vào dung dịch cadmi sunfat, cho tác dụng với dung dịch p-amino dimethyl anilin với sự có mặt của $FeCl_3$ trong môi trường axit cho màu xanh methylen.

$$H_2S + 2[NH_2C_6H_4N(CH_3)_2 \,.\, HCl] + 6\,FeCl_3 \longrightarrow$$

$$(CH_3)_2NC_6H_3 \underset{S}{\overset{N}{\diagup\!\diagdown}} C_6H_3N(CH_3)_2Cl + NH_4Cl + 6FeCl_2 + 6HCl \quad \text{(Màu xanh methylen)}$$

Theo cường độ màu, ta có thể định lượng H_2S có mặt trong không khí bằng phương pháp so màu.

Độ nhậy của phương pháp là 0,25 µg.

4. Phương pháp xác định

4.1. Loại mẫu: Không khí.

4.2. Thiết bị, dụng cụ

– Buret, pipet, ống nghiệm.

– Ống hấp thụ Gelman.

– Chai đựng dung dịch.

– Máy lấy mẫu không khí.

4.3. Hoá chất, thuốc thử

– Dung dịch axit sunfuric 0,5N.

– Dung dịch axit clohyđric 6N.

– Dung dịch iốt 0,1N.

– Dung dịch natri thiosunfat 0,1N.

– Dung dịch hấp thụ: Cân 2,5g cadmi sunfat pha vào 500mL dung dịch axit sunfuric 0,5N.

– Dung dịch H_2S tiêu chuẩn:

Lấy vài giọt $(NH_4)_2S$ (amonisunfit) cho vào bình định mức 100mL, cho nước cất đến vạch.

Lấy 5mL dung dịch amonisunfit vừa pha cho vào bình nón, thêm 20mL dung dịch iốt 0,1N và 2mL axit clohyđric 6N, để yên trong tối 5 phút. Dùng natri thiosunfat 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 iốt 0,1N và 2mL axit clohyđric 6N, để yên trong tối 5 phút. Dùng natri thiosunfat 0,1N chuẩn độ với chỉ thị là hồ tinh bột. Ta được số liệu N.

Tính lượng H_2S:

$$\text{mg } H_2S \text{ trong 1mL dung dịch} = \frac{(N - n) \cdot m}{V}$$

Trong đó:

N: Số mL $Na_2S_2O_3$ 0,1N chuẩn độ mẫu trắng.

n: Số mL $Na_2S_2O_3$ 0,1N chuẩn độ mẫu có $(NH_4)_2S$.

m: Số mg của H_2S tương ứng với 1mL iốt 0,1N (m = 1,7).

V: Số mL dung dịch $(NH_4)_2S$ đem chuẩn độ. Từ dung dịch $(NH_4)_2S$ trên, sau khi đã biết lượng tương ứng H_2S, pha ra bằng dung dịch hấp thụ để có 1mL = 0,010mg H_2S.

Dung dịch $FeCl_3$ 1%: Cân 1g $FeCl_3$ khan pha vào trong 100mL nước cất. Để tránh thuỷ phân, người ta phải thêm một ít axit clohyđric (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 thuỷ 50 - 60^{0}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 axit clohyđric (d=1,19). Lắc đều, cho tiếp vào 5g bột kẽm. Hơ bình nón trên ngọn lửa. Hơi hydrogen bắt đầu thoát ra và dung dịch trắng dần. Khi còn lại ít kẽm chưa tan hết, thêm vào một ít axit clohydric đã pha loãng 1:3. Quá trình khử kéo dài 15 đến 30 phút. Dung dịch đem lọc qua bông thuỷ tinh, cho vào dịch lọc trên 10mL HCl (d=1,19) và 5,3mL dung dịch $FeCl_3$. Dung dịch trở nên màu vàng. Bảo quản chỗ tối và lạnh. Dùng trong 3 tháng.

4.4. Lấy mẫu, bảo quản và vận chuyển mẫu

– Lấy mẫu:

Mỗi địa điểm lấy hai mẫu song song, đồng thời ghi nhiệt độ và áp suất không khí.

Trong ống hấp thụ Gelman có chứa 6mL dung dịch hấp thụ, hút không khí qua với tốc độ 0,5 lít/phút. Lấy từ 15 - 20 lít không khí.

– Bảo quản:

Chuyển dung dịch trong ống hấp thụ đã hấp thụ hơi hydrogen sunfit (H_2S) vào lọ thủy tinh có nắp xoáy sạch dung tích 10mL, 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.

– 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.

4.5. Các bước tiến hành

– Pha thang mẫu chuẩn:

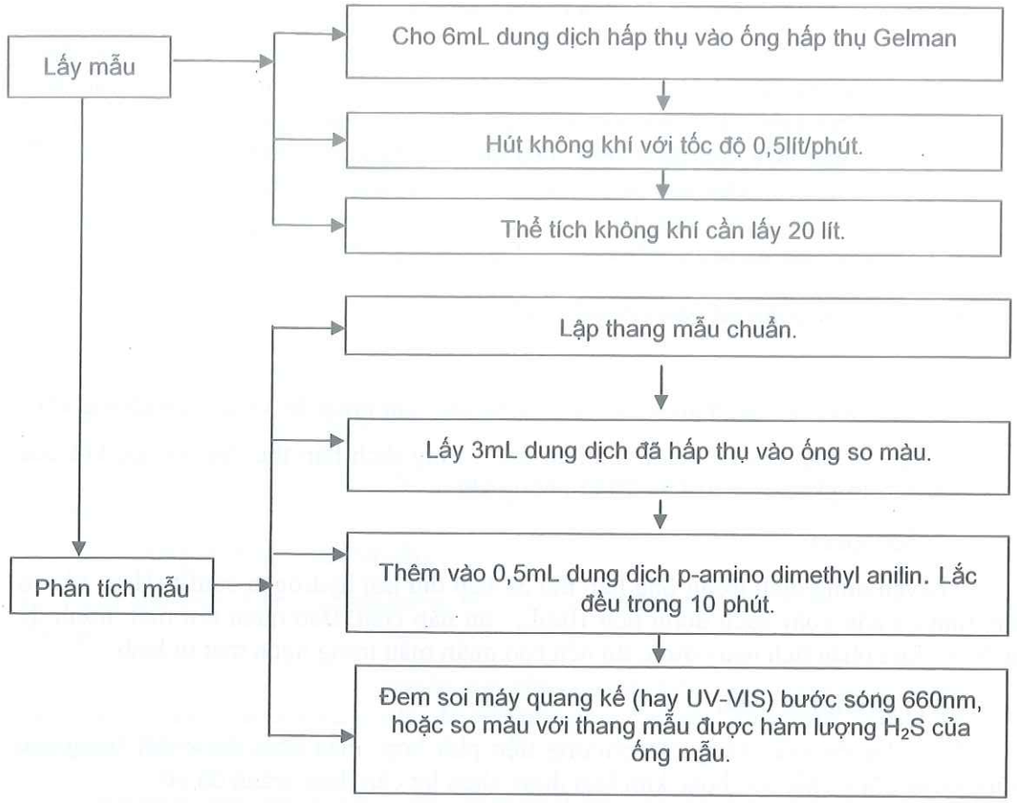
Thang mẫu: Chuẩn bị 7 ống nghiệm cùng cỡ, pha theo bảng sau:

Dung dịch (mL) \ Số ống	0	1	2	3	4	5	6
Dung dịch tiêu chuẩn 1mL = 0,01mg H_2S	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-aminodimetyl anilin	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Hàm lượng H_2S (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, tiến hành đồng thời hay soi máy quang kế (hoặc UV- VIS) ở bước sóng 660nm.

4.6. Sơ đồ tóm tắt quy trình xét nghiệm



4.7. Tính kết quả

Nồng độ axit sunfuhyđric trong không khí được tính theo công thức

$$C = \frac{a.b}{v.V_o}$$

Trong đó:

- C: Nồng độ axit sunfuhyđric trong không khí (mg/L).
- a: Lượng H_2S 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).
- V_o: Thể tích không khí lấy mẫu quy về điều kiện tiêu chuẩn (lít).

4.8. Độ tin cậy

Giới hạn nồng độ của phương pháp từ 0 - 6 µg H_2S/ 3,5mL dung dịch thang mẫu chuẩn

- Độ lặp lại phải đạt RSD $\leq 1\%$

- Độ đúng phải $\geq 99\%$
- Độ tin cậy $\geq 99,0\%$ ($p < 0,01$)
- $r \geq 0,990$

5. Đánh giá kết quả

So sánh kết quả với giới hạn tham chiếu xem đạt hay không đạt (vượt) tiêu chuẩn cho phép.

6. Giới hạn tham chiếu

– 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.

– Khi tiêu chuẩn trên có bổ sung, thay thế hoặc có quy chuẩn, tiêu chuẩn, quy định mới thì có thể áp dụng để tham chiếu.

7. Kiểm soát chất lượng

- Thực hiện đúng các bước lấy mẫu và phân tích mẫu.
- Ghi đầy đủ quá trình lấy mẫu, phân tích vào hồ sơ.
- Hệ số tương quan của đường chuẩn mẫu chuẩn $r \geq 0,990$.
- Định kỳ thực hiện kiểm tra lại độ lặp lại và độ tái lặp ít nhất 1 lần/năm.
- Các thiết bị dùng cho lấy mẫu, phân tích phải được hiệu chuẩn ít nhất 1 lần/năm.

8. Yêu cầu về an toàn

Phòng thí nghiệm phải có:

- Tủ hút khí độc (tủ hốt).
- Các trang bị bảo hộ cá nhân đảm bảo an toàn hóa học.

Cán bộ phân tích phải mặc quần áo bảo hộ lao động, đeo kính bảo vệ mắt, đi găng tay và đi giày khi thực hiện phân tích mẫu.

Cán bộ phân tích phải thực hiện đúng nội quy phòng thí nghiệm về an toàn hóa học, phòng chống cháy nổ.

- Thiết bị cấp cứu khẩn cấp khi bị bỏng axít, kiềm...
- Tủ thuốc cấp cứu.
- Cẩn thận khi sử dụng H_2SO_4 đặc d =1,84 và HCl đặc.
- Không được để cadmi sunfat và các hóa chất khác xâm nhập vào cơ thể bằng các con đường: Hô hấp, tiêu hóa và tiếp xúc qua da.

9. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

– Các dung dịch thải có chứa H_2S, natri thiosunfat, amonisunfit, p-amino dimethyl anilin, iốt và các hợp chất của S phải được thu hồi vào trong một can nhựa riêng, sau đó đem đi xử lý tại hệ thống xử lý chất thải của cơ quan xét nghiệm hoặc tại các điểm xử lý chất thải hóa học tập trung.

– Các dung dịch thải có chứa H_2SO_4, HCl, phải được thu hồi vào trong một can nhựa riêng, sau đó đem đi xử lý tại hệ thống xử lý chất thải của cơ quan xét nghiệm hoặc tại các điểm xử lý chất thải hóa học tập trung.

– Các dung dịch thải có chứa cadmi sunfat phải được thu hồi vào trong một can nhựa riêng (màu đen), sau đó đem đi xử lý tại hệ thống xử lý chất thải của cơ quan xét nghiệm hoặc tại các điểm xử lý chất thải hóa học tập trung.

10. Tài liệu tham khảo

1. Nguyễn Trọng Biểu, *Chuẩn bị dung dịch cho phân tích hoá học,* Nhà xuất bản khoa học và kỹ thuật. Hà Nội, 1974.
2. Quyết định về việc ban hành 21 tiêu chuẩn vệ sinh lao động, 05 nguyên tắc và 07 thông số vệ sinh lao động. Số: 3733/2002/QĐ 90 – BYT của Bộ Y tế, Hà Nội ngày 10 tháng 10 năm 2002.
3. Viện Y học lao động và Vệ sinh môi trường, *Thường quy kỹ thuật Y học lao động Vệ sinh môi trường Sức khoẻ trường học*, Nhà xuất bản Y học, 2002.
4. National Institute for Occupational Safety and Health NIOSH (1994)- Manual of Analytical Methods. Washington, DC. Government. Fourth edition; *Hydrogen sulfide*; Method: 6013, Issue 1, 1994.

KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH AXIT SUNFURIC (H_2SO_4) TRONG KHÔNG KHÍ BẰNG PHƯƠNG PHÁP SO ĐỘ ĐỤC

1. Phạm vi áp dụng

Kỹ thuật này áp dụng để xác định nồng độ axit sunfuric (H_2SO_4) trong không khí môi trường lao động.

2. Giải thích từ ngữ

– Dung dịch: Là những hỗn hợp đồng nhất của hai hoặc nhiều chất tham gia vào các tương tác vật lý và hoá học.

– Dung dịch hấp thụ: Là dung dịch mà khi cho không khí đi qua chất cần phân tích sẽ được giữ lại.

– Thuốc thử: Là các chất rắn, lỏng, khí có độ tinh khiết khác nhau dùng cho phân tích, pha chế, các công việc trong phòng thí nghiệm hoá học và các phòng thí nghiệm khác.

– Điều kiện tiêu chuẩn: Là điều kiện vật lí được xác định bởi áp suất p = 1atm = 101,325 Pa (khí áp chuẩn) và nhiệt độ 298 ^oK (25^oC).

– Điều kiện tiêu chuẩn: Là điều kiện vật lí được xác định bởi áp suất p = 1atm = 101,325 Pa (khí áp chuẩn) và nhiệt độ 273,15^0K (0^0C).

3. Nguyên lý

Khi cho axit sunfuric (H_2SO_4) tác dụng với bari clorit ($BaCl_2$) ta được bari sunphat ($BaSO_4$) kết tủa trắng. Nếu nồng độ axit 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:

$$H_2SO_4 + BaCl_2 \rightarrow BaSO_4\downarrow + 2HCl$$

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

Chất trở ngại: Sunfuadioxit.

4. Phương pháp

4.1. Loại mẫu: Không khí.

4.2. Thiết bị, dụng cụ

– Máy lấy mẫu không khí có tốc độ lấy mẫu 0,3 lít/phút.
– Ống hấp thụ (5mL – 25mL), ống nghiệm so màu (5mL, 10mL).
– Bình cầu 100mL có ngấn.
– Pipet các loại.

4.3. Hóa chất, thuốc thử

– Dung dịch hấp thụ: Natri hydroxit 0,01N.

– Dung dịch HCl 10%.

– Dung dịch $BaCl_2$ 10%.

– Dung dịch tiêu chuẩn H_2SO_4: Cân 0,1776g kali sunfat hoà tan với 100mL nước cất trong bình cầu 100mL được dung dịch 1mL tương đương 0,100 mg H_2SO_4 .

4.4. Các bước tiến hành

– Lấy mẫu: Trong ống hấp thụ cho 5mL dung dịch NaOH 0,01N. Lắp vào máy lấy mẫu, hút với tốc độ 0,3 lít/phút. Thể tích không khí cần lấy là 10 lít. Ghi nhiệt độ, áp suất không khí nơi lấy mẫu.

– Bảo quản và vận chuyển mẫu: Dồn dung dịch đã hấp thụ H_2SO_4 vào ống nghiệm có nút mài. Đem mẫu về phòng thí nghiệm để lên ngăn mát tủ lạnh và nên phân tích trong vòng một tháng.

– Pha thang mẫu:

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

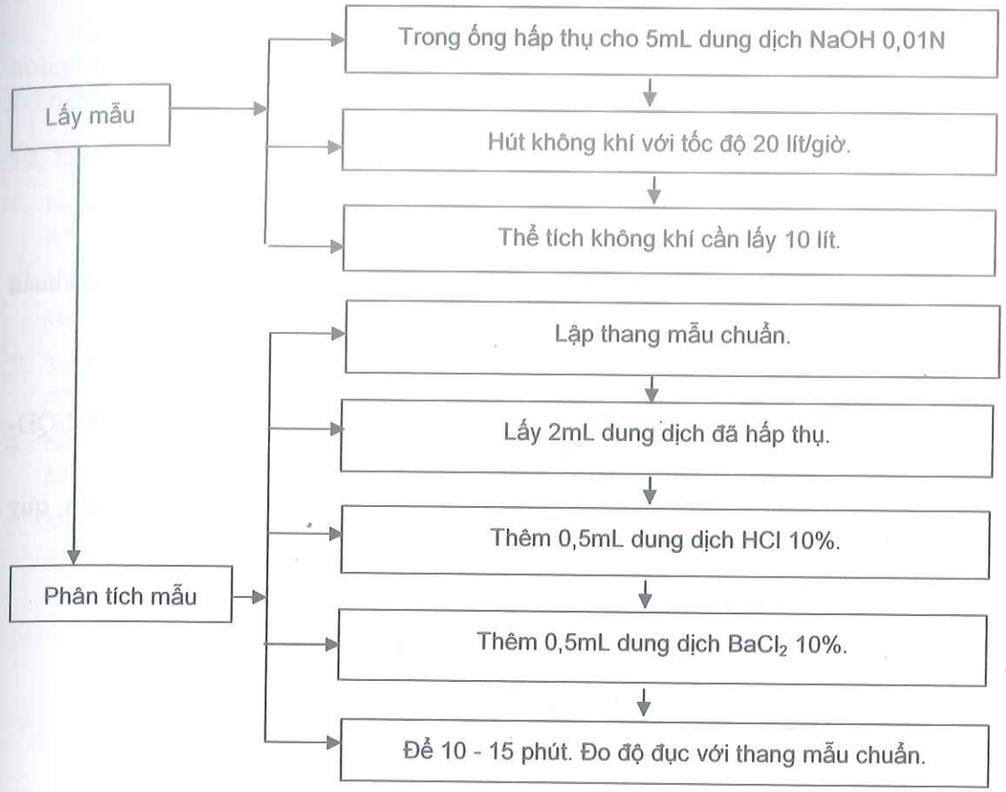
Dung dịch (mL) \ Số ống	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Dung dịch tiêu chuẩn (1mL = 0,1 mg H_2SO_4)	0	0,01	0,03	0,05	0,08	0,10	0,15	0,20	0,25	0,30
Dung dịch HCl 10%	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Dung dịch $BaCl_2$ 10%	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Dung dịch NaOH 0,01N	2	1,99	1,97	1,95	1,92	1,90	1,85	1,80	1,75	1,70
Hàm lượng H_2SO_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. Thang mẫu chỉ pha khi dùng.

– Phân tích:

Lấy 2mL dung dịch đã hấp thụ H_2SO_4 cho vào ống nghiệm so màu. Thêm 0,5mL dung dịch HCl 10% và 0,5mL dung dịch $BaCl_2$ 10%. Để 10-15 phút sau so độ đục với thang mẫu.

4.5. Sơ đồ tóm tắt quy trình xét nghiệm



4.6. Tính kết quả

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

$$C = \frac{a.b}{v.V_o}$$

Trong đó:

– C: Nồng độ hơi axit sunfuric trong không khí (µg/L).

– a: Hàm lượng axit sunfuric 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).

– Vo: Thể tích không khí lấy mẫu quy về điều kiện tiêu chuẩn (lít).

4.7. Độ tin cậy

- Giới hạn xác định: 1µg trong 2mL dung dịch.
- Độ lặp lại (CV_r): $\leq 11\%$.
- Độ tái lặp (CV_R): $\leq 11\%$.
- Độ tuyến tính (R^2): $0,99 \leq R^2 \leq 1$

5. Đánh giá kết quả

So sánh kết quả với giới hạn tham chiếu xem đạt hay không đạt (vượt) tiêu chuẩn cho phép.

6. Giới hạn tham chiếu

– 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.

– Khi tiêu chuẩn trên có bổ sung, thay thế hoặc có quy chuẩn, tiêu chuẩn, quy định mới thì có thể áp dụng để tham chiếu.

7. Kiểm soát chất lượng

- Thực hiện đúng các bước lấy mẫu và phân tích mẫu.
- Ghi đầy đủ quá trình lấy mẫu, phân tích vào hồ sơ.
- Hệ số tương quan của đường chuẩn mẫu chuẩn $r \geq 0,990$.
- Định kỳ thực hiện kiểm tra lại độ lặp lại và độ tái lặp ít nhất 1 lần/năm.
- Các thiết bị dùng cho lấy mẫu, phân tích phải được hiệu chuẩn ít nhất 1 lần/năm.

8. Yêu cầu về an toàn

Phòng thí nghiệm phải có:

- Tủ hút khí độc (tủ hốt).
- Các trang bị bảo hộ cá nhân đảm bảo an toàn hóa học.
- Thiết bị cấp cứu khẩn cấp khi bị bỏng axit, kiềm...
- Tủ thuốc cấp cứu.
- Cẩn thận khi sử dụng H_2SO_4 đặc d =1,84 và HCl đặc

Cán bộ phân tích phải mặc quần áo bảo hộ lao động, đeo kính bảo vệ mắt, đi găng tay và đi giày khi thực hiện phân tích mẫu.

Cán bộ phân tích phải thực hiện đúng nội quy phòng thí nghiệm về an toàn hóa học, phòng chống cháy nổ.

9. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

Các dung dịch thải có chứa H_2SO_4, HCl, NaOH, $BaCl_2$ phải được thu hồi vào trong một can nhựa riêng, sau đó đem đi xử lý tại hệ thống xử lý chất thải của cơ quan xét nghiệm hoặc tại các điểm xử lý chất thải hóa học tập trung.

10. Tài liệu tham khảo

1. Nguyễn Trọng Biểu, *Chuẩn bị dung dịch cho phân tích hoá học,* Nhà xuất bản khoa học và kỹ thuật. Hà Nội, 1974.
2. Viện Y học lao động và Vệ sinh môi trường, *Thường quy kỹ thuật Y học lao động Vệ sinh môi trường Sức khoẻ trường học*, Nhà xuất bản y học, 2002.
3. Viện Kiểm nghiệm An toàn Thực phẩm Quốc gia, *Thẩm định phương pháp trong phân tích Hóa học và Vi sinh vật*, Nhà xuất bản Khoa học Kỹ thuật – 2010.
4. NIOSH, Manual of Analytical Methods (NMAM); Fourth edition; *Acids inorganic*; Method: 7903, Issue 2, 1994.
5. NIOSH, Manual of Analytical Methods (NMAM); Fifth edition; *NON-VOLATILE ACIDS* (*Sulfuric Acid and Phosphoric Acid*; Method: 7908, Issue 1, 2014.

KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH AXIT CLOHYĐRIC (HCl) TRONG KHÔNG KHÍ BẰNG PHƯƠNG PHÁP SO ĐỘ ĐỤC

1. Phạm vi áp dụng

Kỹ thuật này này áp dụng để xác định nồng độ axit clohyđric (HCl) trong không khí môi trường lao động.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

– TCVN 1058:1978. Hoá chất. Phân nhóm và ký hiệu mức độ tinh khiết.

– TCVN 2117:2009. Nước thuốc thử. Yêu cầu kỹ thuật.

– TCVN 7244:2003 Lò đốt chất thải y tế. Phương pháp xác định nồng độ axit clohydric (HCl) trong khí thải.

3. Giải thích từ ngữ

– Dung dịch: Là những hỗn hợp đồng nhất của hai hoặc nhiều chất tham gia vào các tương tác vật lý và hoá học.

– Dung dịch hấp thụ: Là dung dịch mà khi cho không khí đi qua chất cần phân tích sẽ được giữ lại.

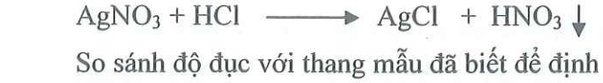
– Thuốc thử: Là các chất rắn, lỏng, khí có độ tinh khiết khác nhau dùng cho phân tích, pha chế, các công việc trong phòng thí nghiệm hoá học và các phòng thí nghiệm khác.

– Điều kiện tiêu chuẩn: Là điều kiện vật lí được xác định bởi áp suất p = 1atm = 101,325 Pa (khí áp chuẩn) và nhiệt độ 298°K (25°C).

4. Nguyên lý

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

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



$$AgNO_3 + HCl \longrightarrow AgCl + HNO_3 \downarrow$$

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

5. Phương pháp

5.1. Loại mẫu: Không khí.

5.2. 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 không khí với tốc độ 0,1 - 2 lít/ phút.

– Ống hấp thụ.

– Ống nghiệm thuỷ tinh.

– Pipet các loại: 0,5mL, 1mL, 5mL, 10mL...

5.3. Hóa chất, thuốc thử

a. Hóa chất

– NaCl tinh khiết.

– HNO_3 đặc.

– $AgNO_3$

– Nước cất.

b. Thuốc thử

– Dung dịch tiêu chuẩn HCl: Cân 0,1603g NaCl tinh khiết và khô pha vào 1 lít nước cất. 1mL dung dịch này tương đương với 0,1mg HCl.

– Dung dịch HNO_3 1%.

– Dung dịch $AgNO_3$ 1%.

– Dung dịch hấp thụ: Nước cất 2 lần.

5.4. Cách tiến hành

a. Lấy mẫu phân tích

Đặt máy hút theo chiều hô hấp của công nhân (xuôi) hoặc vuông góc với hướng chất độc bay ra (tránh lấy ngược chiều).

Nơi lấy mẫu: Giữa khu vực chất độc bay ra, nơi công nhân làm việc. Tránh vị trí thông hơi, cửa sổ. Khoảng cách từ nguồn 10m, 50m, 100m, xét thấy cần định mức ô nhiễm do nguồn chính gây ra.

– Xác định một số điều kiện bên ngoài:

+ Nhiệt độ nơi lấy mẫu.

+ Áp suất không khí.

+ Tốc độ chuyển động của không khí.

+ Độ ẩm không khí.

Nhiệt độ và áp suất không khí bao giờ cũng phải đo trong khi lấy mẫu. Còn tốc độ gió và độ ẩm nếu có điều kiện đo thì càng giúp thêm cho việc xác định và kết luận về sau được chính xác.

– Lấy mẫu:

+ Nguyên tắc lấy mẫu: Hút không khí qua dụng cụ có chứa dung dịch hấp thụ (ống hấp thụ), chất độc có trong không khí sẽ được dung dịch hấp thụ giữ lại.

+ Phương pháp lấy mẫu: Cho vào ống hấp thụ 5mL nước cất 2 lần. Lắp vào máy hút với tốc độ 0,3 lít/phút, thể tích không khí cần lấy từ 5 - 10 lít.

b. Bảo quản và vận chuyển mẫu

Sau khi lấy mẫu xong, rót dung dịch đã hấp thụ vào lọ thuỷ 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	0,40
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

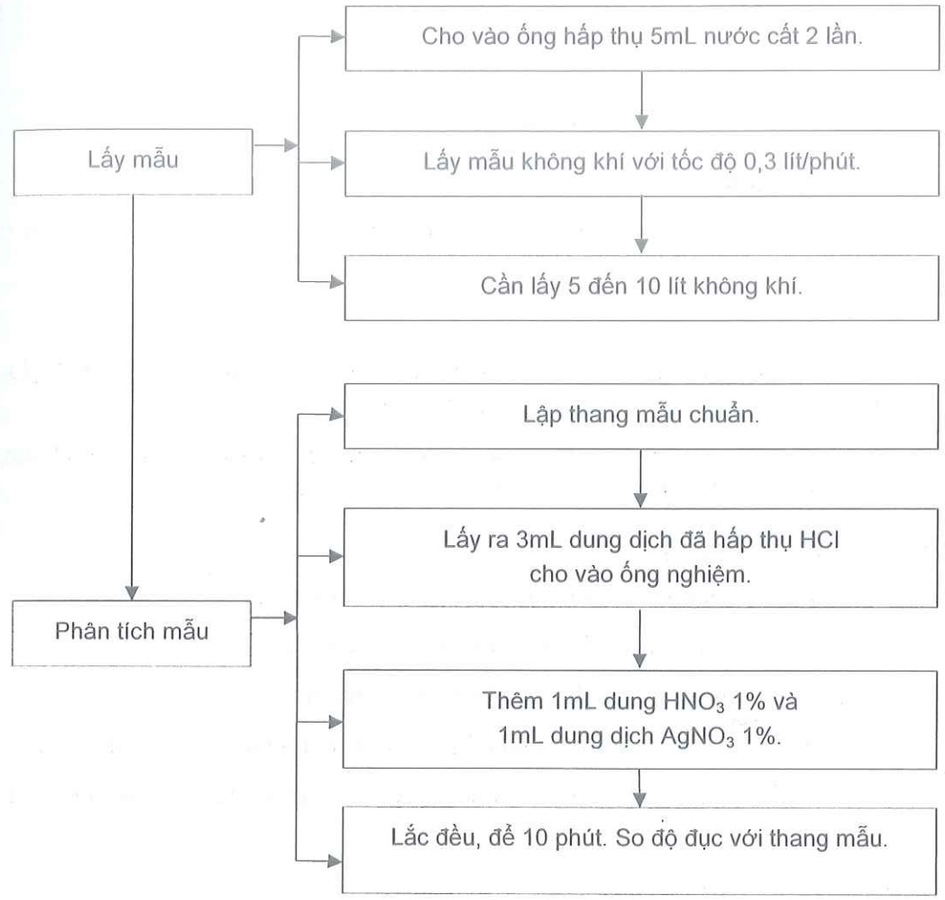
Phân tích mẫu: Lấy 3mL dung dịch trong ống hấp thụ cho vào ống nghiệm, thêm:

+ 1mL dung HNO_3 1%.

+ 1mL dung dịch $AgNO_3$ 1%.

Lắc đều để 10 phút, so độ đục với thang mẫu (đặt ống so mầu trên nền đen).

5.5. Sơ đồ tóm tắt quy trình xét nghiệm



5.6. Tính kết quả

Nồng độ HCl trong không khí tính theo công thức:

$$C = \frac{a.b}{v.V_o}$$

Trong đó:

– C: Nồng độ HCl trong không khí (mg/lít).

– 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_o: Thể tích không khí lấy mẫu quy về điều kiện tiêu chuẩn (lít) .

5.7. Độ tin cậy

– Độ lặp lại (CV_r): $\leq 11\%$.

– Độ tái lặp (CV_R): $\leq 11\%$.

– Độ tuyến tính (R^2): $0,99 \leq R^2 \leq 1$

6. Đánh giá kết quả

So sánh kết quả với giới hạn tham chiếu xem đạt hay không đạt (vượt) tiêu chuẩn cho phép.

7. Giới hạn tham chiếu

– 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.

– Khi tiêu chuẩn trên có bổ sung, thay thế hoặc có quy chuẩn, tiêu chuẩn, quy định mới thì có thể áp dụng để tham chiếu.

8. Kiểm soát chất lượng

– Thực hiện đúng các bước lấy mẫu và phân tích mẫu.

– Ghi đầy đủ quá trình lấy mẫu, phân tích vào hồ sơ.

– Hệ số tương quan của đường chuẩn mẫu chuẩn $r \geq 0,990$.

– Định kỳ thực hiện kiểm tra lại độ lặp lại và độ tái lặp ít nhất 1 lần/năm.

– Các thiết bị dùng cho lấy mẫu, phân tích phải được hiệu chuẩn ít nhất 1 lần/năm.

9. Yêu cầu về an toàn

Phòng thí nghiệm phải có:

– Tủ hút khí độc (tủ hốt).

– Các trang bị bảo hộ cá nhân đảm bảo an toàn hóa học.

– Thiết bị cấp cứu khẩn cấp khi bị bỏng axit, kiềm...

– Tủ thuốc cấp cứu.

10. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

Các dung dịch thải phải được thu hồi vào trong một can nhựa riêng, sau đó đem đi xử lý tại hệ thống xử lý chất thải của cơ quan xét nghiệm hoặc tại các điểm xử lý chất thải hóa học tập trung.

11. Tài liệu tham khảo

1. Tiêu chuẩn Vệ sinh lao động do Bộ Y tế ban hành theo Quyết định số 3733/2002/QĐ-BYT ngày 10/10/2002.
2. Hoàng Văn Bính, Nguyễn Xuân Tạc. Phương pháp xác định các chất độc trong không khí môi trường công nghiệp. Hà Nội, 1985.
3. Lê Trung (2001) "Các bệnh hô hấp nghề nghiệp", Nhà xuất bản Y học, trang 522-524.
4. Viện Y học lao động và Vệ sinh môi trường, *Thường quy kỹ thuật y học lao động Vệ sinh môi trường Sức khoẻ trường học*, Nhà xuất bản Y học, 2002.
5. Phạm Luận - Các phương pháp xử lý mẫu phân tích - NXB Khoa học kỹ thuật 1998.
6. TCVN 5754: 1993: Không khí vùng làm việc. Phương pháp xác định nồng độ hơi độc. Phương pháp chung lấy mẫu.
7. National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH). NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM), Fourth edition; *Acids inorganic*; Method: 7903, Issue 2, 1994.

KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH AXIT XIANHYDRIC (HCN) TRONG KHÔNG KHÍ BẰNG PHƯƠNG PHÁP SO MÀU

1. Phạm vi áp dụng

Kỹ thuật này áp dụng để xác định nồng độ axit xianhyđric (HCN) trong không khí môi trường lao động.

2. Giải thích từ ngữ

– Dung dịch: Là những hỗn hợp đồng nhất của hai hoặc nhiều chất tham gia vào các tương tác vật lý và hoá học.

– Dung dịch hấp thụ: Là dung dịch mà khi cho không khí đi qua chất cần phân tích sẽ được giữ lại.

– Thuốc thử: Là các chất rắn, lỏng, khí có độ tinh khiết khác nhau dùng cho phân tích, pha chế, các công việc trong phòng thí nghiệm hoá học và các phòng thí nghiệm khác.

– Điều kiện tiêu chuẩn: Là điều kiện vật lí được xác định bởi áp suất p = 1atm = 101,325 Pa (khí áp chuẩn) và nhiệt độ 298°K (25°C).

3. Nguyên lý

Axit xianhyđric và các xianit tác dụng với natri tetrathionat trong môi trường kiềm tạo thành natri sunfoxianit:

$$NaOH + HCN \rightarrow NaCN + H_2O$$

$$NaCN + Na_2S_4O_6 + 2NaOH \rightarrow NaSCN + Na_2SO_4 + Na_2S_2O_3 + H_2O$$

Natri sunfoxianit tác dụng với sắt III clorua tạo thành sắt III sunfoxianit màu đỏ:

$$3NaSCN + FeCl_3 \rightarrow Fe(SCN)_3 + 3NaCl$$

Áp dụng phương pháp so màu.

Phương pháp không đặc hiệu, các chất gây trở ngại: axit axetic, axit sunfurơ, sunfit...

Độ nhậy của phương pháp: 0,002 mg trong dung dịch phân tích.

4. Phương pháp

4.1. Loại mẫu: Không khí.

4.2. Thiết bị, dụng cụ

– Máy lấy mẫu không khí.

– 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 16mm, cao 180mm.

4.3. Hóa chất, thuốc thử

– Dung dịch tiêu chuẩn: Cân đúng 0,2409g kali xianit 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 axit xianhydric hoặc 13mg kali xianit hoặc 9,8mg natri xianit.

Dung dịch natri hydroxit 0,1N.

Dung dịch natri tetrathionat ($Na_2S_4O_6$) 1%. Có thể điều chế natri tetrathionat từ natri hyposunfit, cho tác dụng với iốt theo phản ứng:

$$2Na_2S_2O_3 + I_2 \rightarrow Na_2S_4O_6 = 2NaI$$

– Muốn thế, cân 50g $Na_2S_2O_3$ và 30g iốt 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 hydroxit 10%.

– Dung dịch axit nitric 2/3 trong nước (2 phần axit nitric d = 1,42 và 3 phần nước).

– Dung dịch sắt III clorua 10%.

4.4. Các bước tiến hành

a. Lấy mẫu

Cho vào ống hấp thụ 5mL dung dịch natri hydroxit 0,1N. Tốc độ hút 25 lít/giờ. Thể tích không khí cần lấy: 50 lít. Ghi nhiệt độ và áp suất không khí.

b. Phân tích

Sau khi lấy mẫu, lấy ra 4mL để phân tích. Đánh số, cho các thuốc thử và làm như thang mẫu.

c. Pha thang mẫu

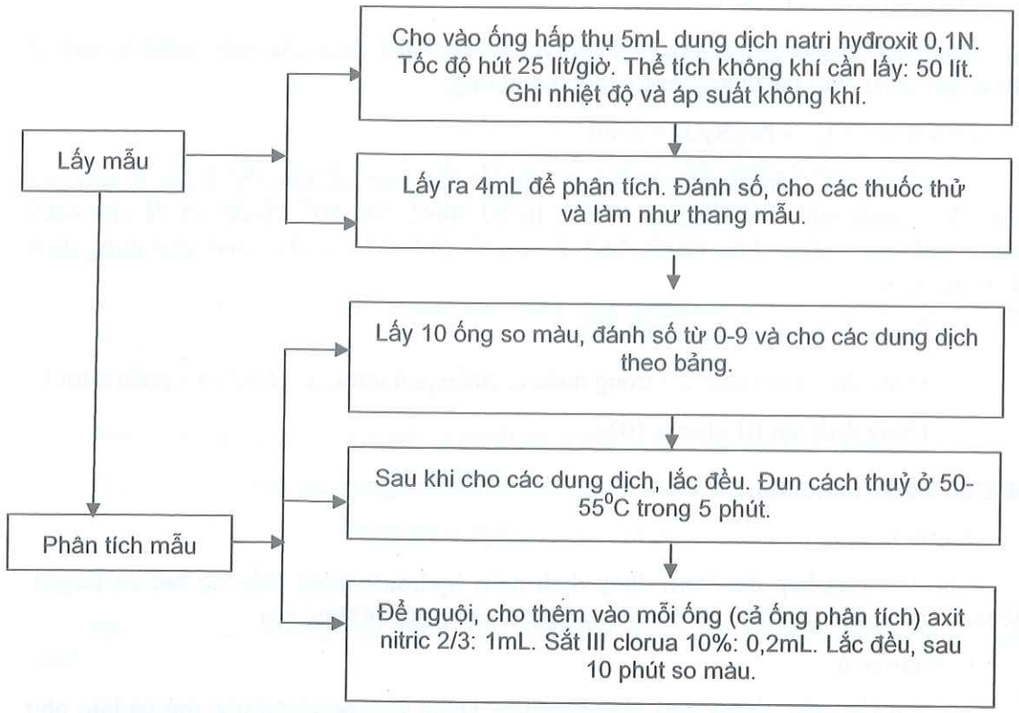
Lấy 10 ống so màu, đánh số từ 0-9 và cho các dung dịch theo bảng dưới đây.

Sau khi cho các dung dịch, lắc đều. Đun cách thuỷ ở 50-55°C trong 5 phút.

Để nguội, cho thêm vào mỗi ống (cả ống phân tích) axit nitric 2/3: 1mL. Sắt III clorua 10%: 0,2mL. Lắc đều, sau 10 phút so màu.

Dung dịch (mL) \ 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 natritetra thionat 1%	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Dung dịch NH_4OH 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

4.5. Sơ đồ tóm tắt quy trình xét nghiệm



4.6. Tính kết quả

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

$$C = \frac{a.b}{v.V_o}$$

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).
- Vo: Thể tích không khí lấy mẫu quy về điều kiện tiêu chuẩn (lít).

Độ nhạy phương pháp: với 0,002 mg HCN trong ống mẫu.

4.7. Độ tin cậy

- Độ lặp lại (CV_r): $\leq 10\%$.
- Độ tái lặp (CV_R): $\leq 10\%$.
- Độ tuyến tính (R^2): $0,99 \leq R^2 \leq 1$

5. Đánh giá kết quả

So sánh kết quả với giới hạn tham chiếu xem đạt hay không đạt (vượt) tiêu chuẩn cho phép.

6. Giới hạn tham chiếu

- 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.
- Khi tiêu chuẩn trên có bổ sung, thay thế hoặc có quy chuẩn, tiêu chuẩn, quy định mới thì có thể áp dụng để tham chiếu.

7. Kiểm soát chất lượng

- Thực hiện đúng các bước lấy mẫu và phân tích mẫu.
- Ghi đầy đủ quá trình lấy mẫu, phân tích vào hồ sơ.
- Hệ số tương quan của đường chuẩn mẫu chuẩn $r \geq 0,990$.
- Định kỳ thực hiện kiểm tra lại độ lặp lại và độ tái lặp ít nhất 1 lần/năm.
- Các thiết bị dùng cho lấy mẫu, phân tích phải được hiệu chuẩn ít nhất 1 lần/năm.

8. Yêu cầu về an toàn

Phòng thí nghiệm phải có:

- Tủ hút khí độc (tủ hốt).
- Các trang bị bảo hộ cá nhân đảm bảo an toàn hóa học.
- Thiết bị cấp cứu khẩn cấp khi bị bỏng axit, kiềm...

– Tủ thuốc cấp cứu.

Khi lấy mẫu tại hiện trường cần hết sức chú ý ô nhiễm môi trường do HCN vì đây là một khí rất độc, có thể gây ngạt, nhiễm độc cấp cho cán bộ lấy mẫu.

Nếu thấy cần thiết, có thể chuẩn bị trước nước đường (có saccarosa) để giải độc HCN.

Cán bộ phân tích phải thực hiện đúng nội quy phòng thí nghiệm về an toàn hóa học, phòng chống cháy nổ, mặc quần áo bảo hộ lao động, đeo kính bảo vệ mắt, đi găng tay và đi giày khi thực hiện phân tích mẫu.

9. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

– Các dung dịch thải có chứa axit, NaOH, HCN phải được thu hồi vào trong một can nhựa riêng, sau đó đem đi xử lý tại hệ thống xử lý chất thải của cơ quan xét nghiệm hoặc tại các điểm xử lý chất thải hóa học tập trung.

– Các dung dịch thải có chứa dung dịch natritetra thionat phải được thu hồi vào trong một can nhựa riêng, sau đó đem đi xử lý tại hệ thống xử lý chất thải của cơ quan xét nghiệm hoặc tại các điểm xử lý chất thải hóa học tập trung.

10. Tài liệu tham khảo

1. Tiêu chuẩn Vệ sinh lao động do Bộ Y tế ban hành theo Quyết định số 3733/2002/QĐ-BYT ngày 10/10/2002.
2. Viện Y học lao động và Vệ sinh môi trường, *Thường quy kỹ thuật Y học lao động Vệ sinh môi trường Sức khoẻ trường học*, Nhà xuất bản Y học, 2002.
3. National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH). NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM), Fourth edition; *CYANIDES, aerosol and gas*; Method: 7904, Issue 2, 1994.
4. National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH). NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM), Fourth edition; *Hydrogen cyanide*; Method: 6017, Issue 1, 2003.

KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH HƠI KIỀM (MeOH) TRONG KHÔNG KHÍ BẰNG PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ

1. Phạm vi áp dụng

Kỹ thuật này áp dụng để xác định nồng độ hơi kiềm (MeOH) trong không khí môi trường lao động.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

– TCVN 1058:1978. Hoá chất. Phân nhóm và ký hiệu mức độ tinh khiết.

– TCVN 2117:2009. Nước thuốc thử. Yêu cầu kỹ thuật.

3. Giải thích từ ngữ

– Dung dịch: Là những hỗn hợp đồng nhất của hai hoặc nhiều chất tham gia vào các tương tác vật lý và hoá học.

– Dung dịch hấp thụ: Là dung dịch mà khi cho không khí đi qua chất cần phân tích sẽ được giữ lại.

– Thuốc thử: Là các chất rắn, lỏng, khí có độ tinh khiết khác nhau dùng cho phân tích, pha chế, các công việc trong phòng thí nghiệm hoá học và các phòng thí nghiệm khác.

– Điều kiện tiêu chuẩn: Là điều kiện vật lí được xác định bởi áp suất p = 1atm = 101,325 Pa (khí áp chuẩn) và nhiệt độ 298°K (25°C).

4. Nguyên lý

Phương pháp xác định hơi kiềm dựa trên sự chuẩn độ ngược. Hàm lượng axit sunfuric dư trong dung dịch hấp thụ được xác định bằng chuẩn độ iốt.

$$3H_2SO_4 + KIO_3 + 5KI \rightarrow 3K_2SO_4 + I_2 + 3H_2O$$

5. Phương pháp

5.1. Loại mẫu: Không khí.

5.2. Thiết bị, dụng cụ

– Ống hấp thụ màng xốp.

– Máy lấy mẫu không khí.

– Micro buret có vạch đến 0,01mL.

– Pipet 1mL và 2mL có chia vạch đến 0,01 và 0,02mL.

– Bình nón dung tích 25 và 50mL.

– Bình định mức 100mL.

5.3. Hóa chất, thuốc thử

– Dung dịch H_2SO_4: 0,01N và 0,005N. (Đối với hơi kiềm cao dùng H_2SO_4 0,01N hấp thụ).

– Dung dịch KIO_3 0,8%.

– Dung dịch KI 5%.

– Dung dịch $Na_2S_2O_3.5H_2O$ 0,005N.

– Hồ tinh bột 1%.

5.4. Các bước tiến hành

– Lấy mẫu:

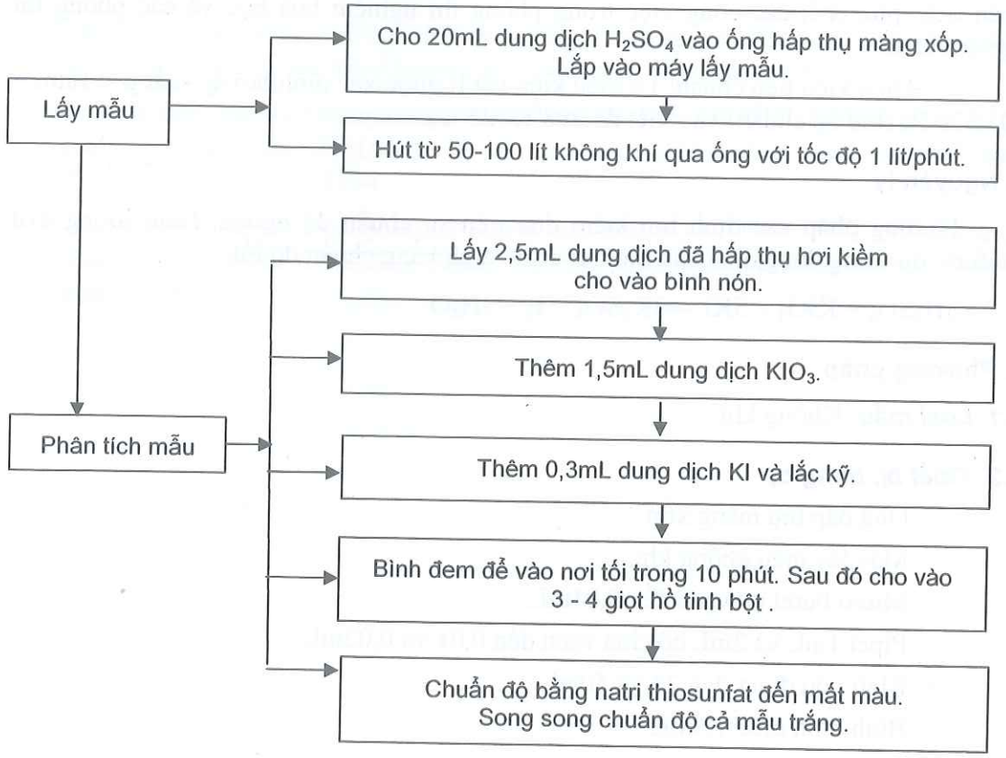
Cho 20mL dung dịch H_2SO_4 vào ống hấp thụ màng xốp. Lắp vào máy lấy mẫu. Hút từ 50-100 lít không khí qua ống với tốc độ 1 lít/phút.

– Phân tích:

Lấy 2,5mL dung dịch đã hấp thụ hơi kiềm cho vào bình nón, thêm 1,5mL dung dịch KIO_3. Thêm 0,3mL dung dịch KI và lắc kỹ. Bình đem để vào nơi tối trong 10 phút. Sau đó cho vào 3 - 4 giọt hồ tinh bột và chuẩn độ bằng natri thiosunfat đến mất màu.

Song song chuẩn độ cả mẫu trắng.

5.5. Sơ đồ tóm tắt quy trình xét nghiệm



5.6. Tính kết quả

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

$$C = \frac{(a - a_1).b.k.0,2.1000}{v.V_o}$$

Trong đó:

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

– a: Lượng dung dịch natri thiosunfat 0,005N dùng chuẩn độ dung dịch hấp thụ hơi kiềm (mL).

– a_1: Lượng dung dịch natri thiosunfat 0,005N dùng chuẩn độ dung dịch hấp thụ hơi kiềm mẫu trắng (mL).

– b: Tổng thể tích dung dịch hấp thụ (mL).

– k: Hệ số điều chỉnh dung dịch $Na_2S_2O_3.5H_2O$:0,005N .

– 0,2: Lượng kiềm tương ứng 1mL $Na_2S_2O_3.5H_2O$:0,005N (mg).

– v: Thể tích dung dịch hấp thụ lấy ra phân tích (mL).

– Vo: Thể tích không khí lấy mẫu quy về điều kiện tiêu chuẩn (lít).

5.7. Độ tin cậy

– Độ lặp lại (CV_r): $\leq 11\%$.

– Độ tái lặp (CV_R): $\leq 11\%$.

6. Đánh giá kết quả

So sánh kết quả với giới hạn tham chiếu xem đạt hay không đạt (vượt) tiêu chuẩn cho phép.

7. Giới hạn tham chiếu

– 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.

– Khi tiêu chuẩn trên có bổ sung, thay thế hoặc có quy chuẩn, tiêu chuẩn, quy định mới thì có thể áp dụng để tham chiếu.

8. Kiểm soát chất lượng

– Thực hiện đúng các bước lấy mẫu và phân tích mẫu.

– Ghi đầy đủ quá trình lấy mẫu, phân tích vào hồ sơ.

– Hệ số tương quan của đường chuẩn mẫu chuẩn $r \geq 0,990$.

– Định kỳ thực hiện kiểm tra lại độ lặp lại và độ tái lặp ít nhất 1 lần/năm.

– Các thiết bị dùng cho lấy mẫu, phân tích phải được hiệu chuẩn ít nhất 1 lần/năm.

9. Yêu cầu về an toàn

Phòng thí nghiệm phải có:

– Tủ hút khí độc (tủ hốt).

– Các trang bị bảo hộ cá nhân đảm bảo an toàn hóa học.

– Thiết bị cấp cứu khẩn cấp khi bị bỏng axit, kiềm...

– Tủ thuốc cấp cứu.

– Cẩn thận khi sử dụng H_2SO_4 đặc và HCl đặc.

Cán bộ phân tích phải thực hiện đúng nội quy phòng thí nghiệm về an toàn hóa học, phòng chống cháy nổ, phải mặc quần áo bảo hộ lao động, đeo kính bảo vệ mắt, đi găng tay và đi giày khi thực hiện phân tích mẫu.

10. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

Các dung dịch thải có chứa H_2SO_4, $Na_2S_2O_3$, KI, KIO_3 phải được thu hồi vào trong một can nhựa riêng, sau đó đem đi xử lý tại hệ thống xử lý chất thải của cơ quan xét nghiệm hoặc tại các điểm xử lý chất thải hóa học tập trung.

11. Tài liệu tham khảo

1. Tiêu chuẩn Vệ sinh lao động do Bộ Y tế ban hành theo Quyết định số 3733/2002/QĐ-BYT ngày 10/10/2002.
2. Nguyễn Trọng Biểu, *Chuẩn bị dung dịch cho phân tích hoá học,* Nhà xuất bản khoa học và kỹ thuật. Hà Nội, 1974.
3. Viện Y học lao động và Vệ sinh môi trường, *Thường quy kỹ thuật Y học lao động Vệ sinh môi trường Sức khoẻ trường học*, Nhà xuất bản Y học, 2002.
4. Viện Kiểm nghiệm An toàn Thực phẩm Quốc gia, *Thẩm định phương pháp trong phân tích Hóa học và Vi sinh vật*, Nhà xuất bản Khoa học kỹ thuật – 2010.

KỸ THUẬT ĐO CÁC HƠI KHÍ BẰNG MÁY HIỆN SỐ

1. Phạm vi áp dụng

Kỹ thuật này áp dụng để đo xác định một số hơi khí trong môi trường lao động.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 8713:2011. Phát thải nguồn tĩnh. Xác định nồng độ khối lượng của dinitơ monoxit (N_2O). Phương pháp tham chiếu: Phương pháp hồng ngoại không phân tán.

3. Giải thích từ ngữ

– Đơn vị đo: Phần triệu (ppm = Parts Per Million).

ppm chỉ tỷ lệ của lượng một chất trong tổng số lượng của hỗn hợp chứa chất đó. Ở đây lượng có thể hiểu là khối lượng, thể tích, số hạt (số mol).

Giá trị của ppm là:

ppm = 1/1 000 000 = 10^{-4}%

Ngoài ra còn có thể dùng nồng độ ppb:

Giá trị của ppb là:

1ppb = 1/1000 000 000 = 10^{-7}%

– Đơn vị đo khối lượng/thể tích: mg/m^3.

4. Nguyên lý

Khí cần đo được khuyếch tán hoặc hút vào máy đo sẽ tương tác với sensor (Điện hóa, quang học, nhiệt học) tạo ra các dòng ion hoặc biến đổi về ánh sáng, nhiệt tạo ra các tín hiệu khác biệt trên sensor và được định lượng bằng điện kế hiện số cho kết quả tương ứng với nồng độ các chất trong không khí.

5. Máy đo

– Máy đo đo được ở các chế độ trung bình theo thời gian (TWA), từng lần tối đa (STEL), MIN, MAX.

– Máy đo có độ nhạy tối thiểu bằng 1/10 mức cho phép trung bình theo thời gian (TWA) của hơi khí cần đo. Máy đo có khoảng đo tối thiểu gấp 10 lần mức tối đa cho phép (TWA).

– Máy có thể dùng chuẩn nội hoặc chuẩn ngoại. Tốt nhất có chuẩn ngoại là khí sạch để người sử dụng thường xuyên tự chuẩn theo hướng dẫn của máy.

– Sử dụng, vận hành máy theo hướng dẫn của nhà sản xuất. Bảo quản máy ở nơi khô mát. Đặc biệt chú ý giữ gìn đầu đo (Sensor) - bộ phận nhạy cảm và dễ bị hỏng nhất của máy.

– Thay hoặc sạc đầy pin trước khi tiến hành đo, nhất là đo trung bình theo thời gian (TWA) để tránh hết pin trong thời gian đo.

– Bình khí chuẩn: Khí nén chuẩn hoặc khí chuẩn tương đương theo hướng dẫn của nhà sản xuất.

6. Phương pháp

6.1. Chuẩn máy

Máy đo hơi khí phải được hiệu chuẩn định kỳ hàng năm.

Có thể chuẩn máy trước mỗi lần đi đo nếu có chuẩn ngoại là khí sạch.

6.2. Vị trí đo

Đo tại các vị trí làm việc của người lao động. Điểm đo ngang tầm hô hấp của người lao động trong suốt thời gian đo, tốt nhất ở bán kính 30cm với tâm là mũi của người lao động.

6.3. Tiến hành đo

– Máy đo để ở chế độ hấp thụ. Nếu máy được lắp bơm trong thì thì máy có thể đo theo chế độ chủ động hút mẫu.

– Khi tiến hành đo, có thể cài đặt thời gian đo để máy tự động tính toán thời lượng và cho kết quả trung bình theo thời gian đo. Đọc kết quả trực tiếp trên máy đo. Có thể ghi lại các thông số mong muốn như TWA, STEL, MIN, MAX.

6.4. Kiểm tra kết quả đo

Khi đo xong, nên kiểm tra lại độ chính xác của máy đo với khí chuẩn. Nồng độ đáp ứng của máy với khí chuẩn không được sai lệch so với khí chuẩn quá 5% hoặc theo hướng dẫn của nhà sản xuất máy.

6.5. Tính toán kết quả

Máy cho kết quả với đơn vị đo là ppm hoặc mg/m^3. Có thể đổi kết quả nồng độ khí đo được từ ppm sang mg/m^3:

$$\text{Nồng độ mg/m}^3 = \text{nồng độ ppm} \times \frac{\text{Phân tử lượng chất khí}}{24{,}5}$$

Lưu ý: ppm và ppb nồng độ trong các công thức này là đo khối lượng. Thể tích mol khí ở điều kiện 1 atm và nhiệt độ 25°C là 24,5 L.

6.6. Độ tin cậy

Các máy đo hơi khí nên có độ chính xác ≥ 95%; độ phân giải ≤ 0,1 ppm.

7. Đánh giá kết quả

So sánh kết quả với giới hạn tham chiếu xem đạt hay không đạt (vượt) tiêu chuẩn cho phép.

8. Giới hạn tham chiếu

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.

Khi tiêu chuẩn trên có bổ sung, thay thế hoặc có quy chuẩn, tiêu chuẩn, quy định mới thì có thể áp dụng để tham chiếu.

9. Kiểm soát chất lượng

– Thực hiện đúng các bước đo.

– Ghi đầy đủ quá trình đo lấy mẫu vào hồ sơ.

– Định kỳ thực hiện kiểm tra lại độ lặp lại và độ tái lặp ít nhất 1 lần/năm.

– Các thiết bị dùng cho lấy mẫu, phân tích phải được hiệu chuẩn ít nhất 1 lần/năm.

10. Yêu cầu về an toàn

– Các hơi, khí cần đo đa số là khí độc, vì vậy cán bộ đo cần tuân thủ qui trình an toàn, hướng dẫn sử dụng máy, phòng chống cháy nổ nhất là khu vực nhạy cảm như hóa chất, xăng dầu, dung môi, hầm mỏ.

– Khi chuẩn máy với bình khí nén, cần tuân thủ các qui trình, hướng dẫn về an toàn trong làm việc với khí nén và khí độc, tránh cháy nổ, ô nhiễm, độc hại.

– Các trang bị bảo hộ cá nhân đảm bảo an toàn tiếp xúc với khí độc như khẩu trang phòng độc để tránh tác động bất lợi của hơi khí đến người đo.

– Cán bộ đo phải thực hiện đúng quy định, chỉ dẫn của cơ sở sản xuất về an toàn nơi làm việc.

– Cơ sở sản xuất phải đảm bảo điều kiện để việc đo được an toàn, chính xác

11. Tài liệu tham khảo

1. Tiêu chuẩn Vệ sinh lao động do Bộ Y tế ban hành theo Quyết định số 3733/2002/QĐ-BYT ngày 10/10/2002.
2. Viện Y học lao động và Vệ sinh môi trường, *Thường quy kỹ thuật Y học lao động Vệ sinh môi trường Sức khoẻ trường học*, Nhà xuất bản Y học, 2002.
3. National Institute for Occupational Safety and Health, NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM). Fourth edition; *Carbon monoxide*; Method: 6604, Issue 1, 15 May 1996.

KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH NỒNG ĐỘ CHÌ (Pb) TRONG KHÔNG KHÍ BẰNG PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ

1. Phạm vi áp dụng

Một số ngành sản xuất công nghiệp sử dụng vật liệu chì, trong quá trình sản xuất sẽ phát sinh bụi chì. Hoặc bụi chì phát sinh trong khí thải các lò đốt khi thiêu đốt chất thải công nghiệp, chất thải y tế, sinh hoạt...

Bụi chì trong không khí, trong khí thải lò đốt được hấp thụ vào giấy lọc xenlulo este. Vô cơ hóa ướt giấy lọc trong nền axit nitric (HNO_3) tới dịch trong suốt rồi chuyển sang phân tích trên quang phổ hấp thụ nguyên tử.

2. Tiêu chuẩn trích dẫn

TCVN 6152:1996 (ISO 9855:1993) Không khí xung quanh. Xác định hàm lượng chì bụi của sol khí thu được trên cái lọc. Phương pháp trắc phổ hấp thụ nguyên tử.

3. Nguyên lý

Dưới năng lượng nhiệt do dòng điện tạo ra, các ion Pb trong dịch mẫu (dịch vô cơ hóa giấy lọc) được nguyên tử hoá trong cuvet graphit và hấp thụ ánh sáng đơn sắc do nguyên tố Pb phát ra. Tỷ lệ giữa hàm lượng Pb trong mẫu và độ hấp thụ quang trong khoảng tuyến tính sẽ tuân theo định luật Lamber – Beer và cho phép tính toán kết quả phân tích.

Phương pháp dễ dàng điều khiển nhiệt độ của từng quá trình và có bổ chính nền bằng hiệu ứng Zeman.

4. Phương pháp

4.1. Loại mẫu

Dung dịch sau khi vô cơ hóa giấy lọc.

4.2. Dụng cụ, thiết bị

– Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử, có hệ thống lò graphit AAS-HGA Graphite Furnace.

– Máy nén khí.

– Cân phân tích.

– Bình định mức, ống tuýp đựng mẫu và các dụng cụ khác được bóc nhãn, rửa bằng nước máy 3 lần, ngâm trong HCl 6% trong 2 giờ, tốt nhất là qua đêm, rửa qua 3 bình nước cất 2 lần. Sau đó ngâm tiếp trong bình HNO_3 11% trong 1 giờ rồi rửa qua 6 bình nước cất 2 lần. Sấy khô trong tủ sấy hoặc để khô tự nhiên tại nơi không bụi.

– Tủ hút.

– Vi sóng phá mẫu hoặc bếp điện.

4.3. Hóa chất, thuốc thử

– HCl đậm đặc tinh khiết phân tích 37% (Merck).

– HNO_3 đậm đặc tinh khiết phân tích 67% (Merck).

– Dung dịch chuẩn $Pb(NO_3)_2$ (Merck) có nồng độ 1000 mg/L.

– Hỗn hợp modifier gồm 4g $NH_4H_2PO_4$ và 0,35g $Mg(NO_3)_2.6H_2O$ trong 100mL nước.

– Dung dịch H_2O_2 30%.

– Hỗn hợp modifier gồm panadi nitrat $Pd(NO_3)_2$ và $Mg(NO_3)_2.6H_2O$.

– Cuvet than graphite hoạt hóa 100% (tốt nhất có thuyền tangtan).

– Năng lượng gồm khí argon (Ar) 99,995%.

– Màng lọc xenlulo este, kích thước lỗ 0,8 μm.

4.4. Các bước tiến hành

4.4.1. Vô cơ hóa giấy lọc

– Dùng panh gắp giấy lọc vào tuýp thủy tinh chịu nhiệt, thêm 1mL HNO_3 hoặc hỗn hợp HNO_3 và HCl vào tuýp, cắm một phễu dài đuôi vào ống tuýp.

– Đun sôi nhẹ trên bếp điện, tránh trào dung dịch hoặc bắn dung dịch ra ngoài, đun đến khi dung dịch trở nên trong suốt, hoặc thành cặn trắng.

– Nếu hết axit mà dịch chưa trắng thêm từ từ một vài giọt HNO_3 đặc rồi tiếp tục đun tiếp, đồng thời thêm 1 đến 2 giọt H_2O_2 để đuổi hết chất hữu cơ.

– Khi kết thúc quá trình vô cơ hóa, tráng rửa tuýp bằng dung dịch HCl 5% rồi chuyển dần dung dịch vào bình định mức 100mL.

– Hoặc có thể vô cơ hóa giấy lọc bằng năng lượng vi sóng.

4.4.2. Phân tích mẫu

Phân tích hàm lượng Pb trên máy quang phổ hấp thụ nguyên tử kỹ thuật lò Graphit.

Chế độ đo mẫu trên máy quang phổ hấp thụ nguyên tử kỹ thuật lò graphit:

– Nguồn đèn: HCL

– Cường độ dòng đèn: 4mA.

– Bước sóng: 283,3 nm.

– Khe đo: 0,7nm.

– Khí môi trường: Argon.

– Số lần lặp lại trong một phép đo: 2.

– Cuvet graphit: hoạt hoá 100%.

– Thể tích mẫu đo: 50 µL.

– Thể tích hỗn hợp modifier: 5 µL.

Chương trình nhiệt độ nguyên tử hoá mẫu Pb trong dịch mẫu

Giai đoạn	Nhiệt độ (°C)	Thời gian (giây)	Tốc độ dẫn khí Ar (mL/phút)
Sấy mẫu	110	50	250
Tro hoá	800	30	250
Nguyên tử hoá	1800	3	0
Làm sạch	2600	7	250

Đường mẫu chuẩn:

– Từ dung dịch chuẩn gốc: $Pb(NO_3)_2$ 1mL = 1mg của Merck, pha dung dịch trung gian 1 có nồng độ Pb=10mg/L, từ dung dịch này pha dung dịch trung gian 2 có nồng độ Pb = 100µg/L, từ dung dịch trung gian 2 pha dung dịch làm việc có nồng độ Pb = 10µg/L.

– Sử dụng dung dịch làm việc và dung dịch trung gian 2 này pha thang mẫu có các nồng độ chì: 0,5µg/L – 1,0µg/L - 2,0µg/L –5,0µg/L – 8µg/L - 10µg/L - 12µg/L - 15µg/L.

– Tiến hành đo độ hấp thụ nguyên tử của các mẫu chuẩn như đã tiến hành với các mẫu thử sẽ thu được độ hấp thụ nguyên tử của các mẫu chuẩn tỷ lệ với nồng độ Pb trong mẫu.

4.5. Tính toán kết quả

– Dựa vào thang mẫu chuẩn hoặc phần mềm máy tính kết nối với máy quang phổ hấp thụ nguyên tử sẽ tự động tính toán kết quả phân tích. Phương trình tính toán kết quả có dạng:

$$y = ax + b$$

Trong đó:

– y: Độ hấp thụ, hoặc diện tích pic, hoặc chiều cao pic.

– x: Nồng độ chất phân tích cần tìm.

– a, b: Hệ số của phương trình được thiết lập khi xây dựng đường chuẩn.

– Kết quả thu được khi phân tích xác định nồng độ chì trong 100mL dịch giấy lọc là a µg/L, kết quả sau đó sẽ được giảm đi 10 lần (còn 0,1 a µg Pb/giấy lọc) nếu dịch vô cơ hóa giấy lọc được định mức thành 100mL. Kết quả được giữ nguyên (a µg Pb/giấy lọc) nếu dịch vô cơ hóa giấy lọc được định mức thành 1000mL.

– Kết quả nồng độ bụi chì trong không khí (mg/m^3) sẽ được tính bằng cách lấy khối lượng chì trên giấy lọc chia cho thể tích không khí được hút qua giấy lọc.

Lưu ý:

– Chì có mặt trong môi trường không khí, đất, nước, do vậy có thể gây sai số dương cho kết quả phân tích khi dụng cụ không được xử lý sạch.

– Phương pháp phân tích bằng quang phổ hấp thụ nguyên tử, lò graphite có độ nhạy cao (phân tích vết) đòi hỏi hóa chất sử dụng trong quá trình xử lý mẫu và phân tích phải tinh khiết (loại PA). Hóa chất không đảm bảo có thể gây sai số dương.

– Kỹ năng và trình độ của cán bộ phân tích. Đặc biệt cán bộ phân tích phải am hiểu sâu sắc, có kinh nghiệm trong việc lấy mẫu và vận hành hệ thống thiết bị quang phổ hấp thụ nguyên tử.

5. Đánh giá kết quả

Dựa vào giới hạn tham chiếu để đánh giá, nhận định kết quả.

6. Giới hạn tham chiếu

Giá trị giới hạn tiếp xúc của chì trong không khí vùng làm việc: Theo Tiêu chuẩn Vệ sinh lao động (Quyết định số 3733/2002/QĐ-BYT, ngày 10/10/2002 của Bộ Y tế).

– Giá trị giới hạn cho phép trong không khí vùng làm việc trung bình 8 giờ (TWA): 0,05 mg/m^3.

– Giá trị giới hạn cho phép trong không khí vùng làm việc từng lần tối đa (STEL): 0,1 mg/m^3.

7. Kiểm soát chất lượng

– Thực hiện làm mẫu trắng (giấy lọc trắng) song song với quy trình xử lý và phân tích đối với mỗi mẻ mẫu.

– Thực hiện làm mẫu thêm chuẩn, tính toán độ thu hồi theo AOAC đảm bảo từ 80% đến 110%.

– Thường xuyên xây dựng đường chuẩn mới đối với mỗi mẻ mẫu.

– Hoặc kiểm soát chất lượng hai điểm chuẩn (QC) 2 điểm chuẩn, nếu độ chệch 2 điểm chuẩn trong khoảng từ - 15% đến 15% theo AOAC thì sử dụng được đường chuẩn cũ để phân tích mẫu.

8. Yêu cầu về an toàn

Trong quá trình xử lý mẫu và xét nghiệm đều sử dụng các loại axit đặc, do vậy nhất thiết phải sử dụng dụng cụ bảo hộ lao động như găng tay, khẩu trang và kính mắt khi thực hiện.

9. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

Các chất thải phát sinh trong quá trình thí nghiệm có chứa axit, các chất chuẩn còn thừa có chứa Pb nồng độ cao do vậy chất thải bắt buộc phải được thu gom vào bình chứa axit và bình chứa kim loại nặng rồi tiêu hủy theo quy định.

10. Tài liệu tham khảo

1. Phạm Luận, *Phương pháp phân tích phổ nguyên tử,* Nhà xuất bản Bách Khoa - Hà Nội, 2013.
2. Phạm Luận, *Những vấn đề cơ sở của các kỹ thuật xử lý mẫu phân tích,* Đại học Tổng hợp quốc gia Hà Nội, 1998.
3. Perkin Elmer, *Users guide HGA Graphite Furnace.*
4. Perkin Elmer Instrument, *Analytical methods for atomic absorption spectrophotometry AA-700*, 2000.
5. Các phương pháp chuẩn xác định nước và nước thải 2012 (APHA, AWWA, WPCF (2012), *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 22th edition, American Public Health Association, New York), SMEWW 3500 Pb.
6. Phương pháp 7105: Xác định chì trong không khí bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử, lò graphit của Viện Nghiên cứu an toàn lao động và sức khỏe Hoa Kỳ (National Institute for Occupational Safety and Health-NIOSH *Manual of Analytical Methods*. 4th edition, 1994; Lead by GFAAS, Method 7105, Issue 2: 15 August 1994).

KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH NỒNG ĐỘ KẼM (ZN) TRONG KHÔNG KHÍ BẰNG PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ

1. Phạm vi áp dụng

Phương pháp này được áp dụng để xác định nồng độ kẽm (Zn) trong không khí (môi trường xung quanh, môi trường lao động), trong khí thải lò đốt.

2. Nguyên lý

Dưới năng lượng của hỗn hợp axetylen và không khí, các ion kẽm (Zn) trong dung dịch mẫu (giấy lọc đã được xử lý vô cơ hóa ướt trong nền axit nitric (HNO_3) tới dịch trong suốt) được nguyên tử hoá và hấp thụ ánh sáng đơn sắc do đèn Zn phát ra ở bước sóng 213,9 nm.Tỷ lệ giữa hàm lượng Zn trong mẫu và độ hấp thụ quang trong vùng tuyến tính sẽ cho phép tính toán kết quả phân tích.

3. Phương pháp

3.1. Loại mẫu: Dung dịch sau khi vô cơ hóa giấy lọc.

3.2. Thiết bị, dụng cụ

- Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử.
- Máy nén khí.
- Bình định mức, ống tuýp thủy tinh chịu nhiệt, ống tuýp đựng mẫu, pipet các thể tích.
- Cân phân tích.
- Bếp điện hoặc lò vi sóng phá mẫu.

3.3. Hóa chất, thuốc thử

- Dung dịch chuẩn Zn có nồng độ 1000 mg/L.
- HCl đậm đặc 37% tinh khiết phân tích.
- HNO_3 đậm đặc 67%, tinh khiết phân tích.
- Dung dịch H_2O_2 30%.
- NH_4Cl tinh khiết phân tích.
- Nước Deion.
- Bình khí axetylene (C_2H_2).

3.4. Các bước tiến hành

Vô cơ hóa giấy lọc

– Chuyển giấy lọc hấp thu mẫu vào tuýp thủy tinh chịu nhiệt, thêm 1mL HNO_3 hoặc hỗn hợp HNO_3 và HCl vào tuýp, lắc đều, cắm một phễu dài đuôi vào ống tuýp.

– Đun sôi nhẹ trên bếp điện để hòa tan toàn bộ mẫu và giấy lọc, tránh trào dung dịch hoặc bắn dung dịch ra ngoài, đun đến khi dung dịch trở nên trong suốt, hoặc thành cặn trắng.

– Nếu hết axit mà dịch chưa trắng thêm từ từ một vài giọt HNO_3 đặc rồi tiếp tục đun tiếp, đồng thời thêm 0,5mL H_2O_2 30% để đuổi hết chất hữu cơ.

– Khi kết thúc quá trình vô cơ hóa, tráng rửa tuýp bằng dung dịch HCl 5% rồi chuyển dần dung dịch vào bình định mức, định mức thành 100mL.

– Có thể vô cơ hóa giấy lọc bằng năng lượng vi sóng.

Xây dựng đường chuẩn

– Từ dung dịch chuẩn gốc: Zn 1000 mg/L, pha dung dịch trung gian có nồng độ Zn 10mg/L từ dung dịch trung gian này pha dung dịch làm việc có nồng độ Zn 100µg/L (100ppb) bằng HCl 5%.

– Sử dụng dung dịch trung gian và dung dịch làm việc pha thang mẫu có các nồng độ Zn: 10µg/L - 30µg/L - 50µg/L - 100µg/L - 300µg/L - 500µg/L - 1000µg/L - 1500µg/L - 2000µg/L - 3000µg/L bằng HCl 5%.

– Thêm 0,5mL dung dịch đệm NH_4Cl 10% vào 20mL mẫu chuẩn.

– Đo phổ hấp thụ nguyên tử của Zn trên máy quang phổ hấp thụ nguyên tử, kỹ thuật ngọn lửa ở điều kiện:

+ Bước sóng: 213,9nm.

+ Khe đo: 0,7nm.

+ Tốc độ dẫn mẫu: 5 - 6mL/phút.

+ Thời gian đo: 3-5 giây.

+ Thành phần khí cháy tạo ngọn lửa:

+ Không khí nén: 10mL/phút.

+ Khí axetylen 1,1mL/phút.

Phân tích mẫu thực

– Lấy 20mL mẫu vào ống đựng mẫu đã vô cơ hóa.

– Thêm 0,5mL dung dịch NH_4Cl 10% vào 20mL mẫu nhằm tạo môi trường nền là các hợp chất muối amoni để tăng hiệu suất cho quá trình nguyên tử hóa mẫu tránh tạo thành các muối oxit kim loại.

– Đo độ hấp thụ nguyên tử của mẫu thực theo các điều kiện máy như đã tiến hành với các mẫu chuẩn. Độ hấp thụ nguyên tử của mẫu thực tỷ lệ với nồng độ Zn trong mẫu.

Chú ý:

Thực hiện làm mẫu trắng (giấy lọc trắng) song song với quy trình xử lý và phân tích đối với mỗi mẻ mẫu.

Nếu nồng độ Zn trong mẫu nằm ngoài đường chuẩn thì tiến hành pha loãng mẫu. Sau đó, thực hiện lại các bước với mẫu thực như trên và khi tính kết quả phải nhân với hệ số pha loãng.

3.5. Tính toán kết quả

Dựa vào thang mẫu chuẩn hoặc phần mềm máy tính kết nối với máy quang phổ hấp thụ nguyên tử sẽ tự động tính toán kết quả phân tích. Phương trình tính toán kết quả phân tích có dạng:

$$y = ax + b$$

Trong đó:

y : Độ hấp thụ quang.

x: Nồng độ chất phân tích cần tìm.

a, b: Hệ số của phương trình được thiết lập khi xây dựng đường chuẩn.

Kết quả sau khi phân tích là nồng độ kẽm trong 100mL dịch giấy lọc, kết quả thực tế sẽ giảm đi 10 lần (mg Zn/giấy lọc) nếu dịch vô cơ hóa giấy lọc được định mức thành 100mL. Kết quả được giữ nguyên (mg Zn/giấy lọc) nếu dịch vô cơ hóa giấy lọc được định mức thành 1000mL.

Kết quả nồng độ kẽm trong không khí (mg/m^3) sẽ được tính dựa vào thể tích không khí và tốc độ hút khí qua giấy lọc.

Lưu ý:

– Các dụng cụ được sử dụng cho chuẩn bị phân tích mẫu (bình định mức, tuýp thủy tinh chịu nhiệt, pipet..) phải được xử lý theo đúng quy trình rửa dụng cụ, đảm bảo sạch, nếu không sẽ dẫn đến sai số dương.

– Phương pháp phân tích bằng quang phổ hấp thụ nguyên tử có độ nhạy cao (phân tích lượng vết) đòi hỏi hóa chất sử dụng trong quá trình phân tích phải thật tinh khiết (loại PA). Hóa chất không đảm bảo có thể gây sai số.

– Kỹ năng và trình độ của cán bộ phân tích, đặc biệt cán bộ phân tích phải am hiểu, nắm vững hệ thống máy quang phổ hấp thụ nguyên tử.

4. Đánh giá kết quả

Dựa vào giới hạn tham chiếu để đánh giá, nhận định kết quả.

5. Giới hạn tham chiếu

Giá trị giới hạn tiếp xúc của kẽm oxit trong không khí vùng làm việc: Theo Tiêu chuẩn Vệ sinh lao động (Quyết định số 3733/2002/QĐ-BYT, ngày 10/10/2002 của Bộ Y tế).

- Giá trị giới hạn cho phép trong không khí vùng làm việc trung bình 8 giờ (TWA): 5 mg/m^3.

- Giá trị giới hạn cho phép trong không khí vùng làm việc từng lần tối đa (STEL): 10 mg/m^3.

6. Kiểm soát chất lượng

Thực hiện kiểm tra chất lượng đối với mỗi mẻ mẫu bằng phương pháp:

– Hoặc xây dựng đường chuẩn mới đối với mỗi mẻ mẫu.

– Hoặc kiểm soát chất lượng hai điểm chuẩn (QC 2 điểm chuẩn), nếu độ chệch 2 điểm chuẩn trong khoảng từ -15% đến 15% theo AOAC thì được sử dụng đường chuẩn cũ để tính toán kết quả phân tích mẫu

7. Yêu cầu về an toàn

Đối với phòng thí nghiệm phải có:

– Tủ hút khí độc (tủ hốt).

– Các trang bị bảo hộ cá nhân đảm bảo an toàn hóa học.

– Thiết bị cấp cứu khẩn cấp khi bị bỏng axít, kiềm...

– Tủ thuốc cấp cứu.

Đối với cán bộ phân tích:

– Phải mặc quần áo bảo hộ lao động, đeo kính bảo vệ mắt, đi găng tay và đi giày khi thực hiện phân tích mẫu.

– Phải thực hiện đúng nội quy phòng thí nghiệm về an toàn hóa học, phòng chống cháy nổ.

– Không được để các hóa chất xâm nhập vào cơ thể bằng các con đường: hô hấp, tiêu hóa và tiếp xúc qua da.

8. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

Các dung dịch thải có chứa Zn và các hợp chất của Zn phải được thu hồi vào trong một can nhựa riêng, sau đó xử lý tại hệ thống xử lý chất thải tương ứng của cơ quan xét nghiệm hoặc tại các điểm xử lý chất thải hóa học tập trung.

Các dung dịch thải có chứa axit phải được thu hồi vào trong một can nhựa riêng, sau đó đem đi xử lý tại hệ thống xử lý chất thải của cơ quan xét nghiệm hoặc tại các điểm xử lý chất thải hóa học tập trung.

9. Tài liệu tham khảo

1. Phạm Luận, *Kỹ thuật xử lý mẫu phân tích*, Đại học Khoa học tự nhiên, 1999.
2. Lenore S. Clesceri, Acnold E.Greenberg, R.Rhodes Trussell (2012), *Standard methods for the examination of water and wastewater*, 22 edition, American.
3. Phương pháp 7030: Xác định kẽm trong không khí bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa của Viện Nghiên cứu an toàn lao động và sức khỏe Hoa Kỳ (National Institute for Occupational Safety and Health-NIOSH *Manual of Analytical Methods*. 4th edition, 1994; ZINC and compounds, as Zn; Method 7030, Issue 2: 15 August 1994).
4. Perkin Elmer Instrument, *Analytical methods for atomic absorption spectrophotometry AA-700*, 2000.

XÁC ĐỊNH NỒNG ĐỘ THỦY NGÂN (Hg) TRONG KHÔNG KHÍ BẰNG PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ, KỸ THUẬT HYDRUA HÓA

1. Phạm vi áp dụng

Phương pháp này được áp dụng để xác định nồng độ thủy ngân (Hg) trong không khí (môi trường xung quanh, môi trường lao động), trong khí thải lò đốt.

2. Nguyên lý

Thuỷ ngân trong dung dịch mẫu (giấy lọc đã được xử lý vô cơ hóa ướt trong nền axit nitric (HNO_3) tới dịch trong suốt) trong môi trường axit và dung dịch $KMnO_4$ sẽ phản ứng với thuốc thử $NaBH_4$ tạo thành thuỷ ngân hydrua (HgH_2). Thuỷ ngân hydrua không bền và bị phân huỷ ngay ở nhiệt độ phòng tạo thành thuỷ ngân nguyên tử (Hg^{2+}). Thuỷ ngân nguyên tử sẽ hấp thụ ánh sáng đơn sắc do đèn Hg phát ra ở bước sóng 253,6 nm. Tỷ lệ giữa độ hấp thụ quang và nồng độ thuỷ ngân trong vùng tuyến tính tuân theo định luật Lamber – Beer sẽ cho phép tính toán kết quả phân tích.

3. Phương pháp

3.1. Loại mẫu

Dung dịch sau khi vô cơ hóa giấy lọc.

3.2. Thiết bị, dụng cụ

- Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử có hệ hydrua hóa.
- Máy nén khí.
- Bình định mức, ống thủy tinh chịu nhiệt, ống tuýp đựng mẫu, pipet các thể tích.
- Cân phân tích.
- Bếp điện hoặc lò vi sóng phá mẫu.

3.3. Hóa chất, thuốc thử

- Dung dịch chuẩn Hg có nồng độ 1000 mg/L.
- HCl đậm đặc 37% tinh khiết phân tích.
- HNO_3 đậm đặc 67%, tinh khiết phân tích.
- $KMnO_4$, tinh khiết phân tích.
- $K_2Cr_2O_7$, tinh khiết phân tích.
- $NaBH_4$, tinh khiết phân tích.

- NaOH, tinh khiết phân tích.
- Nước Deion.
- Bình khí Argon (Ar) 99,995% .

3.4. Các bước tiến hành

Vô cơ hóa giấy lọc

– Chuyển giấy lọc hấp thu mẫu vào tuýp thủy tinh chịu nhiệt, thêm 1mL HNO_3, 1mL $KMnO_4$ 5%, 5 giọt dung dịch $K_2Cr_2O_7$ 2% lắc đều, cắm một phễu dài đuôi vào ống tuýp.

– Đun sôi nhẹ trên bếp điện để hòa tan toàn bộ mẫu và giấy lọc, tránh trào dung dịch hoặc bắn dung dịch ra ngoài, đun đến khi dung dịch trở nên trong suốt.

– Chuyển vào bình định mức 100mL, định mức đến vạch. Đây là dung dịch mẫu để xác định thủy ngân bằng phương pháp AAS theo kỹ thuật hydrua hóa.

Xây dựng đường chuẩn

– Từ dung dịch chuẩn gốc có nồng độ Hg 1000 mg/L, pha dung dịch trung gian có nồng độ Hg 10 mg/L, từ dung dịch trung gian này pha dung dịch trung gian 2 có nồng độ Hg 100 µg/L (100ppb) bằng HCl 1%. Từ dung dịch trung gian 2 pha ra dung dịch làm việc có nồng độ Hg 20 µg/L.

– Sử dụng dung dịch làm việc pha thang mẫu có các nồng độ Hg: 0,2 µg/L - 0,5µg/L - 0,8µg/L - 2µg/L - 4µg/L - 6µg/L - 8µg/L - 10µg/L - 15µg/L bằng HCl 1%.

– Lấy 20mL dung dịch các nồng độ trong thang mẫu chuẩn đã chuẩn bị ở trên vào tuýp đựng mẫu.

– Thêm 2 giọt dung dịch $KMnO_4$ đặc vào 20mL mẫu trong ống tuýp. Lắc đều mẫu phân tích.

– Mẫu được chuyển vào hệ thống hoá hơi lạnh có chứa hỗn hợp hoá chất $NaBH_4$ 3% trong dung dịch NaOH 1% để phản ứng, rồi tiến hành đo mật độ quang của mẫu trong điều kiện đo:

+ Nguồn đèn: Đèn HCL hoặc đèn EDL.

+ Bước sóng: 253,6 nm.

+ Khe đo 0,7 nm.

Phân tích mẫu thực

– Lấy 20mL mẫu đã được xử lý vô cơ hóa vào ống đựng mẫu.

– Thêm 2 giọt dung dịch $KMnO_4$ đặc vào 20mL mẫu. Lắc đều mẫu phân tích.

– Chuyển mẫu vào hệ thống hoá hơi lạnh có chứa hỗn hợp hoá chất $NaBH_4$ 3% trong dung dịch NaOH 1% để phản ứng sinh hơi HgH_2.

– Đo độ hấp thụ nguyên tử của mẫu thực theo các điều kiện máy như đã tiến hành với các mẫu chuẩn. Độ hấp thụ nguyên tử hoặc diện tích pic của mẫu thực tỷ lệ với nồng độ Hg trong mẫu.

– Thực hiện làm mẫu trắng (giấy lọc trắng) song song với quy trình xử lý và phân tích đối với mỗi mẻ mẫu.

Lưu ý:

– Để mẫu được phản ứng hết, lượng hoá chất trong thiết bị hoá hơi lạnh bơm vào mẫu cần đảm bảo dư một lượng nhỏ. Vì vậy, cần lựa chọn thời gian phản ứng thích hợp với thiết bị và đặc tính của mẫu (ví dụ thời gian phản ứng khoảng 12 giây kể từ khi máy tính báo hiệu bắt đầu phân tích).

– Nếu nồng độ Hg trong mẫu nằm ngoài đường chuẩn thì tiến hành pha loãng mẫu. Sau đó, thực hiện lại các bước với mẫu thực như trên và khi tính kết quả phải nhân với hệ số pha loãng.

3.5. Tính toán kết quả

Dựa vào thang mẫu chuẩn hoặc phần mềm máy tính kết nối với máy quang phổ hấp thụ nguyên tử sẽ tự động tính toán kết quả phân tích. Phương trình tính toán kết quả phân tích có dạng:

$$y = ax + b$$

Trong đó:

y: Là độ hấp thụ quang.

x : Là nồng độ chất phân tích cần tìm.

a, b: Là hệ số của phương trình được thiết lập khi xây dựng đường chuẩn.

Lưu ý:

– Xác định hàm lượng thủy ngân trong mẫu nước là kỹ thuật phân tích hàm lượng vết do vậy yêu cầu về xử lý dụng cụ hết sức nghiêm ngặt, nếu dụng cụ không được xử lý sạch sẽ dẫn đến sai số dương.

– Phương pháp phân tích bằng quang phổ hấp thụ nguyên tử có độ nhạy cao (phân tích vết) đòi hỏi hóa chất sử dụng trong quá trình phân tích phải thật tinh khiết (loại PA). Hóa chất không đảm bảo có thể gây sai số.

– Kỹ năng và trình độ của cán bộ phân tích, đặc biệt cán bộ phân tích phải am hiểu, nắm vững hệ thống máy quang phổ hấp thụ nguyên tử.

4. Đánh giá kết quả

Dựa vào giới hạn tham chiếu để đánh giá, nhận định kết quả.

5. Giới hạn tham chiếu

Giá trị giới hạn tiếp xúc của thủy ngân và các hợp chất thủy ngân vô cơ trong không khí vùng làm việc theo Tiêu chuẩn Vệ sinh lao động (Quyết định số 3733/2002/QĐ-BYT, ngày 10/10/2002 của Bộ Y tế).

– Giá trị giới hạn cho phép trong không khí vùng làm việc trung bình 8 giờ (TWA): 0,02 mg/m^3.

– Giá trị giới hạn cho phép trong không khí vùng làm việc từng lần tối đa (STEL): 0,04 mg/m^3.

6. Kiểm soát chất lượng

Thực hiện kiểm tra chất lượng đối với mỗi mẻ mẫu bằng phương pháp:

– Hoặc xây dựng đường chuẩn mới đối với mỗi mẻ mẫu.

– Hoặc kiểm soát chất lượng hai điểm chuẩn (QC 2 điểm chuẩn), nếu độ chệch 2 điểm chuẩn trong khoảng từ -15% đến 15% theo AOAC thì được sử dụng đường chuẩn cũ để tính toán kết quả phân tích mẫu.

7. Yêu cầu về an toàn

Đối với phòng thí nghiệm phải có:

– Tủ hút khí độc (tủ hút).

– Các trang bị bảo hộ cá nhân đảm bảo an toàn hóa học.

– Thiết bị cấp cứu khẩn cấp khi bị bỏng axít, kiềm...

– Tủ thuốc cấp cứu.

Đối với cán bộ phân tích:

– Phải mặc quần áo bảo hộ lao động, đeo kính bảo vệ mắt, đi găng tay và đi giày khi thực hiện phân tích mẫu.

– Phải thực hiện đúng nội quy phòng thí nghiệm về an toàn hóa học, phòng chống cháy nổ.

– Không được để các hóa chất xâm nhập vào cơ thể bằng các con đường: Hô hấp, tiêu hóa và tiếp xúc qua da.

8. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

Các dung dịch thải có chứa Hg và các hợp chất của Hg phải được thu hồi vào trong một can nhựa riêng, sau đó xử lý tại hệ thống xử lý chất thải tương ứng của cơ quan xét nghiệm hoặc tại các điểm xử lý chất thải hóa học tập trung.

Các dung dịch thải có chứa axit phải được thu hồi vào trong một can nhựa riêng, sau đó đem đi xử lý tại hệ thống xử lý chất thải của cơ quan xét nghiệm hoặc tại các điểm xử lý chất thải hóa học tập trung.

9. Tài liệu tham khảo

1. Phạm Luận, *Kỹ thuật xử lý mẫu phân tích*, Đại học Khoa học tự nhiên, 1999.
2. Lenore S. Clesceri, Acnold E.Greenberg, R.Rhodes Trussell (2012), *Standard methods for the examination of water and wastewater*, 22th edition, American.
3. Phương pháp 6009: Xác định thủy ngân trong không khí bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử hóa hơi lạnh của Viện Nghiên cứu an toàn lao động và sức khỏe Hoa Kỳ (National Institute for Occupational Safety and Health-NIOSH *Manual of Analytical Methods*. 4th edition, 1994; Mercury, Method 6009, Issue 2: 15, August 1994).
4. Perkin Elmer Instrument, *Analytical methods for atomic absorption spectrophotometry AA-700*, 2000.

KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH NỒNG ĐỘ ĐỒNG (HƠI, KHÓI) BẰNG PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ

1. Phạm vi áp dụng

Một số ngành sản xuất công nghiệp sử dụng vật liệu đồng, trong quá trình sản xuất sẽ phát sinh bụi hoặc hơi, khí đồng. Hơi khí đồng cũng phát sinh trong khí thải các lò đốt khi thiêu đốt chất thải công nghiệp, chất thải y tế, sinh hoạt...

Hơi khí đồng trong không khí, trong khí thải lò đốt được hấp thụ vào dung dịch HNO_3 5%. Dung dịch hấp thụ hơi khí đồng trong HNO_3 5% được phân tích trên quang phổ hấp thụ nguyên tử.

2. Nguyên lý

Dưới năng lượng nhiệt do dòng điện tạo ra, các ion Cu trong dịch mẫu hấp thụ hơi, khí đồng được nguyên tử hoá trong cuvet graphit và hấp thụ ánh sáng đơn sắc do nguyên tố Cu phát ra. Tỷ lệ giữa hàm lượng Cu trong mẫu và độ hấp thụ quang trong khoảng tuyến tính sẽ tuân theo định luật Lamber – Beer và cho phép tính toán kết quả phân tích.

Phương pháp dễ dàng điều khiển nhiệt độ của từng quá trình và có bổ chính nền bằng hiệu ứng Zeman.

3. Phương pháp

3.1. Loại mẫu

Dung dịch hấp thụ hơi, khí đồng bằng HNO_3 5%.

3.2. Thiết bị, dụng cụ

– Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử, có hệ thống lò graphit AAS-HGA Graphite Furnace.

– Máy nén khí.

– Cân phân tích.

– Bình định mức, pipet, ống tuýp đựng mẫu và các dụng cụ khác được bóc nhãn, rửa bằng nước máy 3 lần, ngâm trong HCl 6% trong 2 giờ, tốt nhất là qua đêm, rửa qua 3 bình nước cất 2 lần. Sau đó ngâm tiếp trong bình HNO_3 11% trong 1 giờ rồi rửa qua 6 bình nước cất 2 lần. Sấy khô trong tủ sấy hoặc để khô tự nhiên tại nơi không bụi.

– Tủ hút.

– Vi sóng phá mẫu hoặc bếp điện.

3.3. Hóa chất, thuốc thử

– HCl đậm đặc tinh khiết phân tích 37% (Merck).

– HNO_3 đậm đặc tinh khiết phân tích 67% (Merck).

– Dung dịch chuẩn $Cu(NO_3)_2$ (Merck) có nồng độ 1000 mg/L.

– Hỗn hợp modifier gồm 4g $NH_4H_2PO_4$ và 0,35g $Mg(NO_3)_2.6H_2O$ trong 100mL nước.

– Dung dịch H_2O_2 30%.

– Hỗn hợp modifier gồm panadi nitrat $Pd(NO_3)_2$ và $Mg(NO_3)_2.6H_2O$.

– Cuvet than graphite hoạt hóa 100% (tốt nhất có thuyền tangtan).

– Năng lượng gồm khí argon (Ar) 99,995%.

3.4. Các bước tiến hành

Phân tích hàm lượng Cu trên máy quang phổ hấp thụ nguyên tử kỹ thuật lò graphit.

Chế độ đo mẫu trên máy quang phổ hấp thụ nguyên tử kỹ thuật lò graphit:

– Nguồn đèn: HCL.

– Cường độ dòng đèn: 4mA.

– Bước sóng: 324,7 nm.

– Khe đo: 0,7nm.

– Khí môi trường: Argon.

– Số lần lặp lại trong một phép đo: 2.

– Cuvet graphit: Hoạt hoá 100%.

– Thể tích mẫu đo: 50 µL.

– Thể tích hỗn hợp modifier: 5 µL.

Chương trình nhiệt độ nguyên tử hoá mẫu Cu trong dung dịch hấp thụ

Giai đoạn	Nhiệt độ (°C)	Thời gian (giây)	Tốc độ dẫn khí Ar (mL/phút)
Sấy mẫu	110	50	250
Tro hoá	850	30	250
Nguyên tử hoá	1900	3	0
Làm sạch	2600	7	250

Đường mẫu chuẩn

– Từ dung dịch chuẩn gốc: $Cu(NO_3)_2$ 1mL = 1mg của Merck, pha dung dịch trung gian 1 có nồng độ Cu =10 mg/L từ dung dịch này pha dung dịch trung gian 2 có nồng độ Cu = 100 µg/L, từ dung dịch trung gian 2 pha dung dịch làm việc có nồng độ Cu = 10 µg/L.

– Sử dụng dung dịch làm việc (Cu = 10 µg/L) và dung dịch trung gian 2 (Cu = 100 µg/L) này pha thang mẫu có các nồng độ đồng: 0,5µg/L – 1,0µg/L - 2,0µg/L –5,0 µg/L– 8µg/L- 10µg/L- 12µg/L - 15µg/L.

– Tiến hành đo độ hấp thụ nguyên tử của các mẫu chuẩn như đã tiến hành với các mẫu thử sẽ thu được độ hấp thụ nguyên tử của các mẫu chuẩn tỷ lệ với nồng độ Cu trong mẫu.

3.5. Tính toán kết quả

– Dựa vào thang mẫu chuẩn hoặc phần mềm máy tính kết nối với máy quang phổ hấp thụ nguyên tử sẽ tự động tính toán kết quả phân tích. Phương trình tính toán kết quả có dạng:

$$y = ax + b$$

Trong đó:

y: Là độ hấp thụ, hoặc diện tích pic, hoặc chiều cao pic.

x: Là nồng độ chất phân tích cần tìm.

a, b: Là hệ số của phương trình được thiết lập khi xây dựng đường chuẩn.

– Kết quả thu được khi phân tích xác định nồng độ đồng trong 10mL dung dịch hấp thụ hơi khí đồng là a µg/L, kết quả sau đó sẽ được giảm đi 100 lần (còn 0,01 a µg Cu/ mẫu).

– Kết quả hàm lượng hơi, khí đồng trong không khí (mg/m^3) sẽ được tính bằng cách lấy khối lượng đồng trong dung dịch hấp thụ chia cho thể tích không khí được hấp thụ qua dung dịch.

Lưu ý:

– Đồng có mặt trong môi trường không khí, đất, nước, do vậy có thể gây sai số dương cho kết quả phân tích khi dụng cụ không được xử lý sạch.

– Phương pháp phân tích bằng quang phổ hấp thụ nguyên tử, lò graphite có độ nhạy cao (phân tích vết) đòi hỏi hóa chất sử dụng trong quá trình xử lý mẫu và phân tích phải tinh khiết (loại PA). Hóa chất không đảm bảo có thể gây sai số dương.

– Kỹ năng và trình độ của cán bộ phân tích. Đặc biệt cán bộ phân tích phải am hiểu sâu sắc, có kinh nghiệm trong việc lấy mẫu và vận hành hệ thống thiết bị quang phổ hấp thụ nguyên tử.

4. Đánh giá kết quả

Dựa vào giới hạn tham chiếu để đánh giá, nhận định kết quả.

5. Giới hạn tham chiếu

Giá trị giới hạn tiếp xúc của đồng (hơi, khói) trong không khí vùng làm việc theo Tiêu chuẩn Vệ sinh lao động (Quyết định số 3733/2002/QĐ-BYT, ngày 10/10/2002 của Bộ Y tế).

– Giá trị giới hạn cho phép trong không khí vùng làm việc trung bình 8 giờ (TWA): 0,1mg/m^3.

– Giá trị giới hạn cho phép trong không khí vùng làm việc từng lần tối đa (STEL): 0,2mg/m^3.

6. Kiểm soát chất lượng

Thực hiện làm mẫu trắng song song với quy trình xử lý và phân tích đối với mỗi mẻ mẫu.

Thực hiện làm mẫu thêm chuẩn, tính toán độ thu hồi theo AOAC đảm bảo từ 80% đến 110%.

Thường xuyên xây dựng đường chuẩn mới đối với mỗi mẻ mẫu.

Hoặc kiểm soát chất lượng hai điểm chuẩn (QC) 2 điểm chuẩn, nếu độ chệch 2 điểm chuẩn trong khoảng từ - 15% đến 15% theo AOAC thì sử dụng được đường chuẩn cũ để phân tích mẫu.

7. Yêu cầu về an toàn

Trong quá trình xử lý mẫu và xét nghiệm đều sử dụng các loại axit đặc, do vậy nhất thiết phải sử dụng dụng cụ bảo hộ lao động như găng tay, khẩu trang và kính mắt khi thực hiện.

8. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

Các chất thải phát sinh trong quá trình thí nghiệm có chứa axit, các chất chuẩn còn thừa có chứa Cu nồng độ cao do vậy chất thải bắt buộc phải được thu gom vào bình chứa axit và bình chứa kim loại nặng rồi tiêu hủy theo quy định của cơ quan.

9. Tài liệu tham khảo

1. Phạm Luận, *Phương pháp phân tích phổ nguyên tử,* Nhà xuất bản Bách Khoa - Hà Nội, 2013.
2. Phạm Luận, *Những vấn đề cơ sở của các kỹ thuật xử lý mẫu phân tích,* Đại học Tổng hợp quốc gia Hà Nội, 1998.
3. Perkin Elmer, *Users guide HGA Graphite Furnace.*
4. Perkin Elmer Instrument, *Analytical methods for atomic absorption spectrophotometry AA-700*, 2000.

5. Các phương pháp chuẩn xác định nước và nước thải 2012 (APHA, AWWA, WPCF (2012), *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 22th edition, American Public Health Association, New York), SMEWW 3500 Cu.
6. Phương pháp 7029: Xác định bụi và khói đồng trong không khí bằng phương pháp quang phổ hấp thụ nguyên tử ngọn lửa của Viện Nghiên cứu an toàn lao động và sức khỏe Hoa Kỳ (National Institute for Occupational Safety and Health-NIOSH *Manual of Analytical Methods*. 4th edition, 1994; Copper (dust and fume), Method 7029, Issue 2: 15 August 1994).

KỸ THUẬT XÁC ĐỊNH NỒNG ĐỘ ĐỒNG (BỤI) BẰNG PHƯƠNG PHÁP QUANG PHỔ HẤP THỤ NGUYÊN TỬ

1. Phạm vi áp dụng

Một số ngành sản xuất công nghiệp sử dụng vật liệu đồng, trong quá trình sản xuất sẽ phát sinh bụi đồng. Hoặc bụi đồng phát sinh trong khí thải các lò đốt khi thiêu đốt chất thải công nghiệp, chất thải y tế, sinh hoạt...

Bụi đồng trong không khí, trong khí thải lò đốt được hấp thụ vào giấy lọc xenlulo este. Vô cơ hóa ướt giấy lọc trong nền axit nitric (HNO_3) tới dịch trong suốt rồi chuyển sang phân tích trên quang phổ hấp thụ nguyên tử.

2. Nguyên lý

Dưới năng lượng nhiệt do dòng điện tạo ra, các ion Cu trong dịch mẫu (dịch vô cơ hóa giấy lọc) được nguyên tử hoá trong cuvet graphit và hấp thụ ánh sáng đơn sắc do nguyên tố Cu phát ra. Tỷ lệ giữa hàm lượng Cu trong mẫu và độ hấp thụ quang trong khoảng tuyến tính sẽ tuân theo định luật Lamber – Beer và cho phép tính toán kết quả phân tích.

Phương pháp dễ dàng điều khiển nhiệt độ của từng quá trình và có bổ chính nền bằng hiệu ứng Zeman nên cho phép đạt độ nhạy phân tích cỡ 0,5 ppb.

3. Phương pháp

3.1. Loại mẫu

Dung dịch sau khi vô cơ hóa giấy lọc.

3.2. Thiết bị, dụng cụ

– Máy quang phổ hấp thụ nguyên tử, có hệ thống lò graphit AAS-HGA Graphite Furnace.

– Cân phân tích.

– Bình định mức, ống tuýp đựng mẫu và các dụng cụ khác được bóc nhãn, rửa bằng nước máy 3 lần, ngâm trong HCl 6% trong 2 giờ, tốt nhất là qua đêm, rửa qua 3 bình nước cất 2 lần. Sau đó ngâm tiếp trong bình HNO_3 11% trong 1 giờ rồi rửa qua 6 bình nước cất 2 lần. Sấy khô trong tủ sấy hoặc để khô tự nhiên tại nơi không bụi.

– Tủ hút.

– Vi sóng phá mẫu hoặc bếp điện.

3.3. Hóa chất, thuốc thử

– HCl đậm đặc tinh khiết phân tích 37% (Merck).

– HNO_3 đậm đặc tinh khiết phân tích 67% (Merck).

– Dung dịch chuẩn $Cu(NO_3)_2$ (Merck) có nồng độ 1000 mg/L .

– Hỗn hợp modifier gồm 4g $NH_4H_2PO_4$ và 0,35g $Mg(NO_3)_2.6H_2O$ trong 100mL nước.

– Dung dịch H_2O_2 33%.

– Modifier gồm panadi nitrat $Pd(NO_3)_2$ và $Mg(NO_3)_2.6H_2O$.

– Cuvet than graphite hoạt hóa 100% (tốt nhất có thuyền tangtan).

– Năng lượng gồm khí argon (Ar) 99,995%.

– Màng lọc xenlulo este, kích thước lỗ 0,8 μm.

3.4. Các bước tiến hành

3.4.1. Vô cơ hóa giấy lọc

– Dùng panh gắp giấy lọc vào tuýp thủy tinh chịu nhiệt, thêm 1mL HNO_3 hoặc hỗn hợp HNO_3 và HCl (tỷ lệ 3:1) vào tuýp.

– Đun sôi nhẹ trên bếp điện, tránh trào dung dịch hoặc bắn dung dịch ra ngoài, đun đến khi dung dịch trở nên trong suốt, hoặc thành cặn trắng.

– Nếu hết axit mà dịch chưa trắng thêm từ từ 1 vài giọt HNO_3 đặc rồi tiếp tục đun tiếp, đồng thời thêm 1 đến 2 giọt H_2O_2 để đuổi hết chất hữu cơ.

– Khi kết thúc quá trình vô cơ hóa, tráng nước cất hoặc nước deion hoặc HCl 5% nhiều lần rồi chuyển dần dung dịch vào bình định mức 100mL.

3.4.2. Phân tích mẫu .

Phân tích hàm lượng Cu trên máy quang phổ hấp thụ nguyên tử kỹ thuật lò Graphit.

Chế độ đo mẫu trên máy quang phổ hấp thụ nguyên tử kỹ thuật lò graphit:

– Nguồn đèn: HCL.

– Cường độ dòng đèn: 4mA.

– Bước sóng: 324,7 nm.

– Khe đo: 0,7nm.

– Khí môi trường: Argon.

– Số lần lặp lại trong một phép đo: 2.

– Cuvet graphit: Hoạt hoá 100%.

– Thể tích mẫu đo: 50 µL.

– Thể tích hỗn hợp modifier: 5 µL.

Chương trình nhiệt độ nguyên tử hoá mẫu Cu trong dung dịch

Giai đoạn	Nhiệt độ (^{0}C)	Thời gian (giây)	Tốc độ dẫn khí Ar (mL/phút)
Sấy mẫu	110	50	250
Tro hoá	850	30	250
Nguyên tử hoá	1900	3	0
Làm sạch	2600	7	250

Đường mẫu chuẩn

– Từ dung dịch chuẩn gốc: $Cu(NO_3)_2$ 1mL = 1mg của Merck, pha dung dịch trung gian 1 có nồng độ Cu =10 mg/L, từ dung dịch này pha dung dịch trung gian 2 có nồng độ Cu = 100 µg/L, từ dung dịch trung gian 2 pha dung dịch làm việc có nồng độ Cu = 10 µg/L.

– Sử dụng dung dịch làm việc và dung dịch trung gian 2 này pha thang mẫu có các nồng độ đồng: 0,5µg/L – 1,0µg/L - 2,0µg/L –5,0µg/L – 8µg/L - 10µg/L - 12µg/L - 15µg/L.

– Tiến hành đo độ hấp thụ nguyên tử của các mẫu chuẩn như đã tiến hành với các mẫu thử sẽ thu được độ hấp thụ nguyên tử của các mẫu chuẩn tỷ lệ với nồng độ Cu trong mẫu.

3.5. Tính toán kết quả

- Dựa vào thang mẫu chuẩn hoặc phần mềm máy tính kết nối với máy quang phổ hấp thụ nguyên tử sẽ tự động tính toán kết quả phân tích. Phương trình tính toán kết quả có dạng:

$$y = ax + b$$

Trong đó:

y: Là độ hấp thụ, hoặc diện tích pic, hoặc chiều cao pic.

x: Là nồng độ chất phân tích cần tìm.

a, b: Là hệ số của phương trình được thiết lập khi xây dựng đường chuẩn.

– Kết quả thu được khi phân tích xác định nồng độ đồng trong 100mL dịch giấy lọc là a µg/L, kết quả sau đó sẽ được giảm đi 10 lần (còn 0,1 a µg Cu/giấy lọc) nếu dịch vô cơ được định mức thành 100mL. Kết quả được giữ nguyên (a µg Cu/giấy lọc) nếu dịch vô cơ hóa giấy lọc được định mức thành 1000mL.

– Kết quả nồng độ bụi đồng trong không khí (mg/m^3) sẽ được tính bằng cách lấy khối lượng đồng trên giấy lọc chia cho thể tích không khí được hút qua giấy lọc.

Lưu ý:

– Đồng có mặt trong môi trường không khí, đất, nước, do vậy có thể gây sai số dương cho kết quả phân tích khi dụng cụ không được xử lý sạch.

– Phương pháp phân tích bằng quang phổ hấp thụ nguyên tử có độ nhạy cao (phân tích vết) đòi hỏi hóa chất sử dụng trong quá trình phân tích phải tinh khiết (loại PA). Hóa chất không đảm bảo có thể gây sai số dương.

– Kỹ năng và trình độ của cán bộ phân tích. Đặc biệt cán bộ phân tích phải am hiểu sâu sắc, có kinh nghiệm trong việc lấy mẫu và vận hành hệ thống thiết bị quang phổ hấp thụ nguyên tử.

4. Đánh giá kết quả

Dựa vào giới hạn tham chiếu để đánh giá, nhận định kết quả.

5. Giới hạn tham chiếu

Giá trị giới hạn tiếp xúc của đồng (bụi) trong không khí vùng làm việc theo Tiêu chuẩn Vệ sinh lao động (Quyết định số 3733/2002/QĐ-BYT, ngày 10/10/2002 của Bộ Y tế).

– Giá trị giới hạn cho phép trong không khí vùng làm việc trung bình 8 giờ (TWA): 0,5mg/m^3.

– Giá trị giới hạn cho phép trong không khí vùng làm việc từng lần tối đa (STEL): 1mg/m^3.

6. Kiểm soát chất lượng

Thường xuyên xây dựng đường chuẩn mới đối với mỗi mẻ mẫu.

Hoặc kiểm soát chất lượng hai điểm chuẩn (QC) 2 điểm chuẩn, nếu độ chệch 2 điểm chuẩn trong khoảng từ - 15% đến 15% theo AOAC thì được sử dụng đường chuẩn cũ để phân tích mẫu.

7. Yêu cầu về an toàn

Trong quá trình xử lý mẫu và xét nghiệm đều sử dụng axit đặc, do vậy nhất thiết phải sử dụng dụng cụ bảo hộ lao động như găng tay, khẩu trang và kính mắt khi thực hiện.

8. Chất thải phát sinh và phương pháp xử lý

Các chất thải phát sinh trong quá trình thí nghiệm có chứa axit, các chất chuẩn còn thừa có chứa Cu nồng độ cao do vậy chất thải bắt buộc phải được thu gom vào bình chứa axit và bình chứa kim loại nặng rồi tiêu hủy theo quy định.