

TCVN 10736-38:2023

ISO 16000-38:2019

Xuất bản lần 1

**KHÔNG KHÍ TRONG NHÀ –
PHẦN 38: XÁC ĐỊNH CÁC AMIN TRONG KHÔNG KHÍ
TRONG NHÀ VÀ TRONG BUỒNG THỬ NGHIỆM –
LẤY MẪU CHỦ ĐỘNG TRÊN CÁC BỘ LẤY MẪU CÓ CHỨA
PHIN LỌC TẦM AXIT PHOSPHORIC**

Indoor air –

Part 38: Determination of amines in indoor and test chamber air –

Active sampling on samplers containing phosphoric acid impregnated filters

HÀ NỘI – 2023

Lời nói đầu

TCVN 10736-38:2023 hoàn toàn tương đương ISO 16000-38:2019.

TCVN 10736-38:2023 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 146 *Chất lượng không khí* biên soạn, Viện Tiêu chuẩn Chất lượng Việt Nam đề nghị, Tổng Cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

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

- TCVN 10736-1: 2015 (ISO 16000-1:2004) *Phần 1: Các khía cạnh chung của kế hoạch lấy mẫu*;
- TCVN 10736-2:2015 (ISO 16000-2:2004) *Phần 2: Kế hoạch lấy mẫu formaldehyt*;
- TCVN 10736-3:2015 (ISO 16000-3:2011) *Phần 3: Xác định formaldehyt và hợp chất cacbonyl khác trong không khí trong nhà và không khí trong buồng thử – Phương pháp lấy mẫu chủ động*;
- TCVN 10736-4:2015 (ISO 16000-4:2011) *Phần 4: Xác định formaldehyt – Phương pháp lấy mẫu khuếch tán*;
- TCVN 10736-5:2015 (ISO 16000-5:2007) *Phần 5: Kế hoạch lấy mẫu đối với hợp chất hữu cơ bay hơi (VOC)*;
- TCVN 10736-6:2023 (ISO 16000-6:2021) *Phần 6: Xác định hợp chất hữu cơ (VVOC, VOC, SVOC) trong không khí trong nhà và trong buồng thử bằng cách lấy mẫu chủ động trên ống hấp phụ, giải hấp nhiệt và sắc ký khí sử dụng MS hoặc MS-FID*;
- TCVN 10736-7:2016 (ISO 16000-7:2007) *Phần 7: Chiến lược lấy mẫu để xác định nồng độ sợi amiăng truyền trong không khí*;
- TCVN 10736-8:2016 (ISO 16000-8:2007) *Phần 8: Xác định thời gian lưu trung bình tại chỗ của không khí trong các tòa nhà để xác định đặc tính các điều kiện thông gió*;
- TCVN 10736-9:2023 (ISO/FDIS 16000-9:2023) *Phần 9: Xác định phát thải của các hợp chất hữu cơ dễ bay hơi từ các sản phẩm xây dựng và đồ nội thất – Phương pháp buồng thử phát thải*;
- TCVN 10736-10:2016 (ISO 16000-10:2006) *Phần 10: Xác định phát thải của hợp chất hữu cơ bay hơi từ các sản phẩm xây dựng và đồ nội thất – Phương pháp ngăn thử phát thải*;
- TCVN 10736-11:2023 (ISO/FDIS 16000-11:2023) *Phần 11: Xác định phát thải của các hợp chất hữu cơ dễ bay hơi từ các sản phẩm xây dựng và đồ nội thất – Lấy mẫu, bảo quản mẫu và chuẩn bị mẫu thử*;
- TCVN 10736-12:2016 (ISO 16000-12:2008) *Phần 12: Chiến lược lấy mẫu đối với polycloro biphenyl (PCB), polycloro dibenzo-p-dioxin (PCDD), polycloro dibenzofuran (PCDF) và hydrocacbon thơm đa vòng (PAH)*;
- TCVN 10736-13:2016 (ISO 16000-13:2008) *Phần 13: Xác định tổng (pha khí và pha hạt) polycloro biphenyl giống dioxin (PCB) và polycloro dibenzo-p-dioxin/polycloro dibenzofuran (PCDD/PCDF) – Thu thập mẫu trên cái lọc được hỗ trợ bằng chất hấp phụ*;

TCVN 10736-38:2023

- TCVN 10736-14:2016 (ISO 16000-14:2009) *Phần 14: Xác định tổng (pha khí và pha hạt) polyclo-
biphenyl giống dioxin (PCB) và polyclo-
dibenzo-p-dioxin/polyclo-
dibenzofuran (PCDD/PCDF) –
Chiết, làm sạch và phân tích bằng sắc ký khí phân giải cao và khối phổ.*
- TCVN 10736-15:2017 (ISO 16000-15:2008) *Phần 15: Cách thức lấy mẫu nitơ dioxit (NO₂).*
- TCVN 10736-16:2017 (ISO 16000-16:2008) *Phần 16: Phát hiện và đếm nấm mốc – Lấy mẫu bằng
cách lọc.*
- TCVN 10736-17:2017 (ISO 16000-17:2008) *Phần 17: Phát hiện và đếm nấm mốc – Phương pháp
nuôi cấy.*
- TCVN 10736-18:2017 (ISO 16000-18:2011) *Phần 18: Phát hiện và đếm nấm mốc – Lấy mẫu bằng
phương pháp va đập.*
- TCVN 10736-19:2017 (ISO 16000-19:2012) *Phần 19: Cách thức lấy mẫu nấm mốc.*
- TCVN 10736-20:2017 (ISO 16000-20:2014) *Phần 20: Phát hiện và đếm nấm mốc – Xác định số đếm
bào tử tổng số.*
- TCVN 10736-21:2017 (ISO 16000-21:2013) *Phần 21: Phát hiện và đếm nấm mốc – Lấy mẫu từ vật
liệu.*
- TCVN 10736-23:2017 (ISO 16000-23:2009) *Phần 23: Thử tính năng để đánh giá sự giảm nồng độ
formaldehyt do vật liệu xây dựng hấp thu.*
- TCVN 10736-24:2017 (ISO 16000-24:2009) *Phần 24: Thử tính năng để đánh giá sự giảm nồng độ
hợp chất hữu cơ bay hơi (trừ fomaldehyt) do vật liệu xây dựng hấp thu.*
- TCVN 10736-25:2017 (ISO 16000-25:2011) *Phần 25: Xác định phát thải của hợp chất hữu cơ bán
bay hơi từ các sản phẩm xây dựng – Phương pháp buồng thử nhỏ.*
- TCVN 10736-26:2017 (ISO 16000-26:2012) *Phần 26: Cách thức lấy mẫu cacbon đioxit (CO₂)*
- TCVN 10736-27:2017 (ISO 16000-27:2014) *Phần 27: Xác định bụi sợi lắng đọng trên bề mặt bằng
kính hiển vi điện tử quét (SEM) (phương pháp trực tiếp)*
- TCVN 10736-28:2023 (ISO 16000-28:2020) *Phần 28: Xác định phát thải mùi từ các sản phẩm xây
dựng sử dụng buồng thử.*
- TCVN 10736-29:2017 (ISO 16000-29:2014) *Phần 29: Phương pháp thử dùng cho các thiết bị đo hợp
chất hữu cơ bay hơi (VOC).*
- TCVN 10736-30:2017 (ISO 16000-30:2014) *Phần 30: Thử nghiệm cảm quan của không khí trong nhà.*
- TCVN 10736-31:2017 (ISO 16000-31:2014) *Phần 31: Đo chất chống cháy và chất tạo dẻo trên nền
hợp chất phospho hữu cơ-este axit phosphoric.*
- TCVN 10736-32:2017 (ISO 16000-32:2014) *Phần 32: Khảo sát tòa nhà để xác định sự xuất hiện của
các chất ô nhiễm.*
- TCVN 10736-33:2017 (ISO 16000-33:2017) *Phần 33: Xác định phtalat bằng sắc ký khí/khối phổ
(GC/MS).*
- TCVN 10736-34:2023 (ISO 16000-34:2018) *Phần 34: Các chiến lược đo bụi trong không khí*

- TCVN 10736-36:2023 (ISO 16000-36:2018) *Phần 36: Phương pháp chuẩn sử dụng buồng thử nghiệm để đánh giá tốc độ giảm vi khuẩn trong không khí có thể nuôi cấy bằng máy lọc không khí*
- TCVN 10736-37:2023 (ISO 16000-37:2019) *Phần 37: Đo nồng độ khối lượng bụi PM_{2.5}*
- TCVN 10736-38:2023 (ISO 16000-38:2019) *Phần 38: Xác định các amin trong không khí trong nhà và trong buồng thử nghiệm – Lấy mẫu chủ động trên các bộ lấy mẫu có chứa phin lọc tẩm axit phosphoric*
- TCVN 10736-39:2023 (ISO 16000-39:2019) *Phần 39: Xác định các amin – Phân tích các amin bằng sắc ký lỏng (siêu) hiệu năng cao kết hợp với phép đo khối phổ độ phân giải cao hoặc hai lần khối phổ*
- TCVN 10736-40:2023 (ISO 16000-40:2019) *Phần 40: Hệ thống quản lý chất lượng không khí trong nhà.*

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

- ISO 16000-41:2023 *Indoor air – Part 41: Assessment and classification*
- ISO 16000-42:2023 *Indoor air – Part 42: Measurement of the particle number concentration by condensation particle counters*
- ISO 16000-44:2023 *Indoor air – Part 44: Test method for measuring perceived indoor air quality for use in testing the performance of gas phase air cleaners.*

Lời giới thiệu

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

Định nghĩa về môi trường trong nhà nêu trong TCVN 10736-1 (ISO 16000-1). Nhà ở [phòng khách, phòng ngủ, phòng tự làm (DIY), phòng thể thao và hầm rượu, nhà bếp và phòng tắm], phòng làm việc hoặc nơi làm việc trong các tòa nhà không phải chịu sự kiểm tra về sức khỏe và an toàn đối với các chất gây ô nhiễm không khí (ví dụ: văn phòng, phòng bán hàng), các tòa nhà công cộng (ví dụ: nhà hàng, rạp hát, rạp chiếu phim và các phòng họp khác) và cabin hành khách của xe cơ giới và phương tiện giao thông công cộng là một trong những loại môi trường trong nhà quan trọng nhất.

Trong tiêu chuẩn này, để phù hợp với điều kiện thực tế của Việt Nam, nhiệt độ và độ ẩm không khí thử nghiệm được đổi thành 25 °C và 65 %. Việc sửa đổi này không ảnh hưởng đến kết quả thử nghiệm.

Không khí trong nhà –

Phần 38: Xác định các amin trong không khí trong nhà và trong buồng thử nghiệm – Lấy mẫu chủ động trên các bộ lấy mẫu có chứa phin lọc tẩm axit phosphoric

Indoor air –

Part 38: Determination of amines in indoor and test chamber air - Active sampling on samplers containing phosphoric acid impregnated filters

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định các amin thơm và amin béo bậc một, bậc hai và bậc ba có trong không khí trong nhà bằng cách sử dụng phương pháp lấy mẫu tích lũy và sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC) kết hợp với phép đo hai lần khối phổ (MS-MS) hoặc phép đo khối phổ có độ phân giải cao (HRMS). Tiêu chuẩn này quy định quy trình lấy mẫu để xác định nồng độ khối lượng của các amin theo giá trị trung bình bằng cách lấy mẫu các amin trên các phin lọc đã tẩm axit phosphoric. Quy trình phân tích của phương pháp đo được đề cập trong TCVN 10736-39 (ISO 16000-39).

Các phép đo được thực hiện với các bộ lấy mẫu có chứa vật liệu hỗ trợ đã ngâm tẩm axit phosphoric và hoạt động ở lưu lượng dòng quy định trong các khoảng thời gian lấy mẫu xác định nêu trong tiêu chuẩn này. Các yêu cầu về thể tích mẫu cũng được xác định.

Khoảng áp dụng của tiêu chuẩn này liên quan đến nồng độ của các amin có trong không khí trong nhà phụ thuộc vào dài tuyến tính của đường hiệu chuẩn và do đó phụ thuộc vào thể tích mẫu không khí (trường hợp này từ 5 L đến 100 L), thể tích dịch rửa giải (từ 1 mL đến 5 mL), thể tích bơm (từ 1 μ L đến 10 μ L) và độ nhạy của thiết bị phân tích (ví dụ: dài tuyến tính từ 2 pg đến 2 ng amin). Khoảng áp dụng dự kiến trong khoảng 0,002 μ g/m³ (100 L mẫu) đến 2 000 μ g/m³ (5 L mẫu) đối với thiết bị phân tích thông thường đối với phần lớn các amin được liệt kê trong Phụ lục A. Việc phân tích các dẫn xuất của ethanolamin thường nhạy hơn khoảng 10 lần và phân tích các amin béo mạch ngắn thường kém nhạy hơn khoảng 10 lần so với phân tích một amin trung bình.

Mặc dù tiêu chuẩn này chủ yếu dùng để đo các amin được liệt kê trong Phụ lục A, nhưng cũng có thể

được sử dụng để đo các amin khác có trong không khí trong nhà.

Tiêu chuẩn này mô tả các quy trình chế tạo và đưa ra các yêu cầu đối với việc sử dụng các ống thủy tinh chứa các bộ lọc bằng bông thủy tinh đã tẩm axit phosphoric làm bộ lấy mẫu, nhưng không loại trừ các bộ lấy mẫu khác đã được chứng minh có đặc tính tương đương hoặc tốt hơn. Tiêu chuẩn này cũng đưa ra các quy trình chứng minh tính tương đương của các kiểu bộ lấy mẫu hoặc phương pháp lấy mẫu khác.

Tiêu chuẩn này không đề cập đến việc xác định các amin trong các môi trường khác như nước hoặc đất. Ngoài ra, tiêu chuẩn này không đề cập đến việc xác định các isoxyanat trong không khí trong nhà dưới dạng các amin tương ứng (được đề cập trong ISO 17734-1 và ISO 17734-2). Các amin bậc bốn cũng không đề cập trong tiêu chuẩn này.

2 Tài liệu viện dẫn

Trong tiêu chuẩn này không sử dụng tài liệu viện dẫn.

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

Amin (amines)

Các hợp chất chứa nitơ có áp suất hơi đủ lớn ($>10^{-3}$ Pa) và một cặp electron tự do ở nguyên tử nitơ có thể bị proton hóa bởi axit phosphoric.

4 Amin trong không khí trong nhà

4.1 Tính chất của amin

Amin là chất bazơ và phân cực.

Có các amin bậc một, bậc hai, bậc ba và bậc bốn.

Các amin bậc bốn không được đề cập trong tiêu chuẩn này vì chúng không có cặp electron tự do và do đó có các tính chất rất khác. Trong tiêu chuẩn này, thuật ngữ "amin" chỉ bao gồm các amin bậc một, bậc hai và bậc ba.

Các amin không proton hóa rất nhạy với oxy hóa.

Phản ứng của các amin với axit tạo ra muối amoni của các amin. Các muối amoni không nhạy với oxy hóa.

4.2 Nguồn gốc và sự xuất hiện của các amin trong không khí trong nhà

Các amin được tạo ra bởi các quá trình hóa học kỹ thuật và ngoài ra còn do sự phân hủy sinh học hoặc phi sinh học các hợp chất nitơ. Bên cạnh các nguồn có nguồn gốc sinh học, các nguồn amin trong không

khí trong nhà còn có thể là, ví dụ: các sản phẩm có chứa polyuretan, đặc biệt là các chất tạo bọt như ghế xe, nệm, gối và đồ nội thất bọc hoặc làm vật liệu cách nhiệt hoặc hấp thụ âm thanh. Một số amin, đặc biệt là các amin thơm, được gọi là hợp chất có hại. Ngoài ra, hầu hết các amin có mùi khó chịu kèm theo ngưỡng mùi thấp.

Các nguồn khác, ví dụ như thực phẩm, như cá (các amin béo) và khói thuốc lá (các amin thơm).

5 Chiến lược lấy mẫu – Quy trình đo

5.1 Cấu tạo và tính chất của bộ lấy mẫu

Cấu trúc cơ bản của bộ lấy mẫu amin để lấy mẫu chủ động bao gồm hộp chứa, tốt nhất là ống thủy tinh hoặc nhựa và bộ lọc. Bộ lọc được tẩm bằng axit có áp suất hơi thấp và không có tác dụng oxy hóa. Về vấn đề này, axit phosphoric là phù hợp nhất. Bản thân vật liệu lọc phải trơ, như bông thủy tinh chưa qua xử lý, hạt thủy tinh hoặc sợi thủy tinh. Về cơ bản, vật liệu lọc trơ có thể là polyme xốp, trơ.

Bộ lấy mẫu được đề xuất bao gồm một ống thủy tinh có đường kính ngoài 6,25 mm, dài 60 mm và một đầu thuôn dài 20 mm với đường kính ngoài của đầu là 2,5 mm. Bộ lọc được đề xuất bao gồm 50 mg bông thủy tinh chưa xử lý đã được tẩm tương ứng với khoảng 100 μmol hoặc 9,8 mg H_3PO_4 .

Bộ lấy mẫu nêu trong tiêu chuẩn này (xem 5.2) được làm thủ công.

Cho đến nay, chưa có thiết bị thương mại dùng để lấy mẫu amin đã được đánh giá xác nhận để lấy mẫu.

Các bộ lấy mẫu thay thế phải được thử nghiệm theo quy trình được mô tả trong 5.9.

5.2 Chế tạo bộ lấy mẫu

5.2.1 Yêu cầu chung

Quá trình chế tạo bộ lấy mẫu bằng bông thủy tinh tẩm axit phosphoric được mô tả như sau:

Hóa chất và vật liệu: 470 μL axit phosphoric 85 % (khối lượng riêng = 1,685 g/cm^3),

200 mL axetonitril và

2,5 g bông thủy tinh chưa qua xử lý

Thiết bị phòng thí nghiệm: Bình cầu đáy tròn dung tích 500 mL;

Ống nghiệm thủy tinh (có đường kính ngoài 6,25 mm, dài 60 mm và một đầu thuôn dài 20 mm với đường kính ngoài của đầu là 2,5 mm);

Bộ cột cô quay;

Pipet tự động dung tích 1 000 μL .

5.2.2 Thực hiện

Rót khoảng 100 mL axetonitril vào bình định mức 200 mL. Sau đó, cho 470 μL axit phosphoric 85 % vào bình và trộn với axetonitril. Sau đó, thêm axetonitril đến vạch 200 mL và trộn lại dung dịch để thu được

dung dịch H_3PO_4 34,3 mmol/L trong axetonitril.

Chuyển 2,5 g bông thủy tinh vào bình cầu đáy tròn 500 mL cùng với 200 mL dung dịch 34,3 mmol/L H_3PO_4 trong axetonitril (2,74 nmol H_3PO_4 /g bông thủy tinh).

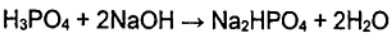
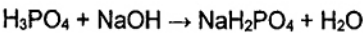
Axetonitril được chưng cất trong thiết bị cô quay ở tốc độ 100 r/min và ở nhiệt độ từ 90 °C đến 100 °C.

Mỗi ống thủy tinh được nhồi bằng (50,0 ± 0,5) mg bông thủy tinh đã tẩm thu được (tương ứng với 137 μmol H_3PO_4 /bộ lấy mẫu nếu tất cả H_3PO_4 vẫn còn trên bông thủy tinh và nếu axit được phân bố đều). Bông thủy tinh đã tẩm được nén kỹ trong ống thủy tinh. Cả hai đầu ống thủy tinh đều được bịt kín bằng nắp nhựa phù hợp.

Bảo quản các bộ lấy mẫu trong tủ đông ở -36 °C cho đến khi sử dụng.

5.2.3 Kiểm tra xác nhận

Khối lượng axit phosphoric trên từng bộ lấy mẫu (xấp xỉ 9,8 mg hoặc 100 μmol tương ứng) được xác nhận bằng cách chuẩn độ 5 bộ lấy mẫu cho mỗi lô hàng (10 % lô) bằng dung dịch 0,01 mol của natri hydroxit và phenolphthalein làm chỉ thị. Sự thay đổi màu tương ứng với điểm tương đương thứ hai (tương ứng với khoảng 20 mL dung dịch NaOH 0,01 M).



Do tính không đồng nhất (và thất thoát) nên có sự khác biệt về lượng H_3PO_4 trên bộ lấy mẫu. Lượng có thể chấp nhận là (100 ± 50) μmol H_3PO_4 /bộ lấy mẫu tương ứng với (20 ± 10) mL dung dịch NaOH 0,01 M. Có thể sử dụng lô (45 bộ lấy mẫu khác) nếu tất cả năm bộ lấy mẫu đã được chuẩn độ nằm trong dải này.

5.3 Lựa chọn thời gian lấy mẫu phù hợp

Thể tích lấy mẫu phụ thuộc vào nồng độ dự kiến của các amin có trong không khí lấy mẫu. Thể tích này phải nằm trong khoảng từ 5 L đến 100 L. Thể tích mẫu và thời gian lấy mẫu đề xuất được tóm tắt trong Bảng 1.

Bảng 1 – Thể tích mẫu và thời gian lấy mẫu đề xuất

Nồng độ thấp nhất dự đoán $\mu\text{g}/\text{m}^3$	Nồng độ cao nhất dự đoán $\mu\text{g}/\text{m}^3$	Thể tích mẫu đề xuất (chưa hiệu chỉnh)	Thời gian lấy mẫu tương ứng min
1	100	5	5
0,5	50	10	10
0,1	10	50	50
0,05	5	100	100

Trong quá trình lấy mẫu, độ ẩm tương đối của không khí được lấy mẫu phải thấp hơn 65 % (nhiệt độ và độ ẩm trong bộ lấy mẫu) để tránh ngưng tụ nước trong bộ lấy mẫu.

5.4 Thủ tục lấy mẫu

Biên bản lấy mẫu phải bao gồm ít nhất các nội dung sau:

- Mục tiêu của phép đo (mô tả ngắn gọn);
- Xem xét tình trạng (mô tả chi tiết, nếu cần);
- Người thực hiện ban đầu;
- Ngày và giờ đo;
- Số lượng mẫu;
- Thời gian lấy mẫu (min);
- Thể tích lấy mẫu (L);
- Điều kiện không khí trong nhà: áp suất (hPa), nhiệt độ (°C), độ ẩm tương đối (% RH);
- Điều kiện lưu lượng dòng trong phòng;
- Điểm lấy mẫu;
- Màu của giấy chỉ thị được làm ướt bằng dịch rửa giải vẫn còn trong bông thủy tinh của bộ lấy mẫu sau khi rửa giải (xem 5.8);
- Màu của giấy chỉ thị được làm ướt bằng dịch rửa giải từ đầu pipet Pasteur sau khi chuyển dịch rửa giải từ bình định mức sang lọ nhỏ (vial) (xem 5.8).

5.5 Phép đo so sánh

Do thiếu các tiêu chí đánh giá thích hợp liên quan đến nồng độ amin trong không khí trong nhà, nên việc so sánh bằng các phép đo song song với tình huống ở phòng khác (ví dụ: không có vật liệu hấp thụ amoniac, vật liệu cách nhiệt hoặc đồ nội thất có bọc) hoặc với nồng độ không khí ngoài trời có thể hữu ích.

Nếu thích hợp, nên thực hiện các mẫu so sánh bổ sung dự phòng (có thể được phân tích sau này, nếu cần).

5.6 Quy trình lấy mẫu

Trước khi lấy mẫu, các bộ lấy mẫu yêu cầu được lấy ra khỏi tủ đông và được bảo quản ở nhiệt độ phòng cho đến khi cân bằng nhiệt để tránh ngưng tụ nước trên bộ lọc. Trước khi lấy mẫu, tháo các nắp bịt kín ở cả hai mặt của bộ lấy mẫu. Nếu có thể, đầu của bộ lấy mẫu được nối với buồng thử bằng một đoạn ống mềm ngắn phù hợp. Đầu lấy mẫu có đường kính 6,25 mm được nối với bơm lấy mẫu đã hiệu chuẩn bằng ống mềm phù hợp.

Lưu lượng dòng khí lấy mẫu được điều chỉnh nhiều nhất là 1 L/min, thường là xấp xỉ 1 L/min. Thể tích lấy mẫu phụ thuộc vào nồng độ dự kiến của các amin trong mẫu không khí. Thể tích này phải nằm trong khoảng từ 5 L đến 100 L. Thường sử dụng thể tích lấy mẫu chuẩn là 50 L.

Các mẫu phải được dán nhãn nêu rõ ít nhất là số lượng mẫu, ngày và thời gian lấy mẫu và tên của người thực hiện. Nhãn phải được cố định trên ống lấy mẫu chứ không phải trên nắp làm kín.

5.7 Bảo quản mẫu

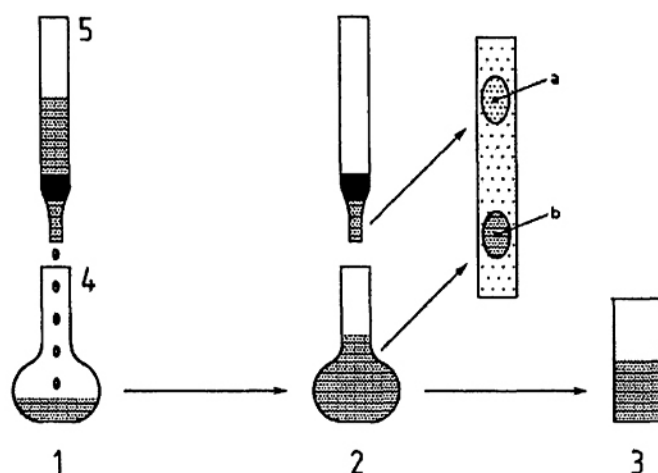
Sau khi lấy mẫu xong, cả hai đầu của bộ lấy mẫu được bịt kín bằng nắp và các bộ lấy mẫu đã nạp được bảo quản trong tủ đông ở -36°C cho đến khi chuẩn bị mẫu. Mẫu có thể được bảo quản theo cách này đến 6 tháng.

5.8 Chuẩn bị mẫu và chuyển sang quy trình phân tích

Việc chuẩn bị mẫu được thực hiện bằng cách rửa giải axit phosphoric và muối amoni tương ứng của các amin bằng nước.

- a) Tháo cả hai nắp bịt kín ra khỏi các ống lấy mẫu.
- b) Các ống lấy mẫu được cắm vào bình định mức 5 mL.
- c) Việc rửa giải các amin hoặc muối amoni tương ứng, được thực hiện bằng pipet tự động với 5 000 μL nước (chất lượng dùng cho HPLC). Nước được cung cấp cẩn thận lên bông thủy tinh đã tẩm từ phía đầu mở rộng của ống.
- d) Dòng nước chảy qua ống lấy mẫu xảy ra nhỏ giọt. Nếu cần, có thể tăng tốc độ nhỏ giọt bằng cách nhấc nhẹ ống lấy mẫu ra khỏi bình định mức. Dòng chảy từ trên xuống dưới phải chậm và liên tục. Cần tránh trộn lẫn chất lỏng trong ống (đặc biệt khi thể tích rửa giải giảm xuống còn 1 mL). Tốt nhất là nước ở đáy hòa tan các muối amoni cũng như axit phosphoric và rửa chúng vào bình định mức trong khi nước ở phía trên không chứa axit phosphoric và muối amoni.
- e) Các ống lấy mẫu vẫn giữ lại trên bình định mức cho đến khi toàn bộ nước đi qua bình định mức. Nếu cần, thêm vài giọt nước để làm đầy bình định mức đến vạch 5 mL.
- f) Các dung dịch mẫu nước được hút ra khỏi bình định mức bằng pipet Pasteur dài và chuyển vào các lọ sạch để phân tích sắc ký lỏng hiệu năng cao. Các lọ được đậy kín bằng nắp vặn và được bảo quản trong tủ lạnh ở 4°C cho đến khi phân tích [chi tiết, xem TCVN 10736-39 (ISO 16000-39)].
- g) Những giọt nước cuối cùng từ bộ lấy mẫu được nhỏ lên giấy chỉ thị đỏ congo. Màu đỏ phải giữ nguyên không đổi vì sự đổi màu sang xanh lam cho thấy rằng dư axit phosphoric và do đó có khả năng không phải tất cả các amin được chuyển vào bình định mức.
- h) Tương tự, phần còn lại của dung dịch mẫu trong pipet Pasteur (được sử dụng để chuyển vào lọ) được ấn ra giấy chỉ thị đỏ congo bằng nắp cao su. Giấy chỉ thị phải chuyển sang màu xanh đậm. Màu xanh lam (blue) cho biết dịch rửa giải có tính axit và bộ lấy mẫu đã không bị quá tải.

Hai bước cuối cùng được minh họa bằng sơ đồ trong Hình 1.



CHÚ DẪN

- 1 Dịch rửa giải với nước
- 2 Phép thử rửa giải với giấy chỉ thị màu đỏ congo
- 3 Dịch rửa giải trong một lọ dùng cho HPLC-MS-MS
- 4 Bình định mức
- 5 Bộ lấy mẫu
- a Trung tính
- b Axit (màu xanh lam đậm).

Hình 1 – Sơ đồ thử nghiệm lượng dư của dung dịch mẫu và lượng dư của bộ lấy mẫu

5.9 Chứng minh sự tương đương của các kiểu loại bộ lấy mẫu hoặc phương pháp lấy mẫu khác

Bộ lấy mẫu để xác định amin nêu trong 5.2 đã được thử nghiệm thành công và được sử dụng để lấy mẫu các amin được liệt kê trong Phụ lục A. Các loại bộ lọc tấm axit phosphoric khác có thể được sử dụng thay thế khi khả năng và hiệu suất của các bộ lấy mẫu này được chứng minh bằng phép thử được mô tả như sau:

Để thử nghiệm tính phù hợp của các bộ lấy mẫu, cần phải tạo ra mẫu không khí có nồng độ chất phân tích/các amin đã biết. Điều này có thể được thực hiện bằng cách sử dụng buồng thử phát thải với dòng thể tích khí xác định (tương ứng trong khoảng từ 1,5 m³/h đến 3,0 m³/h hoặc 25 L/min đến 50 L/min) và các lọ nhỏ (ví dụ: 1,5 mL) chứa đầy một số amin nhất định (Bảng 2; dạng tinh khiết, không phải dạng dung dịch) và được đậy kín bằng màng chắn bay hơi/khuếch tán (Bảng 2). Màng chắn khuếch tán phải được điều chỉnh đối với từng amin theo dòng thể tích khí của buồng thử phát thải. Bằng cách đo sự thất thoát khối lượng của các lọ nhỏ, mà có thể tính được nồng độ trong không khí như trong Công thức (1):

$$\left(\frac{\Delta m}{\Delta t} \cdot 1\,000 \mu\text{g}/\text{mg}\right) : (\Delta V/\Delta t) = \frac{\Delta m}{\Delta V} = c \quad (1)$$

Trong đó

- Δm là khối lượng đã mất, độ chính xác ít nhất 0,1 mg;
- Δt là thời gian giữa các lần cân, theo giờ (khuyến cáo là 50 h);
- $\Delta V/\Delta t$ là lưu lượng khí không đổi trong thời gian giữa các lần cân, tính bằng m³/h
 $\Delta V/\Delta t > 1,5 \text{ m}^3/\text{h}$;
- c là nồng độ, tính bằng $\mu\text{g}/\text{m}^3$.

Nhiệt độ bên trong buồng thử phát thải phải nằm trong khoảng từ 21 °C đến 25 °C. Phải sử dụng không khí khô vì các amin hút ẩm và không thể xác định chính xác sự mất khối lượng theo thời gian khi các amin hấp thụ nước.

Amin là các hợp chất phân cực có xu hướng hấp phụ trên bề mặt. Do đó, cần phải làm bay hơi các amin trong ít nhất 48 h trước khi bắt đầu lấy mẫu khí. Thời gian này rất phù hợp với thời gian được khuyến cáo giữa các lần xác định khối lượng của các lọ. Lưu lượng dòng khí phải không đổi trong suốt quy trình thử.

Các amin nêu trong Bảng 2 cần được sử dụng để kiểm tra tính phù hợp và khả năng của các bộ lấy mẫu amin.

Bảng 2 – Các amin để kiểm tra tính phù hợp và khả năng của bộ lấy mẫu

Số thứ tự (Phụ lục A)	Số CAS	Amin	Áp suất hơi hPa (tại 20 °C)	Kiểu rào cản bay hơi khuyến nghị ^a
19	872–50–4	1-Methyl-2-pyrrolidinon	0,4	1 lớp giấy
22	280–57–9	1,4-Diazabicyclo[2.2.2]octan	0,4	1 lớp giấy
18	616–47–7	1-Methylimidazol	0,5	1 lớp giấy
8	108–01–0	2-(Dimethylamino)ethanol	0,5	1 hoặc 2 lớp giấy
16	111–92–2	Di- <i>n</i> -butylamin	2,3	2 hoặc 3 lớp giấy
6	103–83–3	<i>N,N</i> -Dimethylbenzylamin	2,4	2 hoặc 3 lớp giấy
14	110–96–3	Diisobutylamin	7	3 hoặc 4 lớp giấy
4	100–74–3	4-Ethylmorpholin	8	3 hoặc 4 lớp giấy
17	121–44–8	Triethylamin	72	4 lớp giấy; cho vào lọ lớn có một septum có chia vạch
^a Giấy in thông thường 80 g/m ² được dùng làm rào cản bay hơi. Rào cản bay hơi phải được điều chỉnh phù hợp với lưu lượng thể tích khí được dùng. Đối với lưu lượng thể tích khí từ 1,5 m ³ /h đến 2,5 m ³ /h số lớp rào cản cần lớn hơn được khuyến nghị.				

Phụ lục A

(Tham khảo)

Danh mục các amin

Bảng A.1 – Danh mục các amin

Số thứ tự	Số CAS	Amin	GHS 06	GHS 08
1	62-53-3	Aniline	X	X
2	78-81-9	Isobutylamine	X	—
3	100-37-8	2-(Diethylamino)ethanol	X	—
4	100-74-3	4-Ethylmorpholine	X	—
5	100-97-0	Hexamethylenetetramine ^a	—	—
6	103-83-3	<i>N,N</i> -Dimethylbenzylamine	X	—
7	106-49-0	<i>p</i> -Toluidine	X	X
8	108-01-0	2-(Dimethylamino)ethanol	X	—
9	108-91-8	Cyclohexylamine	X	X
10	109-73-9	<i>n</i> -Butylamine	X	—
11	109-89-7	Diethylamine	X	—
12	110-89-4	Piperidine	X	—
13	110-91-8	Morpholine	X	—
14	110-96-3	Diisobutylamine	X	—
15	111-42-2	Diethanolamine	—	X
16	111-92-2	Di- <i>n</i> -butylamine	X	—
17	121-44-8	Triethylamine	X	—
18	616-47-7	1-Methylimidazole	X	—
19	872-50-4	1-Methyl-2-pyrrolidinone	—	X
20	2687-91-4	1-Ethyl-2-pyrrolidinone	—	X
21	3033-62-3	[Bis(2-dimethylamino)ethyl]ether	X	—
22	280-57-9	1,4-Diazabicyclo[2.2.2]octan	—	—

^a Hexamethylenetetramin là một nguồn formaldehyd.

GHS (Globally Harmonized system): Hệ thống hài hòa toàn cầu về phân loại và dán nhãn hóa chất

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 10736 (ISO 16000) (tất cả các phần), *Không khí trong nhà*
- [2] TCVN ISO/IEC 17025, *Yêu cầu chung về năng lực đối với phòng thử nghiệm và phòng hiệu chuẩn*
- [3] ISO 12219, *Interior air of road vehicles*
- [4] VDI 4300 Part 1:1995, *Indoor air pollution measurement – General aspects of measurement strategy*
- [5] TCVN 13665 (ISO 17734) (tất cả các phần), *Xác định các hợp chất nitơ hữu cơ trong không khí bằng sắc ký lỏng và khối phổ*
- [6] ISO 9702, *Plastics – Amine epoxide hardeners – Determination of primary, secondary and tertiary amine group nitrogen content*
- [7] VDI 2467 Part 2:1991, *Measurement of the Concentration of Primary and Secondary Aliphatic Amines by High-Performance Liquid Chromatography (HPLC)*
- [8] DIN 32645:2008, *Chemical analysis – Decision limit, detection limit and determination limit under repeatability conditions – Terms, methods, evaluation*
- [9] Rampfl M., Mayer F., Breuer K., Niessner R., *Derivatization-free analysis of volatile aliphatic and aromatic primary, secondary and tertiary amines in indoor air by HPLC-ESI-MS; Proceedings of the 10th International Conference on Indoor Air Quality and Climate: September 4-9, Beijing, China (2005) pp.2144-2148; ISBN: 7-89494-830-6 (CD-ROM)*
- [10] Rampfl M., Mayer F., Breuer K., Niessner R., *Derivatization-free analysis of volatile aliphatic and aromatic primary, secondary and tertiary amines in indoor air by HPLC-ESI-MS; Indoor Air 15/11 (2005) p.112; ISSN: 0905-6947 or 1600-0668*
- [11] Rampfl M., Breuer K., Nießner R., *Bestimmung von primären, sekundären und tertiären aliphatischen und aromatischen Aminen sowie Stickstoff-Heterocyclen und Alkanolaminen in Luft via HPLC-ESI-MS; Gefahrstoffe, Reinhaltung der Luft 65/7/8 (2005) pp.293-299; ISSN: 0039-0771 or 0949-8036*
- [12] Rampfl M., Mair S., Mayer F., Sedlbauer K., Breuer K., Niessner R., *Determination of primary, secondary, and tertiary amines in air by direct or diffusion sampling followed by determination with liquid chromatography and tandem mass spectrometry; Environmental science and technology 42/14 (2008) pp. 5217-5222; ISSN: 0013-936X; EISSN: 1520-5851; DOI: 10.1021/es071755+*

- [13] Rampfl M., Holtkamp D., Mayer F., Breuer K., Thermisch bedingte Geruchsbildung bei der Herstellung von Polyurethanwerkstoffen; IBP-Mitteilung 37/501 (2010) 2 pages; ISSN: 9990-1390

 - [14] Rampfl M., Mayer F., Breuer K., HOLTkamp, DIETER Odorous emissions of polyurethane raw materials and parts; Proceedings of International Conference on Indoor Air Quality and Climate in Austin/Texas; Paper 993 (2011) 2 pp
-